

# CIÊNCIA & TECNOLOGIA DOS MATERIAIS

DI  
VI  
SÕES

2022  
VOL. 34

Nº1

## A NOVA GERAÇÃO PELOS MATERIAIS

EDI  
TO  
RIAL

NO  
TÍ  
CI  
AS

REVISTA



SOCIEDADE  
PORTUGUESA DE  
MATERIAIS

WWW.ECNDT2023.ORG



SAVE  
THE  
NEW  
DATE



**13<sup>th</sup> ECNDT**  
3-7 JULY 2023 | LISBON

**3-7 JULY 2023 | LISBON**  
**EUROPEAN CONFERENCE  
ON NON-DESTRUCTIVE  
TESTING**

**WWW.ECNDT2023.ORG**

**ORGANIZING ENTITIES**



**PLATINIUM SPONSORS**



**BRONZE SPONSORS**



**WITH THE  
SUPPORT**



**INSTITUTIONAL  
SUPPORT**



**INSTITUTIONAL SPONSORS**



**PUBLISHER AND  
MEDIA PARTNER**



**CONTACT INFORMATION**

AIM GROUP INTERNATIONAL – LISBON OFFICE  
EMAIL [ecndt2023@aimgroup.eu](mailto:ecndt2023@aimgroup.eu)  
TEL +351 21 324 50 62





## FICHA TÉCNICA

**DIRETOR**  
Jorge Lino

**DIRETOR ADJUNTO**  
Vitor Francisco

**CONSELHO EDITORIAL**  
Manuela Oliveira  
Joana Sousa

**EDITOR CONVIDADO**  
Divisão Técnica J-SPM  
(Vitor Carneiro)

**PROPRIEDADE E REDACÇÃO**  
Sociedade Portuguesa de Materiais

**PAGINAÇÃO**  
WOP / World of Printing

Sociedade Portuguesa de Materiais  
Apartado 4538 EC Carnide  
1511-970 Lisboa

BEM-VINDO!



## ÍNDICE

**05 EDITORIAL**

. A Nova Geração pelos Materiais

**06 ARTIGOS DE OPINIÃO**

. Materiais para Ferramentas de Corte: Novos Desafios

. Challenges for future Material Scientists

. We need an "Internet of Materials" to get from lab to market faster

**20 ENTREVISTA**

. Cláudia Ranito: A Dra Bones Portuguesa

**22 ARTIGOS**

. Estudo da Afição e Modificação de Banho Metálicos da Liga AlSi7Mg0.3 Através da Técnica de Análise Térmica

. Crackfree – Materiais Metálicos Autorreparáveis

. Nanomateriais do Futuro: Nanotecnologia Aplicada ao Tratamento de Águas

. O Efeito da Espessura de Camada Depositada em Sólidos Celulares Não-Estocásticos Obtidas por Fabricação Aditiva

**39 PERSPETIVAS**

. A Nova Geração pelos Materiais

**41 DISSEMINAÇÃO DE PROJETOS I&DT**

. LocalEnergy

. Soluções Sustentáveis para Reajuste Acessível de Edifícios Domésticos

. O Fabrico Aditivo de Materiais Metálicos

. Desenvolvimento de Compostos Expansíveis para a Indústria do Calçado

**60 DIVISÕES TÉCNICAS**

. Apresentação de todas as DT'S

**62 NOTÍCIAS E EVENTOS**

. Materiais 2022

. VIII Encontro Dia Mundial da Sensibilização para a Corrosão

. Seminário "Tendências e Desafios da Maquinagem"

. FEMS Junior Euromat 2022

. Summer School "Materials for Energy Transition"

. 3ª Edição do Evento "Sustainable and Smart Advanced Manufacturing"

. Dia Mundial dos Materiais 2022

. Enem 2022

. 8ª Jornadas de Corrosão e Proteção de Materiais

. Seminário de Fabrico Aditivo: Presente e Futuro

**70 EMPRESAS**

. Energia Verde - Círculo do Hidrogénio - Economia do Hidrogénio

**73 LISTA DE PERITOS E SÓCIOS COLETIVOS**





# A NOVA GERAÇÃO PELOS MATERIAIS



VÍTOR CARNEIRO

***Os elementos já existiam antes do nosso nascimento, assim, a matéria que nos rodeia não depende da nossa idade. A própria matéria que compõe os nossos corpos conta uma história mais muito longa do que a nossa consciência e registos históricos permitem. A título de curiosidade, questionamos onde estaria há 1 milhão de anos atrás, um dos eletrões que ajuda o sistema nervoso do leitor a processar conscientemente este texto ...***

Ainda assim, à nossa escala temporal, nem tudo é imutável. Claramente, o ser humano é perito em manipular a matéria! A nossa história mostra-nos que somos capazes de desenvolver novos materiais e de os processar nas diversas aplicações que apoiam o nosso dia-a-dia. Ainda podemos afirmar, e as crises atuais assim o confirmam, que estes desenvolvimentos são cada vez mais rápidos! Somos cada vez mais eficientes nestes processos! De facto, os materiais e a sua aplicação podem mudar significativamente no espaço de uma geração.

Assim, a tarefa mais importante no domínio dos materiais é (talvez) a “passagem do testemunho” às novas gerações. Só esta construção de conhecimento sobre bases sólidas nos permite continuar a desenvolver e processar materiais de formas inovadoras e ao ritmo que nos exigem! Esta questão é, então, um problema transgeracional, sendo uma responsabilidade partilhada entre as várias gerações.

“A Nova Geração pelos Materiais”, o título desta edição, surge assim com duplo sentido. Por um lado, numa perspectiva mais objetiva, apresenta alguns desenvolvimentos de intervenientes recentes na área dos materiais. Focamos trabalhos de investigadores mais jovens, tal como os que compõem a J-SPM, com uma abrangência mais ampla nas diversas áreas dos materiais. Numa outra perspectiva, menos literal, apresentamos contributos atuais e visões futuras de investigadores com carreiras bem estabelecidas na área dos materiais. Neste último aspeto, sem tirar o foco aos intervenientes, destacamos a novas gerações dos próprios materiais.

Com os trabalhos recolhidos, esta edição apresenta-se como a ligação entre as diversas gerações. Assim, recolhe e apresenta os desenvolvimentos recentes e dá perspectivas do futuro, surgindo como um contributo na “passagem de testemunho” para assegurar o progresso dos materiais.

# MATERIAIS PARA FERRAMENTAS DE CORTE: NOVOS DESAFIOS

CRISTINA FERNANDES

DANIEL FIGUEIREDO

Palbit S.A.

P.O. Box 4, 3854-908 Branca, Portugal

MATERIAIS PARA FERRAMENTAS DE CORTE: NOVOS DESAFIOS

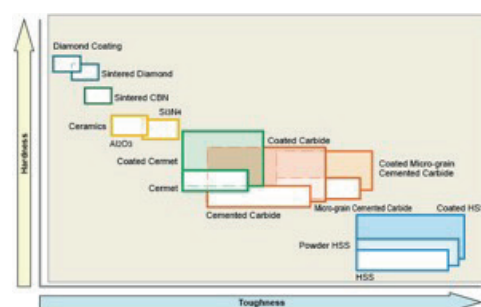
A redução da pegada carbónica inserida nos objetivos impostos na COP26 (*Convenção-Quadro das Nações Unidas sobre Alterações Climáticas*) e nos 17 objetivos de desenvolvimento sustentável (ODS) definidos na Agenda 2030 das Nações Unidas, impulsionaram a indústria do setor da mobilidade a reagir em conformidade para reduzir a emissão de gases. Para cumprir esses requisitos, os componentes metálicos estão gradualmente a ser substituídos por materiais compósitos, para facilitar a manutenção, reduzir o impacto do seu processamento, reduzir o peso e incrementar a circularidade e vida útil, de modo a alcançar as metas ambientais para a mobilidade sustentável.

A versatilidade dos materiais compósitos permite a sua utilização em aplicações estruturais e componentes de transportes (aeronaves, naves espaciais, aviões, automóveis). Para além da redução de peso, os materiais compósitos permitem o ajuste das propriedades mecânicas, estabilidade térmica, resistência ao choque e resistência à corrosão [1]. Paralelamente, os processos de manufatura aditiva, que permitem o processamento de geometrias complexas aliadas à diminuição de consumo de materiais e energia, estão em forte crescimento, possibilitando uma nova geração de componentes e processos. Por outro lado, os processos de manufatura subtrativa, como por exemplo a maquinagem, de forma combinada com os processos aditivos ou isoladamente ainda desempenham um papel importante na produção de peças e equipamentos para todas as indústrias, nomeadamente a indústria do setor da mobilidade.

A Palbit S.A. fundada em 1916 com a atividade de exploração mineira, especializou-se na produção

de ferramentas de metal duro para maquinagem a partir de 1952 [2]. Atualmente exerce a sua atividade na investigação, desenvolvimento, produção e comercialização de ferramentas industriais de elevada performance processadas com carbonetos cementados, vulgarmente denominados de metal duro, materiais ultraduros à base de diamante policristalino (PCD) e nitreto de boro cúbico policristalino (PCBN) e também nas ligas de aço [2]. As propriedades mecânicas dos diferentes materiais utilizados para o processamento das ferramentas de corte variam desde durezas extremamente elevadas, como por exemplo os revestimentos de diamante, até tenacidades consideráveis como as proporcionadas pelas ligas de aços rápidos (HSS) (**Figura 1-a**).

A norma ISO 513:2012 [4] especifica a classificação e aplicação das ferramentas de corte, incluindo os metais duros, cerâmicos, diamante e nitreto de boro, conforme indicado na **Figura 1-b**. Existe uma classe emergente de materiais com categoria ainda não atribuída (Não ISO #), que está em forte crescimento devido ao progresso da mobilidade sustentável (**Figura 1-b**). Esta nova classe inclui os compósitos de matriz polimérica reforçados com fibras de vidro, carbono, laminados, etc.

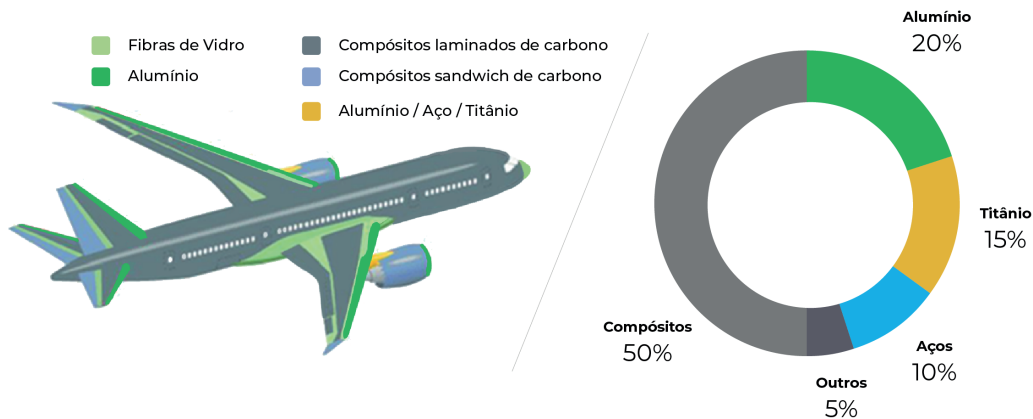


| ISO       | Material (b)                             |
|-----------|------------------------------------------|
| P         | Aços carbono e aços ligados              |
| M         | Aços Inoxidáveis                         |
| K         | Ferros fundidos                          |
| N         | Alumínio e Materiais não ferrosos        |
| S         | Ligas de Titânio e resistentes ao calor  |
| H         | Aços Endurecidos                         |
| Não ISO # | Compósitos matriz polimérica e laminados |

**Figura 1** – (a) Variação da dureza e tenacidade nos diferentes tipos de ferramentas de corte [3]; (b) Especificação e aplicação das ferramentas de corte de acordo com a norma ISO 513:2012.

O crescente aumento dos combustíveis aliado às metas ambientais definidas, continua a impulsionar o desenvolvimento destes materiais compósitos para aplicações no setor da mobilidade. Paralelamente, os materiais metálicos, nomeadamente as ligas ferrosas serão parcialmente substituídas no futuro por ligas não ferrosas com alumínio

e titânio. No setor da mobilidade área apresenta-se como exemplo a distribuição de materiais na construção de um novo modelo da Boeing 787, observando-se um crescimento dos materiais compósitos que representam cerca de 50% da totalidade dos materiais, comparativamente com o modelo anterior (Boeing 777) onde representavam ~12% (**Figura 2**) [5]. No setor da mobilidade terrestre o cenário é semelhante, com a previsão de redução dos materiais ferrosos e substituição por materiais não ferrosos, como as ligas de titânio e magnésio e ainda o crescimento da utilização dos materiais compósitos, conforme antevisão apresentada na **Figura 3** para o setor automóvel no ano de 2040 comparativamente com o ano de 2010. Basicamente a comparação apresentada na distribuição de materiais num veículo automóvel (**Figura 3**) está relacionada com a transição dos motores a combustão para motores elétricos, onde a otimização de distribuição de materiais com densidades mais reduzidas e mais resistentes é fundamental para a eficiência da mobilidade sustentável.

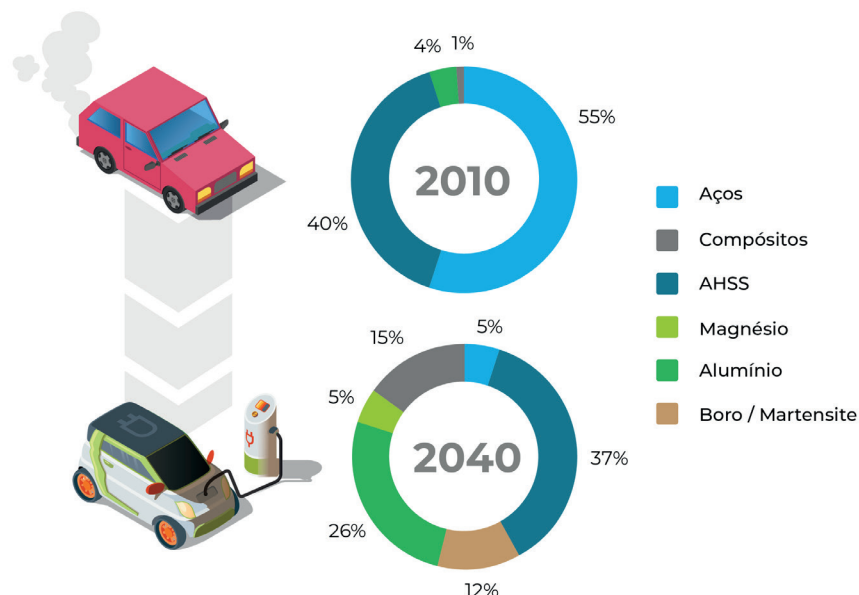


**Figura 2** – Distribuição dos materiais (% ponderais) na construção do Boeing 787 adaptado de [5].

Os desafios na maquinagem destes novos materiais, alguns ainda desenvolvimento, são significativos. O setor das ferramentas de maquinagem é obrigado a impulsionar o desenvolvimento de novas composições, geometrias e processos para enfrentar e superar estes desafios. Paralelamente a indústria da produção de ferramentas para maquinagem também está alinhada com o objetivo 12 de desenvolvimento sustentável definido pelas Nações Unidas,

i.e. produção e consumos responsáveis. Os processos de maquinagem devem ser mais eficientes e sustentáveis sem detrimento da produtividade e dos custos. Para o efeito, a circularidade e vida útil das ferramentas de maquinagem desenvolvidas deve ser incrementada. Seguidamente apresentam-se algumas soluções de ferramentas de maquinagem para grupos específicos de materiais.





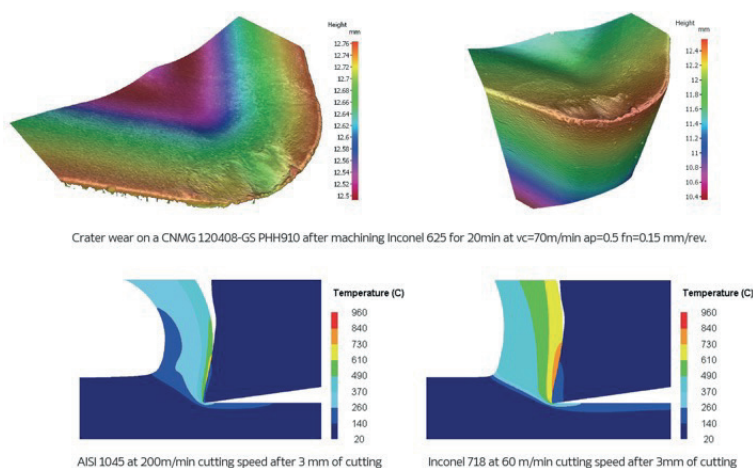
**Figura 3** – Distribuição dos materiais (% ponderais) no automóvel com motor a combustão vs motor elétrico adaptado de [6].

Para o caso específico da maquinagem de aços avançados de alta resistência (AHSS - advanced high strength steel) com adição de novos elementos de liga pertencentes ao grupo P (**Tabela 2**), a solução de ferramentas de metal duro desenvolvida inclui novos revestimentos através da tecnologia HIPIMS (High-power impulse magnetron sputtering). Os revestimentos alcançados por este processo são mais densos e possuem dureza superior, comparativamente com os revestimentos obtidos por PVD-Sputtering (physical vapor deposition), permitindo velocidades de corte superiores e menor desgaste das ferramentas de metal duro. Por outro lado, os revestimentos em desenvolvimento com composição TiAlN obtidos por LPCVD (low pressure chemical vapor deposition), parecem também ser promissores como solução de maquinagem destes materiais. As ligas não ferrosas do grupo N (alumínio, magnésio) são relativamente fáceis de maquinar com a utilização de ferramentas com PCD (diamante policristalino) (**Tabela 2**). Para a maquinagem destas ligas são

necessárias velocidades de corte elevadas.

As novas ligas em desenvolvimento com magnésio não parecem acrescentar dificuldades na maquinagem deste grupo de materiais.

A maquinagem das ligas de titânio e das ligas resistentes ao calor (HRSA) do grupo S é dificultada pela geração de calor durante o processo de maquinagem, i.e. cerca de 2 a 3 vezes superior ao aço (**Figura 4**). Para superar este desafio desenvolveram-se ferramentas à base de PCBN (nitreto de boro cúbico policristalino) para operações de acabamento que permitem elevadas velocidades de corte e baixo desgaste das ferramentas. Existem também novas soluções de ferramentas de metal duro com revestimento de PVD dopados com Si, revestimento de LPCVD com estabilidade térmica superior e novas composições de materiais cerâmicos que podem otimizar o processo de maquinagem neste grupo de materiais de muito reduzida maquinabilidade.



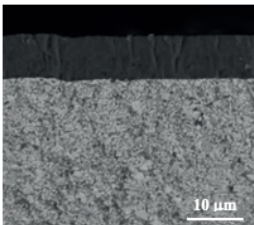
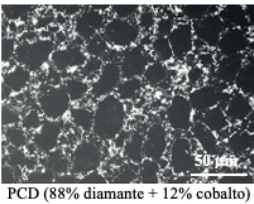
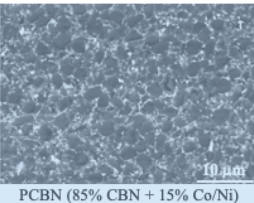
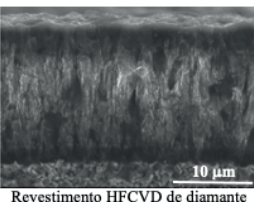
**Figura 4** – Mapa de distribuição de temperaturas durante o processo de maquinagem de uma liga de aço AISI 1045 e de uma liga de Inconel 718 [7].

Os compósitos de matriz polimérica com classe ainda indefinida na categorização ISO 513:2012, abrangem uma heterogeneidade de materiais e consequentemente de propriedades. Os desafios para maquinar esta classe de materiais são imensos devido à heterogeneidade de distribuição das fibras, à sua espessura, ao tipo de fibras (vidro, carbono, kevlar) entre outros. Por isso existe uma dificuldade acrescida na sugestão de uma ferramenta adequada à maquinação destes materiais compósitos. Normalmente aconselham-se ferramentas de metal duro revestidas com diamante por HFCVD (hot filament chemical vapor deposition) ou com PCD que permitem a utilização de elevadas velocidades de corte e mantêm a integridade das arestas

de corte, possibilitando o menor dano possível nas peças a maquinar. Para evitar a delaminação das fibras durante o processo de maquinação pode também recorrer-se ao afiamento das arestas da ferramenta após o revestimento com diamante através de maquinação por ablação laser.

Resumindo, os desafios enfrentados pelas empresas produtoras de ferramentas de corte relativamente à maquinação dos materiais em desenvolvimento são numerosos. Contudo, para além de também implicar um desenvolvimento mais ativo em termos de novas soluções para maquinação, também impulsiona as atividades de desenvolvimento de materiais e processos mais sustentáveis na produção das ferramentas de maquinação.

**Tabela 2** - Exemplos de estruturas de materiais e revestimentos utilizados no processamento de ferramentas de maquinação.

| ISO       | Material (M)/ Solução Maquinação (S)                                                                                                                                                                                                                                             | Microestrutura da ferramenta                                                                                             |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| P         | M: Aços carbono e aços ligados<br><b>Novas ligas de aços avançados de alta resistência (AHSS) com novos elementos de liga</b><br>S: Novos revestimentos através da tecnologia HIPIMS (High-power impulse magnetron sputtering) e LPCVD (low pressure chemical vapor deposition). | <br>Revestimento HIPIMS de TiSiAlN    |
| N         | M: Alumínio e Materiais não ferrosos<br><b>Novas ligas de magnésio</b><br>S: Ferramentas com PCD (diamante policristalino)                                                                                                                                                       | <br>PCD (88% diamante + 12% cobalto) |
| S         | M: Ligas de Titânio e resistentes ao calor<br>S: Ferramentas à base de PCBN (nitreto de boro cúbico policristalino)                                                                                                                                                              | <br>PCBN (85% CBN + 15% Co/Ni)       |
| Não ISO # | M: Compósitos matriz polimérica e laminados<br>S: Ferramentas de metal duro revestidas com diamante ou com PCD                                                                                                                                                                   | <br>Revestimento HFCVD de diamante   |

## REFERÊNCIAS

- [1] Johnson, T. "Composites in Aerospace." ThoughtCo, 2021, [thoughtco.com/composites-in-aerospace-820418](https://www.thoughtco.com/composites-in-aerospace-820418).
- [2] <https://www.palbit.pt/>
- [3] Davim, J.P. (Ed.), "Machining of Titanium Alloys", Chapter 2 "Cutting Tool Material and Tool Wear" A. Hosseini and H.A. Kishawy; Hardcover (2014) ISBN:978-3-662-43901-2.
- [4] ISO 513:2012 Classification and application of hard cutting materials for metal removal with defined cutting edges - Designation of the main groups and groups of application.

- [5] Pantelakis, S, Historical Development of Aeronautical Materials. In: Pantelakis, S., Tserpes, K. (eds) Revolutionizing Aircraft Materials and Processes. Springer, Cham. (2020).
- [6] MentorWorks Ltd, June 13, 2022. Future Automotive Manufacturing Process & Materials | Mentor Works.
- [7] [https://www.palbit.pt/guia\\_tecnico\\_Palbit\\_-\\_HRSA\\_-\\_Heat\\_resistant\\_superalloys](https://www.palbit.pt/guia_tecnico_Palbit_-_HRSA_-_Heat_resistant_superalloys)

Publicação enquadrada na Agenda Hi-REV – Recuperação do Setor de Componentes Automóveis n.º C644864375-00000002, empresa líder, PALBIT, S.A., projeto n.º 64.

