



MIHAIL VASILACHE

Licenciado em Ciências de Engenharia Mecânica

PROCESSAMENTO NO ESTADO SÓLIDO DE
COMPÓSITOS DE MAGNÉSIO COM PARTÍCULAS
BIOATIVAS

MESTRADO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Universidade NOVA de Lisboa

Janeiro, 2022

PROCESSAMENTO NO ESTADO SÓLIDO DE COMPÓSITOS DE MAGNÉSIO COM PARTÍCULAS BIOATIVAS

MIHAIL VASILACHE

Licenciado em Ciências de Engenharia Mecânica

Orientadora: Doutora Catarina Isabel Silva Vidal
Professora Auxiliar, NOVA School of Science and
Technology | FCT NOVA, da Universidade NOVA
de Lisboa

Coorientadora: Doutora Catarina Ferreira dos Santos
Professora Adjunta, Escola Superior de Tecnologia
de Setúbal, do Instituto Politécnico de Setúbal

Júri:

Presidente: Doutor Telmo Jorge Gomes dos Santos
Professor Associado com Agregação, NOVA School of Sci-
ence and Technology | FCT NOVA, da Universidade NOVA
de Lisboa

Arguentes: Doutor Daniel Filipe Oliveira Braga
Investigador Coordenador, INEGI - Instituto de Ciência e
Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial

Coorientadora: Doutora Catarina Ferreira dos Santos
Professora Adjunta, Escola Superior de Tecnologia de Se-
túbal, do Instituto Politécnico de Setúbal

MESTRADO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Universidade NOVA de Lisboa
Janeiro, 2022

Processamento no estado sólido de compósitos de magnésio com partículas bioativas

Copyright © Mihail Vasilache, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade NOVA de Lisboa.

A NOVA School of Science and Technology | FCT NOVA têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

AGRADECIMENTOS

Quero agradecer em primeira instância às minhas orientadoras, Professora Catarina Vidal e Professora Catarina Santos, por toda a ajuda, encaminhamento e disponibilidade ao longo desta dissertação.

Ao Professor Telmo Santos, pela sua ajuda e mestria na realização dos ensaios experimentais.

Ao Eng.º Pedro Ferreira e ao Eng.º Francisco Ferreira pela ajuda, conselhos, sugestões e disponibilidade para realizar os ensaios ou as análises de resultados.

Ao Sr. António Campos e ao Sr. Paulo Magalhães pela ajuda e experiência partilhada durante a fase laboratorial.

Aos meus queridos pais ao meu irmão pelo contínuo apoio incondicional.

Aos meus grandes amigos de faculdade e para a vida, Adrian Munteanu e Tiago Silva, pela companhia, apoio, suporte e amizade.

Aos meus lindos sogrinhos, pelo apoio e boa disposição.

Ao meu amor, Patrícia, pelo apoio incansável, carinho, motivação e comida. Sem ela, esta jornada teria sido mais penosa.

RESUMO

O processamento por fricção linear (PFL) é uma tecnologia no estado sólido que permite alterar localmente a microestrutura dos materiais, melhorando as suas propriedades mecânicas à custa de um refinamento de grão. Também permite produzir materiais compósitos com a incorporação de partículas funcionais. O *Upward Friction Stir Processing* (UFSP) é uma nova abordagem do método de fabrico PFL convencional que promove o fluxo ascendente de material e foi utilizado na produção dos compósitos à base de magnésio.

O propósito deste trabalho foi conseguir produzir materiais compósitos de matriz metálica (MCMM) de magnésio (AZ31B) com a incorporação de partículas de hidroxiapatite (HA) para aplicações biomédicas.

Foram realizados ensaios para desenvolvimento de parâmetros do processo e avaliaram-se as condições mais favoráveis à execução do processo com refrigeração. Os compósitos obtidos foram sujeitos a uma análise físico-química detalhada.

Os resultados obtidos permitiram concluir que é possível produzir compósitos com uma distribuição uniforme de partículas de HA, com um tamanho de grão mais reduzido e uma dureza superior à do magnésio sem partículas.

Palavras-chave: processamento por fricção linear, *Upward Friction Stir Processing*, fluxo ascendente, materiais compósitos de matriz metálica, partículas de hidroxiapatite.

ABSTRACT

Friction stir processing (FSP) is a solid-state technology which allows localized microstructural modification of materials, thus improving its mechanical properties as a result of grain refinement. The Upward Friction Stir Processing (UFSP) is a new approach to the conventional FSP manufacturing method. The UFSP is based on an upward flow of material, and it was used in the production of composite materials based on magnesium.

The goal of this assignment was to demonstrate the ability to produce metal matrix composite materials (MMCM) of magnesium (AZ31B) by incorporating hidroxiapatite (HA) particles for biomedical applications.

Different trials have been performed to develop the process parameters and the most favourable conditions to execute it with refrigeration were analysed. The resulting composite materials were subjected to a detailed physicochemical analysis.

It was concluded that it is possible to produce composite materials with a uniform distribution of HA particles, with a reduced grain size and a superior hardness when compared to magnesium without particles.

Keywords: Friction stir processing, Upward Friction Stir Processing, upward flow, metal matrix composite materials, hidroxiapatite particles.

ÍNDICE

AGRADECIMENTOS	VII
RESUMO.....	IX
ABSTRACT	XI
ÍNDICE.....	XIII
ÍNDICE DE FIGURAS	XV
ÍNDICE DE TABELAS	XIX
SIGLAS.....	XXI
SÍMBOLOS.....	XXI
1. INTRODUÇÃO	1
1.1. MOTIVAÇÃO	1
1.2. OBJETIVOS.....	2
1.3. ESTRUTURA DO TRABALHO	2
2. REVISÃO DO ESTADO DA ARTE	3
2.1. PROCESSAMENTO POR FRICÇÃO LINEAR.....	3
2.1.1. Fundamentos do Processamento por Fricção Linear.....	3
2.1.2. Evolução da Microestrutura durante o PFL.....	4
2.1.3. Parâmetros de operação do PFL.....	6
2.1.4. Vantagens do PFL	11
2.2. MATERIAIS DE BASE E COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA	12
2.2.1. Ligas de magnésio	12
2.2.2. Métodos para a Produção de Compósitos de Matriz Metálica por PFL.....	14
2.3. UPWARD FRICTION STIR PROCESSING	16
3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL	17
3.1. MATERIAIS.....	17
3.2. EQUIPAMENTOS E FERRAMENTAS UTILIZADAS NA PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS	18
3.2.1. Equipamento.....	18
3.2.2. Ferramentas selecionadas.....	19
3.2.3. Preparação do material compósito	20
3.2.4. Sistema de fixação	22
3.2.5. Incorporação das partículas de HA como reforço.....	22
3.3. SELEÇÃO DOS PARÂMETROS EXPERIMENTAIS	23

3.4.	CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA.....	26
4.	RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO.....	27
4.1.	PFL CONVENCIONAL DA LIGA AZ31B.....	27
4.2.	PFL COM FLUXO ASCENDENTE DA LIGA AZ31B.....	29
4.3.	UFSP DA LIGA AZ31B SEM PARTÍCULAS.....	32
4.4.	PRODUÇÃO DE COMPÓSITO DE AZ31B COM PARTÍCULAS DE HA.....	34
4.4.1.	<i>Compósito produzido com variação do Offset.....</i>	<i>34</i>
4.4.2.	<i>Compósito produzido com uma passagem da ferramenta</i>	<i>34</i>
4.4.3.	<i>Compósito produzido com redução de espessura do espaçador</i>	<i>35</i>
4.5.	EFEITO DA REFRIGERAÇÃO NO PROCESSO.....	36
4.6.	PRODUÇÃO DE COMPÓSITO COM E SEM REFRIGERAÇÃO	42
5.	CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS.....	49
5.1.	CONCLUSÕES.....	49
5.2.	TRABALHOS FUTUROS.....	50
	BIBLIOGRAFIA.....	51

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 2.1. REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO PFL, ADAPTADO DE [3]	4
FIGURA 2.2. EFEITO DO PFL NA MICROESTRUTURA DA REGIÃO PROCESSADA, ADAPTADO DE [4].....	5
FIGURA 2.3. EXEMPLOS DE FERRAMENTAS COM: (A) PINO NÃO ROSCADO, (B) PINO ROSCADO [3].....	6
FIGURA 2.4. GEOMETRIAS DE PINOS: (A) CIRCULAR NÃO ROSCADO; (B) CIRCULAR ROSCADO; (C) TRIANGULAR; (D) QUADRADO [3].	6
FIGURA 2.5. GEOMETRIAS DE <i>SHOULDER</i> [5].	6
FIGURA 2.6. GAMA ACEITÁVEL DE VELOCIDADES DE OPERAÇÃO DO AZ91 POR PFL, ADAPTADO DO [11].	8
FIGURA 2.7. EFEITO DA PENETRAÇÃO DA FERRAMENTA NO ACABAMENTO SUPERFICIAL E NA FORMAÇÃO DE DEFEITOS, ADAPTADO DO [11].	9
FIGURA 2.8. REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO ÂNGULO DE ATAQUE DA FERRAMENTA NO PFL, ADAPTADO DO [12].....	9
FIGURA 2.9. MACRO E MICROGRAFIA DE ZONAS PROCESSADAS COM SOBREPOSIÇÃO PARA O (A) LADO EM AVANÇO E (B) LADO EM RETROCESSO, ADAPTADO DO [5].....	10
FIGURA 2.10. TAXA DE DESGASTE EM FUNÇÃO DO NÚMERO DE PASSAGENS DA FERRAMENTA, ADAPTADO [14].....	11
FIGURA 2.11. MAPAS DE EDS DO AZ31B COM DIFERENTES PERCENTAGENS DE INCORPORAÇÃO DE PARTÍCULAS [20].....	13
FIGURA 2.12. TÉCNICAS DE REFORÇO DE MCMM. A) TÉCNICA DE ADIÇÃO DIRETA DE PARTÍCULAS DE REFORÇO, B) TÉCNICA DE RASGO, A LINHA DE EIXO DA FERRAMENTA COINCIDE COM A LINHA DE EIXO DO RASGO, C) TÉCNICA DE RASGO, A LINHA DE EIXO DA FERRAMENTA TEM UM OFFSET PARA O LADO DE AVANÇO, D) TÉCNICA DE RASGO, A LINHA DE EIXO DA FERRAMENTA TEM UM OFFSET PARA O LADO DE RETROCESSO, E) TÉCNICA DE FURAÇÃO EM LINHA RETA, A LINHA DE EIXO DA FERRAMENTA COINCIDE COM A LINHA DE EIXO DOS FUROS E F) TÉCNICA DE FURAÇÃO EM PADRÃO, ALINHA DE EIXO DA FERRAMENTA COINCIDE COM A LINHA MÉDIA DO PADRÃO [22].....	14
FIGURA 2.13. EXECUÇÃO DA TÉCNICA DE RASGO, ADAPTADO DE [23].	15
FIGURA 2.14. EXECUÇÃO DA TÉCNICA DE FURAÇÃO, ADAPTADO DE [25].....	15
FIGURA 2.15. REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO UFSP PARA ROSCA ESQUERDA [27].	16
FIGURA 3.1. FRESADORA UTILIZADA NO PROCESSO DE PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA DISPONÍVEL NO LABORATÓRIO DE PROCESSOS MECÂNICOS, DEMI.....	18
FIGURA 3.2. BASE REFRIGERADA COM A DISTRIBUIÇÃO DOS TERMOPARES.	19
FIGURA 3.3. CONJUNTO FERRAMENTA: A) CORPO DA FERRAMENTA, B) <i>SHOULDER</i> E C) PINO.	19
FIGURA 3.4. CONJUNTO FERRAMENTA ASSEMBLADO NA FRESADORA.	20
FIGURA 3.5. COMBINAÇÕES <i>SHOULDER</i> /PINO UTILIZADAS: A) BASE CÔNCAVA COM PINO <i>TRIFLUTE</i> ; B) BASE CÔNCAVA COM PINO CILÍNDRICO; C) BASE CÔNCAVA COM PINO CILÍNDRICO; D) BASE COM ESTRIAS COM PINO CILÍNDRICO; E) BASE CÔNCAVA COM PINO CÔNICO.	20

FIGURA 3.6. A) DIMENSÕES DO SUBSTRATO INFERIOR E LOCALIZAÇÃO DO DEPÓSITO DE PARTÍCULAS; B) VISTA TRANSVERSAL DO CONJUNTO OBTIDO PELO MÉTODO DE SANDWICH, ADAPTADO DE [27].	21
FIGURA 3.7. A) SANDWICH SEM ESPAÇADOR; B) SANDWICH COM ESPAÇADOR.	22
FIGURA 3.8. SISTEMA DE FIXAÇÃO.	22
FIGURA 3.9. DISTRIBUIÇÃO DAS PARTÍCULAS NA CHAPA INFERIOR DO MAGNÉSIO.	23
FIGURA 4.1. ZONAS PROCESSADAS COM DIFERENTES VELOCIDADES DE ROTAÇÃO. A) $\Omega = 900 \text{ REV/MIN}$; B) $\Omega = 710 \text{ REV/MIN}$; C) $\Omega = 1400 \text{ REV/MIN}$; D) $\Omega = 1120 \text{ REV/MIN}$.	27
FIGURA 4.2. ACUMULAÇÃO DE MATERIAL, EFEITO "COGUMELO" NA FERRAMENTA.	28
FIGURA 4.3. MACROGRAFIA DA ZONA PROCESSADA COM $\Omega = 1400 \text{ REV/MIN}$.	28
FIGURA 4.4. ZONAS PROCESSADAS POR PFL COM FLUXO ASCENDENTE, EM QUE: A) $\Omega/V = (1400/180) \text{ REV/MM}$; B) E C) $\Omega/V = (900/180) \text{ REV/MM}$.	29
FIGURA 4.5. ZONAS PROCESSADAS POR PFL COM FLUXO ASCENDENTE, EM QUE: A) $\Omega/V = (900/280) \text{ REV/MM}$; B) $\Omega/V = (900/180) \text{ REV/MM}$; C) $\Omega/V = (900/224) \text{ REV/MM}$; D) $\Omega/V = (1400/224) \text{ REV/MM}$.	30
FIGURA 4.6. PERFIL DE DUREZA DAS AMOSTRAS B), C) E D) DA FIGURA 4.5.	31
FIGURA 4.7. UFSP DE SANDWICH DE AZ31B COM 3 PASSAGENS DA FERRAMENTA.	32
FIGURA 4.8. INSTABILIDADE DO PROCESSO NA QUARTA PASSAGEM DA FERRAMENTA.	32
FIGURA 4.9. UFSP DA LIGA AZ31B COM PINO DE GEOMETRIA <i>TRIFLUTE</i> .	33
FIGURA 4.10. UFSP DE AZ31B COM PARTÍCULAS DE HA.	34
FIGURA 4.11. UFSP DE AZ31B COM VARIAÇÃO DE <i>OFFSET</i> .	34
FIGURA 4.12. UFSP DE AZ31B COM HA REALIZADO COM UMA PASSAGEM DA FERRAMENTA. A) CORDÃO FISSURADO; B) CHAPA EMPENADA; C) CHAPA INFERIOR COM POUCA PENETRAÇÃO DO PINO.	35
FIGURA 4.13. UFSP DE AZ31B COM HA COM 0,4 MM DE ESPAÇADOR.	36
FIGURA 4.14. UFSP DE AZ31B SEM REFRIGERAÇÃO.	36
FIGURA 4.15. FENÔMENO DE FLEXÃO DA CHAPA SUPERIOR NO INÍCIO DO PROCESSO.	36
FIGURA 4.16. SISTEMA DE FIXAÇÃO COM GRAMPOS DE FIXAÇÃO.	37
FIGURA 4.17. UFSP DE AZ31B COM REFRIGERAÇÃO.	37
FIGURA 4.18. TEMPERATURAS DA FERRAMENTA DURANTE O PROCESSO. A) SEM REFRIGERAÇÃO; B) COM REFRIGERAÇÃO.	38
FIGURA 4.19. MORFOLOGIA DE GRÃO DA LIGA AZ31B EM TRÊS DIREÇÕES. A DIREÇÃO DA LAMINAGEM É O EIXO Y.	39
FIGURA 4.20. MICROGRAFIA DE AMOSTRAS DE AZ31B SEM PARTÍCULAS PROCESSADAS POR UFSP. A) E B) ZONA FORA DO <i>NUGGET</i> ; C) E D) ZONA INTERIOR DO <i>NUGGET</i> .	40
FIGURA 4.21. PERFIS DE MICRODUREZA DE AMOSTRAS DE AZ31B PROCESSADAS POR UFSP SEM PARTÍCULAS. A) SEM REFRIGERAÇÃO; B) COM REFRIGERAÇÃO.	41
FIGURA 4.22. PRODUÇÃO DE COMPÓSITO POR UFSP. A) SEM REFRIGERAÇÃO; B) COM REFRIGERAÇÃO.	42
FIGURA 4.23. MACROGRAFIA DO COMPÓSITO OBTIDO POR UFSP. A) SEM REFRIGERAÇÃO; B) COM REFRIGERAÇÃO.	42
FIGURA 4.24. MICROGRAFIA ZONA DO <i>NUGGET</i> DO COMPÓSITO PRODUZIDO SEM REFRIGERAÇÃO. A) FLUXO DO MATERIAL; B) DISTRIBUIÇÃO POR BANDAS DE PARTÍCULAS DE HA. C) ZONA DESPROVIDA DE PARTÍCULAS DE HA; D) ZONA COM PARTÍCULAS.	43
FIGURA 4.25. MICROGRAFIA ZONA DO <i>NUGGET</i> DO COMPÓSITO PRODUZIDO SEM REFRIGERAÇÃO. A) FLUXO DO MATERIAL; B) DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS DE HA NO <i>NUGGET</i> ; C) ZONA POR BANDAS DE PARTÍCULAS DE HA; D) ZONA DE TRANSIÇÃO DA ZTMA PARA O <i>NUGGET</i> .	44

FIGURA 4.26. DISTRIBUIÇÃO ATÓMICA DAS PARTÍCULAS DE HA NA MATRIZ DE MAGNÉSIO. A) COMPÓSITO SEM REFRIGERAÇÃO; E) COMPÓSITO COM REFRIGERAÇÃO; MAPAS DE EDS: B) E F) MG; C) E G) P; D) E H) CA.....	45
FIGURA 4.27. PERFIL DE MICRODUREZA DO COMPÓSITO OBTIDO COM REFRIGERAÇÃO.....	46
FIGURA 4.28. PERFIL DE MICRODUREZA DO COMPÓSITO OBTIDO SEM REFRIGERAÇÃO.....	47

ÍNDICE DE TABELAS

TABELA 2.1. EVOLUÇÃO DA TENSÃO DE ROTURA COM O NÚMERO DE PASSAGENS DA FERRAMENTA [15].	11
TABELA 2.2. VANTAGENS DO PFL, ADAPTADO [5][16].	12
TABELA 3.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA LIGA DE MAGNÉSIO (% ATÓMICA) [28].	17
TABELA 3.2. PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA AZ31B [28][29].	17
TABELA 3.3. ENSAIOS EXPERIMENTAIS REALIZADOS. LEGENDA: H_p = COMPRIMENTO DO PINO; ϕ_p = DIÂMETRO DO PINO; ϕ_s = DIÂMETRO DO <i>SHOULDER</i> ; A = ÂNGULO DE ATAQUE; N = NÚMERO DE PASSAGENS DA FERRAMENTA; E = ESPAÇADOR; N = CAMADAS DE FITA <i>KAPTON</i> ; REF. = REFRIGERAÇÃO.	24

SIGLAS

DEMI	Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial
EDS	<i>Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy</i>
FCT	Faculdade de Ciências e Tecnologia
HA	Hidroxiapatite
MCMM	Materiais compósitos de matriz metálica
nHA	Nano-hidroxiapatite
PFL	Processamento por fricção linear
SEM	<i>Scanning electron microscope</i>
SFL	Soldadura por fricção linear
TWI	<i>The Welding Institute</i>
UFSP	<i>Upward Friction Stir Processing</i>
ZTA	Zona termicamente afetada
ZTMA	Zona termo-mecanicamente afetada

SÍMBOLOS

d_{pin}	Diâmetro máximo do pino
E	Espaçador
h_p	Comprimento do pino
l	Distância entre os centros de cada passagem
N	Número de passagens da ferramenta
n	Número de camadas de fita <i>Kapton</i>
OR	<i>Overlap Ratio</i>
v	Velocidade de avanço
α	Ângulo de ataque
ω	Velocidade de rotação
ϕ_p	Diâmetro do pino
ϕ_s	Diâmetro do <i>shoulder</i>

INTRODUÇÃO

Neste capítulo é apresentada a motivação que esteve na base da realização desta dissertação, os objetivos que se pretendem alcançar com esta investigação e por último a estrutura deste documento.

1.1. Motivação

A indústria procura continuamente materiais com melhores propriedades mecânicas, maior resistência ao desgaste, à corrosão, à fadiga e idealmente menos densos. Existem várias tecnologias e técnicas disponíveis para processar as superfícies dos materiais e também vários métodos para a produção de materiais compósitos de matriz metálica (MCMM). No entanto, a grande maioria promove a fusão do material de base e este fenómeno pode levar ao aparecimento de defeitos ou à formação de compostos intermetálicos indesejáveis.

Neste sentido, o processamento por fricção linear (PFL), sendo uma tecnologia de processamento no estado sólido, permite evitar certos problemas causados pelas técnicas mais convencionais. O PFL é uma técnica que permite alterar localmente a microestrutura dos materiais, melhorando as suas propriedades mecânicas à custa de um refinamento de grão. Também permite produzir materiais compósitos com a incorporação de partículas cerâmicas funcionais.

A área da biomedicina que estuda a biocompatibilidade dos implantes no organismo humano, tem demonstrado particular interesse na possibilidade de utilizar um material com características biodegradáveis para o efeito. O trabalho desta dissertação pretende desenvolver um material compósito de matriz metálica biodegradável com a incorporação de partículas bioativas de hidroxiapatite. Para tal, irá ser utilizada, o *Upward Friction Stir Processing* (UFSP), que é uma nova abordagem do método de fabrico PFL convencional.

1.2. Objetivos

O propósito deste trabalho foi conseguir produzir MCMM de magnésio (AZ31B) com a incorporação de partículas de hidroxiapatite (HA). O método de processamento no estado sólido foi o UFSP com base refrigerada. Neste sentido foi necessário estudar as condições experimentais em que o material deve ser processado, quais os seus parâmetros de operação mais adequados para obter um compósito com boas características, desenvolver ferramentas para o processo e foram analisadas as alterações das características metalográficas e mecânicas do material. Pretendeu-se ainda realizar uma análise físico-química dos compósitos obtidos e estudar a distribuição das partículas na matriz metálica do magnésio para avaliar a sua incorporação.

1.3. Estrutura do trabalho

O presente documento encontra-se organizado em 5 capítulos:

No capítulo 1 foi descrita a motivação que levou à realização da presente dissertação, os seus objetivos e a estrutura da mesma.

No capítulo 2 foi realizada uma revisão do estado da arte para o método de PFL, com uma pequena descrição da sua origem, parâmetros de operação, vantagens e limitações, e por último uma técnica inovadora de processamento no estado sólido (UFSP).

