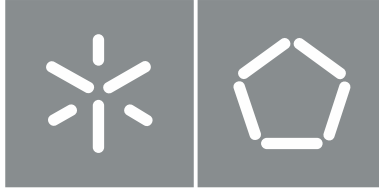




Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Pedro José Dinis Pereira

**Desenvolvimento de Componentes
de um Sensor Magnetostritivo para
Aplicação em Testes Não-Destrutivos
e Monitorização do Estado de Corrosão**



Universidade do Minho

Escola de Engenharia

Pedro José Dinis Pereira

**Desenvolvimento de Componentes de um
Sensor Magnetostritivo para Aplicação em
Testes Não-Destrutivos e Monitorização do
Estado de Corrosão**

Dissertação de Mestrado

Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica

Manufatura Avançada

Trabalho efetuado sob a orientação do

Professor Doutor Óscar Samuel Novais Carvalho

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

CC BY-NC

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

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador, professor doutor Óscar Carvalho, por todo o apoio prestado ao longo deste projeto, desde todo o *brain-storming*, passando pelos ensaios e experiências realizadas, não esquecendo também todo o conhecimento transmitido e críticas que certamente tornaram o trabalho ainda mais completo.

Aos meus amigos que me acompanharam nesta grande aventura que foi vivida durante estes anos académicos, tiveram sem dúvida um papel fundamental não só na vida académica como também a nível pessoal.

Ao pessoal do laboratório de Microfabricação e Sistemas integrados, pelo companheirismo, por se demonstrarem sempre disponíveis a ajudar e partilharem um pouco do seu conhecimento.

Aos meus pais, pela sua paciência e sacrifício, proporcionando sempre as melhores condições ao longo de toda a minha etapa académica mesmo com uma pandemia no meio de tudo. Também agradeço a toda a família e namorada pelo apoio constante e motivação extra. Este trabalho é dedicado a vós.

Este trabalho foi apoiado pelo projeto Magsense_POCI-01-0247-FEDER-033783.

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

Ao longo da presente dissertação procedeu-se ao desenvolvimento de componentes de um sensor magnetostritivo para a aplicação em testes não-destrutivos e monitorização do estado de corrosão. Os principais objetivos do trabalho passam pelo desenvolvimento dos componentes constituintes de um sensor através de técnicas de manufatura aditiva e subtrativa laser, a sua caracterização e avaliação.

Para fazer face à evolução da indústria e à monitorização e controlo da mesma, existe assim uma procura por sensores mais flexíveis, de maior eficácia e que deem resposta aos desafios atuais como é o caso dos sistemas de sensores de ondas acústicas que recorrem a ondas acústicas transmitidas através de material magnetostritivo acoplado ao material sob teste.

Os sensores atualmente utilizados apresentam algumas falhas/desvantagens neste tipo de aplicações tais como a dependência da qualidade de acoplamento, monitorização periódica e incapacidade de atuação em temperaturas elevadas. Surge assim uma oportunidade de melhoramento deste tipo de sensor para colmatar os problemas, propondo introduzir características inovadoras como o acoplamento embebido no objeto sob análise e eficácia a altas temperaturas.

O sensor alvo deste trabalho é o sensor magnetostritivo que é composto por três componentes: material magnetostritivo, bobina de emissão e deteção e um íman permanente.

Neste trabalho, foram feitas duas abordagens ao material magnetostritivo, aplicando-se também o processo de manufatura aditiva para a produção das bobinas e para o revestimento isolante. Quanto ao material magnetostritivo, uma primeira abordagem é a otimização do processo de produção através de metalurgia dos pós de uma liga; uma segunda abordagem é a deposição da liga FeCo, através de manufatura aditiva laser, num substrato de aço-carbono eliminando a variável contacto. Para a produção das bobinas, foram produzidos inicialmente fios de cobre através da manufatura aditiva com o objetivo de determinar os melhores parâmetros para um fio contínuo. Além disso, devido à necessidade de isolar os dois componentes anteriormente citados, foi desenvolvido um revestimento isolador através da fusão seletiva laser de óxidos depositado.

Após análise de resultados, pode-se verificar que não ocorreu uma sinterização completa da liga FeCo através da metalurgia dos pós nem do revestimento isolador com óxidos enquanto a manufatura aditiva da liga FeCo formou uma camada densificada, com ausência de poros e uma ligação ao substrato sem fissuras que foi evidenciado no teste de medição de espessuras.

Existe ainda uma margem de progresso relativamente à produção do revestimento isolador com óxidos e da produção da liga FeCo através de metalurgia dos pós. No entanto, a técnica de manufatura aditiva laser apresenta resultados promissores no que diz respeito ao comportamento magnetostritivo e da sua aplicação.

PALAVRAS-CHAVE

SENSOR; MAGNETOSTRIÇÃO; METALURGIA DOS PÓS; MANUFATURA ADITIVA; LIGA FECo

ABSTRACT

Throughout this dissertation, components of a magnetostrictive sensor were developed for application in non-destructive tests and monitoring of the state of corrosion. The main objectives of this work are the development of components of the sensor through additive and subtractive laser manufacturing techniques, as well as their characterization and evaluation.

To cope with the evolution of the industry and its monitoring and control, there is a demand for more flexible sensors, greater efficiency and that respond to current challenges such as the use of magnetostrictive sensors using acoustic wave systems to monitor the state of corrosion.

The currently used sensors have some flaws/disadvantages in this type of application such as dependence on coupling quality, periodic monitoring, and inability to act at high temperatures. Thus, an opportunity arises to improve this type of sensor to overcome the problems by proposing to introduce innovative features such as coupling embedded in the object under analysis, effectiveness at high temperatures and continuous monitoring.

The magnetostrictive sensor was the main target of this work and it contains three components: magnetostrictive material, emission and detection coil and a permanent magnet.

In this work, two approaches were made to the magnetostrictive material, also applying the additive manufacturing process to produce coils and for insulating coating. Regarding the magnetostrictive material, a first approach is to optimize the production process through powder metallurgy; a second approach is the deposition of the FeCo alloy, through laser additive manufacturing, on a carbon steel substrate to eliminate the contact variable. To produce coils, copper wires were initially produced through additive manufacturing to determine the best parameters for continuous wire. Furthermore, due to the need to insulate the two components mentioned above, an insulating coating was developed through laser sintering of deposited oxides.

After analyzing the results, there was no complete sintering of the FeCo alloy through powder metallurgy neither the insulating oxide coating, while the additive manufacturing of the FeCo alloy formed a densified layer, with no pores and a bond to the substrate without cracks which was evidenced in the thickness measurement test.

. There is still room for progress regarding the production of the insulating coating with oxides and the production of the FeCo alloy through powder metallurgy. However, the laser additive manufacturing technique shows promising results regarding the magnetostrictive behavior and its application.

KEYWORDS

SENSOR; MAGNETOSTRICTIVE; POWDER METALLURGY; ADDITIVE MANUFACTURING; FECo ALLOY

ÍNDICE

Agradecimentos	iii
Resumo	v
Abstract	vi
Índice de Figuras	x
Índice de Tabelas	xiv
Lista de Símbolos	xv
1. Introdução	1
1.1. Motivação.....	1
1.2. Objetivos	2
1.3. Estrutura da dissertação.....	3
2. Estado de arte	6
2.1. Testes não-destrutivos com recurso a ondas acústicas	6
2.1.1. Sensor magnetostritivo – Princípios de funcionamento.....	7
2.1.2. Componentes – Material Magnetostritivo.....	9
2.2. Processo de Fabrico dos componentes	10
2.2.1. Material magnetostritivo – Metalurgia dos pós.....	10
2.2.2. Material Magnetostritivo – Manufatura Aditiva Laser	14
2.2.3. Deposição dos pós de óxidos através de Deposição Eletroforética.....	17
3. Materiais e metodologia	19
3.1. Materiais	19
3.2. Metodologia Experimental	22
3.2.1. Substrato da liga de FeCo.....	22
3.2.1.1. Metalurgia dos pós	22
3.2.1.2. Manufatura aditiva via fusão seletiva laser.....	25
3.2.2. Revestimento isolador	31

3.2.2.1.	Deposição por Spray.....	32
3.2.2.2.	Deposição Eletroforética	33
3.2.2.3.	Fusão Seletiva Via laser Co ₂	34
3.2.2.4.	Formação de Camada de Óxido através da maquinagem desfocada laser ...	37
3.2.3.	Espiral de Cobre	38
3.2.3.1.	Preparação do substrato.....	38
3.2.3.2.	deposição de pó	38
3.2.3.3.	Fusão seletiva Via laser	39
3.3.	Técnicas de Caracterização.....	39
3.3.1.	Microscopia Eletrônica de Varrimento / EDS.....	40
3.3.2.	Teste de Isolamento e Condutividade	40
3.3.3.	Teste de Medição de Espessura	41
4.	Análise e Discussão de Resultados.....	44
4.1.	Caracterização metalúrgica da Liga FeCo via Metalurgia dos Pós.....	44
4.2.	Resultados das Texturas Produzidas	46
4.3.	Resultados da Fusão seletiva laser da Liga FeCo	48
4.4.	Resultados da Medição de Espessura	55
4.5.	Resultados da Deposição da camada de Óxido	61
4.6.	Resultados da Fusão seletiva laser da Camada de óxido.....	63
4.7.	Resultados da Fusão Seletiva Laser da Espiral de Cobre.....	64
5.	Conclusões e Sugestões para trabalhos futuros.....	68
5.1.	Conclusões.....	68
5.2.	Sugestões de trabalhos futuros	70
	Referências Bibliográficas	71
	Anexo 1 – Medição da densidade das amostras	75
	Anexo 2 – Composição química dos pós da liga FeCo utilizada para a manufatura aditiva laser.....	77
	Anexo 3 – Ficha técnica dos substratos de aço-carbono.....	79

Anexo 4 – Desenho técnico da matriz e Punção82

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema do Sensor Magnetostritivo e respetivos componentes.....	3
Figura 2 - Fluxograma das principais tarefas desenvolvidas ao longo do trabalho desta dissertação.....	5
Figura 3 - Esquema representativo do transdutor piezoelétrico (esquerda) e transdutor acústico eletromagnético (direita) (reproduzido de [4]).	7
Figura 4 - Representação esquemática da magnetostricção nos materiais ferromagnéticos. (reproduzido de [7]).....	8
Figura 5 - Valores típicos do coeficiente magnetostritivo de alguns materiais magnetostritivos (adaptado de [11]).....	9
Figura 6 - Diferentes estágios do processo de sinterização com ênfase na estrutura dos poros durante o processo (reproduzido de [25]).	12
Figura 7 - Diagrama de fases da liga FeCo. T_c sendo a temperatura de Curie (reproduzido de [16])...	13
Figura 8 - Esquema representativo dos parâmetros básicos da fusão seletiva laser (adaptado de [31]).	15
Figura 9 - Esquema ilustrativo do processo de deposição eletroforética. (a) Deposição Catódica e (b) Deposição Anódica. (reproduzido de [36])	17
Figura 10 - Gráfico do coeficiente magnetostritivo em função do campo aplicado.....	19
Figura 11 - Imagens SEM dos pós de Cobalto (a) e Ferro (b).	20
Figura 12 - Imagens SEM dos pós de titânio (a), vanádio (b) e cobre (c).....	21
Figura 13 - Misturador <i>Spex 8000</i> (a) e balança (b) utilizada para a pesagem dos pós.	22
Figura 14 - Matriz de compactação e prensa hidráulica para a compactação dos pós.	22
Figura 15 - Forno tubular (a) utilizado para a sinterização das amostras da liga FeCo. As amostras a verde foram colocadas num cadinho de alumina (b) de modo a evitar contaminação. As amostras após serem sujeitas ao ciclo térmico de sinterização (c).	23
Figura 16 - Ciclos térmicos utilizados para a sinterização dos pós da liga FeCo.....	24
Figura 17 - Método de Arquimedes. a) Balança utilizada para a pesagem das amostras. b) Pesagem de uma amostra seca. c) Pesagem de uma amostra submersa em água.....	25
Figura 18 - Laser Nd:YAG utilizado para a texturização da superfície dos substratos.	26
Figura 19 - Estratégia de maquinagem usada para texturização dos substratos.	27

Figura 20 - Esquematização do processo de deposição da liga FeCo - <i>Spin Coating</i> . a) Mistura do pó da liga FeCo com Álcool Isopropílico (Propanol-2). b) Deposição da mistura na amostra texturizada com rotação da mesa e auxílio da espátula.	28
Figura 21 - Esquema de sinterização (a) do ensaio nº1 (b).....	29
Figura 22 - Esquematização do processo de deposição de pó através do uso de uma máscara. a) Amostra com texturização na superfície. b) Colocação da máscara sobre a amostra com a textura na abertura. c) Deposição do pó na cavidade da máscara até ficar plano com a máscara. d) Remoção da máscara deixando o pó depositado com a forma da máscara com uma espessura uniforme.	30
Figura 23 - Esquematização do processo de deposição por spray. a) Mistura do pó de óxido com o meio líquido da suspensão. b) Agitador de ultrassons <i>Ultrasonic Processor UP200St</i> durante 30 segundos para garantir a dispersão da suspensão de forma uniforme. c) Pulverização da suspensão na amostra com a pistola de ar quente a aquecer a mesma para evaporar o meio líquido da suspensão.....	32
Figura 24 - Equipamento ultrassónico (a) para agitar a mistura e máquina de polimento usada (b). ...	34
Figura 25 - Esquema (a) do aparato para deposição eletroforética e o aparato utilizado (b).....	34
Figura 26 - Fusão seletiva da camada de óxido no laser CO2 (a) e a amostra sobre a placa de aquecimento (b).....	35
Figura 27 - Amostra com deposição de alumina por EPD. a) 150 V 3 min. b) 200V 3 min.....	35
Figura 28 - Amostra com as camadas de óxido formadas pela maquinagem laser desfocada.	38
Figura 29 - Deposição de cobre sobre uma amostra texturizada através do uso de uma máscara.....	38
Figura 30 - Trajetórias do laser (a) utilizadas para a fusão seletiva laser do cobre e as amostras obtidas (b).....	39
Figura 31 - Trajetória do laser em espiral(a) utilizada para a fusão seletiva laser do cobre e as amostras obtidas com velocidade 10 mm/s (b) e 5 mm/s (c).....	39
Figura 32 - Microscópio JSM-6010LV usado para análise SEM e EDS.	40
Figura 33 - Aparato para medição do isolamento e condutividade elétrica a) Teste de condutividade. b) Teste de isolamento.	41
Figura 34 - Componentes para o teste de medição de espessura (a) e o conjunto montado (b)	41
Figura 35 - Esquema do aparato (a) e foto do mesmo (b).....	42
Figura 36 - Esquematização das configurações do teste de medição de espessuras. a) Teste com bobinas em extremos opostos; b) Teste com bobinas no mesmo plano.....	42
Figura 37 - Imagens da secção de corte a partir da análise SEM. (a) T1350 2h; (b) T1400 2h; (c)T1400 4h; (d) T1400 4h + 2h.....	45

Figura 38 - Gráfico das densidades das amostras a verde e com diferentes ciclos térmicos.	46
Figura 39 – Imagem SEM da texturização do substrato de aço-carbono com 5 passagens. a) Vista de topo e b) Vista com uma inclinação de 45°	47
Figura 40 - Imagem SEM da texturização do substrato de aço-carbono com 20 passagens. a) Vista de topo e b) Vista com uma inclinação de 45°	47
Figura 41 - Imagem SEM da texturização do substrato de aço-carbono com 40 passagens. a) Vista de topo e b) Vista com uma inclinação de 45°	48
Figura 42 - Imagens da secção de corte da amostra P50 N1 a partir da análise SEM. a) Visão geral do corte. b) Pormenor do corte da camada.	49
Figura 43 - Análise EDS da amostra P50N1 e respetiva linha analisada. É de notar que a linha começa na camada fundida seletivamente e prolonga-se até ao substrato.	49
Figura 44 - Imagens da secção de corte da amostra P50 N4 a partir da análise SEM. a) Visão geral do corte. b) Pormenor na camada intermédia formada. c) Pormenor com a espessura da camada fundida seletivamente.	50
Figura 45 - Análise EDS da amostra P50N4 e respetiva linha analisada. É de notar que a linha começa na camada fundida seletivamente e prolonga-se até ao substrato.	51
Figura 46 - Imagens da secção de corte da amostra P90 N4 a partir da análise SEM. a) Visão geral do corte. b) Pormenor na camada intermédia formada. c) Pormenor com a espessura da camada fundida seletivamente.	52
Figura 47 - Análise EDS da amostra P50N4 e respetiva linha analisada. É de notar que a linha começa na camada fundida seletivamente e prolonga-se até ao substrato.	53
Figura 48 - Imagens da secção de corte da amostra P90 N8 a partir da análise SEM. a) Visão geral do corte. b) Pormenor na camada intermédia formada.	53
Figura 49 - Análise EDS da amostra P90N8 e respetiva linha analisada ao longo de umas das linhas verticais mais claras. É de notar que a linha começa na camada fundida seletivamente e prolonga-se até ao substrato.	54
Figura 50 - Análise EDS da amostra P90N8 e respetiva linha analisada evitando as linhas verticais mais claras. É de notar que a linha começa na camada produzida e prolonga-se até ao substrato.	55
Figura 51 - Testes de sinal com fita magnetostritiva acoplada a um bloco de aço-carbono (reproduzido de projeto Magsense_POCI-01-0247-FEDER-033783).	56
Figura 52 - Gráfico do efeito da texturização no sinal.	58
Figura 53 - Gráfico da análise P50N1 e P50N4.	58

Figura 54 – Gráfico da análise das amostras P90N2 e P90N4	59
Figura 55 - Gráfico com a combinação das diferentes amostras.	60
Figura 56 - Evolução da onda de sinal com a variação da temperatura do teste.	60
Figura 57 - Amostras com a superfície coberta com uma camada de alumina (a) e zircónia (b) através de <i>spray</i>	61
Figura 58 - Amostra texturizada com 20 passagens com deposição de alumina por EPD.	62
Figura 59 - Amostras com ensaio de fusão seletiva laser da camada de alumina depositada por EPD. a) Amostra com os ensaios 1, 2, 3 e 4. b) Amostra com os ensaios 9, 10, 11 e 12.	63
Figura 60 - Imagens dos fios de cobre produzidos através de sinterizados com as referentes potências usadas a partir da análise SEM.	64
Figura 61 - Imagens da secção de corte dos fios de cobre produzidos a partir da análise SEM. a) Potência de 40. b) Potência de 50 (b).	65
Figura 62 - Imagens da secção de corte dos fios de cobre produzidos a partir da análise SEM. a) Potência de 60. b) Potência de 70 (b).	66
Figura 63 - Imagens da secção de corte dos fios de cobre sinterizados a partir da análise SEM. a) Potência de 80. b) Potência de 90 (b).	67

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Temperaturas e tempos de sinterização segundo a literatura.	13
Tabela 2 - Parâmetros de manufatura aditiva laser da liga FeCo segundo a literatura.	16
Tabela 3 - Composição Química da Liga FeCo.	20
Tabela 4 - Composição química do pó da Liga FeCoV segundo o fornecedor.	21
Tabela 5 - Temperaturas e tempos de sinterização utilizados.	24
Tabela 6 - Características do laser Nd:YAG.	26
Tabela 7 - Parâmetros da texturização das amostras de aço-carbono.	27
Tabela 8 - Características do laser Nd:YAG 3.	28
Tabela 9 - Parâmetros de sinterização da amostra geral.	29
Tabela 10 - Parâmetros de fusão seletiva com variação de velocidade, espaçamento e potência.	30
Tabela 11 - Parâmetros de fusão seletiva com variação de número de camada, textura e foco.	31
Tabela 12 - Parâmetros de fusão seletiva com variação do número de camada, textura e potência. ...	31
Tabela 13 - Combinação de suspensões.	33
Tabela 14 - Características do laser CO ₂	35
Tabela 15 - Parâmetros usados na fusão seletiva laser da camada de óxidos depositada.	36
Tabela 16 - Parâmetros laser para formação de óxido.	37
Tabela 17 - Densidade e desvio padrão das amostras a verde e com diferentes ciclos térmicos.	46
Tabela 18 - Camada de Alumina depositada através do processo de deposição eletroforética.	62

LISTA DE SÍMBOLOS

Siglas, abreviaturas e acrónimos

CAD	<i>Computer aided design</i>
CAM	<i>Computer aided manufacturing</i>
CMEMS	<i>Center for microelectromechanical systems</i>
CO ₂	Dióxido de Carbono
EDS	<i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i>
EMAT	<i>Electro Magnetic Acoustic Transducer</i>
EPD	<i>Electrophoretic deposition</i>
FM	<i>Full Melting</i>
LPS	<i>Liquid phase sintering</i>
Nd:YAG	<i>Neodymium-doped yttrium aluminium</i>
NDT	<i>Non-destructive test</i>
<i>Pigs</i>	<i>Pipeline intervention gadget</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i>
SLC	<i>Sisma laser controller</i>

1. INTRODUÇÃO

Neste capítulo é apresentada a motivação (1.1.), onde são expostas as principais razões que levaram à realização desta dissertação, os objetivos (1.2.) propostos a alcançar e a estrutura da dissertação (1.3.).

1.1. MOTIVAÇÃO

Numa atualidade onde se pretende otimizar todos os recursos disponíveis e minimizar quaisquer perdas, existe uma procura pela prevenção de falhas, controlo e monitorização de estruturas de modo a reconhecer padrões e atuar de forma preventiva.

Na realidade industrial, existe uma preocupação acrescida sobre o controlo e monitorização de estruturas de modo a avaliar e diagnosticar possíveis falhas, definir padrões de comportamento das estruturas (desgaste e erosão) bem como intervir de forma preventiva. Esta monitorização não só traz vantagens a nível de evitar possíveis desastres humanos e ambientais, mas também a nível económico para as empresas onde se estima uma poupança de milhares de milhões de dólares a empresas até 2025 através da manutenção preventiva [1].

Para além disso, as indústrias estão a passar atualmente por um novo processo de industrialização (Indústria 4.0) onde há uma evolução a nível de controlo e gestão da indústria e seus ativos, processo no qual a monitorização terá um papel fundamental.

Os testes não-destrutivos (NDT) são uma importante técnica de monitorização quer em detetar defeitos durante os processos de fabrico, mas também em produtos em plena funcionalidade. Esta ferramenta permite, assim, analisar integralmente e detetar defeitos em produtos industriais, máquinas e estruturas. Devido a esta pressão colocada sobre a indústria para evitar a falha inesperada e atuar preventivamente, torna-se fundamental a monitorização dos equipamentos e produtos.

Para executar esta monitorização contínua, é necessário sensorizar os objetos e/ou estruturas que se pretende acompanhar ao longo do tempo através de sensores que consigam exercer a sua função mesmo em ambientes desfavoráveis aos mesmos, como é o caso de altas temperaturas e meios corrosivos recorrendo a sensores de temperatura, piezoelétricos e magnetostritivos.

No mercado atual, existem várias soluções como os detetores *pigs* e radiografia, mas ambos apresentam grandes custos e limitações na sua utilização. Os sensores piezoelétricos e transdutores acústicos eletromagnéticos (EMAT) são também utilizados, baseando-se em tecnologia de ondas guiadas.

No entanto, os sensores piezoelétricos necessitam de um material ligante para o acoplamento (sendo este um fator fulcral no seu funcionamento), o que limita a sua utilização em altas temperaturas e em superfícies irregulares. No caso dos EMAT, o seu principal ponto fraco é a alta dependência do material constituinte a monitorizar no que diz respeito à sua condução/ferromagnetismo.

Surgem assim, dentro da tecnologia de ondas guiadas, os sensores magnetostritivos cuja limitação se prende no poder magnetostritivo da liga usada e o acoplamento. Para colmatar estas desvantagens, foi otimizado o processamento da liga FeCo anteriormente desenvolvida no projeto MAGSENSE (Magsense_POCI-01-0247-FEDER-033783) e otimizado o processo de manufatura aditiva e subtrativa laser dos componentes do sensor embebido, de modo a eliminar o problema do acoplamento.

1.2. OBJETIVOS

O objetivo do projeto da dissertação é o fabrico de um sensor magnetostritivo recorrendo a técnicas de manufatura aditivas e subtrativas.

Deste modo, o trabalho proposto é um estudo piloto sobre a monitorização contínua de estruturas com sensores embebidos no componente sob análise, focando principalmente no desenvolvimento de um sensor magnetostritivo através de técnicas de manufatura aditivas. Este projeto está enquadrado no projeto MAGSENSE – “Magnetostrictive sensor system for structural monitoring of corrosion of critical assets., SI R&D Co-Promotion Project No.33783” sendo o líder do projeto a empresa EQS, formando consórcio com o *IFIMUP* (Instituto de Física dos Materiais da Universidade do Porto) da Faculdade de Ciências da Universidade do Porto (FCUP) e o grupo *CMEMS* (Centro de Sistemas Microeletromecânicos) da Universidade do Minho.

O trabalho proposto divide-se em 2 grandes objetivos:

1. Otimização do processamento da liga FeCo.
 - Otimizar as condições do processo de metalurgia dos pós da liga FeCo anteriormente desenvolvida no projeto MAGSENSE no que diz respeito a ciclos de temperaturas de sinterização;
 - Caracterização magnetostritiva e metalúrgica das amostras da liga FeCo obtidas.

Neste primeiro objetivo, pretende-se otimizar as condições do processamento da liga FeCo de modo a substituir a liga HiperCo que atualmente é utilizada neste tipo de sensores.

2. Desenvolvimento e otimização do processo de manufatura aditiva e subtrativa laser dos componentes do sensor magnetostritivo.
 - Manufatura aditiva laser da liga FeCo num substrato de aço;

- Caracterização magnetostritiva da camada depositada;
- Fusão seletiva laser de um revestimento isolador de óxido sobre a liga anteriormente depositada;
- Caracterização da capacidade de isolamento do revestimento de óxido;
- Manufatura aditiva laser de uma espiral de cobre (bobina) sobre o filme isolador;
- Caracterização da condução do fio de cobre.

Este segundo objetivo foca-se no desenvolvimento e otimização do processo de manufatura aditiva dos componentes do sensor embebido no objeto a ser monitorizado, de modo a eliminar o problema do contacto do material magnetostritivo ao objeto a ser analisado durante o acoplamento, permitindo uma maior afinidade entre os dois materiais e uma melhor condução das ondas acústicas que terá um grande impacto na obtenção de dados. Também através de técnicas de manufatura aditiva, é desenvolvida uma bobina que será a fonte do campo magnético dinâmico e uma camada isoladora entre a bobina e o material magnetostritivo, de modo a isolar eletricamente os dois materiais um do outro. O ímã permanente não foi desenvolvido devido à complexidade do processo de produção. Na figura 1 apresenta-se um esquema do sensor magnetostritivo e dos seus componentes identificados.

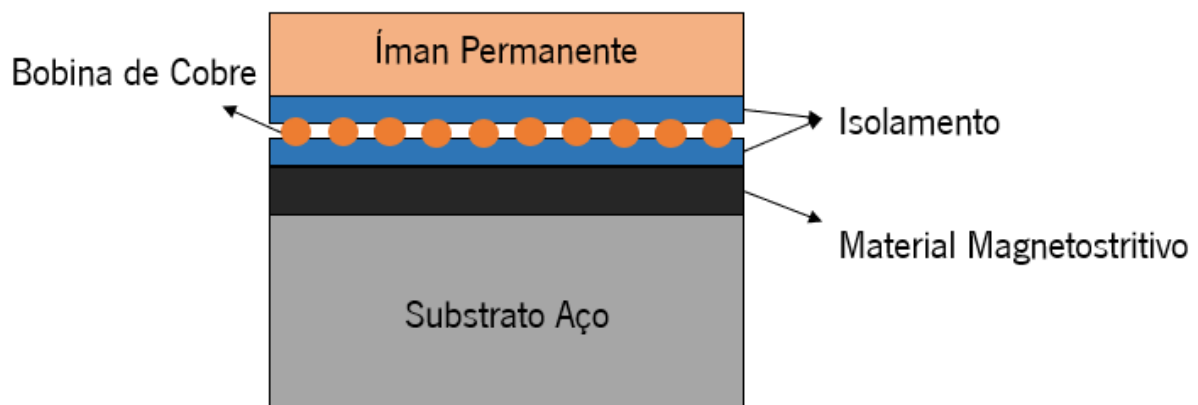


Figura 1 - Esquema do Sensor Magnetostritivo e respetivos componentes.

1.3. ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

A dissertação encontra-se dividida em cinco capítulos. No primeiro capítulo é apresentada a motivação, os objetivos da dissertação e a estrutura da mesma.

No segundo capítulo é abordado o estado da arte, onde é feita uma apresentação sobre os testes não-destrutivos com recurso a ondas acústicas, dos sensores aplicados para este efeito seguido dos princípios de funcionamento dos sensores magnetostritivos e os seus componentes para além dos seus processos de fabricos utilizados para a produção destes ao longo deste trabalho.

No terceiro capítulo é exposta toda a metodologia experimental, seguida desde os materiais usados, as técnicas de produção dos diferentes componentes e os testes e caracterizações efetuadas.

O quarto capítulo serve para apresentar os resultados obtidos, a sua interpretação e discussão.

Seguidamente, no quinto capítulo são expostas as principais conclusões resultado do trabalho efetuado, bem como as perspetivas de trabalhos futuros.

Por último, encontra-se a bibliografia onde são referidos os trabalhos científicos que foram usados como base para o desenvolvimento deste trabalho.

Na figura 2, é apresentado um fluxograma da estrutura da dissertação bem como das principais tarefas desenvolvidas.