# CHALLENGES FOR FUTURE MATERIAL SCIENTISTS

HEINRICH HOFMANN  
GERHARD SCHNEIDER  
MARGARETHE HOFMANN-AMTENBRINK



Heinrich Hofmann



Margarethe Hofmann-  
-Amttenbrink



Gerhard Schneider

If one looks at the current literature on materials science, you will find, over the last fifty years, an enormous variety of topics ranging from basic research to technological applications. These application areas have of course adapted to today's needs in terms of the digitalisation of society and the economy, the influence of the climate on our environment and thus on our energy production and its storage systems, but also the finite nature of resources, their extraction, use and recycling. The latter applies to materials research in medicine (diagnostics, consumables, biomaterials, etc.) as well as in the food and non-food sector (especially plastics and their composite products) or in the energy and communications sector or transportation, which also deals specifically with rare metals, to name just a few areas. Little has changed in the timeframe required for research and innovation either. Even today, products with a complicated mix of materials and sophisticated technology can take up to 10 or even 15 years from material development to certification as a competitive product [1].

## TRANSITION TO MORE SUSTAINABLE MATERIALS SCIENCE, RESEARCH AND DEVELOPMENT

Following the European Union's agreement that "climate change and environmental degradation are existential threats to Europe and the world", the Green Deal "launched the transition to a modern, resource-efficient and competitive economy" [2]. This European policy decision has an impact on raw materials - especially the critical ones - as well as on the technology sectors that will be increasingly promoted in the future. This in turn has an impact on materials science and research, because

the transition to sustainable energy applications such as photovoltaics and wind power, the rapid development in the field of electric mobility and the increased use of information and communication technology (ICT) constantly requires larger quantities of rare and scarce metals in particular.

Materials research is very much in demand in the context of such rapid technological progress and should deliver ready-made solutions for industry sooner rather than later. In the years from 2010 to 2016, when the Federation of European Materials Societies (FEMS) carried out a European framework project with other materials societies, it was noted however that the time gap between research and industrial innovation was an important issue to try to bridge, because on the one hand industry cannot plan with these long lead research phases and also, on the other hand, researchers cannot follow the topics continuously for such long periods due to the shortness of funding time allocated for research projects. This problem and the enormous speed of data processing and the possibilities of artificial intelligence have led to a change in the field of materials research and innovation.

On the other hand the demands on materials have increased dramatically to the extent that our planet is now short of resources in the area of special metals needed for the huge quantities of products in information and communication technologies. Looking at the smartphone, sales figures rose from 173.5 million units in 2009 to 1469 million units in 2016 according to statistics [3] and remain in the range of around 1300 million units per year even today. Assuming that a smartphone weighs 110 grams, it contains about 305 milligrams of silver, 30 milligrams



of gold and 11 milligrams of palladium [4], not to mention up to 50 different metals, all with different properties including indium, tantalum, gallium, germanium and the rare earths which are not yet foreseen for their re-use by large-scale recycling plants. Worldwide, only 20 per cent of old electronic devices are recycled properly. Four per cent end up in residual waste. Nothing is known about the whereabouts of 76 per cent of the devices - they often remain in a drawer with the owner [5].

Specific raw materials, such as those used in the manufacture of smartphones, are indispensable in the production of more and more products in our daily lives and thus, of course, for the growth of the economy. The NZZ of 5.8.2022 reports on Toyota, the “inventors of just-in-time production”, who’s relationships with suppliers allow for much better residency in supply chains from raw materials to semi-finished products than other companies. Thus, supply opportunities from countries such as China, which is responsible for 87% of the world’s antimony and magnesium production, and Russia, which is responsible for 46% of the world’s palladium production, determine whether and at what price Western industry can use these elements for new and innovative products. Demand for these scarce elements is high, especially in emerging economies, and future global resource consumption could double between 2010 and 2030 [6]. More research is urgently required into ways of recycling and recuperating these rare metals; and on identification of less scarce, drop in, replacements. However more importantly, future product design must consider at an early stage the constraints (rarity, environmental impact, recyclability) imposed by the use of certain metals and actively look for ways of avoiding their use in new products.

### CRITICAL RAW MATERIALS – EXAMPLE PERMANENT MAGNETS

In 2008, the European Commission launched a Raw Materials Initiative, whose reports include a list of critical raw materials (CRMs) at EU level, and which is constantly updated. The actual political situation in summer 2022 shows very clearly, that the scarcity of a material is essentially influenced by the politics and the list of critical materials must be adapted in a regular way, as done by the European Commission [7]. As particularly high-tech products for green energy such as: solar panels and wind turbines; to

accompany the shift towards electrically powered transport; and in the area of home technology e.g. for energy-efficient lighting are needed, so the demand for critical raw materials is expected to increase by a factor of 20 by 2030, as the “Report on Critical Raw Materials in the Circular Economy, by the European Commission from 2018” stated. So, in terms of critical and rare metals, materials science must be prepared to do research that, when the product is developed, after may be 5 to 10 years, the necessary raw materials are not available in the quantities or at the prices when the research had started.

*“Neodymium-Iron-Boron (Nd-FeB) permanent magnets serve as an illustrative example to explain the view of material scientists. The emerging trend towards the use of electric motors and generators in the renewable energy and mobility sector has led to increases in the demand expectations and foreclosure of markets by providers. Neodymium enables a high magnetocrystalline anisotropy and therefore a high coercivity of magnetic materials, and can be further combined with dysprosium to preserve these elevated magnetic properties even at high temperatures.” [8]. NdFeB magnets were discovered in the 1980s and the market of applications has broadened due to the need of CO<sub>2</sub> reduction and the increase in green energy and transport (motors of electric and hybrid electric vehicles, wind power generators, energy storage systems and the requirement for more and more small but powerful electric motors). Due to the increased demand and due to the COVID pandemic neodymium prices in 2022 have increased to 150,000 - 100,000 RMB / MT (Renminbi Yuan, Chinese currency); the highest level over the last ten years (previously in the years 2013 to 2020 it was between 30 and 40,000 RMB/MT) [9]. It has risen by almost 250% since the outbreak of the pandemic. “Although it is difficult to predict the future trend, we do not see any major relief in the intermediate term due to the increased global demand for neodymium” [10]. Over the last 100 years the maximum energy product  $(BH)_{max}$  of different permanent magnetic materials from ferrites over samarium-cobalt mixtures to NdFeB has increased by over 4X from less than 100 kJ/m<sup>3</sup> to more than 400 kJ/m<sup>3</sup> so 204 Times [11]*

Basic research and material development led to rare-earth magnets, whose special properties, as described, are in great demand today. However, because of the criticality of neodymium and because

of price fluctuations, people are now considering whether there are alternatives. At present, other material combinations do not offer the necessary energy density to replace these NdFeB magnets. Because of the outstanding properties of Fe-Nd-B magnets there has been little motivation to look for new systems in recent years [12]. However, due to the increasing criticality of rare earth metals, new solutions must now be found urgently. Now, other compounds must be sought relatively quickly, as demand is high and supply bottlenecks and shortages could loom in a few years. At the FEMS "Junior Euromat" in Coimbra in July 2022, Professor Gerhard Schneider showed in his presentation a "high throughput" approach for the search of new hardmagnetic intermetallic phases. The search consists of prioritizing the element combinations to be studied, an efficient approach to sample synthesis, and efficient analysis of the magnetic properties [13]. The experimental approach is supported by machine learning [14]. Materials research and development (MRD) plays a crucial role bridging fundamental research and industry needs in these times of raw material scarcity. Based on fundamental knowledge in materials and in their application of modern techniques and artificial intelligence, MRD can take care of rapid solutions to existing bottlenecks, be it in finding new material combinations, special phases, but also the application of techniques that reduce the use of rare metals. The further technical development is not only influenced by a further improvement of the material properties and procedures, innovative engineering solution could by-pass the material research and development at least for some technical sectors. An interesting example of the impact of the political situation on technological development is the BMW electric motor. The new 5th generation of electric motors at BMW is the first to use an electrically excited synchronous motor. In contrast to the permanently excited synchronous motor, the permanent magnet in the rotor is replaced by an electromagnet, which makes it possible to dispense with rare earths. In addition to a cleaner image, however, what is probably most important for BMW is better plannability and independence from these expensively traded raw materials [15]. Next question will be: should we invest a lot of material research into materials for car engines using hydrogen as fuel or biofuels? If EU decided to stop selling cars with internal combustion engines an important market and therefore interest and funding

for materials needed in such engines is lost in Europe. On the other hand, R&D is very active in developing batteries which would be more environmentally compliant than Li-ion batteries.

The progressive replacement of steel by aluminium is greatly improving the end of life recyclability of car body structures and will counteract the increase in weight due to the batteries in electric cars (at the moment a mainly steel car (internal combustion) weighs 1400 kg whereas a fully electric car of the same segment weighs more than 2000 kg). Whilst in the area of transport, air transport poses different problems since electric propulsion systems will simply not work for large civil airliners due to the extra weight. Electric power would only work with very small aircraft with current battery technology. The aviation industry is thus focussing on biofuel for the short term and hydrogen for the longer term.

#### **FOOD PACKAGING MATERIALS AND POLLUTION PROBLEMS**

The situation is different with food packaging. They consist mainly of polymers, often as a composite of several thin layers, also combined with materials such as cardboard or aluminium. "The global packaging market is be valued at \$939.9 billion in 2020 and was forecasted to grow at a compound annual growth rate of 2.3% to 2025 reaching a value of \$1.05 trillion" [16]. The sheer volume of plastics especially in packaging and the low level of recycling of this waste has led to pollution of the whole planet, in addition to the pollution of water bodies, often highlighted in public, there is also major pollution of soil by agricultural plastics [17]. One reason for urgently addressing plastic pollution in the oceans is the still-unreducing amount of mismanaged plastics of approximately 4.7 to 12.8 million tons (Mt) each year [18]. a similar amount as mentioned by FAO in agriculture each year (see FAO report). Promoting the circular economy, and thus changing the materials science approach to material selection and manufacture to promote the circular economy of plastics, will become increasingly urgent in the future [19]. On the other hand composite materials containing biodegradable and renewable components are considered toxicologically safe and can play an important role as "green packaging materials", e.g. in preserving or protecting food from contamination and decay [20].

In August 2021, the European Chemicals Agency produced a report on “Chemical Recycling of Polymeric Materials from Waste in the Circular Economy” [21]. The focus here is not on the incineration of plastic waste but on the conversion of the polymer into reusable monomers or the direct production of new raw materials. For this purpose, the chemical structure of plastic waste is changed by cracking, gasification or depolymerisation. (International Organisation for Standardisation, 2008). The conclusions of this literature review and the interviews show that knowledge about the fate of substances of concern in the various chemical recycling processes is still incomplete and poses problems. Databases with information on chemical substances in waste as well as screening and sorting technologies help recyclers to better find substances of concern. In addition, blockchain technologies also offer a solution for monitoring substances of concern in waste. Different tools based on digitalisation could therefore be of interest to increase the recycling rate and the way of up- rather than downcycling plastic waste. Biopolymers could be an environmentally friendly option especially for packaging materials, but they are on the one hand more expensive, which is a big obstacle especially for packaging of convenient articles. Also, some conditions regarding barrier functions for gas or water vapour are not given or these polymers would also have to be combined with other materials as barriers, so that there is again a mix of materials that is not easy to circumvent. A lot of research is certainly still needed here and only niche products, e.g. in the cosmetics industry or in organic food, can afford these expensive solutions today, even with purely plant-based solutions such as cork, grass or wood polymers (e.g. biodegradable starch/cellulose fibres, lactose) [22].

## ARTIFICIAL INTELLIGENCE

An interesting and important way to better and faster address the diversity of materials and their combinations and to increase the speed from research to product is to automate material experiments. In their 2019 article “Progress and prospects for accelerating materials science with automated and autonomous workflows”, Helge S. Stein and John M. Gregoire [23] write that this automation is favoured by the reduced cost per experiment and the avoidance of human errors (see also D. Groll et al. [13]). This is even more important

when already advanced at the outset “in combinatorial materials science, where the comprehensive exploration of a high-dimensional material parameter space requires a large number of synthesis and screening experiments.”

When we consider materials science experiments in the laboratory and then in the field in a prototype or production facility, we also need to think of the processes as a life cycle, where data is first collected or existing data is fed into the research process, which is then implemented with adapted or new techniques and completed directly with analyses and external decision support or run through in multiple cycles. The higher the quantity and quality of the data, the more likely it is that these processes can be automated and thus accelerated. These data, however, needs to be standardized and available to the materials community as Open Science “...a new approach to the scientific process based on collaborative work and new ways of disseminating knowledge through the use of digital technologies and new collaborative tools.” [24]. However, several important questions remain unsolved to realize an efficient and, for both public and private research, acceptable procedure. Potential financial conflicts of interest and strong intellectual property laws have led to questioning the appropriateness of industry-funded research at public institutions. The developed rules of Open Science movement have primarily focused on publicly funded research and has created new ways for commercializing science. An important step to further progress regarding public-private-partnership was instigated by the UNESCO, was the recommendation on Open Science, adopted unanimously by UNESCO’s General Conference at its 41st session in November 2021 [25].

Materials modelling can be an important key approach in the development of materials and increase the “efficiency of research and development and for innovation”. For this reason, the European Materials Modelling Council (EMMC) was created. “The EMMC elaborates methodologies and supports the development and implementation of open, widely endorsed metadata schema for interoperability and standards based on the European Materials Modelling Ontology (EMMO) framework” [26]. Companies participating in this framework see the benefits of computer modelling in reducing the time and cost of R&D and in making R&D experimentation

more efficient. The optimisation of joint resources at universities and companies helps both sides to optimise their funding, implement their strategies in shorter times or adapt them to the respective circumstances. If, in addition to material research and development, resource selection and the associated supply chains, design, production processes and reuse are integrated into this modelling, all processes could be optimised and material resources conserved. At present, this holistic approach is still in the future, but faster processes in the field of artificial intelligence and the increasingly urgent environmental concerns will give these material-product-recycling modelling a constant boost. It is important that all stakeholders work together and that patents and other regulations such as standards are incorporated into this approach. Data naturally also play a major role in the form of patents and company know-how, and no bottleneck should arise in the use of data at certain interfaces between university and industry, but these interfaces should be accepted as an important boundary in the economy that can be bridged bilaterally or in larger collaborations.

It was highlighted at the World Economic Forum that the advanced materials industry has an active role to play in achieving greater sustainability, resilience and performance in various areas of societal interest such as resource conservation, CO<sub>2</sub> reduction, communication/digitization etc. There is also a need to increasingly develop new approaches to innovation that go far beyond new materials and applications [27]. However, it seems that some of the political as well as industry decision-makers still do not see the seriousness of the matter, namely that a shortage or supply bottleneck of resources affects materials science and technology, and thus current and future innovations. Most discussions of materials at the United Nations or similar organizations at the national and international levels tend to focus mainly on mining and mineral extraction rather than on a much broader and holistic view of materials science [28]. In addition to the above needs to increase the societal benefits of materials research, such as circular economy for advanced materials, AI-driven research, understanding geographic shifts in manufacturing, and technology development, materials scientists in research and development must also understand and implement aspects such as:

- Addressing changing human needs

in the development of materials-based technologies;

- Understand the key drivers for commercialization of materials innovations;
- Avoiding the exacerbation of inequality that results from unequal access to materials-based technologies.

## TRANSDISCIPLINARY RESEARCH (TDR) AS PROMISING APPROACH

To contribute to the solutions to environmental and societal problems as mentioned above, it is obvious that transdisciplinary research (TDR) becomes a promising approach integrating these different viewpoints [29]. Researchers, but especially PhD candidates and Post-docs working in such projects have the possibility to gain or improve valuable skills and to expand their professional networks. Because most of the PhD's and Post-docs have to leave academia, such additional skills are essential for the future career. Skills not related to scientific topics such as project management, financial reporting, and communication with governmental organisations are highly useful but there are challenges such financial ones and time pressure and a higher risk of failure. An additional risk is that the private sector is not always requiring a PhD or Post-doc profile. This is certainly the case in countries with low private research activities like in southern Europe [30]. In 2021, the percentage of Human resources in science and technology (HRST) of all labour forces was for example in Portugal at a relatively low level of 44 % compared to the mean value in the EU 27 of 48% or that of Germany (51%) or Switzerland (58%). The lowest is Romania (30%), and the highest Ireland (60%) [31]. An even clearer picture about industrial research activity gives the statistics about the number of patents per million habitants: Portugal shows a very low level of 1.5 compared to the mean value in the EU 28 of 15.7 of patents per million habitants or with Germany 51 or Switzerland with 40 patents per million habitants (lowest Bulgaria with 0.4, highest Finland with 57) [32]. Similar is the situation regarding public funds of R&D. Eurostat shows in the recent publication that Portugal spends around 80 €/habitant and is with this on position 20 of 28 EU-members. The mean value for EU is 240 €/habitant, Germany spends 480



€/habitant and Switzerland around 780 €/habitant [33]. Even if it is recognized that the education in material sciences and engineering at Portugal's universities and institutes is excellent, this short comparison shows, that for PhD-candidates and Post-Docs in EU's southern countries the career opportunities are much more limited and explains, besides the wage difference, the trend to find interesting and well-paid positions in northern regions like Germany, Switzerland, Scandinavia, or US. In our opinion, it would be desirable for governments of countries in a situation like Portugal to design the infrastructure and economic environment to attract research-intensive high-tech industries. This would give young, well-educated and motivated researchers and engineers real opportunities to stay in their country. In this respect, the regions of Porto and Lisbon in particular are of great interest to start-ups in Portugal. Of the 121 start-ups listed in Seedtable [34], 12 (10 %) are related to engineering, some of which also dealing with material science and technology. These start-ups, if given an environment that supports them (from help with management to financial support from companies such as HiSeedTech or governmental institutions), could also become a promising activity to promote jobs for postdocs and PhD students in Portugal. Most of these start-ups still have far less than 100 employees, but should their innovative power be great enough, they will attract larger companies.

## SUMMARY OUTLOOK

In a summary outlook, materials science and development is needed more urgently than ever as a bridge builder between basic research and application. It serves a rapid adaptation of the necessary innovative products in the change of our time towards a CO<sub>2</sub>-reduced world with a great change in all areas from climate to transport, energy procurement and storage via new ways of packaging. Materials science and development is one of the important links in the Circular Economy, as it intervenes in raw material (shortage) issues as well as in the design improved for recycling, the shortened production times, or the retrieval of recyclables in the cycle of our products. Materials science makes use of the modern tools such as artificial intelligence and uses or develops innovative technologies. A materials scientist has a wide range of tasks ahead of him and, as an "all-rounder", can often take on tasks that did not initially

appear in his curriculum, but unfortunately the visibility of material scientists is low because he/her is not in fundamental research and not in product development near to the market. Therefore, government and industry should value this education even more highly than before because it is needed even more urgently when it comes to saving our planet.

*This article is an extended version of the Session "What Next For Materials?" given at FEMS Junior Euromat at Coimbra (19.-22. 7. 2022). Presenters were Dr. Ing. Margarethe Hofmann-Amttenbrink, former MatSearch Consulting and FEMS President (2014-2015), Prof. Dr. em. Heiri Hofmann, former EPFL both Switzerland and Prof. Dr. Gerhard Schneider, former Rector at Aalen University of Applied Sciences and President of DGM, Germany.*

*We would like to express our gratitude to Dr. Hugh Dunlop, former FEMS Secretary General, for reviewing the text and additional important information.*

## REFERENCES

- [1] S.R. Kalidindi, A.J. Medford, and D. L. McDowell, "Vision for Data and Informatics in the Future Materials Innovation Ecosystem", JOM, vol. 68, No. 8, 2016.
- [2] [https://ec.europa.eu/info/strategy/priorities-2019-2024/european-green-deal\\_en](https://ec.europa.eu/info/strategy/priorities-2019-2024/european-green-deal_en) accessed 10/08/2022.
- [3] <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/173049/umfrage/weltweiter-absatz-von-smartphones-seit-2009/> accessed 10/08/2022.
- [4] NRW State Office for Nature, Environment and Consumer Protection, technical report 2012, [https://www.lanuv.nrw.de/fileadmin/lanuvpubl/3\\_fachberichte/30038.pdf](https://www.lanuv.nrw.de/fileadmin/lanuvpubl/3_fachberichte/30038.pdf) accessed 10/08/2022.
- [5] <https://www.gmx.ch/magazine/digital/urban-mining-recycling-smartphones-lohnt-37075656> accessed 10/08/2022.
- [6] "European Commission, Report on Critical Raw Materials in the Circular Economy, 2018", [https://weee4future.eitrawmaterials.eu/wp-content/uploads/2020/09/09\\_report-of-CRM-and-CE.pdf](https://weee4future.eitrawmaterials.eu/wp-content/uploads/2020/09/09_report-of-CRM-and-CE.pdf) accessed 10/08/2022.
- [7] [https://single-market-economy.ec.europa.eu/sectors/raw-materials/areas-specific-interest/critical-raw-materials\\_en](https://single-market-economy.ec.europa.eu/sectors/raw-materials/areas-specific-interest/critical-raw-materials_en) accessed 10/08/2022.
- [8] M. Hofmann, H. Hofmann, C. Hagelüken, and A. Hool, "Critical raw materials: A perspective from the materials science community", Sustainable Materials and Technologies vol. 17 e00074 (2018).
- [9] <https://tradingeconomics.com/commodity/neodymium> accessed 10/08/2022.
- [10] <https://www.supermagnete.de/eng/faq/What-is-the-development-of-neodymium-magnet-prices>
- [11] O. Gutfleisch, "Controlling the properties of high energy density permanent magnetic materials by different processing routes", Journal of Physics D Applied Physics vol. 33(17) pp. 157-172, 2000.
- [12] R.W. McCallum, "Practical Aspects of Modern and Future Permanent Magnets", Annual Review of Materials Research, vol. 44, pp. 451-477, 2014.
- [13] (D. Goll, R. Loeffler, J. Herbst, R. Karimi,

- and G. Schneider, "High-throughput search for new permanent magnet materials", *J. Phys.: Cond. Matter*, vol. 26, pp 1-13, 2014, <https://doi.org/10.1088/0953-8984/26/6/064208> and D. Goll, R. Loeffler, D. Hofs, and G. Schneider, "Reaction sintering as a high-throughput approach for magnetic materials development", *Scripta Materialia* vol.146, pp. 355-361, 201, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.05.004>.
- [14] A. Kini, A. K.Choudhary, D. Hofs, A. Jansche, H. Baumgartl, R. Buettner, T. Bernthaler, D. Goll, G. Schneider " Machine learning-based mass density model for hard magnetic 14:2:1 phases using chemical composition-based features" submitted to arXiv 1.July 2022, (<https://arxiv.org/abs/2207.00456>).
- [15] <https://www.autobild.de/artikel/bmw-elektromotor-2020-5.-generation-technik-esm-psm-18466285.html> accessed 10/08/2022.
- [16] N.M. Stark , L.M. Matuana, „Trends in sustainable biobased packaging materials: a mini review", *Materials Today Sustainability* vol. 15 pp.100084 2021.
- [17] Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO) 2021Assessment of agricultural plastics and their sustainability. A call for action. Rome. <https://doi.org/10.4060/cb7856en>
- [18] see e.g. Jambeck, J.R., Geyer, R., Wilcox, C., Siegler, T.R., Perryman, M., Andrady, A., Narayan, R., Law, K.L., 2015. "Marine pollution. Plastic waste inputs from land into the ocean" *Science* vol. 347, pp. 768-771. <https://doi.org/10.1126/science.1260352>
- [19] see a review article: H. Sundqvist-Andberg and M. Åkerman, "Sustainability governance and contested plastic food packaging e An integrative review" *Journal of Cleaner Production* vol.306, pp.2711, 2021
- [20] H. Moustafa, A.M. Youssef, A.D. Ahmed, L.Abou-Kanil, "Eco-friendly polymer composites for green packaging: Future vision and challenges", *Composite Part B: Engineering*, vol 72, *Composites Part B: Engineering*, pp. 16-25, 2019.
- [21] "Chemical Recycling of Polymeric Materials from Waste in the Circular Economy , Final Report prepared for The European Chemicals Agency", August 2021 [https://echa.europa.eu/documents/10162/1459379/chem\\_recycling\\_final\\_report\\_en.pdf/887c4182-8327-e197-0bc4-17a5d608de6e?t=1636708465520](https://echa.europa.eu/documents/10162/1459379/chem_recycling_final_report_en.pdf/887c4182-8327-e197-0bc4-17a5d608de6e?t=1636708465520) accessed 10/08/2022
- [22] Y. Zhong, P. Godwin, Y. Jin, and H. Xiao, "Biodegradable polymers and green-based antimicrobial packaging materials: A mini-review", *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research* vol. 3 pp. 27-35, 2020.
- [23] Helge S. Stein and John M. Gregoire, "Progress and prospects for accelerating materials science with automated and autonomous workflows", *Chem. Sci.*, vol. 10, pp. 9640 2019.
- [24] L. Himanen, A. Geurts, A. S. Foster, and P. Rinke, "Data-Driven Materials Science: Status, Challenges, and Perspectives ", *Adv. Sci.*,vol 6, 2019, DOI: 10.1002/advs.201900808 and K. Walsh, editor, "Open Innovation, Open Science, Open to the World—A Vision for Europe", European Commission, Luxembourg City, Luxembourg 2016.
- [25] <https://unesdoc.unesco.org/ark:/48223/pf0000381148> accessed 10/08/2022
- [26] <https://emmc.info/the-emmc-mission/>
- [27] <https://www.weforum.org/communities/chemistry-and-advanced-materials>, accessed 10/08/2022
- [28] S. H. Ali "The materials science imperative in meeting the Sustainable Development Goals", *Nature Materials* vol 17, pp. 1050–1053, 2018.
- [29] S. Rogga, J. Zscheischler "Opportunities, balancing acts, and challenges - doing PhDs in transdisciplinary research projects", *High Educ*, vol.71, pp. 269–287, 2016.
- [30] T. G. Folland, M. R.S. Castro, I. Gessner, M. A. Philip, and B. Anasor "Understanding and supporting the needs of early-career of materials scientists", *MRS BULLETIN* • vol. 45, pp. 969-971, 2020.
- [31] <https://ec.europa.eu/eurostat/databrowser/view/tsc00025/default/table?lang=en> accessed 10/08/2022
- [32] <https://ec.europa.eu/eurostat/databrowser/view/tsc00010/default/table?lang=en> accessed 10/08/2022
- [33] [https://ec.europa.eu/eurostat/web/products-eurostat-news/product/-/asset\\_publisher/VWJkHuaYvL...](https://ec.europa.eu/eurostat/web/products-eurostat-news/product/-/asset_publisher/VWJkHuaYvL...) accessed 10/08/2022
- [34] <https://www.seedtable.com/startups-portugal> accessed 10/08/2022