No capítulo 3 foi apresentado o procedimento experimental realizado ao longo da execução desta dissertação, as características do material a processar, os parâmetros utilizados, os equipamentos e ferramentas, e por último, as caracterizações dos compósitos obtidos.

No capítulo 4 foram descritos e analisados os resultados de cada ensaio no sentido da otimização dos parâmetros de funcionamento e por último foi realizada uma análise da microestrutura recorrendo a microscopia ótica e eletrónica de varrimento (SEM), bem como, foram realizados ensaios de microdureza dos compósitos desenvolvidos.

No capítulo 5 foram apresentadas as principais conclusões que foram obtidas do trabalho desenvolvido ao longo desta dissertação e algumas sugestões de melhoria que possam ser desenvolvidas em trabalhos futuros.

REVISÃO DO ESTADO DA ARTE

Neste capítulo será detalhado o funcionamento do processamento por fricção linear, quais os seus parâmetros de operação e a influência dos mesmos na produção de compósitos de matriz metálica. Serão apresentadas as características das ligas de magnésio, as suas vantagens e limitações, métodos para a produção de materiais compósitos de matriz metálica e por último o método de *Upward Friction Stir Processing*.

2.1. Processamento por Fricção Linear

2.1.1. Fundamentos do Processamento por Fricção Linear

O método de processamento por fricção linear (PFL), é baseado na soldadura por fricção linear (SFL), como ilustrado na Figura 2.1 e foi desenvolvida pelo *The Welding Institute* (TWI) em 1991. A SFL apresenta na sua base de funcionamento uma ferramenta rotativa não consumível constituída por um pino e por um *shoulder*. Esta ferramenta é inserida na zona de ligação de duas chapas e percorre o seu contorno, promovendo a ligação das juntas. A fricção que resulta do contacto da ferramenta com as peças de trabalho e a deformação plástica são os principais mecanismos de geração de calor no material. O calor resultante leva a uma alteração do material de base junto ao pino e, aliando o movimento de rotação da ferramenta com a o seu movimento de translação, o material flui da parte da frente do pino para a parte de trás, originando um cordão de soldadura no estado sólido [1][2].

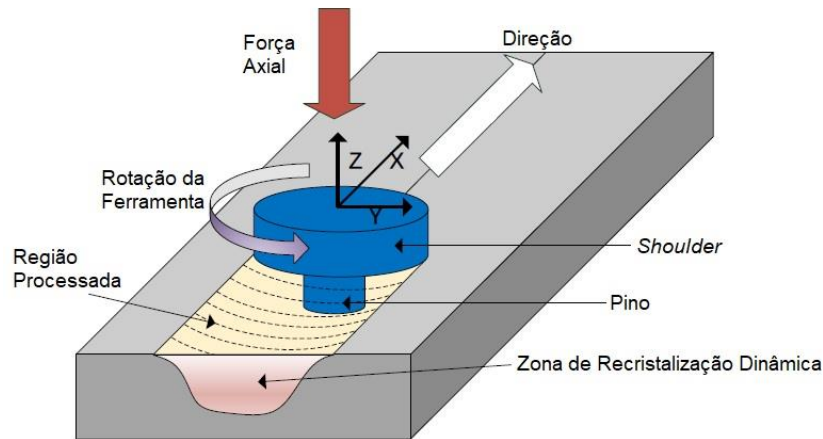


Figura 2.1. Representação esquemática do PFL, adaptado de [3]

O PFL usa os mesmos parâmetros de funcionamento que a SFL, mas com a finalidade de modificar localmente a microestrutura do material, alterando assim as suas propriedades mecânicas à custa do desenvolvimento de uma zona com grão mais refinado, e permite produzir igualmente materiais compósitos de matriz metálica (MCMM). Um exemplo do efeito deste refinamento de grão foi observado na liga de alumínio 7075, que permitiu obter um material com superelasticidade, e com alta taxa de deformação [1]. Sendo este um processo que ocorre no estado sólido, em que não é atingida a temperatura de fusão do material, permite reduzir a formação de defeitos como porosidades e fissuras de origem térmica relacionadas com o fenómeno de solidificação dos materiais.

2.1.2. Evolução da Microestrutura durante o PFL

Tanto na SFL como no PFL, o calor gerado pela pressão da ferramenta e a deformação plástica severa levam à formação de uma distribuição de microestruturas não homogêneas nas zonas processadas. Com base nestes efeitos termomecânicos, as regiões processadas são divididas em quatro zonas com características distintas. Na Figura 2.2 é apresentada a distribuição não homogênea da zona processada:

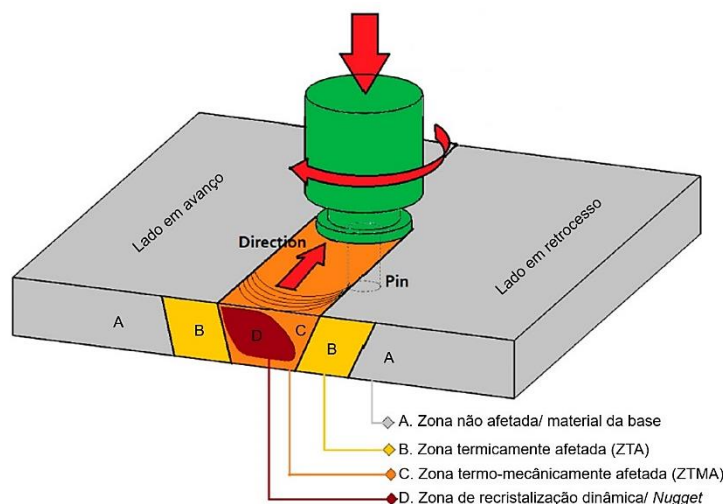


Figura 2.2. Efeito do PFL na microestrutura da região processada, adaptado de [4].

Na zona de recristalização dinâmica, o aumento de temperatura local devido à fricção entre o *shoulder* e a superfície de contacto, bem como a grande taxa de deformação plástica, origina grãos finos e equiaxiais com tamanho muito inferior aos do material de base e dissolução de precipitado. As temperaturas durante este processo podem atingir os 80% da temperatura de fusão do material [5]. O grão ultrafino formado nesta região aumenta a dureza e a resistência ao desgaste, como observado por alguns autores em estudos realizados com diferentes materiais e com diferentes parâmetros de processo [3][5].

Por norma, a zona termo-mecanicamente afetada (ZTMA) não sofre aquecimento ou deformação plástica suficiente para gerar novos grãos. No entanto, os grãos sofrem um alongamento causado pela deformação plástica acentuada e também podem ser observadas outras fases cristalinas nos limites de grão. A dureza desta região apresenta valores superiores aos da zona termicamente afetada (ZTA) devido a uma grande densidade de deslocamentos e sublimites de grão formados durante a deformação plástica [5][6].

A ZTA não sofre deformação plástica, mas a dissipação de calor da zona processada para o material de base pode provocar transformações de fase, dependendo da liga que está a ser processada. A extensão desta região depende da quantidade de calor que é gerada na zona processada que, por sua vez, está diretamente relacionado com os parâmetros de processo [5][6].

A região mais afastada do centro da zona processada corresponde ao material de base [5][6].

Como visível na Figura 2.2, o PFL é um processo assimétrico, ou seja, é possível observar uma maior extensão da zona de recristalização dinâmica para o lado em avanço. Este fenómeno deve-se ao facto de existir uma maior velocidade relativa entre a ferramenta e a peça de trabalho, uma vez que a rotação da ferramenta e o seu movimento transversal dá-se no mesmo sentido. Por conseguinte, isto resulta numa deformação plástica mais severa, originando grão ainda mais fino e estendendo a zona de recristalização dinâmica para o lado em avanço [5].

2.1.3. Parâmetros de operação do PFL

2.1.3.1. Geometria da Ferramenta

A ferramenta não consumível no PFL pode ser constituída por um pino roscado (Figura 2.3 b)) ou não roscado (Figura 2.3 a)). A utilização de pino roscado está na base da maioria das aplicações do PFL. Por outro lado, os pinos não roscados têm aplicações específicas, como modificar a superfície de materiais, ou constranger partículas funcionais durante o processamento [3].

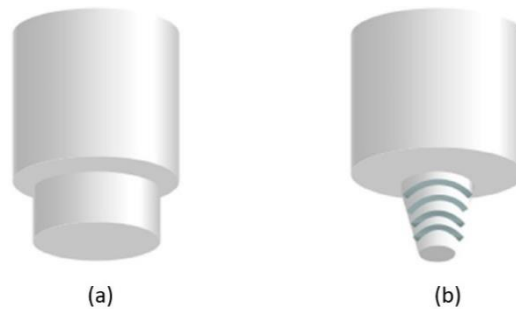


Figura 2.3. Exemplos de ferramentas com: (a) pino não roscado, (b) pino roscado [3].

As dimensões e tipo de ferramenta são muito importantes, uma vez que têm grande influência no calor gerado e no fluxo de material. As características geométricas que se tem em consideração são o comprimento do pino e o seu formato (Figura 2.4), bem como o diâmetro do *shoulder* e o seu padrão de superfície (

Figura 2.5), que pode ser liso ou estriado, com estrias em espiral ou concêntricas e com ou sem navalha na periferia. Com um diâmetro de *shoulder* maior, o calor produzido por fricção é mais concentrado e a deformação plástica é mais acentuada. Isto resulta numa microestrutura mais estável e em partículas de segunda fase mais refinadas [3][7].

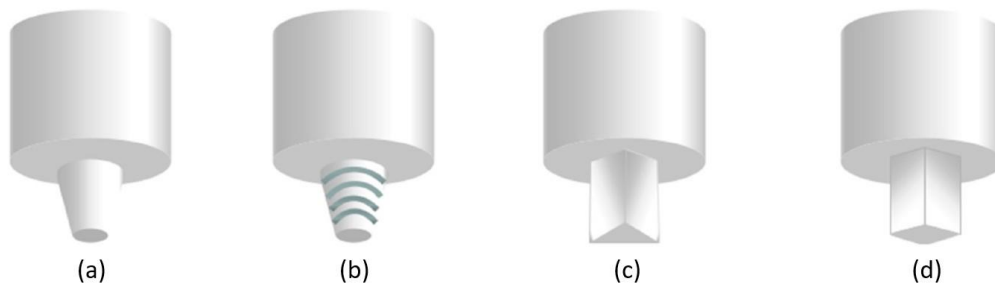


Figura 2.4. Geometrias de Pinos: (a) circular não roscado; (b) circular roscado; (c) triangular; (d) quadrado [3].

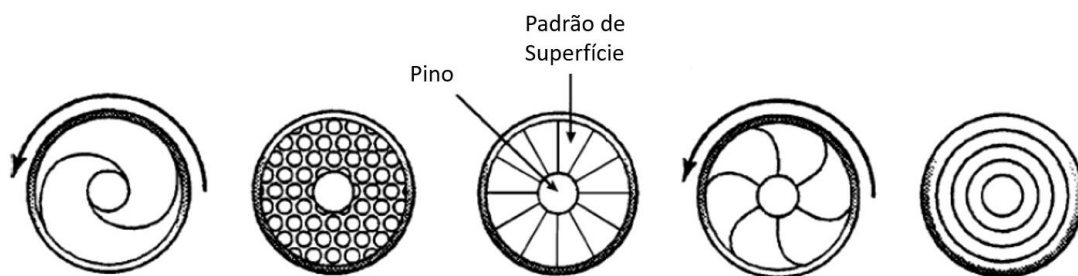


Figura 2.5. Geometrias de *Shoulder* [5].

Mahmoud et al. [8], estudou a influência da geometria do pino na distribuição de partículas de carboneto de silício (SiC) numa matriz de alumínio A1050-H24 aplicando o PFL. As secções de pino utilizadas no estudo foram as circulares roscadas, circulares não roscadas, triangulares e quadradas. Os autores verificaram que as secções quadradas e triangulares são as que sofreram um maior desgaste quanto comparadas com as circulares e que o pino de secção quadrada distribui de forma mais homogénea as partículas na zona de recristalização dinâmica.

Uma nova variante do PFL é o processamento por fricção linear com *shoulder* estacionário. Esta variante foi desenvolvida por Patel et al. [9], em que o *shoulder* não tem movimento de rotação, sendo o pino que provoca o aquecimento localizado do material e em menor extensão que o PFL convencional. Os ensaios realizados por Patel et al. em ligas de magnésio AZ31B com 6,35 mm de espessura e sem recurso a arrefecimento externo, obtiveram uma distribuição homogénea de grão fino ao longo de toda a espessura do material, elevando também a dureza e a ductilidade da zona processada.

2.1.3.2. Velocidade de rotação e de avanço da ferramenta

Quer a velocidade de rotação da ferramenta (ω) quer a velocidade de avanço (v) da ferramenta têm influência na deformação plástica imposta no material e, por conseguinte, no calor gerado.

Existe uma classificação atribuída de forma empírica, em que o PFL é classificado em processamento a quente e processamento a frio. O processamento a quente é considerado aquele em que a razão entre a velocidade de rotação e de avanço é superior a 6 rev/mm e o processamento a frio é inferior a 3 rev/mm. Na prática observa-se que, aumentando essa razão, a zona processada tem uma maior extensão e granulometria mais fina. Por outro lado, no processamento a frio, a zona processada não tem um aspeto homogéneo, uma vez que o calor gerado não é suficiente para promover a recristalização do grão em toda a sua extensão. Desta forma, um aumento da velocidade de rotação leva a um aumento da taxa de deformação plástica e a um aumento de temperatura, facilitando a mistura do material a processar. Com isto, é possível obter materiais com grãos mais finos, equiaxiais e uniformes, com dissolução de precipitado [5][10].

A velocidade de avanço controla o tempo de exposição a que o material está exposto ao calor gerado por fricção e também controla a sua viscosidade [5].

Na prática, a velocidade de rotação e de avanço são complementares. Num estudo realizado por Asadi et al. [11], utilizando uma liga de magnésio AZ91 reforçada com partículas de SiC, foram obtidas as relações ideais para se produzir um compósito de matriz metálica com poucos defeitos (Figura 2.6). Verificou-se que para velocidades de rotação da ferramenta mais elevadas é possível aumentar a velocidade de avanço de modo que o rácio de velocidades (ω/v) permaneça aproximadamente constante. Velocidades de rotação mais baixas não geram calor suficiente para levar o material a um estado viscoplástico e, desta forma, operar a velocidades de avanço mais elevadas.

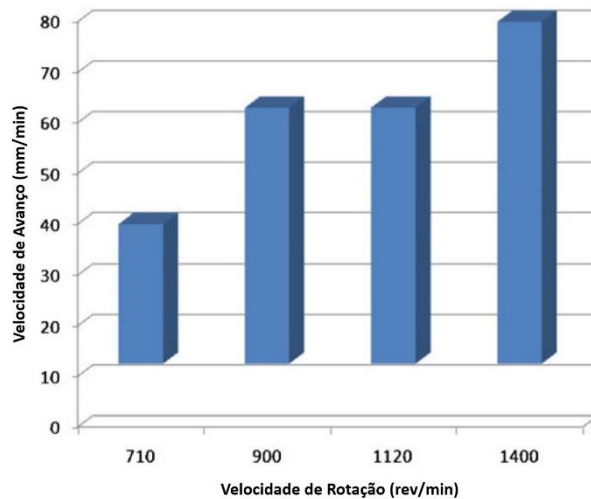


Figura 2.6. Gama aceitável de velocidades de operação do AZ91 por PFL, adaptado do [11].

2.1.3.3. Força Axial, penetração e ângulo de ataque da ferramenta

A força axial exercida pela ferramenta é a que garante o contacto com a peça de trabalho, intervém na geração de calor pela fricção do *shoulder* com a superfície de contacto e promove a consolidação do material. Forças axiais elevadas levam a um aumento de temperatura excessivo e a um aumento da pressão de forjamento, resultando num grão de maiores dimensões e grosseiro. Forças axiais mais reduzidas não permitem a consolidação de material devido à baixa pressão de forjamento e pouco calor gerado por fricção. Por outro lado, uma força axial excessiva pode originar a formação de rebarbas, tanto para o lado em avanço como para o lado em retrocesso, reduzindo a secção transversal do material na zona processada e, desta forma, baixar as propriedades mecânicas da peça [5].

Em alguns ensaios realizados por Asadi et al. [11] foram estudados os efeitos da penetração da ferramenta no processamento de ligas de magnésio AZ91 reforçadas com partículas de SiC. O ângulo de ataque de 3° , a velocidade de rotação da ferramenta de 1120 rev/min e a velocidade de avanço de 63 mm/min foram constantes na realização dos ensaios. Os autores observaram que uma penetração do *shoulder* a uma profundidade de 0,1 mm levou a zona processada a fraturar (Figura 2.7 a)). O aumento dessa profundidade para 0,2 mm (Figura 2.7 b)) melhorou o processo, mas deixou uma cavidade interior. Para 0,3 mm (Figura 2.7 c)), não ocorreu fratura nem a formação de cavidade interior observada para profundidades menores [11].

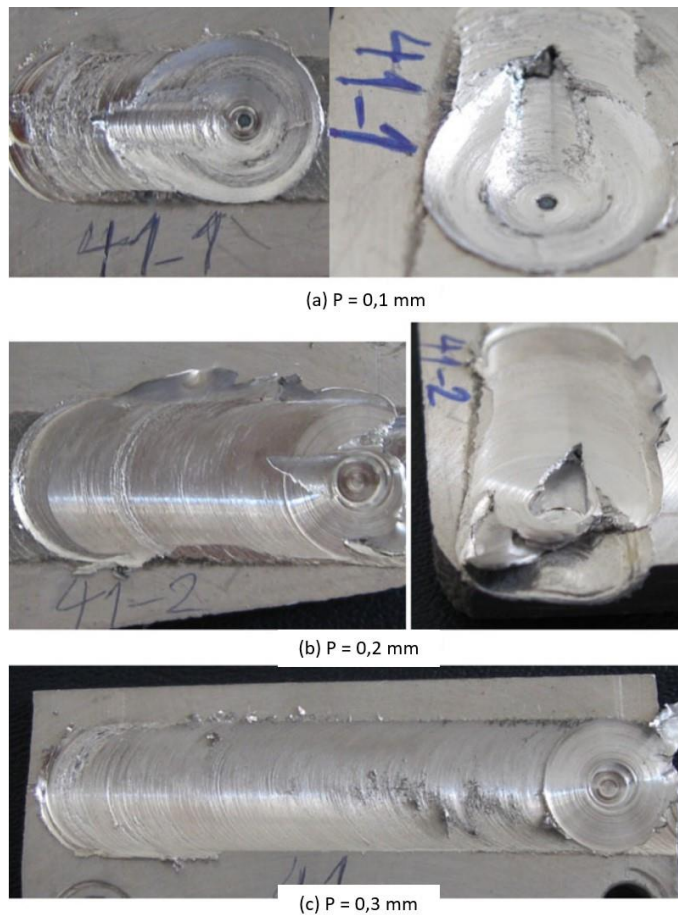


Figura 2.7. Efeito da penetração da ferramenta no acabamento superficial e na formação de defeitos, adaptado do [11].

O ângulo de ataque representado na Figura 2.8 é medido entre o eixo da ferramenta e a superfície da peça de trabalho. Definir um ângulo de ataque adequado na direção de avanço da ferramenta garante uma maior eficiência no movimento de material do lado em avanço para o lado em retrocesso e melhora o acabamento superficial [5]. Na literatura, muitos trabalhos concluíram que um ângulo de ataque inferior a 3° permite obter zonas processadas sem defeitos [12].

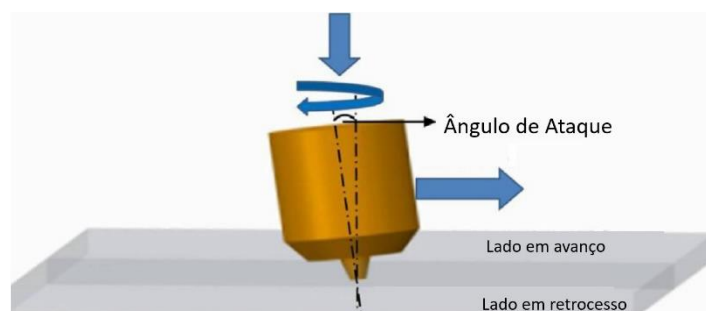


Figura 2.8. Representação esquemática do ângulo de ataque da ferramenta no PFL, adaptado do [12].

2.1.3.4. Número de passagens da ferramenta

Quando se pretendem processar zonas de maiores dimensões é necessário recorrer a múltiplas passagens da ferramenta. As passagens podem ser sobrepostas ou não sobrepostas. Para isso, foi definido um rácio de sobreposição (OR) [13] que caracteriza se existe sobreposição entre as várias passagens da ferramenta (Figura 2.9).

$$OR = 1 - \left[\frac{l}{d_{pin}} \right]$$

Na Equação o l representa a distância entre os centros de cada passagem e o d_{pin} é o diâmetro máximo do pino. Com esta informação é possível concluir que rácios de sobreposição iguais a um, correspondem a passagens totalmente sobrepostas. Para rácios inferiores a zero, conclui-se que não existe sobreposição entre passagens [5].

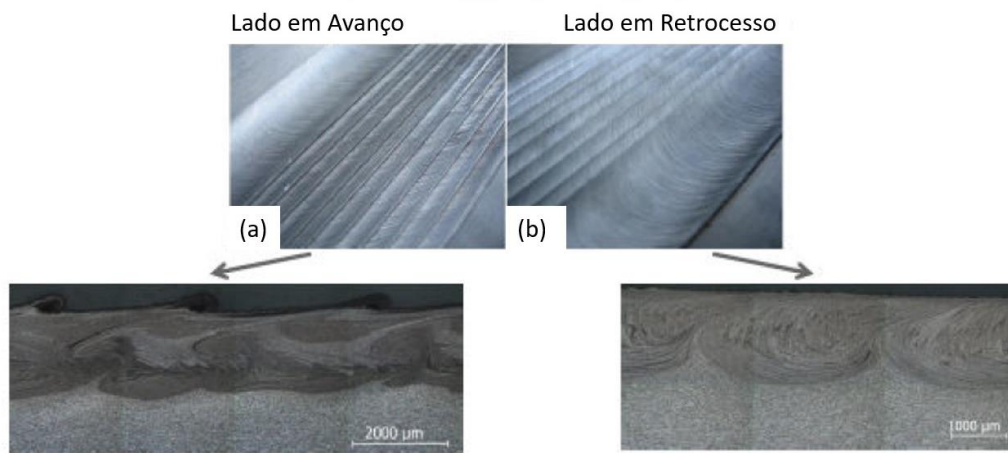


Figura 2.9. Macro e Micrografia de zonas processadas com sobreposição para o (a) lado em avanço e (b) lado em retrocesso, adaptado do [5].

Abbasi et al. [14] estudaram a influência do número de passagens da ferramenta nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão de ligas de magnésio AZ91 reforçadas com partículas de SiC e de alumina (Al_2O_3). Os autores observaram que, aumentando o número de passagens da ferramenta, é possível aumentar a resistência ao desgaste do material de base, independentemente das partículas funcionais utilizadas (Figura 2.10).