Desenvolvimento de componentes de um sensor magnetostritivo para aplicação em testes não-destrutivos e monitorização do estado de corrosão

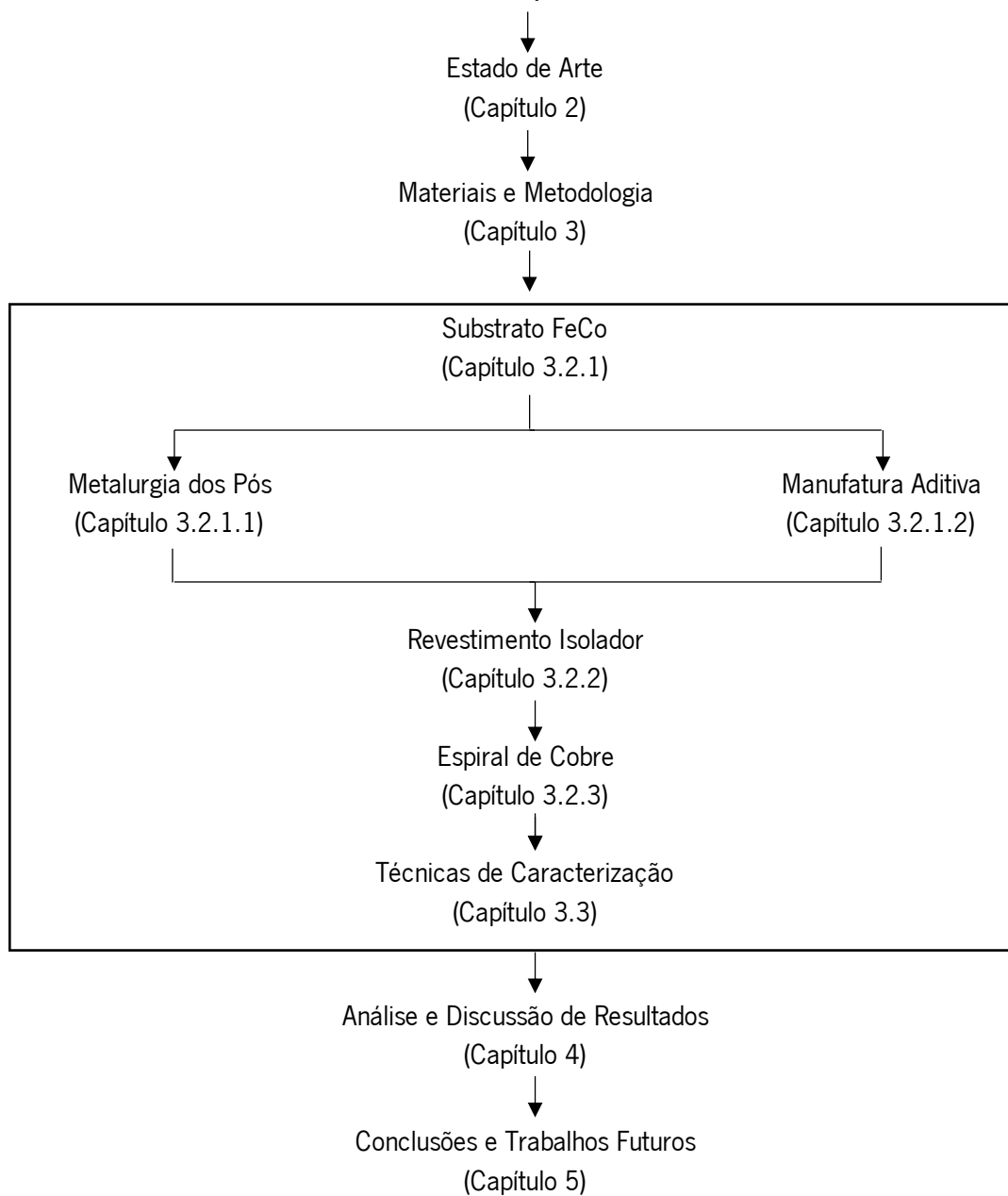


Figura 2 - Fluxograma das principais tarefas desenvolvidas ao longo do trabalho desta dissertação.

2. ESTADO DE ARTE

Neste capítulo é apresentada uma contextualização geral sobre os princípios e bases que serviram como fundamento para a elaboração deste trabalho. Este capítulo divide-se em dois subcapítulos onde no primeiro (2.1) é feita uma abordagem sobre os testes não-destrutivos com recurso a ondas acústicas e os seus princípios de funcionamento e no segundo (2.2) são abordados os processos de fabrico dos componentes utilizados neste trabalho nomeadamente manufatura aditiva e subtrativa laser, metalurgia dos pós entre outros.

2.1. TESTES NÃO-DESTRUTIVOS COM RECURSO A ONDAS ACÚSTICAS

Os NDT são assim uma técnica que consiste na deteção de defeitos e falhas de objetos testados comparativamente a padrões pré-existentes e normas sem comprometer a integridade física do objeto sob teste [2].

Utilizados em grande escala em testes não-destrutivos, os métodos ultrassónicos apresentam-se como um grande meio de obtenção de informação no que diz respeito à existência de defeitos e prevenção de falhas de equipamentos/estruturas. Estes permitem a deteção de defeitos com elevada rigorosidade; a elevadas profundidades dos materiais; com capacidade de determinar o tamanho e forma dos mesmos; sem influenciar o material submetido a análise, etc. No entanto, estes são utilizados maioritariamente para inspeções periódicas em vez de monitorização contínua uma vez que estes não estão acoplados ao componente a ser analisado [3].

Os métodos NDT ultrassónicos mais utilizados atualmente têm como base dois mecanismos diferentes [4]:

Transdutor piezoelétrico (figura 3)– dispositivo com capacidade de converter uma tensão elétrica numa deformação mecânica ou vice-versa. O material piezoelétrico é posicionado entre dois elétrodos que produzem um campo elétrico variável que origina uma compressão/expansão do material piezoelétrico que produz uma onda acústica na região dos ultrassons. Ao acoplar este transdutor a um componente sobre análise, é então produzida uma onda que se propaga ao longo do componente. O acoplamento superficial desde tipo de dispositivo é essencial para o seu desempenho, ou seja, é necessário um bom contacto superficial entre o dispositivo e o componente para uma maior eficácia do processo sendo esta uma limitação [5]. Outra limitação encontra-se na dificuldade acoplamento com altas temperaturas e em condições não favoráveis do meio.

Transdutor acústico eletromagnético (figura 3) – dispositivo que recorre à interação entre campos magnéticos e às propriedades do material a ser analisado para produzir ou detetar ondas acústicas. Recorrendo a um íman permanente e uma bobina, é criado um campo magnético estático e um campo magnético dinâmico que proporcionam o aparecimento da força de Lorentz e da força magnetostritiva dentro do material a ser analisado, não sendo necessário o contacto entre o transdutor e o material a ser analisado. No entanto, a distância entre o dispositivo (*lift off*) e a superfície do material a analisar afeta a eficiência do processo, para além das propriedades físicas do material também terem um impacto significativo no desempenho do mesmo (permeabilidade magnética, condutividade elétrica, etc.).

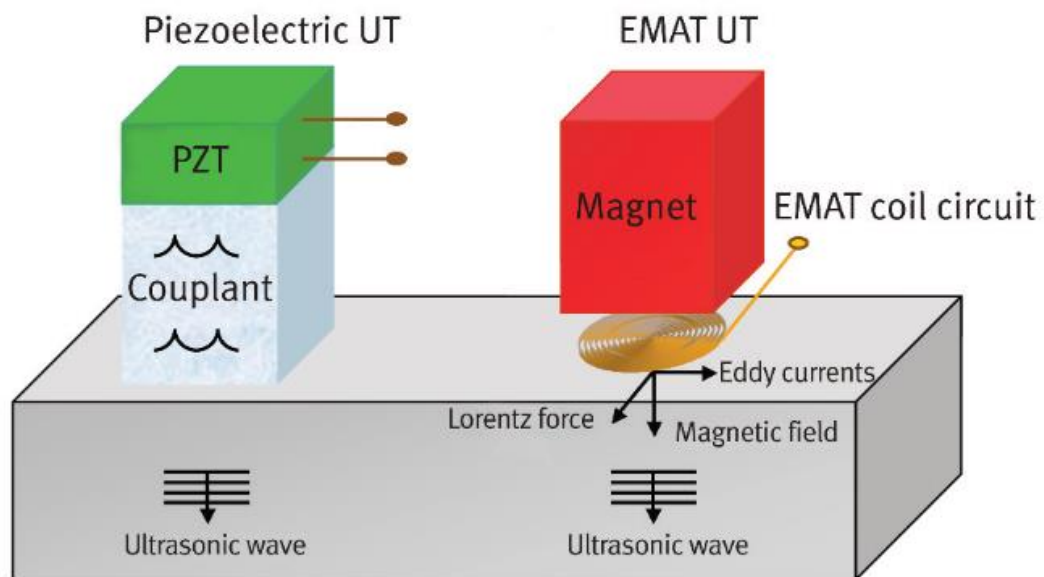


Figura 3 - Esquema representativo do transdutor piezoelétrico (esquerda) e transdutor acústico eletromagnético (direita) (reproduzido de [4]).

O transdutor acústico magnetostritivo tem como base princípios idênticos aos dos dois transdutores acima referidos. No entanto, o transdutor magnetostritivo recorre à propriedade magnetostritiva de um material para a produção e detenção das ondas acústicas. Este sensor recorre ao comportamento magnetostritivo de um material quando sujeito a campos magnéticos, ou seja, aproveita a relação entre a deformação do material magnetostritivo e o campo magnético induzido neste.

2.1.1. SENSOR MAGNETOSTRITIVO – PRINCÍPIOS DE FUNCIONAMENTO

O efeito magnetostritivo de Joule é a alteração da forma de um material quando influenciado por um campo magnético externo. Este fenómeno foi inicialmente observado por James Joule em 1842 quando verificou que uma barra de ferro alterou o seu comprimento quando influenciado por um campo magnético [6]. O contrário também ocorre, isto é, quando é aplicada uma força externa no material existe uma alteração da magnetização do material (Efeito de Villari).

As alterações das dimensões ocorrem devido à reorientação e rotação de domínios magnéticos do material, o que causa forças internas no mesmo. Quando os domínios ficam com a mesma orientação, pode-se dizer que o material chegou à sua saturação magnética.

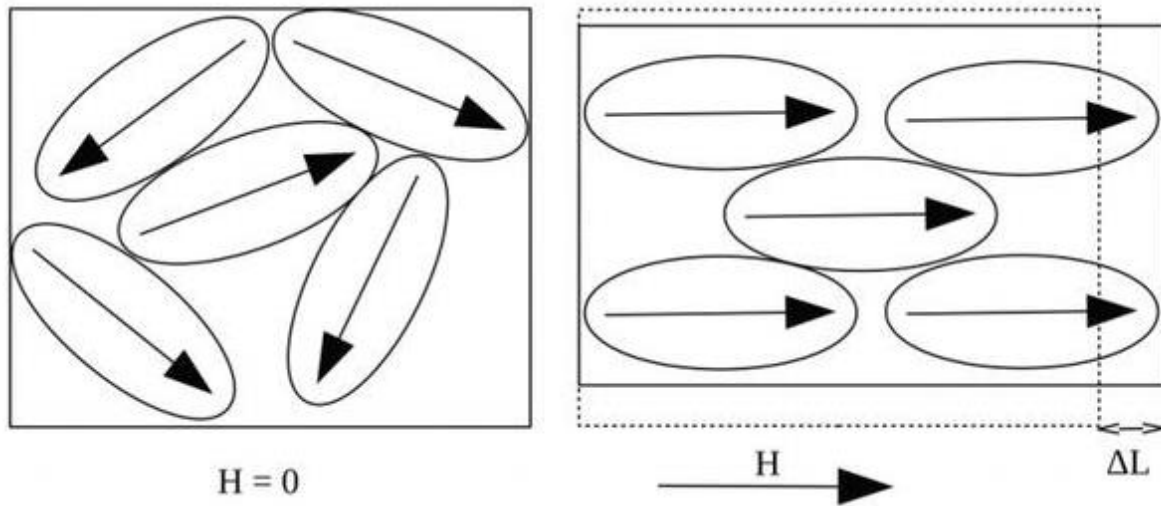


Figura 4 - Representação esquemática da magnetostricção nos materiais ferromagnéticos. (reproduzido de [7])

Assim, o sensor é composto essencialmente por ímanes permanentes (ou eletroímãs), bobinas e material magnetostritivo. Os ímanes permanentes produzem um campo magnético estático e as bobinas um campo magnético dinâmico que quando interagem no material magnetostritivo, originam uma onda acústica através da reorientação dos cristais do material que é propagada para o material sob teste. Este sistema de sensor permite diferentes configurações onde é possível produzir uma gama de ondas acústicas para detetar os defeitos dos componentes em análise [5], [8]–[10].

Alguns dos fatores que mais influenciam a eficiência destes sensores magnetostritivos são:

- Campo magnético do íman permanente (dimensões do campo produzido e intensidade);
- Temperatura (devido ao seu efeito nas propriedades de condução das ondas acústicas do material);
- Distância entre a bobina de emissão e o material magnetostritivo (distância de *lift-off* que influencia a interação do campo magnético dinâmico emitido pela bobina de emissão com o material magnetostritivo) ;
- Material sob análise (propriedades de condução acústica, densidade, etc);
- Material magnetostritivo utilizado.

Este último fator apresenta-se como o mais determinante para a eficiência do sensor uma vez que é este o responsável pela origem e transmissão da onda acústica através da sua deformação. Tendo isto

em conta, foi feita uma análise mais profunda sobre as possíveis escolhas de material magnetostritivo a ser utilizado.

2.1.2. COMPONENTES – MATERIAL MAGNETOSTRITIVO

Como dito anteriormente, um dos componentes do sensor é o material magnetostritivo. A escolha deste material deve ter em conta a sua saturação magnética, magnetostricção e momento magnético.

Atualmente, existem alguns materiais que se destacam devido às suas propriedades magnetostritivas como são apresentados na figura 5 [11].

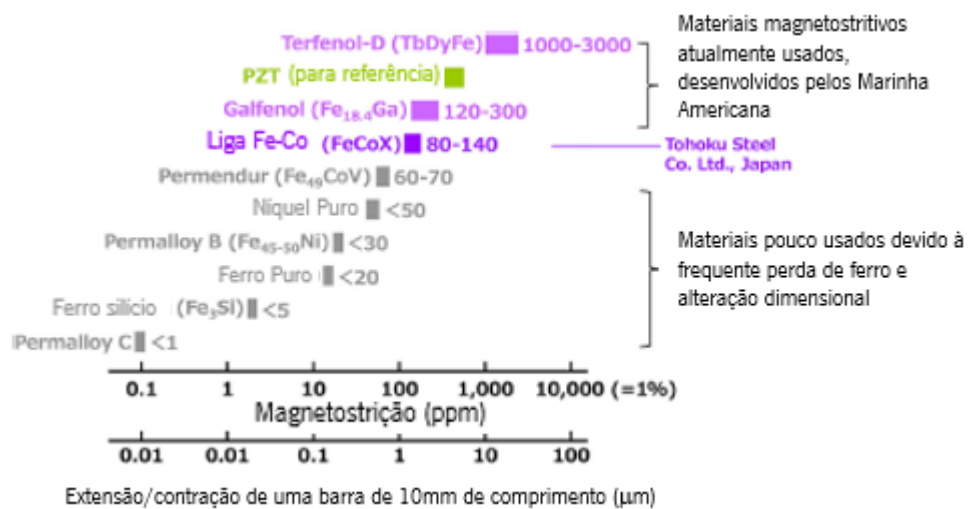


Figura 5 - Valores típicos do coeficiente magnetostritivo de alguns materiais magnetostritivos (adaptado de [11]).

O Terfenol-D composto por terras raras como o Térbio e Disprósio apresenta o maior coeficiente de magnetostricção (deformação do material quando sujeito a um campo magnético) conhecido. Com a adição de Ferro, este mostra potencialidade à temperatura ambiente no que toca à sua magnetostricção na ordem dos 2000 ppm. No entanto, apresenta diversas desvantagens como o seu preço e a sua ductilidade, que condicionam a sua aplicação [11].

O Galfenol (Liga de FeGa) surgiu no centro de guerra e superfície Naval dos Estados Unidos, onde foi desenvolvido, foi feita toda a caracterização das propriedades do material e do processo de fabrico [12]. O coeficiente magnetostritivo do Galfenol depende de várias variáveis como a percentagem de Ga na sua composição, o processo de fabrico e o sentido do campo magnético aplicado. No entanto, esta liga apresenta algumas vantagens que a destacam como a sua resistência à corrosão, maquinabilidade e ductilidade (com uma percentagem de Ga até 20%) [12]. Para além disso, ainda apresenta um coeficiente magnetostritivo alto com campos magnéticos baixos relativamente ao Terfenol-D (350 ppm quando sujeito a campos magnéticos 100 Oe) [12].

A liga FeCo surge como a liga com o maior potencial de utilização para desenvolver este projeto. Embora não apresente coeficientes de magnetostricção tão elevados como as ligas anteriormente referidas, esta apresenta boas propriedades mecânicas (resistência à tração), elevada permeabilidade magnética (capacidade de alinhamento do material magnético com o campo magnético aplicado) e alta magnetização de saturação (a saturação magnética ocorre quando o aumento da aplicação do campo magnético externo não aumenta a magnetostricção do material, isto é, uma alta saturação permite a aplicação de maiores campos magnéticos e maior magnetostricção). Outra das suas vantagens comparativamente às outras ligas é o seu baixo preço e a sua abundância sendo um exemplo desta liga o Hiperco 50 que apresenta uma composição de 50% ferro e 50% cobalto. Porém, há uma necessidade de adicionar elementos de liga para alterar algumas propriedades desta, como é o exemplo da adição de vanádio (V) para melhorar a ductilidade da liga. [13]. Outros elementos de liga que também auxiliam na melhoria das propriedades da liga FeCo são o cobre, que diminui a saturação magnética e a coercividade (capacidade de manter a orientação da sua estrutura magnético, ou seja, inércia à mudança de posição dos seus cristais quando sujeitos a um campo magnético) [14] e o titânio, que tem efeito sobre a ductilidade da liga sem afetar as propriedades magnéticas da mesma [15], [16].

2.2. PROCESSO DE FABRICO DOS COMPONENTES

Para a produção dos diferentes componentes do sensor magnetostritivo, foram usadas técnicas de manufatura aditiva e subtrativa laser para o material magnetostritivo, para o revestimento isolador foi utilizada uma técnica de deposição eletroforética seguida da fusão seletiva laser e para a bobina de cobre, foi utilizada também manufatura aditiva laser.

2.2.1. MATERIAL MAGNETOSTRITIVO – METALURGIA DOS PÓS

Os processos de fabrico têm grande impacto no desempenho do material magnetostritivo bem como os tratamentos térmicos adjacentes à sua produção [17]. Diferentes processos podem ser usados para obter ligas dos materiais magnetostritivos pretendidos, desde fundição, extrusão, sinterização de pós e manufatura aditiva laser [16], [18], [19].

No caso da liga Hiperco 50, um dos seus processos de fabrico é fundição seguida de um processo extrusão (laminagem a frio ou a quente) e culminando com um tratamento térmico de recozimento [20].

Mais recentemente, a liga FeCo começou a ser produzida através de metalurgia dos pós e também por manufatura aditiva [19].

Neste trabalho, foram selecionados dois métodos de fabrico diferentes para produzir a liga FeCo: metalurgia dos pós e manufatura aditiva por sinterização laser.

O processo de metalurgia dos pós consiste num conjunto de processos e técnicas para a produção de pós metálicos e do seu processo de consolidação em produtos metalúrgicos através da aplicação de elevadas pressões e, simultânea ou subsequentemente, de calor.

Esta técnica apresenta diversas vantagens, tais como produtos com a forma final ou próximos da forma final, controlo dimensional, produção de ligas de altas temperaturas de fusão, como é o caso do tungsténio, baixo desperdício de material entre outras. A metalurgia dos pós tem sido amplamente utilizada em áreas como a engenharia aeroespacial, automóvel, etc. [21]

No entanto, esta técnica também apresenta algumas desvantagens, como é o caso do custo elevado dos equipamentos, ferramentas e pós, bem como a dificuldade no manuseamento e armazenamento dos pós [22].

A aplicação da técnica da metalurgia dos pós inicia-se pela obtenção dos pós e a sua mistura, seguido da sua compactação para a obtenção de compactos verdes. Seguidamente, é feita a sinterização deste compacto verde de modo a obter o componente sinterizado e, caso seja necessário, algum processo de acabamento.

No que diz respeito à obtenção dos pós, estes podem ser: atomização, trituração e moagem, deposição eletrolítica, processamento químico entre outros. Os processos de obtenção dos pós têm influência na forma e geometria dos pós metálicos obtidos, que terão impacto na dureza, na capacidade de sinterização, compressibilidade, entre outros [23].

Depois dos pós obtidos, estes são misturados e homogeneizados através de técnicas como *blending* e *mixing* onde a primeira é utilizada para misturar pós com diferentes tamanhos, mas a mesma composição enquanto a segunda se refere à mistura de pós com diferentes características químicas [24].

Com os pós misturados, seguem-se as etapas de compactação e sinterização, sendo que estas podem ocorrer simultaneamente ou em fases diferentes. Quando a compactação e sinterização é feita em simultâneo, considera-se prensagem a quente (*Hot Pressing*) com sinterização. Caso contrário, é feita uma prensagem a frio (*Cold Pressing*) seguido de sinterização.

A prensagem não é nada mais nada menos que uma pressão aplicada nos pós misturados dentro de uma matriz de modo a compactar e formar o compacto verde. Este compacto verde pode ter resistência mecânica suficiente para ser manuseado sem haver uma necessidade de adicionar ligante, enquanto quando isto não é possível, são adicionados ligante e lubrificantes para melhorar o escoamento e a resistência mecânica do próprio compacto a ser manuseado. Estes aditivos são posteriormente

removidos com recurso a um pré-tratamento térmico de modo a evaporá-los, deixando apenas os pós metálicos na forma desejada para a sua sinterização [25].

A sinterização dos pós consiste em ligar as partículas de pó através do seu aquecimento até uma temperatura inferior à do ponto de fusão dos constituintes da liga, de modo a formar um sólido devido à sua difusão, e não devido à sua fusão. Existe assim, com o aumento de temperatura, a redução da energia de superfície, uma vez que o compacto verde é um conjunto de grãos, cada um com a sua superfície e quando sob influência do calor, a sua área superficial é reduzida através do crescimento e formação de ligações entre as partículas [25].

A sinterização sólida consiste essencialmente em três fases após o contacto inicial entre as partículas do pó (figura 6): numa primeira fase, são formadas fronteiras de grão e começa a formação e crescimento dos “pescoços”, onde a difusão é promovida por forças de capilaridade presentes na região de curvatura do “pescoço”; seguidamente, numa fase intermediária, devido ao aumento da temperatura, a energia de superfície diminui, as fronteiras de grão aumentam e o tamanho dos poros diminui sendo estes fechados e isolados; por fim, na fase final, os poros são de forma esférica, mais pequenos e fechados diminuindo a área de superfície drasticamente [25]. Por norma, o processo de sinterização é feito em atmosfera controlada de modo a evitar a oxidação da liga.

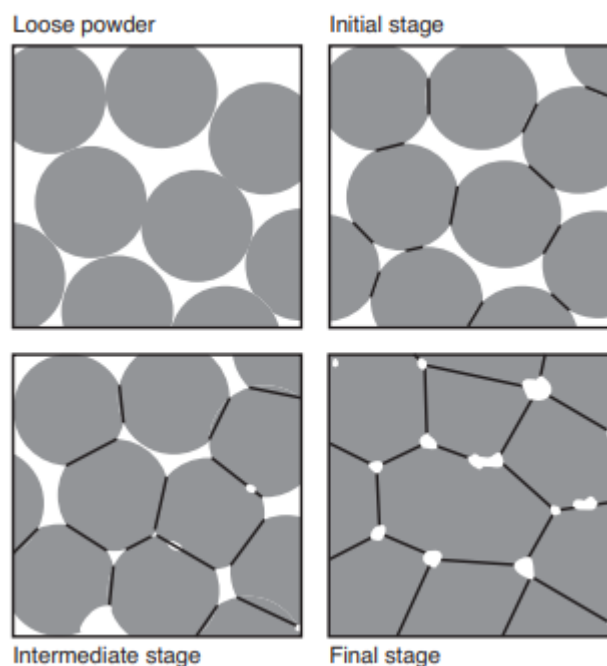


Figura 6 - Diferentes estágios do processo de sinterização com ênfase na estrutura dos poros durante o processo (reproduzido de [25]).

No caso da liga Fe-Co, no diagrama de fases Fe-Co (figura 7), para uma composição equiatômica, a linha de líquidos surge aos aproximadamente 1450 °C. Assim sendo, para o processo de sinterização,

os estágios de temperatura terão de estar sempre abaixo desta temperatura uma vez que se pretende uma sinterização no estado sólido apenas e evitar uma fase líquida.

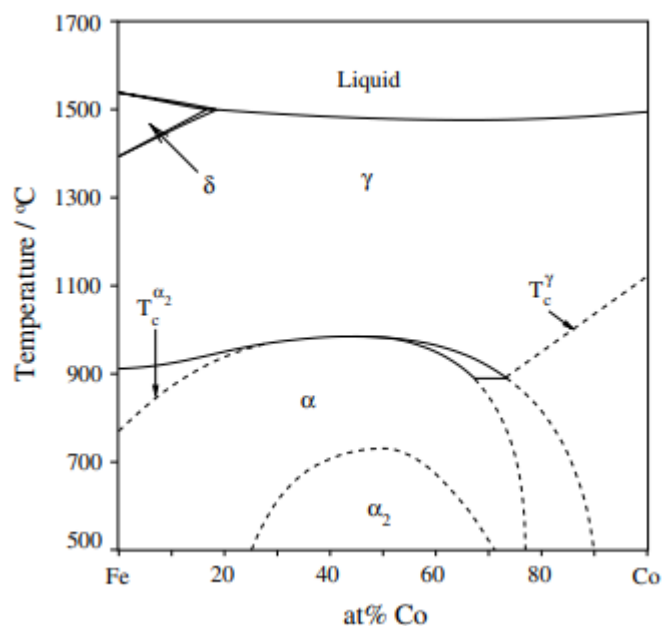


Figura 7 - Diagrama de fases da liga FeCo. T_c sendo a temperatura de Curie (reproduzido de [16]).

Diferentes autores propõem diferentes condições de sinterização, desde temperaturas diferentes, tempo de ciclos diferentes e atmosferas diferentes, como podemos observar na tabela 1.

Tabela 1 - Temperaturas e tempos de sinterização segundo a literatura.

Temperatura de Sinterização	Tempo de Estágio	Referência
1330 °C	3 horas	[26]
980 °C	3 horas	[26]
1050 °C	1 hora	[27]
1350 C	4 horas	[28]

No entanto, no projeto MAGSENSE anteriormente desenvolvido, foram utilizados alguns ciclos térmicos numa primeira abordagem à sinterização da liga desenvolvida. No caso, utilizou-se uma atmosfera vácuo com um ciclo térmico de 1250 °C durante 1 hora com uma taxa de aquecimento de 8 °C/min e um arrefecimento lento devido à elevada inércia térmica do forno utilizado.

Após a análise das amostras, pode observar-se uma estrutura com elevada porosidade (sendo estes poros irregulares) e “ilhas” de vanádio não dissolvido na matriz.

A manufatura aditiva laser da liga magnetostritiva será referida com mais detalhe no subcapítulo abaixo, uma vez que a técnica não foi usada apenas para a manufatura aditiva do material magnetostritivo como também dos óxidos e do cobre para a bobina.

2.2.2. MATERIAL MAGNETOSTRITIVO – MANUFATURA ADITIVA LASER

Para consolidar a liga magnetostritiva, recorreu-se à fusão seletiva laser. A fusão seletiva laser consiste no uso de um feixe laser de modo a unir seletivamente os grãos do material da liga levando à formação de uma camada com geometria específica que, conjuntamente com as camadas formadas anteriormente e posteriormente, formam um objeto tridimensional.

Com a passagem do feixe laser, os grãos sofrem um aquecimento devido à absorção da energia do feixe. A energia absorvida leva à ligação dos grãos, que ocorre devido a diferentes mecanismos, como a sinterização de fase líquida ou parcialmente fundida (LPS – *Liquid Phase Sintering – Partial Melting*) e fusão completa (FM – *Full Melting*). No entanto, devido à alta densidade de energia utilizada no processo, o mecanismo recorrente foi o de fusão completa, onde existe um fornecimento de energia de tal ordem que provoca a fusão dos grãos na sua totalidade, havendo assim uma fase líquida única antes do seu arrefecimento [29].

Para a técnica de fusão seletiva laser, este é controlado por um computador que usa princípios de *design* assistido por computador (CAD) e de manufatura assistida por computador (CAM). No computador, são controladas diferentes variáveis que possuem diferentes efeitos no processo de fabrico.

Um dos parâmetros é o diâmetro do feixe no seu ponto de incidência na superfície a sinterizar, sendo que quanto menor este for, maior será a resolução da peça produzida.

Um parâmetro importante é a potência do laser que consiste na energia produzida por unidade de tempo. Este parâmetro tem uma relação direta com a densidade da peça uma vez que sendo a fusão dos grãos maior, menor será a ocorrência de poros. Por outro lado, com o aumento de potência há uma tendência de uma maior rugosidade devido ao volume sinterizado bem como uma maior área termicamente afetada [30].

Para o parâmetro da velocidade do feixe do laser, o aumento desta leva a menos energia debitada por unidade de área resultando numa fusão do grão não tão completa, o que significa uma densificação menor, mas um melhor acabamento relativamente à rugosidade [30].

No caso dos diferentes espaçamentos entre passagens, quando este é pequeno o suficiente para que haja várias passagens do laser na mesma área, este leva a uma refusão do material já fundido anteriormente, o que pode levar à criação de tensões. Por outro lado, se o espaçamento entre passagens

for demasiado grande (superior ao diâmetro do feixe laser), poderá haver zonas onde o pó não obteve energia suficiente para a sua fusão, o que resulta numa não densificação dessa zona [30].

Por último, a espessura de camada influencia a velocidade do processo e a quantidade de energia, uma vez que a fusão da parte inferior da camada irá depender da condutividade térmica do material desde a parte superior, onde o feixe laser incide, até à parte inferior. Por isso, quanto maior a camada, mais tempo e/ou energia precisará para a fusão da camada, havendo aqui o compromisso entre tempo do processo/energia [30].

Para melhor compreensão dos diferentes parâmetros, estes encontram-se representados na figura 8.

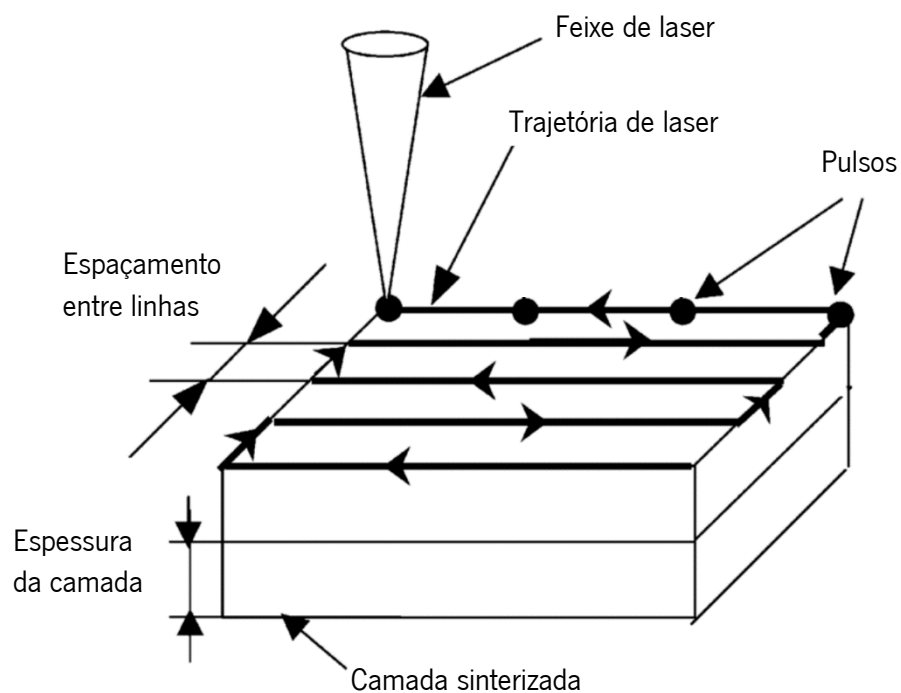


Figura 8 - Esquema representativo dos parâmetros básicos da fusão seletiva laser (adaptado de [31]).