# WE NEED AN “INTERNET OF MATERIALS” TO GET FROM LAB TO MARKET FASTER

REGIUS PROFESSOR PHILIP WITHERS

***New materials, or materials systems, expand the horizons of what we can achieve, but developing one is expensive and the time to market is long. That development can be completely derailed by an unexpected problem, or a competitor can get to market first – meaning that time and money spent is completely wasted. Even if that time and money produces a superior product, it’s usually the first to arrive that takes the lion’s share of the market. For an SME the risks are high because being beaten to market might bring down the company.***

## RISKS, COSTS AND REWARDS

It can take decades to go from initial experiments in a laboratory to seeing new materials in products on shop shelves. For example, bioglass – the first artificial material found to chemically bond with bone – was invented in the 1960’s and only found widespread medical application in the 1980’s. It is now widely used for implants and to treat bone injuries, among other uses. Furthermore accelerating a material to the market too early can have serious consequences. For example, engineering carbon fibres were developed in the 1950’s, and by early 1970’s this innovation was considered for the fan blades in the revolutionary Rolls-Royce RB211 Jet engine. Unfortunately, poor impact damage resistance to large objects (e.g. flocking birds) and spiraling costs, nearly brought down the company. Fortunately, because of its strategic importance, it was saved by the government of Edward Heath and nationalized. Now, more than 60 years later carbon fibres were first developed, Rolls-Royce are again considering composite fan blades.

While the costs and risks can be very high, so are the potential rewards. A new material or process can utterly transform a sector, or even our lifestyle. Chances are you’re wearing something containing one type of plastic, about to eat your lunch using something made of another, or reading this in a device, predominantly made of plastics. And maybe this afternoon you’ve got a to-do list on a Post-it note? Discovered in the late ‘60s by Spencer Silver at 3M. Silver was initially creating a super strong adhesive. He failed, but out of failure temporary “sticky notes” were born and now infest offices and team away-days around the world.

## HARNESSING BIG DATA

What are the options for speeding up this timeline, to reduce costs and allow smaller companies to innovate? We need to accelerate the design, make, test, characterize and iterate cycle (in other words the whole product development process), and couple this with advances in machine learning. We need to fail fast in the lab and learn quickly.

First, we need to be able to make and process many variations (designs) of a material quickly and cheaply in small quantities, then we need to quickly characterize all the variants to identify the most promising ones on which to focus the next iterations. In this respect, our ability to characterize materials has expanded greatly over recent years – a plethora of techniques are available to help us uncover the structure and chemical composition of a material – so there is inevitably a huge amount of data collected. But there’s a problem: most of the time that data isn’t as accessible as it could be, either because it is commercial property or because it isn’t digitally accessible.

## THE ADVANTAGES OF AN “INTERNET OF MATERIALS”

Imagine a world where all the information obtained from analyzing different materials is kept, stored and available. If you were a company looking to develop a new material, a quick search of this massive repository could potentially save you years of expensive R&D. This “Internet of Materials” concept has been suggested to take advantage of our data-rich world and allow companies to prosper in the upcoming “data-driven” era of industry. At the same time we need to refine manufacturing



PHILIP WITHERS

ARTIGO DE OPINIÃO

processes to control and optimize material functionality. This requires a much better knowledge of the automation, information from sensors and data exchange (the so-called Fourth Industrial Revolution of digitalization – Industry 4.0)

With such an enormous amount of data, it is possible to create a "digital twin" of a component or system and its properties. This is already happening to some extent in the aerospace industry where developers are using data to create digital twins of turbine blades in real engines to follow how and where they are being flown across the world. In this way, the engine manufacturer can, for example, predict the health of their blades as a function of their flight history. By following the state of the virtual digital twin the manufacturer can remotely ensure the real blades are flown within safe limits, inspected when necessary and safely withdrawn from service as it approaches the end of their operational "life".

## WHATS NEXT?

Where could all this lead to in the future? Our horizons have always been limited by the materials we have to hand, from the Stone Age to the approaching carbon age. However, I'd argue that materials science has never been so important; 21st century global challenges such as food and water security, global warming, dwindling supplies of critical elements and our burgeoning energy needs – all require new materials and require them quickly.

If we can accelerate the materials development cycle we could look forward to: biomaterials that help our bodies repair themselves before harmlessly dissolving away; tough ceramics able to withstand the harshest environments; "super-batteries" that last much, much longer; membranes for water purification; devices able to harness energy from waste heat to run themselves; graphene-based neural interfaces to repair the nervous system; metals that actively inhibit rusting or smart clothing that responds to the environment or senses well-being. There's no limit to what might be possible if we put our minds to it aided by the explosion in big data and machine learning.







# MATERIAIS 2023

Sustainability for a Future

**3 A 6 DE ABRIL DE 2023**  
**CENTRO CULTURAL VILA FLOR, GUIMARÃES**

Evento coordenado pelos professores Ana Vera Machado, José António Covas e Júlio Cesar Viana, do Departamento de Engenharia de Polímeros da Universidade do Minho.



## ***PARTICIPE NA PRÓXIMA EDIÇÃO***

*Se tiver interesse em participar na próxima edição da  
Ciência & Tecnologia dos Materiais, através de colaboração  
editorial e/ou presença comercial, contacte-nos através:*

***[comunicacao@spmateriais.pt](mailto:comunicacao@spmateriais.pt)***

# CLÁUDIA RANITO: A DRA BONES PORTUGUESA



**Estágio na área da saúde ditou o futuro desta engenheira de materiais. Em 2008 fundou a Medbone e começou a exportar ossos sintéticos. Embora o início tenha sido algo desafiante – na altura ainda não se falava de empreendedorismo – também lhe permitiu ganhar novas competências. Forçadas, é certo. Agora, com a quase totalidade do negócio a vir dos 96 países para onde exporta, reflete que o futuro passa pela customização do osso e pela entrada de novas áreas, nomeadamente nos tecidos moles.**

Chama-lhe a Dra Bones portuguesa. E com razão. Em 2008 Cláudia Ranito criou a Medbone, uma empresa especializada no fabrico de osso sintético. A entrada no mundo da saúde foi um pouco fruto do acaso, mas também uma passagem natural. Quando estava no quarto ano do curso de Engenharia dos Materiais “calhou” fazer um estágio na área da medicina e todo o seu mundo mudou. Afinal “os materiais são a base de tudo”, como refere, acrescentando que e ficou fascinada com a possibilidade de desenvolver produtos que contribuíssem para melhorar a qualidade de vida das pessoas.

E foi assim que, decidiu apostar na Medbone, numa altura em que que pouco se falava de empreendedorismo e muito menos no empreendedorismo feminino.

A área de negócio da empresa permitiu-lhe juntar o o útil ao agradável: “realizar um projeto de investigação a nível industrial” e, ao mesmo tempo, criar a sua própria empresa. sem esquecer o produzir materiais com características capazes de serem aplicadas à saúde.

É certo, como confessa Cláudia, que todo o seu percurso foi feito na investigação. “É a área com a qual me identifico, que gosto imenso”, afirma, acrescentando que é “uma investigação aplicada, muito na vertente industrial”. Com a criação da empresa viu-se obrigada a ganhar outras competências.

De gestão, principalmente, mas também comerciais. E se de início houve alguma dificuldade – “não tive resposta, mesmo com a apresentação de um plano de negócios” – na obtenção do financiamento necessário

para o estágio inicial da Medbone. Acabou por obtê-lo na banca espanhola e a partir daí.... nunca mais parou.

Aliás, as maiores dificuldades ocorrem precisamente nessa fase embrionária onde, como lembra Cláudia Ranito, era preciso (muito) investimento para, entre outros equipamentos, comprar o forno necessário ao fabrico dos ossos, que serviriam de prova. “Diria que foi um entrave embrionário porque a partir do momento em que o conceito estava pronto, o desafio, ao nível do biomaterial, prendeu-se com a questão da qualidade”, lembra, referindo-se à necessidade de certificar o produto e, posteriormente, de levar a cabo a sua comercialização. E este foi um desafio não só técnico no sentido de conseguir produzir os ossos necessárias – em qualidade e quantidade – mas também de apetências. Porque como lembra Cláudia Ranito lembra, ela era uma engenheira de materiais, que não tinha, na altura, competência comercial. Foi uma espécie de aquisição forçada de competências, mesmo porque desde a conceção a Medbone tinha já uma forte componente de internacionalização. Quer pela dimensão do mercado externo, quer pela especialização do produto produzido pela Medbone, esta teria sempre de equacionar os mercados externos. E o certo é que a internacionalização começou logo no primeiro ano de atividade – hoje o mercado externo é responsável por cerca de 95 a 98% do negócio da empresa.

No mercado nacional “trabalhamos essencialmente nas áreas da ortopedia e medicina dentária”, constata a fundadora da Medbone, que acrescenta que hoje a empresa já exporta para 96 países.

Questionada sobre o futuro Cláudia Ranito afirma que o mesmo passa por avançar ainda no conceito da regeneração óssea, mas na vertente dos tecidos moles. A par da customização dos ossos, ou seja, a impressão 3D, que vai permitir imprimir ossos e ainda entrar na área dos polímeros. Segundo Cláudia trata-se de um mercado muito grande, ainda inexplorado.

Enão é um cenário demasiado futurologista. A convicção de Cláudia Ranito é a de rapidamente conseguirá fazer o material, dado que a empresa tem as competências técnicas necessárias para isso. A questão prende-se quase exclusivamente com a regulação e certificação. No entanto o facto de ser algo mais difícil só torna o desafio de ser algo mais difícil só torna o desafio mais aliciante para Cláudia. *“É giríssimo pensar o que um engenheiro de materiais pode fazer na área da saúde”,* constata.

## EVOLUÇÃO NA INVESTIGAÇÃO

Cláudia ainda é uma *“jovem”* investigadora, mas tem perfeita noção de que o mundo da investigação avança a passos largos. Desde logo por uma maior utilização de ferramentas como a inteligência artificial que permite acelerar as simulações e, com isso, avançar mais rapidamente na investigação.

Mas não foi isso que mudou. Hoje há (ainda) um maior brio pela qualidade e pela excelência do produto. Que, para a fundadora da Medbone, vai-se tornar ainda mais notável nos próximos anos, com as alterações que estão a ser feitas a nível da regulamentação.

Todo o trabalho levado a cabo por Cláudia Ranito ao nível dos biomateriais, com a criação da Medbone e o colocar Portugal no mundo do fabrico de ossos sintéticos, já lhe trouxe vários reconhecimentos. A atribuição do prémio Maria Manuel Oliveira 2022 é simplesmente o mais recente. Prémio que Cláudia considera ser uma honra, tanto mais que tem por detrás o nome da Maria Manuel Oliveira. *“Só isso já é uma honra”,* afirma.

No que concerne ao âmbito do prémio a fundadora da Medbone considera ser um orgulho e um reconhecimento de todo o trabalho de investigação *“feito na minha área industrial”*. Principalmente porque *“é um reconhecimento dos pares”*.

Questionada sobre que conselhos daria a quem está a começar (ou a pensar em) nesta área a resposta imediata foi: preparar-se. E a explicação é simples: *“quem entra nesta área nunca mais vai querer mudar”*. Começando desde logo pelos materiais. Não só são um mundo. *“São tudo o que nos rodeia”,* refere, acrescentando que *“ter a capacidade de desenvolver e otimizar tudo o que nos rodeia é um desafio e uma oportunidade vastíssima”*. Tudo se resume a uma palavra: fascínio. *“É uma área fascinante”*.

É certo que há dificuldades. Mas há que nunca cruzar os braços. Mesmo porque *“o não está garantido”,* refere, acrescento que *“se encararmos que todo o sim é um bónus, o medo de falhar, o medo de arriscar diminui”*. Por outras palavras, *“é ir à luta”,* porque *“tudo é possível”*.

E depois não nos podemos esquecer que, nunca como hoje, os materiais foram tão importantes. Sustentabilidade. Energias renováveis. E outras temáticas. Estão dependentes dos materiais. *“Hoje temos um desenvolvimento muito mais empenhado nessa área”,* refere Cláudia Ranito, que finaliza com *“entrar nesta área é uma oportunidade e uma honra de podermos ter um trabalho tão aliciante como este”*.

# ESTUDO DA AFINAÇÃO E MODIFICAÇÃO DE BANHO METÁLICOS DA LIGA ALSI7MG0.3 ATRAVÉS DA TÉCNICA DE ANÁLISE TÉRMICA

JOSÉ GRILHO  
UMinho

## RESUMO

Neste artigo, o efeito dos métodos de tratamento de banho metálico pela via química (adição de liga mãe do tipo AlTiB e AlSr) e física (vibração acústica) são comparados através da monitorização da curva temperatura versus tempo durante a fase de solidificação. Os dados térmicos obtidos são correlacionados com a microestrutura final de cada banho com ou sem tratamento. Os resultados obtidos demonstram que o tratamento de banho por via química ou física promovem grão  $\alpha$ -Al mais afinado quando comparado com os resultados registados para banhos sem tratamento, assim como mitigam defeitos como contração volumétrica e porosidades. Estes resultados estão de acordo com a análise térmica efetuada, embora o tratamento químico apresente um tempo de recalescência mais prolongado. Banhos metálicos tratados por via física (vibração acústica) apresentam uma modificação do silício eutético menos pronunciada que a verificada para o caso de banhos tratados por via química, sendo a sua morfologia do tipo lamelar. Contudo, quando comparado com a condição de banhos metálicos sem tratamento a dimensão das lamelas de silício apresenta-se com dimensão mais reduzida quando comparada com as lamelas de silício eutético de banhos metálicos sem tratamento, podendo esta estar associada ao maior número de grãos  $\alpha$ -Al (fronteiras de grão), condicionando assim o seu crescimento.

## PALAVRAS-CHAVE

Afinação grão  $\alpha$ -Al; Modificação Si eutético; AlSi7Mg0.3; Análise Térmica.

## INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio para fusão quando ligadas com elementos (ex: Mg, Cu, Si, Fe) melhorem as características de vazabilidade [1]. A introdução de silício favorece a fluidez da liga assim como um maior intervalo de solidificação permitindo o fabrico de peças de maior volume com variação de espessuras significativas.

A fundição de ligas de alumínio, regra geral, não é fácil dado à sua suscetibilidade para obtenção de estruturas grosseiras e heterogêneas, normalmente dendríticas, bem como à absorção de hidrogénio durante a operação de fusão, obrigando a um conjunto de procedimentos designados por “tratamento de banho metálico”, destinados a afinar o grão  $\alpha$ -Al, modificar a morfologia do silício eutético e reduzir o teor de hidrogénio dissolvido (desgaseificação).

A afinação do grão e modificação do silício eutético são, assim, operações fundamentais quer para o desempenho do produto (fundido), quer para o próprio processo de fundição, nomeadamente o enchimento de paredes finas, uma vez que aqueles parâmetros são, juntamente com a temperatura de vazamento, determinantes para a fluidez das ligas [2].

A utilização de ligas mãe à base de titânio e boro (AlTiB), para afinação de grão  $\alpha$ -Al, é atualmente uma escolha comum. Estas ligas mãe são compostas pelos agentes nucleantes Al<sub>3</sub>Ti e TiB<sub>2</sub> numa matriz de alumínio mais ou menos puro. Embora não exista um consenso sobre qual o agente nucleante mais efetivo no processo de afinação, acredita-se que o agente TiB<sub>2</sub> é o mais efetivo, embora a sua eficiência seja limitada devido à frequente aglomeração na fronteira de grão, bem como ao efeito *fading*.



Um outro método, mais recente, e considerado mais *eco-friendly*, é a utilização de vibração acústica. Este método tem vindo a ser considerado devido ao facto de promover uma homogeneização do banho e ativação de óxidos e partículas que poderão servir de núcleos para formação de grãos  $\alpha$ -Al. Por ação da agitação do banho e dos feixes acústicos desenvolvidos, os núcleos formados distribuem-se uniformemente por toda a massa líquida, dando origem a inúmeros núcleos de início de solidificação, que promovem solidificação heterogênea e formação de estruturas globulares.

O estudo da análise térmica durante a solidificação de uma liga metálica é considerado um dos métodos de teste não destrutivos para a avaliação mecanismos de afinação de grão ou modificação de eutético [3]. Desta forma, o presente artigo propõe avaliar o comportamento térmico durante a fase de solidificação após tratamento de banho com recurso à via química (i.e. adição de liga mãe do tipo AlTiB e AlSr) e física (i.e. vibração acústica) na transformação das fases da liga de fundição AlSi7Mg0.3.

## MATERIAIS E MÉTODOS

De forma a estudar a afinação de grão e modificação do silício eutético em banhos de liga AlSi7Mg0.3, foram utilizadas duas abordagens: (i) química, através da adição de 0.2 wt% de liga mãe do tipo Al5Ti1B e Al5Sr para afinação e modificação, respetivamente; (ii) física, através da vibração acústica produzida por um *sonotrode* (Ti6Al4V) imerso 15 mm no banho metálico. No caso da abordagem química o banho foi agitado a cada 5 min durante o período máximo de tratamento (30 min), para evitar sedimentação. O tratamento por vibração acústica foi realizado com recurso à tecnologia Multifrequência, Multimodo, Modulada (MMM), com frequência de tratamento de  $20.1 \pm 0.25$  kHz, durante um período de 5 min em modo intermitente (2 sec ON / 2 sec OFF).

Os banhos metálicos utilizados para estudar a afinação de grão e modificação do silício eutético foram previamente preparados num forno de resistência elétrica. Cargas de 0.2 kg foram fundidas, sobreaquecidas até à temperatura de  $700 \pm 5$  °C. Atingida a temperatura de  $700 \pm 5$  °C, esta foi mantida por um período de 20 min para homogeneização. O controlo da temperatura no banho metálico foi

efetuado através da utilização de termopar tipo K. Findo tempo de homogeneização, o banho foi sujeito a tratamento de degaseificação por insuflação de argon por um período de 5 min. Terminado o referido procedimento seguiu-se a fase de afinação de grão e modificação do silício eutético conforme anteriormente apresentado (abordagem química e física).

Concluído o tratamento de banho conforme protocolos referidos, o cadinho foi removido do forno e posicionado sobre uma placa refratária. A análise térmica foi executada emergindo no banho metálico dois termopares tipo K (posicionados na periferia da parede ( $T_p$ ) e centro do cadinho ( $T_c$ )). Os termopares foram conectados a uma placa de aquisição (CompactDAQ) equipada com módulo de leitura de temperaturas (NI-9211) da com a capacidade de recolher 14 amostras por segundo. O conversor analógico para digital utilizado neste estudo possui um conversor de 24-bit com 4 canais de entrada e um tempo de resposta de 0.05 sec. Ambos os termopares foram posicionados a uma distância de 20 mm do fundo do cadinho. Através dos dados recolhidos, as curvas de arrefecimento (temperatura versus tempo) e primeiras derivadas ( $dT/dt$ ) foram representadas. Para efeitos de repetibilidade cada teste foi realizado três vezes por condição de tratamento.

Para a caracterização microestrutural foram recolhidas amostras, na secção mais próximo do termopar do centro, e seguido o protocolo de polimento standard a fim de preparar a superfície da amostra para registo de micrografias por recurso à microscopia ótica (OM–Leica DM2500M). O protocolo de polimento standard inclui polimento das amostras com lixas do tipo SiC até 11  $\mu$ m e acabamento recorrendo a uma solução de diamante em pano até 1  $\mu$ m, sendo posteriormente limpas e secas antes de inspeção microscópica.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A **Figura 1** apresenta a micrografia exemplo das amostras conforme tratamento de banho metálico anteriormente referido: **Figura 1(a)** sem tratamento (estado as-cast); **Figura 1(b)** tratamento químico (AlTiB + AlSr); e **Figura 1(c)** tratamento físico (tratamento acústico).

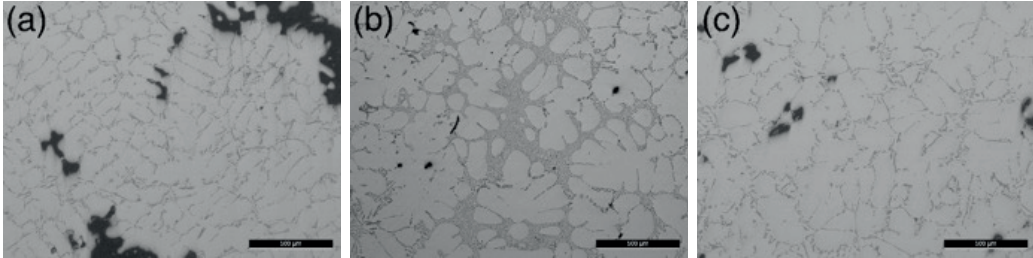


Figura 1 – Micrografia das amostras: Sem tratamento (a), tratadas com TiB+Sr (b) e tratadas por US (c) (ampliação 5x).

Independentemente do tipo de tratamento realizado, as amostras apresentam grão  $\alpha$ -Al sobre a forma morfológica de dendrites secundárias (SDAS) e rosetas, sendo estas últimas separadas pela fase eutética de silício que contrasta num tom de cinzento-escuro (mais pronunciado para o caso do tratamento por via química – **Figura 1(b)**). Na ausência de qualquer tratamento de metal líquido (**Figura 1(a)**), a amostra é composta defeitos de fundição, produto de uma matriz dendrítica que por sua vez inibe a capacidade de alimentação interdendrítica. A fase de silício eutético sugere ser acicular e grosseira.

Em contraste, a afinação e modificação por via química (AlTiB + AlSr, **Figura 1(b)**) apresenta um efeito significativo na modificação do silício eutético, promovendo um grão  $\alpha$ -Al do tipo roseta. Consequentemente, este tipo de alteração microestrutural (afinação da matriz de Al) melhora a fluidez do líquido no espaço inter-dendrítico, contribuindo para uma redução da contração volumétrica do fundido. Derivado da adição de modificador de silício eutético (AlSr), este passou de uma estrutura acicular (**Figura 1(a)**) para uma estrutura fibrosa (**Figura 1(b)**), conforme reportado por outros autores [4]. É de notar que embora o silício eutético seja modificado, algumas partes da microestrutura ainda detêm uma morfologia acicular comparável à amostra sem tratamento.