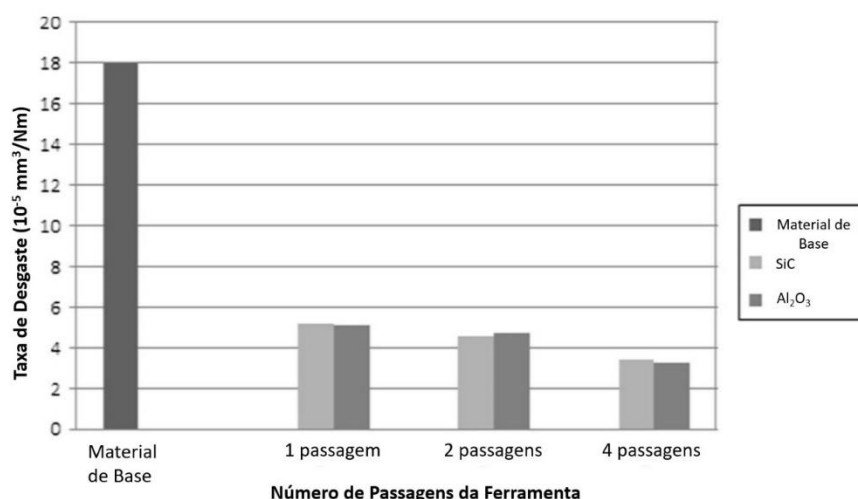


Figura 2.10. Taxa de desgaste em função do número de passagens da ferramenta, adaptado [14].

Já Khayyamin et al. [15] obtiveram aumentos significativos na tensão de rotura e na extensão no ponto de fratura dos compósitos quando foi aplicado mais do que uma passagem no processamento de ligas de magnésio AZ91 reforçadas com partículas de dióxido de silício (SiO_2), tal como apresentado na Tabela 2.1:

Tabela 2.1. Evolução da tensão de rotura e da extensão no ponto de fratura com o número de passagens da ferramenta [15].

	Tensão de Rotura (MPa)	Extensão no ponto de fratura (%)
Material de Base AZ91	139	6,74
PFL 1 passagem	193	12,56
PFL 2 passagens	233	13,42
PFL 3 passagens	279	14,67

2.1.4. Vantagens do PFL

O PFL apresenta várias vantagens quando comparado com as outras técnicas de processamento. Em primeiro lugar, porque é um processo de fácil execução, em que é possível realizar com uma única passagem da ferramenta e obter microestruturas com tamanhos de grão muito reduzidos. Por outro lado, o PFL não diminui a espessura da peça que é processada, sendo possível deformar plasticamente chapas que podem chegar às dezenas de milímetro, dependendo do comprimento do pino utilizado. O PFL também permite a modificação localizada da microestrutura de peças de interesse [1]. As vantagens do PFL, segundo categorias de interesse industrial são sumarizadas na Tabela 2.2:

Tabela 2.2. Vantagens do PFL, adaptado [5][16].

Técnicas	Controlo da profundidade do processamento com o comprimento do pino
	Possibilidade de operação realizada com uma única passagem da ferramenta
	Sem necessidade de limpeza superficial
	Controlo dimensional por se realizar no estado sólido
	De fácil repetição
	Facilmente automatizável
Metalúrgicas	Processamento no estado sólido
	Baixa distorção das peças de trabalho
	Refinamento de grão e distribuição uniforme
	Excelentes propriedades metalúrgicas
	Possível processar materiais termossensíveis
Energéticas	Baixo consumo energético
	Eficiência energética
Ambientais	Sem produção de fumos
	Pouco ruído
	Não necessita de solventes para limpeza

2.2. Materiais de Base e Compósitos de Matriz Metálica

2.2.1. Ligas de magnésio

As indústrias automóvel e aeroespacial têm particular interesse em substituir os aços e alumínio por ligas de magnésio. Nas indústrias eletrotécnica e de computadores, o magnésio é encarado como uma potencial alternativa aos plásticos. O facto de ser cerca de 35% menos denso que o alumínio e 78% menos denso que o aço, e também a sua boa condutividade térmica e elétrica, elevam o interesse pela utilização de ligas de magnésio nas mais diversas aplicações [11][17]. Quando comparado com o alumínio, a corrosão no magnésio origina óxidos com estruturas soltas e porosas que, inevitavelmente, deixam a matriz de magnésio exposta e sujeita a fenómenos de corrosão adicionais. É por estas razões que é crucial a alteração das camadas superficiais das ligas de magnésio, no sentido de evitar os problemas causados pela corrosão, que é um fator impeditivo na utilização das ligas em diversas aplicações [18].

O magnésio tem propriedades não tóxicas, biodegradáveis e boa biocompatibilidade, fatores que despertaram o interesse da comunidade científica nos últimos anos, especialmente nas áreas da biomedicina como substitutos ósseos. O módulo de Young do magnésio e das suas ligas, quando comparado com as outras ligas metálicas mais convencionais como o titânio ou o aço inoxidável, é que o mais se assemelha ao do osso humano que, em aplicação como substituto de implantes, pode contribuir efetivamente para minimizar o efeito de *stress shielding* [19]. A maior vantagem da utilização de ligas de magnésio na produção de implantes é

que estas podem degradar-se completamente quando o tecido ósseo regenerar, não sendo necessária uma segunda cirurgia para a remoção do implante [19]. Contudo, as grandes afinidades químicas das ligas de magnésio tornam-nas muito propícias a fenómenos de corrosão. Esta corrosão ocorre de forma mais acentuada nos primeiros estágios de degradação da liga, o que pode impedir o material de exercer a sua função estrutural.

Existem diversos métodos para alterar a camada superficial dos materiais, como o revestimento superficial, a implantação de iões ou o tratamento laser de superfície. Contudo, estas técnicas não estão desprovidas de defeitos associados a fenómenos metalúrgicos, ou devido a intensas reações químicas que ocorrem entre a matriz metálica e os métodos de reforço utilizados. A alternativa mais vantajosa é utilizar a técnica de PFL que permite modificar a microestrutura das superfícies dos materiais ou produzir MCMM [19].

Ho et al. [20][21] estudaram o efeito da incorporação de partículas de hidroxiapatite (HA, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$), um cerâmico cuja composição química é muito semelhante ao osso, numa matriz de magnésio AZ31B, e avaliaram a sua biocompatibilidade. Foram utilizadas amostras com 5, 10 e 20 em percentagem mássica (%(m/m)) de HA na matriz de magnésio e processadas por PFL. A distribuição das partículas de HA na matriz de magnésio está ilustrada na Figura 2.11 sob a forma de mapas de EDS (*Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy*). Os resultados demonstraram que compósitos de Mg-20 %(m/m) HA, expostos a um simulador do fluido corporal, possuíam uma melhor compatibilidade com o sangue e melhor adesão celular que os outros compósitos obtidos. Por outro lado, os compósitos processados com Mg-5 %(m/m) HA apresentaram a maior resistência à corrosão, pelo facto de apresentarem um equilíbrio entre os benefícios do refinamento de grão e um número mais reduzido de pontos de corrosão galvânica.

Em outros estudos realizados por Qin et al. [19] em que aplicaram o PFL com velocidades de rotação elevadas (6000 rev/min) em ligas de magnésio ZK60 reforçadas com partículas de nano-hidroxiapatite (nHA), verificaram que a dureza do compósito variou conforme a concentração de partículas de nHA. Concluíram também, que era possível diminuir a taxa de corrosão do novo compósito em cerca de uma ordem de grandeza, devido ao refinamento de grão e à baixa energia de superfície.

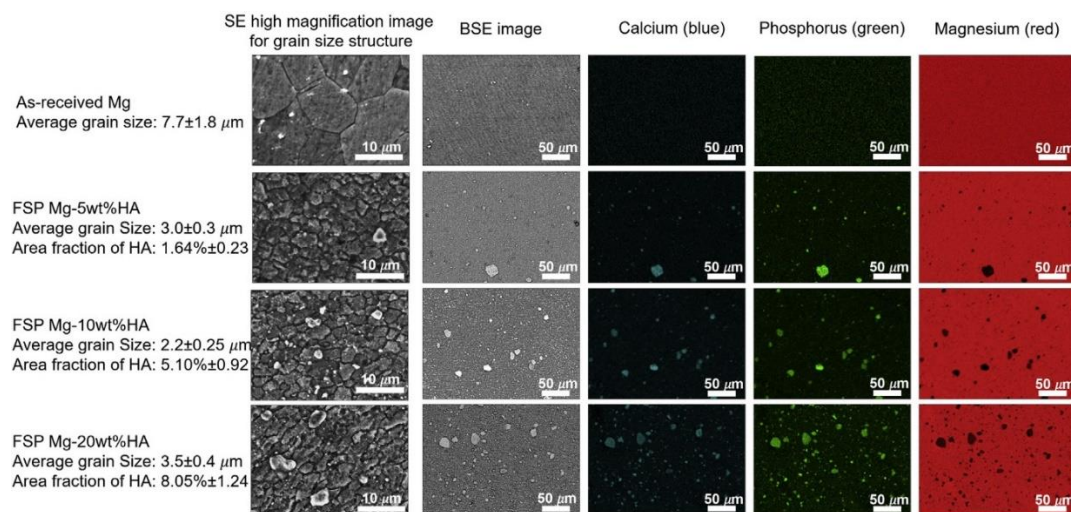


Figura 2.11. Mapas de EDS do AZ31B com diferentes percentagens de incorporação de partículas [20].

2.2.2. Métodos para a Produção de Compósitos de Matriz Metálica por PFL

Uma das aplicações do PFL é a produção de MCMM. Para tal, existe um conjunto de técnicas (Figura 2.12) que permite a inserção de partículas funcionais no material de base, modificar a sua microestrutura e obter um material de maior interesse [22].

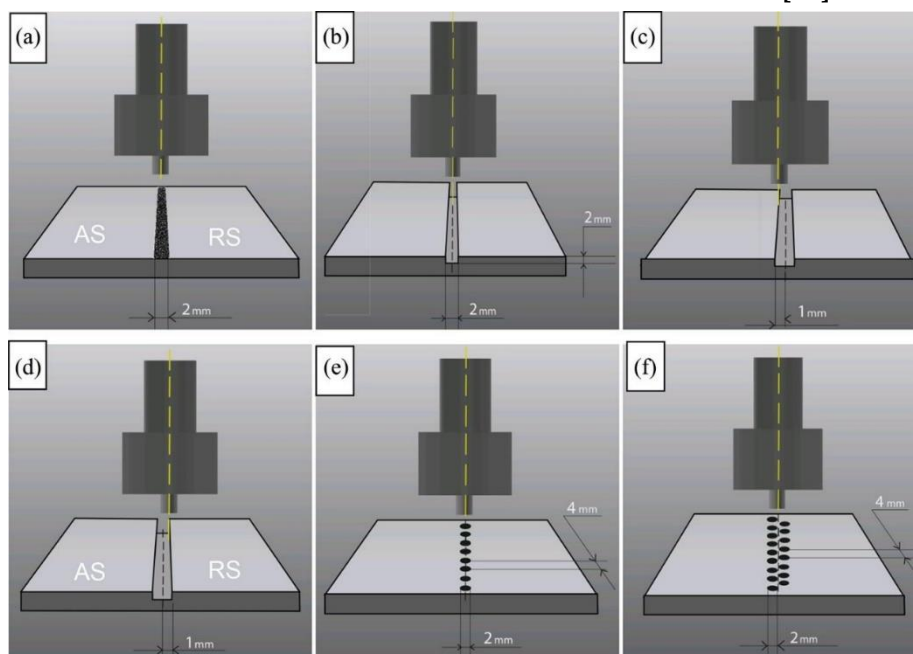


Figura 2.12. Técnicas de reforço de MCMM.

a) Técnica de adição direta de partículas de reforço, b) Técnica de rasgo, a linha de eixo da ferramenta coincide com a linha de eixo do rasgo, c) Técnica de rasgo, a linha de eixo da ferramenta tem um *offset* para o lado de avanço, d) Técnica de rasgo, a linha de eixo da ferramenta tem um *offset* para o lado de retrocesso, e) Técnica de furação em linha reta, a linha de eixo da ferramenta coincide com a linha de eixo dos furos e f) Técnica de furação em padrão, a linha de eixo da ferramenta coincide com a linha média do padrão [22].

Na representação da Figura 2.12 a) as partículas são colocadas diretamente na peça de trabalho. Para aumentar a adesão entre as partículas e a zona a processar, utiliza-se uma pré-mistura das partículas com um solvente como por exemplo o metanol [5][22].

Na Figura 2.12 b), c) e d) estão representadas outras variantes da técnica de rasgo. Para tal, o operador abre um rasgo na zona que pretende processar (Figura 2.13 b)). Este rasgo permite acomodar as partículas que se pretendem incorporar no compósito. Seguidamente, dá-se a passagem da ferramenta sem pino para compactar as partículas e selar o rasgo (Figura 2.13 c)). Por último, é realizada a passagem com a ferramenta com pino, obtendo-se assim um compósito (Figura 2.13 d)) [22][23].

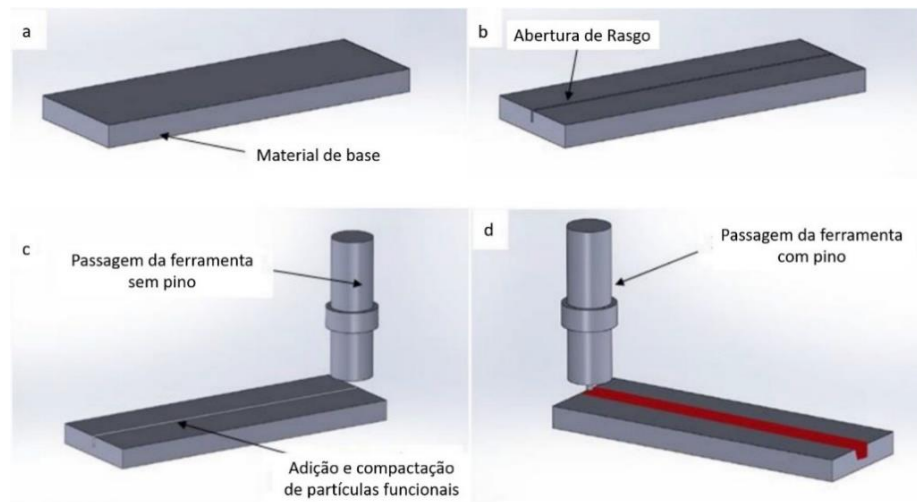


Figura 2.13. Execução da técnica de rasgo, adaptado de [23].

Na Figura 2.12 e) e f) estão representadas duas variantes da técnica de furação. Uma consiste em abrir os furos segundo uma linha e a outra segundo um padrão. Estes furos são preenchidos com partículas e a passagem da ferramenta consolida o processo (Figura 2.14 a)). A utilização de um *shoulder* com um diâmetro maior pode reduzir o desperdício de partículas, uma vez que cobre os furos posteriores no sentido de avanço da ferramenta. A utilização de um material de cobertura (Figura 2.14 b)) também pode ser encarada como uma alternativa ao método anterior e evitar assim o desperdício de partículas, que pode ter custos muito elevados [22][24][25].

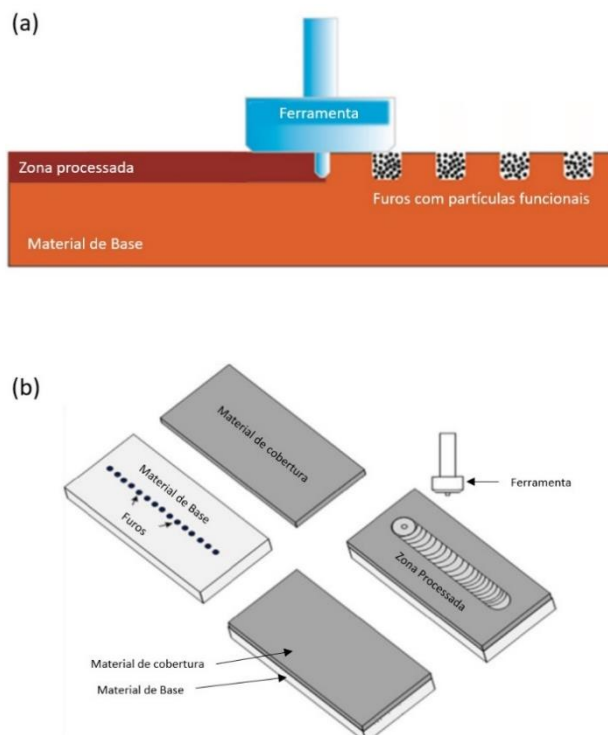


Figura 2.14. Execução da técnica de furação, adaptado de [25].

Um estudo realizado por Ratna Sunil et al. [26] teve por base a incorporação de partículas de nHA numa matriz de magnésio AZ31. As partículas foram introduzidas utilizando a

técnica do rasgo e foi possível obter uma redução de tamanho de grão do material de base de 56 μm para cerca de 2 μm .

Num outro estudo realizado por Rathee et al. [22], em que foram aplicadas as várias técnicas de adição de partículas funcionais enunciadas neste capítulo para uma liga de alumínio AA6063 reforçada com SiC, verificou-se que a técnica de rasgo com um offset para o lado em retrocesso foi a que registou uma distribuição mais uniforme e homogênea das partículas, quando comparada com as outras técnicas e variantes mencionadas.

2.3. Upward Friction Stir Processing

O *Upward Friction Stir Processing* (UFSP) é uma técnica inovadora de processamento no estado sólido, como representada na Figura 2.15, baseada no PFL e que se encontra em desenvolvimento no Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da NOVA School of Science and Technology | FCT NOVA [27].

Convencionalmente, o PFL promove o fluxo descendente de material visco plástico e de partículas de uma zona superior (superfície da peça) para uma zona inferior (interior da peça). O UFSP adota esta perspetiva, mas no sentido inverso, ou seja, promove um fluxo ascendente de partículas e material. Consiste num conjunto de duas chapas (sendo que a inferior pode ser um material de sacrifício) com partículas entre as mesmas. O fluxo ascendente de material é alcançado com um pino com rosca esquerda e que gira no sentido horário, ou rosca direita com sentido de rotação anti-horário. Para assegurar a quantidade desejada e a distribuição das partículas é utilizado um espaçador entre as chapas de trabalho. Este espaçador permite também evitar a perda de partículas durante o processamento, permitindo uma maior incorporação de material de reforço no compósito desenvolvido [27].

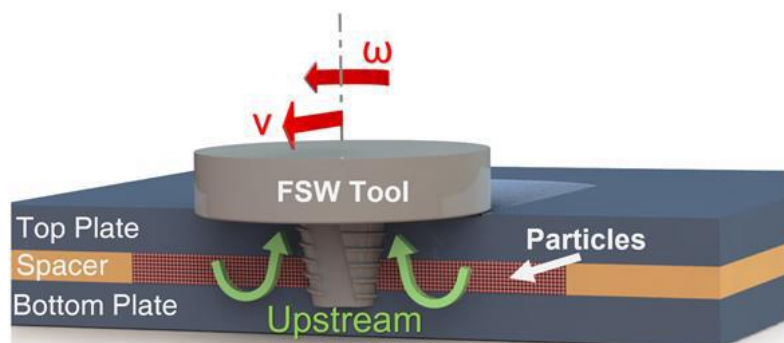


Figura 2.15. Representação esquemática do UFSP para rosca esquerda [27].

O UFSP pode reduzir o tempo de preparação do processamento, uma vez que não é necessário maquinar rasgos ou furos na peça de trabalho. Utilizar um espaçador resistente ao calor (fita *Kapton* em poliamida) e de baixa rigidez permite um maior constrangimento das partículas durante o processamento termomecânico. Por último, o UFSP não está limitado a uma trajetória linear [27].

METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Neste capítulo são apresentados os materiais e as condições experimentais que foram estudadas e implementadas ao longo da realização deste trabalho. Inicialmente são descritas as características dos materiais de base utilizados, seguido do equipamento e ferramentas utilizadas na produção dos compósitos de matriz metálica. Neste capítulo é também descrito em detalhe o método usado na incorporação do reforço do material base com a adição de partículas funcionais, bem como os parâmetros utilizados no seu processamento. Por último, foram descritos os métodos de caracterização físico-química dos compósitos obtidos.

3.1. Materiais

O material metálico utilizado como matriz na dissertação foi a liga de magnésio AZ31B, na forma de chapa. O magnésio foi cortado com as dimensões de 203 x 103 mm, e uma espessura de 2 e 4 mm. A composição química da liga de magnésio (AZ31B) e as suas propriedades mecânicas encontram-se descritas na Tabela 3.1 e na Tabela 3.2, respetivamente.

Tabela 3.1. Composição química da liga de magnésio (% atômica) [28]

	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ca	Fe	Ni	Mg
AZ31B	2,5-3,5	0,60-1,4	≤ 020	≤ 0,10	≤ 0.050	≤0.040	≤0.0050	≤0.0050	Balanço

Tabela 3.2. Propriedades mecânicas da liga AZ31B [28][29].

	Densidade (g · cm⁻³)	Tensão de cedência (MPa)	Tensão de rotura (MPa)	Dureza Vickers (HV0.1)
AZ31B	1.77	171	215	69

A utilização de ligas de magnésio é benéfica para o processamento no estado sólido, uma vez que são dúcteis, induzem um menor desgaste nas ferramentas e facilitam o fluxo visco plástico de material durante o processo.

O principal objetivo foi desenvolver um material compósito de matriz de magnésio com a incorporação de partículas comerciais de HA de dimensões micrométricas.

3.2. Equipamentos e ferramentas utilizadas na produção dos compósitos

3.2.1. Equipamento

Para a realização dos ensaios pela técnica de UFSP foi utilizada uma fresadora convencional de 3 eixos (Figura 3.1) presente no Laboratório de Processos Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da NOVA SCHOOL OF SCIENCE AND TECHNOLOGY | FCT NOVA. O equipamento permitiu definir o ângulo de ataque (α) da ferramenta, o *offset* entre cada passagem da ferramenta, a velocidade de rotação (ω) e de avanço (v). A penetração da ferramenta e o controlo de força foi aplicado de forma manual.

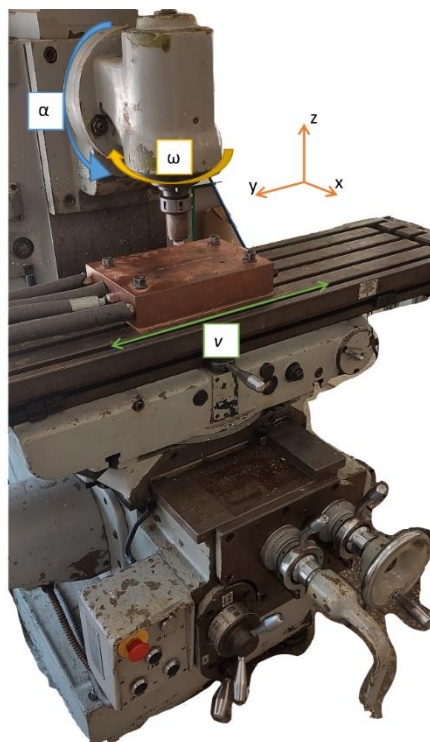


Figura 3.1. Fresadora utilizada no processo de produção dos compósitos de matriz metálica disponível no Laboratório de Processos Mecânicos, DEMI.