Os parâmetros acima definidos permitem calcular a densidade energética do laser através da equação 1, de modo a perceber a quantidade de energia necessária para a fusão seletiva de um determinado volume de material.

$$E_v = \frac{P}{h \times v \times t} \quad (1)$$

Onde E_v é a densidade de energia volumétrica (J/mm^3), P a potência do laser (W), h o espaçamento entre linhas (mm), v a velocidade do feixe laser (mm/s) e t a espessura de camadas (mm) [32].

Na literatura, podem ser observados na tabela 2 diferentes parâmetros utilizados no processo de manufatura aditiva laser da liga FeCo. No entanto, houve a necessidade de realizar um teste empírico de modo a realizar uma primeira comparação entre os parâmetros da literatura e os recomendados pelo fornecedor dos pós e de conhecimento anterior uma vez que, os parâmetros apresentados na literatura eram diferentes dos anteriormente recolhidos para além da utilização de lasers diferentes dos usados na literatura consultada.

Tabela 2 - Parâmetros de manufatura aditiva laser da liga FeCo segundo a literatura.

Potência [W]	Velocidade [mm/s]	Espaçamento entre linhas [mm]	Referência
150-225	575-975	0.08-0.12	[33]
260-300	675-775	0.08-0.12	[34]

Para a fusão seletiva da liga FeCo e dos óxidos foram utilizados lasers diferentes devido às suas características de absorção da energia do feixe laser.

A fusão seletiva laser surge assim como uma solução para a resistência de contacto que existe quando o material magnetostritivo é colocado no objeto a ser analisado, uma vez que elimina o *lift-off* e proporciona uma propagação das ondas acústicas mais “suave”, devido ao tipo de ligação que é obtida através deste método de manufatura aditiva laser.

Embora neste trabalho as técnicas laser tenham sido usados maioritariamente para manufatura aditiva, estas podem ser usados para manufatura subtrativa (maquinagem), ou seja, em vez de utilizar a energia para densificar pó de modo a produzir uma peça densificada e sólida, esta mesma energia pode ser usada para remover material através da sua fusão e ablação.

Embora os parâmetros controlados e que influênciam o processo de manufatura aditiva laser são os mesmos para a manufatura subtrativa laser, o parâmetro de espessura da camada não é comum aos dois processos sendo que a equação da energia converte para Fluência do laser como se pode observar na equação 2.

$$FL = \frac{P}{h \times v} \quad (2)$$

Em que FL é a fluência do laser (J/mm^2), P a potência do laser (W), h o espaçamento entre linhas (mm) e v a velocidade do feixe (mm/s) [35].

Este processo de micro-maquinagem tem como objetivo criar uma textura na superfície da amostra com o objetivo de promover o *interlocking* entre o substrato e a camada de pó sinterizada.

2.2.3. DEPOSIÇÃO DOS PÓS DE ÓXIDOS ATRAVÉS DE DEPOSIÇÃO ELETROFORÉTICA

Para a formação de uma camada uniforme com uma espessura controlada, recorreu-se à técnica de deposição eletroforética para depositar na superfície do substrato magnetostritivo os pós de óxidos. Este processo consiste na polarização das partículas suspensas num meio líquido que posteriormente são forçadas a moverem-se em direção a um dos eletrodos através da aplicação de um campo elétrico na suspensão. Ao manter o campo elétrico na suspensão, as partículas vão-se depositando na forma do eletrodo formando um revestimento “verde” que é posteriormente seco e sinterizado para formar um revestimento densificado e sólido. Podem, assim, ocorrer dois tipos de deposição eletroforética dependendo em qual dos eletrodos a deposição acontece: a deposição catódica acontece quando as partículas suspensas são polarizadas positivamente e são depositadas no eletrodo negativo; a deposição anódica acontece quando as partículas suspensas são polarizadas negativamente e a deposição ocorre no eletrodo positivo. A figura 9 ilustra os dois processos de deposição eletroforética.

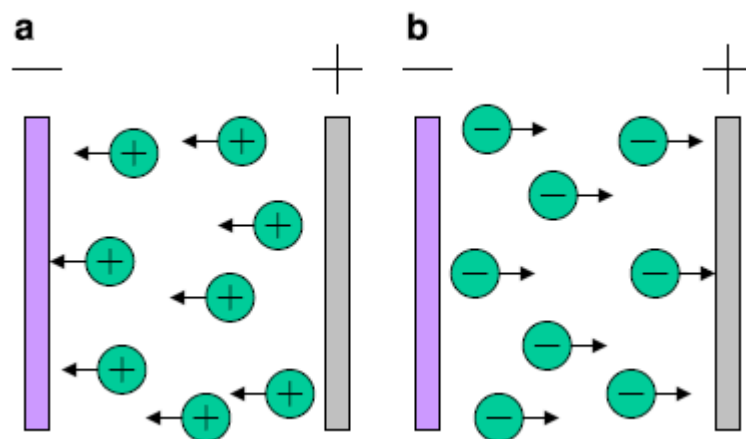


Figura 9 - Esquema ilustrativo do processo de deposição eletroforética. (a) Deposição Catódica e (b) Deposição Anódica. (reproduzido de [36])

A técnica de deposição eletroforética é definida por vários parâmetros que influenciam de forma diferente o resultado da deposição.

Um desses parâmetros é o tempo da deposição que, tal como o nome sugere, é o tempo durante o qual a deposição está a ocorrer. A espessura da camada depositada tem uma proporção direta com o tempo de deposição até determinada espessura, isto é, para uma tensão constante, inicialmente há uma relação linear entre a espessura depositada e o tempo de deposição, mas eventualmente há uma decadência na taxa de deposição para uma camada de elevada espessura. Isto deve-se à formação de uma camada de óxido depositada na superfície do eletrodo [36].

Por outro lado, a concentração da solução manifesta a sua influência quando esta é baixa para o volume que se pretende depositar afetando o tempo de deposição. Caso a concentração seja alta, a taxa de deposição não é afetada e mantém-se constante.

Outro parâmetro também importante é a tensão aplicada na suspensão. Por norma, com o aumento da tensão aplicada, maior é a taxa de deposição. No entanto, este aumento tem influência na qualidade da deposição. Há assim um compromisso entre uma elevada taxa de deposição e a qualidade da camada formada.

Existem outros fatores importantes, tais como o potencial zeta das partículas suspensas, a condutividade do eletrodo, condutividade da suspensão, viscosidade da suspensão, entre outros.

3. MATERIAIS E METODOLOGIA

Neste capítulo são descritos os materiais e metodologias usadas no trabalho experimental desta dissertação.

3.1. MATERIAIS

Quanto ao pó do substrato da liga de FeCo, foram utilizados dois tipos diferentes: uma mistura dos elementos constituintes da liga nas percentagens mássicas desenvolvidas no projeto MAGSENSE e uma mistura fornecida por uma entidade exterior.

Com base num estudo de otimização da composição da liga FeCo desenvolvida anteriormente no projeto MAGSENSE, foi desenvolvida uma liga com propriedades magnetostritivas melhoradas de modo a substituir a liga mais comumente usada neste tipo de sensores, a liga Hiperco 50, e que também se adequasse melhor às condições e finalidades de utilização do sensor.

Através da figura 10, podemos observar as diferentes curvas no que diz respeito ao coeficiente magnetostritivo das várias composições desenvolvidas.

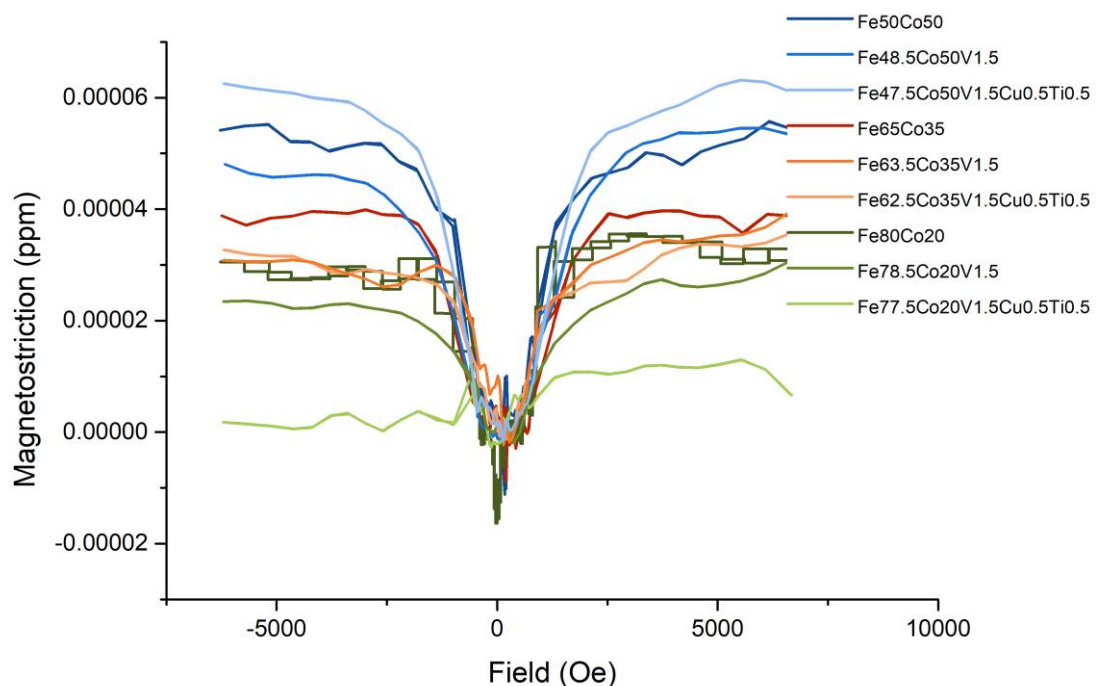


Figura 10 - Gráfico do coeficiente magnetostritivo em função do campo aplicado.

É de notar que as composições aditivadas que apresentam um melhor coeficiente magnetostritivo são $\text{Fe}_{47.5}\text{Co}_{50}\text{V}_{1.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Ti}_{0.5}$ e $\text{Fe}_{48.5}\text{Co}_{50}\text{V}_{1.5}$ tendo sido essas as composições usadas para uma parte deste projeto.

Para a produção das amostras da liga de Ferro-Cobalto, foram misturados os diferentes pós individuais de modo a obter uma liga FeCo com a composição química apresentada na Tabela 3.

Tabela 3 - Composição Química da Liga FeCo.

ELEMENTO QUÍMICO	Fe	Co	V	Cu	Ti
PERCENTAGEM EM PESO	47	50	2	0,5	0,5

Os pós de cobalto (Co) apresentavam um formato esférico e com tamanho entre os 10 e 45 μm enquanto os pós de ferro (Fe), também de formato esférico, possuíam um tamanho inferior a 45 μm como apresentado na Figura 11.

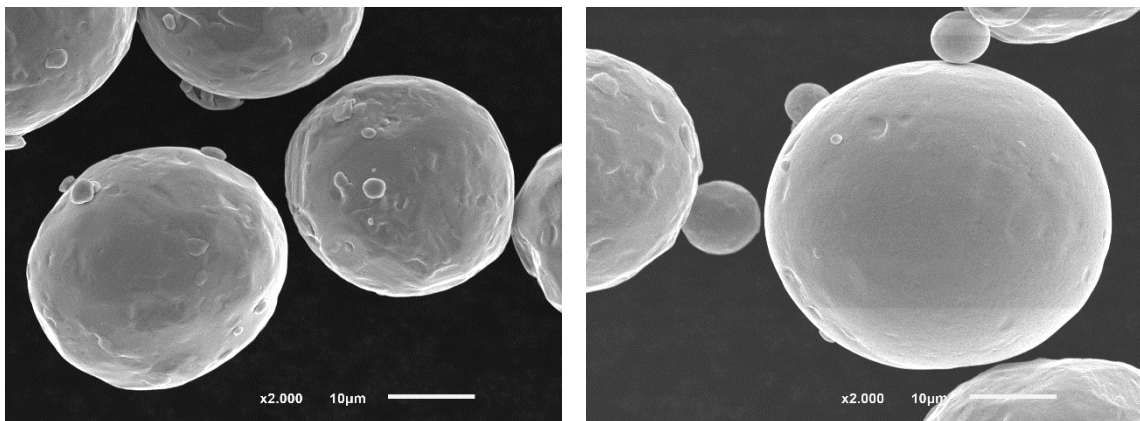


Figura 11 - Imagens SEM dos pós de Cobalto (a) e Ferro (b).

Os pós de vanádio (V), cobre (Cu) e titânio (Ti) apresentavam formatos esféricos e um tamanho entre os 63 e 125 μm , 15 a 45 μm e 15 a 45 μm respectivamente como mostra a Figura 12.

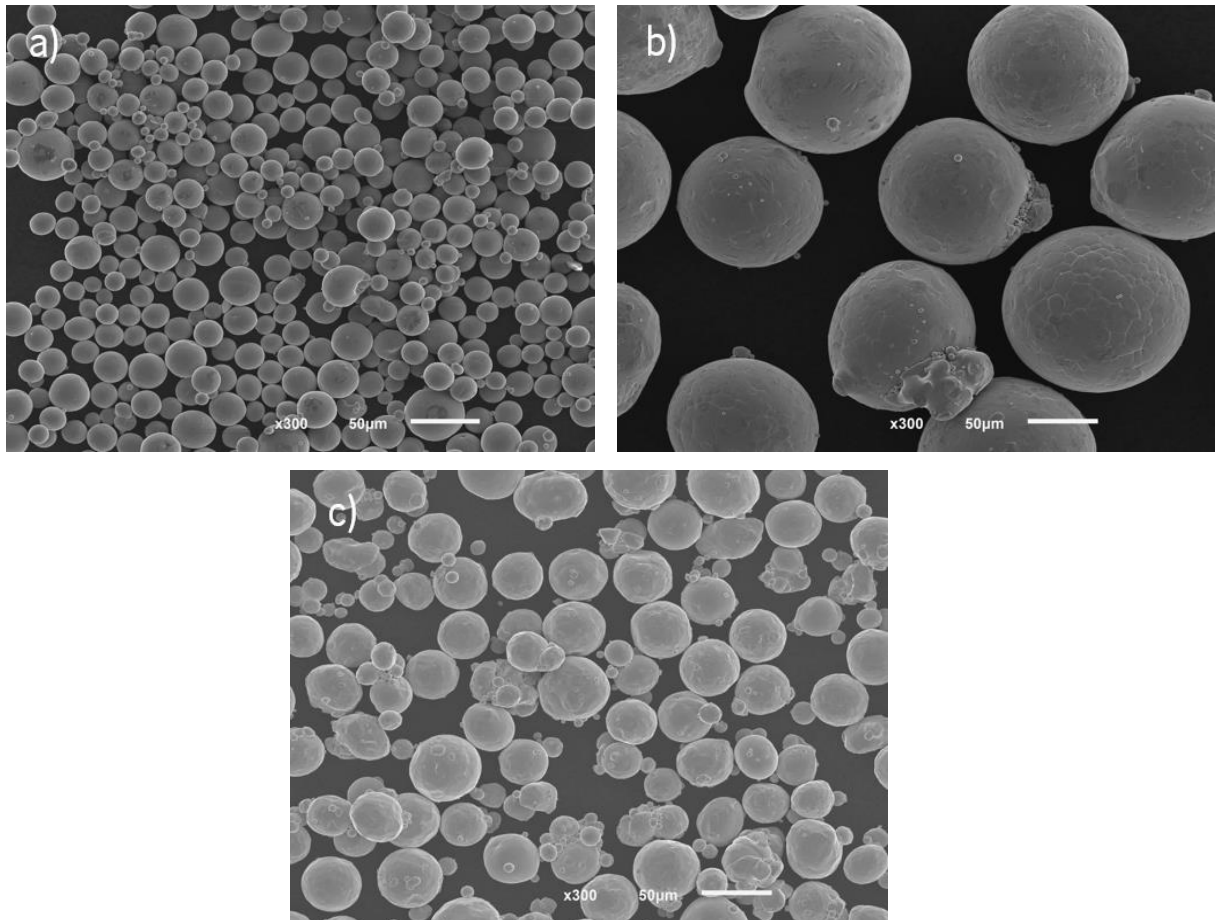


Figura 12 - Imagens SEM dos pós de titânio (a), vanádio (b) e cobre (c).

O pó de cobre aqui apresentado foi também utilizado para a produção da bobina de Cobre.

Para a manufatura aditiva laser da liga, foi usado um pó comercial Fe49Co1,5V com a composição química presente na tabela 4. No anexo 2 encontra-se a folha técnica da liga FeCoV fornecida.

Tabela 4 - Composição química do pó da Liga FeCoV segundo o fornecedor.

ELEMENTO QUÍMICO	Fe	Co	V	Mn	Si
PERCENTAGEM EM PESO	-	49,0	1,5	0,2	0,1

Como substrato para a deposição aditiva da liga FeCo, foram utilizadas medalhas de uma liga de aço-carbono, cuja ficha técnica pode ser consultada no anexo 2.

Para a produção do revestimento foram usados pó de alumina, zircônia e óxido de magnésio devido às suas propriedades eletricamente isolantes após a sua fusão seletiva.

As dimensões dos pós variam sendo o óxido de alumina inferior a 50 nm, o óxido de magnésio inferior a 10 μm e da zircónia inferior a 15 μm .

3.2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Neste subcapítulo, é apresentada toda a metodologia utilizada no trabalho experimental realizado.

Inicialmente abordou-se a proposta do processamento da liga FeCo através da técnica de metalurgia dos pós. Seguidamente, realizou-se o processamento da liga via manufatura aditiva laser num substrato de aço-carbono. Para a deposição do revestimento isolante, recorreu-se à técnica de spray e de deposição eletroforética, seguido da sua fusão seletiva no laser CO₂. Para as espirais em cobre, utilizou-se a mesma técnica de manufatura aditiva laser que para a liga FeCo.

3.2.1. SUBSTRATO DA LIGA DE FeCo

3.2.1.1. METALURGIA DOS PÓS

Após os pós serem pesados nas quantidades indicadas da liga, estes foram sujeitos a um ciclo de mistura de 5 minutos no misturador *Spex 8000* (figura 13).



Figura 13 - Misturador *Spex 8000* (a) e balança (b) utilizada para a pesagem dos pós.



Figura 14 - Matriz de compactação e prensa hidráulica para a compactação dos pós.

Seguidamente, os pós da liga já misturados foram prensados a frio numa prensa hidráulica para a obtenção de compactos verdes. Para a compactação, foi utilizada uma matriz e um punção de aço com 12,4 mm de diâmetro (anexo 3) e uma prensa hidráulica como mostra a figura 14.

Para a obtenção dos compactados verdes, os pós da liga foram pesados tendo sido utilizados 2 gramas de pó e posteriormente colocados na matriz de aço lubrificada com estearato de zinco (lubrificante sólido em pó). De seguida, foram colocados na prensa hidráulica para serem prensados a frio com um punção de aço inoxidável com uma pressão uniaxial de 900 MPa durante 30 segundos.

Após a compactação, os compactados verdes foram colocados num cadinho de alumina, de modo a não contaminar as amostras e aguentar altas temperaturas, para serem sinterizados. O processo de sinterização foi feito num forno tubular (figura 15) em vácuo que permite aquecimentos até 1500 °C.

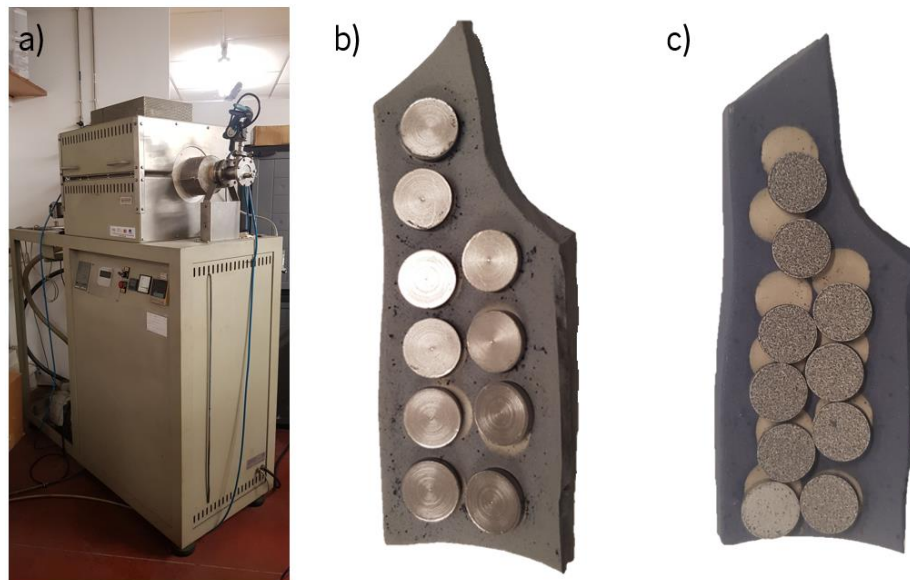


Figura 15 - Forno tubular (a) utilizado para a sinterização das amostras da liga FeCo. As amostras a verde foram colocadas num cadinho de alumina (b) de modo a evitar contaminação. As amostras após serem sujeitas ao ciclo térmico de sinterização (c).

A velocidade de aquecimento foi de 8 °C/min até estágio de temperatura desejado enquanto a temperatura de arrefecimento foi muito lenta devido à elevada inércia térmica do forno.

As temperaturas de estágio utilizadas foram de 1350 °C e 1400 °C durante 2 horas, 1400 °C durante 4 horas e 1400 °C durante 2 horas seguido de outro estágio de 4 horas como apresentado na figura 16. É de notar que as amostras que foram sujeitas ao ciclo térmico de 4 horas mais 2 horas sofreram estes ciclos térmicos em dias diferentes.

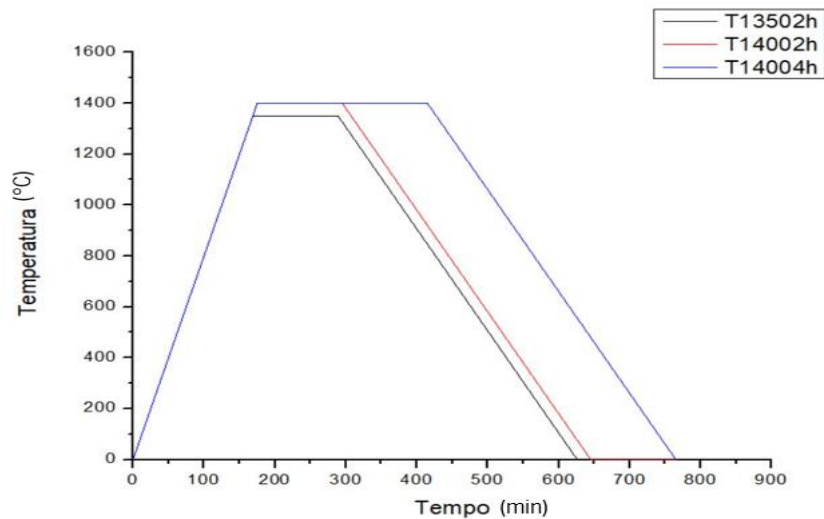


Figura 16 - Ciclos térmicos utilizados para a sinterização dos pós da liga FeCo

Tabela 5 - Temperaturas e tempos de sinterização utilizados.

Amostra	Taxa de aquecimento [°C/min]	Temperatura de estágio [°C]	Tempo de Sinterização [min]
T1350 2h	8	1350	120
T1400 2h	8	1400	120
T1400 4h	8	1400	240
T1400 4h +2h	8	1400	240 + 120

Após a sinterização das amostras, foi calculada a densidade das mesmas de modo a perceber a evolução da densidade após o processo de sinterização. Para essa medição, recorreu-se a um sistema de medição com base no princípio de Arquimedes como mostra a figura 17.

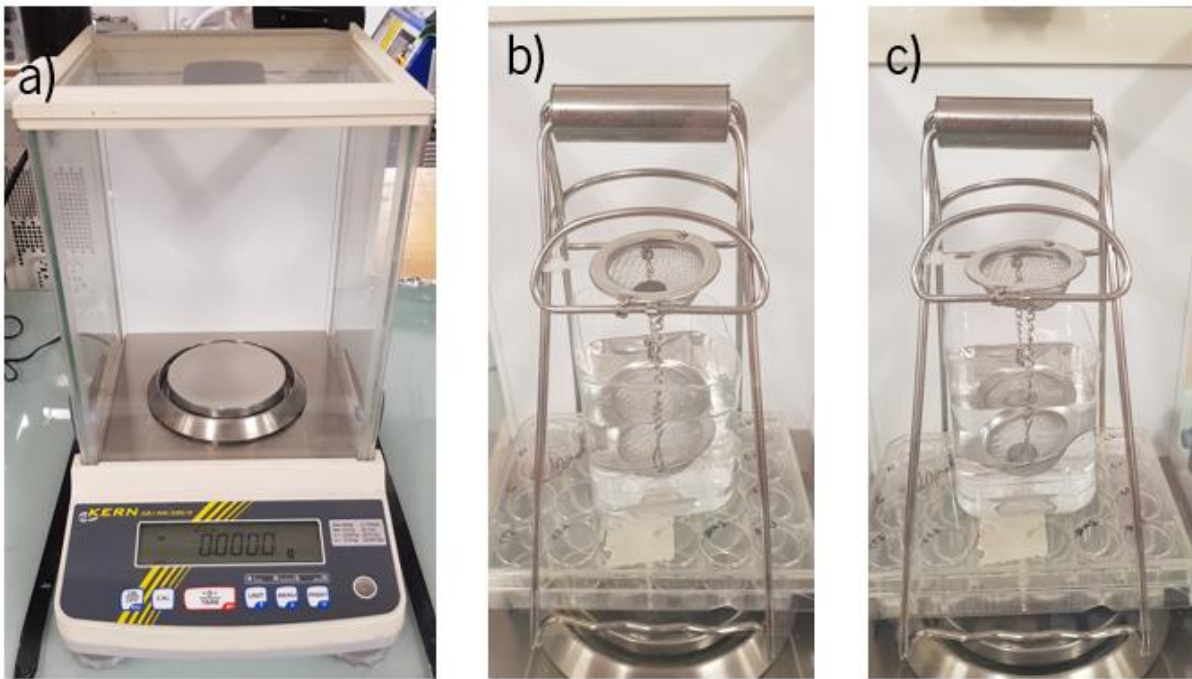


Figura 17 - Método de Arquimedes. a) Balança utilizada para a pesagem das amostras. b) Pesagem de uma amostra seca. c) Pesagem de uma amostra submersa em água.

Para o cálculo das densidades, foram retirados cinco valores de massa com as amostras secas e cinco valores de massa com as amostras imersas em água.

Com os valores das massas foi feita uma média e, recorrendo à equação (2), obteve-se assim a densidade das amostras. As medições feitas encontram-se expostas no anexo 1.

$$\rho_s = \frac{m_s}{m_s - m_e} \times \rho_L \quad (2)$$

Onde ρ_s (g/cm^3) é a densidade do sólido, m_s (g) a massa do sólido, m_e (g) a massa do sólido emerso e ρ_L (g/cm^3) densidade do líquido.

3.2.1.2. MANUFATURA ADITIVA VIA FUSÃO SELETIVA LASER

Outra abordagem foi a manufatura aditiva da liga de FeCo através da fusão seletiva laser. Para isso, foi feita a texturização do substrato de aço-carbono, seguido da deposição do pó da liga FeCo que neste caso, foram utilizados pós da liga FeCo fornecido por uma entidade exterior com a composição química apresentada na tabela 4 e por fim, a sua fusão seletiva laser.

Para esta abordagem, foi utilizado um substrato de aço-carbono onde foi criada uma textura na sua superfície com o propósito de promover um *interlocking* entre o substrato e a camada formada. A

textura foi criada recorrendo ao laser Nd:YAG (figura 18) da marca Sigma, tendo sido escolhido por ser o que mais se adequa à maquinagem de aço-carbono entre os lasers disponíveis.



Figura 18 - Laser Nd:YAG utilizado para a texturização da superfície dos substratos.

As trajetórias (estratégias) de maquinagem são elaboradas no *software Inkscape* sendo depois processadas pelo *software Sigma Laser Controller (SLC)* onde são adicionados os parâmetros (como a velocidade, potência e número de passagens) que irá transmitir ao próprio laser. Algumas das características do laser encontram-se apresentadas na tabela 6.

Tabela 6 - Características do laser Nd:YAG.

Tipo de laser	Nd:YAG
Potência Máxima [W]	6
Tamanho do <i>spot</i> [mm]	0.003
Comprimento de onda [nm]	1064
Taxa de repetição do pulso [kHz]	10
Duração do pulso [ns]	35

Dos vários parâmetros existentes que podem ser controlados no *software Inkscape*, bem como no SLC, os que foram usados para a produção das texturas são os seguintes:

- A **Velocidade** é a velocidade com que o feixe laser percorre as estratégias de maquinagem em milímetros por segundo.
- A **Potência** é a quantidade de energia que o laser gera em função do tempo, embora no caso do *software SLC*, este parâmetro seja controlado em quantidade percentual, sendo que a 100% de potência correspondem 6 W.
- O **Espaçamento entre linhas** é a distância entre as linhas de maquinagem definidas pela estratégia de maquinagem elaborada.

- O **Número de passagens** é o número de vezes que o feixe do laser repetirá a mesma estratégia de maquinação.

Tendo estes parâmetros em conta, foram elaboradas as estratégias de maquinação através do desenho concebido em *Inkscape*, onde se cruzaram linhas perpendicularmente entre si com uma distância constante, como mostra a figura 19.