A amostra que sofreu tratamento acústico (**Figura 1(c)**), apresenta uma micrografia menos dendrítica, com tendência para

uma um grão  $\alpha$ -Al mais circular. O número e magnitude de defeitos de fundição (essencialmente defeitos de porosidades) são reduzidos. Relativamente ao silício eutético, a amostra sugere apresentar uma morfologia similar à amostra sem tratamento embora com um tamanho médio mais reduzido. Este último poderá estar associado ao maior número de grãos  $\alpha$ -Al (fronteiras de grão) que condicionam o seu crescimento.

A **Figura 2** mostra o comportamento térmico para a transformação de fase de  $\alpha$ -Al e silício eutético durante a fase de solidificação (ou seja, após tratamento do banho metálico e remoção do cadinho do forno de resistências). Através dos dados registados, pela análise e tratamento dos dados da curva térmica temperatura versus tempo é possível calcular os parâmetros referentes à mudança de fase como são o exemplo a temperatura de nucleação ( $T_N$ ), o tempo e temperatura de recalescência ( $t_r$ ,  $\Delta T_r$ ). Estes parâmetros encontram-se apresentados na **Tabela 1**.

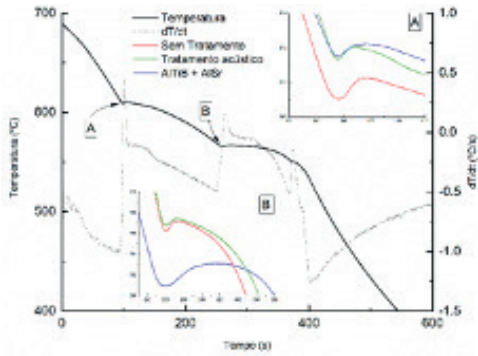


Figura 2 - Curva temperatura tempo (T vs t) da transformação de fase  $\alpha$ -Al (a) e Si eutético (b).

Tabela 1 – Parâmetros de análise térmica para a fase  $\alpha$ -Al e silício eutético.

| TRATAMENTO DE BANHO METÁLICO      | $T_N^{\alpha-Al}$<br>(°C) | $t_r^{\alpha-Al}$<br>(sec) | $\Delta T_r^{\alpha-Al}$<br>(°C) | $T_N^{Eut}$<br>(°C) | $t_r^{Eut}$<br>(sec) | $\Delta T_r^{Eut}$<br>(°C) |
|-----------------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------------------------|---------------------|----------------------|----------------------------|
| Sem tratamento                    | 610.4                     | 4.9                        | 1.2                              | 569.2               | 12.4                 | 1.0                        |
| Tratamento físico (acústico)      | 612.6                     | 3.2                        | 0.7                              | 568.3               | 12.9                 | 0.6                        |
| Tratamento químico (AlTiB + AlSr) | 612.8                     | 5.5                        | 0.7                              | 563.1               | 57.0                 | 2.2                        |

De acordo com os resultados apresentados na **Tabela 1**, o banho metálico sem tratamento apresenta uma temperatura de *liquidus* de 610°C. Porém, quando o banho metálico é sujeito a tratamento de afinação e modificação, por via química ou física, a temperatura de nucleação ( $T_N^{\alpha-Al}$ ) apresenta um aumento de aproximadamente 2 °C, bem como a temperatura de recalescência ( $T_r^{\alpha-Al}$ ) diminui de 1.2 °C para 0.7 °C. Em contraste, enquanto a amostra tratada por ultrassom reduz o tempo recalescência ( $t_r^{\alpha-Al}$ ), de 4.9 para 3.2 sec, a amostra tratada quimicamente prolonga este período de libertação de calor, de 4.9 para 5.5 sec. Um acréscimo de  $T_N$  é normalmente referido como sinal de afinação de grãos  $\alpha-Al$ , uma vez que se encontra associado ao número de núcleos criados durante o início da fase de solidificação [5]. Em condições controladas de arrefecimento, Bäckerud et al. [6] sugere que para valores de  $\Delta T$  inferiores a 1 °C, existe uma menor probabilidade de absorção de núcleos através do calor recalescente libertado por partículas vizinhas. De forma similar, maiores tempos de recalescência contribuem para o mesmo efeito uma vez que descreve um período onde o calor libertado é superior aquele dissipado para o meio ambiente.

Relativamente à fase eutética, os banhos metálicos com tratamento por via química ou física iniciam a sua nucleação sensivelmente à mesma temperatura acompanhados por tempo de recalescência similares. Tal como na fase de afinação de grãos  $\alpha-Al$ , o tratamento proporciona uma redução do valor de  $\Delta T$  para silício eutético, já reportado por outros autores [7]. Na amostra tratada quimicamente, a temperatura de eutético sofre um decréscimo acentuado para 563°C. No entanto, a transformação de fase liberta uma maior quantidade de calor (recalescência) demonstrado pelo aumento dos seus valores de  $t_r$  e  $\Delta T_r$ . O incremento desta libertação suporta a teoria de que a introdução de Sr no banho metálico reduz o potencial dos núcleos de silício eutético [7].

## CONCLUSÃO

No presente trabalho, o tratamento de banhos metálicos por via química e física são estudados através da análise térmica. A utilização de ligas mãe ou tratamento acústico produzem resultados similares de afinação de grãos  $\alpha-Al$  assim como reduzem a magnitude do efeito de contração

volumétrica e porosidade do fundido. De acordo com os resultados da análise térmica, o tratamento por via química tende a aumentar o tempo de recalescência durante a fase de solidificação da fase  $\alpha-Al$  em relação aos banhos metálicos que não foram sujeitos a tratamento. Sob o tratamento de banho acústico, o silício eutético não sofre alterações morfológicas embora se verifique uma ligeira redução do comprimento das lamelas de Si. A adição da liga mãe do tipo AlSr apresenta uma modificação eficaz do Si eutético alterando a sua morfologia de acicular para fibroso.

## REFERÊNCIAS

1. ASM Handbook: Casting; ASM International, 10th edition; ASM International: Materials Park Ohio, 1990-2016, ISBN 0871703777.
2. Dahle, A.K.; Tøndel, P.A.; Paradies, C.J.; Arnberg, L. Effect of grain refinement on the fluidity of two commercial Al-Si foundry alloys. *Metall and Mat Trans A* 1996, 27, 2305–2313, doi:10.1007/BF02651885.
3. Chaparro-González, J.; Mondragón-Sánchez, L.; Núñez-Alcocer, J.; Flores-Valdés, A. Application of an ultrasound technique to control the modification of AlSi alloys. *Mater. Des.* 1995, 16, 47–50, doi:10.1016/0261-3069(95)00010-V.
4. Samuel, A.M.; Abdelaziz, M.H.; Doty, H.W.; Samuel, F.H. Metallurgical Parameters Controlling Fragmentation and Spheroidization Processes of Eutectic Si Particles in Al-Si Cast Alloys. *Inter Metalcast* 2021, 5, 187, doi:10.1007/s40962-021-00702-8.
5. Golbahar, B.; Samuel, E.; Samuel, A.M.; Doty, H.W.; Samuel, F.H. On thermal analysis, macrostructure and microstructure of grain refined Al-Si-Mg cast alloys: role of Sr addition. *International Journal of Cast Metals Research* 2014, 27, 257–266, doi:10.1179/1743133614Y.00000000109.
6. Bäckerud, L.; Arnberg, L.; Król, E.; Tamminen, J.; Chai, G. Solidification characteristics of aluminum alloys; Skanuminium: Oslo, Norway, 1986, ISBN 0-87433-119-6.
7. Nampoothiri, J.; Balasundar, I.; Raj, B.; Murty, B.S.; Ravi, K.R. Porosity alleviation and mechanical property improvement of strontium modified A356 alloy by ultrasonic treatment. *Materials Science and Engineering: A* 2018, 724, 586–593, doi:10.1016/j.msea.2018.03.069.

# CRACKFREE – MATERIAIS METÁLICOS AUTORREPARÁVEIS

**PATRÍCIA FREITAS RODRIGUES**

*Investigadora Doutorada*

*Universidade de Coimbra, Departamento de Engenharia Mecânica, CEMMPRE,*

*R. Luís Reis Santos, 3030-790 Coimbra, Portugal*

## RESUMO

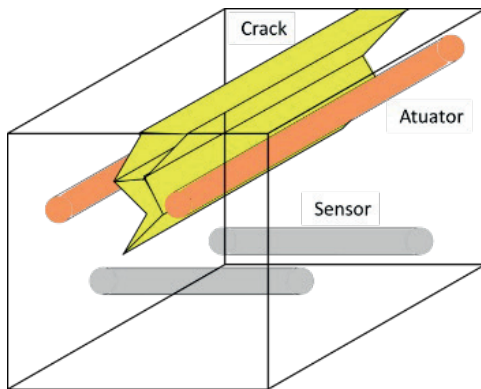
O grupo de materiais e processos do CEMMPRE tem desenvolvido, nos últimos anos, trabalhos de investigação relevantes na área de processos aditivos, tanto nas suas diversas componentes mais consolidadas (*sputtering*), como também nas componentes mais atuais (manufatura aditiva). Destacam-se assim trabalhos desenvolvidos sobre a produção de multicamadas reativas com diferentes camadas de materiais metálicos, mas também trabalhos focados em técnicas atuais de manufatura aditiva com materiais metálicos, como por exemplo, sinterização seletiva por laser, extrusão de material. Baseado na vasta experiência do grupo nos diversos processos e caracterização de materiais metálicos, foi desenvolvido o projeto CrackFree supervisionado pelas Professoras Doutoras Ana Sofia Ramos e Maria Teresa Vieira. O projeto CrackFree visa elaborar um sistema de autorreparação em materiais metálicos, abordando diferentes técnicas para a produção de cada componente. Esse sistema é composto por um material matriz, um sensor e um atuador. Neste projeto, o material matriz é produzido a partir da técnica de extrusão de material, o sensor tem como elemento principal ligas com memória de forma, e o atuador tem como destaque as multicamadas reativas (*sputtering*) que são capazes de promover uma reação de autopropagação.

Os estudos sobre materiais autorreparáveis são, sobretudo, centrados em compósitos poliméricos e materiais cerâmicos [1], [2]. A autorreparação em metais é complexa, tornando a sua investigação um desafio. Por isso, foi explorada uma nova abordagem para detetar (micro)fissuras em materiais metálicos, e, posteriormente, induzir a sua reparação (autorreparação) – *Self-healing* (**Figura 1**). Os mecanismos e princípios básicos da autorreparação em metais ainda são pouco explorados e os nossos resultados são claramente considerados uma mais-valia. O principal objetivo do projeto é contribuir para a reparação de danos em componentes aeroespaciais/aeronáuticos, bem como em dispositivos biomédicos. Para este fim, foram selecionados dois materiais metálicos; uma liga aeronáutica de alumínio e um aço inoxidável austenítico. Estes materiais foram usados para a produção do material matriz utilizando a técnica Extrusão de Material (MEX). O primeiro objetivo consistiu na deteção de fissuras utilizando fios de ligas de memória de forma - Sensor. A

transformação martensítica do NiTi induzida por tensão e a diferente resistividade entre a austenite e a martensite são o cerne dos sensores de fissuras (sensores de tensão). Paralelamente, outro objetivo consistiu na deposição de nanocamadas alternadas de metais que reagem exotermicamente entre si, sobre a superfície de fios de tungsténio - Atuador. Na etapa de reparação, recorreu-se ao caráter exotérmico das multicamadas reativas (MRs). Após deteção, o fecho da fissura foi promovido pela fusão de um material reparador por efeito do calor libertado pela MR. O material fundido fluiu de forma a preencher a fissura. A fim de avaliar a estratégia de autorreparação proposta, foi estudada a propagação de fissuras em materiais metálicos com sensores e atuadores incorporados, tanto numérica como experimentalmente.



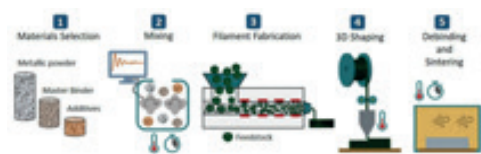




**Figura 1** – Posicionamento dos sensores e atuadores

## MATERIAL BASE

A Extrusão de Material (MEX) foi escolhida como a tecnologia aditiva para se produzir o material matriz do sistema. A tecnologia MEX tem como vantagens ser acessível, versátil e ter por base o conhecimento teórico e experimental proveniente da Moldação por Injeção de Pós (PIM) e a Modelação por Deposição (FDM) de polímeros. A tecnologia MEX é amplamente explorada pelo grupo liderado pela Professora Doutora Maria Teresa Vieira. O grupo já desenvolveu filamentos com diversos materiais tais como, aço, cobre, NiTi, outros[3]–[6], desde a mistura para produção do filamento até à sinterização das peças (**Figura 2**).



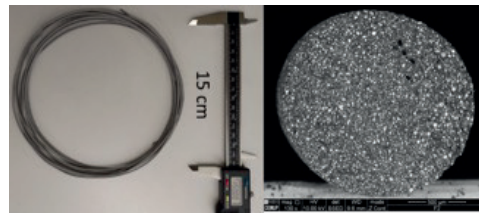
**Figura 2** – Esquema representativo da tecnologia MEX [3]

Mesmo com todo o conhecimento e experiência do grupo, o filamento de alumínio revelou ser um desafio devido às suas características.

A primeira fase desta atividade foi o desenvolvimento do filamento de alumínio (AA7050) com características que possibilitassem o seu uso para produzir peças de qualidade, com o recurso a uma impressora 3D comum. O filamento utilizado, composto por 60%vol. de pó de alumínio, foi sujeito aos tratamentos térmicos, após conformação das peças em verde, eliminação do ligante e, de seguida, sinterização.

Os filamentos foram caracterizados com as técnicas de: TGA, DRX, MEV e ainda foram submetidos a ensaios mecânicos (flexão) para verificar as condições

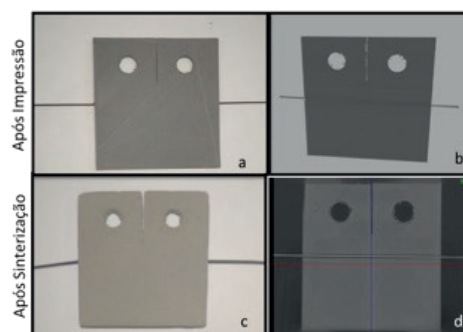
de processamento e relativas ao seu armazenamento em rolo (**Figure 3**).



**Figura 3** – Filamento de alumínio produzido.

Neste projeto, foram selecionados provetes de fadiga, como peças de teste. Duas estratégias diferentes foram aplicadas na produção dos mesmos, visando a introdução do fio nas peças com o intuito de promover a adesão entre o fio e a matriz, para garantir a identificação da aproximação da fissura no sistema.

Para verificar e comparar a qualidade das peças em verde (**Figura 4a e 4b**) e após sinterização (**Figura 4c e 4d**), observou-se via microtomografia (micro-CT - X-ray/micro-computed tomography). Nesta etapa, foram avaliados a reprodutibilidade e o efeito dos parâmetros de impressão utilizados, através da observação da densificação das peças e dos desvios geométricos nas dimensões finais, assim como a deteção de linhas e camadas de impressão coincidentes. Após processamento, verifica-se a dimensão, os defeitos e ainda a qualidade da adesão entre o material matriz e o fio utilizado como sensor (**Figura 4**).



**Figura 4** – Provette de fadiga de alumínio produzido via MEX. Após impressão: a) Provete impresso; b) imagem do provete micro-CT. Após sinterização: c) Provete após sinterização e d) imagem do provete micro-CT.

Os provetes após sinterização são submetidos a um teste de tração adaptado (**Figura 5**) para verificar a eficiência da adesão entre o fio e a matriz. O teste foi realizado somente para verificar se existia adesão, mas ainda não foi possível confirmar os valores pois a etapa de sinterização ainda está a ser explorada pelo grupo.

Figura 5 – Teste de adesão

## SENSOR

A componente do sensor neste projeto é composta pelo material matriz (discutido anteriormente), pelo fio de NiTi (real sensor no sistema) e o revestimento do fio (**Figura 6**).

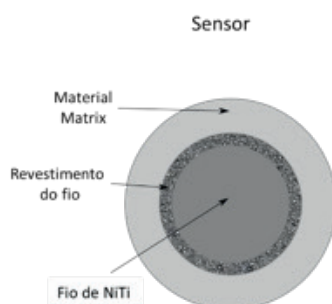


Figura 6 – Esquema representativo do sensor

São utilizados neste sistema fios superelástico de NiTi. A superelasticidade permite a detecção da aproximação da fissura no sistema. A superelasticidade é observada como resultado da transformação martensítica induzida pelo stress (SIM) entre a austenite e a martensite orientada [7]. Quando tensionadas em condições isotérmicas, as ligas com memória de forma mostram primeiro a deformação elástica na fase austenítica, seguida de um plateau máximo associado à transformação induzida pelas tensões resultantes da mudança de fase austenite (A) - martensite (M). Ao descarregar, o material passa pela transformação de fase inversa de martensite (M) para austenite (A), que ocorre a valores mais baixos, correspondendo a plateaus de tensão inferiores aos observados na transformação direta. A resistividade elétrica é sensível a essa transformação, e ainda apresenta um bom comportamento linear ao longo da deformação. Esta etapa do trabalho foi publicada no artigo *"Experimental Analysis of NiTi Alloy during Strain-Controlled Low-Cycle Fatigue"* [8]. Neste trabalho foi estudada a interação entre a transformação martensítica induzida por tensão e o comportamento de resistividade da liga de memória de forma de NiTi superelástica. A fadiga com baixo número de ciclos (300 ciclos), controlada por deformações de até 6%, foi observada enquanto se media a resistência elétrica (*in-situ*). Os resultados experimentais mostraram que um elevado número de deslocamentos, provenientes da transformação martensítica, resultam numa cumulação significativa de defeitos,

como evidenciado pela microscopia eletrônica de transmissão (TEM) (**Figura 7**), antes e depois dos ciclos de tração, dando origem a um aumento global dos valores de resistência elétrica até à deformação máxima. Portanto, a pesquisa indicou que o fio de NiTi superelástico tem um grande potencial como sensor de deformação dentro de materiais maciços.

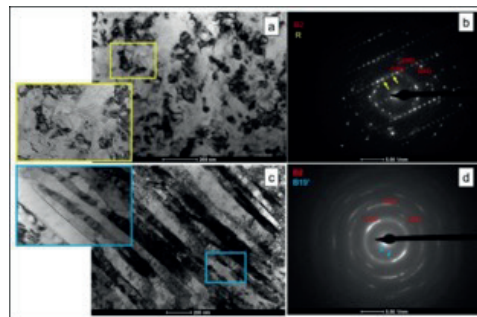


Figura 7 - Microestruturas do fio de NiTi antes e depois do teste de fadiga de baixo ciclo (TEM).

O fio ainda foi estudado após a etapa de sinterização, em que se pretendia promover a adesão entre o material matriz e o sensor. Após o teste de adesão foi possível observar-se a presença de uma camada de reação no fio. Esta camada indica a possibilidade de ocorrência de sinterização na matriz e ainda de adesão (**Figura 8**).

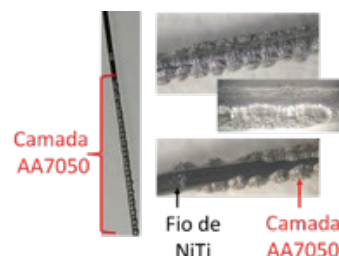


Figura 8 – Fio após teste de adesão.

Para melhorar o desempenho do sensor no sistema foi proposto o isolamento elétrico do fio. Para este fim, foi realizado o revestimento do fio com zircônica, via sputtering - modo reativo (**Figura 9**). Este revestimento foi realizado para isolar o material e garantir uma leitura real dos parâmetros (tensão x resistividade) e boa adesão sensor x material matriz. A formação da camada de zircônica foi observada e medida por SEM e identificada por DRX.

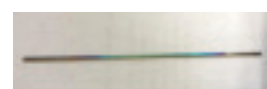
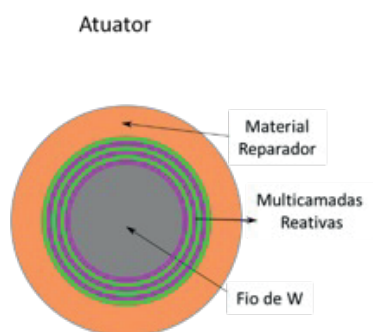


Figura 9 – Fio revestido.

## ATUADOR

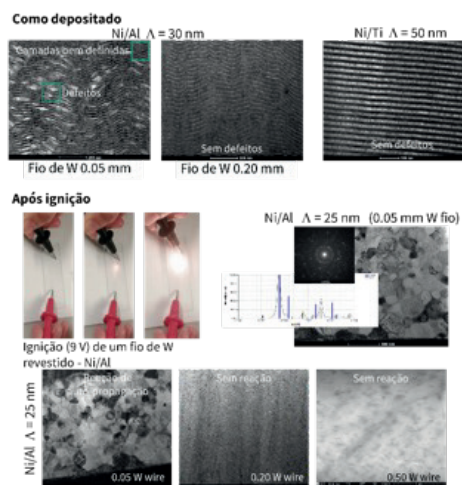
A componente do atuador responsável pela reparação de fissuras. neste projeto é composta pelo material reparador, pelas multicamadas reativas e pelo fio de tungsténio (**Figura 10**).



**Figura 10** – Esquema representativo do atuador

Nesta etapa, o foco foi a deposição de multicamadas reativas Me1/Me2 (Me – metal) sobre fios de tungsténio e posterior ignição, com o intuito de promover a ocorrência de reações autopropagáveis, com a consequente libertação de calor. Estes fios apresentam potencial para serem utilizados, em conjunto com um material reparador de baixo ponto de fusão. Os resultados do estudo inicial deste sistema foi publicado no artigo: “*Development of Actuators for Repairing Cracks by Coating W Wires with Reactive Multilayers*” [9]. O objetivo foi otimizar o revestimento de fios de tungsténio com películas finas reativas e promover uma reação exotérmica de auto-propagação. O objetivo final é usar este calor para fundir materiais de baixa temperatura de fusão, impedindo assim a propagação de fendas em materiais metálicos. As multicamadas Ni/Me (Me = Al, Ti) foram depositadas por pulverização catódica em modo magnetron, sobre fios de tungsténio com diâmetros de 0,05 e 0,20 mm. As deposições foram realizadas para obter películas com composição química média quase equiatômica e uma espessura de bicamada entre 20 e 50 nm. A secção transversal dos filmes foi analisada usando microscopia eletrónica de varrimento antes e depois da ignição elétrica (**Figura 10**). Foi desenvolvido um novo detentor do substrato para melhorar a qualidade dos filmes Al/Ni, permitindo uma redução dos defeitos anteriormente observados. As películas finas Ni/Ti não apresentaram defeitos perceptíveis, independentemente do suporte do substrato. No entanto, após a ignição, a reação Ni + Ti ocorreu num modo de não propagação. Passando uma corrente elétrica através de um fio ( $\Phi = 0,05$  mm) revestido com uma película

fina Al/Ni, promoveu um flash de luz que estava associado ao início de uma reação autopropagação (**Figura 11**). O produto da reação foi uma fase intermetálica B2-AlNi. Os fios W revestidos com multicamadas reativas podem contribuir para o preenchimento de fendas e têm potencial para serem atuadores de auto-cura.



**Figura 11** – Micrografia dos fios antes e após ignição.

Após os ensaios, verificou-se que a utilização de um sistema mais energético (Al-Pd), que tinha por objetivo alcançar a autopropagação em fios de maior diâmetro (0,20 mm), devido à maior temperatura atingida localmente durante a reação, não foi atingido. No entanto, o tamanho de grão após ignição pelo modo II do filme Al/Pd com 25 nm de período sugere que, mesmo sem autopropagação, a reação entre Al e Pd pode eventualmente atingir temperaturas suficientes para fundir um material reparador de baixo ponto de fusão. O próximo passo será investigar a possível ocorrência de reação de autopropagação em fios de tamanho intermédio de 0.1 mm. Este estudo já se encontra em curso.