Neste trabalho de dissertação foram utilizadas uma base refrigerada e uma arca congeladora *INDESIT OS1A1002* que permitiu levar o líquido refrigerante para temperaturas de aproximadamente $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$. O controlo de temperatura da base refrigerada foi realizado com 6 termopares (Figura 3.2) que permitiram garantir que a mesma estava entre os -10°C e $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$

em cada ensaio. O controlo da temperatura durante o processo foi realizado utilizando uma câmara termográfica *Fluke Ti400 IR FUSION TECHNOLOGY*.

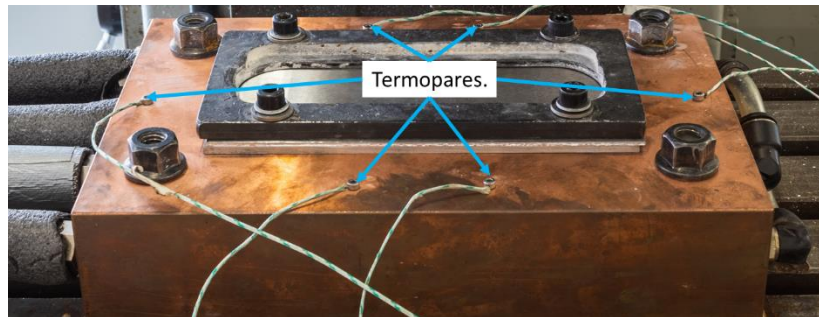


Figura 3.2. Base refrigerada com a distribuição dos termopares.

3.2.2. Ferramentas selecionadas

Como referido no capítulo 2, a geometria da ferramenta é muito importante, uma vez que está relacionada com a entrega térmica provocada pelo contacto do *shoulder* com o material e a geometria do pino está ligada ao fluxo de material processado e também à distribuição das partículas. O conjunto ferramenta (Figura 3.3), que foi utilizado na produção dos compósitos é constituído por três componentes: corpo da ferramenta (a), base ou *shoulder* (b) e o pino (c).

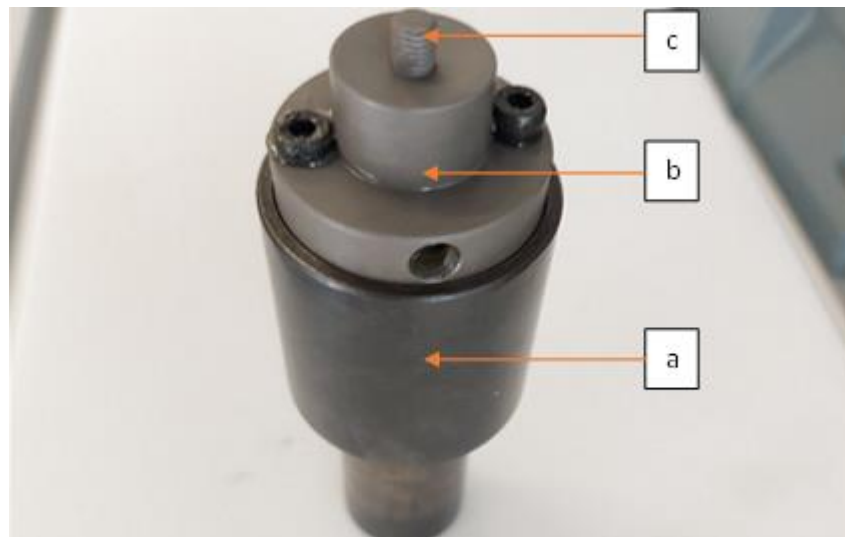


Figura 3.3. Conjunto Ferramenta: a) Corpo da ferramenta, b) *Shoulder* e c) Pino.

O pino passa pelo furo central do *shoulder* e é mantido em posição por um perno. O *shoulder*, por sua vez encaixa no corpo da ferramenta, sendo fixo com o auxílio de dois parafusos. O corpo da ferramenta também possui um parafuso central que permite definir o comprimento do pino. Por último, o conjunto modular é enroscado na fresadora e fica pronto a utilizar (Figura 3.4). Os componentes referidos são fabricados em aço ferramenta H13 para resistirem aos esforços mecânicos a que estão sujeitos e permitirem escoar parte do calor gerado durante a realização do processo.



Figura 3.4. Conjunto ferramenta assembled na fresadora.

As combinações *shoulder*/pino que foram selecionadas e utilizadas estão representadas na Figura 3.5. As dimensões e geometrias escolhidas serão explicadas no capítulo 4, onde serão apresentados os principais resultados e os parâmetros escolhidos para se obter compósitos com boas características e reprodutibilidade.

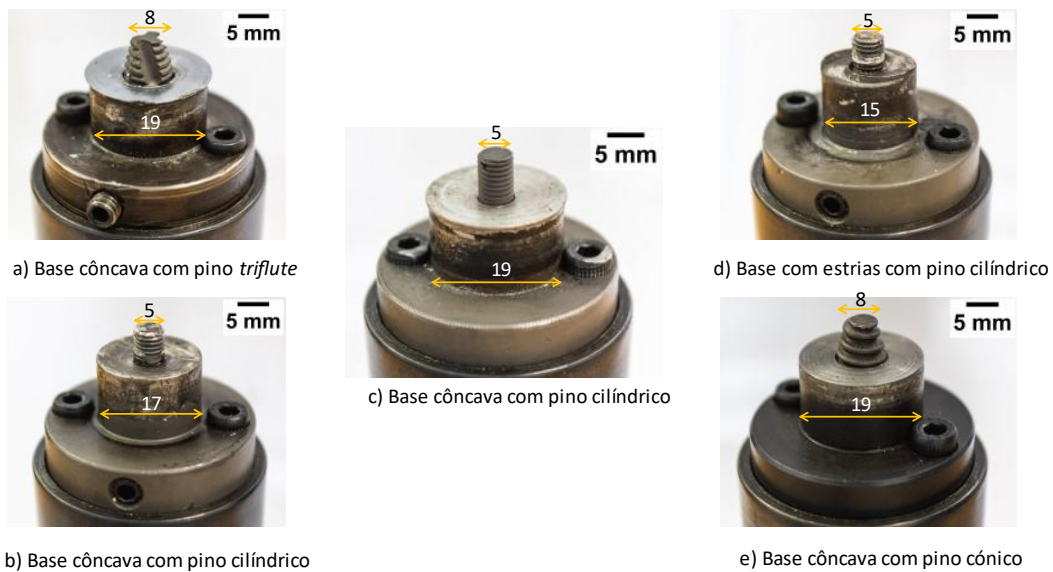


Figura 3.5. Combinações *shoulder*/pino utilizadas:

- a) Base cônica com pino *triflute*; b) Base cônica com pino cilíndrico; c) Base cônica com pino cilíndrico; d) Base com estrias com pino cilíndrico; e) Base cônica com pino cônico.

3.2.3. Preparação do material compósito

Como referido, a liga de magnésio a processar pela técnica de UFSP foi preparada sob a forma de *sandwich*, como se pode observar na representação esquemática da Figura 3.6. Com ajuda de várias camadas de fita *Kapton* foi criado um depósito para as partículas de HA na parte central e seguidamente foram depositadas as partículas HA. A fita escolhida tem a particularidade de suportar temperatura até aos 400 °C e em simultâneo evitar o desperdício de

partículas que possa ocorrer durante o processamento, uma vez que estas ficam constrangidas no depósito criado. O número de camadas para criar o espaçador foi definido dependendo do volume de partículas que se pretendeu incorporar no material e também da espessura da chapa de AZ31B.

Quatro furos foram criados nas chapas de AZ31B com a distribuição representada na Figura 3.6 a), onde quatro parafusos M8 fixaram o conjunto de chapas AZ31B e AZ31B_HA à base de cobre.

Na Figura 3.6 b) está representada a vista transversal do conjunto que será processado. No capítulo 4 dos resultados e discussão serão apresentados os principais resultados que relacionam a espessura da chapa de AZ31B com as camadas de fita utilizadas na produção do compósito.

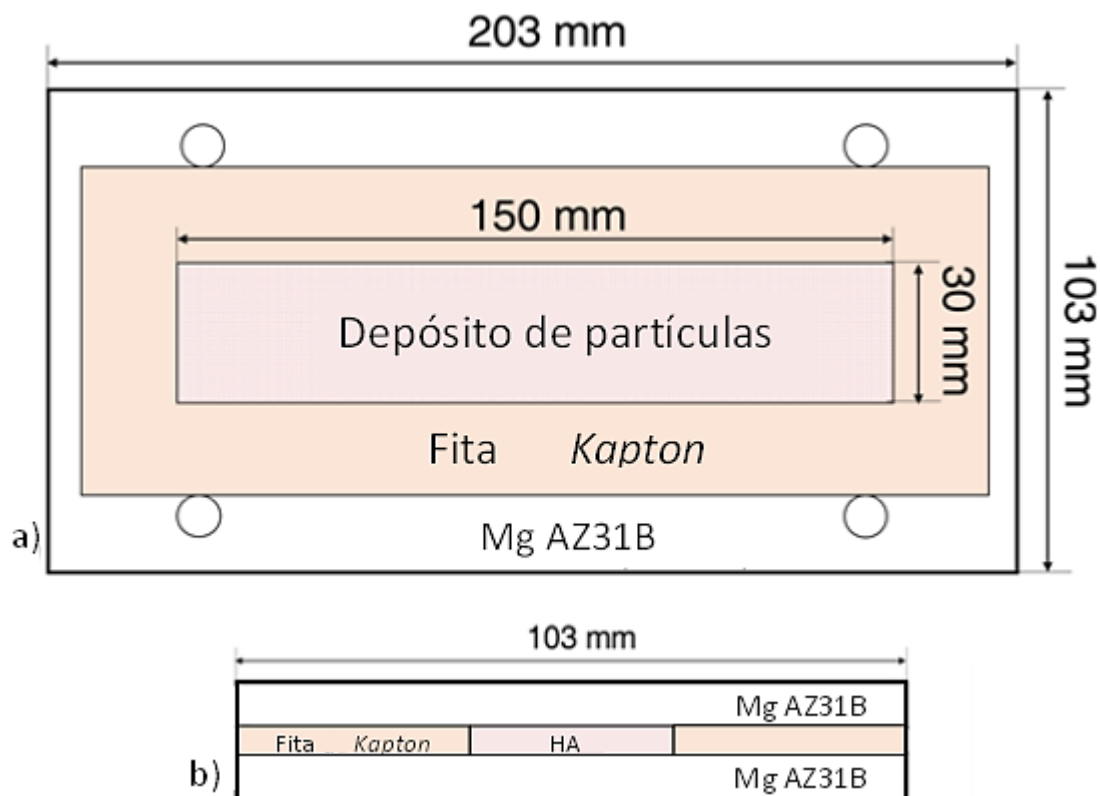


Figura 3.6. a) Dimensões do substrato inferior e localização do depósito de partículas; b) Vista transversal do conjunto obtido pelo método de Sandwich, adaptado de [27].

Para determinar quais os melhores parâmetros a usar no processamento do compósito e garantir a estacionariedade do processo, foi realizado um conjunto de ensaios sem a presença das partículas de HA, mas neste caso sem espaçador como se mostra na Figura 3.7 a). Uma vez encontrados os parâmetros mais adequados ao processo para umas condições específicas, extrapolaram-se os mesmos para a condição com partículas de HA.

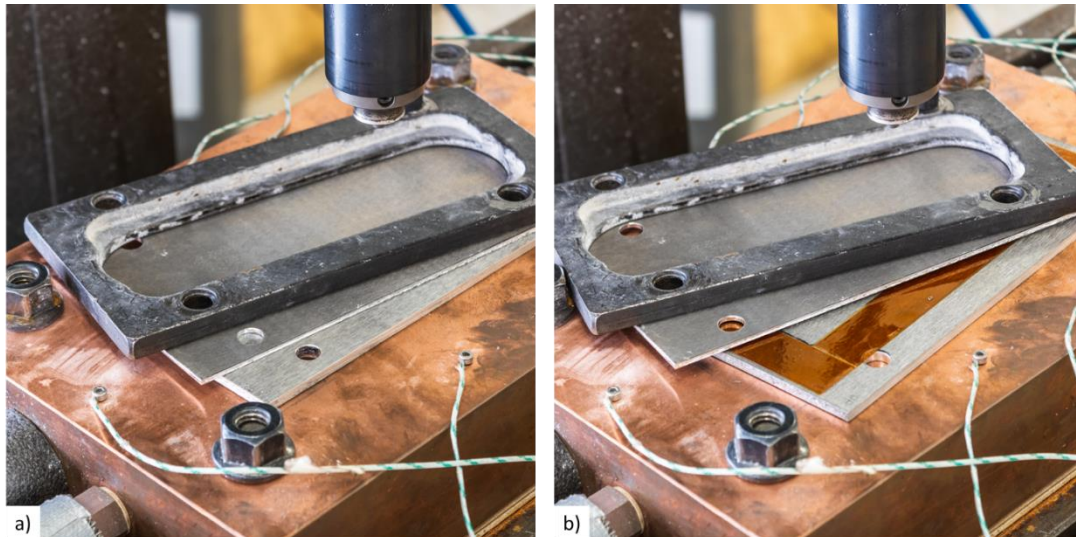


Figura 3.7. a) *Sandwich* sem espaçador; b) *Sandwich* com espaçador.

3.2.4. Sistema de fixação

O conjunto descrito no subcapítulo anterior é fixo numa base de cobre (Figura 3.8) para ser possível uma refrigeração mais eficiente do conjunto devido à condutividade térmica favorável para o efeito. A *sandwich* é comprimida utilizando um cabedal em aço e o conjunto fixo à base de cobre por quatro parafusos M8. A base de cobre por sua vez é fixa à mesa da fresadora por quatro fusos M10. A refrigeração dá-se utilizando duas entradas e duas saídas para o fluído refrigerante.



Figura 3.8. Sistema de fixação.

3.2.5. Incorporação das partículas de HA como reforço

No sentido de obter materiais compósitos de matriz metálica biodegradáveis, foram depositadas partículas de HA comerciais de dimensões micrométricas ($\sim 10 \mu\text{m}$) na superfície

das chapas metálicas com ajuda de uma espátula e comprimidas com a ajuda de uma placa de vidro, garantindo assim uma distribuição uniforme das partículas na superfície da placa. A quantidade de partículas utilizada nos ensaios esteve relacionada com o volume do depósito, que variou com a espessura do espaçador. Na Figura 3.9 é possível observar a distribuição das partículas na chapa inferior de magnésio.



Figura 3.9. Distribuição das partículas na chapa de magnésio inferior.

3.3. Seleção dos parâmetros experimentais

Após a preparação do material a processar estar finalizada, foram definidos os parâmetros de operação. Inicialmente foram utilizados conjuntos de *shoulder* estriado ($\phi_s = 15$ mm) com pino cilíndrico roscado ($\phi_p = 5$ mm). Conforme os resultados obtidos e tendo em consideração a estabilidade do processo, foram ainda utilizadas combinações de *shoulders* côncavos ($\phi_s = 17$ mm e $\phi_s = 19$ mm) com pinos cônicos roscados e geometria *triflute* ($\phi_p = 8$ mm).

O ângulo de ataque da ferramenta considerado foi numa primeira instância de 0° , passando seguidamente para 1° . O comprimento do pino variou entre os 3 mm e os 6,2 mm, conforme a espessura do conjunto de material a processar. Inicialmente foram processadas chapas para aferição de parâmetros experimentais. Seguidamente extrapolaram-se os parâmetros para um conjunto em forma de *sandwich*, mas sem partículas e sem espaçador. Por último, os parâmetros definidos, foram aplicados ao conjunto em forma de *sandwich* com espaçador e com adição de partículas de HA.

As velocidades que foram utilizadas nos ensaios tiveram por base a entrega térmica do processo. Foram utilizadas velocidade de rotação da ferramenta (ω) de 560 rev/min até às 1400 rev/min. As velocidades de avanço da mesa (v) estiveram compreendidas entre os 140 mm/min e os 224 mm/min. Estes valores resultaram em rácios de velocidade (ω/v) compreendidos entre 3,11 rev/mm e 7,78 rev/mm, correspondendo à entrega térmica mais baixa e mais alta respetivamente.

O *offset* entre cada passagem da ferramenta, para o caso de múltiplas passagens, foi inicialmente de 0,5 mm e à posteriori passou para 1 mm.

A Tabela 3.3 apresenta os ensaios realizados, com os respetivos parâmetros utilizados. No número dos ensaios, a parte inteira corresponde a um conjunto de material, seja chapa singular ou *sandwich*, e a parte decimal está ligada ao cordão realizado (uma passagem da ferramenta) ou a um conjunto de cordões (várias passagens da ferramenta).

Tabela 3.3. Ensaios experimentais realizados. Legenda:

h_p = Comprimento do pino; ϕ_p = Diâmetro do pino; ϕ_s = Diâmetro do *shoulder*; α = Ângulo de ataque; N = Número de passagens da ferramenta; E = Espaçador; n = camadas de fita *Kapton*; ref. = refrigeração.

Ensaio	Configuração	Tipo de <i>shoulder</i>	ϕ_s [mm]	Tipo de pino	ϕ_p [mm]	h_p [mm]	(α) [°]	Gama de velocidades			N	E [n]	<i>Offset</i> [mm]	Observações
								ω [rev/min]	v [mm/min]	ω/v [rev/mm]				
1.1	Mg 4 mm	Estriado	15	Cilíndrico roscado	5	3	0	900	180	5	1	-	-	
1.2	Mg 4 mm	Estriado	15	Cilíndrico roscado	5	3	0	710	180	3,94	1	-	-	
1.3	Mg 4 mm	Estriado	15	Cilíndrico roscado	5	3	0	1400	180	7,78	1	-	-	
1.4	Mg 4 mm	Estriado	15	Cilíndrico roscado	5	3	0	1120	180	6,22	1	-	-	
2.1	Mg 4 mm	Côncavo	17	Cilíndrico roscado	5	3	1	1400	180	7,78	1	-	-	
2.2	Mg 4 mm	Côncavo	17	Cilíndrico roscado	5	3	1	900	180	5	1	-	-	
2.3	Mg 4 mm	Côncavo	17	Cilíndrico roscado	5	3	1	900	180	5	1	-	-	
2.4	Mg 4 mm	Côncavo	19	Cônico ros- cado	8	3	1	900	280	3,21	1	-	-	
2.5	Mg 4 mm	Côncavo	19	Cônico ros- cado	8	3	1	900	180	5	1	-	-	
2.6	Mg 4 mm	Côncavo	19	Cônico ros- cado	8	3	1	900	224	4,02	1	-	-	
2.7	Mg 4 mm	Côncavo	19	Cônico ros- cado	8	3	1	1400	224	6,25	1	-	-	
3.1	Mg 4+4 mm	Côncavo	19	Cônico ros- cado	8	6,2	1	1400	224	6,25	4	-	0,5	
3.2	Mg 4+4 mm	Côncavo	19	<i>Triflute</i>	8	6,1	1	900	224	4,02	2	-	0,5	
4.1	Mg 4+4 mm	Côncavo	19	<i>Triflute</i>	8	6,1	1	900	224	4,02	1	-	-	
4.2	Mg 4+4 mm	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	5,6	2	900	180	5	1	-	-	
4.3	Mg 4+4 mm	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3,4	1	560	180	3,11	1	-	-	
4.4	Mg 4+4 mm	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3,4	1	560	180	3,11	1	-	-	
4.5	Mg 4+4 mm	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3,4	1	560	140	4	1	-	-	
4.6	Mg 4+4 mm	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3,4	1	560	140	4	1	-	-	

5.1	Mg 2+2 mm c/partículas	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3,4	1	560	180	3,11	4	9	0,5	
6.1	Mg 2+2 mm c/partículas	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3,4	1	560	180	3,11	1	9	-	
6.2	Mg 2+2 mm c/partículas	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3,4	1.7	560	180	3,11	2	9	1	
7.1	Mg 2+2 mm c/partículas	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3,4	1.7	560	180	3,11	1	9	-	
8.1	Mg 2+2 mm c/partículas	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	4	1.7	560	180	3,11	2	6	1	
9.1	Mg 2+2 mm	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3	1	560	180	3,11	7	-	1	Sem ref.
9.2	Mg 2+2 mm	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3	1	560	180	3,11	6	-	1	Com ref.
10.1	Mg 2+2 mm c/partículas	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3	1	560	180	3,11	3	6	1	Com ref.
10.2	Mg 2+2 mm c/partículas	Côncavo	19	Cilíndrico roscado	5	3	1	560	180	3,11	6	6	1	Sem ref.

3.4. Caracterização dos compósitos de matriz metálica

Os materiais processados foram cortados transversalmente nas zonas de maior interesse com uma serra de corte *GBS-218 Eco AutoCut*. Seguidamente, as amostras foram introduzidas em resina *epoxy* com endurecedor. Terminado o processo de endurecimento, as amostras foram polidas com lixas de carboneto de silício, iniciando na lixa P80 (granulometria grosseira) e acabando na lixa P2500 (granulometria fina). Por último, para obter um acabamento espelhado e livre de riscos, as amostras foram polidas em pano *Microfloc* com pó de alumina de granulometria 0,3 μm . O processo de polimento ocorreu na polidora manual *Buehler Phoenix Alpha*.

Finalizado o processo de polimento, as amostras foram sujeitas a um ataque químico, no sentido de revelar os limites de grão. Para o efeito, foi preparada uma mistura de Picral, com composição de 25 ml de ácido acético, 2,5 g de ácido pícrico, 25 ml de H_2O e 100 ml de álcool etílico. O magnésio processado foi mergulhado cerca de 4 a 7 segundos na mistura usada para revelar os limites de grão e seguidamente passado por água corrente para interromper a reação.

A análise microscópica do magnésio processado com e sem partículas de HA de maior interesse foi realizada no microscópio *Leica DMI5000 M* presente no CENIMAT-I3N, no Centro de Investigação de Materiais da NOVA SCHOOL OF SCIENCE AND TECHNOLOGY | FCT NOVA. O objetivo pretendido foi observar o tamanho e a morfologia de grão das zonas processadas e compará-lo com o tamanho de grão do material de base. Também foi possível observar a orientação do fluxo de material processado e a distribuição de partículas numa escala macro.

Uma caracterização mais avançada foi realizada no SEM (*Scanning Electron Microscopy*) de bancada, *Phenom Pharos Desktop SEM* do laboratório Microlab, do Instituto Superior Técnico. Nestas análises foi possível observar em detalhe a distribuição de partículas de HA na liga de magnésio através de mapas de EDS.

Por último, foram realizados ensaios de microdureza com uma carga de 0,2 kgf para avaliar a dureza da zona processada e compará-la com a do material de base. O espaçamento escolhido entre cada indentação foi de 0,5 mm.

RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO

Neste capítulo é descrito o processo de otimização dos parâmetros para o processamento no estado sólido da liga de magnésio AZ31B. É descrita a influência que os parâmetros tiveram nos resultados obtidos e por último, serão discutidos os resultados das análises metalográficas, ensaios de microdureza e microscopia eletrônica de varrimento.