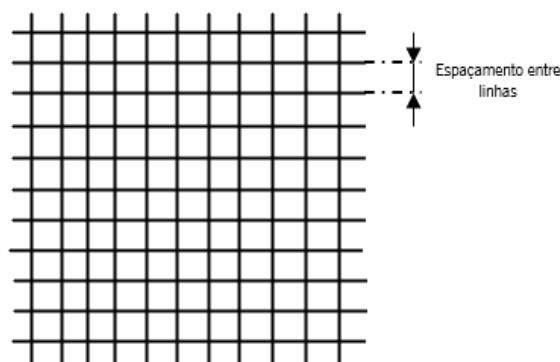


Figura 19 - Estratégia de maquinação usada para texturização dos substratos.

No entanto, optou-se por apenas alterar o parâmetro do número de passagens (tabela 7) que resulta numa maior profundidade de rasgos, mantendo os outros parâmetros fixos. Também se recorreu ao uso de árgon na superfície da amostra com o objetivo de criar uma atmosfera inerte para evitar a oxidação do aço-carbono.

Tabela 7 - Parâmetros da texturização das amostras de aço-carbono.

Textura	Potência [W]	Velocidade [mm/s]	Número de passagens	Espaçamento entre linhas [mm]
N5	100	2000	5	0.05
N20	100	2000	20	0.05
N40	100	2000	40	0.05

Com a superfície do substrato de aço texturizada (textura com 20 passagens), foi depositada uma camada de pó da liga FeCo através do método de *SpinCoating*. Para este método, misturou-se o pó da liga com álcool isopropílico de modo a criar uma pasta e colou-se o substrato de aço numa plataforma rotativa. Seguidamente, com o auxílio de uma espátula, a pasta foi sendo depositada na amostra enquanto esta rodava e simultaneamente espalhada, de modo a criar uma camada uniforme, como mostra o esquema da figura 20.

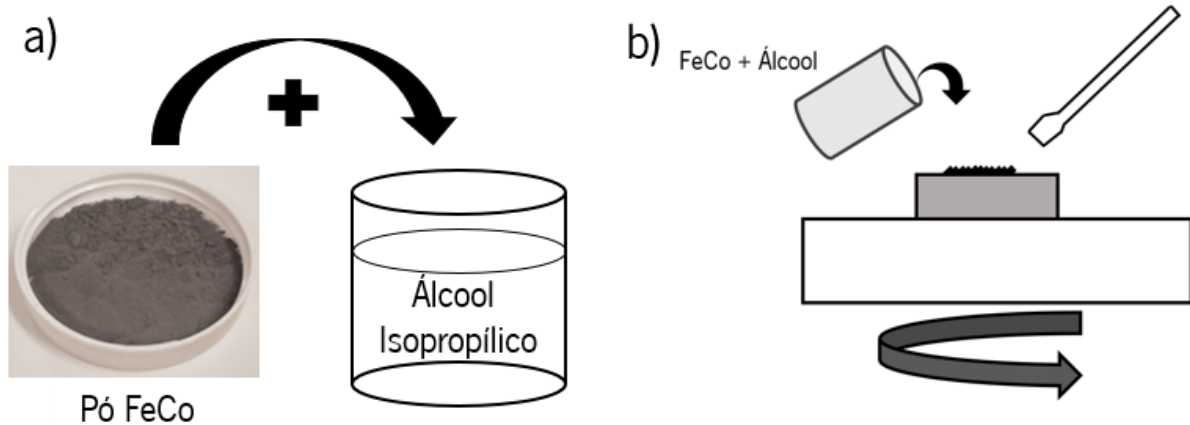


Figura 20 - Esquemática do processo de deposição da liga FeCo - *Spin Coating*. a) Mistura do pó da liga FeCo com Álcool Isopropílico (Propanol-2). b) Deposição da mistura na amostra texturizada com rotação da mesa e auxílio da espátula.

De seguida, a amostra com a camada depositada era colocada no laser Nd:YAG 3 (YZD 600 2A, Bende, China), onde foi fundida seletivamente. As diferentes propriedades do laser são apresentadas na tabela 8. As trajetórias de fusão seletiva (velocidade, distância entre linhas) foram controladas através do *software* EzCAD, enquanto os restantes parâmetros (frequência do pulso, potência, tamanho do *spot*) foram controlados no *hardware* incorporado no próprio laser. Utilizou-se também um fluxo de argon na superfície onde iria ser fundida seletivamente a liga, de modo a criar uma atmosfera inerte durante o processo de fusão seletiva e assim evitar a oxidação da camada produzida. A amostra também foi aquecida até aos 300 °C, colocando a amostra em cima de uma base de aquecimento.

Tabela 8 - Características do laser Nd:YAG 3.

Tipo de laser	Nd:YAG
Potência Máxima [W]	300
Tamanho do <i>spot</i> [mm]	0.2
Comprimento de onda [nm]	1064
Taxa de repetição do pulso [kHz]	1-30
Duração do pulso [ns]	0.2-20

Numa abordagem inicial, foram utilizados vários parâmetros na mesma amostra para perceber o comportamento da formação da camada produzida. A figura 21 mostra o esquema e a amostra do ensaio nº1 resultante do processo de fusão seletiva.

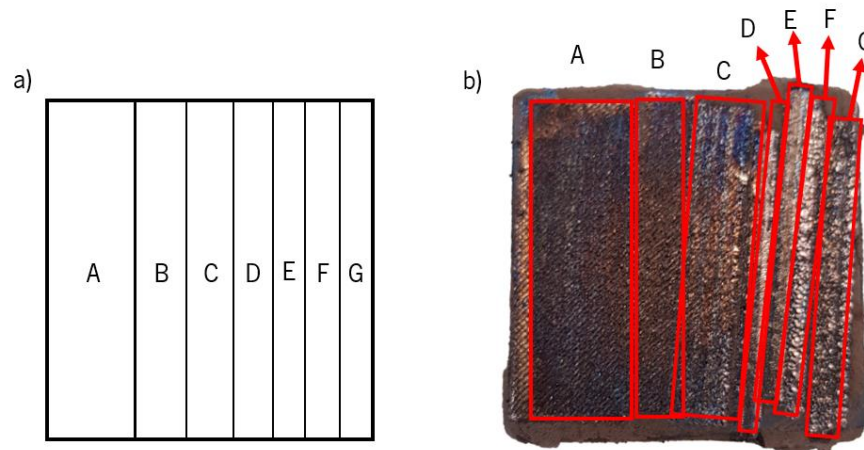


Figura 21 - Esquema de sinterização (a) do ensaio nº1 (b).

Os diferentes parâmetros que se fizeram variar numa primeira abordagem foram os parâmetros apresentados na tabela 9.

Tabela 9 - Parâmetros de sinterização da amostra geral.

Ensaio	Potência [W]	Velocidade [mm/s]	Espaçamento [mm]	Spot [mm]	Frequência [Hz]	Foco [mm]
1.A	5	8,75	0,1	0,2	18	210
1.B	50	8,75	0,1	0,2	18	210
1.C	75	8,75	0,1	0,2	18	210
1.D	75	8,75	0,1	0,2	50	210
1.E	75	20	0,1	0,2	50	210
1.F	75	50	0,1	0,2	50	210
1.G	75	40	0,1	0,2	50	210

Neste ensaio foi apenas usada uma camada depositada de pó da liga FeCo e permitiu obter alguma sensibilidade sobre a influência dos diferentes parâmetros para os próximos ensaios.

A partir do primeiro ensaio, alterou-se a estratégia de fusão seletiva para sinterizar a amostra na totalidade com o objetivo de estas serem posteriormente submetidas a testes de medição de espessuras. Nos ensaios seguintes, utilizou-se a mesma metodologia (espessura, número de camadas, uso de argon) variando apenas os parâmetros de acordo com a tabela 10.

Tabela 10 - Parâmetros de fusão seletiva com variação de velocidade, espaçamento e potência.

Ensaio	Potência [W]	Velocidade [mm/s]	Espaçamento [mm]	Spot [mm]	Frequência [Hz]	Foco [mm]
P75V20E0,1	75	20	0,1	0,2	50	210
P90V20E0,1	90	20	0,1	0,2	50	210
P75V20E0,2	75	20	0,2	0,2	50	210
P75V10E0,2	75	10	0,2	0,2	50	210

Nesta segunda abordagem, colocou-se um intervalo menor na diferença entre os parâmetros variados de modo a perceber a sua influência e comportamento. Assim sendo, as amostras foram submetidas ao teste de medição de espessuras, apontando para o ensaio P90V20E0,1 como o mais promissor e tendo isso em conta, fizeram-se novos ensaios no sentido desses parâmetros. No entanto, a técnica de deposição do pó não era a mais constante, uma vez que não era possível manter a espessura uniforme entre as amostras. Assim, utilizou-se uma outra técnica de deposição da camada de pó da liga FeCo que recorria à utilização de uma máscara metálica com uma espessura de 200 μm e um furo de 18 mm. O processo consistia em colocar o substrato texturizado numa posição fixa, seguido da sobreposição do mesmo com a máscara e, com recurso a uma espátula, espalhar o pó em cima dessa zona texturizada de modo a criar uma camada mais uniforme e com uma espessura constante, estando esta metodologia exposta na Figura 22.

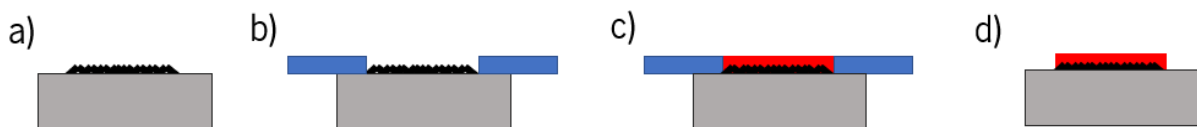


Figura 22 - Esquemática do processo de deposição de pó através do uso de uma máscara. a) Amostra com texturização na superfície. b) Colocação da máscara sobre a amostra com a textura na abertura. c) Deposição do pó na cavidade da máscara até ficar plano com a máscara. d) Remoção da máscara deixando o pó depositado com a forma da máscara com uma espessura uniforme.

Recorrendo a esta nova técnica para deposição, realizaram-se novos ensaios com diferentes texturizações e variou-se o número de camadas (tabela 11).

Tabela 11 - Parâmetros de fusão seletiva com variação de número de camada, textura e foco.

Nomenclatura	Potência [W]	Velocidade [mm/s]	Espaçamento [mm]	Spot [mm]	Frequência [Hz]	Foco [mm]	Nº Camadas	Textura
P90N1	90	10	0,1	0,2	50	215	1	20
P90N2	90	10	0,1	0,2	50	215	2	20
P90N1/2	90	10	0,1	0,2	50	210/215 ¹	2	20
P90N4	90	10	0,1	0,2	50	215	4	20

Por último, foram realizados mais ensaios com o objetivo de aumentar o número de camadas para perceber a evolução magnética da amostra (uso da potência máxima testada – 90 e potência mínima – 50). Também foi variada a texturização para perceber se o efeito anteriormente detetado (no primeiro pico e na atenuação de sinal) se mantinha com a focagem melhorada. Os parâmetros dos ensaios seguintes encontram-se discriminados na tabela 12.

Tabela 12 - Parâmetros de fusão seletiva com variação do número de camada, textura e potência.

Ensaio	Potência [W]	Velocidade [mm/s]	Espaçamento [mm]	Spot [mm]	Frequência [Hz]	Foco [mm]	Nº Camadas	Textura
P50N1T20	50	10	0,1	0,2	50	215	1	20
P50N4T20	50	10	0,1	0,2	50	215	4	20
P90N4T20	90	10	0,1	0,2	50	215	4	40
P90N8T40	90	10	0,1	0,2	50	215	8	40

Com o número de amostras produzidas e as diferentes combinações de parâmetros, foi possível comparar a influência desses mesmo parâmetros no que diz respeito à densificação das camadas formadas, a sua ligação ao substrato bem como o seu comportamento durante o teste de medição de espessura através de ondas acústicas.

3.2.2. REVESTIMENTO ISOLADOR

Uma vez que tanto o material magnetostritivo como a bobina são materiais condutores, existe necessidade de isolar ambos eletricamente. Para esse feito, recorreu-se ao uso de óxidos de modo a formar uma camada entre os dois componentes. Para a criação dessa camada de óxidos, foram seguidas diferentes metodologias: deposição de pós de óxidos seguida da sua fusão seletiva laser e provocação

¹ A primeira camada depositada foi feita com o foco a 210 mm e a segunda com 215 mm.

de uma reação de oxidação do substrato recorrendo ao uso do laser com desfocagem para não ocorrer maquinação do mesmo.

3.2.2.1. DEPOSIÇÃO POR SPRAY

Numa primeira abordagem, recorreu-se à técnica de deposição por *spray* onde se dispersou os pós num meio líquido que foram seguidamente projetados através de uma pistola de *spray* na superfície das amostras, formando uma camada uniforme ao longo de toda a superfície.

Para auxiliar na deposição, foi utilizada uma pistola de calor apontada à superfície projetada com o objetivo de secar o meio líquido usado o mais rápido possível e assim não permitir que houvesse escoamento, o que provocaria uma irregularidade da camada.

O processo consiste na mistura dos pós no meio líquido com uma dispersão auxiliada por ultrassons (com um agitador de ultrassons *Ultrasonic Processor UP200St* durante 30 segundos com uma potência de 100 W e uma frequência de 40 kHz) para evitar aglomerados e uma dispersão uniforme. Seguidamente, a suspensão era colocada no depósito da pistola seguido da sua pulverização na superfície das amostras como está representado na figura 23.

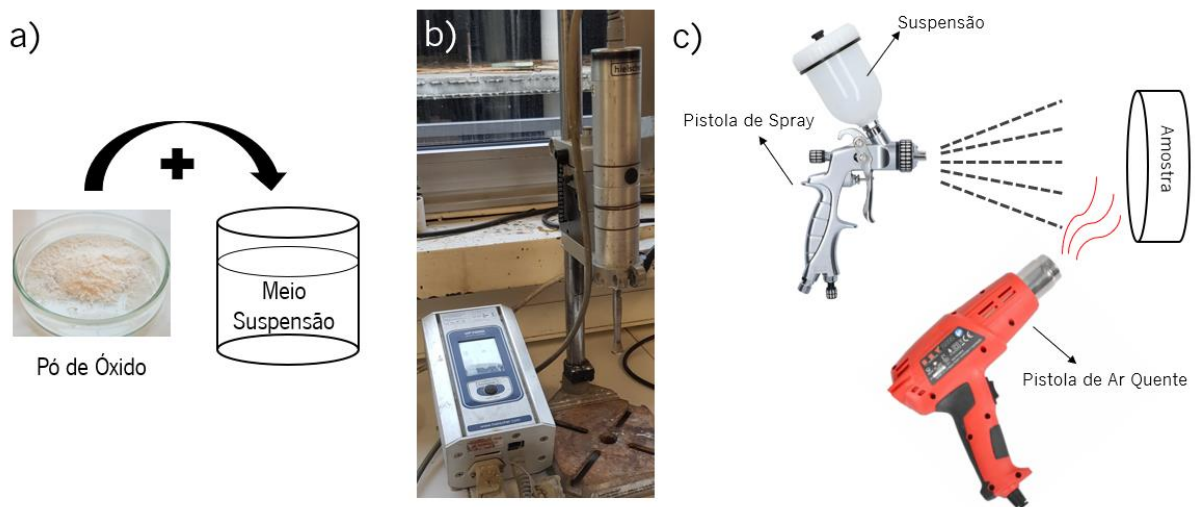


Figura 23 - Esquemática do processo de deposição por spray. a) Mistura do pó de óxido com o meio líquido da suspensão. b) Agitador de ultrassons *Ultrasonic Processor UP200St* durante 30 segundos para garantir a dispersão da suspensão de forma uniforme. c) Pulverização da suspensão na amostra com a pistola de ar quente a aquecer a mesma para evaporar o meio líquido da suspensão.

Neste processo foram testados vários meios líquidos e pós diferentes, de forma a encontrar uma combinação que permitisse uma boa dispersão dos pós conjugado com uma baixa taxa de decantação. As diferentes combinações encontram-se descritas na tabela 13.

Tabela 13 - Combinação de suspensões.

Mistura	Meio líquido	Pó de Óxido	Concentração	Observações
1	Álcool isopropílico	Alumina	0,6 g/30 ml	Rápida decantação
2	Acetona	Alumina	0,6 g/30 ml	Rápida decantação
3	Água desionizada	Alumina	0,6 g/30 ml	Dispersão adequada
4	Água desionizada	Zircónia	1,2 g/30 ml	Formação de espuma
5	Acetona	Zircónia	1,2 g/30 ml	Dispersão adequada

Como podemos concluir da tabela, apenas duas das suspensões funcionaram para o processo. A zircónia suspensa na água desionizada criava uma espuma que não foi benéfica para o processo.

Durante o processo de pulverização, manteve-se uma distância constante de 30 cm, uma pressão de ar de 6 Bar e um caudal de 3 ml/s.

3.2.2.2. DEPOSIÇÃO ELETROFORÉTICA

Outra abordagem para a deposição da camada de óxido foi a deposição eletroforética ("*Electrophoretic Deposition*" – EPD) que consiste em carregar eletricamente as partículas suspensas num meio orgânico que serão sujeitas a uma diferença de potencial, com o objetivo de provocar o deslocamento dessas partículas para a superfície com a carga oposta [37]. Esta técnica apresenta várias vantagens, nomeadamente o seu baixo custo de produção e apparatus, a sua repetibilidade e a rapidez de processo.

Para este método, utilizou-se como meio orgânico, álcool isopropílico (propanol-2) e óxido de magnésio e alumina como partículas suspensas. A concentração utilizada foi de 0,3 g por 100 ml. Para elaborar a suspensão, utilizou-se um gobelet de vidro onde as partículas foram dispersas com recurso a equipamento ultrassónico (figura 24) durante 10 minutos. Durante o processo de dispersão, foi utilizado um agitador magnético para que se evitasse a decantação das partículas suspensas.

As amostras foram sujeitas a um polimento das superfícies usando a máquina de polimento MECAPOL P 251 e foram usadas as lixas de tamanho de grão P500, P800, P1200 e P2400 (figura 24)



Figura 24 - Equipamento ultrassónico (a) para agitar a mistura e máquina de polimento usada (b).

Para provocar a diferença de potencial, foi utilizada uma fonte de alimentação de alta tensão universal (10 kV) ligada a dois eléctrodos distanciados de 20 mm onde foram coladas as amostras através de uma fita de cobre de dupla face que permitia a passagem de corrente dos eléctrodos para as amostras.

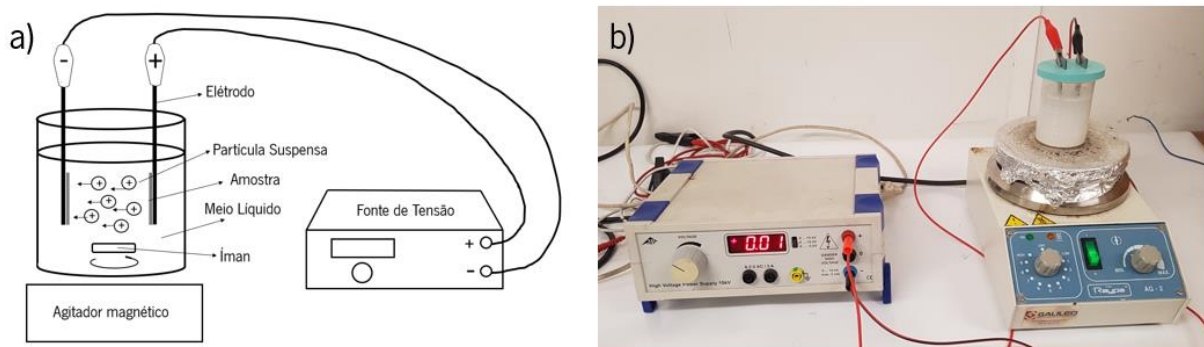


Figura 25 - Esquema (a) do aparato para deposição eletroforética e o aparato utilizado (b).

Os parâmetros alvo de estudo foram a tensão aplicada, que foi variada entre 50, 100, 150 e 200 V, e o tempo de deposição, que variou entre 1, 3, 6 e 9 minutos.

3.2.2.3. FUSÃO SELETIVA VIA LASER CO₂

Após a formação da camada depositada, procedeu-se à fusão seletiva da mesma através da radiação laser CO₂. A amostra foi colocada em cima de uma placa de aquecimento de modo a garantir uma temperatura de superfície de 300 °C (de modo a evitar um elevado gradiente de temperaturas entre o substrato e a camada a ser fundida seletivamente que poderá provocar tensões não desejadas na ligação entre a camada e o substrato e simulando um possível cenário de funcionamento do revestimento), seguida da passagem do laser (figura 26). A estratégia de maquinagem usada foi

novamente linhas paralelas entre si onde se variou a distância entre elas, a velocidade do laser e a potência.



Figura 26 - Fusão seletiva da camada de óxido no laser CO₂ (a) e a amostra sobre a placa de aquecimento (b).

O laser CO₂ utilizado apresenta as propriedades presentes na tabela 14.

Tabela 14 - Características do laser CO₂

Tipo de laser	CO ₂
Potência Máxima do Laser [W]	50
Diâmetro do Ponto de Incidência [mm]	0,2
Comprimento de Onda [μm]	10,64

Tendo em conta os resultados obtidos na eletrodeposição, as amostras reproduzidas foram as deposições com 150 V e 3 min e 200 V e 3 min, uma vez que estas eram as que apresentavam uma camada uniforme, revestindo completamente a superfície e sem apresentação de fissuras (resultado de uma camada demasiado espessa) como se pode ver na figura 27.

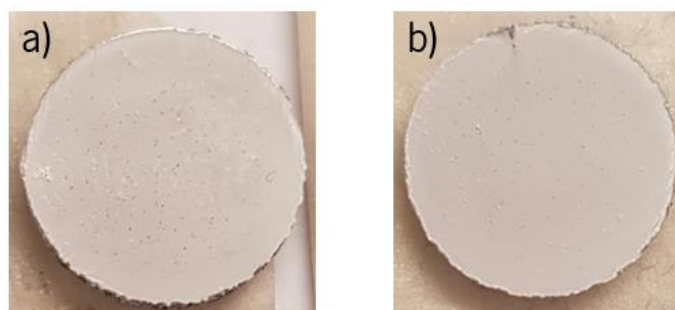


Figura 27 - Amostra com deposição de alumina por EPD. a) 150 V 3 min. b) 200V 3 min.

Os parâmetros que foram testados no processo de fusão seletiva laser apresentam-se na tabela 15. A sua variação foi feita tendo em conta a equação da densidade de energia com base em algumas referências bibliográficas e experiência anteriormente adquirida.

Tabela 15 - Parâmetros usados na fusão seletiva laser da camada de óxidos depositada.

Amostra	Espaçamento [mm]	Velocidade [mm/s]	Potência [W]	Fluência do Laser [J/mm²]
14	0,004	200	2,5	3,125
16			5	6,25
11		250	10	10
7		500	10	5
9			15	7,5
5		1000	10	2,5
13	0,01	100	2,5	2,5
15			5	5
12		200	10	5
6		400	10	2,5
10			15	3,75
8			20	5
1		750	15	2
2			20	2,67
3			25	3,33
4			30	4

Devido ao facto das camadas de óxidos depositadas não se apresentarem consolidadas e com fraca adesão ao substrato, o manuseamento e aplicação de técnicas de medição das espessuras das camadas não foram possíveis de serem aplicadas. Por este motivo, para o cálculo da energia do laser, recorreu-se à equação da Fluência do Laser (equação 2) em vez da Densidade de Energia Volumétrica (equação 1).

3.2.2.4. FORMAÇÃO DE CAMADA DE ÓXIDO ATRAVÉS DA MAQUINAGEM DESFOCADA LASER

Para promover a formação de óxido através da ação do laser, desfocou-se o laser aumentando a altura relativamente à amostra para 231 mm de modo a evitar a maquinagem da amostra, mas promovendo o fenómeno de oxidação da superfície uma vez que não foi induzida uma atmosfera inerte através do argon.

A estratégia de maquinagem usada foi de linhas paralelas entre si com variação dos diferentes parâmetros disponíveis mantendo apenas a altura do laser e o *spot* constante (*spot* de 0,5 mm). A tabela 16 apresenta os diferentes parâmetros variados.

Tabela 16 - Parâmetros laser para formação de óxido.

Ensaio	Frequência [Hz]	Velocidade [mm/s]	Potência [W]	Nº de Passagens
1	20	3	90	1
2				1
3				2
4				4
5			70	3
6				1
7			50	1
8				3
9			70	1
10				3
11	50	3	70	1

A figura 28 mostra a amostra após o processo laser. O ensaio 6 apresentou uma camada que aparentava ser a mais promissora, tendo sido feito o ensaio 11 com base nessa análise variando a frequência do pulso.

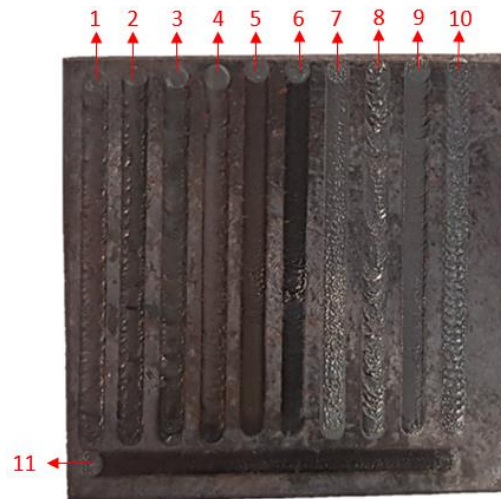


Figura 28 - Amostra com as camadas de óxido formadas pela maquinação laser desfocada.

As camadas de óxidos formadas através da maquinação desfocada laser apresentavam filmes descontínuos quando sujeitos ao teste de condução do multímetro não tendo sido efetuados testes mais rigorosos e profundos uma vez que após as tentativas realizadas, em nenhum dos casos surgiram resultados relevantes.

3.2.3. ESPIRAL DE COBRE

3.2.3.1. PREPARAÇÃO DO SUBSTRATO

Para preparar o substrato, este foi texturizado no laser Nd:YAG com a técnica usada no capítulo 3.2.1.2. com 20 passagens. Durante a texturização, foi utilizado argon sobre a superfície a ser maquinaada.

3.2.3.2. DEPOSIÇÃO DE PÓ

Os processos utilizados para a produção da espiral na superfície foram os mesmo que se usaram no capítulo 3.2.1., aproveitando o conhecimento adquirido durante esses ensaios anteriores.

Com a amostra texturizada, utilizou-se a técnica de deposição com máscara como apresentado anteriormente. A figura 29 mostra uma deposição de cobre sobre uma amostra texturizada.



Figura 29 - Deposição de cobre sobre uma amostra texturizada através do uso de uma máscara.

3.2.3.3. FUSÃO SELETIVA VIA LASER

Para a fusão seletiva laser, inicialmente fez-se um estudo da potência mínima necessária para a produção de um fio de cobre sinterizado, contínuo e uniforme na superfície da amostra com recurso a um fluxo de argon para criar uma atmosfera inerte durante a fusão seletiva do pó de cobre. A estratégia de fusão seletiva laser consistiu em criar linhas paralelas distanciadas por 2 mm com 10 mm/s de velocidade, *spot* de 0,2 mm, 50 Hz de frequência e 196 mm de foco onde foi variada a potência entre 5W, 10W, 20W e assim sucessivamente com um incremento de 10W até à potência final de 90W. A figura 30 apresenta o desenho das trajetórias usadas e as amostras obtidas.

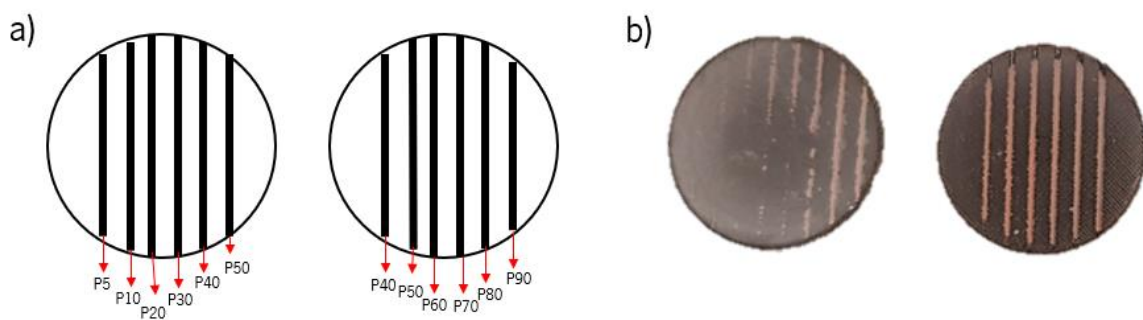


Figura 30 - Trajetórias do laser (a) utilizadas para a fusão seletiva laser do cobre e as amostras obtidas (b).

De seguida, utilizou-se como trajetória que consistia numa linha em espiral com os mesmos parâmetros mantendo a potência em 90 W, mas variando a velocidade entre 5 e 10 mm/s. O resultado pode ser visto na figura 31.



Figura 31 - Trajetória do laser em espiral(a) utilizada para a fusão seletiva laser do cobre e as amostras obtidas com velocidade 10 mm/s (b) e 5 mm/s (c).

3.3. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Neste subcapítulo serão descritas as diferentes técnicas usadas para caracterizar e avaliar as amostras obtidas.

3.3.1. MICROSCOPIA ELETRÓNICA DE VARRIMENTO / EDS



Figura 32 - Microscópio JSM-6010LV usado para análise SEM e EDS.

Para a obtenção de imagens detalhadas das superfícies e de secções de corte, recorreu-se ao uso de um microscópio eletrónico de varrimento (SEM – *Scanning Electron Microscopy*) uma vez que é capaz de obter ampliações até 50000x.

O equipamento usado para a análise SEM foi o JSM-6010LV que se pode observar na figura 32.

Também neste microscópio foram feitas análises de espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS – *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) onde foi possível verificar a evolução da composição química das camadas depositadas.

3.3.2. TESTE DE ISOLAMENTO E CONDUTIVIDADE

Para avaliar a capacidade de isolamento da camada de óxido sinterizada e a condutividade dos fios de cobre sinterizados, procedeu-se à medição da resistência elétrica através da utilização de um multímetro (figura 33).