Até ao momento, contudo, a questão-chave que seria a composição do sistema (Conjunto: matriz + sensor + atuador) continua sob investigação. A produção dos provetes de fadiga com os fios inserido com qualidade adequada para a realização de ensaios ainda não foi alcançada totalmente. O funcionamento das partes isoladamente, foi testado. No entanto, o funcionamento do sistema completo ainda não foi testado, no intuito de comprovar efetivamente o seu funcionamento como um todo. Outros estágios da investigação deverão ser realizados para apresentar os avanços necessários na área de auto-cura em materiais metálicos e fornecer uma resposta real a esta questão.

## AGRADECIMENTOS

Esse trabalho foi financiado por: Project PTDC/CTM-CTM/29101/2017—POCI-01-145-FEDER-029101, financiado por FEDER através do COMPETE2020 — Programa Operacional Competitividade e Internacionalização (POCI), e pelos fundos nacionais (PIDDAC) através FCT/MCTES. Esse trabalho também foi financiado por: FEDER através do programa COMPETE—Programa Operacional Factores de Competitividade e fundos nacionais através da FCT—Fundação para a Ciência e a Tecnologia no Projeto UIDB/EMS/00285/2020.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] S. M. Aouadi, J. Gu, and D. Berman, "Self-healing ceramic coatings that operate in extreme environments: A review," *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, vol. 38, no. 5, p. 050802, Aug. 2020, doi: 10.1116/6.0000350.
- [2] M. Goyal, S. N. Agarwal, and N. Bhatnagar, "A review on self-healing polymers for applications in spacecraft and construction of roads," *J. Appl. Polym. Sci.*, Jul. 2022, doi: 10.1002/APP.52816.
- [3] F. Cerejo, D. Gatões, and M. T. Vieira, "Optimization of metallic powder filaments for additive manufacturing extrusion (MEX)," doi: 10.1007/s00170-021-07043-0/Published.
- [4] P. Carreira, F. Cerejo, N. Alves, and M. T. Vieira, "In Search of the Optimal Conditions to Process Shape Memory Alloys (NiTi) Using Fused Filament Fabrication (FFF)," *Mater.* 2020, Vol. 13, Page 4718, vol. 13, no. 21, p. 4718, Oct. 2020, doi: 10.3390/MA13214718.
- [5] C. Santos, D. Gatões, F. Cerejo, and M. T. Vieira, "Influence of Metallic Powder Characteristics on Extruded Feedstock Performance for Indirect Additive Manufacturing," *Mater.* 2021, Vol. 14, Page 7136, vol. 14, no. 23, p. 7136, Nov. 2021, doi: 10.3390/MA14237136.
- [6] F. Silva Cerejo, D. Gatões, and T. Vieira, "Optimization of Metallic Powder Filaments for Additive Manufacturing Extrusion (MEX)," Feb. 2021, doi: 10.21203/rs.3.rs-168766/v1.
- [7] K. Otsuka and X. Ren, "Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 50, no. 5, pp. 511–678, 2005, doi: 10.1016/j.pmatsci.2004.10.001.
- [8] P. C. Lima, P. F. Rodrigues, A. S. Ramos, J. D. M. da Costa, F. M. Braz Fernandes, and M. T. Vieira, "Experimental Analysis of NiTi Alloy during Strain-Controlled Low-Cycle Fatigue," *Mater.* 2021, Vol. 14, Page 4455, vol. 14, no. 16, p. 4455, Aug. 2021, doi: 10.3390/MA14164455.
- [9] G. S. Silva, L. Maj, J. Morgiel, M. T. Vieira, and A. S. Ramos, "Development of Actuators for Repairing Cracks by Coating Wires with Reactive Multilayers," *Mater.* 2022, Vol. 15, Page 869, vol. 15, no. 3, p. 869, Jan. 2022, doi: 10.3390/MA15030869.



# NANOMATERIAIS DO FUTURO: NANOTECNOLOGIA APLICADA AO TRATAMENTO DE ÁGUAS

**SOFIA FARIAS SOARES**

*Departamento de Engenharia dos Materiais e Cerâmica, Universidade de Aveiro, 3810-193, Portugal*  
Email: sofiafsoares@ua.pt

A nanotecnologia amplia a ciência de materiais para o domínio de partículas e interfaces com pequenas dimensões, na ordem de um a cem nanómetros. Partículas deste tamanho, denominadas de “nanopartículas”, apresentam uma variedade de características específicas que as distingue de forma particular das partículas macroscópicas: apresentam uma elevada área superficial e exibem propriedades óticas, magnéticas e químicas distintas. A elevada área superficial das nanopartículas vai conferir, em muitos casos, excelentes propriedades de adsorção de contaminantes de águas. A etapa subsequente de remoção das nanopartículas da água tratada juntamente com os poluentes adsorvidos pode ser facilitada pelo uso, por exemplo, de nanopartículas magnéticas. Esta propriedade (magnetismo) vai permitir que as nanopartículas sejam removidas da água de uma forma simples, rápida e eficaz, através da aplicação de um campo magnético externo.

A água é uma das substâncias mais preciosas e essenciais para toda humanidade. Atualmente, a escassez de água potável e a contaminação de fontes de água em algumas regiões do mundo são consideradas ameaças graves. De facto, a poluição da água é um problema prioritário e urgente, para o qual a comunidade científica tem um extremo interesse na procura de soluções inovadoras.

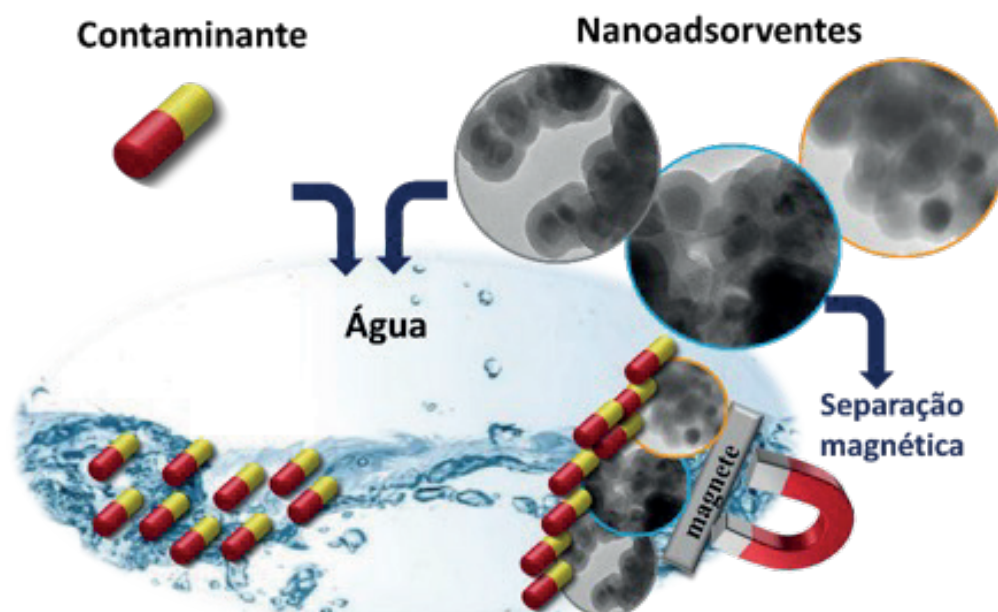
A nossa contribuição para minimizar esta questão ambiental envolve investigação interdisciplinar que ambiciona o desenvolvimento de novas tecnologias de purificação de água para uma aplicação real. Estes adsorventes têm um tamanho inferior a cem nanómetros, o que possibilita uma elevada área de contacto com a água, combinado com polissacarídeos presentes na sua composição e que são provenientes de algas. Estes constituem os componentes fundamentais dos nanoadsorventes magnéticos desenvolvidos e já patenteados pela equipa de investigadores do Departamento de Química da Universidade de Aveiro e do CICECO-Instituto de Materiais de Aveiro. O trabalho desenvolvido teve a orientação científica da Investigadora Ana Luísa Daniel da Silva e do Professor Tito Trindade. Os investigadores envolvidos ambicionam continuar a aprofundar o

estudo e chegar a uma solução aplicável em situação real.

Desenvolveram-se novos nanomateriais adsorventes para a remoção de diversos poluentes presentes na água, como por exemplo corantes orgânicos, moléculas de medicamentos e pesticidas, com a possibilidade de serem removidos magneticamente de águas contaminadas (**Figura 1**) [1–5]. Estes nanomateriais desenvolvidos são nanopartículas compostas por um interior magnético constituído por óxidos de ferro (por exemplo, magnetite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), cuja aplicabilidade e seletividade como adsorventes depende do tipo de química de superfície existente. Esta componente fornece propriedades magnéticas ao nanomaterial final, permitindo assim a sua remoção da água tratada de uma forma rápida e fácil (**Figura 2**) [6]. Assim, desenvolveram-se nanopartículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  revestidas com camadas de sílica funcionalizadas com diversos biopolímeros. A componente de sílica confere robustez, estabilidade coloidal e previne a oxidação da nanopartícula de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Por outro lado, os biopolímeros utilizados, maioritariamente polissacarídeos, são vantajosos devido ao seu baixo custo, elevada disponibilidade, serem considerados compostos amigos

do ambiente e conterem diferentes grupos funcionais. Assim, para ser possível obter nanoadsorventes com um elevado desempenho de remoção é necessário otimizar a modificação da superfície das nanopartículas, adotando novas estratégias químicas que terão um elevado impacto

na composição, estrutura e propriedades do material final [7]. O objetivo final desta investigação ambiciona criar condições para a aplicação à escala real desta nanotecnologia, envolvendo a remoção magnética de poluentes da água.



**Figura 1-** Exemplo do processo de remoção de contaminante da água através da utilização de nanoadsorventes magnéticos, possibilitando a separação magnética do nanoadsorvente da água tratada através da aplicação de campo magnético externo (magnete). Adaptado de [1].



**Figura 2-** Separação magnética das partículas nanoadsorventes da água usando um magnete [6].

Até ao momento foram alcançados os seguintes objetivos: desenvolvimento de nanoadsorventes bio-híbridos magnéticos compostos por um interior de nanopartículas de magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) encapsulados com uma rede de sílica contendo biopolímeros, através da utilização de um procedimento de revestimento de uma só etapa; a estratégia proposta permite o design de nanoadsorventes que são, em princípio, amigos do ambiente e com uma química de superfície e carga superficial ajustáveis; os grupos funcionais de superfície podem ser personalizados de acordo com as características dos poluentes alvo, de forma a aumentar a afinidade de adsorção dos nanoadsorventes magnéticos; os

adsorventes bio-híbridos magnéticos são eficazes na remoção de diversos poluentes da água, nomeadamente corantes, compostos farmacêuticos e pesticidas, apresentando elevada capacidade de remoção, reutilização e aplicabilidade em amostras de águas reais. Portanto, estes nanoadsorventes magnéticos oferecem novas possibilidades para a purificação de água contaminada através da aplicação de tecnologias de limpeza assistidas magneticamente.

No processo de tratamento da água, o método de adsorção tem a vantagem de concentrar em poucas gramas de um sólido (nanoadsorvente) o contaminante

que se encontra num grande volume de água, utilizando um método simples e que não origina a produção de subprodutos que podem ser ainda mais tóxicos do que o contaminante inicial presente na água.

O uso de biopolímeros extraídos de fontes naturais e renováveis (por exemplo, o quitosano) para a produção desses nanoadsorventes, é uma vantagem relativamente a adsorventes comerciais, que na sua maioria são produzidos através de metodologias de custo mais elevado e utilizando fontes não renováveis. A tecnologia inovadora desenvolvida tem o potencial de substituir outras soluções mais dispendiosas ou que introduzem dificuldades a nível de manuseamento e gestão, como por exemplo as soluções que recorrem à separação por filtração membranar. Como tal, contribui também para a valorização de biopolímeros provenientes de recursos renováveis, como as algas que crescem ao longo das costas portuguesas, sensibilizando para as possíveis aplicações destas e potenciando o seu interesse comercial.

Os nanoadsorventes desenvolvidos podem ser regenerados e reutilizados por diversos ciclos de adsorção-desorção, o que representa uma vantagem ao nível da sustentabilidade ambiental e económica. Pretende-se também avaliar o impacto ambiental dos nanomateriais desenvolvidos, em colaboração com especialistas na área.

## AGRADECIMENTOS

A autora agradece aos orientadores de doutoramento, à Universidade de Aveiro, ao CICECO-Instituto de Materiais de Aveiro e à Fundação para a Ciência e Tecnologia pelo suporte financeiro.

## REFERÊNCIAS

1. Soares, S.F., Nogueira, J., Trindade, T., Daniel-da-Silva, A.L.: Towards efficient ciprofloxacin adsorption using magnetic hybrid nanoparticles prepared with  $\kappa$ -,  $\iota$ -, and  $\lambda$ -carrageenan. *Journal of Nanostructure in Chemistry*. (2022). <https://doi.org/10.1007/s40097-022-00498-x>
2. Soares, S.F., Fateixa, S., Trindade, T., Daniel-da-Silva, A.L.: A versatile synthetic route towards gelatin-silica hybrids and magnetic composite colloidal nanoparticles. *Advanced Composites and Hybrid Materials*. (2021). <https://doi.org/10.1007/s42114-021-00386-y>
3. Soares, S.F., Amorim, C.O., Amaral, J.S., Trindade, T., Daniel-da-Silva, A.L.: On the efficient removal, regeneration and reuse of quaternary chitosan magnetite nanosorbents for glyphosate herbicide in water. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 9, 105189 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105189>
4. Soares, S.F., Fernandes, T., Trindade, T., Daniel-da-Silva, A.L.: Recent advances on magnetic biosorbents and their applications for water treatment. *Environmental Chemistry Letters*. 18, 151–164 (2020). <https://doi.org/10.1007/s10311-019-00931-8>
5. Soares, S.F., Rocha, M.J., Ferro, M., Amorim, C.O., Amaral, J.S., Trindade, T., Daniel-da-Silva, A.L.: Magnetic nanosorbents with siliceous hybrid shells of alginic acid and carrageenan for removal of ciprofloxacin. *International Journal of Biological Macromolecules*. 139, 827–841 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.08.030>
6. Soares, S.F., Simões, T.R., Trindade, T., Daniel-da-Silva, A.L.: Highly efficient removal of dye from water using magnetic carrageenan/silica hybrid nano-adsorbents. *Water, Air, & Soil Pollution*. 228, 87 (2017). <https://doi.org/10.1007/s11270-017-3281-0>
7. Soares, S.F., Fernandes, T., Trindade, T., Daniel-da-Silva, A.L.: Surface engineered magnetic biosorbents for water treatment. In: Crini, G. and Lichtfouse, E. (eds.) *Green Adsorbents for Pollutant Removal*. *Environmental Chemistry for a Sustainable World*. pp. 301–342. Springer, Cham (2018)

# O EFEITO DA ESPESSURA DE CAMADA DEPOSITADA EM SÓLIDOS CELULARES NÃO-ESTOCÁSTICOS OBTIDAS POR FABRICAÇÃO ADITIVA

V.H. CARNEIRO<sup>1</sup>, E.C. SILVA<sup>2,3</sup>, I. GOMES<sup>4</sup>, I. DUARTE<sup>5</sup>, H. PUGA<sup>4</sup>, A.M. SAMPAIO<sup>2,3,6</sup> AND A.J. PONTES<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup> MEtRICS, University of Minho, Campus de Azurém, 4800-058 Guimarães, Portugal.

<sup>2</sup> IPC – Institute of Polymers and Composites, Department of Polymer Engineering, University of Minho, Campus de Azurém, 4800-058 Guimarães, Portugal.

<sup>3</sup> DONE Lab – Advanced Manufacturing of Polymers and Tools, University of Minho, Campus de Azurém, 4800-058 Guimarães, Portugal.

<sup>4</sup> CMEMS-UMinho, University of Minho, Campus de Azurém, 4800-058 Guimarães, Portugal.

<sup>5</sup> Department of Mechanical Engineering, Centre for Mechanical Technology and Automation (TEMA), University of Aveiro, 3810-193 Aveiro, Portugal

<sup>6</sup> Lab2PT, School of Architecture, University of Minho, Campus de Azurém, 4800-058 Guimarães, Portugal

## RESUMO

Os sólidos celulares não-estocásticos fabricados em liga de alumínio são atrativos pela sua elevada resistência mecânica específica. Atualmente, estas propriedades podem ser em peças com geometrias complexas obtidas pelo fabrico aditivo. Contudo, este estudo mostra que as propriedades mecânicas destes materiais são dependentes dos seus parâmetros de fabricação. Os resultados experimentais pela compressão das microarquiteturas impressas na liga Al10SiMg revelam que o módulo aparente tende a aumentar à medida que a espessura de camada aumenta. Já a resistência mecânica (i.e. tensão de colapso) tende a diminuir com o aumento da espessura de camada.

## PALAVRAS-CHAVE

Fabrico aditivo; Microarquiteturas treliçadas; AlSi10Mg; Espessura de camada.

## INTRODUÇÃO

Nos últimos anos tem sido reportado diversos desenvolvimentos na área dos sólidos celulares não-estocásticos pelas suas elevadas propriedades mecânicas específicas. Adicionalmente, a combinação das ferramentas numéricas atuais com o fabrico aditivo, fazem com que as propriedades mecânicas nestes sólidos celulares sejam amplamente customizáveis [1]. Os desenvolvimentos nesta área permitem que sejam possíveis atingir comportamentos mecânicos bastante atrativos tais como coeficientes de Poisson negativos [2], alta absorção de impactos [3], mitigação de vibração [4], etc.

Considerando que o desenvolvimento de novas topologias (e.g. dimensões e detalhes geométricos à escala macroscópica) e efeito do material de base compõem a grande parte dos estudos reportados neste domínio [5], sabe-se que os parâmetros do fabrico aditivo têm um elevado impacto nas propriedades mecânicas dos componentes impressos. Torna-se assim imperativo determinar o impacto dos parâmetros de fabrico aditivo em sólidos celulares não-estocásticos. Este assunto é especialmente relevante quando estes materiais são

compostos por microarquiteturas treliçadas cujos detalhes dimensionais e geométricos podem ser bastante reduzidos [6].

Considerando que as propriedades mecânicas dos sólidos celulares não-estocásticos são determinadas pela topologia da sua unidade celular (i.e. dimensões, geometria e defeitos) e pelo material de base (morfologia da microestrutura) [7], este trabalho detalha o impacto da espessura da camada depositada no fabrico aditivo. Topologias auxéticas obtidas por fabrico aditivo na liga AlSi10Mg e produzidas com diferentes espessuras de camada depositada foram submetidas a ensaios de compressão. Os resultados destes ensaios são correlacionados com uma caracterização (macroestrutural) metrológica por tomografia por Raios-X e (microestrutural) de dureza, para apurar estas alterações induzidas pela espessura de camada depositada.



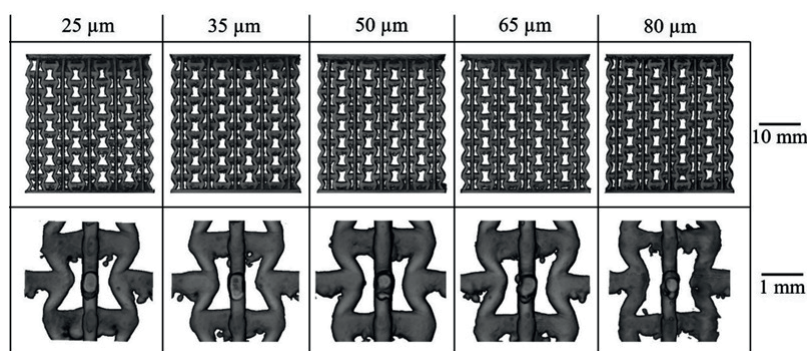
## MÉTODOS

Sólidos celulares não estocásticos foram produzidos por fabrico aditivo (Concept Laser M2 Cusing) na liga AlSi10Mg com diferentes espessuras de camada de deposição (25 a 80  $\mu\text{m}$ ). Os restantes parâmetros de fabrico foram mantidos de acordo com as recomendações do fabricante do equipamento (370W e 1400 mm/s), sendo o substrato pré-aquecido a 200 °C. Estes parâmetros foram usados para os sólidos celulares (9x9x8 células) auxéticos com uma unidade periódica em favo de mel invertido com comprimento, diâmetro e ângulo de treliça com, respetivamente, 4 mm, 0.6 mm e -30°.

A caracterização metrológica dos sólidos celulares não estocásticos produzidos foi realizada por microtomografia computadorizada por Raios-X ( $\mu\text{CT}$ , Bruker SkuScan-1275, 20-100 Kv e 10 W). Foram também realizados ensaios de dureza Vickers em amostras polidas com uma carga de 0.5 kgf durante 10 s. As amostras (sólidos celulares - 9x9x8 células) foram ainda sujeitas a ensaios de compressão axial para determinar a sua resistência mecânica (i.e. tensão de colapso) e rigidez (i.e. módulo aparente). Para este efeito, as amostras foram comprimidas (INSTRON 8874) entre duas placas de aço a uma taxa de deslocamento de 0.05 mm/s.

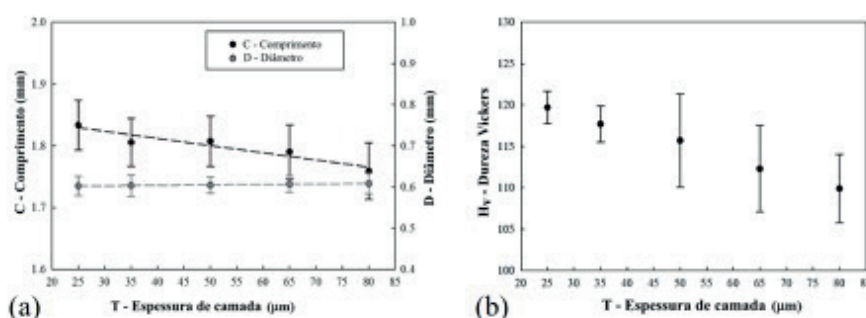
## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na **Figura 1** são apresentados exemplos dos sólidos celulares fabricados por manufatura aditiva, onde são detalhadas as unidades celulares periódicas em favo de mel invertido por  $\mu\text{CT}$ , para cada uma das espessuras de camadas de deposição analisadas. Visualmente, verifica-se que existem algumas variações tanto ao nível dimensional como morfológico, contudo, mantendo sempre a sua topologia base.



**Figura 1.** Detalhe por  $\mu\text{CT}$  dos sólidos celulares e unidades celulares periódicas para as amostras obtidas por fabricação aditiva.

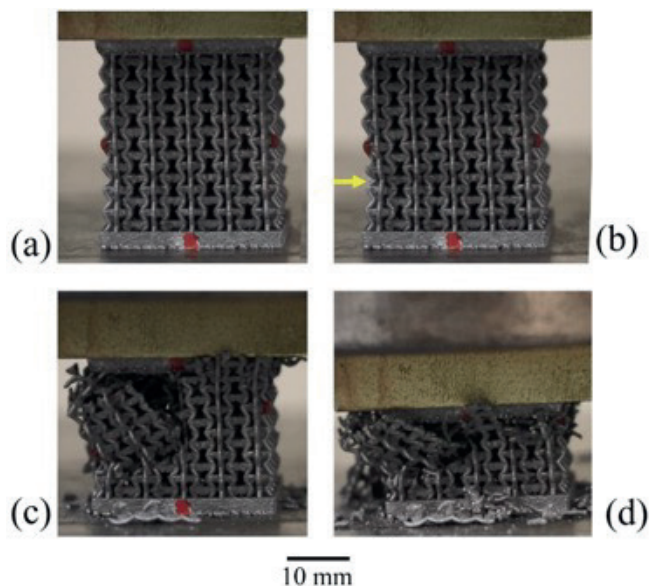
Pelos resultados da análise metrológica (**Figura 2 (a)**), nomeadamente às treliças que compõem os sólidos celulares da **Figura 1**, foi possível verificar que o seu comprimento (C) e diâmetro (D) reais estão contidos nos intervalos de, respetivamente, 1.76 - 1.83 mm e 0.60 - 0.61 mm. Contudo, é visível que quando a espessura de camada de deposição aumenta, o comprimento e diâmetro das treliças tende, respetivamente, a diminuir e aumentar. Basicamente, estes resultados revelam que à medida que a espessura da camada de deposição aumenta, o momento fletor das treliças diminui. Adicionalmente, há um aumento do seu momento de inércia.