4.1. PFL convencional da liga AZ31B

Num estado inicial, processou-se uma chapa de AZ31B de 4 mm de espessura para avaliar o comportamento do material à variação de parâmetros de processamento. A técnica utilizada foi o processamento no estado sólido convencional em que o fluxo de material é descendente. Os parâmetros utilizados encontram-se na Tabela 3.3 e o aspecto final das zonas processadas correspondentes ao ensaio é ilustrado na Figura 4.1:

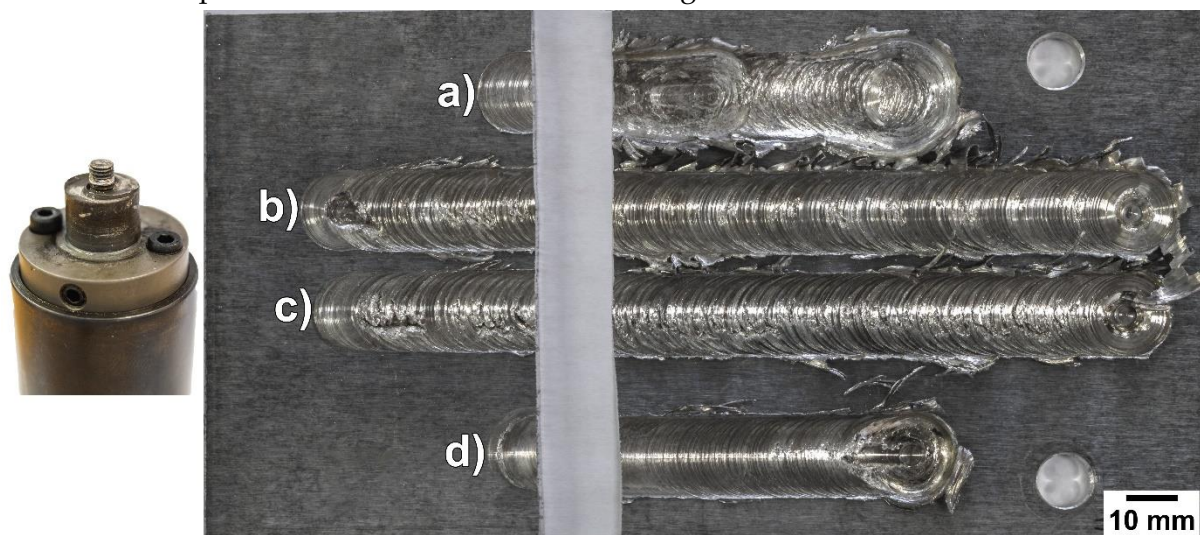


Figura 4.1. Zonas processadas com diferentes velocidades de rotação.
a) $\omega = 1120$ rev/min; b) $\omega = 900$ rev/min; c) $\omega = 710$ rev/min; d) $\omega = 1400$ rev/min.

Nesta primeira abordagem variou-se a velocidade de rotação (ω) com a velocidade de avanço ($v = 180$ mm/min) fixa, sendo que os restantes parâmetros se mantiveram constantes.

Com $\omega = 900$ rev/min foi possível obter um cordão com um acabamento superficial com pouca qualidade e o processo apresentou-se estável ao longo de todo o cordão. Com $\omega = 710$ rev/min obteve-se um cordão com pior acabamento superficial do que o anterior, pouco homogêneo e com fissuras ao longo do seu comprimento. O processo apresentou-se pouco estável e originou rebarbas devido ao material expelido pela passagem da ferramenta. O ensaio com $\omega = 1400$ rev/min produziu um cordão com um bom acabamento superficial ao longo do seu comprimento, no entanto, o processo instabilizou perto do final, resultando num fenómeno em que o material adere à ferramenta e forma uma espécie de “cogumelo”, como pode ser observado na Figura 4.2:

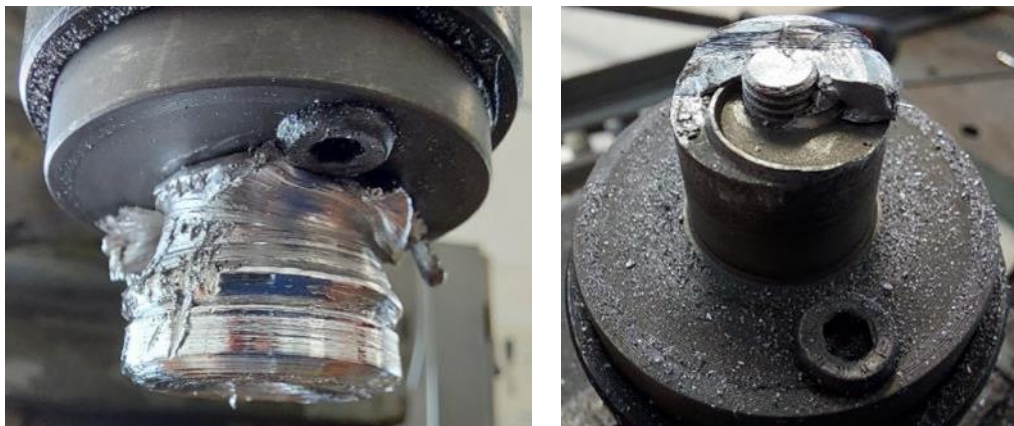


Figura 4.2. Acumulação de material, efeito "cogumelo" na ferramenta.

Quando utilizado $\omega = 1120$ rev/min, o processo estava a originar um bom acabamento superficial inicial, mas cerca de 20 mm depois instabilizou, levando com que o material voltasse a aderir à ferramenta, originando o efeito anteriormente descrito. Foi testado se reduzindo a velocidade de rotação, era possível evitar o efeito de aderência do material à ferramenta, uma vez que ia implicar um menor aumento de temperatura no material. Uma temperatura menor, implicava um menor fluxo viscoplástico, o que podia contribuir para que o material se mantivesse na chapa e não aderisse à ferramenta. Mas pelos resultados obtidos é possível constatar que não foi o que sucedeu.

Após uma macro análise dos cordões obtidos por processamento, considerou-se que o rácio de velocidades que apresentava melhores características era 1400/180 rev/min, ou seja, a velocidade de rotação mais elevada. As amostras obtidas apresentam uma morfologia característica dos materiais processados por PFL [30], sendo que na Figura 4.3 a zona do *nugget* é realçada com o auxílio de uma linha fictícia.

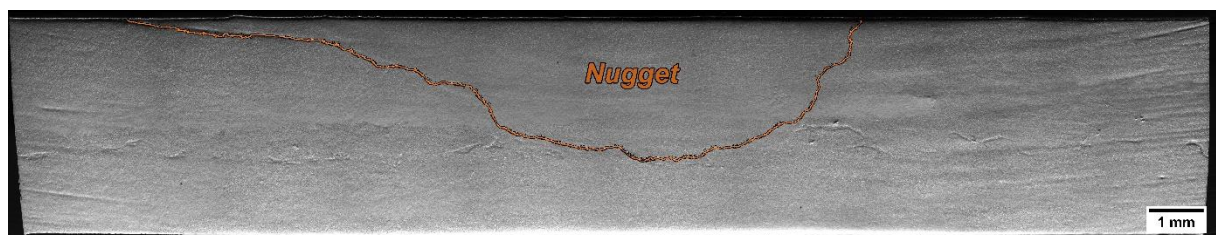


Figura 4.3. Macrografia da zona processada com $\omega = 1400$ rev/min.

4.2. PFL com fluxo ascendente da liga AZ31B

Numa segunda parte dos ensaios, foi aplicada a técnica de PFL, em que o fluxo de material é ascendente, face ao processamento convencional. Foram alterados alguns parâmetros para evitar alguns problemas encontrados nos ensaios anteriores, como o ângulo de ataque de 0° para 1° e desta forma permitir uma maior eficiência do movimento do material do lado em avanço para o lado em retrocesso quando a ferramenta avança. Foi utilizado um *shoulder* com uma superfície côncava e com um diâmetro de 17 mm, face aos 15 mm anteriormente utilizados. Estes novos parâmetros foram aplicados no sentido de confinar melhor o material e evitar que este escoe para fora da zona processada. A velocidade inicialmente considerada foi a do PFL convencional, que apresentou a melhor estabilidade do processo ($\omega/v = (1400/180)$ rev/mm). Com estes parâmetros foi realizada uma passagem da ferramenta, originando uma zona processada com o aspeto ilustrado na Figura 4.4 a). O processo apresentou-se inicialmente estável, no entanto, com cerca de 10 mm de avanço da ferramenta, este acabou por instabilizar e originou um aglomerado de material na zona de saída do pino. Reduzindo a velocidade de rotação para $\omega = 900$ rev/min, procedeu-se a duas novas passagens da ferramenta, originando as zonas apresentadas na Figura 4.4 b) e c). O material continuou a escoar para fora da zona do *shoulder* e acabou por aderir à ferramenta como nos ensaios anteriores.

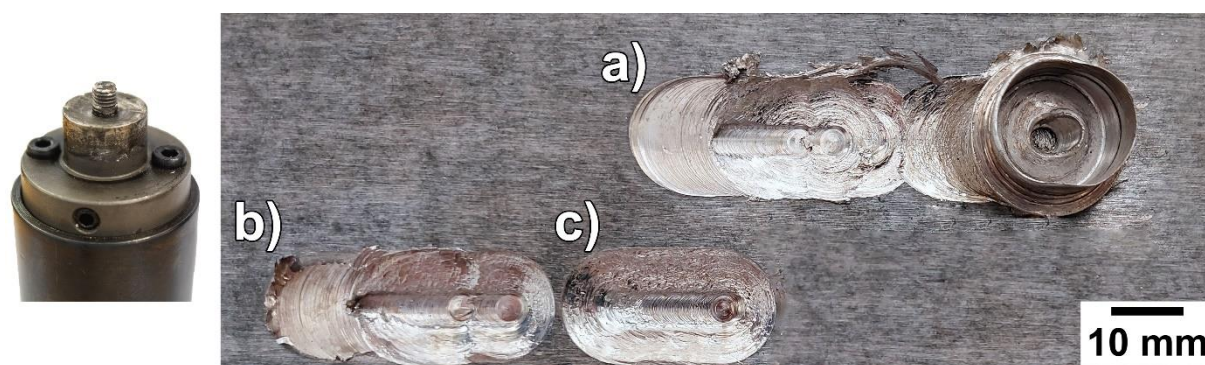


Figura 4.4. Zonas processadas por PFL com fluxo ascendente, em que: a) $\omega/v = (1400/180)$ rev/mm; b) e c) $\omega/v = (900/180)$ rev/mm.

Perante estes problemas, houve um novo reajuste dos parâmetros, nomeadamente a troca da ferramenta. Passou-se para um *shoulder* côncavo com diâmetro de 19 mm e um pino cônico roscado com diâmetro 8 mm. Esta mudança foi no sentido de aumentar a área confinada pelo *shoulder*, constringendo assim mais o material. A gama de velocidades foi variando entre as passagens da ferramenta realizadas e o aspeto das zonas processadas é apresentado na Figura 4.5.

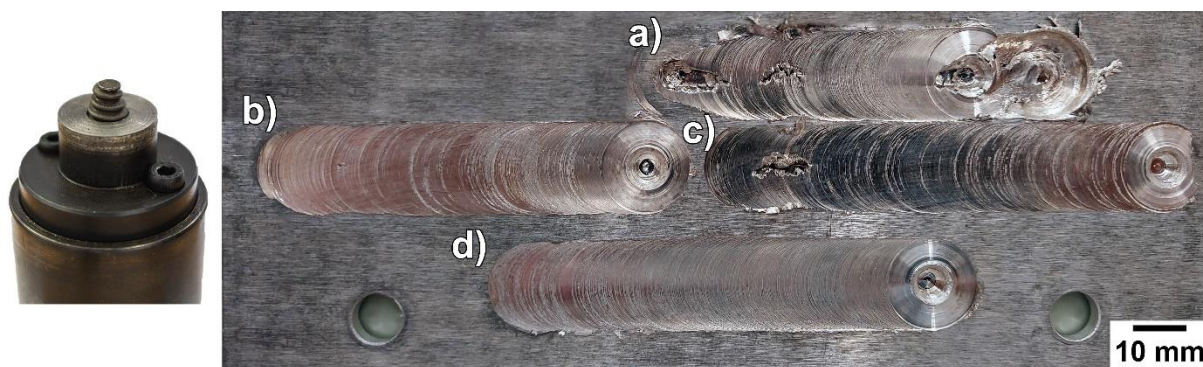


Figura 4.5. Zonas processadas por PFL com fluxo ascendente, em que: **a)** $\omega/v = (900/280)$ rev/mm; **b)** $\omega/v = (900/180)$ rev/mm; **c)** $\omega/v = (900/224)$ rev/mm; **d)** $\omega/v = (1400/224)$ rev/mm.

Com estes novos parâmetros conseguiram-se quatro cordões relativamente estáveis e com bom acabamento superficial. Da chapa processada, prepararam-se três amostras, com vista transversal, dos ensaios da Figura 4.5 b), c) e d) e realizaram-se ensaios de microdureza. A Figura 4.6 b), c) e d) apresenta as macrografias das amostras e o perfil de dureza dos cordões respetivos. A média dos valores de dureza para $\omega/v = (900/180)$ rev/mm foi de $62,3 \pm 5,7$ HV0.2 (b), para o ensaio com $\omega/v = (900/224)$ rev/mm foi de $58,6 \pm 4,8$ HV0.2 (c) e com $\omega/v = (1400/224)$ rev/mm foi de $60,9 \pm 4,8$ HV0.2 (d).

Hariom et al. [31] estudaram a evolução da microdureza da liga AZ31, variando a velocidade de rotação com a velocidade de avanço fixa ($v = 30$ mm/min). Os valores de dureza obtidos para diversas rotações foram: para $\omega = 580$ rev/min $\rightarrow 59,5$ HV0.1, para $\omega = 850$ rev/min $\rightarrow 70$ HV0.1 e para $\omega = 1160$ rev/min $\rightarrow 61$ HV0.1. É possível constatar que os resultados obtidos nesse estudo são semelhantes aos conseguidos nesta dissertação.

Woo et al. [32] também concluíram que não existe alteração significativa na microdureza do AZ31B quando aplicado o PFL, mesmo havendo redução do tamanho de grão. Os resultados que obtiveram foram entre 50 Hv e 70 Hv, que se aproximam dos valores medidos na dissertação.

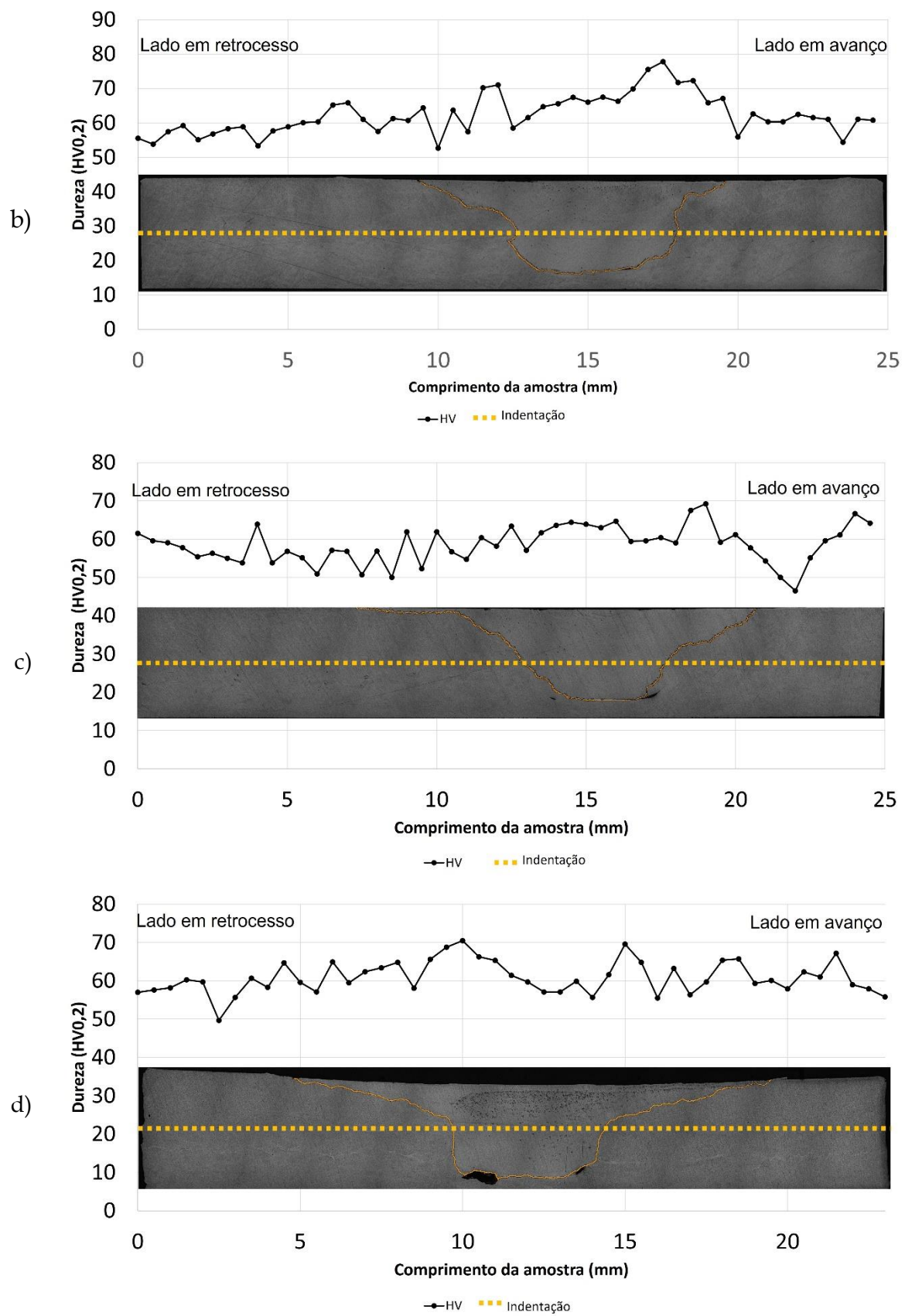


Figura 4.6. Perfil de dureza das amostras b), c) e d) da Figura 4.5.

4.3. UFSP da liga AZ31B sem partículas

Com os resultados obtidos nos ensaios do PFL com fluxo ascendente, realizou-se um outro ensaio onde foi aplicada a técnica de UFSP, em que foi processada uma *sandwich* de AZ31B 4 mm + AZ31B 4 mm sem adição de partículas. As velocidades utilizadas foram $\omega = 1400$ rev/min e $v = 224$ mm/min, que corresponderam ao último ensaio realizado e que originou um cordão com o melhor acabamento superficial quando comparado com os outros realizados. Uma diferença em relação ao caso anterior foi o aumento do comprimento do pino para 6,2 mm para fazer face ao aumento de espessura do conjunto a processar. Como foi possível obter um primeiro cordão estável, realizaram-se mais 3 passagens da ferramenta com 0,5 mm de *offset* para o lado em retrocesso, como apresentado na Figura 4.7:

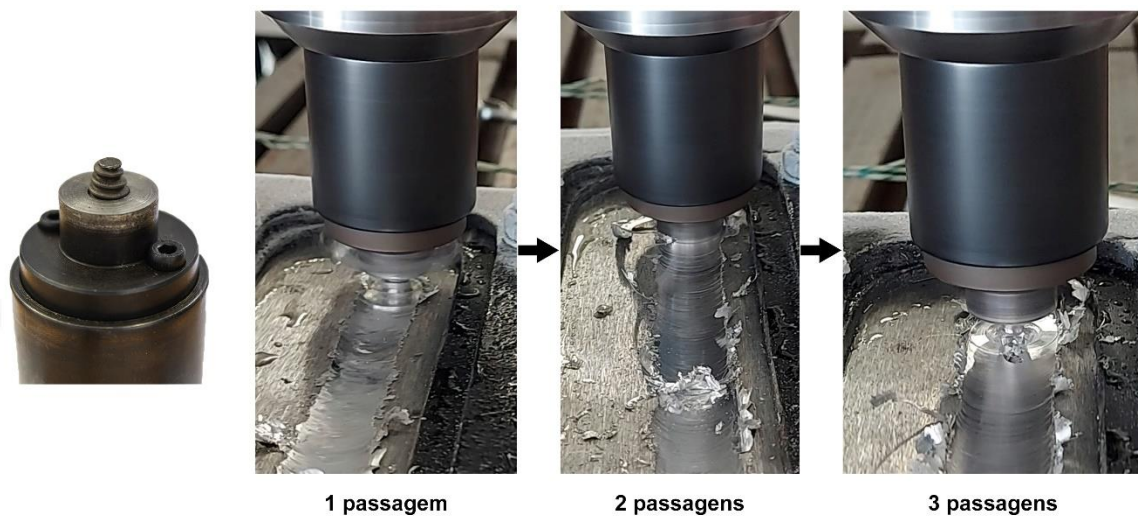


Figura 4.7. UFSP de sandwich de AZ31B com 3 passagens da ferramenta.

No entanto, no início da quarta passagem, o processo instabilizou e o efeito "cogumelo" voltou a ocorrer (Figura 4.8). Procedeu-se à limpeza da ferramenta e houve uma segunda tentativa de continuar o processo. O processo instabilizou desde os instantes iniciais, com elevada remoção de material e criação de apara, finalizando o processo com o material aderente à ferramenta e destruição do cordão.

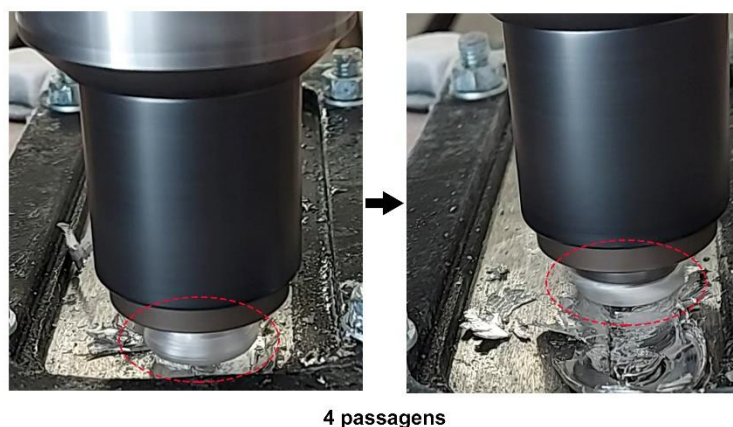


Figura 4.8. Instabilidade do processo na quarta passagem da ferramenta.

Face aos resultados do ensaio anterior, testou-se uma outra abordagem aos parâmetros, como um novo pino, com geometria *triflute*. Esta decisão vai ao encontro do realizado numa dissertação anterior [33] em que foi possível obter compósitos de qualidade ao processar a liga AZ31B. Ma et al. [34] referiram que o pino *triflute*, devido ao fluxo de material que promove, produziu compósitos com uma distribuição de partículas uniforme e melhorias a nível da resistência mecânica e ductilidade da liga de alumínio A356.