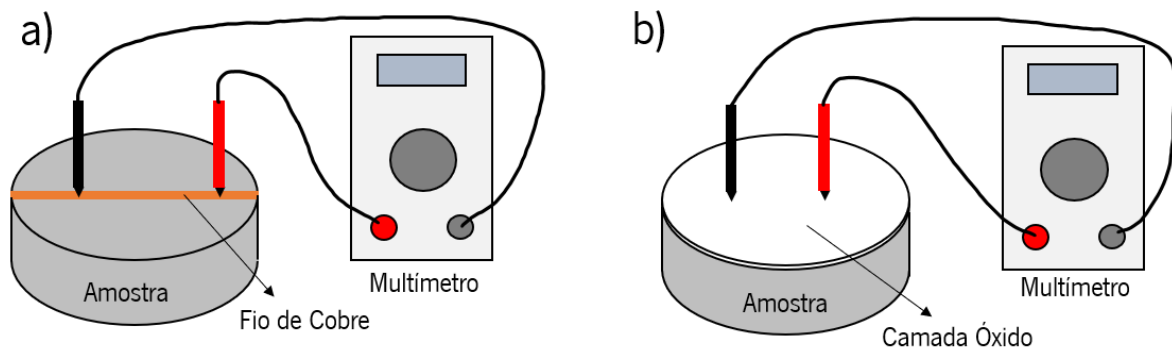


Figura 33 - Aparato para medição do isolamento e condutividade elétrica a) Teste de condutividade. b) Teste de isolamento.

3.3.3. TESTE DE MEDIÇÃO DE ESPESSURA

Com o objetivo de avaliar o comportamento magnetostritivo tanto das medalhas produzidas como das camadas produzidas, recorreu-se a um teste de medição de espessura. Este teste é composto por um íman (para criar um campo magnético estático), uma espiral de cobre (que irá provocar um campo magnético dinâmico), outra espiral de cobre (que será a recetora de sinal) e a amostra em teste (figura 34).

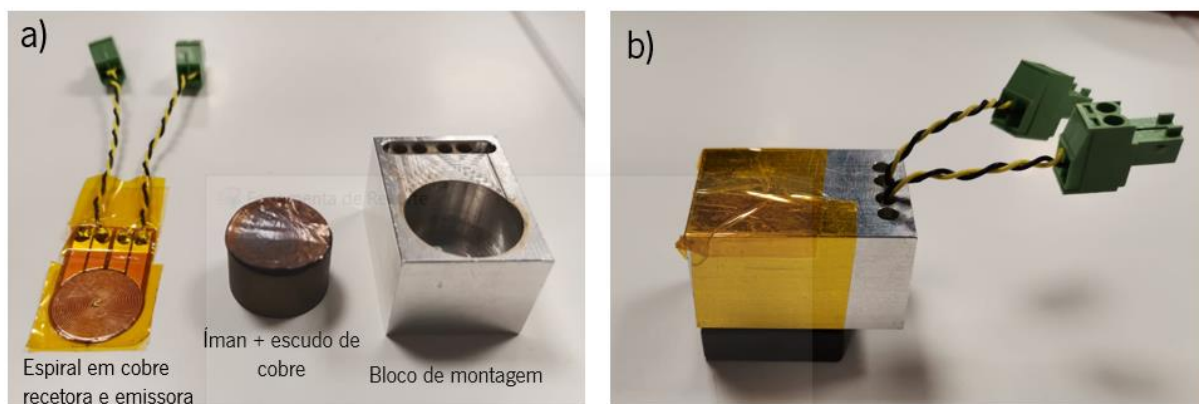


Figura 34 - Componentes para o teste de medição de espessura (a) e o conjunto montado (b)

Com o acoplamento de todos os elementos, quando o material magnetostritivo é sujeito a um campo magnético estático numa direção e um campo magnético dinâmico (espiral emissora) na direção ortogonal, provoca uma deformação que provocará uma onda acústica que percorre o objeto de estudo.

Através da velocidade do sinal e do tempo que este demora a percorrer o corpo (que é recebido pela espiral recetora), é determinada a espessura. O escudo de cobre no íman tem o propósito de isolar o campo magnético da espiral e do íman. A figura 35 representa o esquema de funcionamento do sistema com o aparato completo e uma fotografia do mesmo.

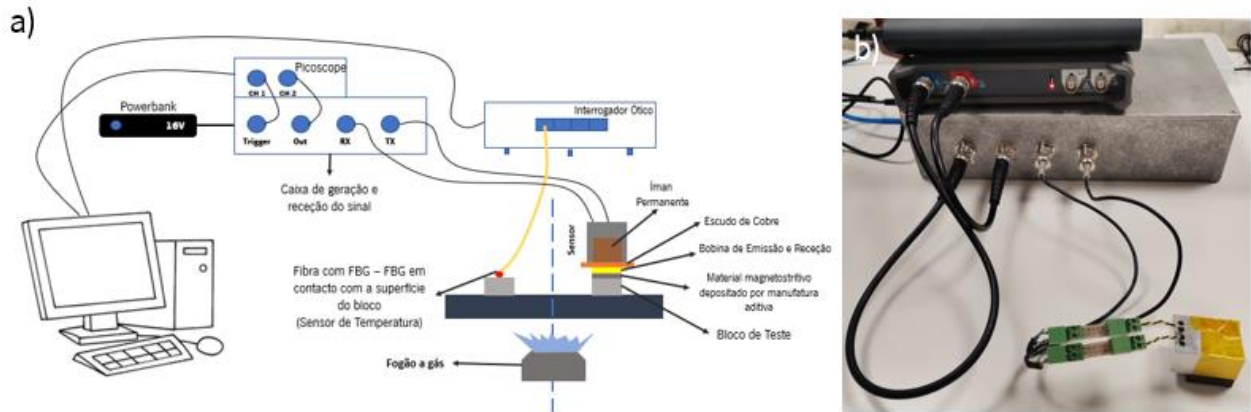


Figura 35 - Esquema do aparato (a) e foto do mesmo (b).

No caso deste trabalho, o propósito deste teste não é a medição da espessura, mas sim perceber a amplitude do sinal provocado bem como a sua atenuação ao longo do tempo (depois de várias reflexões).

Para captar essa onda acústica produzida, existem duas possibilidades onde a bobina recetora do sinal se pode localizar: na extremidade oposto à bobina emissora ou ambas as bobinas no mesmo plano. Na figura 36 é apresentado esquematicamente essas duas configurações do teste de medição de espessuras.

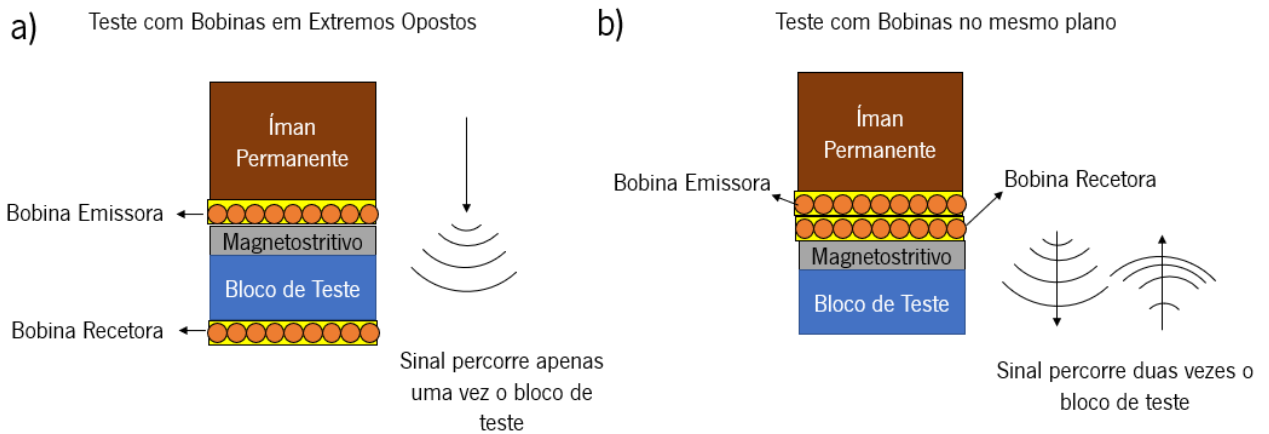


Figura 36 - Esquematização das configurações do teste de medição de espessuras. a) Teste com bobinas em extremos opostos; b) Teste com bobinas no mesmo plano

A principal diferença entre as duas configurações reside no facto de a onda acústica percorrer o corpo apenas uma vez no caso do teste com bobinas em extremos opostos enquanto que a configuração com as bobinas no mesmo plano exige que as ondas acústicas percorram o corpo em análise duas vezes.

Outra característica que se pretende observar com estes testes é a capacidade do material magnetostritivo manter o seu comportamento com o aumento de temperatura, uma vez que uma aplicação deste sensor é feita em ambiente de temperaturas elevadas como é o exemplo da indústria petrolífera.

4. ANÁLISE E DISCUSSÃO DE RESULTADOS

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos do trabalho experimental, a sua análise e a discussão dos mesmos.

4.1. CARACTERIZAÇÃO METALÚRGICA DA LIGA FeCo VIA METALURGIA DOS PÓS

Para analisar as amostras obtidas, estas foram cortadas com um disco de diamante seguido de uma sequência de lixas (P500, P800, P1200, P2400 e P4000) finalizadas com um polimento com partículas abrasivas de 1 μm . Não foi realizado um ataque químico (com uma solução de Fe_2Cl , HCl e H_2O durante 30 segundos) uma vez que o ataque químico seria bastante severo devido à porosidade interior da amostra.

Através da figura 37, podemos ver que as amostras se encontram bastante porosas. A presença de poros com formas irregulares sugere que o processo de sinterização do material sugere uma sinterização incompleta. No caso de uma sinterização completa, os poros existentes teriam uma forma circular regular.

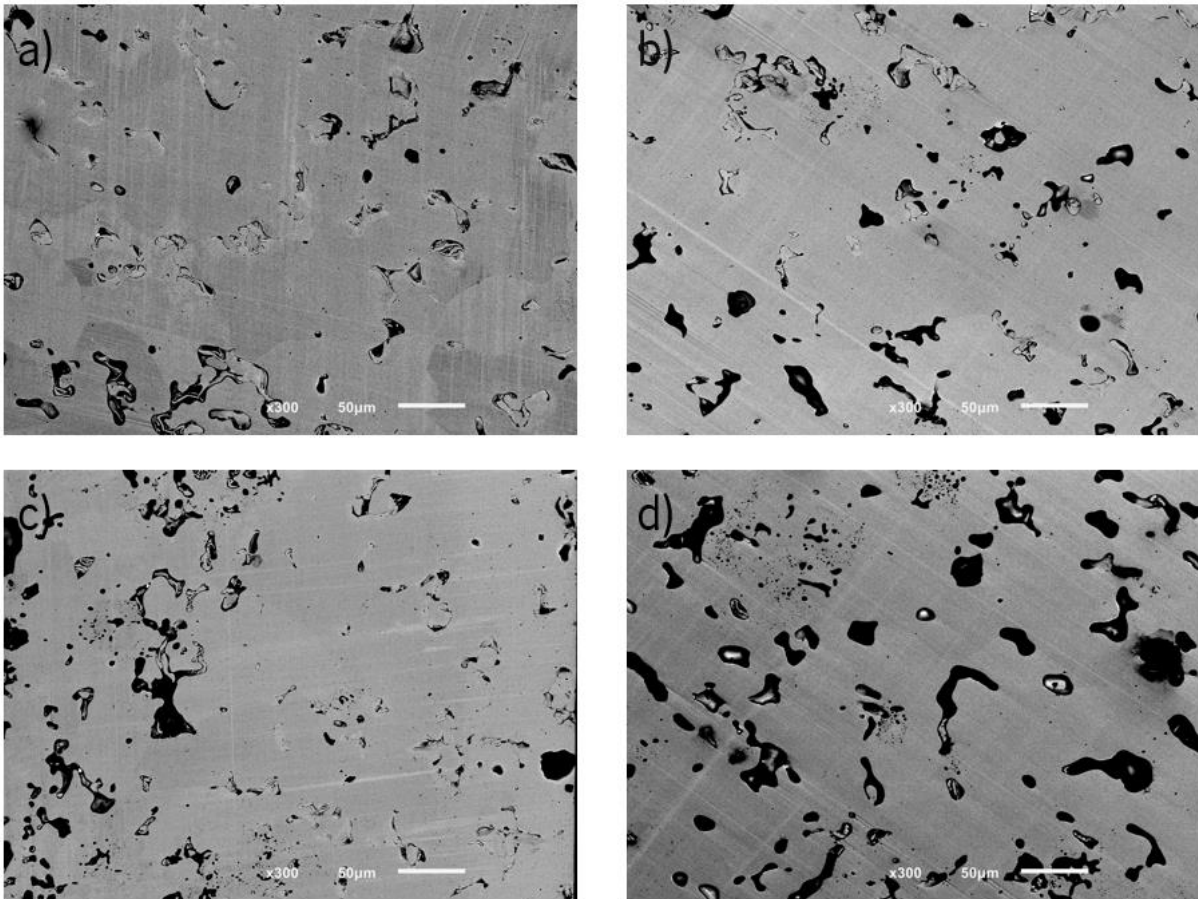


Figura 37 - Imagens da secção de corte a partir da análise SEM. (a) T1350 2h; (b) T1400 2h; (c) T1400 4h; (d) T1400 4h + 2h

Algumas razões que podem justificar desta sinterização incompleta são: a existência de óxidos presentes nos pós misturas; o método de mistura dos pós não ser o mais indicado; sublimação de elementos; utilização de uma atmosfera de vácuo em vez de uma atmosfera de hidrogénio ou argón.

Quanto à densidade das amostras, o compacto verde apresenta uma densidade superior às amostras obtidas após o processo de sinterização pelo forno tubular (tabela 17). Esta superioridade de densidade do compacto verde em relação às amostras obtidas sugere que o processo de compactação encontra-se otimizado enquanto que o processo de sinterização não se apresenta eficaz, não densificado e com existência de porosidade elevada. Os valores das densidades podem ser vistos e comparados de forma gráfica na figura 38.

Tabela 17 - Densidade e desvio padrão das amostras a verde e com diferentes ciclos térmicos.

Amostra	Densidade (g/cm³)	Desvio Padrão
Compacto Verde	7,6963	0,0066
T1350 2h	6,6711	0,0258
T1400 2h	7,0809	0,0089
T1400 4h	7,0541	0,0102
T1400 4h + 2h	6,9946	0,0185

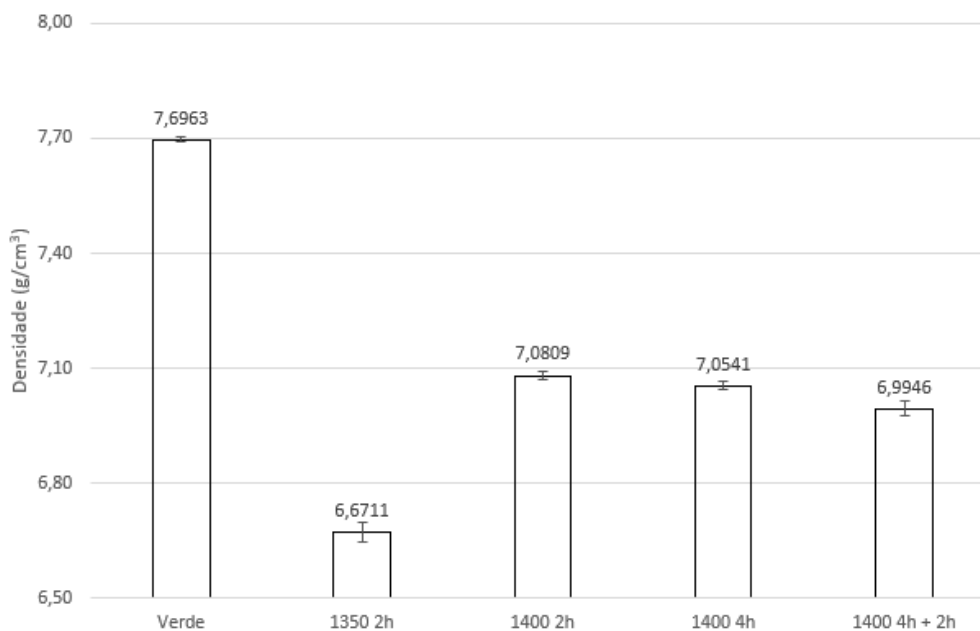


Figura 38 - Gráfico das densidades das amostras a verde e com diferentes ciclos térmicos.

4.2. RESULTADOS DAS TEXTURAS PRODUZIDAS

Para a preparação do substrato de aço-carbono para a fusão seletiva laser do pó da liga de FeCo, as texturas na superfície do mesmo estão presentes nas figuras 39, 40 e 41.

Na figura 39 podemos observar que a textura com 5 passagens apresenta os picos pouco definidos e “vales” pouco profundos com uma distância entre picos de 63 e 100 μ m e uma profundidade de 20 μ m.

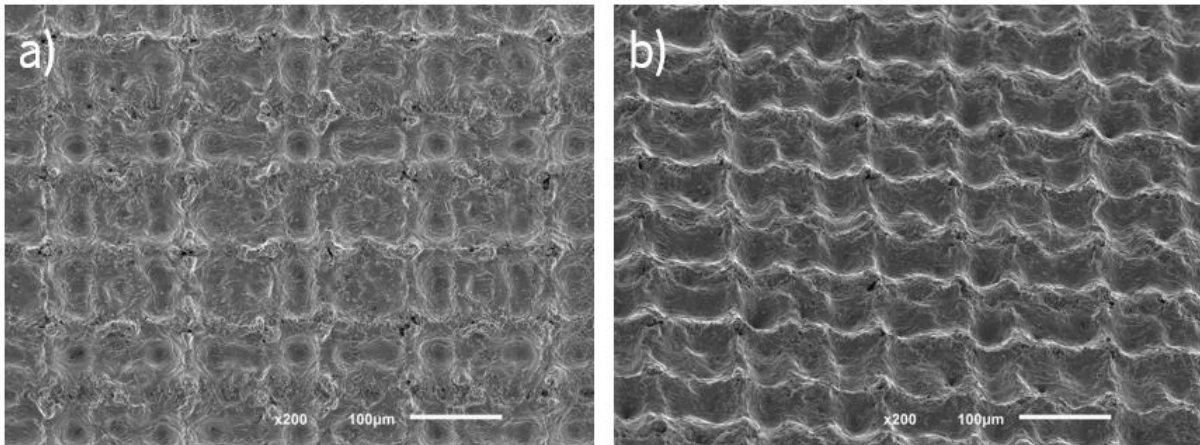


Figura 39 – Imagem SEM da texturização do substrato de aço-carbono com 5 passagens. a) Vista de topo e b) Vista com uma inclinação de 45°.

Na figura 40, o efeito das múltiplas passagens revela-se impactante formando picos muito mais salientes e “vales” profundos com uma distância entre picos de 60 μm e uma profundidade de 120 μm.

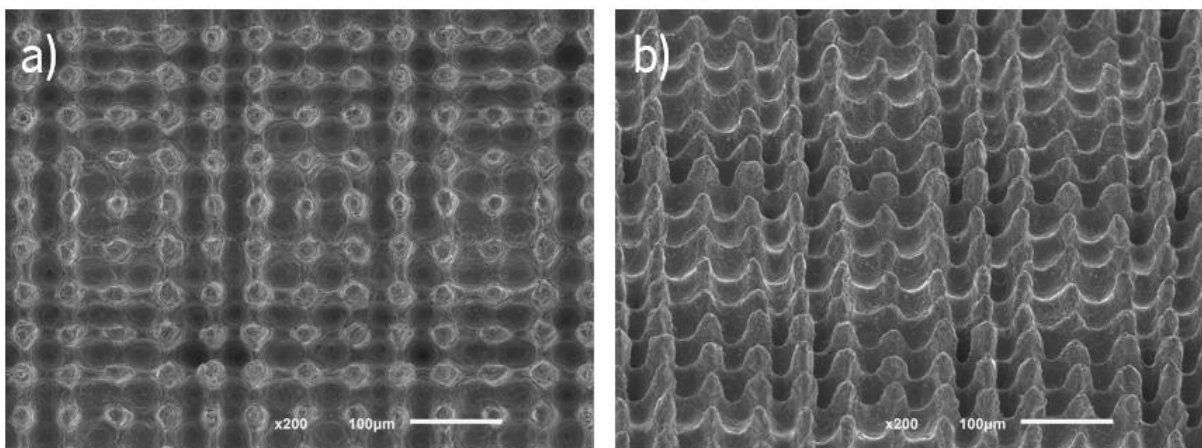


Figura 40 - Imagem SEM da texturização do substrato de aço-carbono com 20 passagens. a) Vista de topo e b) Vista com uma inclinação de 45°.

Por fim, na figura 41, contém a textura com o maior número de passagens (n=40) onde podemos observar uma deformação dos próprios picos numa direção preferencial, com uma distância menor entre si de 40 μm e uma maior distância de 60 μm e uma profundidade de 150 μm.

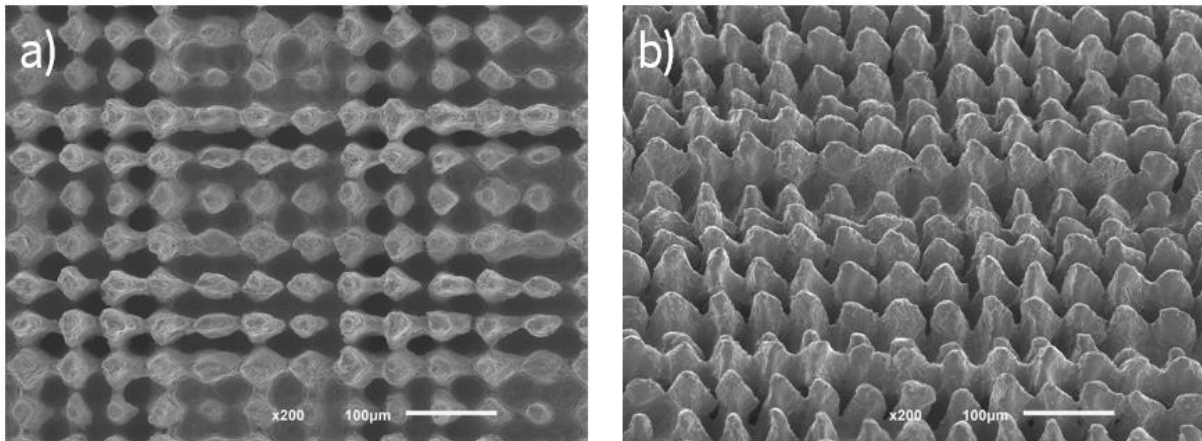


Figura 41 - Imagem SEM da texturização do substrato de aço-carbono com 40 passagens. a) Vista de topo e b) Vista com uma inclinação de 45°.

É de notar que, da texturização obtida com 20 passagens para 40 passagens, não há uma variação significativa relativamente à profundidade dos vales mas um redução na qualidade dos pilares que pode ser verificada ao observar na forma irregular e inclinação dos pilares formados devido ao excesso de energia que provoca uma refusão dos pilares e a sua consequente deformação.

4.3. RESULTADOS DA FUSÃO SELETIVA LASER DA LIGA FeCo

Com o objetivo de analisar a evolução da camada sinterizada ao longo da sua espessura bem como o efeito da mesma no substrato, procedeu-se à análise de imagens SEM da secção de corte das amostras bem como uma análise EDS da evolução da quantidade (em massa relativa) de ferro e cobalto ao longo da espessura da amostra.

A primeira amostra analisada foi a amostra com uma camada fundida seletivamente com uma potência 50 W (N1 P50). Na figura 42 pode ser observado que a camada apresenta uma espessura de 80 μm , que se encontra sinterizada na sua totalidade devido à ausência de poros e com uma boa adesão ao substrato uma vez que não apresenta fissuras na zona de ligação.

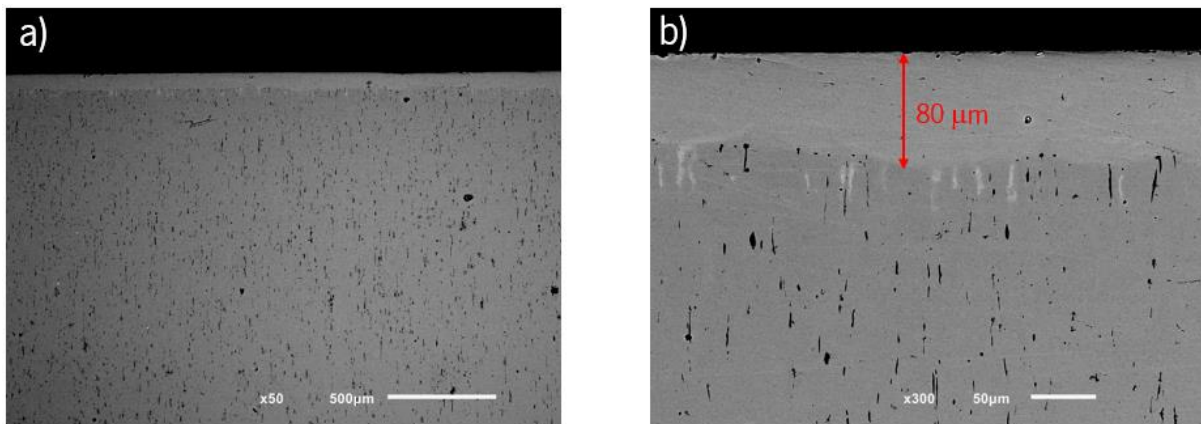


Figura 42 - Imagens da secção de corte da amostra P50 N1 a partir da análise SEM. a) Visão geral do corte. b) Pormenor do corte da camada.

Através da análise EDS (figura 43) pode-se concluir que há uma difusão de ferro para a camada produzida uma vez que a percentagem mássica dos elementos se mantém ao longo da camada, mas com valores superiores aos do pó usados para formar a camada (70% ferro e 30% cobalto na camada produzida com um pó de 50% ferro e 50% cobalto).

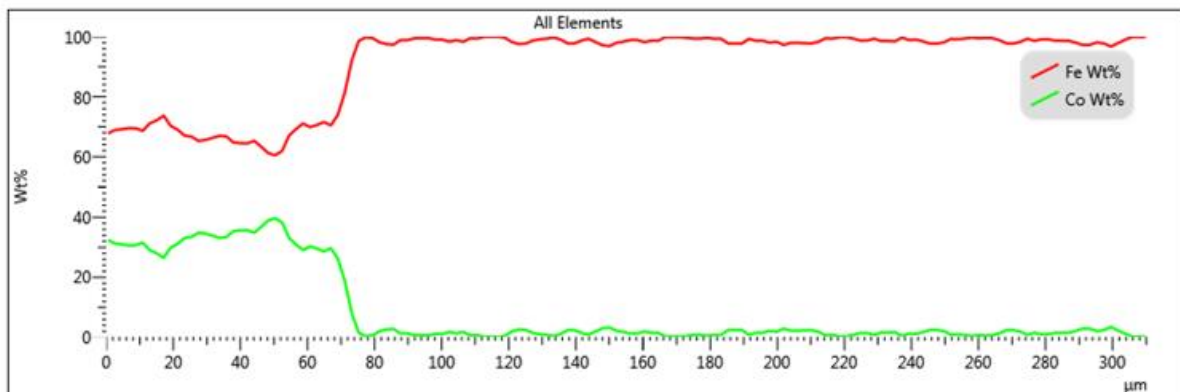


Figura 43 - Análise EDS da amostra P50N1 e respetiva linha analisada. É de notar que a linha começa na camada fundida seletivamente e prolonga-se até ao substrato.

A segunda amostra analisada foi a amostra com 4 camadas depositadas e potência 50 (N4 P50). A figura 44 demonstra que há a formação de uma camada intermédia, ou seja, a camada superior depositada, seguida da camada intermédia de ligação e por fim o substrato. A camada encontra-se

novamente com ausência de poros e fissuras. Quanto à sua espessura, a camada superior contém 160 μm de espessura, a camada intermédia 80 μm fazendo um total de 220 μm de camada produzida.

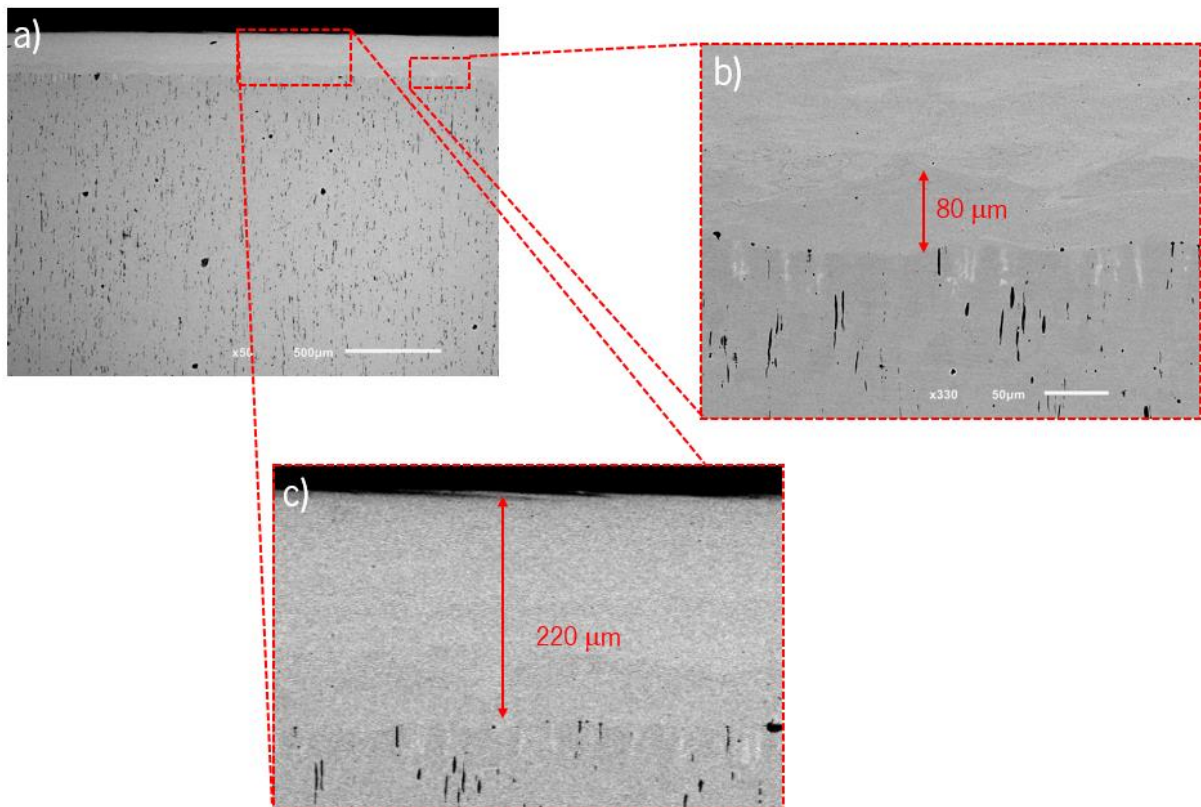


Figura 44 - Imagens da secção de corte da amostra P50 N4 a partir da análise SEM. a) Visão geral do corte. b) Pormenor na camada intermédia formada. c) Pormenor com a espessura da camada fundida seletivamente.