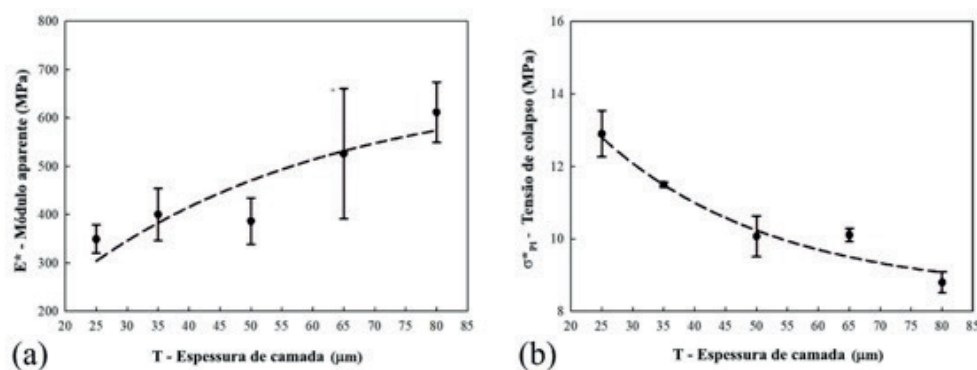
**Figura 2.** Caracterização (a) macroestrutural – pela análise metrológica por  $\mu\text{CT}$ ; e (b) microestrutural pela dureza Vickers da matriz.

Considerando que as propriedades mecânicas de um sólido celular dependem tanto da topologia das suas células, como das características do material que as compõem, foi determinada a dureza das treliças dos componentes produzidos. De acordo com a **Figura 2 (b)**, a dureza das treliças tende a diminuir à medida que a espessura de camada aumenta. Isto indica que para espessuras de camada de deposição mais elevada, existe uma redução da ancoragem das deslocções na matriz e, consequentemente, uma diminuição da sua resistência mecânica.

Como seria de esperar, todos estes detalhes têm um papel crucial nas propriedades mecânicas destes sólidos celulares. Embora o seu mecanismo de colapso seja o clássico para um sólido celular auxético (**Figura 3**), a sua rigidez (i.e. módulo aparente – **Figura 4 (a)**) e resistência mecânica (i.e. tensão de colapso – **Figura 4 (b)**) são claramente distintas e dependentes da espessura de camada selecionada.



**Figura 3.** Detalhe do colapso dos sólidos celulares testados em compressão: (a) região linear elástica – 1% de deformação; (b) pós-colapso – 8% de deformação; (c) patamar de cedência – 40% de deformação; e (d) início da densificação – 70% de deformação.



**Figura 4.** Detalhe da influência da espessura da camada de deposição no (a) módulo aparente e (b) tensão de colapso.

A **Figura 4 (a)** confirma que a redução do comprimento e o aumento do diâmetro das treliças à medida que a espessura de camada aumenta (**Figura 2 (a)**), gera um aumento no módulo aparente dos sólidos celulares. Tendo em conta que o módulo de elasticidade da matriz da liga AlSi10Mg que compõe os sólidos celulares não deve alterar-se significativamente, esta

variação na rigidez é atribuída à redução do momento fletor e ao aumento do momento de inércia das treliças.

Os resultados obtidos experimentalmente mostram ainda que a tensão de colapso (**Figura 4 (b)**) tende a diminuir com o aumento da espessura de camada de deposição. Este efeito pode ser

perfeitamente correlacionado pela variação de dureza verificada na **Figura 2 (b)**. Ou seja, à medida que espessura de camada de deposição aumenta, a matriz perde resistência mecânica. Esta variação é então refletida pela diminuição da tensão de colapso dos sólidos celulares testados.

## CONCLUSÕES

Este estudo detalha o efeito da espessura de camada de deposição nas propriedades mecânicas de sólidos celulares obtidos por fabrico aditivo na liga AlSi10Mg. Uma abordagem experimental é combinada às escalas macro (análise da topologia por  $\mu$ CT) e micro (dureza) para analisar o impacto da variável mencionada na rigidez (i.e. módulo aparente) e resistência mecânica (i.e. tensão de colapso) deste tipo de materiais. Foram obtidas as seguintes conclusões:

(i) A espessura de camada de deposição tem um impacto significativo nas propriedades mecânicas de sólidos celulares não-estocásticos. O seu efeito é verificado tanto à escala macro (i.e. dimensões fundamentais das células periódicas), como à escala micro (i.e. dureza da matriz de alumínio);

(ii) O aumento da espessura de camada de deposição tende a aumentar a rigidez dos sólidos celulares não estocásticos. Este comportamento é atribuído às alterações da topologia das treliças que compõem as células. Quando o parâmetro de produção é elevado, as treliças tendem a diminuir o seu comprimento e aumentar o seu diâmetro. Assim, o seu momento fletor diminui e o seu momento de inércia aumenta;

(iii) A tensão de colapso dos sólidos celulares tende a diminuir à medida que a espessura da camada de deposição aumenta. Esta variação é atribuída à diminuição da dureza da matriz e à consequente redução da sua resistência mecânica.

## REFERÊNCIAS

- [1] A. du Plessis, S.M.J. Razavi, M. Benedetti, S. Murchio, M. Leary, M. Watson, D. Bhate, F. Berto, Properties and applications of additively manufactured metallic cellular materials: A review, *Progress in Materials Science*. 125 (2022) 100918.
- [2] R. Valle, G. Pincheira, V. Tuninetti, Design of an auxetic cellular structure with different elastic properties in its three orthogonal directions, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*. 235 (2021) 1341–1350.
- [3] X. Chen, Q. Ji, J. Wei, H. Tan, J. Yu, P. Zhang, V. Laude, M. Kadic, Light-weight shell-lattice metamaterials for mechanical shock absorption, *International Journal of Mechanical Sciences*. 169 (2020) 105288.
- [4] W. Jiang, G. Yin, L. Xie, M. Yin, Multifunctional 3D lattice metamaterials for vibration mitigation and energy absorption, *International Journal of Mechanical Sciences*. 233 (2022) 107678.
- [5] B.B. Babamiri, B. Barnes, A. Soltani-Tehrani, N. Shamsaei, K. Hazeli, Designing additively manufactured lattice structures based on deformation mechanisms, *Additive Manufacturing*. 46 (2021) 102143.
- [6] V.H. Carneiro, S.D. Rawson, H. Puga, J. Meireles, P.J. Withers, Additive manufacturing assisted investment casting: A low-cost method to fabricate periodic metallic cellular lattices, *Additive Manufacturing*. 33 (2020) 101085.
- [7] M.F. Ashby, T. Evans, N.A. Fleck, J. Hutchinson, H. Wadley, L. Gibson, *Metal foams: a design guide*, Elsevier, 2000.

# NÃO PERCA A OPORTUNIDADE DE SE JUNTAR A NÓS!



[www.spmateriais.pt](http://www.spmateriais.pt)

## QUEM SOMOS?

Associação de índole técnica e científica, sem fins lucrativos.

## VISÃO

Prestígio e implantação da SPM na comunidade científica nacional e nas empresas e o reconhecimento do seu papel como interlocutor por parte das entidades oficiais e governamentais.

## OBJETIVOS

Congregar pessoas físicas e jurídicas, interessadas em promover, a nível nacional, o aperfeiçoamento, o desenvolvimento e o progresso da Ciência e Tecnologia dos Materiais.

## MISSÃO

- 1) Promover ações que estimulem o ensino, a formação e a especialização técnico-científica;
- 2) Promover ações que estimulem a investigação científica, bem como a divulgação de estudos, resultados de investigação e de outros trabalhos;
- 3) Divulgar a importância que os novos materiais têm para o progresso tecnológico, e o papel importante que os materiais atualmente utilizados têm na qualidade de vida das populações;
- 4) Realizar congressos, conferências, seminários, cursos, reuniões e visitas técnicas;
- 5) Assegurar o contacto com organismos e associações congéneres, nacionais e estrangeiras, estimulando e desenvolvendo o intercâmbio entre especialistas;
- 6) Promover ações visando a fiabilidade dos produtos, através da escolha adequada de materiais, suas normas de ensaio e respetivo controlo de qualidade;
- 7) Promover a aquisição, o fornecimento e a troca de informações relativas aos seus objetivos, inclusive relacionados com assistência técnica;
- 8) Publicar uma revista da especialidade;

## SER SÓCIO DA SPM

Uma oportunidade de acrescentar valor à sua empresa, carreira e rede de contactos.

## VANTAGENS

A comunidade de Materiais representada pela SPM permite-lhe através das suas ações fomentar a sua rede de contactos.

A SPM dispõe de 10 Divisões Técnicas (Corrosão e Proteção de Materiais; Materiais Estruturais; Materiais Funcionais; Materiais para a Energia; Engenharia de Superfícies; Polímeros e Compósitos; Tecnologia e Processamento de Materiais; Materiais; Património Cultural; Jovem - JSPM e Comunicação e Divulgação) que procuram através das suas atividades promover e disseminar as mais diversas áreas da Ciência e Tecnologia dos Materiais.

Não deixe de partilhar os resultados da sua investigação e promover colaborações através dos nossos eventos, webinars, conferências.

Consulte a nossa revista técnica "[Ciência & Tecnologia dos Materiais](#)"



## JUNTE-SE A NÓS

Acompanhe o nosso site e redes sociais para estar a par da informação mais recente e relevante na área de Materiais.

**INSCRIÇÃO ONLINE**



# A NOVA GERAÇÃO PELOS MATERIAIS

INÊS PRATA, J-SPM

***Tudo o que nos rodeia é energia. Tudo o que vemos está de alguma forma relacionado com materiais, e é deslumbrante entender a relação e a interação do ser humano com os materiais.***

Confesso que enquanto estudava engenharia de materiais não tinha perceção da sua importância, impacto ou até mesmo para que servia. Passando da nanoescala para o macro da nossa realidade é como que se um novo mundo se apresentasse. Assim, ver e entender as diferentes realidades nas fases do processo de materializar algo, permite vislumbrar a fascinante transformação do mundo que nos rodeia.

Dei o meu contributo em diversas indústrias entre Portugal e Itália e foi um processo muito enriquecedor para entender melhor a indústria dentro das suas portas. Entretanto, e ainda em contacto com as diversas indústrias em Portugal, a oportunidade surgiu no mundo comercial e dos negócios. É uma forma diferente de servir e contribuir para um país mais tecnológico e inovador, sendo fascinante estar no início desta cadeia que serve a sociedade, aplicando os conhecimentos e as ferramentas que adquiri. Também é um privilégio acompanhar e contribuir na evolução dos mais diversos setores da indústria, ensino e investigação no nosso país.

A engenharia de materiais tem, sem qualquer dúvida, uma base científica e racional. No entanto, para que tudo seja possível de acontecer, é necessário saber conjugar com as competências emocionais e relacionais que aprendemos a desenvolver com o nosso ser e com quem nos rodeia. É a vontade do Homem que faz com que os materiais evoluam e melhor sirvam a sociedade.

É na sinergia destas capacidades que evoluímos e conseguimos superar os desafios que se apresentam, mediando entre o conhecimento científico e as necessidades da sociedade, com o objetivo de tornar o planeta melhor e mais sustentável e uma sociedade mais coesa.



## Microscopia SEM



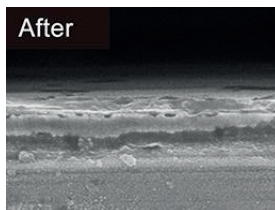
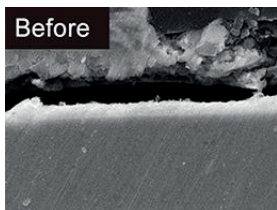
Especificações técnicas, dos microscópios eletrónicos [Coxem.com](http://Coxem.com):

- Alinhamento de fonte de eletrões;
- Platina para amostras com possibilidade de até 5 eixos automatizados;
- Ampliação máxima até 150 000 X, com intensidades do feixe de eletrões de 1Kv até 30 Kv;
- Opções: SE (Secondary Electrons), BSE (Backscattered Electrons) e EDS (Energy Dispersive Spectroscopie), com alto e/ou baixo vácuo.
- Equipamento de deposição de iões (Sputtering)

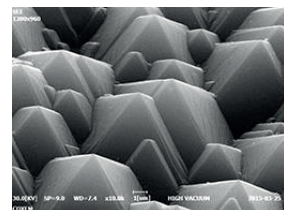


Alguns exemplos:

1 - Topografia de metais e revestimentos. Metal com ataque químico.



2 - Estruturas finas de células solares.



## Nanoindentador ZHN



O Nanoindentador ZHN da [Zwick/Roell.com](http://Zwick/Roell.com), é usado para caracterização mecânica de camadas depositadas em amostras, as quais apresentam algumas especificidades, nomeadamente a nível de força e deslocamento do indentador relativamente à amostra. Isolamento térmico e acústico / movimentos três eixos: X: 100mm; Y: 200mm; Z: 70mm. Múltiplas amostras / utilização de até 4 objetivas / 0 - 20 N.



Ensaio segundo norma ISO 14577. Scratch test / desgaste / dinâmicos / perfilómetro.

## Hidrogénio e Análise Térmica (termoelétrica e condutividade térmica)

Algumas das tecnologias desenvolvidas pela [Linseis.com](http://Linseis.com):

- DSC – Differential Scanning Calorimeter
- TGA – Thermo Gravimetric Analysis
- Dilatometry
- Laser Flash/Xenon Flash
- TFA – Thin Film Analyzer
- L79/HCS – Hall Characterization System (Hall Effect)



Para mais informações por favor contactar: [comercial@gravimeta.pt](mailto:comercial@gravimeta.pt) ou 918 387 211.

# LOCALENERGY - LOCAL RESOURCES FOR MULTIFUNCTIONAL TETRAHEDRITE-BASED ENERGY-HARVESTING APPLICATIONS

## LOCALENERGY PROJECT CHARACTERISTICS

**Website:** <http://localenergy.lneg.pt/>

**Consortium:** Principal contractor - Laboratório Nacional de Energia e Geologia, I.P. (LNEG);

Participating Institutions: Associação do Instituto Superior Técnico para a Investigação e Desenvolvimento (IST-ID) and Associação para a Inovação e Desenvolvimento da Faculdade de Ciências e Tecnologia (NOVA.ID-FCT);

**Research units:** Centro de Ciências e Tecnologias Nucleares (C2TN), Centro de Investigação de Materiais/i3N (CENIMAT|i3N);

**Consultant:** Dr. Patrícia Carvalho, from SINTEF.

### NOVELTY

Use of natural tetrahedrites, obtained from Iberian Pyrite Belt (IPB), for producing thermoelectric (TE) and photovoltaic (PV) materials.

### EXCELLENT SCIENCE

Research performed in multiple scientific domains with multiple application levels comprising a multidisciplinary research team that involved researchers and institutions with proven record of achievements in the field of materials science, geology, and renewable energy.

### INTEGRATION AND TRAINING OF YOUNG RESEARCHERS

The amount allocated to this item corresponded to the largest budget share (around 65%).

### LONG-TERM VISION

- (a) Contribute to the development of sustainable energy harvesting systems based on low carbon energy technologies.
- (b) Contribute to a more circular economy by the recovery of raw materials from mining waste, transforming an environmental problem into an opportunity to recover valuable resources.
- (c) Exploitation of two Portuguese natural resources, namely, mineral resources and solar energy.

### LOCALENERGY PROJECT OVERVIEW

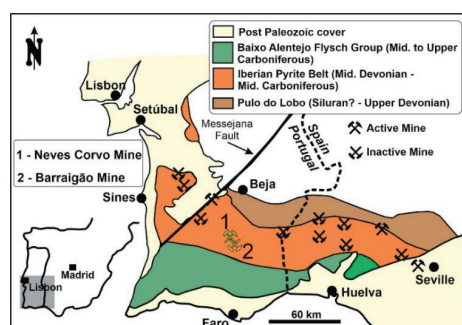
LocalEnergy addressed research and development activities related with new TE and PV materials based on tetrahedrite. Tetrahedrite, one of the most abundant sulfosalt minerals in the earth's crust, is a class of copper antimony sulfosalt mineral with general formula  $\text{Cu}_{12-x}(\text{TM})_x\text{Sb}_4\text{S}_{13}$  (TM = transition metal) and is considered a sustainable alternative for the current commercial TE and PV materials that contains rare and/or toxic elements. Therefore, two main objectives of the LocalEnergy project were: (1) evaluate the feasibility of the direct use of tetrahedrite-tennantite ore ( $\text{Cu}_{12-x}(\text{TM})_x(\text{Sb,As})_4\text{S}_{13}$ ), collected in the IPB, in the processing cycle of materials for TE applications and (2) synthesis of materials based on tetrahedrite-tennantite and chalcocite ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ) for PV applications. In this context, the main achievements of this project can be summarized as follows:

### GEOLOGICAL SETTING: TETRAHEDRITE-TENNANTITE MINERAL RESOURCES IN THE IBERIAN PYRITE BELT

Samples of tetrahedrite-tennantite ( $\text{Cu}_{12-x}(\text{TM})_x(\text{Sb,As})_4\text{S}_{13}$ ) were collected from two distinct settings in the IPB. At Neves Corvo, the ore samples used in this study were collected underground from one of the intersected "dirty-copper" pockets of ore, while at the Barrigão Mine surface samples were collected from the widespread dumps.

The IPB is approximately 250 km long and 30-50 km wide from Alcácer do Sal in Portugal to Seville in Spain (**Fig. 1**) and is one of the

most outstanding ore provinces of Europe, hosting one of the largest concentrations of sulphides in the earth's crust. The Neves-Corvo polymetallic base metal mine is a world-class volcanogenic massive sulphide (VMS) deposit and the largest operating mine in Portugal. Seven massive sulphide bodies and related stockwork have been discovered to date, totalling 300 Mt of sulphides. The deposits are classified as VMS and typically occur as lenses of polymetallic (Cu, Zn, Sn, Pb) massive sulphides and stockworks that formed at or near the seafloor in submarine volcanic environments. The deposits are located near the top of a dominantly volcanic sequence of Late Devonian-Early Carboniferous age, 360-342Ma.

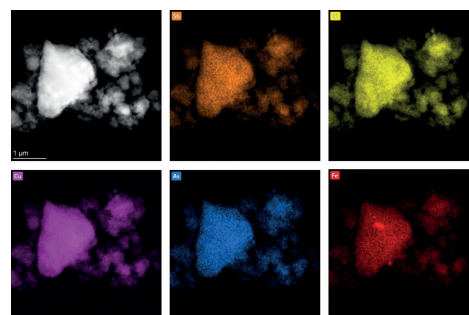


**Fig. 1** – Simplified geological map of the Iberian Pyrite Belt with the location of the main mineral deposits.

Overlying the mineralisation there is a repetition of volcanic-sedimentary and flysch units, approximately 350 m thick. The whole assemblage has been folded into a gentle anticline orientated northwest-southeast, which plunges to the southeast, resulting in orebodies distributed on both limbs of the fold. All the deposits have been affected by both sub-vertical and low angle thrust faults, which has resulted in repetition and thickening of the massive sulphides, in some areas up to 30 m thick.

The Barrigão copper mine, also within the IPB, is in southern Portugal, about 10 km southeast from Neves Corvo (**Fig. 1**). Structurally, the mine consists of two converging metric thick vein structures, extending approximately 1800 m along strike. Several mine shafts were sunk down to a depth of 45m. The Barrigão copper ore is represented by fault breccias composed of chalcopyrite, minor tennantite, pyrite relics and arsenopyrite in a matrix of quartz and carbonates. Host rocks are Viséan shales and greywackes of the Baixo Alentejo Flysch Group. The age of the Barrigão mineralised structure and other similar copper structures present in the region (e.g., Brancane, Ferrarias/Cova dos Mouros etc.) is considered late- Variscan and/or eo-Alpine. These structures are intimately related

with the main fault systems present in the SE sector of the South Portuguese Zone, striking generally NE-SW and NWSE. Exploitation of these veins took place mainly in the second part of the XIX century, sometimes down to a depth of 100 m.



**Fig. 2** – Typical transmission electron microscopy (HAADF-STEM) image and the corresponding elementary maps images for MCS particles of mixtures with 50% ore.

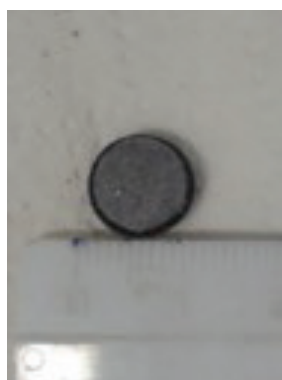
## VALORISATION OF NATURAL RESOURCES: INCORPORATION OF NATURAL MINERAL TETRAHEDRITES FOR THERMOELECTRIC APPLICATIONS BY COMBINING MECHANOCHEMICAL SYNTHESIS AND HOT PRESSING

TE devices can directly convert heat into usable electricity, with tetrahedrite being considered a cheap and non-toxic TE material with good potential for applications. Mechanochemical synthesis (MCS) in a planetary mill was used to produce synthetic tetrahedrite powders from the elements Cu, Sb and S. Although the nominal composition,  $\text{Cu}_{12}\text{Sb}_4\text{S}_{13}$ , of tetrahedrite was used, minority phases identified as famatinite and skinnerite were detected with X-ray diffraction. The MCS of mixtures of synthetic and IPB ore tetrahedrite (in percentages from 10% to 80%), in a second milling, was carried out under conditions identical to those used for the initial milling. With the MCS process there was a complete dissolution of the synthetic tetrahedrite constituents with the main constituents of the ore, giving rise to the formation of a solid solution that can be generically expressed as  $(\text{Cu,Fe})_{12}(\text{Sb,As})_4\text{S}_{13}$ . Chemical mapping (**Fig. 2**) revealed that the main elements were evenly distributed across all analysed particles, with the exception of Fe, which has a stronger signal in some areas, probably associated with pyrite. Considering the initial constitution of the materials, the uniform distribution of Cu, Sb and As is extremely relevant. A single sulphide phase, identified as tetrahedrite-tennantite-(Fe), was obtained with the mixtures containing ore from the tailings of the Barrigão mine.

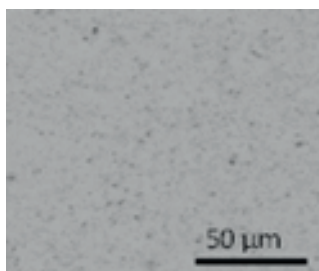




(a)



(b)

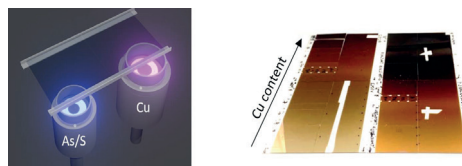


(c)

**Fig. 3** – (a) Hot-pressing machine; (b) final pellet (10 mm diameter x 1 mm thickness); (c) Typical backscattered electron images: combination of 50% synthetic and natural mineral from the Barrigão mine.

Hot-pressing was used to produce pellets from the MCS powders (**Fig. 3**). The densification achieved was the desired for the intent application and without any phase decomposition (**Fig. 3**). For the TE properties, an in-house build system was employed for measuring the Seebeck ( $S$ ) and electrical resistivity ( $\rho$ ) from 30 to 300 K, which allowed the calculation of the power factor ( $PF = S^2/\rho$ ) at room temperature. The obtained results demonstrated the feasibility of using tetrahedrite-tennantite ore from the IPB for processing tetrahedrite-based TE materials by combining MCS and hot-pressing.