Nos ensaios, o rácio de velocidades reduziu-se de 6,25 rev/mm para 4,02 rev/mm no sentido de reduzir a entrega térmica e tentar estabilizar o processo. No entanto, os resultados obtidos apresentaram baixa qualidade. O novo conjunto ferramenta, dada a natureza do pino *triflute*, apenas removia o material no seu avanço, sendo que o *shoulder* não tinha a capacidade de constrangê-lo a manter-se na *sandwich*. Na Figura 4.9 são apresentadas duas zonas processadas pelo pino de geometria *triflute*, onde é possível observar o volume de material removido. Para estas condições do processo, o pino *triflute* não foi o mais adequado.



Figura 4.9. UFSP da liga AZ31B com pino de geometria *triflute*.

Com os dados obtidos, decidiu-se projetar uma nova ferramenta capaz de superar as dificuldades encontradas, inerentes ao processo. Neste sentido, foi utilizado um pino cilíndrico roscado com um diâmetro 5 mm e um *shoulder* côncavo com diâmetro de 19 mm. Esta relação de diâmetros permite com que o *shoulder* tenha uma maior área de contacto com o material de base, permitindo assim confinar melhor o fluxo de material extraído pelo pino. Azizieh et al. [35] conseguiram compósitos de qualidade de AZ31 com Al_2O_3 com um pino cilíndrico com 6 mm de diâmetro e o *shoulder* com 18 mm de diâmetro. Nesta dissertação, com os dados dos ensaios anteriores, concluiu-se que a amplitude de diâmetros devia ser maior pelos motivos acima referidos.

Procederam-se a alguns ensaios preliminares na mesma *sandwich*, mas com um $h_p = 5,6$ mm o pino fraturou devido aos esforços que sofreu, nomeadamente, ao momento flexor alternado. Ainda foram realizados alguns ensaios na mesma *sandwich*, com um comprimento de pino inferior ($h_p = 3,4$ mm) para apurar parâmetros para o novo conjunto ferramenta. Concluiu-se que o rácio de velocidades $\omega/v = 560/180 = 3,11$ rev/mm apresentava boas características, sendo também o rácio que oferece o menor aumento de temperatura devido às rotações mais reduzidas.

4.4. Produção de compósito de AZ31B com partículas de HA

Os novos parâmetros de operação definidos foram aplicados a um conjunto de AZ31B 2 mm + AZ31B 2 mm com a adição de partículas de HA. O espaçador entre chapas foi constituído por 9 camadas de fita *Kapton*, o que equivale a uma espessura de 0,6 mm e corresponde a um volume de cerca de 2700 mm³ de partículas. Foi possível realizar o ensaio com duas passagens da ferramenta em que o processo se manteve estável. A partir do início da terceira passagem, o processo começou a instabilizar originando uma zona processada em que se dá a destruição do cordão, como ilustrado na Figura 4.10:



Figura 4.10. UFSP de AZ31B com partículas de HA.

4.4.1. Compósito produzido com variação do *Offset*

Neste ensaio os parâmetros foram iguais aos anteriores com a exceção do *offset* entre cada passagem da ferramenta, que passou para 1 mm. Esta alteração foi no sentido de garantir estabilidade ao processo, já que a segunda passagem ficaria ligeiramente mais afastada da linha de eixo do primeiro cordão. Assim, poderia não sofrer muita influência de possíveis defeitos internos originados na primeira passagem. Com isto, foi realizado um ensaio com 3 passagens da ferramenta, sendo que a terceira instabilizou a cerca de metade do percurso da ferramenta como é possível observar na Figura 4.11:

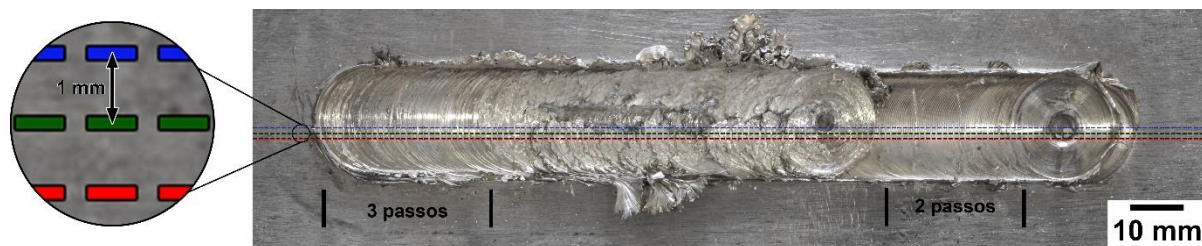


Figura 4.11. UFSP de AZ31B com variação de *offset*.

4.4.2. Compósito produzido com uma passagem da ferramenta

Neste ensaio testou-se o efeito da realização de apenas uma passagem da ferramenta por UFSP e analisou-se o resultado, uma vez que era difícil conseguir ensaios estáveis com duas ou três passagens da ferramenta. A passagem ocorreu de forma estável, com um bom acabamento superficial, apenas com um pequeno defeito no início do processo associado a uma falta de penetração ligeira da ferramenta que foi compensada até ao final do processo.

Contudo, quando a *sandwich* foi removida da base de cobre e a tensão dos parafusos libertada, o substrato superior separou-se do inferior. O cordão processado fissurou ao longo do seu comprimento (Figura 4.12 a)), o substrato superior empenou com o alívio de tensões (Figura 4.12 b)) e constatou-se que o pino mal entrou em contacto com o substrato inferior (Figura 4.12 c)).

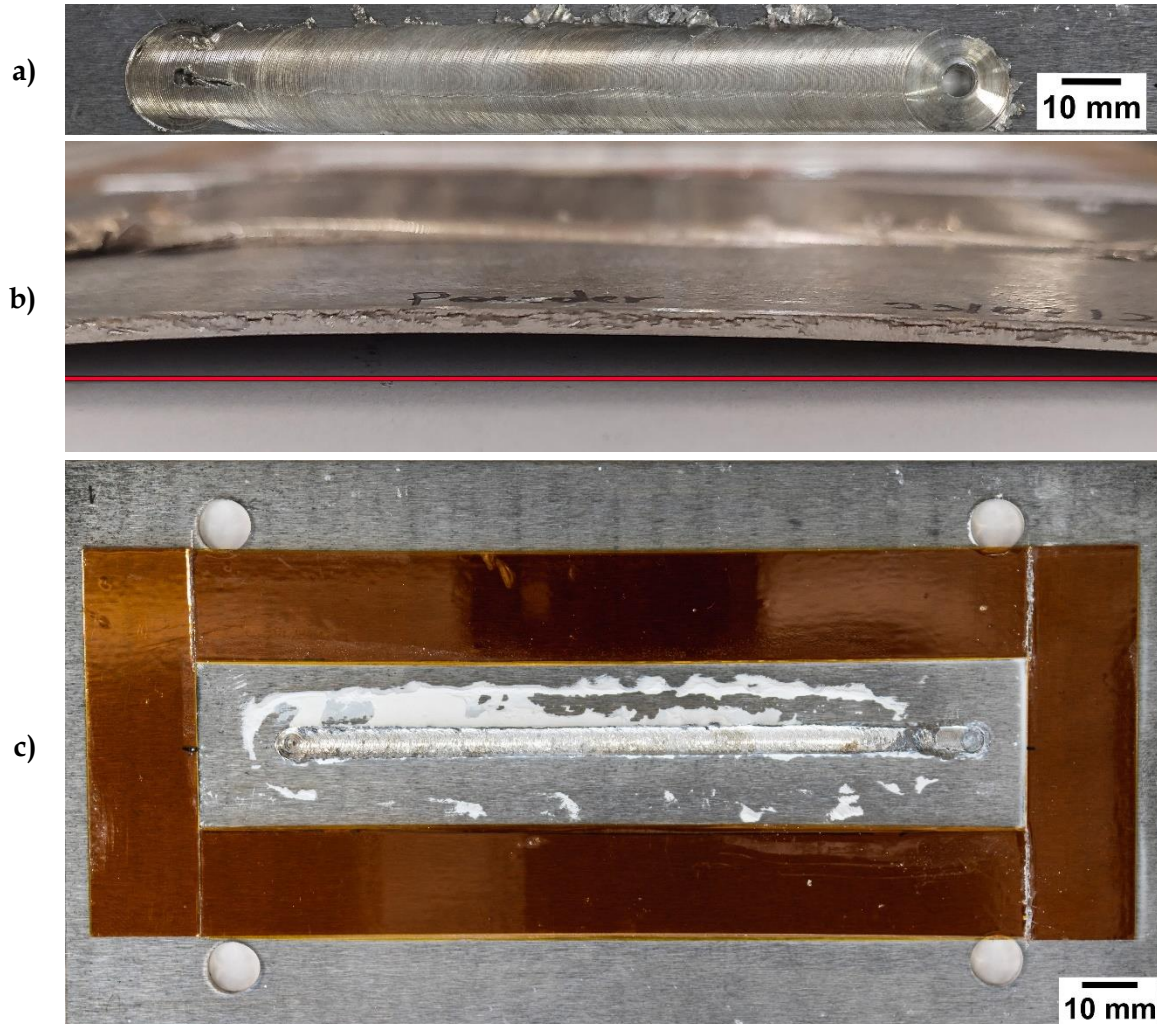


Figura 4.12. UFSP de AZ31B com HA realizado com uma passagem da ferramenta.
a) cordão fissurado; b) chapa empenada; c) chapa inferior com pouca penetração do pino.

4.4.3. Compósito produzido com redução de espessura do espaçador

Com os dados do ensaio anterior decidiu-se reduzir a espessura do espaçador entre os dois substratos do material e utilizaram-se 6 camadas de fita *Kapton*, o equivalente a 0.4 mm de espessura (volume de partículas 1800 mm³), face às 9 camadas anteriormente utilizadas. Os resultados obtidos continuam a mostrar a instabilidade no processo após a segunda passagem da ferramenta. Na Figura 4.13 é possível observar o aspeto do cordão após a realização de duas passagens para poder garantir pelo menos a ligação das duas chapas.



Figura 4.13. UFSP de AZ31B com HA com 0,4 mm de espaçador.

4.5. Efeito da refrigeração no processo

Visto que todas as tentativas para estabilizar o processo com a base refrigerada não foram bem-sucedidas, neste ensaio procedeu-se ao processamento de um conjunto AZ31B 2 mm + AZ31B 2 mm sem partículas e sem refrigeração ativa. O resultado foi muito positivo. Para além de o processo se ter mantido estável, foi possível realizar 7 passagens da ferramenta, algo que não foi possível alcançar nos ensaios anteriores. O aspeto final da zona processada está apresentado na Figura 4.14:



Figura 4.14. UFSP de AZ31B sem refrigeração.

Durante a realização do ensaio foi possível observar que o substrato superior sofria uma ligeira flexão quando o pino penetrava o material, como ilustrado na Figura 4.15:

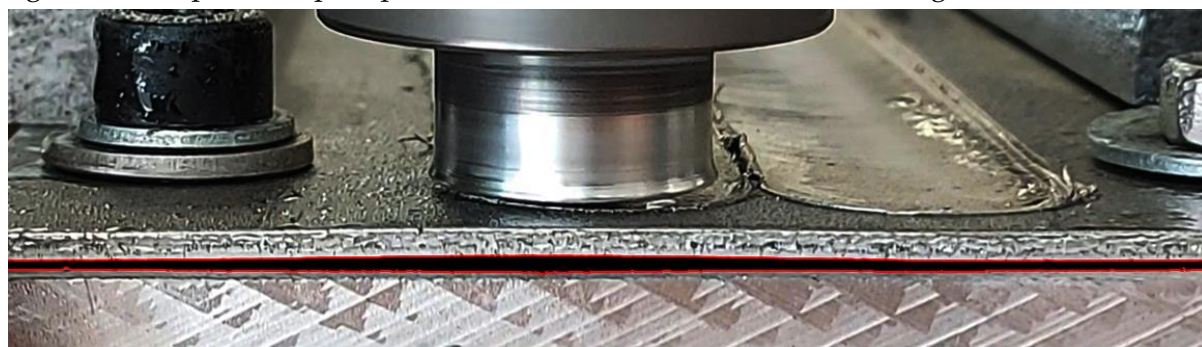


Figura 4.15. Fenómeno de flexão da chapa superior no início do processo.

Tratando-se de um material relativamente dúctil e sem refrigeração forçada, o substrato superior acabava por "amaciarse" com o aumento de temperatura originado pela rotação do pino e do *shoulder*. Este fenómeno não ocorre no material quando este é refrigerado ativa-

mente, ou seja, devido às baixas temperaturas a que se encontra, apresenta um comportamento frágil, o que faz com que qualquer perturbação durante o processamento, como por exemplo, libertação de tensões acumuladas, vibrações mecânicas, a presença de defeitos no material ou resultantes do processamento, conduzam à perda de estacionariedade do processo.

Com este novo dado e para melhorar a estabilidade do processo, adicionaram-se grampos de fixação ao sistema de fixação com a distribuição representada na Figura 4.16:

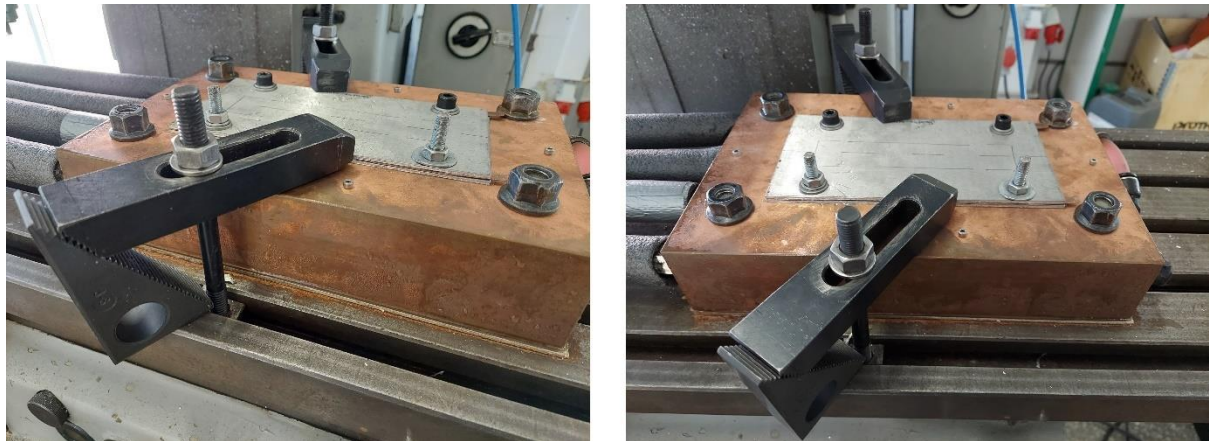


Figura 4.16. Sistema de fixação com grampos de fixação.

Com estas alterações ao sistema de fixação foi possível realizar com sucesso 6 passagens da ferramenta e com refrigeração ativa. O aspeto final da zona processada está apresentado na Figura 4.17.



Figura 4.17. UFSP de AZ31B com refrigeração.

As temperaturas que a ferramenta atingiu durante a realização dos ensaios, registadas com uma câmara termográfica, chegavam a um certo valor e mantinham-se constantes até ao fim do processamento. Os resultados experimentais mostraram que quando os parâmetros do processo permanecem constantes, a temperatura máxima também se mantém constante, atingindo-se um regime estacionário. No caso do ensaio sem refrigeração (Figura 4.18 a)), a ferramenta atingia em média 220 °C e mantinha-se constante até a retirada da mesma da chapa. No ensaio com refrigeração (Figura 4.18 b)) a ferramenta atingia cerca de 150 °C durante a realização das passagens. Salienta-se o facto de ter existido um tempo de espera entre cada

passagem da ferramenta para que a temperatura da mesma fosse igual em cada passo (cerca de 50 °C). No entanto, a temperatura no interior da ferramenta será superior ao detetado pela câmara termográfica.

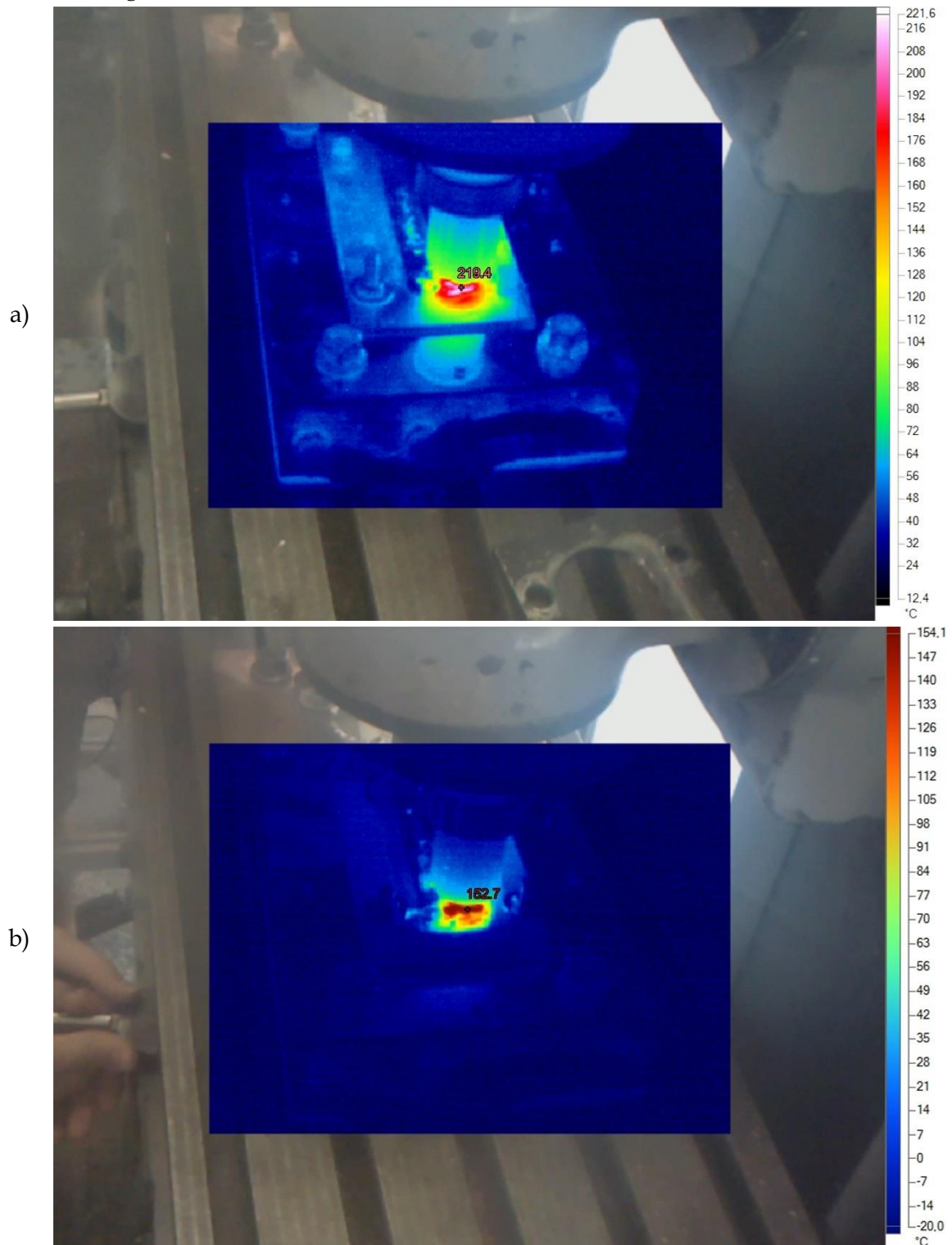


Figura 4.18. Temperaturas da ferramenta durante o processo.
a) sem refrigeração; b) com refrigeração.

Fang Chai et al. [36] estudaram a taxa de deformação de várias ligas metálicas com a temperatura. Para a liga AZ91 processada por PFL convencional e velocidades $\omega =$

700 rev/min e $v = 150$ mm/min, observou-se que o material atingiu cerca de 498 K (225 °C). Estes parâmetros assemelham-se ao utilizados nos ensaios desta dissertação e para o caso sem refrigeração as temperaturas foram semelhantes.

Uma análise de microscopia ótica foi realizada no material de base (Figura 4.19) e no magnésio processado (Figura 4.20). Foi possível observar diferenças no tamanho de grão na região interior do *nugget* e nas regiões exteriores ao mesmo. A Figura 4.20 a) e c) apresenta a microestrutura das amostras da chapa processada sem refrigeração em regiões fora do *nugget* e no interior do mesmo, respectivamente. É possível observar uma redução do tamanho de grão na zona de recristalização dinâmica após 7 passagens da ferramenta.

A Figura 4.20 b) e d) apresenta a microestrutura das amostras da chapa processada com refrigeração em regiões fora do *nugget* e no interior do mesmo, respectivamente.

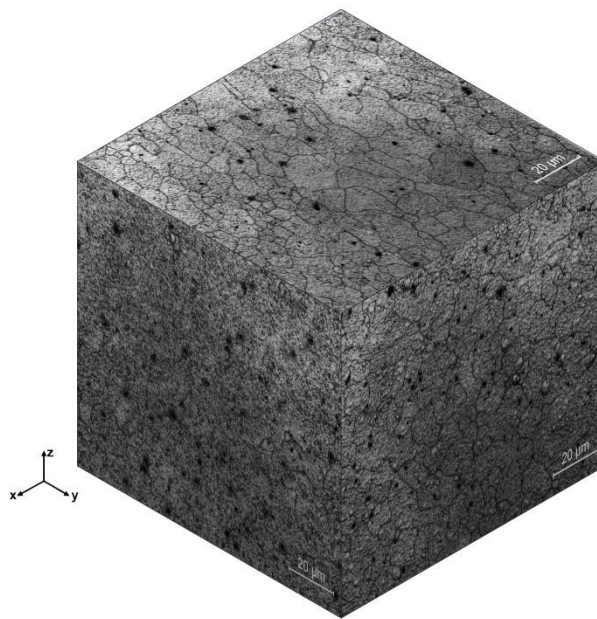


Figura 4.19. Morfologia de grão da liga AZ31B em três direções. A direção da laminagem é o eixo y.