Com a análise EDS (figura 45), verifica-se que a camada superior produzida encontra-se com os valores mássicos percentuais de ferro e cobalto nos 50%, o que corresponde à fração mássica do pó utilizado (até aos 180 μm de profundidade). Após os 180 μm , é possível verificar um aumento percentual da massa de ferro até aos 100% de ferro (material do substrato), o que indica uma difusão do substrato para a camada intermédia.

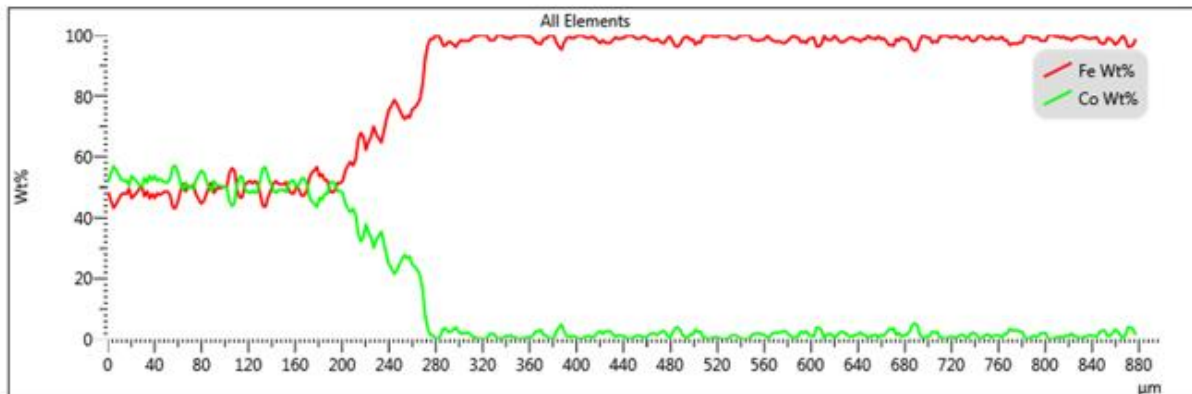
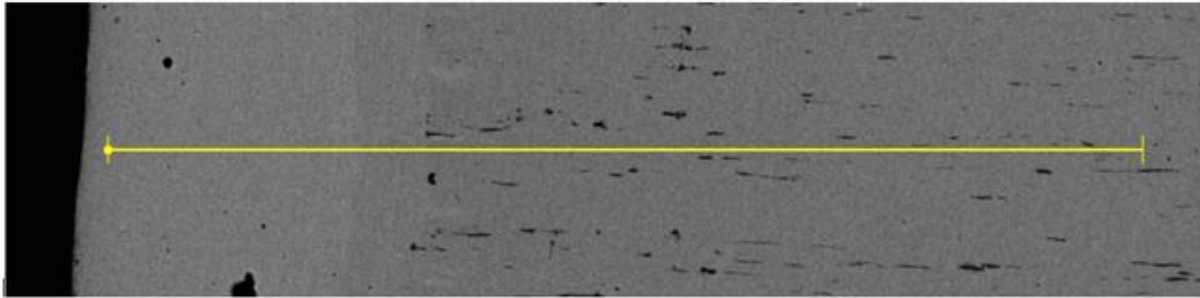


Figura 45 - Análise EDS da amostra P50N4 e respetiva linha analisada. É de notar que a linha começa na camada fundida seletivamente e prolonga-se até ao substrato.

Seguidamente, foi analisada a amostra com 4 camadas produzidas e potência 90 (N4 P90). Através da figura 46, pode-se observar a formação de uma camada com uma espessura total de 300 μm . No entanto, existe novamente a formação de duas camadas, uma camada superior com 220 μm de espessura e uma camada intermédia de 80 μm . Tendo em conta que o número de camadas fundida seletivamente é igual à amostra anteriormente analisada (N4 P50), é possível concluir que a difusão entre a camada produzidas e o substrato foi superior, uma vez que a espessura da camada superior é maior e a intermédia se mantém.

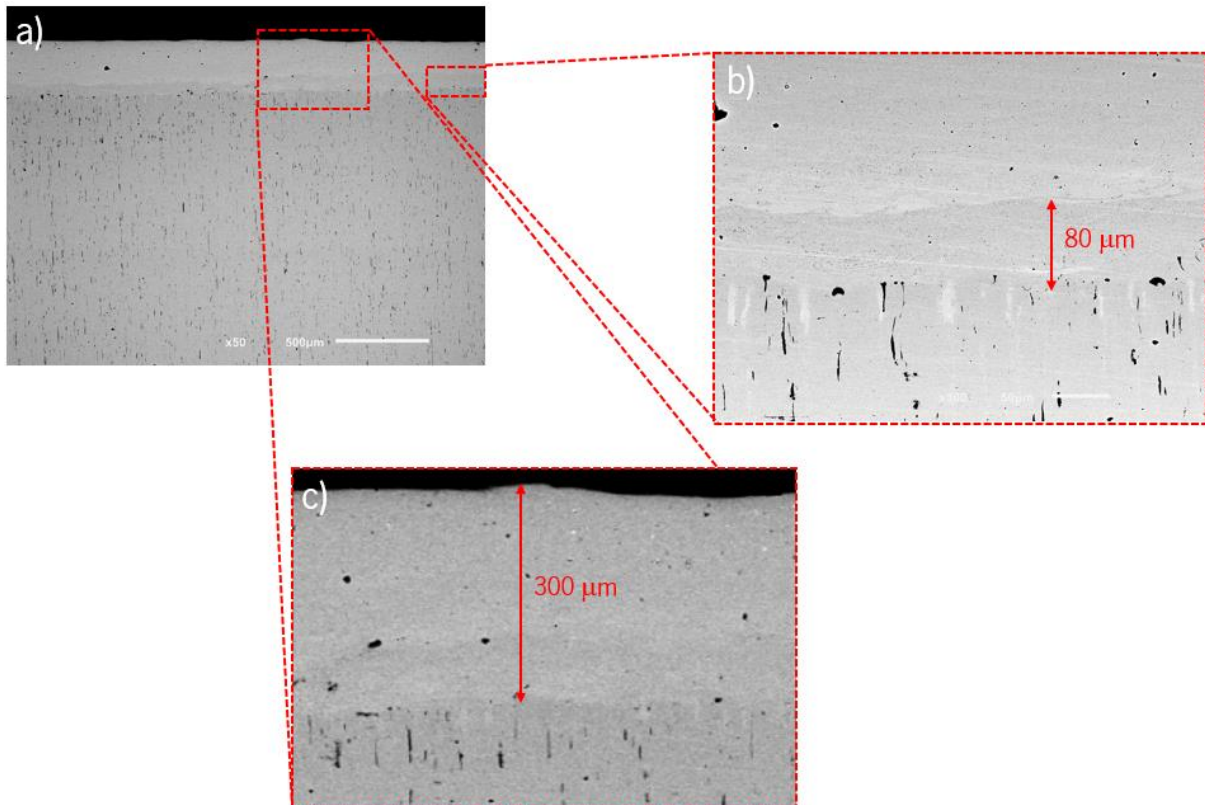


Figura 46 - Imagens da secção de corte da amostra P90 N4 a partir da análise SEM. a) Visão geral do corte. b) Pormenor na camada intermédia formada. c) Pormenor com a espessura da camada fundida seletivamente.

O aumento de difusão pode ser verificado pela análise da figura 47 onde podemos observar que a evolução dos elementos da camada superior é de 50-50 ao longo de uma espessura maior, seguida de uma camada intermédia onde se observa um aumento da percentagem mássica do ferro (e consequente diminuição do cobalto) com uma espessura de $80\ \mu\text{m}$ (espessura igual à observada na amostra anterior). Este facto deve-se à aplicação de mais energia (aumento de potência de 50 para 90) que tem como consequência temperaturas mais elevadas que afeta o substrato até uma profundidade superior.

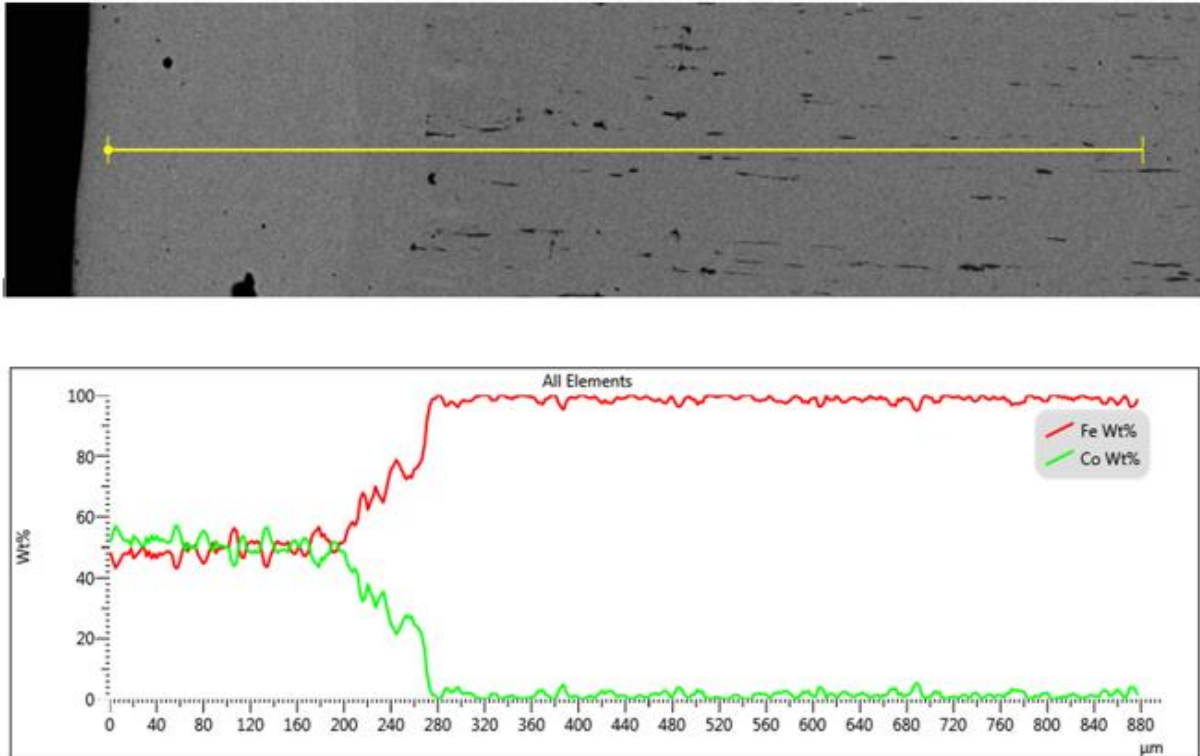


Figura 47 - Análise EDS da amostra P50N4 e respetiva linha analisada. É de notar que a linha começa na camada fundida seletivamente e prolonga-se até ao substrato.

Por último, foi feita a análise da amostra com 8 camadas produzidas com potência 90 (P90). A figura 48 apresenta uma camada fundida seletivamente com uma espessura de 500 μm na totalidade, havendo uma maior dificuldade em definir a camada intermédia, mas, conjuntamente com a análise EDS, é perceptível que esta camada intermédia tenha uma espessura de 60 μm .

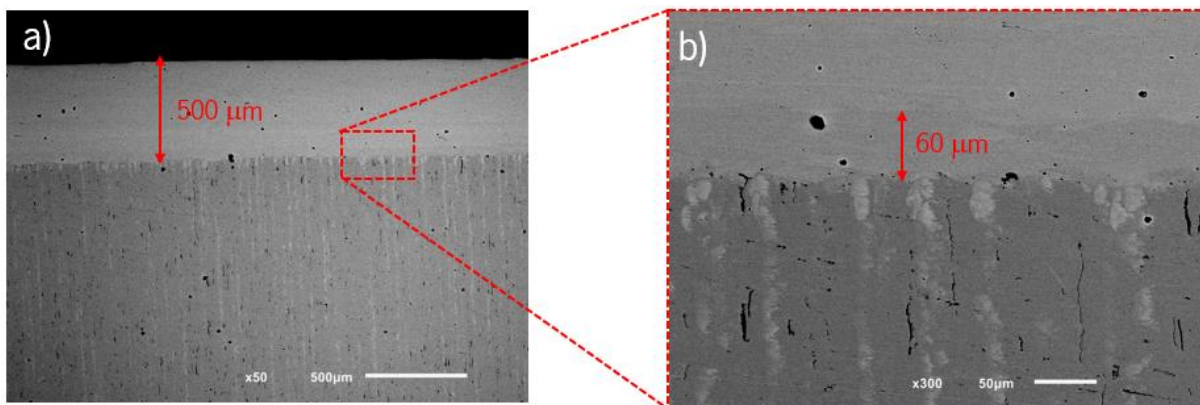


Figura 48 - Imagens da secção de corte da amostra P90 N8 a partir da análise SEM. a) Visão gera do corte. b) Pormenor na camada intermédia formada.

A análise EDS da amostra (figura 49) confirma a evolução que aconteceu nas amostras anteriores. No entanto, para se perceber a penetração da camada no substrato, seria necessário comparar os

resultados dessa amostra com outra com o mesmo número de camadas fundida seletivamente mas com uma potência reduzida.

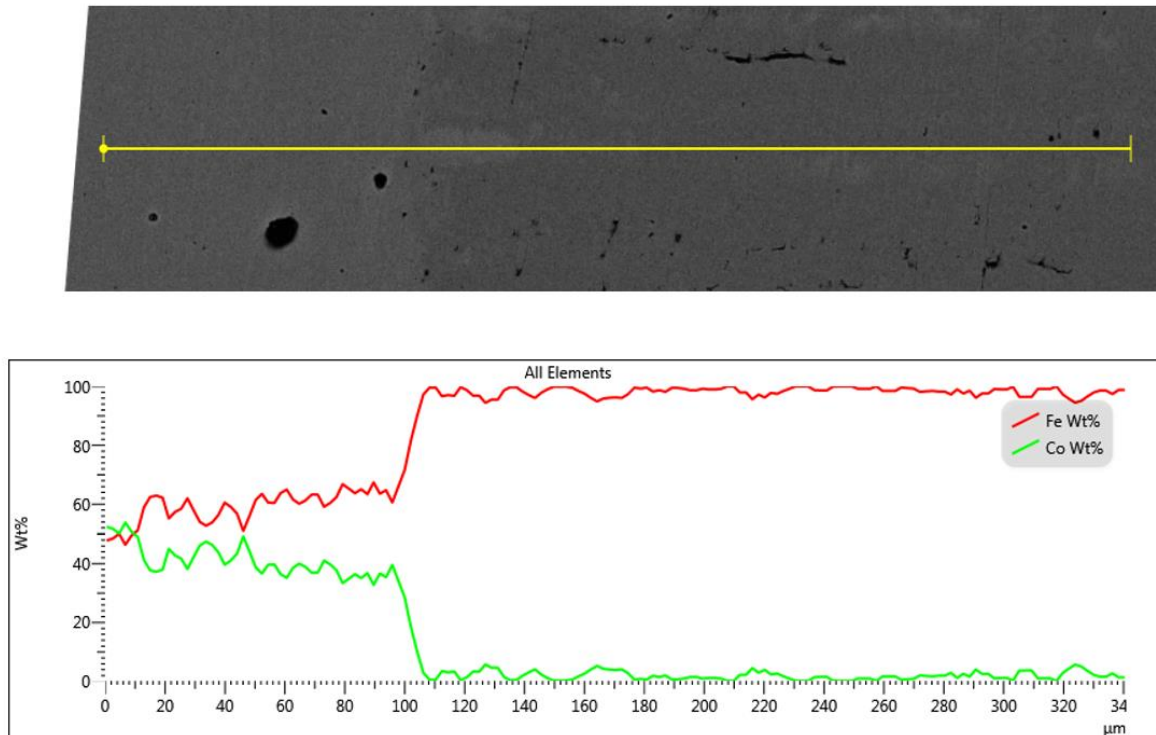


Figura 49 - Análise EDS da amostra P90N8 e respetiva linha analisada ao longo de umas das linhas verticais mais claras. É de notar que a linha começa na camada fundida seletivamente e prolonga-se até ao substrato.

Um aspeto peculiar que foi observado nesta amostra foi a presença de linhas verticais mais claras com origem na camada depositada que se prolongavam pelo substrato. Inicialmente foi posta a hipótese de serem originárias do polimento, mas esta hipótese rapidamente foi refutada uma vez que o polimento foi feito com movimento das partículas abrasivas na direção perpendicular a essas mesmas linhas. Tendo isto em conta, foi feita uma nova análise EDS desde a camada produzida e prolongada ao longo de uma dessas linhas mais claras. Na figura 50 pode-se observar os resultados obtidos dessa análise EDS.

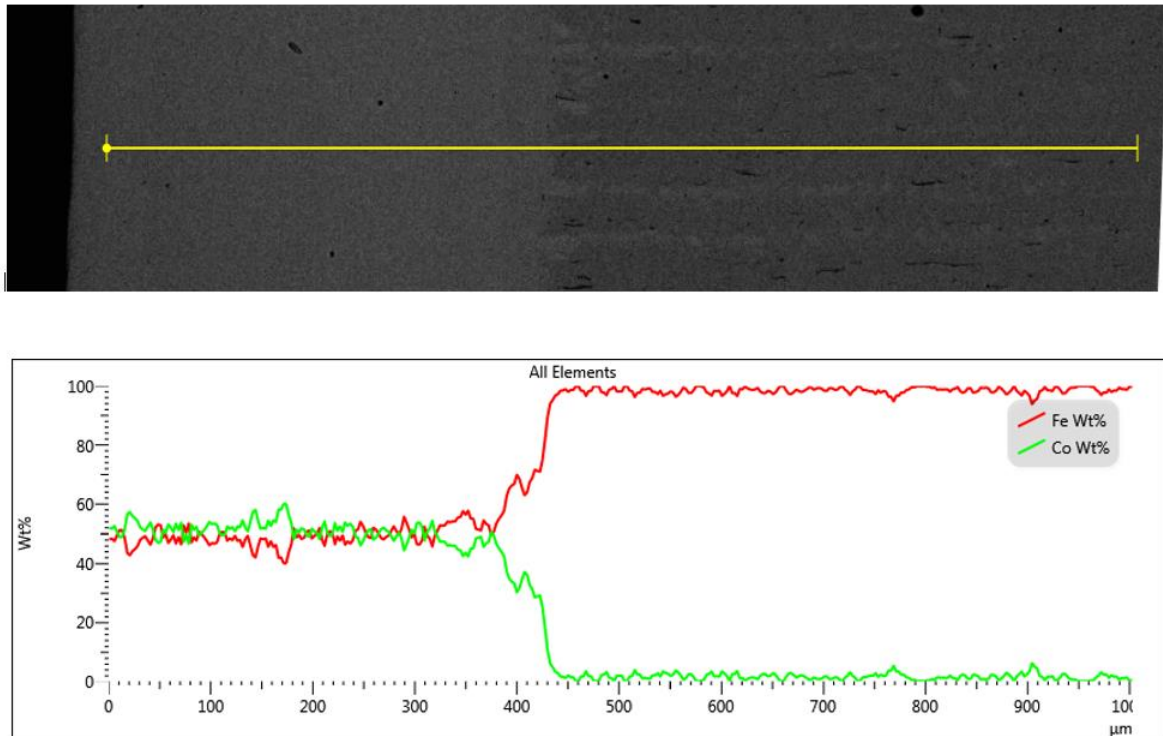


Figura 50 - Análise EDS da amostra P90N8 e respetiva linha analisada evitando as linhas verticais mais claras. É de notar que a linha começa na camada produzida e prolonga-se até ao substrato.

A justificação para esta ocorrência poderá dever-se ao método de fabrico do substrato, uma vez que o substrato provém de varão de aço-carbono extrudido e estas linhas estão direccionadas segundo a direcção de extrusão. Estes defeitos proporcionam “caminhos” de difusão preferencial.

4.4. RESULTADOS DA MEDIÇÃO DE ESPESSURA

Como dito anteriormente, os testes de medição do comportamento magnetostriativo (medição da propagação de onda acústica através da espessura da amostra) foram feitos nas medalhas de FeCo e nas amostras com a camada fundida seletivamente com o intuito de observar e analisar o sinal obtido no que diz respeito à sua amplitude e atenuação ao longo do tempo.

Os testes realizados nas medalhas não foram considerados (amostras cujo processo de produção encontra-se no capítulo 3.2.1.1.), uma vez que os resultados demonstravam uma onda com uma amplitude muito baixa. Uma das causas destes resultados é o facto de a microestrutura apresentar demasiada porosidade como foi possível ver na figura 37 que provoca a dissipação da onda acústica provocada quando esta percorre a amostra.

Por outro lado, as amostras com a camada fundida seletivamente apresentaram resultados positivos no que diz respeito à amplitude e atenuação das ondas. Uma das grandes vantagens de a

camada ser fundida seletivamente no substrato é o facto de haver um bom acoplamento, ou seja, a transmissão da onda acústica entre os dois materiais ocorre sem perdas entre a camada e o substrato. Nas soluções convencionais, é colocada uma fita de material magnetostritivo sobre o substrato não havendo uma ligação efetiva de tal forma que o desempenho do processo depende de variáveis de pressão tais como a rugosidade [38], [39] e a pressão de contacto [40].

Na figura 51, encontram-se os resultados realizados anteriormente no projeto MAGSENSE onde foi colada (através da resina J-B KwikWeld Steel Reinforced Epoxy) uma fita magnetostritiva (HiperCo50) a um bloco de aço-carbono e a configuração do teste apresentava a bobina no extremo oposto o que significa que a onda acústica percorria apenas uma vez o corpo em análise.

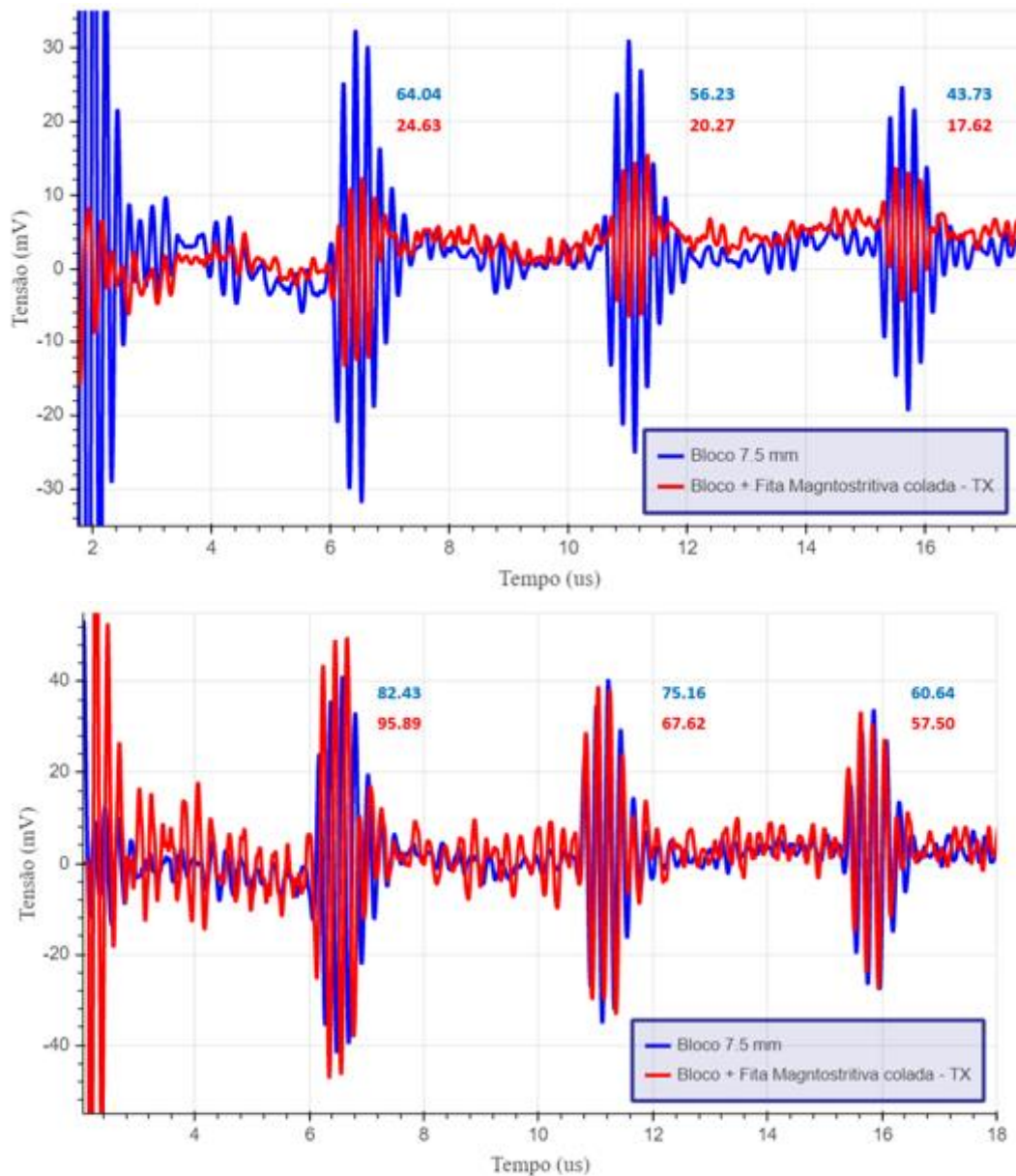


Figura 51 - Testes de sinal com fita magnetostritiva acoplada a um bloco de aço-carbono (reproduzido de projeto Magsense_POCI-01-0247-FEDER-033783).

A partir da figura 51, podemos observar que o sinal obtido do bloco sem fita e com a fita magnetostritiva acoplada é praticamente o mesmo, ou seja, a fita não está a ter o efeito desejado na produção e propagação da onda acústica. Isto significa que as ondas acústicas criadas são originadas nas propriedades magnetostritivas do substrato (uma vez que este é um bloco de aço-carbono) em vez de serem originárias da fita magnetostritiva. Estes resultados devem-se ao mau acoplamento entre a fita magnetostritiva e o bloco de aço através da cola epoxy.

Tendo em conta estes resultados anteriormente obtidos no projeto MAGSENSE, procedeu-se à análise dos resultados de sinal obtidos com esta nova abordagem de manufatura aditiva e a influência dos diferentes parâmetros testados.

Um facto a salientar relativamente aos testes realizados às amostras obtidas neste trabalho é a configuração do teste de medição usado que foi o teste com bobinas no mesmo plano. Este facto implica que os sinal das ondas acústicas detetado e apresentado percorreu duas vezes o corpo em análise, ou seja, a onda acústica ultrapassou por duas vezes a resistência de contacto entre as camadas produzidas e o substrato de aço-carbono.

Inicialmente observou-se o efeito da texturização do substrato na onda produzida. Com base nos resultados apresentados na figura 52, pode-se verificar que para a mesma potência (P90) e 1 camada produzida, o aumento da texturização não aumenta a amplitude do primeiro pico mas tem efeito na atenuação do sinal ao longo do tempo, como se pode constatar pelo sinal recebido na amostra com uma texturização de 40 passagens (N40) relativamente às texturizações com menos passagens (N20 e N5), ou seja, para uma texturização com mais passagens, menor a atenuação do sinal ao longo do tempo.

Este efeito da texturização na atenuação de sinal pode significar que há uma ligação melhor entre a camada fundida seletivamente e o substrato, o que elimina uma resistência de contacto durante as sucessivas passagens da onda acústica.

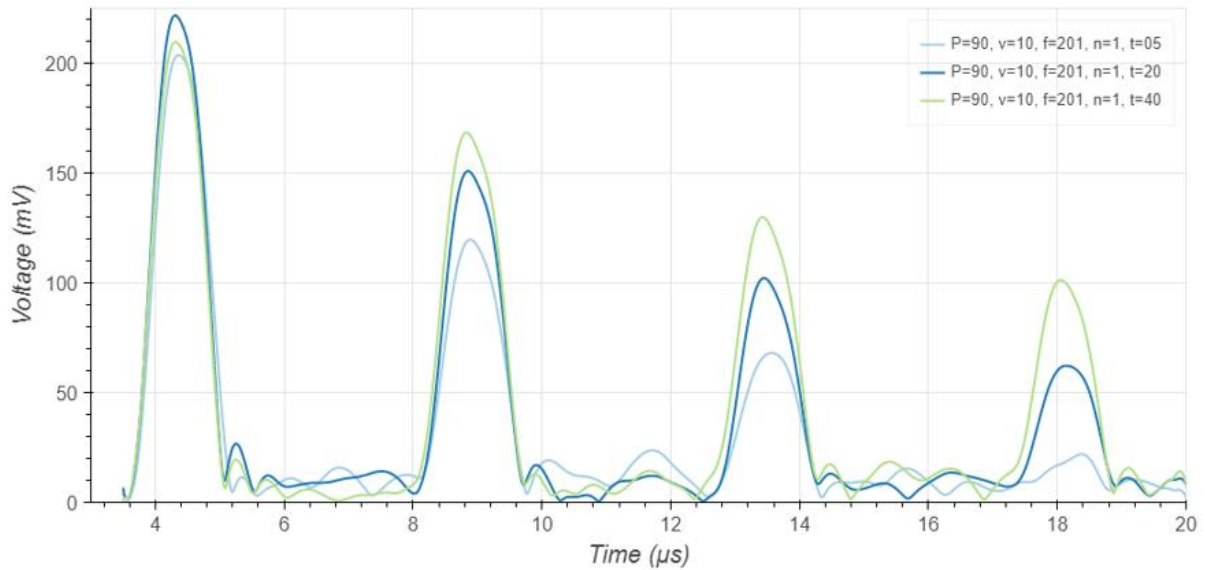


Figura 52 - Gráfico do efeito da texturização no sinal.

Seguidamente, analisou-se o efeito do número de camadas conjugado com o aumento de potência no primeiro pico. A partir da figura 53 pode-se concluir que para a mesma potência ($P50$), o número de camadas afeta positivamente a amplitude do primeiro pico, ou seja, com o aumento do número de camadas, maior é o primeiro pico. Neste caso, podemos observar um aumento de 120 mV para 250 mV, quando comparamos as amostras produzidas com 1 camada ($N1$) e com 4 camadas ($N4$).