## OPTOELECTRONIC PROPERTIES OF AMORPHOUS COPPER-ARSENIC-SULPHIDE THIN-FILMS DEPOSITED VIA RF CO-SPUTTERING FOR PHOTOVOLTAICS



**Fig. 4** – (a) Illustration of the radio-frequency co-sputtering setup, showing a 2-inch As/S target and a 3-inch commercial copper target and (b) two thin-films deposited on 20x10 cm glass substrates – the deposition conditions were identical, with the exception of the power applied to the copper target – 50 W (CS50) and 100 W (CS100).

Clean, decarbonized energy is crucial for the sustainability of the modern world. Therefore, it is needed a continuous, consistent effort in the employment of innovative technologies and materials that enable low or no carbon emissions. PV technologies represent a strong contender in reaching these goals, as they virtually have no carbon footprint stemming from energy generation. The possibility of depositing copper arsenic sulphide (CAS) compounds via radio frequency magnetron sputtering and of modifying their optoelectronic properties by tuning the stoichiometry makes them a promising candidate for application in thin-film PV technologies. In the scope of the LocalEnergy project, the 2-inch targets used for the sputtering deposition of As/S were obtained from the ore collected in the Barrigão mine and, subsequently, milled into a fine powder and pressed. In this work we studied the properties of co-sputtered amorphous CAS thin-films with thicknesses ranging from 90 nm to 300 nm, shown in **Fig. 5**. The sheet resistance reached a minimum value of  $260 \Omega/\square$ , with an element stoichiometry of 4.9:1:2.6 (Cu:As:S), revealing a Cu-rich phase. The films presented a wide bandgap of  $\sim 2.2$  eV and 65% optical absorbance in the wavelength range of 300 to 600 nm. The results attained here represent the proof-of-concept for the deposition of CAS-based thin-film absorber materials with extremely tunable optoelectronic properties, evidencing the high potential for application in low-cost thin-film flexible solar cells.

**Acknowledgments:** *This work is funded by national funds through the FCT – Fundação para a Ciência e a Tecnologia, I.P., under the project PTDC/EAM-PEC/29905/2017. The “Direção Geral de Energia e Geologia” participates as an “External Advisor” in LocalEnergy project. We are grateful to Somincor-Sociedade Mineira de Neves Corvo SA for supporting and providing samples.*

F. Neves<sup>1</sup>, J.B. Correia<sup>1</sup>, L. Esperto<sup>1</sup>, J. Mascarenhas<sup>1</sup>, I. Figueira<sup>1</sup>, D. de Oliveira<sup>2,3</sup>, R. Salgueiro<sup>2</sup>, T.P. Silva<sup>2</sup>, B. Santos<sup>4</sup>, E.B. Lopes<sup>4</sup>, A.P. Gonçalves<sup>4</sup>, P. Centeno<sup>5</sup>, E. Fortunato<sup>5</sup>, R. Martins<sup>5</sup>, H. Águas<sup>5</sup>, M. J. Mendes<sup>5</sup>

<sup>1</sup> LNEG, Laboratório Nacional de Energia e Geologia, Estrada do Paço do Lumiar, 22, 1649-038 Lisboa, Portugal; luis.esperto@lneg.pt (L.E.); isabel.figueira@lneg.pt (I.F.); joao.mascarenhas@lneg.pt (J.M.); brito.correia@lneg.pt (J.B.C.); filipe.neves@lneg.pt (F.N.)

<sup>2</sup> LNEG, Laboratório Nacional de Energia e Geologia, Estrada da Portela, Bairro do Zambujal – Alfragide, Apartado 7586, 2610-999 Amadora, Portugal; rute.salgueiro@lnet.pt (R.S.); teresa.pena@lneg.pt (T.P.S.); daniel.oliveira@lneg.pt (D.O.)

<sup>3</sup> Mineral Resources Expert Group, EuroGeoSurveys, Rue Joseph II, 36-38, Box 7, 1000 Brussels, Belgium.

<sup>4</sup> C2TN - Centro de Ciências e Tecnologias Nucleares, Departamento de Engenharia e Ciências Nucleares, Instituto Superior Técnico, Universidade de Lisboa, Estrada Nacional 10, 2695-066 Bobadela LRS, Portugal; beatriz.santos@ctn.tecnico.ulisboa.pt (B.S.); eblopes@ctn.tecnico.ulisboa.pt (E.B.L.); apg@ctn.tecnico.ulisboa.pt (A.P.G)

<sup>5</sup> CENIMAT/I3N, Departamento de Ciência dos Materiais, Faculdade de Ciências e Tecnologia, FCT, Universidade Nova de Lisboa, e CEMOP/UNINOVA, 2829-516 Caparica, Portugal; p.centeno@campus.fct.unl.pt (P.C.); hma@fct.unl.pt (H.A.); mj.mendes@fct.unl.pt (M.J.M.)

# SOLUÇÕES SUSTENTÁVEIS PARA REAJUSTE ACESSÍVEL DE EDIFÍCIOS DOMÉSTICOS



## CONCEITO

Os edifícios representam cerca de 40% do consumo de energia da UE e 36% das emissões totais de CO<sub>2</sub>, principalmente devido ao aquecimento e ao arrefecimento para manter condições interiores confortáveis. Em 2012, o consumo de energia para aquecimento de espaços residenciais na UE foi de 200 Mtoe. A UE está empenhada em satisfazer 20% de toda a procura de energia através da utilização de fontes de energia renováveis até 2020, estando já em curso um novo objetivo de 100% até 2050. A utilização racional da energia e a integração das tecnologias de energia renovável podem reduzir substancialmente a procura de energia convencional em edifícios novos e existentes e ajudar a UE a cumprir os objetivos em vigor das alterações climáticas no âmbito do Acordo de Paris de 2015.

## TECNOLOGIAS

O SUREFIT abordará tecnologias que incluem painéis de (bio)aerogel e sua integração com materiais de mudança de fase (PCM), janelas fotovoltaicas (PV) de vidros a vácuo, dispositivos de recuperação de calor de telhado e janelas, bombas de calor assistidas solares (SAHP) e bombas de calor de fonte de geotérmica (GSHP), refrigeradores evaporativos, coletores solares térmicos com sistemas fotovoltaicos integrados e dispositivos de iluminação.

## REABILITAÇÃO ENERGÉTICA

As tecnologias estão sendo fabricadas pelos parceiros industriais do consórcio do projeto e serão demonstradas em contexto real em cinco edifícios existentes, em três diferentes climas europeus (Mediterrâneo, Atlântico e Norte) para garantir a sua excelência em funcionamento (Portugal, Reino Unido, Grécia, Espanha e Finlândia).

## INSTALAÇÃO

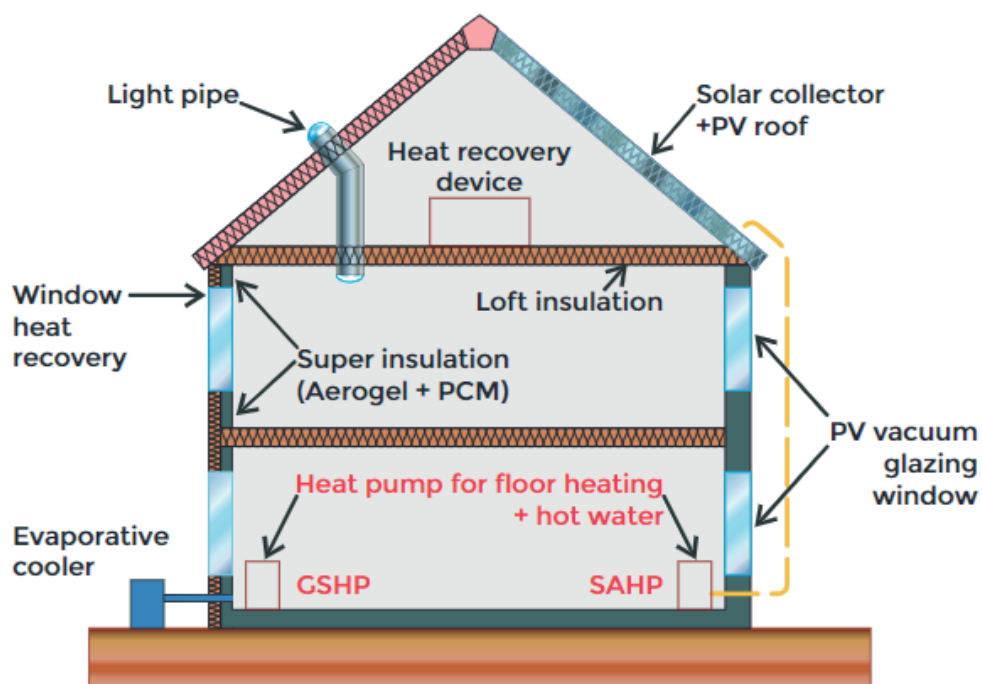
As soluções pré-fabricadas serão consideradas para uma rápida reabilitação com a mínima perturbação para os ocupantes, garantindo elevados níveis de conforto dos ocupantes/qualidade ambiental interior, bem como baixo risco de problemas relacionados com a humidade/sobreaquecimento de verão.

## OBJETIVOS

- Renovação rápida de edifícios domésticos
- Tecnologias pré-fabricadas
- Foco em edifícios de energia quase de zero
- Aumento da participação de energias renováveis nos edifícios
- Tecnologias inovadoras envolvendo sistemas de aquecimento e arrefecimento, águas quentes sanitárias, iluminação, e geração de energia
- Sistemas de controlo inteligente
- Demonstração em 5 edifícios em diferentes zonas climáticas
- Desenvolvimento de guias e ferramentas operacionais
- Modelos de negócio inovadores

## TECNOLOGIAS SUREFIT

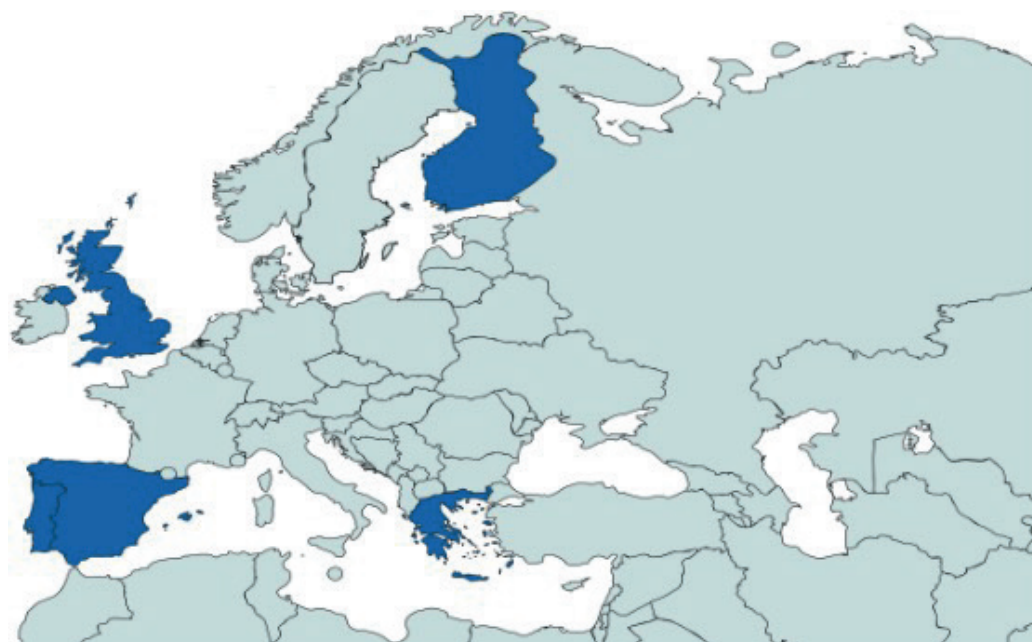
Tubo de luz - Recuperação de calor através da janela - Refrigerador evaporativo  
 Dispositivo de recuperação de calor - Isolamento do sótão - Isolamento reforçado (Aerogel + PCM)  
 Bomba de calor para aquecimento do piso + água quente - GSHP - SAHP  
 Coletor solar + PV - Envidraçados a vácuo fotovoltaicos



Com base em modelos de simulação, as tecnologias Surefit a serem aplicadas em cada local de demonstração foram identificadas, com vista a satisfazer os requisitos para a energia primária, emissões de CO<sub>2</sub> e períodos de retorno reduzidos.

## CASOS DE DEMONSTRAÇÃO

Locais de demonstração em 5 edifícios representativos em diferentes zonas climáticas europeias







### CASA SOCIAL EM MAFRA, PORTUGAL

#### *Tecnologias para reabilitação energética:*

- Envidraçados a vácuo fotovoltaicos
- Recuperação de calor através da janela
- Bomba de calor de assistida por sistemas solares, fornecendo aquecimento de águas e ambiente
- Venezianas para aproveitamento da luz do dia
- Sistemas de controlo inteligente

#### *Impactos baseados em modelos de simulação:*

- Redução de CO<sub>2</sub>: 75% - 84% \*
- Redução de energia primária: 74% e 83% \*

\* Variações dependendo da adição de isolamento



### APARTAMENTO EM PERISTERI, GRÉCIA

#### *Tecnologias para reabilitação energética:*

- PV-T (coletores solares térmicos + painéis fotovoltaicos)
- Envidraçados a vácuo fotovoltaicos
- Membrana respirável
- Painéis prefabricados para isolamento térmico
- Sistemas de controlo inteligente

#### *Impactos baseados em modelos de simulação:*

- Redução de CO<sub>2</sub>: 62%
- Redução de energia primária: 62%



### CASA GEMINADA EM NOTTINGHAM, REINO UNIDO

#### *Tecnologias para reabilitação energética:*

- Paineis de isolamento com bio aerogel
- Envidraçados a vácuo fotovoltaicos
- Refrigeradores evaporativos
- Recuperação de calor através da janela
- Bomba de calor de assistida por sistemas solares, fornecendo aquecimento de águas e ambiente
- Bomba de calor de geotérmica
- Sistemas de controlo inteligente

#### *Impactos baseados em modelos de simulação:*

- Redução de CO<sub>2</sub>: 67%
- Redução de energia primária: 62%



### CASAS DE MOINHO EM VALLADOLID, ESPANHA

#### *Tecnologias para reabilitação energética:*

- PV-T
- Envidraçados a vácuo fotovoltaicos
- Membrana respirável
- Paineis PCM
- Recuperação de calor através da janela
- Venezianas para aproveitamento da luz do dia
- Painéis prefabricados para isolamento térmico
- Sistemas de controlo inteligente

#### *Impactos baseados em modelos de simulação:*

- Redução de CO<sub>2</sub>: 46% - 61% \*
- Redução de energia primária: 45% - 60% \*

\* Variações dependendo do dimensionamento final



## CASA PRÉ-FABRICADA, FINLÂNDIA

### *Tecnologias para reabilitação energética:*

- Painéis prefabricados para isolamento térmico
- Barreira de vapor de ar
- Sistemas fotovoltaicos
- Módulos prefabricados para condutas e tubos
- Isolamento do sistema de tubagem
- Unidade de ventilação centralizada
- Isolamento de varanda e telhado
- Módulo prefabricado de ventilação
- Bomba de calor geotérmica
- Controlos inteligentes

### *Impactos baseados em modelos de simulação:*

- Redução de CO<sub>2</sub>: 68%
- Redução de energia primária: 45%

## PARCEIROS

|                                                                                     |                                                    |
|-------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|
|    | Instituto de Soldadura e Qualidade (ISQ), Portugal |
|    | Advanced Management Solutions Ltd (AMS), Greece    |
|    | University of Nottingham (UNOTT), UK               |
|   | PCM Products Limited (PCMP), UK                    |
|  | Winco Technologies (WINCO), France                 |
|  | Cândido José Rodrigues (CJR), Portugal             |
|  | Solimpeks Solar Energy Corp. (SOLIMPEKS), Turkey   |
|  | KÖSTER Lichtplanung Ltd (KOST), Germany            |
|  | Fundación Santa María la Real (FSMLR), Spain       |
|  | Oncontrol Technologies, LDA. (Oncontrol), Portugal |
|  | Aalto University (AALTO), Finland                  |



Projeto de Investigação financiado pelo programa de investigação e inovação Horizonte 2020 da União Europeia, ao abrigo do Acordo de Subvenção nº 894511.



# O FABRICO ADITIVO DE MATERIAIS METÁLICOS

J. M. COSTA<sup>1,2</sup>, A. NOGUEIRA<sup>3</sup>, E. W. SEQUEIROS<sup>1,2</sup>, M. F. VIEIRA<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMM), Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto (FEUP) | [www.fe.up.pt/demm](http://www.fe.up.pt/demm)

<sup>2</sup> Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial (INEGI), Laboratório Associado em Energia, Transportes e Aeronáutica (LAETA) | [www.inegi.up.pt](http://www.inegi.up.pt)

<sup>3</sup> Hypermetal SA | [www.hypermetal.eu](http://www.hypermetal.eu)

## RESUMO

O fabrico aditivo (AM), habitualmente intitulado como impressão 3D, é uma tecnologia emergente e uma das mais disruptivas da atualidade. O AM permite ter novas abordagens e conceitos na indústria em geral, abrindo uma vasta gama de novas possibilidades. A liberdade de forma e design infere na redução generalizada do peso de componentes, e tem implicação direta na quantidade de matérias-primas utilizada no fabrico dos mesmos (no limite, apenas usa no processo aquilo que necessita para fabricar o componente), sendo que permite a produção de peças complexas de forma flexível, personalização para produção em massa e melhoria de processos. O AM apresenta ainda a sustentabilidade como premissa, tendo o potencial de diminuir consideravelmente os custos logísticos associado a transporte e armazenamento, visa o aumento da produtividade consciente e verde, aumentando a competitividade e maximizando o lucro.

Existem várias tecnologias para fabrico de componentes metálicos sendo a de fusão de cama de pó (*Powder Bed Fusion* - PBF) via laser, a tecnologia de eleição, mais utilizada quer a nível industrial, quer a nível académico, usando um feixe de laser para sinterizar o pó metálico utilizado no processo. No entanto, tecnologias como a fabricação por filamento fundido (*Fused Filament Fabrication* - FFF), deveras conhecida dos materiais poliméricos, têm vindo a afirmar-se como alternativa relevante, apresentando como vantagens o menor investimento inicial e global, parametrização fácil e continua dos equipamentos e processo de fabrico, assim como a flexibilidade de produção. Estas tecnologias mais relevantes e as suas aplicações serão abordadas neste estudo.

## PALAVRAS-CHAVE

Fabrico Aditivo, Additive Manufacturing (AM); Fusão de Cama de Pó, Powder Bed Fusion (PBF); Extrusão de Material, Material Extrusion (MEX); Fabricação por Filamento Fundido, Fused Filament Fabrication (FFF), Filamentos de Materiais Metálicos.

## O FABRICO ADITIVO (AM)

O AM, comumente denominada por “impressão em 3D”, é um processo disruptivo e que para entender a sua real pertinência é necessário estudar e compreender os fenómenos que ocorrem ao nível microestrutural. As primeiras aplicações de AM foram em prototipagem, e o potencial como método de produção foi rapidamente percebido. Esta tecnologia permite a produção de protótipos na fase de desenvolvimento, e também de ferramentas e produto final para clientes, componentes estes completamente personalizados, que podem assumir

formas complexas e com uma liberdade quase total de desenho. É uma tecnologia que permite aos utilizadores finais, conceber, criar, desenvolver e fabricar componentes, usando formas e estruturas complexas como as que encontramos na natureza, exógenas e endógenas, e de forma dissimilar, quando comparando com os processos tradicionais (conformais e subtrativos).

A *American Society for Testing and Materials* (ASTM, F2792 – 12a) define o AM como um processo de união de materiais, normalmente camada-a-camada, que através de modelos 3D de CAD permite

fabricar componentes. São processos que incluem e utilizam tecnologia de ponta e processos digitais, ao nível de hardware, software e processos, sendo reconhecidos e referenciados como uma das tecnologias de referência para o futuro da indústria. Este novo paradigma industrial advém do incremento da eficiência e da produtividade, assegurando também um incremento significativo em relação à economia circular.

Tornando o AM como parte integrante do desenvolvimento de produto, este permite a conceção e desenvolvimento de componentes de fabrico com formas complexas e peças integradas perfeitamente adaptadas à sua função,

com liberdade de forma e design, e redução generalizada do peso. Estas características têm uma implicação direta na quantidade de matérias-primas utilizada no fabrico dos mesmos, podendo ainda alavancar a utilização de materiais mais nobres. Para que o potencial do AM se evidencie, é necessário ter enfoque sobre os materiais – sejam eles metálicos, cerâmicos, poliméricos ou compósitos – e assegurar a correta ligação entre materiais base, independentemente da fonte de energia usada para a deposição do mesmo, assim como a correta utilização da tecnologia escolhida.

A ISO/ASTM definiu as tecnologias de AM de acordo com a **tabela 1**.

**Tabela 1:** Classes, processos de fabrico e materiais disponíveis em AM. Adaptado da norma ISO/ASTM52921–13 (2019).

| CLASSES                                                                          | PROCESSOS DE FABRICO<br>(terminologia em inglês)                                                    | MATERIAIS                                             |
|----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| <b>Extrusão de Material (MEX)</b><br><i>Material Extrusion</i>                   | Fused Deposition Modeling (FDM)<br>Fused Filament Fabrication (FFF)                                 | Polímeros, compósitos, cerâmicos e metais             |
| <b>Fusão em Cama de Pós (PBF)</b><br><i>Powder Bed Fusion</i>                    | Selective Laser Sintering (SLS)                                                                     | Poliamidas e polímeros                                |
|                                                                                  | Direct Metal Laser Sintering (DLMS)<br>Selective Laser Melting (SLM)<br>Electron Beam Melting (EBM) | Pós metálicos e cerâmicos                             |
|                                                                                  |                                                                                                     |                                                       |
| <b>Fotopolimerização em Cuba</b><br><i>Vat Photopolymerization</i>               | Stereolithography (SLA)                                                                             | Polímeros, compósitos e cerâmicos                     |
| <b>Jato de Material (MJT)</b><br><i>Material Jetting</i>                         | Polyjet (Inkjet Printing)                                                                           | Polímeros, compósitos e metais                        |
| <b>Jato de Ligantes (BJT)</b><br><i>Binder Jetting</i>                           | Indirect Inkjet Printing (Binder 3DP)                                                               | Polímeros, compósitos, cerâmicos e metais             |
| <b>Laminação de Folha</b><br><i>Sheet Lamination</i>                             | Laminated Object Manufacturing (LOM)                                                                | Chapa metálica, filmes poliméricos, cerâmicos e papel |
| <b>Deposição Direcionada de Energia (DED)</b><br><i>Direct Energy Deposition</i> | Laser Engineered Net Shaping (LENS)<br>Electron Beam Welding (EBW)                                  | Pós metálicos e compósitos de base metálico-cerâmica  |

Dois dos processos mais comumente usados em AM para materiais metálicos, na indústria e na academia, são o MEX (Extrusão de material) e PBF.

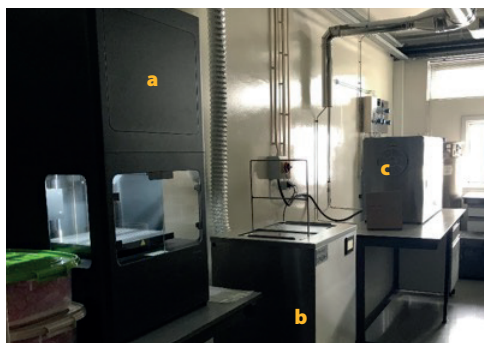
O MEX é um processo que ocorre no estado sólido, onde se podem encontrar diferentes processos, nomeadamente FDM e FFF. Neste processo usa-se como material base um filamento com diâmetro constante e adequado ao processo de AM, constituído por pó metálico (de granulometria normalmente inferior a 15 micrómetros), misturado com diferentes materiais poliméricos, ligantes e ceras, que irão permitir o processo controlado de extrusão, através da plasticização do filamento, em quantidades adequadas e localizações pré-definidas e requeridas para a construção de um qualquer componente. Comumente associado à prototipagem rápida, o desenvolvimento tecnológico associado à disseminação da tecnologia

no mercado permite que o processo possa ser usado em peças de caráter industrial. O processo apresenta algumas desvantagens sendo de realçar a menor densidade, as dificuldades dos processos de sinterização, e a inerente contração da peça entre o estado verde e sinterizado. No entanto, quando comparado com outros processos, e se tal não se apresentar como um fator eliminatório no desempenho de funções, os componentes fabricados em MEX podem ser bastante interessantes, essencialmente pelo baixo custo, inerente ao processo, e por permitir desempenhos mecânicos bastante interessantes, conforme apresentado no artigo Additive Manufacturing: Material Extrusion of Metallic Parts (DOI: 10.24840/2183-6493\_007.003\_0005).