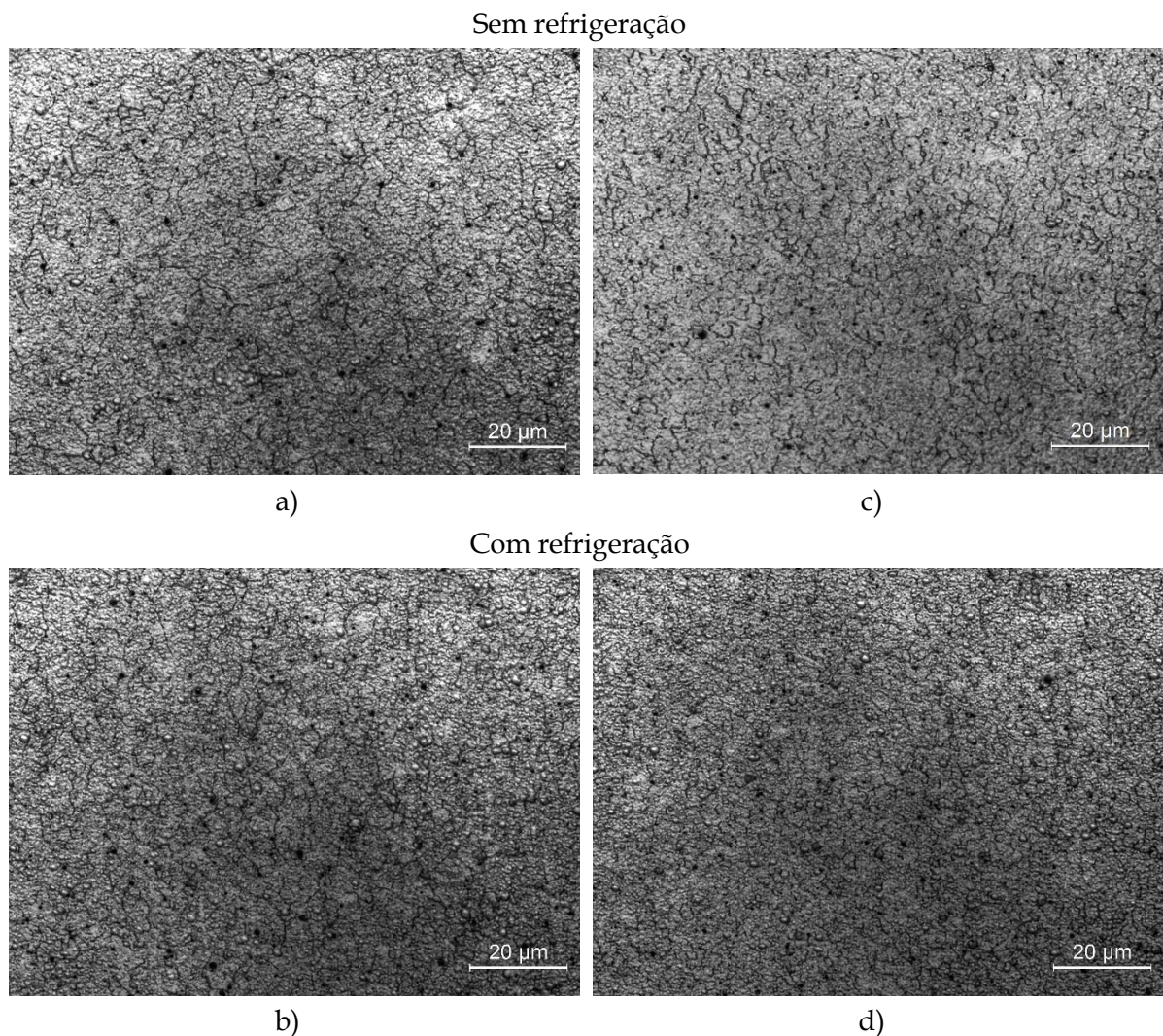


Figura 4.20. Micrografia de amostras de AZ31B sem partículas processadas por UFSP.
a) e b) zona fora do *nugget*; c) e d) zona interior do *nugget*.

Pelas micrografias é possível constatar que houve uma redução do tamanho de grão, bem mais acentuado no ensaio com refrigeração que o ensaio sem. Este fenômeno é devido ao gradiente térmico presente durante o processo. Apesar de existir um aquecimento localizado do material, que promove o crescimento de grão, este crescimento é contrariado pela redução de temperatura proveniente da refrigeração. É por estas razões que nos ensaios com a utilização de refrigeração ativa é possível obter um grão de tamanho mais reduzido, contudo, é um processo mais instável que o processo realizado a quente.

Realizaram-se ensaios de microdureza às amostras em análise, em que foram aplicadas várias indentações ao longo de uma linha, representada a traço interrompido amarelo na Figura 4.21 a) e b) e foi analisada a evolução dos valores de dureza na escala de Vickers com uma carga de 0,2 kgf.

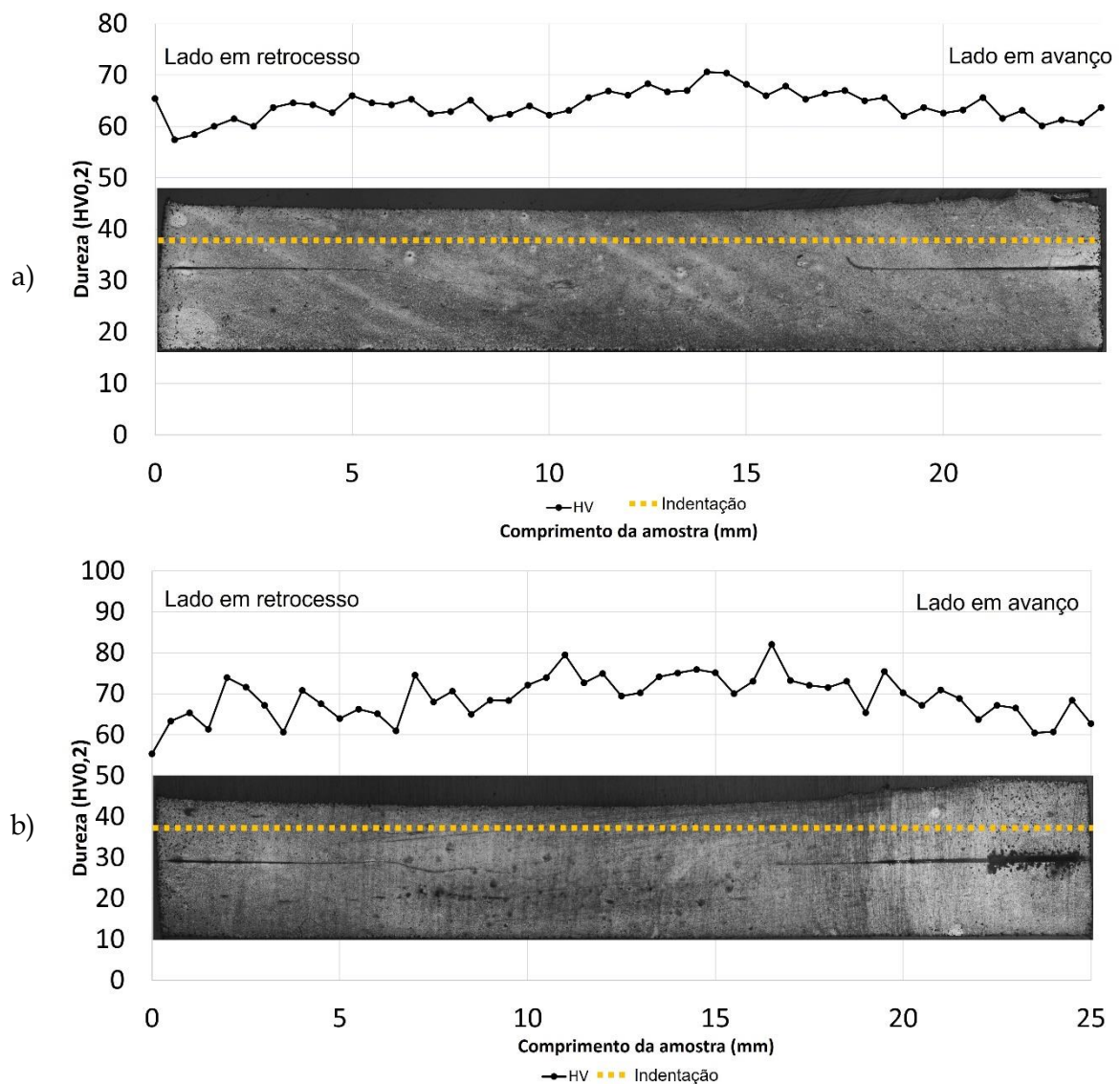


Figura 4.21. Perfis de microdureza de amostras de AZ31B processadas por UFSP sem partículas.
a) sem refrigeração; b) com refrigeração.

O valor médio de dureza medido para a amostra do ensaio com refrigeração correspondeu a $69,1 \pm 5,3$ HV0.2. Estes valores coincidem com o facto de o grão na zona de recristalização dinâmica ser mais refinado, sendo associado a valores de dureza superiores quando comparado com o valor de dureza do material base utilizado em laboratório (60 HV0.2).

O valor médio de dureza medido para a amostra do ensaio sem refrigeração correspondeu a $64,1 \pm 2,8$ HV0.2. Nesta situação, como o tamanho de grão não foi tão reduzido como no caso do ensaio com refrigeração, o aumento do valor da dureza foi ligeiramente inferior.

4.6. Produção de compósito com e sem refrigeração

Uma vez que o processamento do magnésio sem partículas foi conseguido com êxito no ensaio anterior, neste novo ensaio foi processado um novo conjunto AZ31B 2 mm + AZ31B 2 mm com um espaçador constituído por 6 camadas de fita *Kapton* (0,4 mm de espessura). Inicialmente, realizou-se o processo com refrigeração e apesar do novo sistema de fixação para constranger o conjunto com a base de cobre, o processo instabilizou na terceira passagem da ferramenta. O início da instabilidade foi detetado com a emissão de um som, semelhante à de uma fratura, proveniente do material. O aspeto da zona processada está apresentado na Figura 4.22 b):

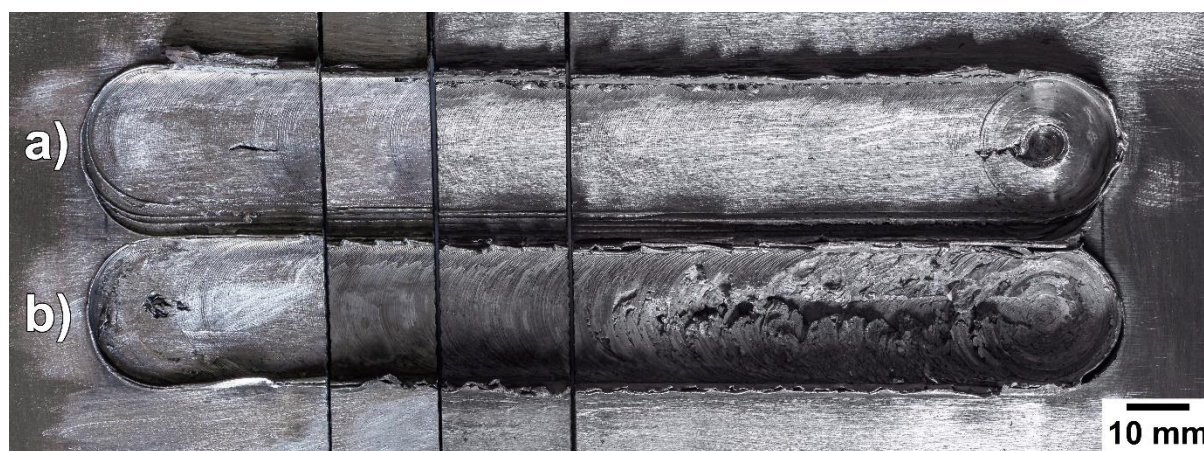


Figura 4.22. Produção de compósito por UFSP.
a) sem refrigeração; b) com refrigeração.

Na Figura 4.22 a) está representado a zona processada do ensaio sem refrigeração. Como este decorreu sem grandes percalços, foi possível realizar 6 passagens da ferramenta. A macrografia da amostra obtida está ilustrada na Figura 4.23:

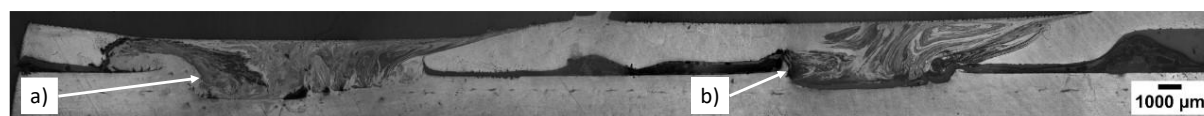


Figura 4.23. Macrografia do compósito obtido por UFSP.
a) sem refrigeração; b) com refrigeração.

Na Figura 4.23 é possível observar uma distribuição mais homogênea das partículas de HA no ensaio sem refrigeração, quando comparado com o ensaio com refrigeração. Esta característica também está associada ao número de passagens da ferramenta, ou seja, um maior número de passos, resultará numa melhor distribuição de partículas.

Uma análise de microscopia ótica (Figura 4.24) foi realizada nos compósitos produzidos. O objetivo era analisar em detalhe a distribuição das partículas de HA na matriz de magnésio e também comparar o tamanho de grão em algumas zonas das amostras.

A micrografia da zona processada do compósito produzido com refrigeração ilustra o fluxo de material durante o processo com uma tendência horizontal (Figura 4.24 a)) e a distribuição de partículas em formato de bandas (Figura 4.24 b)):

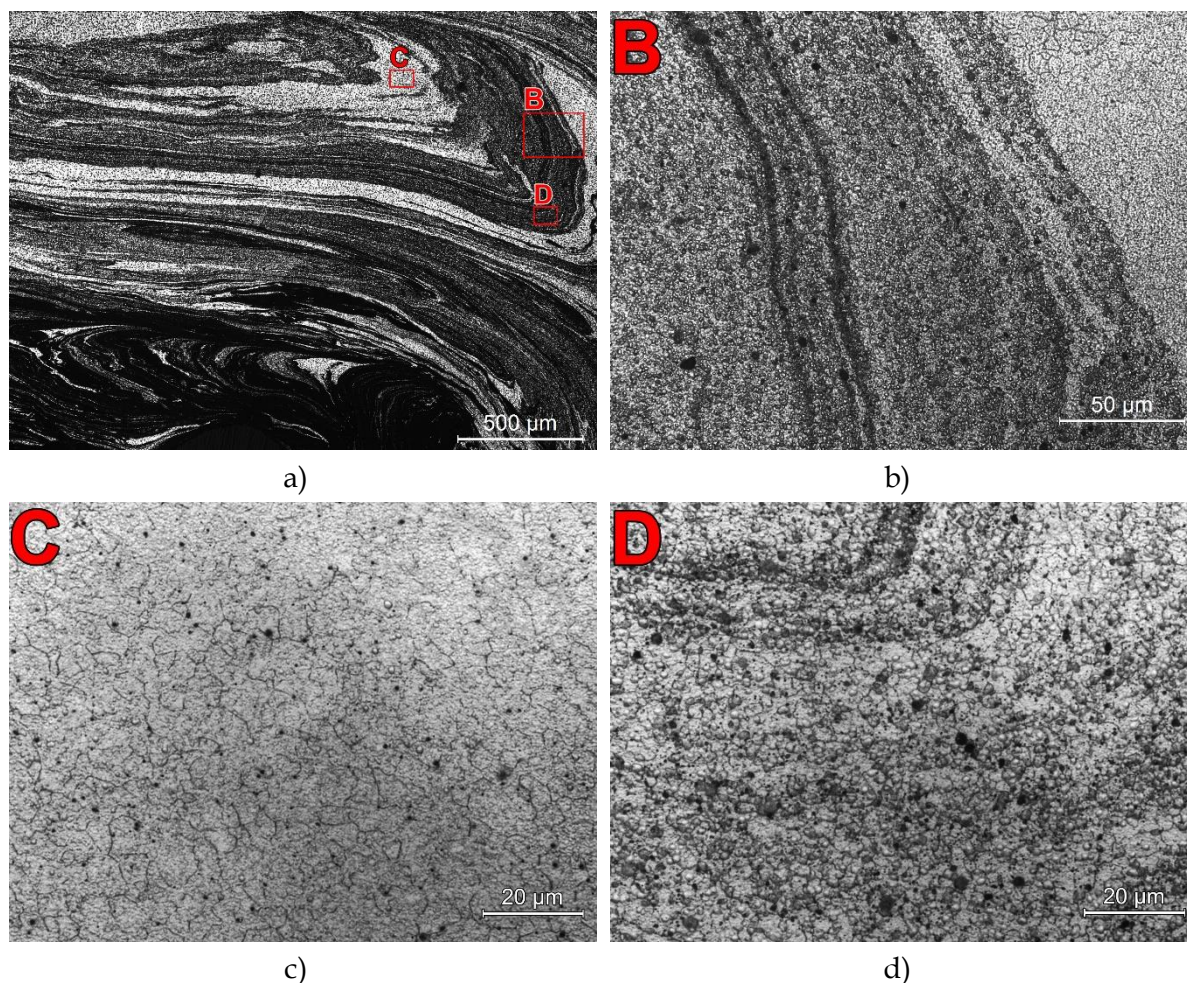


Figura 4.24. Micrografia zona do *nugget* do compósito produzido com refrigeração.

a) fluxo do material; b) distribuição por bandas de partículas de HA. c) zona desprovida de partículas de HA; d) zona com partículas.

Na Figura 4.24 c) é possível observar zonas do *nugget* sem partículas, ou seja, que a distribuição das mesmas não foi uniforme e zonas com partículas (Figura 4.24 d)). A zona processada sofreu uma redução do tamanho de grão, o que é espektável do processo, mas para os parâmetros de operação, especialmente a velocidade de rotação e o número de passagens da ferramenta, a distribuição de partículas não foi muito homogênea, o que resultou nas zonas desprovidas de partículas.

A micrografia da zona processada do compósito produzido sem refrigeração ilustra o fluxo de material com uma tendência vertical em direção à ferramenta (Figura 4.25 a)) e apresenta uma melhor distribuição das partículas na matriz de magnésio (Figura 4.25 b)).

A zona de recristalização dinâmica também apresenta zona com bandas de partículas e zonas sem (Figura 4.25 c)), mas em muito menor número que o ensaio com refrigeração. É notório também uma redução do tamanho grão na transição da ZTMA para a zona do *nugget* (Figura 4.25 d)).

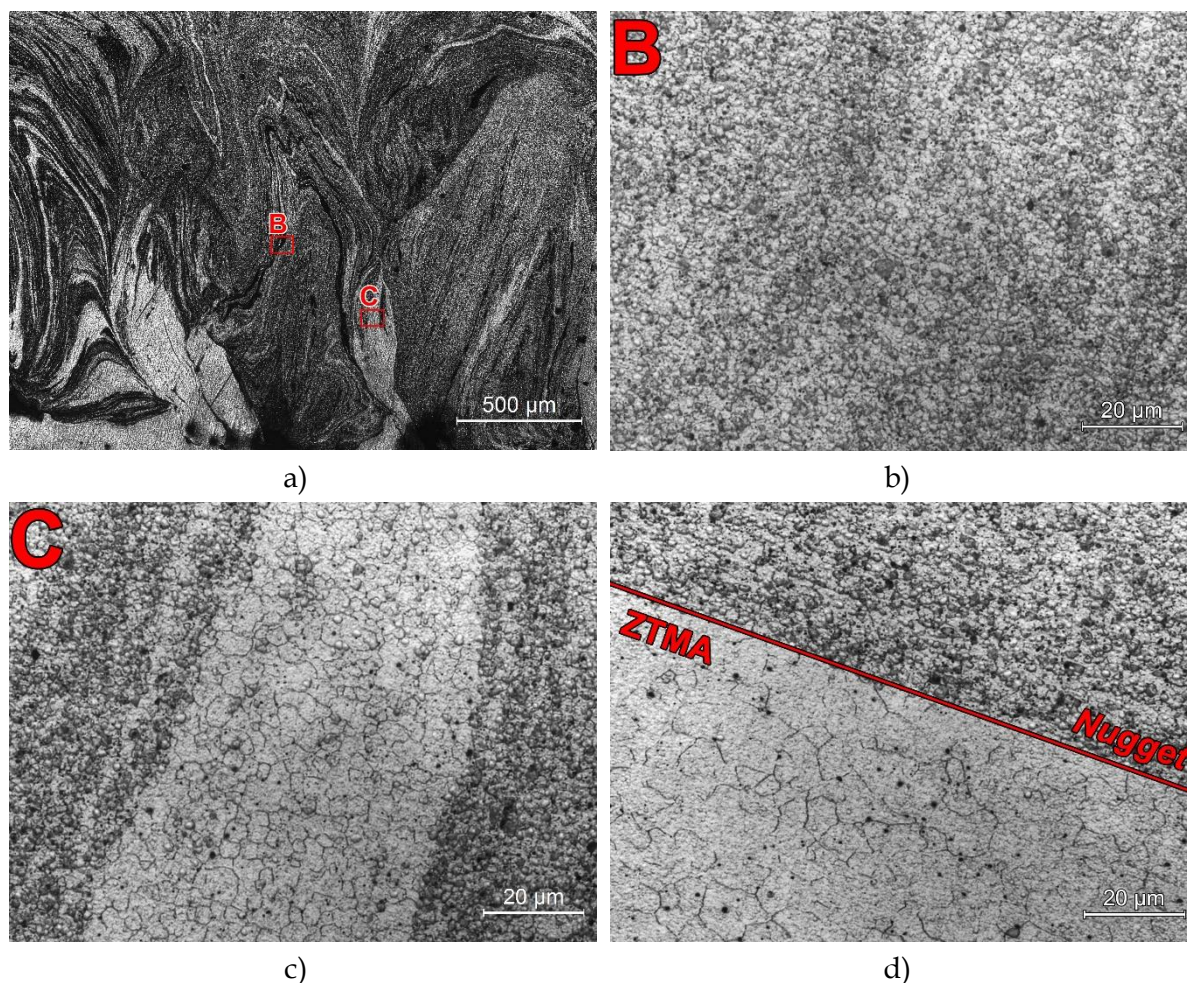


Figura 4.25. Micrografia zona do *nugget* do compósito produzido sem refrigeração.

- a) fluxo do material; b) distribuição de partículas de HA no *nugget*; c) zona por bandas de partículas de HA; d) zona de transição da ZTMA para o *nugget*.

Uma análise de microscopia eletrônica de varrimento (Figura 4.26) foi realizada aos compósitos produzidos no sentido de analisar a presença e distribuição de partículas de HA na matriz de magnésio. Para tal, foram comparadas as distribuições elementares nos compósitos dos ensaios com refrigeração (Figura 4.26 a)) e sem refrigeração (Figura 4.26 e)).

Na Figura 4.26 c) e d) é possível observar a distribuição dos elementos de fósforo (P) e cálcio (Ca) na matriz de magnésio (Mg) (Figura 4.26 b)), para os compósitos obtidos com refrigeração. Na Figura 4.26 g) e h) é possível observar a distribuição dos mesmos elementos, para os compósitos obtidos sem refrigeração. Observou-se que existe uma melhor distribuição e mistura dos elementos para os compósitos obtidos sem refrigeração. Este resultado coincide com a macrografia da Figura 4.23 em que é possível observar uma distribuição mais homogênea sem a utilização de base refrigerada. Uma melhor distribuição de partículas, de natureza cerâmica, pode estar associada a um aumento na dureza do compósito obtido, que será analisada de seguida.