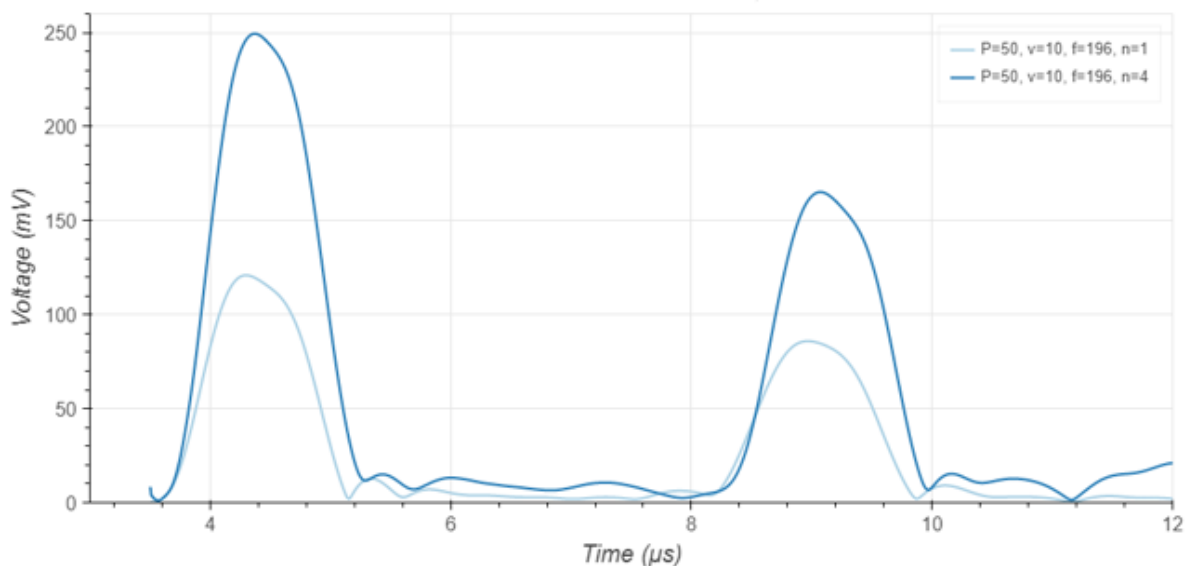


Figura 53 - Gráfico da análise P50N1 e P50N4.

O mesmo se veio a verificar na figura 54 que é o caso das amostras com potência 90 com 2 camadas produzidas ($P90N2$) e 4 camadas depositadas ($P90N4$), onde houve um aumento de 254 mV para 375 mV.

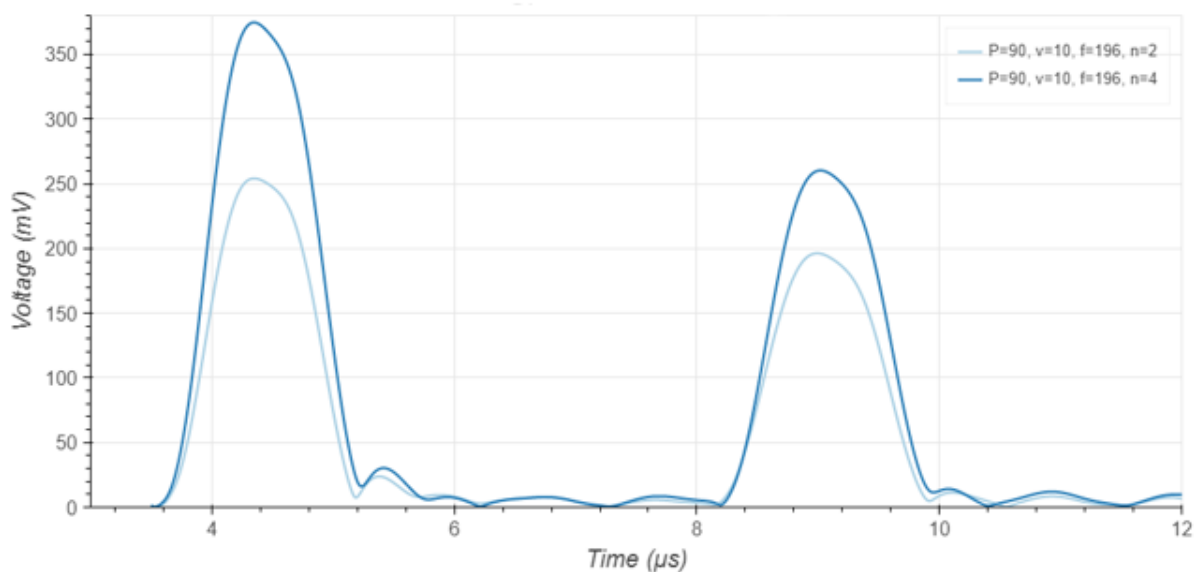


Figura 54 – Gráfico da análise das amostras P90N2 e P90N4

Relacionando os dois gráficos acima apresentados, pode-se verificar que para o mesmo número de camadas (N4), o aumento de potência de 50 para 90 leva a um aumento do primeiro pico de 250 mV para 375 mV.

No passo seguinte, foi analisado o mesmo conjunto de amostras, mas com um polimento superficial com o objetivo de perceber se o acabamento superficial da camada influencia os resultados do teste. A rugosidade superficial afeta a distância entre o campo magnético e o material magnetostritivo depositado, afetando desta forma, a quantidade de material sujeito ao campo magnético aplicado. Assim, através da figura 55 observa-se que uma menor rugosidade tem um efeito positivo quando comparado a amostras sem polimento como é o caso da amostra P90N4 com e sem polimento onde é possível verificar um sinal superior na amostra polida.

Adicionalmente, é de notar um aumento do sinal com o aumento de camadas. No entanto, a amostra de 8 camadas com potência 90 (P90N8) apresentou resultados que não seguiram a tendência anteriormente verificado sendo um resultado discrepante, cuja origem do seu resultado pode ter sido influenciado pela falta de polimento e devido ao mau acoplamento durante o teste devido ao elevado número de camadas e mau acabamento superficial.

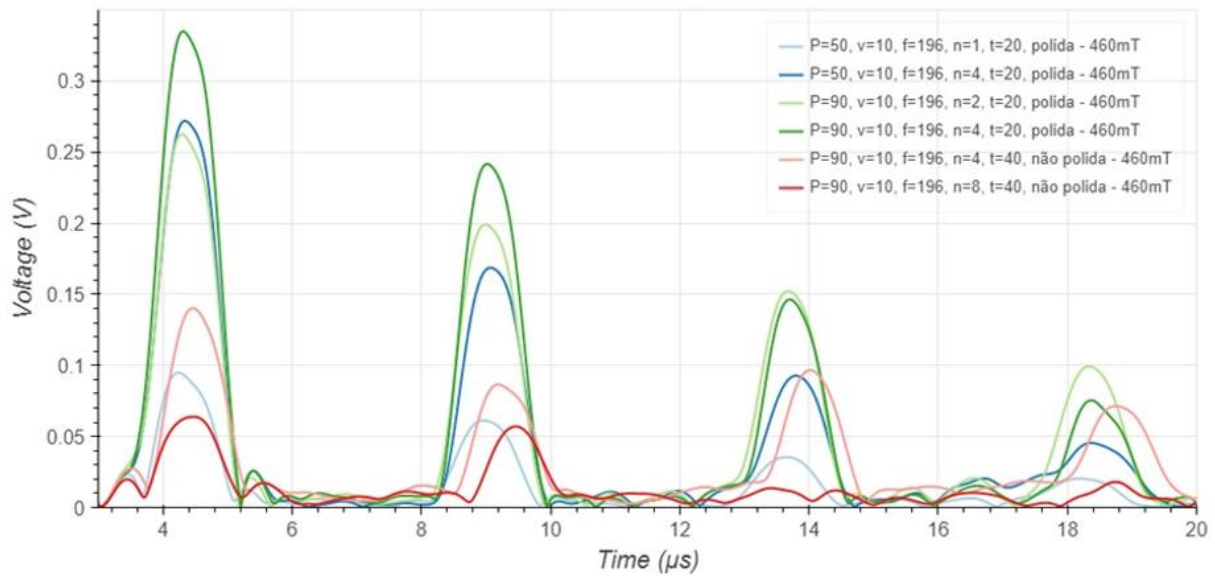


Figura 55 - Gráfico com a combinação das diferentes amostras.

Por último, foi testado o comportamento do sinal da onda com a variação da temperatura da amostra. Para este teste, foi usada uma amostra com 4 camadas produzidas com potência de 90 e uma textura de 20 passagens (P90N4T20) polida. A figura 56 apresenta as evoluções do sinal ao longo da variação da temperatura de modo a simular uma aplicação num meio ambiente onde a temperatura é um fator importante a ter em conta. Pode-se verificar que com o aumento de temperatura, o primeiro pico é ligeiramente maior e a atenuação também aparenta ser maior. A deslocação dos picos tem origem no facto de a propagação da onda ter diferentes velocidades para diferentes temperaturas do material.

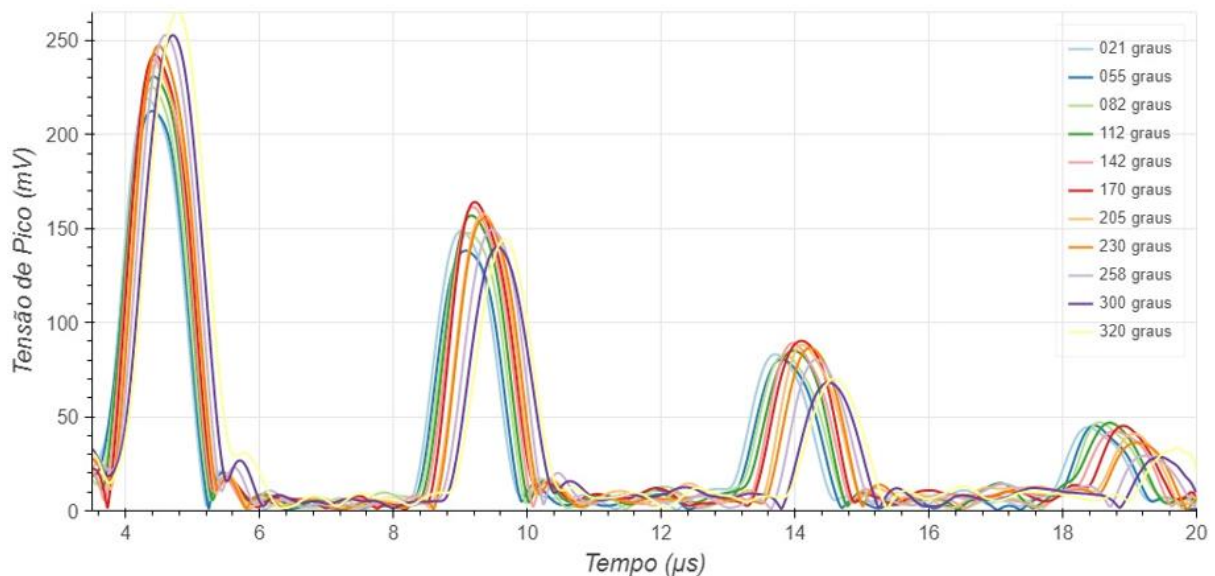


Figura 56 - Evolução da onda de sinal com a variação da temperatura do teste.

4.5. RESULTADOS DA DEPOSIÇÃO DA CAMADA DE ÓXIDO

Através do processo de *spray*, foi possível obter uma camada depositada uniforme ao longo de toda a superfície como é possível de ser observado na figura 57.

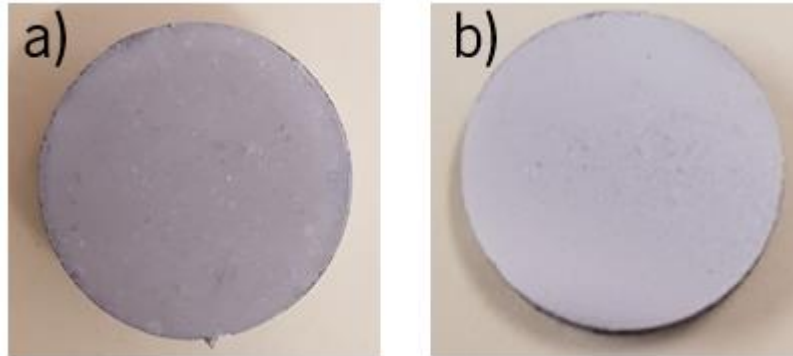















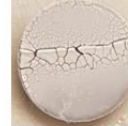


Figura 57 - Amostras com a superfície coberta com uma camada de alumina (a) e zircónia (b) através de *spray*.

Um dos problemas desta metodologia residia no facto do bico aspersor da pistola ficar bloqueado com aglomerados do pó que se iam formando ao longo do tempo devido à taxa de decantação. Embora se tenha conseguido uma camada uniforme, o método foi abandonado devido à ineficiência (perdas da suspensão durante o processo, quantidades utilizadas por camada) não estando assim adaptado para a finalidade pretendida.

As camadas de óxidos obtidas através da deposição eletroforética tiveram como parâmetros de estudo o tempo de deposição e a tensão aplicada no processo. Na tabela 18 apresentam-se as amostras obtidas após a secagem do meio líquido.

Tabela 18 - Camada de Alumina depositada através do processo de deposição eletroforética.

Tempo[min]	1	3	6	9
Tensão [V]				
50				
100				
150				
200				

Como podemos observar na tabela acima, para uma tensão baixa, a deposição era incompleta ou apenas parcial mesmo com tempo elevado de deposição. Para tensões altas, para períodos mais elevados, ocorria a delaminação da camada formada devido à elevada espessura depositada.

Os parâmetros escolhidos que demonstraram ser os mais promissores para o processo de fusão seletiva laser desta camada depositada foram os 150 V durante 3 minutos e os 200 V durante 3 minutos uma vez que visualmente, apresentavam uma camada constante ao longo de toda a superfície sem delaminar.

Utilizando estes parâmetros, também foi testada a hipótese de preparar o substrato com uma textura com o objetivo de posteriormente proporcionar uma melhor adesão da camada fundida seletivamente ao substrato pelo mecanismo de *interlocking*. No entanto, não foi obtida uma deposição com sucesso ao longo de toda a superfície, verificando-se apenas a deposição nos “vales” formados pela textura como é possível ver pela figura 58.



Figura 58 - Amostra texturizada com 20 passagens com deposição de alumina por EPD.

4.6. RESULTADOS DA FUSÃO SELETIVA LASER DA CAMADA DE ÓXIDO

Após a escolha do processo de deposição da camada de óxido e dos parâmetros adjacentes ao processo, passou-se para a fusão seletiva laser da camada depositada de modo a torná-la densificada e com adesão ao substrato.

Todas as combinações de parâmetros de fusões seletivas eram vistas a um microscópio ótico para uma primeira avaliação da fusão seletiva laser. A figura 59 mostra o caso da amostra que combina os ensaios 1, 2, 3 e 4 e a amostra que combina os ensaios 9, 10, 11 e 12.

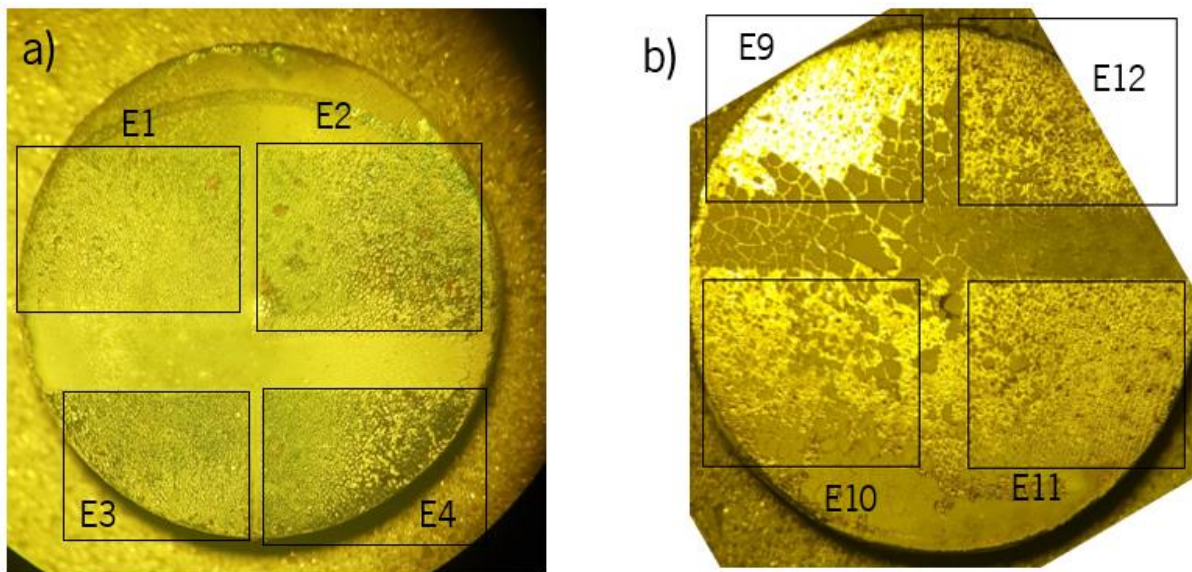


Figura 59 - Amostras com ensaio de fusão seletiva laser da camada de alumina depositada por EPD. a) Amostra com os ensaios 1, 2, 3 e 4. b) Amostra com os ensaios 9, 10, 11 e 12.

Após analisar as imagens, é de observar que ocorre uma fragmentação da camada de óxido (neste caso alumina) bem como a formação de pequenas bolas do óxido fundido como é o caso do ensaio dois. Em todos os casos acima apresentados, nenhum apresentava qualquer tipo de adesão ou coesão da própria camada.

Uma vez que não foi formada nenhum filme de óxido contínuo, o teste de isolamento não foi possível de ser realizado.

Uma solução passaria por aplicar um material intermédio que permitisse uma boa adesão entre os dois materiais, ou seja, que tivesse uma boa ligação com ambos os materiais e coeficiente de expansão térmica na mesma ordem de grandeza de modo a evitar formação de tensões.

4.7. RESULTADOS DA FUSÃO SELETIVA LASER DA ESPIRAL DE COBRE

Como referido anteriormente, inicialmente procedeu-se ao estudo do parâmetro potência na fusão seletiva laser do cobre. Através da estratégia de linhas paralelas, cada uma com uma potência diferente, conseguiu-se concluir qual era a potência mínima de fusão seletiva bem como o efeito do aumento da potência.

Na figura 60 podemos ver uma imagem geral dos fios de cobre produzidos via fusão seletiva laser obtida a partir do SEM. Estas amostras foram sujeitas a um polimento de modo a remover a rugosidade superficial criada durante o processo de fusão seletiva laser.

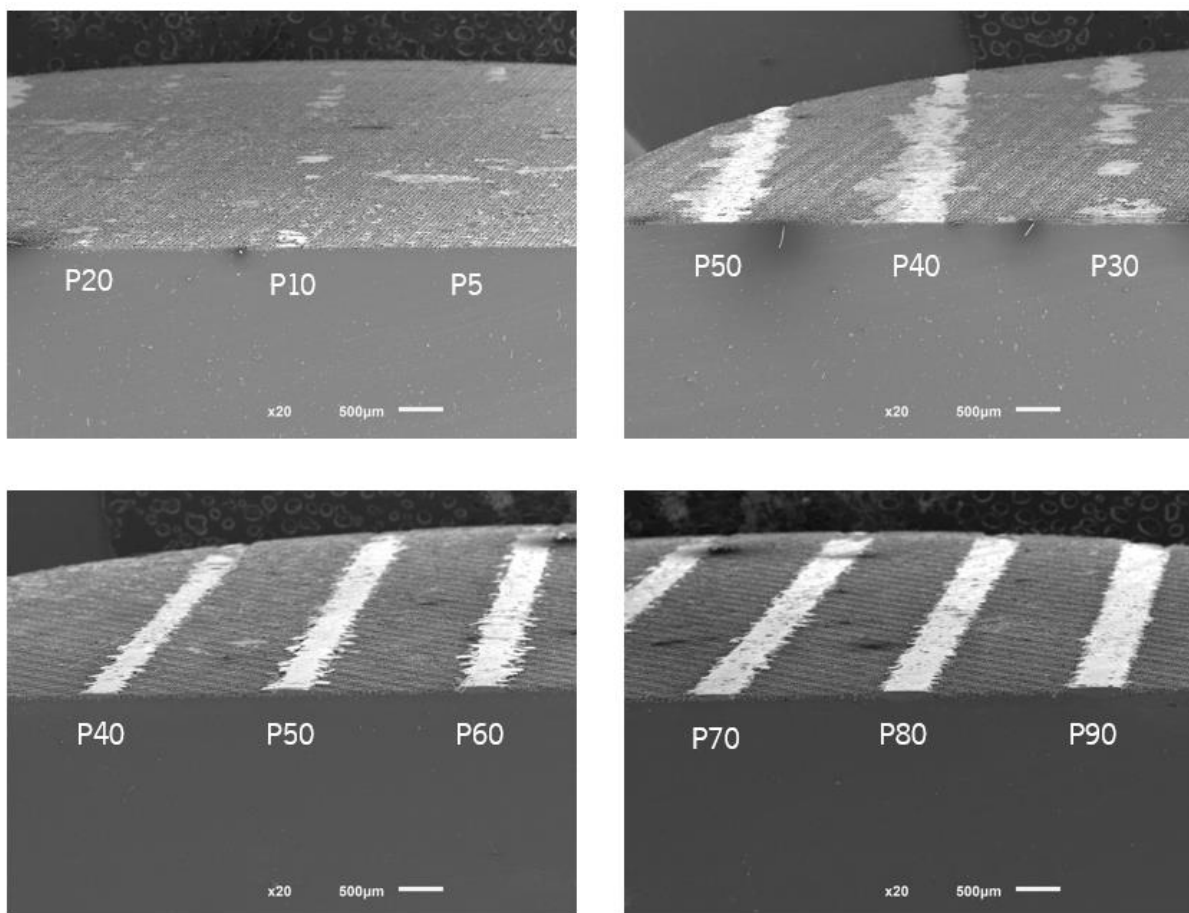


Figura 60 - Imagens dos fios de cobre produzidos através de sinterizados com as referentes potências usadas a partir da análise SEM.

Numa análise mais detalhada, podemos perceber que a potência mínima para a formação de um fio contínuo é de P50 uma vez que apresenta continuidade em ambas as imagens, o que não acontece com a P40.

Na figura 61 pode-se observar os dois fios de cobre produzidos com menor potência. Com a potência 40 (a) e 50 (b), a energia utilizada não afeta o substrato uma vez que os picos da textura

realizada no substrato encontram-se presentes na própria camada. No entanto, a espessura obtida de fio varia ao longo dos picos e “vales” da textura. No fio de cobre com potência 50 (b), pode-se observar uma boa ligação mecânica à textura produzida não havendo também difusão na interface entre a camada produzida e substrato.

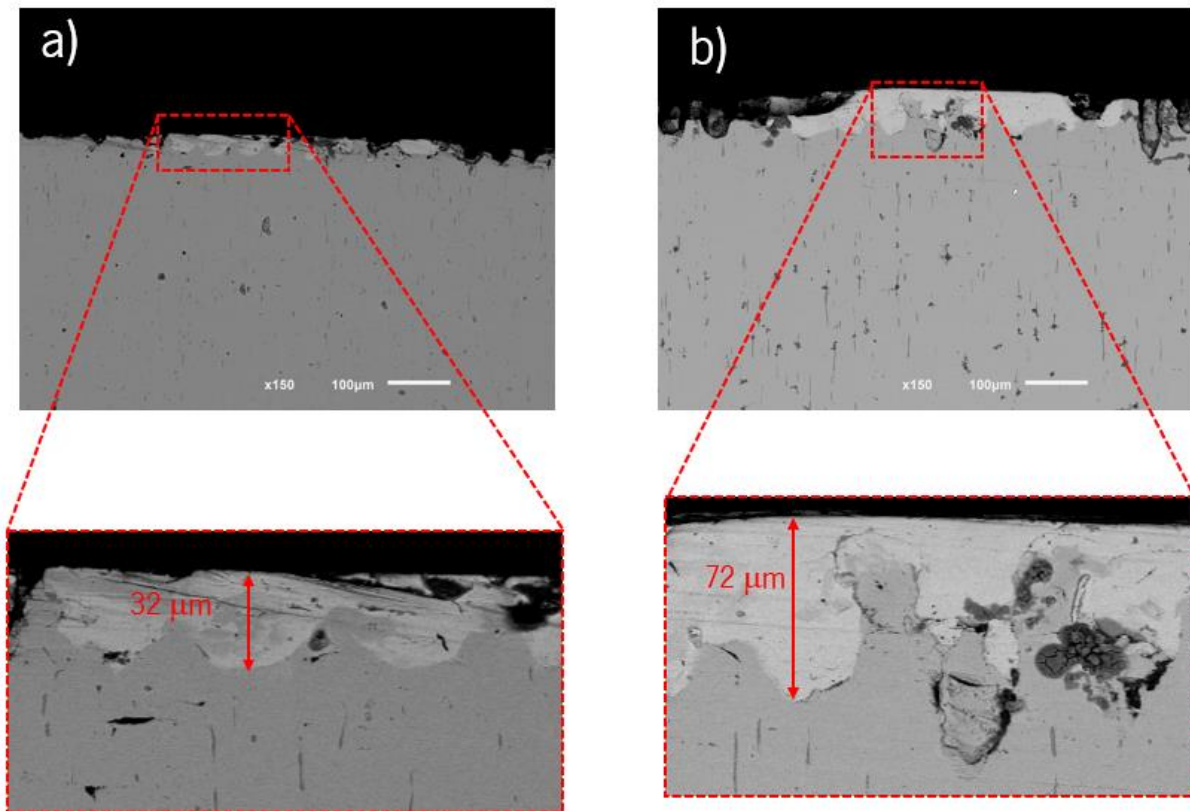


Figura 61 - Imagens da secção de corte dos fios de cobre produzidos a partir da análise SEM. a) Potência de 40. b) Potência de 50 (b).

Na figura 62, podemos observar, com a utilização de uma potência P60 (a) ocorre a fusão seletiva do cobre. No entanto, devido às contrações originadas no arrefecimento, verificou-se o aparecimento de fissuras na ligação entre os dois materiais como se pode observar no pormenor da imagem. A espessura do fio produzido é de aproximadamente 79 μm. Do lado direito, a potência P70 (b) mostra também a formação de fissuras devido ao fenómeno de contração na zona texturizada com uma espessura do fio de 76 μm. Pode-se também verificar a difusão de elementos na interface.

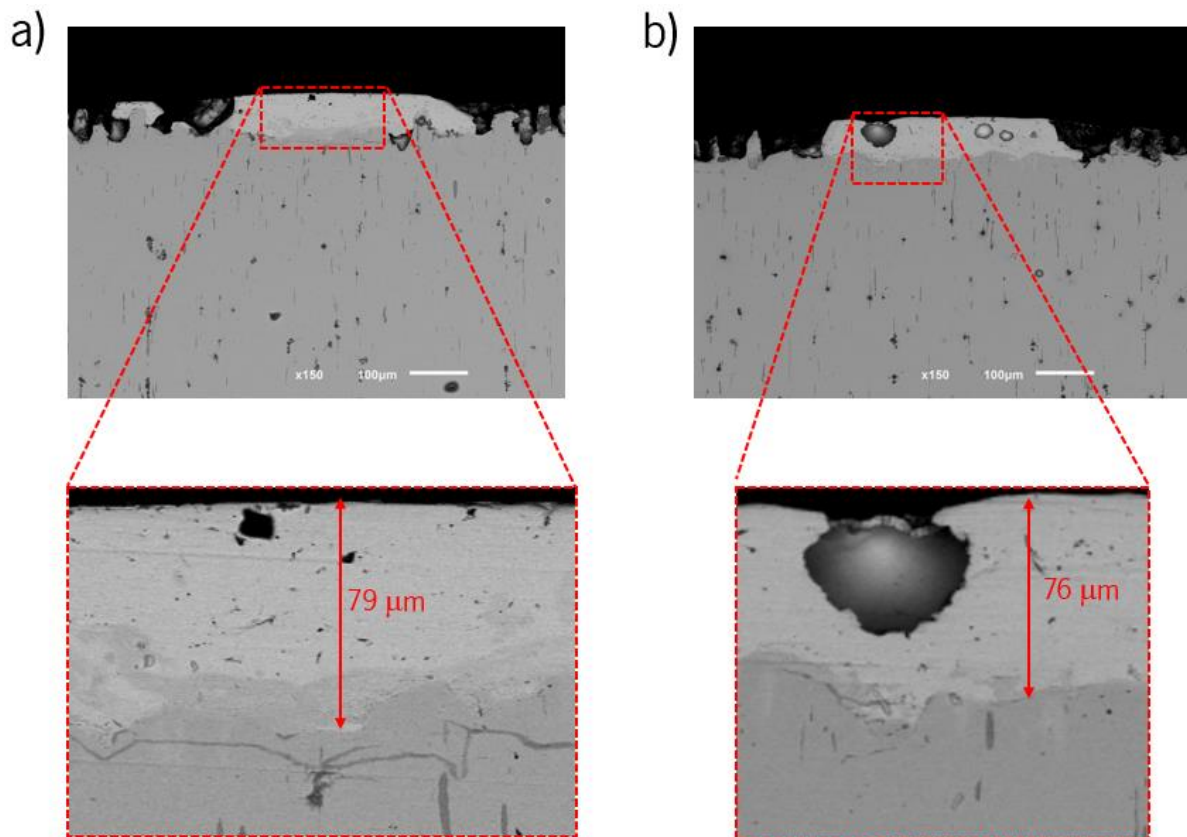


Figura 62 - Imagens da secção de corte dos fios de cobre produzidos a partir da análise SEM. a) Potência de 60. b) Potência de 70 (b).

Por último, na figura 63, é possível observar os resultados da fusão seletiva laser com recurso a potência P80 (a) onde é de salientar como é afetado o substrato ao ponto de ocorrer a refundição do mesmo havendo também uma difusão deste para o cobre densificado. Devido a estes fenómenos, surgem tensões residuais que provocam o aparecimento de fendas. O mesmo é possível de ser observado para a potência P90 (b).

Através da análise dos diferentes fios obtidos, é possível verificar que a fusão seletiva por laser do cobre ocorre, ausência de quantidades elevadas de poros e de grandes dimensões embora surjam fissuras na ligação mecânica ao substrato.