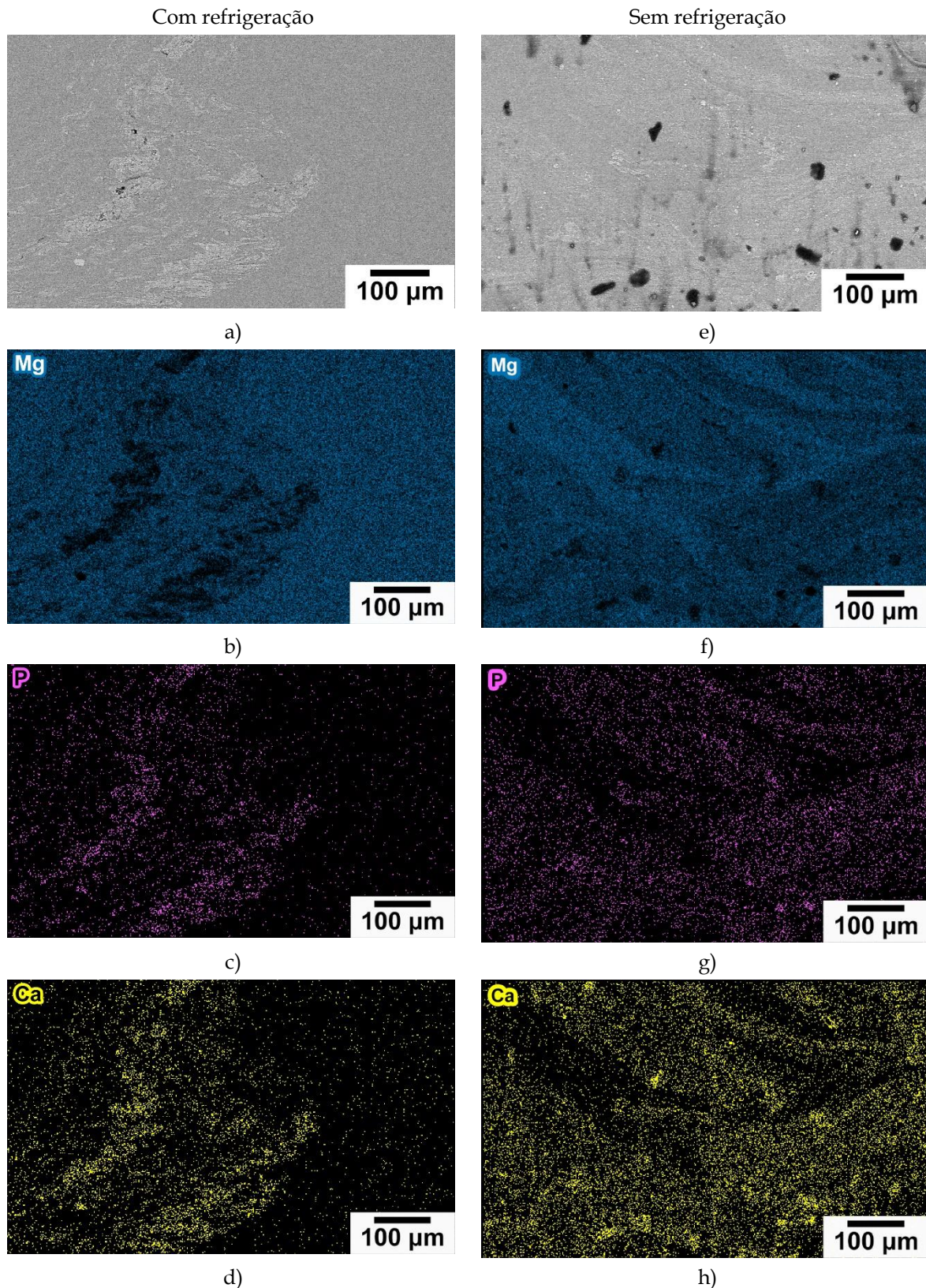


Figura 4.26. Distribuição atômica das partículas de HA na matriz de magnésio.
a) composto sem refrigeração; e) composto com refrigeração;
Mapas de EDS: b) e f) Mg; c) e g) P; d) e h) Ca.

Yee-Hsien Ho et al. [20] incorporaram partículas de HA na matriz de magnésio AZ31B. Os parâmetros de operação foram $\omega = 900 \text{ rev/min}$, $v = 30 \text{ mm/min}$, $\alpha = 3^\circ$ e 10 passagens da

ferramenta para garantir uma mistura e incorporação mais uniforme das partículas. Conseguiram desta forma uma distribuição homogênea de partículas de HA na matriz de magnésio. Apesar do volume de partículas utilizado na dissertação não ser comparável com o do estudo, uma vez que os autores pesaram a massa das partículas e na dissertação foi apenas considerado o seu volume, foi possível obter uma distribuição homogênea das partículas no ensaio sem refrigeração, com apenas 6 passagens da ferramenta.

Foram realizados ensaios de microdureza aos compósitos obtidos para ver as diferenças nos valores de dureza quando o material é processado com ou sem refrigeração. Também pretendeu-se estudar a influência da distribuição das partículas de HA na dureza dos compósitos obtidos.

A Figura 4.27 ilustra a evolução dos valores de dureza na escala de Vickers ao longo da amostra do compósito produzido com refrigeração. Foi possível constatar que o valor médio de dureza foi de $74,4 \pm 7,0$ HV0.2, sendo notório o aumento da dureza da zona do material base para a zona de recristalização dinâmica.

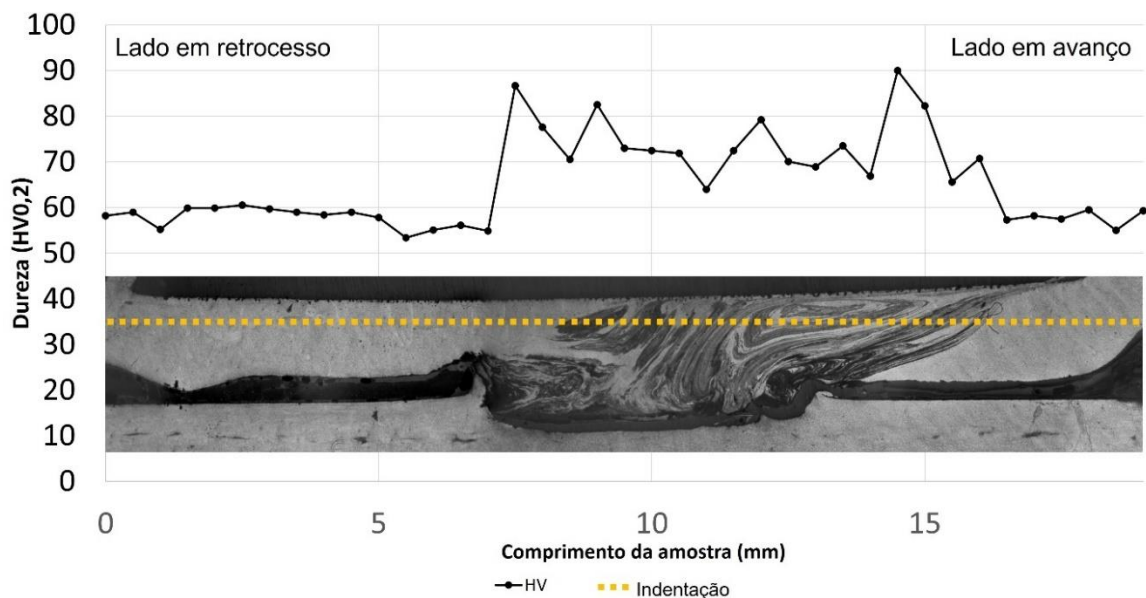


Figura 4.27. Perfil de microdureza do compósito obtido com refrigeração.

Para o compósito obtido sem refrigeração, o valor médio de dureza da amostra foi de $74,6 \pm 5,2$ HV0.2 (Figura 4.28). Os valores médios de dureza foram muito semelhantes tanto para o caso com refrigeração como sem refrigeração. A adição de partículas cerâmicas elevou o valor médio da dureza na zona do *nugget*, no entanto esta transição foi menos acentuada no caso sem refrigeração, o que pode estar associado à melhor distribuição e incorporação das partículas, como observado por microscopia eletrônica de varrimento. Os valores de dureza são comparáveis e semelhantes aos de outros estudos presentes na literatura, apesar de terem sido usadas cargas diferentes nas medições. Isto porque a partir de uma certa carga, entra-se numa região de patamar, em que o valor da dureza não depende da carga aplicada, o que pode ser o caso da liga em estudo [37].

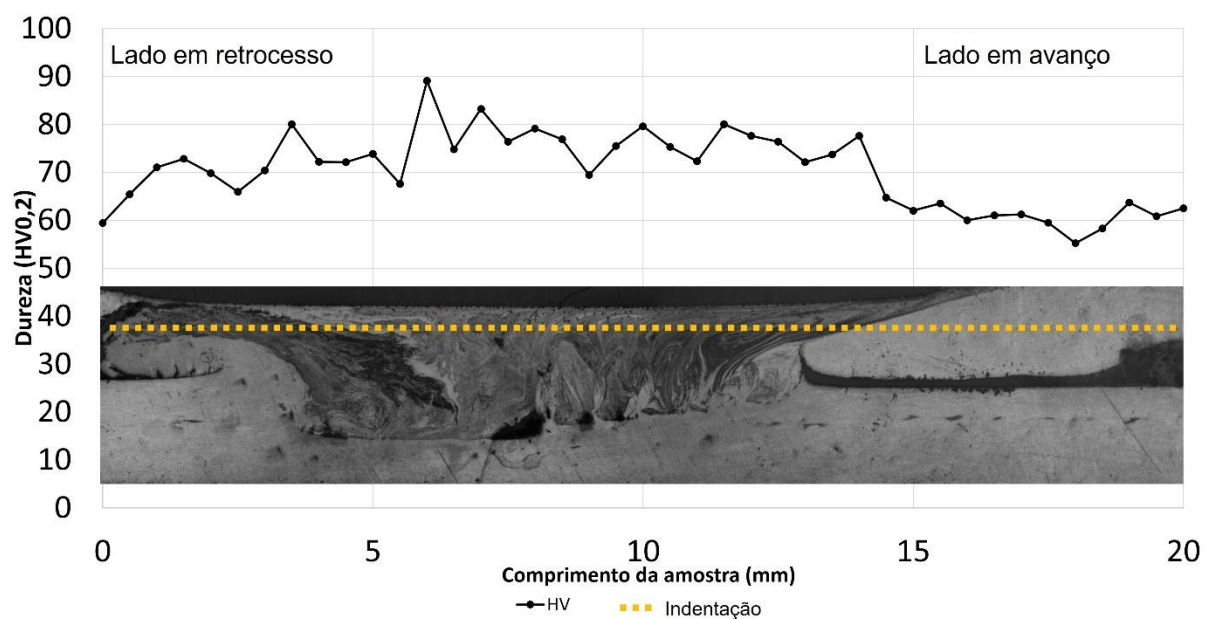


Figura 4.28. Perfil de microdureza do compósito obtido sem refrigeração.

Abbasi et al. [14] observaram que a dureza nos compósitos de AZ91 com partículas de SiC e Al_2O_3 aumentava com o número de passagens da ferramenta. O aumento do número de passagens leva à redução do tamanho de grão e permite uma melhor distribuição e incorporação de partículas cerâmicas na matriz, elevando assim a dureza dos compósitos, como foi observado nos compósitos com HA obtidos com refrigeração e sem refrigeração.

CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

Neste capítulo são apresentadas as conclusões que foram retiradas do trabalho realizado no âmbito desta dissertação. Serão também apresentadas sugestões para trabalhos futuros.

5.1. Conclusões

A principal conclusão que foi possível retirar da realização deste trabalho é de que o processamento da liga de magnésio AZ31B é de difícil execução com a utilização de base refrigerada. O fator crucial para o sucesso do processo é a fixação da *sandwich*. Quanto mais constrangido for o conjunto, mais estável será o processo.

Não foi possível garantir o controlo da força axial durante o processo, sendo realizada de forma manual, o que pode induzir instabilidade no processo e diferenças nos resultados.

A razão de velocidades que garantiu a maior estabilidade ao processo foi de 3,11 rev/mm, com $\omega = 560$ rev/min e $v = 180$ mm/min.

Um conjunto ferramenta constituído por um pino cilíndrico roscado de 5 mm de diâmetro e por um *shoulder* de 19 mm de diâmetro, foi o que garantiu o maior confinamento do material na chapa e a maior reprodutibilidade do processo.

Um espaçador de cerca de 0,4 mm de espessura entre chapas é o mais adequado para garantir a soldabilidade do conjunto, para o comprimento de pino utilizado.

Garantir um *offset* de 1 mm entre cada passagem da ferramenta ajudou na estabilidade do processo.

O tamanho de grão apresentou dimensões mais reduzidas nos ensaios com refrigeração quando comparado com os ensaios sem refrigeração.

A incorporação e distribuição de partículas de HA foi mais homogênea nos ensaios sem refrigeração.

Os valores de dureza das amostras sem partículas não sofreram alterações significativas, no entanto, as amostras obtidas com refrigeração apresentaram valores de dureza superiores aos das amostras obtidas sem refrigeração.

Nos compósitos obtidos com e sem refrigeração, os valores de dureza foram semelhantes, no entanto a transição do material base para o *nugget* foi menos acentuada no caso sem refrigeração, pelo facto de ter registado uma melhor incorporação e distribuição de partículas.

A temperatura da ferramenta atingiu 220 °C sem refrigeração da base e 150 °C com refrigeração.

Deve-se garantir um tempo de espera entre cada passagem da ferramenta, para garantir uma redução da temperatura da ferramenta para valores abaixo dos 50 °C.

5.2. Trabalhos Futuros

Para a continuação deste projeto sugere-se a realização de análises de biocompatibilidade dos compósitos obtidos.

A nível do processo, caso seja utilizada a base refrigerada, é aconselhado um sistema de fixação das chapas que garanta a imutabilidade da *sandwich* que se pretende processar. Se possível, utilizar chapas com mais espessura para garantir a robustez do conjunto e desenvolver ferramentas adequadas a esta mudança (como o diâmetro do pino e do *shoulder*).

Testar a viabilidade do aumento da velocidade de rotação para garantir uma maior mistura e distribuição das partículas.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Z. Y. Ma, "Friction stir processing technology: A review," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 39 A, no. 3, pp. 642–658, 2008, doi: 10.1007/s11661-007-9459-0.
- [2] R. S. Mishra and Z. Y. Ma, "Friction stir welding and processing," *Mater. Sci. Eng. R Reports*, vol. 50, no. 1–2, pp. 1–78, 2005, doi: 10.1016/j.mser.2005.07.001.
- [3] K. Li, X. Liu, and Y. Zhao, "Research status and prospect of friction stir processing technology," *Coatings*, vol. 9, no. 2, 2019, doi: 10.3390/COATINGS9020129.
- [4] H. Taheri *et al.*, "Investigation of nondestructive testing methods for friction stirwelding," *Metals (Basel)*, vol. 9, no. 6, pp. 1–22, 2019, doi: 10.3390/met9060624.
- [5] R. M., J. Gandra, and P. Vila, "Surface Modification by Friction Based Processes," *Mod. Surf. Eng. Treat.*, pp. 1–20, 2013, doi: 10.5772/55986.
- [6] A. L. Biro, B. F. Chenelle, and D. A. Lados, "Processing, microstructure, and residual stress effects on strength and fatigue crack growth properties in friction stir welding: A review," *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 43, no. 6, pp. 1622–1637, 2012, doi: 10.1007/s11663-012-9716-5.
- [7] M. A. García-Bernal, R. S. Mishra, R. Verma, and D. Hernández-Silva, "Influence of friction stir processing tool design on microstructure and superplastic behavior of Al-Mg alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 670, pp. 9–16, 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.05.115.
- [8] E. R. I. Mahmoud, M. Takahashi, T. Shibayanagi, and K. Ikeuchi, "Effect of friction stir processing tool probe on fabrication of SiC particle reinforced composite on aluminium surface," *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 14, no. 5, pp. 413–425, 2009, doi: 10.1179/136217109X406974.
- [9] V. Patel, W. Li, and Y. Xu, "Stationary shoulder tool in friction stir processing: a novel low heat input tooling system for magnesium alloy," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 34, no. 2, pp. 177–182, 2019, doi: 10.1080/10426914.2018.1544716.
- [10] A. Kurt, I. Uygur, and E. Cete, "Surface modification of aluminium by friction stir processing," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 211, no. 3, pp. 313–317, 2011, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2010.09.020.
- [11] P. Asadi, G. Faraji, and M. K. Besharati, "Producing of AZ91/SiC composite by friction stir processing (FSP)," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 51, no. 1–4, pp. 247–260, 2010, doi: 10.1007/s00170-010-2600-z.
- [12] A. Banik, B. Saha Roy, J. Deb Barma, and S. C. Saha, "An experimental investigation of torque and force generation for varying tool tilt angles and their effects on microstructure and mechanical properties: Friction stir welding of AA 6061-T6," *J. Manuf. Process.*, vol. 31, pp. 395–404, 2018, doi: 10.1016/j.jmapro.2017.11.030.
- [13] G. Venkateswarlu, D. Devaraju, M. J. Davidson, B. Kotiveerachari, and G. R. N. Tagore, "Effect of overlapping ratio on mechanical properties and formability of friction stir processed Mg AZ31B alloy," *Mater. Des.*, vol. 45, pp. 480–486, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2012.08.031.

- [14] M. Abbasi, B. Bagheri, M. Dadaei, H. R. Omidvar, and M. Rezaei, "The effect of FSP on mechanical, tribological, and corrosion behavior of composite layer developed on magnesium AZ91 alloy surface," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 77, no. 9–12, pp. 2051–2058, 2015, doi: 10.1007/s00170-014-6577-x.
- [15] D. Khayyamin, A. Mostafapour, and R. Keshmiri, "The effect of process parameters on microstructural characteristics of AZ91/SiO₂ composite fabricated by FSP," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 559, pp. 217–221, 2013, doi: 10.1016/j.msea.2012.08.084.
- [16] Y. X. Gan, D. Solomon, and M. Reinbolt, "Friction stir processing of particle reinforced composite materials," *Materials (Basel)*, vol. 3, no. 1, pp. 329–350, 2010, doi: 10.3390/ma3010329.
- [17] B. R. Sunil, G. P. K. Reddy, H. Patle, and R. Dumpala, "Magnesium based surface metal matrix composites by friction stir processing," *J. Magnes. Alloy.*, vol. 4, no. 1, pp. 52–61, 2016, doi: 10.1016/j.jma.2016.02.001.
- [18] F. Liu, Y. Ji, Z. Sun, G. Wang, and Y. Bai, "Enhancing corrosion resistance of Al-Cu/AZ31 composites synthesized by a laser cladding and FSP hybrid method," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 34, no. 13, pp. 1458–1466, 2019, doi: 10.1080/10426914.2019.1661432.
- [19] D. Qin, H. Shen, Z. Shen, H. Chen, and L. Fu, "Manufacture of biodegradable magnesium alloy by high speed friction stir processing," *J. Manuf. Process.*, vol. 36, no. June, pp. 22–32, 2018, doi: 10.1016/j.jmapro.2018.09.019.
- [20] Y. H. Ho *et al.*, "In-vitro biomineralization and biocompatibility of friction stir additively manufactured AZ31B magnesium alloy-hydroxyapatite composites," *Bioact. Mater.*, vol. 5, no. 4, pp. 891–901, 2020, doi: 10.1016/j.bioactmat.2020.06.009.
- [21] Y. H. Ho, S. S. Joshi, T. C. Wu, C. M. Hung, N. J. Ho, and N. B. Dahotre, "In-vitro bio-corrosion behavior of friction stir additively manufactured AZ31B magnesium alloy-hydroxyapatite composites," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 109, no. October 2019, p. 110632, 2020, doi: 10.1016/j.msec.2020.110632.
- [22] S. Rathee, S. Maheshwari, A. N. Siddiquee, and M. Srivastava, "Distribution of reinforcement particles in surface composite fabrication via friction stir processing: Suitable strategy," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 33, no. 3, pp. 262–269, 2018, doi: 10.1080/10426914.2017.1303147.
- [23] T. Thankachan, K. S. Prakash, and V. Kavimani, "Investigating the effects of hybrid reinforcement particles on the microstructural, mechanical and tribological properties of friction stir processed copper surface composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 174, no. February, p. 107057, 2019, doi: 10.1016/j.compositesb.2019.107057.
- [24] V. Sharma, Y. Gupta, B. V. M. Kumar, and U. Prakash, "Friction Stir Processing Strategies for Uniform Distribution of Reinforcement in a Surface Composite," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 31, no. 10, pp. 1384–1392, 2016, doi: 10.1080/10426914.2015.1103869.
- [25] V. Sharma, U. Prakash, and B. V. M. Kumar, "Surface composites by friction stir processing: A review," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 224, pp. 117–134, 2015, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2015.04.019.
- [26] B. Ratna Sunil, T. S. Sampath Kumar, U. Chakkingal, V. Nandakumar, and M. Doble, "Nano-hydroxyapatite reinforced AZ31 magnesium alloy by friction stir processing: A solid state processing for biodegradable metal matrix composites," *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, vol. 25, no. 4, pp. 975–988, 2014, doi: 10.1007/s10856-013-5127-7.
- [27] T. G. S. P.L. Inácio, F. Nogueira, F.B. Ferreira, C. Vidal, N. Schell, T. Tero, P. Vilaça, J.P. Oliveira, "Functionalized material production via multi-stack Upstream Friction Stir Processing (UFSP)," pp. 1–27, 2020.
- [28] "Magnesium AZ31B-O, Annealed Sheet." <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=ac0c011a4d6a4948ac7b>

- 56c07f91b95f&ckck=1.
- [29] S. Ugender, A. Kumar, and A. S. Reddy, "Microstructure and Mechanical Properties of AZ31B Magnesium Alloy by Friction Stir Welding," *Procedia Mater. Sci.*, vol. 6, no. Icmprc, pp. 1600–1609, 2014, doi: 10.1016/j.mspro.2014.07.143.
 - [30] E. R. I. Mahmoud, K. Ikeuchi, and M. Takahashi, "Fabrication of SiC particle reinforced composite on aluminium surface by friction stir processing," *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 13, no. 7, pp. 607–618, 2008, doi: 10.1179/136217108X333327.
 - [31] A. V. and N. K. Hariom Tripathi, Ajaya Bharti, "Effect of Tool Rotation on Microstructure and Hardness of AZ31 Mg Alloy Processed by FSP," in *Advances in Mechanical Engineering*, Springer, 2020, pp. 677–684.
 - [32] W. Woo, H. Choo, M. B. Prime, Z. Feng, and B. Clausen, "Microstructure, texture and residual stress in a friction-stir-processed AZ31B magnesium alloy," *Acta Mater.*, vol. 56, no. 8, pp. 1701–1711, 2008, doi: 10.1016/j.actamat.2007.12.020.
 - [33] F. S. Nogueira, "Processamento e reforço de matérias no estado sólido," 2019.
 - [34] Z. Y. Ma, S. R. Sharma, and R. S. Mishra, "Microstructural modification of As-cast Al-Si-Mg alloy by friction stir processing," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 37, no. 11, pp. 3323–3336, 2006, doi: 10.1007/BF02586167.
 - [35] M. Azizieh, A. H. Kokabi, and P. Abachi, "Effect of rotational speed and probe profile on microstructure and hardness of AZ31/Al₂O₃ nanocomposites fabricated by friction stir processing," *Mater. Des.*, vol. 32, no. 4, pp. 2034–2041, 2011, doi: 10.1016/j.matdes.2010.11.055.
 - [36] F. Chai, D. Zhang, Y. Li, and W. Zhang, "High strain rate superplasticity of a fine-grained AZ91 magnesium alloy prepared by submerged friction stir processing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 568, pp. 40–48, 2013, doi: 10.1016/j.msea.2013.01.026.
 - [37] J. Antunes, "A indentação de materiais maciços e filmes finos: modelação e análise inversa," p. 197, 2006.



2022

Mihail Vasilache

PROCESSAMENTO NO ESTADO SÓLIDO DE COMPÓSITOS DE MAGNÉSIO COM PARTÍCULAS BIOATIVAS