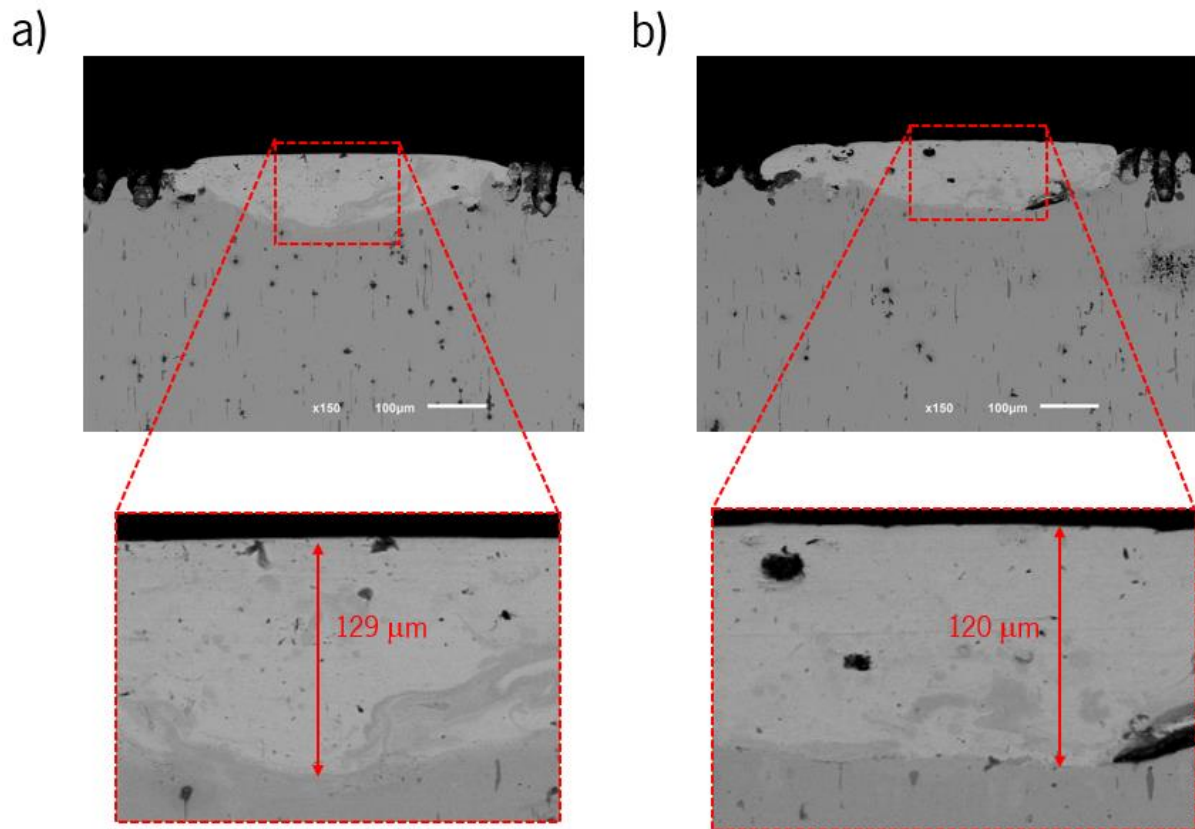


Figura 63 - Imagens da secção de corte dos fios de cobre sinterizados a partir da análise SEM. a) Potência de 80. b) Potência de 90 (b).

Em todos os fios de cobre produzidos, foram realizados testes de condutividade elétrica sendo que, aqueles que demonstravam continuidade ao longo do mesmo demonstravam uma boa condução.

5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Os vários resultados obtidos ao longo desta dissertação permitem delinear conclusões não só relativamente aos objetivos propostos inicialmente, mas também no que diz respeito às metodologias utilizadas.

Ao longo deste capítulo encontram-se descritas as principais conclusões relativamente à análise dos resultados magnetostritivos, tanto das medalhas obtidas por metalurgia dos pós como também da manufatura aditiva laser da liga FeCo, dos óxidos e da espiral de cobre. Após a exposição destas conclusões, também são abordados os trabalhos futuros que se apresentam como pertinentes numa eventual continuidade de desenvolvimento deste projeto.

5.1. CONCLUSÕES

A elaboração desta dissertação permitiu uma melhor compreensão relativa à tecnologia de manufatura aditiva laser, como também dos princípios e funcionamento da área da sensorização. Além disso, foi possível recolher o conhecimento adquirido e aplicá-lo num projeto que será implementado por uma empresa na indústria, tendo havido uma abordagem não só teórica como também prática.

No que diz respeito ao processo de fabrico da liga FeCo através da metalurgia dos pós, pode concluir-se que não ocorreu a sinterização e densificação esperada das amostras. As amostras apresentam uma elevada porosidade e baixa densidade. O aumento de temperatura do estágio do ciclo térmico e o tempo de estágio também não demonstraram efeitos positivos na densificação das amostras.

Na parte da manufatura subtrativa laser, percebeu-se que a textura com 20 passagens, potência de 100 W, velocidade do feixe de 2000 mm/s e um espaçamento entre linhas de 0,05 mm apresentava os melhores resultados em termos de geometria e defeitos.

Quanto à manufatura aditiva laser da liga FeCo, pode observar-se resultados positivos, uma vez que é possível encontrar tendências na influência dos diferentes parâmetros e um aumento de amplitude de sinal comparativamente à técnica convencional de acoplamento. Numa primeira análise, pode-se concluir que os resultados de amplitude de sinal obtidos quando utilizada a técnica de manufatura aditiva do material magnetostritivo, são superiores aos testados anteriormente no projeto com o acoplamento do material magnetostritivo através de cola ao bloco de aço-carbono. Esta superioridade é notada tanto na ordem de grandeza do sinal obtido nos testes como na influência do material magnetostritivo na produção da onda.

É de salientar também que o teste de espessuras realizados no projeto MAGSENSE obedeceu à configuração com bobina no extremo oposto enquanto que os testes de espessuras realizados neste trabalho foram com a configuração das bobinas no mesmo plano. Esta diferença de testes demonstra que o obstáculo que era a resistência de contacto foi colmatada com a abordagem por manufatura aditiva bem como, a passagem destes testes para situações reais onde nem sempre é possível colocar a bobina recetor no extremo oposto enquanto que, a configuração com as bobinas no mesmo plano é sempre possível quando há a possibilidade de acoplar este tipo de sensores ao objeto que se pretende analisar.

Relativamente ao parâmetro da textura, é possível concluir que para uma maior textura (maior número de passagens laser), menor é a atenuação do sinal ao longo do tempo após o primeiro pico. Relativamente à potência, observa-se que para uma maior potência, maior a amplitude no sinal acústico. No entanto, há um compromisso entre energia e difusão do substrato e da camada depositada, isto é, para um valor de energia alto (P90), maior é a difusão entre o substrato e a camada depositada, o que terá impacto nas propriedades magnetostritivas em camada de baixa espessura. Quanto ao número de camadas, verifica-se que para um maior número de camadas, maior é a amplitude de sinal.

Ainda na manufatura aditiva laser, no caso da sinterização do cobre, é de notar que a potência mínima necessária para a produção de um fio de cobre contínuo é de 50 W. Existe novamente um compromisso entre a potência utilizada e a difusão entre o cobre e o substrato, bem como no aparecimento de fissuras na zona de ligação.

No caso da deposição dos óxidos, a técnica de *spray* apresentou desvantagens como o bloqueio do bico expressor, a decantação da solução, entre outros, que descartaram a sua utilização. Por outro lado, a deposição eletroforética apresenta-se como uma técnica mais viável do ponto de vista da sua repetibilidade. No que diz respeito aos parâmetros tidos em conta, verificou-se que para os parâmetros fixos da concentração (0,3 g/100 ml), meio da suspensão (álcool isopropílico) e distância entre elétrodos (20 mm), a deposição de alumina ocorria de forma uniforme e sem delaminação com uma tensão de 150 V e 200 V durante um período de 3 minutos.

No entanto, a fusão seletiva laser da camada de óxidos não apresentou resultados positivos uma vez que não foi possível, dentro das combinações de parâmetros de fusão seletiva laser estudados, sinterizar uma camada com adesão ao substrato, uniforme e coesa.

Relativamente à alternativa da formação de óxidos através da maquinaria laser com desfocagem, em nenhum dos casos estudados apresentou um filme contínuo.

5.2. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Tendo em conta o conjunto de conclusões obtidas e as suas limitações identificadas ao longo desta dissertação, são sugeridas várias melhorias para o futuro:

- Utilizar um pré-processamento dos pós diferentes na metalurgia dos pós: técnica de mistura diferente, pressão de prensagem. Também utilizar diferentes parâmetros no processo em si: diferentes ciclos térmicos, atmosferas inertes (recorrendo a argon, hidrogénio).
- Reduzir energia e número de camadas do material magnetostritivo para o mínimo, de modo a evitar a difusão dos materiais. O mesmo pode ser aplicado à fusão seletiva laser do cobre.
- Investigar um material ligante que possa ser utilizado para ligar o substrato magnetostritivo ao revestimento isolante.
- Variar os parâmetros de fusão seletiva laser dos óxidos.
- Estudo do efeito da rugosidade nos aparatos de medição utilizado.
- Produção de um equipamento capaz de produzir *in-situ* o sensor recorrendo a tecnologia laser e *spray cladding*.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] McKinsey Global Institute, «The Internet of Things: Mapping the Value beyond the Hype EXECUTIVE SUMMARY», *McKinsey & Company*, n. June, p. 24, 2015, [Em linha]. Available: www.mckinsey.com/mgi
- [2] S. K. Dwivedi, M. Vishwakarma, e P. A. Soni, «Advances and Researches on Non Destructive Testing: A Review», *Mater Today Proc*, vol. 5, n. 2, pp. 3690–3698, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2017.11.620.
- [3] «Ultrasonic Testing (UT): Principle, Advantages, Disadvantages», [Em linha]. Available: <https://instrumentationtools.com/ultrasonic-testing>
- [4] H. Gao e B. Lopez, «Development of single-channel and phased array electromagnetic acoustic transducers for austenitic weld testing», *Mater Eval*, vol. 68, n. 7, pp. 821–827, 2010.
- [5] Z. Liu *et al.*, «Longitudinal mode magnetostrictive patch transducer array employing a multi-splitting meander coil for pipe inspection», *NDT and E International*, vol. 79, pp. 30–37, 2016, doi: 10.1016/j.ndteint.2015.11.009.
- [6] A. G. Olabi e A. Grunwald, «Design and application of magnetostrictive materials», *Mater Des*, vol. 29, n. 2, pp. 469–483, 2008, doi: 10.1016/j.matdes.2006.12.016.
- [7] Y. le Bras e J.-M. Greneche, «Magneto-Elastic Resonance: Principles, Modeling and Applications», *Resonance*, 2017, doi: 10.5772/intechopen.70523.
- [8] E. Kannan, B. W. Maxfield, e K. Balasubramaniam, «SHM of pipes using torsional waves generated by in situ magnetostrictive tapes», *Smart Mater Struct*, vol. 16, n. 6, pp. 2505–2515, 2007, doi: 10.1088/0964-1726/16/6/055.
- [9] M. J. Dapino, «On magnetostrictive materials and their use in adaptive structures», *Structural Engineering and Mechanics*, vol. 17, n. 3–4, pp. 303–329, 2004, doi: 10.12989/sem.2004.17.3_4.303.
- [10] H. Kwun e K. A. Bartels, «Magnetostrictive sensor technology and its applications», *Ultrasonics*, vol. 36, n. 1–5, pp. 171–178, 1998, doi: 10.1016/S0041-624X(97)00043-7.
- [11] F. Narita e M. Fox, «A Review on Piezoelectric, Magnetostrictive, and Magnetoelectric Materials and Device Technologies for Energy Harvesting Applications», *Adv Eng Mater*, vol. 20, n. 5, 2018, doi: 10.1002/adem.201700743.
- [12] J. Atulasimha e A. B. Flatau, «A review of magnetostrictive iron-gallium alloys», *Smart Mater Struct*, vol. 20, n. 4, 2011, doi: 10.1088/0964-1726/20/4/043001.

- [13] M. de F. S. Rezende, «Estudo de fases do sistema Fe-Co-Nb e correlações de suas propriedades estruturais e magnéticas», Universidade Federal de Minas Gerais, 1995.
- [14] N. Ahmad *et al.*, «Dominance of Shape Anisotropy among Magnetostatic Interaction and Magnetocrystalline Anisotropy in Electrodeposited (FeCo)_{1-x}Cu_x (X = 0.1–0.5) Ternary Alloy Nanowires», *J Supercond Nov Magn*, vol. 33, n. 5, pp. 1495–1505, 2020, doi: 10.1007/s10948-019-05394-0.
- [15] T. M. Ledwaba, R. G. Diale, P. E. Ngoepe, e H. R. Chauke, «Effect of Ti content on the magnetic and mechanical properties of B2 FeCo alloy : a DFT study», pp. 636–643.
- [16] T. Sourmail, «Near equiatomic FeCo alloys: Constitution, mechanical and magnetic properties», *Prog Mater Sci*, vol. 50, n. 7, pp. 816–880, 2005, doi: 10.1016/j.pmatsci.2005.04.001.
- [17] J. Chen, D. Wang, S. Cheng, e J. Wang, «Influence of manufacture process on magnetic property of FeCoV alloy», *2014 17th International Conference on Electrical Machines and Systems, ICEMS 2014*, pp. 3054–3059, 2014, doi: 10.1109/ICEMS.2014.7014019.
- [18] S. Hasani *et al.*, «Influence of annealing treatment on micro/macro-texture and texture dependent magnetic properties in cold rolled FeCo-7.15V alloy», *J Magn Magn Mater*, vol. 378, pp. 253–260, 2015, doi: 10.1016/j.jmmm.2014.11.050.
- [19] A. B. Kustas, D. F. Susan, e T. Monson, «Emerging Opportunities in Manufacturing Bulk Soft-Magnetic Alloys for Energy Applications: A Review», *Jom*, 2022, doi: 10.1007/s11837-021-05019-9.
- [20] Carpenter Technology, «Hiperco 50 ® Datasheet». pp. 1–7, 2020.
- [21] A. Kawasaki, *Advances in powder and powder metallurgy*, vol. 62, n. 7. 2015. doi: 10.2497/jjspm.62.356.
- [22] M. A. Fortes e P. J. Ferreira, *Materiais 2000*.
- [23] J. M. G. de C. Ferreira, *Tecnologia da pulverometalurgia*. Fundação Calouste Gulbenkian.
- [24] M. P. Groover, *Fundamentals of Modern Manufacturing*, 2.^a ed. 2003.
- [25] R. M. German, «Thermodynamics of sintering», em *Sintering of Advanced Materials*, Woodhead Publishing Limited, 2010, pp. 3–32. doi: 10.1533/9781845699949.1.3.
- [26] A. Silva, J. A. Lozano, R. Machado, J. A. Escobar, e P. A. P. Wendhausen, «Study of soft magnetic iron cobalt based alloys processed by powder injection molding», *J Magn Magn Mater*, vol. 320, n. 14, 2008, doi: 10.1016/j.jmmm.2008.02.178.

- [27] W. M. Daoush, «Processing of FeCo Nanosized Soft-Magnetic Material by Powder Metallurgy Technique», *Materials Science Forum*, vol. 558–559, pp. 707–715, 2007, doi: 10.4028/www.scientific.net/msf.558-559.707.
- [28] R. M. German e A. Bose, *Injection Molding of Metals and Alloys*. 1997.
- [29] J. P. Kruth, P. Mercelis, J. van Vaerenbergh, L. Froyen, e M. Rombouts, «Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting», *Rapid Prototyp J*, vol. 11, n. 1, pp. 26–36, 2005, doi: 10.1108/13552540510573365.
- [30] S. Marques, A. F. de Souza, e E. C. Santos, «Fusão seletiva a laser para fabricação de peças metálicas com geometrias complexas», *SETIS - III Seminário de Tecnologia Inovação e Sustentabilidade*, n. July, pp. 1–12, 2014, doi: 10.13140/RG.2.1.1106.8001.
- [31] A. N. Chatterjee, S. Kumar, P. Saha, P. K. Mishra, e A. Roy Choudhury, «An experimental design approach to selective laser sintering of low carbon steel», *J Mater Process Technol*, vol. 136, n. 1–3, pp. 151–157, 2003, doi: 10.1016/S0924-0136(03)00132-8.
- [32] E. Sallica-Leva, A. L. Jardini, e J. B. Fogagnolo, «Microstructure and mechanical behavior of porous Ti-6Al-4V parts obtained by selective laser melting», *J Mech Behav Biomed Mater*, vol. 26, pp. 98–108, 2013, doi: 10.1016/j.jmbbm.2013.05.011.
- [33] T. Riipinen, S. Metsä-Kortelainen, T. Lindroos, J. S. Keränen, A. Manninen, e J. Pippuri-Mäkeläinen, «Properties of soft magnetic Fe-Co-V alloy produced by laser powder bed fusion», *Rapid Prototyp J*, vol. 25, n. 4, pp. 699–707, 2019, doi: 10.1108/RPJ-06-2018-0136.
- [34] S. Pramanik, L. Tasche, K. P. Hoyer, e M. Schaper, «Investigating the microstructure of an additively manufactured FeCo alloy: an electron microscopy study», *Addit Manuf*, vol. 46, n. January, p. 102087, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102087.
- [35] L. Taimisto, «Bachelor ' s thesis : Process parameters in laser sintering process», 2009.
- [36] L. Besra e M. Liu, «A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (EPD)», *Prog Mater Sci*, vol. 52, n. 1, pp. 1–61, 2007, doi: 10.1016/j.pmatsci.2006.07.001.
- [37] P. Sarkar e P. S. Nicholson, «Electrophoretic deposition (EPD): Mechanisms, kinetics, and application to ceramics», *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 79, n. 8, pp. 1987–2002, 1996, doi: 10.1111/j.1151-2916.1996.tb08929.x.
- [38] D. Zuljan, «Effect of ultrasonic coupling media and surface roughness on contact transfer loss», *Cogent Eng*, vol. 9, n. 1, 2022, doi: 10.1080/23311916.2021.2009092.

- [39] Z. Wang, X. Cui, H. Pu, e Y. Kang, «Influence of surface roughness on energy change of excitation process in EMAT thickness measurement», *International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics*, vol. 59, n. 4, pp. 1479–1486, 2019, doi: 10.3233/JAE-171121.
- [40] L. Zhanhui, «Effect of Contact Interface Pressure on Ultrasonic Transducer BT - Advances in Mechanical and Electronic Engineering», 2012, pp. 171–177.

ANEXO 1 – MEDIÇÃO DA DENSIDADE DAS AMOSTRAS

Amostra Liga FeCo Verde				
N° da medição	Peso no ar (g)	Peso na água (g)	Densidade	Desvio padrão
1	1,9036	1,6572	7,7063	
2	1,9034	1,6565	7,6899	
3	1,9038	1,6568	7,6884	
4	1,9037	1,6570	7,6974	
5	1,9035	1,6569	7,6997	
Média			7,6963	0,0066

Amostra Liga FeCo 2 Sinterizada 1350 °C 2h				
N° da medição	Peso no ar (g)	Peso na água (g)	Densidade	Desvio padrão
1	1,8708	1,5902	6,6505	
2	1,8691	1,5914	6,7138	
3	1,8710	1,5901	6,6441	
4	1,8703	1,5902	6,6606	
5	1,8696	1,5907	6,6867	
Média			6,6711	0,0258

Amostra Liga FeCo 2 Sinterizada 1400 °C 2h				
N° da medição	Peso no ar (g)	Peso na água (g)	Densidade	Desvio padrão
1	1,8687	1,6049	7,0661	
2	1,8685	1,6051	7,0760	
3	1,8683	1,6055	7,0914	
4	1,8682	1,6052	7,0857	
5	1,8681	1,6051	7,0853	
Média			7,0809	0,0089

Amostra Liga FeCo 2 Sinterizada 1400 °C 4h

N° da medição	Peso no ar (g)	Peso na água (g)	Densidade	Desvio padrão
1	1,7436	1,4966	7,0464	
2	1,7437	1,4972	7,0611	
3	1,7443	1,4976	7,0578	
4	1,7444	1,4980	7,0668	
5	1,7459	1,4983	7,0386	
Média			7,0541	0,0102

Amostra Liga FeCo 2 Sinterizada 1400 °C 4h + 2h

N° da medição	Peso no ar (g)	Peso na água (g)	Densidade	Desvio padrão
1	1,6800	1,4397	6,9787	
2	1,6799	1,4396	6,9783	
3	1,6801	1,4399	6,9820	
4	1,6800	1,4409	7,0137	
5	1,6802	1,4413	7,0204	
Média			6,9946	0,0185

ANEXO 2 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS PÓS DA LIGA FeCo UTILIZADA PARA A MANUFATURA ADITIVA LASER

SANDVIK OSPREY LTD.,

RED JACKET WORKS,
MILLAND ROAD,
NEATH SA11 1NJ,
UNITED KINGDOM.

Telephone: 01639.634121
Fax: 01639.630100
E-Mail: powders.osprey@sandvik.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS: 34205

Revision: 1

Customer:	EQS CERT		
Customer Order:	NEF 2022/250		
Customer Alloy Name:	Fe49Co1.5V		
Osprey Order Number:	220504/04	CALL:01	
Osprey Alloy Name:	Fe49Co1.5V		
Dispatch Number:	22D0642	Dispatch Group Ref: 22E0619	
Weight:	5.00Kg	(11lb)	
Powder Size:	-45micron		
Atomise Gas:	Nitrogen		

Physical Test Data				Particle Size Data			Chemical Analysis(wt %)				
	Minimum	Actual	Maximum	Sieve Analysis			El	Minimum	Actual	Maximum	
Tap Density, g/cc		4.8		+45µm	0.10%		Co	49.0	50.3 %	51.0	
App Density, g/cc		4.9		-45µm	99.90%		V	0.8	1.2 %	1.8	
							Mn	0.0	0.2 %	0.2	
				Laser Diffraction Analysis			Si	0.0	0.1 %	0.4	
				Malvern 2000 Instrument							
					Minimum	Actual	Maximum	O	0.00	0.09 %	0.10
				d10 µm		13.5		C	0.00	0.00	0.01
				d50 µm		25.2		Fe	BALANCE		
				d90 µm		46.7					
				d99.95 µm		68.8					
					0.0 µm =	0.0 %					

Test Type	Standard	Method	Elements
Chemical Analysis	UKAS Accredited Laboratories compliant with ISO/IEC 17025:2017 Refer to UKAS 0012/0038/1091 for details	ICP-OES	Al, As, B, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hf, In, Mg, Mn, Mo, Ni, Nb, P, Sb, Si, Sn, Ti, Ta, V, W, Y, Zn, Zr
		Leco, Eltra Combustion	C, H, N, O, S
	Laboratory compliant with ISO/IEC 17025:2017	GD-MS	Bi, Ga, Pb, Te, Tl

Test Type	Method	Standard
Physical Analysis	Tap Density	In house method SWP-019 (based on ISO 3953)
	Apparent Density	In house method SWP-019 (based on ASTM B703)
	Pycnometric Density	In house method SWP-228 (based on ASTM B923-16)
	Laser Particle Size Analysis	In house method SWP-015 (based on ISO 13320)
	Sieve	In house method SWP-223 (based on ASTM B214-16)
	Hall or Carney Flow	In house method SWP-019 (based on ISO 4490/ASTM B213-03)

This certificate was produced electronically by HERAULT SYLVIE in accordance with Sandvik Osprey's Integrated Management System. No other signature is required to validate this document.

Printed on: 13/06/2022

Page 1 of 1

ANEXO 3 – FICHA TÉCNICA DOS SUBSTRATOS DE AÇO-CARBONO

Cliente / Customer: MOLDAMIRCO-METALOMECÂNICA DE MOLDES E FERRAM
Morada / Address: LOTEAMENTO INDUSTRIAL DA, CARVALHOSA LT 11
4760-679 APARTADO 5015
Guia Remessa /Delivery N°: 800566732
Fatura N° / Invoice N°:
N/Pedido N° / Our Order N°:
V/Pedido N° / Your Order N°: 2202831

DESIGNAÇÃO PRODUTO QUALITY	MATERIAL N° WERKSTOFF N°	QUANTIDADE (kg/un) QUANTITY (kg/ un)	TOLERÂNCIA DIMENSIONAL DIMENSIONAL TOLERANCE	CONDIÇÃO DE FORNECIMENTO SUPPLY CONDITION	N° VAZAMENTO HEAT N°	LOTE BATCH	LINHA LINE
Aço C1 QUA 25	1,0122	120	ISO H10	CALIBRADO	5013409	1000531062	000010

COMPOSIÇÃO QUÍMICA / CHEMICAL COMPOSITION (%)

LOTE BATCH	Mn	Cr	Ni	Mo	Al	Cu	Sn	V	C	P	Pb	S	Si	Ti
1000531062	0.635					0.3			0.085	0.016		0.006		
LOTE BATCH	B	W	Zn	Be	Co	N	Nb	Fe	Sb	Zr	Mg	Ga	Bi	Cev
1000531062						0.007								

CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS / MECHANICAL PROPERTIES

LOTE BATCH	ENSAIO DE TRACÃO TRACTION TEST				ENSAIO DE IMPACTO IMPACT TEST EN-148-1		ENSAIO DE DUREZA HARDNESS TEST		
	%A	Rm (MPa)	Rp0.2% (MPa)	Reh (MPa)	T. °C	Energia [J]	BRINNEL HB	VICKERS HV	ROCKWELL HRC
1000531062	34	420	263						

LOTE BATCH	OUTROS ENSAIOS OTHER TEST RESULTS	INFORMAÇÃO PEÇA CLIENTE/CLIENT'S PART		MATÉRIA PRIMA RAW MATERIAL
		MOLDE/MOLD	PEÇA/PART	
1000531062				

OBSERVAÇÕES / OBSERVATIONS

Confirmamos que os produtos enviados estão conforme a vossa encomenda e que os dados do documento original foram transcritos para este documento de inspeção.

We hereby certify that the materials included are consistent with your order and the original document data were transcript to this inspection document.

VALIDADO POR: Direção da Qualidade

Mod.071/00 Processado e impresso por computador, e é válido sem assinatura.



Osório de Castro, Lda.



CERTIFICADO DE QUALIDADE

DATA	CERTIFICADO N.º
28.02.2022	62912-17

FATURA / GUIA N.º	DESCRIÇÃO	QUALIDADE	COLADA N.º
1282	F15_QUAD_30	1018	46044 C

CERTIFICADO TIPO	LOTE	QUANTIDADE (Kgs)	TOLERÂNCIA
S/N 10204/3.1	920957	88,000	- 0,130

COMPOSIÇÃO QUÍMICA

C	Mn	P	S	Si					
0,160	0,740	0,016	0,024	0,180					

CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS

RESISTÊNCIA À TRAÇÃO	(Kg/mm ²)	499,00
LIMITE ELÁSTICO	(Kg/mm ²)	326,00
ALARGAMENTO	5D%	29,00
DUREZA SUPERFICIAL	HB	

OBSERVAÇÕES

- Material segundo a norma EN 10277

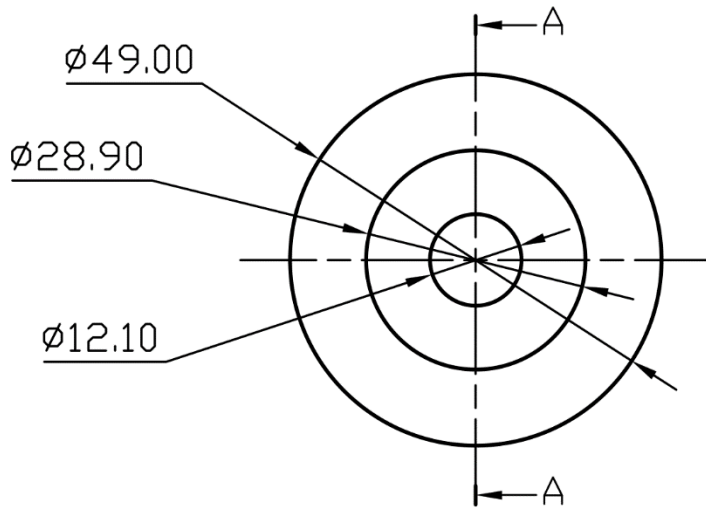
Rua Dr. Felicíssimo Campos, 148-150-154, 4700-224 Braga

+351 253 693 277 - osoriodecastro.lda@gmail.com

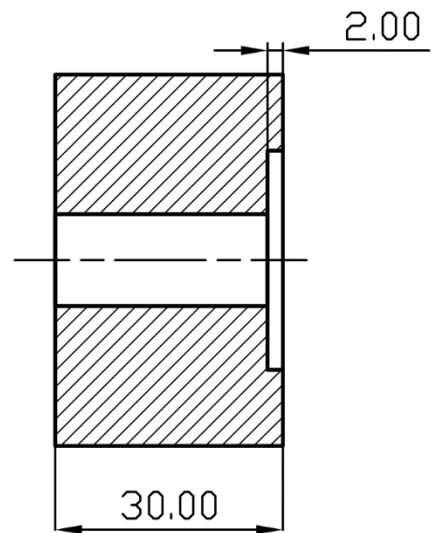
Contribuinte n.º 503 216 143 - Capital Social: 675 000.00€ - Matri. C.R.C. Braga n.º 4261

ANEXO 4 – DESENHO TÉCNICO DA MATRIZ E PUNÇÃO

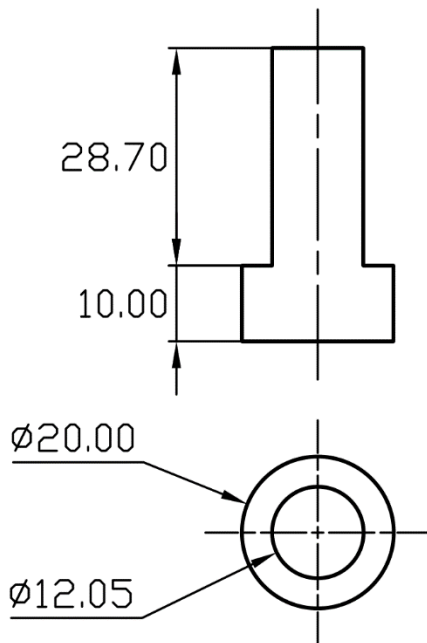
Matriz



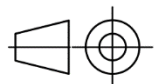
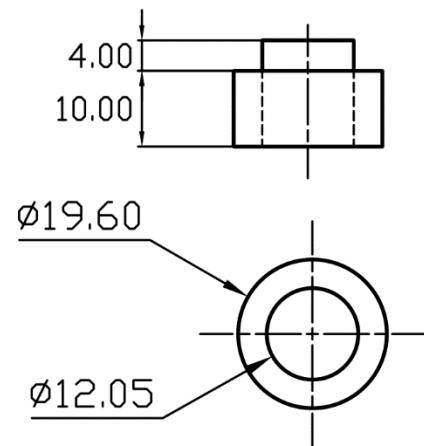
Corte A-A



Punção 1



Punção 2



Proj.		Universidade do Minho Departamento de Engenharia Mecânica	Dissertação de Mestrado		
Des.			Pedro Pereira A77895		
Copiou					
Visto					
Escalas 1:1	Matriz e Punções				
Toleran.					
			Substitui o des. nº:		
			Substituído por:		