Nos processos em estado sólido, e de modo semelhante aos processos de powder injection molding (PIM), a produção e a consolidação ocorrem em diferentes fases.



Primeiramente ocorre o processo de fabrico de componente em que um equipamento de AM (**Figura 1a**) procede à construção camada-a-camada baseado no ficheiro de CAD 3D, originando componentes em verde (*green*). Para obter componentes 100% metálicos e consolidados, aplicam-se subsequentemente dois processos, sendo que o primeiro é o de remoção de ligantes (*debinding*), dando origem a componentes em castanho (*brown*), seguido por uma sinterização (*sinter*), onde se obtêm os componentes finais. Os componentes em verde têm uma composição próxima do filamento, embora com alguma degradação do polímero devido às temperaturas inerentes ao processo, e onde não há qualquer ligação física entre as diferentes partículas de pó, pois a baixa temperatura de processo não permite a fusão e união entre estas. Nos componentes em castanho, é expectável ter sido removida a quase totalidade de todos os materiais poliméricos, ligantes e ceras, para o que podem ser usados processos catalíticos, ou térmicos. Neste último caso, por vezes usam-se solventes numa primeira etapa para facilitar a remoção de ceras e ligantes (**Figura 1b**), o que facilita os processos térmicos. No final do processo de *debinding* obtêm-se componentes frágeis devido à baixa coalescência e ligação entre as partículas de pó, e pela inexistência quase total de materiais poliméricos. Idealmente, o equipamento que faz o *debinding* faz a sinterização (**Figura 1c**), para evitar o manuseamento de componentes. Por sua vez, o objetivo da sinterização é promover a consolidação final da peça e dar aos componentes as propriedades físicas e mecânicas desejadas, incluindo a forma e dimensões finais, visto que no MEX existe uma contração do componente entre a peça em verde e a peça sinterizada na ordem dos 20% (idêntica em XYZ). Os ciclos térmicos usados na sinterização devem ser adequados ao material metálico base, e permitirão a ligação entre as partículas de pó por difusão atômica, sendo este mecanismo facilitado pelas elevadas temperaturas associadas ao processo e por uma atmosfera com baixo teor de oxigénio.



**Figura 1:** Equipamento de MEX para materiais metálicos da Markforged. a) Metal X, b) estação de lavagem, c) Forno de debinding e Sinterização (equipamento da NORCAM instalado no DEMM/FEUP no âmbito de um protocolo de colaboração).

Relativamente aos processos e equipamentos de PBF (**Figura 2**), tem vindo a afirmar-se como uma tecnologia sólida com aplicações inovadoras e muito revelantes quer para a academia, quer para a indústria, possibilitando a obtenção de componentes com características técnicas interessantes e similares aos processos tradicionais subtrativos e de conformação. O enfoque desta tecnologia é a capacidade de produzir componentes impossíveis de fabricar por outros métodos, com realce nas geometrias complexas e usando estruturas que permitem reduzir peso mantendo desempenho mecânico, com total liberdade de forma e customizados à função. Sendo facilmente aplicável tanto a prototipagem como a aplicações finais, esta é uma tecnologia que implica um grande investimento inicial, nomeadamente a nível financeiro, e necessita de recursos humanos qualificados e detentores de conhecimentos técnicos específicos e de valor acrescentado. A estratégia da maior parte das empresas industriais é recorrer à prestação de serviços, em vez de adquirir a tecnologia.



**Figura 2:** Equipamentos de LPBF, da Renishaw, da empresa Hypermetal.

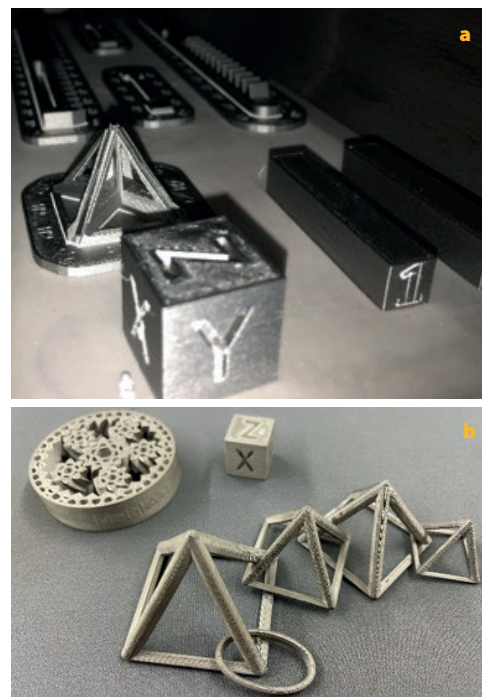
Comparando o PBF com o MEX, a densidade obtida em componentes fabricados por MEX anda na ordem dos 92 a 95%, o que é uma das grandes desvantagens deste processo, comparativamente com processos de feixe de laser ou eletrões, onde é possível obter densidades acima dos 99,9%. Para melhorar a densidade dos componentes em MEX, uma das alternativas é o aumento da quantidade de material extrudido, o que resulta numa qualidade superficial inferior e no aumento do tempo de processo; no entanto, existem técnicas como o *hot isostatic pressing* (HIP) que ao ser aplicado após a sinterização permite o aumento da densidade final dos componentes. Os processos de *debinding* e sinterização são também desvantagens ao comparar com

o PBF, que no final do processo de fabrico permite ter componentes metálicos com a forma e tamanho desejado, embora existam fenómenos de distorção e empeno devido ao processo de feixe de laser. Em ambos os processos é usual ter suportes de construção para permitir o fabrico em Z, e ter apoio a zonas que nas camadas anteriores de construção não tenham material suficiente para permitir a deposição desejada. Os suportes apresentam ainda uma função de escoamento de calor no PBF, e de suporte durante o *debinding* e sinterização, sendo que no MEX existe a possibilidade de colocar um outro material, normalmente cerâmico, para facilitar a remoção dos suportes. Qualquer processo de AM tem como características a anisotropia em Z, decorrente do processo de construção camada-a-camada, e o fraco acabamento superficial sendo visível um efeito tipo escadas, especialmente em zonas inclinadas e curvas. Estes dois efeitos são mais visíveis nos MEX, comparando com o PBF, devido essencialmente ao processo de deposição de material que torna mais visíveis as camadas. Para melhorar o acabamento superficial é necessário aplicar pós-processamentos que podem ser eletroquímicos ou mecânicos, que normalmente permitem obter níveis de acabamento de elevado detalhe.

O MEX, no entanto, além da simplicidade de processo, tem como principal característica o menor custo de equipamento e de processo de fabrico, manifestamente inferior ao PBF. As condições de utilização (temperatura, atmosfera, necessidade de supervisão) são manifestamente mais simples que no PBF.

Independentemente do processo utilizado, o AM permite fabricar quase todas as formas e tipo de componentes, sendo que a complexidade não acresce custo ao valor final do mesmo, o que permite reavaliar a forma como se desenha e desenvolve componentes, trazendo liberdade de forma (alguns exemplos são apresentados na **Figura 3**). Quando aliado a técnicas como o design for AM (DfAM), o AM permite a combinação de formas, tamanhos, geometrias reticulares e mesoestruturas, o que permite obter componentes de design integrado e eficiente. As peças assim produzidas evitam processos subsequentes, como por exemplo operações de montagem, são personalizáveis de acordo com a função e/ou requisitos do cliente, com redução de peso e elevado desempenho mecânico, comparando com processos de fabrico

tradicionais. Os processos de AM são bastante eficientes quando se pensa na cadeia produtiva de montante a jusante, tornando a cadeia logística mais flexível e ajustada a necessidades específicas, evitando custos de transporte e de armazenamento, além de que permitem uma reutilização de matérias-primas na generalidade dos casos. No entanto, ainda existem limitações na quantidade de produção (limitada pelos equipamentos de AM), nos processos de pós-processamento, uma vez que necessitam de operações de acabamento, e o custo por componente é normalmente mais elevado. Sobre os custos, é necessário avaliar caso-a-caso, pois existem cenários em que é o uso de AM é vantajoso.

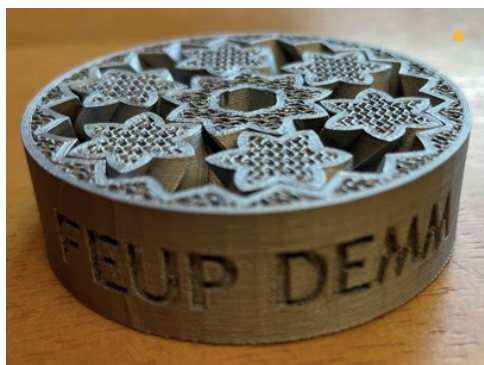


**Figura 3:** Componentes fabricados em MEX; a) após processos de debinding e sinterização, b) componentes sinterizados.

## O DFAM E O INFINITIVO MUNDO DE POSSIBILIDADES E APLICAÇÕES COM O AM

O AM de metais permite, conforme referido anteriormente, fabricar qualquer tipo de componente, e o DfAM permite revelar e alavancar todo o potencial do AM (**Figura 4**), e fabricar componentes replicando, por exemplo, elementos que encontramos na natureza, de forma simples e quase natural, o que dificilmente algum processo de subtração ou conformação permitiria. Isto possibilita, de uma forma simples, eficiente e eficaz, escolher materiais mais nobres para uma função, aumentando o comportamento mecânico dos componentes em trabalho, o que em

processos tradicionais não seria exequível devido ao custo associado, além de permitir poupanças significativas em desperdício de matérias-primas.



**Figura 4:** Planetário fabricado por MEX, usando DfAM (a), com detalhe das estruturas utilizadas (b).

O DfAM permite ao AM realmente tornar-se uma tecnologia efetiva, com características próprias e onde se descobre a sua pertinência. Até aqui, para se obter uma determinada forma, os processos de fabrico de componentes metálicos, tal como na generalidade dos materiais, tem sido com base em processos de fabrico subtrativos, onde retiramos material, e replicativos, em que se usa um molde ou uma matriz, para copiar a geometria pretendida por processos de fundição ou de conformação plástica. Sendo o AM disruptivo na forma como aborda a construção de componentes, o DfAM visa desenvolver componentes, seja a partir de componentes já existentes e usados em processos de fabrico tradicionais, ou desenvolver totalmente um componente de raiz, para uma determinada função. Estando a função completamente adequada ao desempenho do componente, deverá ser estudado quais as zonas que requerem material, e onde a sua presença é supérfluo, não melhorando as propriedades mecânicas dos componentes. Nos processos

tradicionais, por norma tal não acontece, pois, a sua remoção tem custos diretos no preço final do componente, quer pelo custo de o retirar, quer pelo custo de sucatar o material retirado. No entanto, sendo o AM um processo camada-a-camada, seletivo na zona onde se coloca material, facilmente se pode fabricar componentes com zonas sem material, com diversos benefícios ao nível de custos (processo e materiais), permitindo alavancar de sobremaneira o potencial desta tecnologia.

As parcerias, entre o mundo académico e a indústria são pertinentes para o desenvolvimento tecnológico e inovação, e no AM não são exceção. O Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMM), da Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto (FEUP), e em conjunto com o Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial (INEGI), têm vindo a desenvolver uma estratégia conjunta com Hypermetal, situada em Vila Nova de Gaia, que se tem vindo a especializar e a aumentar a sua capacidade instalada e os seus quadros técnicos, em AM em materiais metálicos. A Hypermetal tem apoiado e prestado serviços em diversas iniciativas académicas e de investigação sendo neste momento um parceiro essencial.

A parceria com a Hypermetal tem sido benéfica e de ganhos mútuos, envolvendo diferentes cenários, onde, por exemplo, estudantes do Mestrado em Engenharia de Materiais (M.EMAT) da FEUP, a frequentar as unidades curriculares de “Fabrico Aditivo e Pulverometalurgia” e de “Projeto”, otimizaram objetos do nosso dia-a-dia para AM: um puxador de porta, um agrafador e uma pedaleira de uma bicicleta conforme

**Figura 5.**



**Figura 5:** Componentes desenvolvidos por estudantes do M.EMAT (FEUP), no âmbito das unidades curriculares de FAP e Projeto.

Com o AM aliado ao DfAM, consegue-se criar e desenvolver componentes com formas específicas, normalmente apelativas em termos de design, com reduções significativas de peso, mantendo, e por vezes melhorando, características e desempenhos mecânicos. É também possível replicar estruturas tendencialmente observadas na



natureza, como as estruturas reticulares e mesoestruturas, comumente vistas na natureza. Sendo os softwares de modelação 3D comuns atualmente, estes começam a disponibilizar módulos específicos de design generativo, como por exemplo o *Autodesk™ Fusion 360*, existindo ainda softwares específicos, como o *nTopology™*, que permitem otimizar componentes, introduzir estruturas para reduzir peso dos componentes, simulando quer as alterações introduzidas nos componentes, como o próprio processo de AM. Assim, e resumindo, o AM, coadjuvado pelo DfAM, tem como premissa conceitos como a sustentabilidade e economia circular, tendo o potencial de diminuir consideravelmente os custos logísticos associado a transporte e armazenamento, tendo como enfoque o aumento da produtividade consciente e verde, ao mesmo tempo que se obtém um aumento de competitividade, que com a diminuição de custos de matérias-primas, que facilmente consegue ascender aos 30% do custo total de um qualquer produto, alavanca a maximização de lucros.

## O FUTURO

O AM terá uma projeção cada vez maior no mercado industrial e com a utilização crescente tenderá a tornar-se mais acessível, menos oneroso, e simplificado, como acontece em quase todas as tecnologias *state-of-the-art*. Na ideia dos mais idealistas, o AM será uma tecnologia completamente autónoma, evitando a atual dependência de processos tradicionais, para obter, por exemplo, o acabamento desejado. A indústria poderá utilizar as vantagens do AM em conjunto com outros processos, sejam eles subtrativos ou replicativos, para fazer melhores produtos, mais adequados à função, com melhores desempenhos e características, para prestar melhores serviços, desenvolver, capacitar e capitalizar recursos, ao mesmo tempo que rentabilizará materiais e processos, de forma mais eficiente e eficaz, para todos termos um futuro mais sustentável e melhor.





# DESENVOLVIMENTO DE COMPOSTOS EXPANSÍVEIS PARA A INDÚSTRIA DO CALÇADO

**SÓNIA MIRANDA**

*Investigadora PIEP – Pólo de Inovação em Engenharia de Polímeros*

A necessidade de proteger os pés e melhorar a mobilidade levou o Homem das cavernas a criar os primeiros modelos muito rudimentares de calçado, que ainda conhecemos atualmente, versões essas produzidas com peles de animais. Muito tempo se passou desde essa época, e a evolução do ser humano, e consequentemente do calçado, foi drástica. Atualmente, a indústria do calçado é extremamente competitiva e procura investir em materiais de elevado desempenho e fácil processamento, aliando a componente “moda” ao elevado conforto e a requisitos funcionais, como sejam o baixo peso, ou a elevada durabilidade.

Na atualidade, os termoplásticos elastoméricos (TPEs) são considerados os materiais mais adequados às solas do calçado, pois apresentam propriedades físicas, como a suavidade, flexibilidade e durabilidade semelhantes às da borracha natural, tradicionalmente utilizada neste componente do calçado, sendo que, contrariamente às borrachas convencionais, apresentam a vantagem de poderem ser processados como termoplásticos, possibilitando o uso de técnicas convencionais, como a moldação por injeção, ou a extrusão.

As já referidas propriedades intrínsecas dos TPEs podem ainda ser potenciadas através da incorporação de aditivos. A incorporação de agentes expansores nos elastómeros permite a obtenção de produtos espumados, e as vantagens desta incorporação são a redução da quantidade de material necessária, a redução do peso do componente, bem como a redução do empenamento, entre outras.

Os agentes expansores podem ser divididos em duas grandes categorias: agentes expansores químicos e agentes expansores físicos. Os agentes expansores químicos são substâncias que reagem por decomposição térmica, acima de uma determinada temperatura, libertando gases que se difundem na matriz polimérica, enquanto que os agentes de expansão físicos consistem em gases inertes encapsulados, que são inseridos na matriz

polimérica por meio de processos físicos, e que potenciam a formação de estruturas celulares (espumas) pela sua libertação no fundido.

No mercado já se encontram vários agentes expansores para aditivação de polímeros, contudo, quando a incorporação destes agentes é feita diretamente no processo de moldação por injeção, os produtos obtidos podem não apresentar a qualidade pretendida, nomeadamente a distribuição uniforme das estruturas celulares na matriz. Uma forma de melhor controlar a qualidade e propriedades finais dos produtos expandidos passa pela utilização de compostos previamente aditivados com os agentes expansores, num processo produtivo prévio de composição por extrusão.

O PIEP, Pólo de Inovação em Engenharia de Polímeros, e a Composit uniram-se para o desenvolvimento de compostos expansíveis de base de TPE, nomeadamente TPU (Poliuretano Termoplástico) e SEBS (Estireno-Etileno-Butileno-Estireno). Para este efeito, desenvolveram-se formulações poliméricas com a incorporação de agentes expansores químicos e físicos, nomeadamente azodicarbonamida (AC) no caso do TPU e microesferas termoexpansíveis no caso do SEBS. O foco principal do projeto foi otimizar as condições de processamento durante a composição por extrusão para que, a incorporação dos agentes expansores na matriz elastomérica

seja otimizada, evitando-se a ocorrência dos mecanismos de expansão descrito acima. Desta forma, os compostos de elastômeros e agentes expansores obtidos por composição podem posteriormente ser processados no processo de moldação por injeção, onde ocorrerá a expansão e serão obtidos produtos com estruturas celulares (espumas) com melhores propriedades. Assim, no processamento por extrusão dos compostos TPE aditivados com agentes expansores, é de extrema importância a correta seleção do agente expensor, visto ser imprescindível a sua adequabilidade ao perfil de temperaturas de processamento

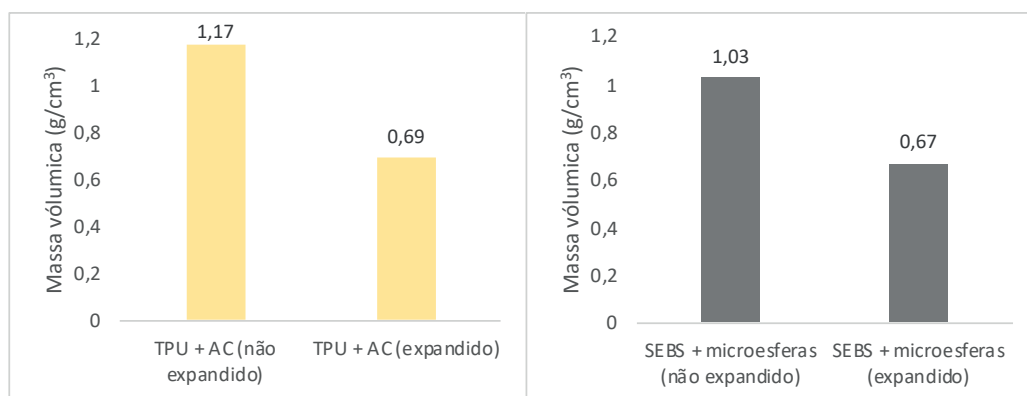
da matriz polimérica. Nesse sentido, é desejável que a configuração do cilindro e do fuso, bem como o perfil de temperaturas e rotação dos fusos projetados na extrusora permita que a matriz polimérica funda previamente à incorporação do agente expensor, e seja também assegurada uma boa dispersão do agente expensor na matriz polimérica, garantindo paralelamente que não ocorre expansão.

O PIEP otimizou a produção dos compostos numa extrusora duplo-fuso co-rotativa e testou a posterior expansão no processo de moldação por injeção.

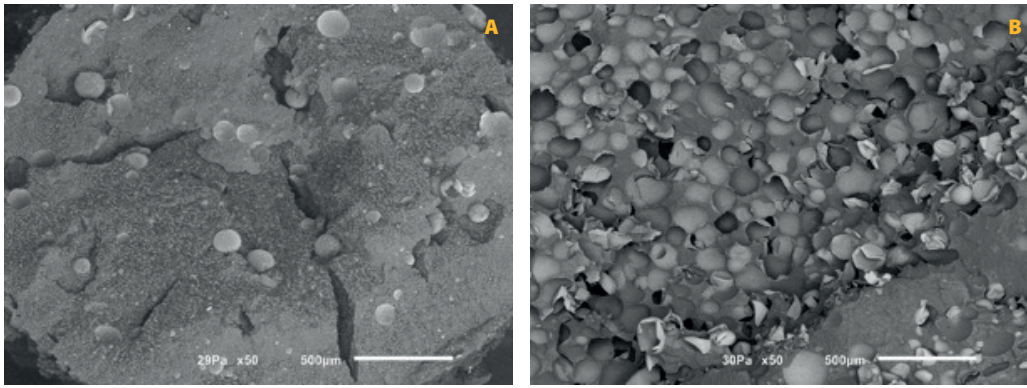


**Figura 1:** Solas produzidas com os compostos: A) TPU + AC; B) SEBS + microesferas

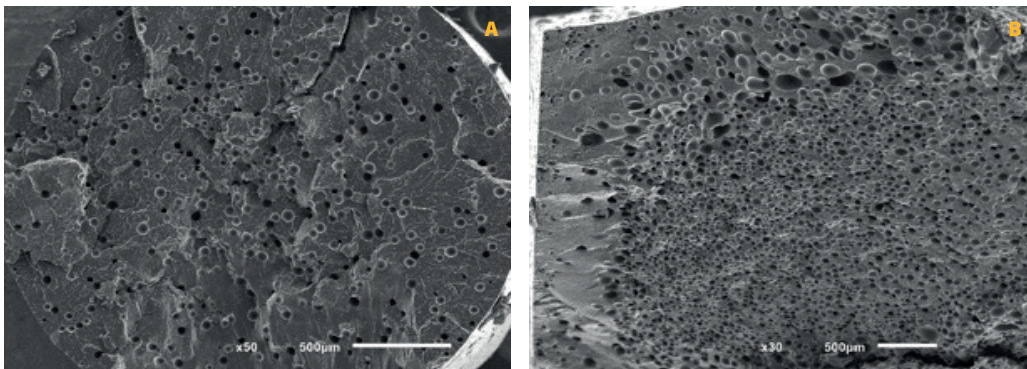
A análise dos produtos injetados evidenciou uma acentuada redução de massa volúmica, tanto nos produtos injetados com compostos de SEBS, como nos de TPU.



A confirmação destes resultados foi feita através de uma análise SEM (Microscopia Eletrônica de Varredura), onde se observou uma boa distribuição do agente expensor na matriz mesmo antes da expansão do material. Em condições adequadas à expansão é claramente visível a expansão que se refletiu nos valores de massa volúmica.



**Figura 3:** Micrografias do composto de base SEBS. A) SEBS + microesferas (não expandido); B) SEBS + microesferas (expandido).



**Figura 4:** Micrografias do composto de base TPU. A) TPU + AC (não expandido); B) TPU + AC (expandido).

A análise feita ao longo deste projeto, permitiu solucionar o problema que em muitos casos é uma grande dificuldade da indústria do calçado. Foi possível verificar a possibilidade de produzir compostos durante o processamento de composição, onde os aditivos são incorporados e homogeneizados na matriz termoplástica. Contudo, a desejada expansão apenas ocorre em condições adequadas durante o processamento de moldação por injeção, obtendo solas de calçado de boa qualidade, baixo peso e de custo mais reduzido.

# AARM4.0

## AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA NA METALOMECÂNICA 4.0

**MARTIFER**  
METALLIC CONSTRUCTIONS

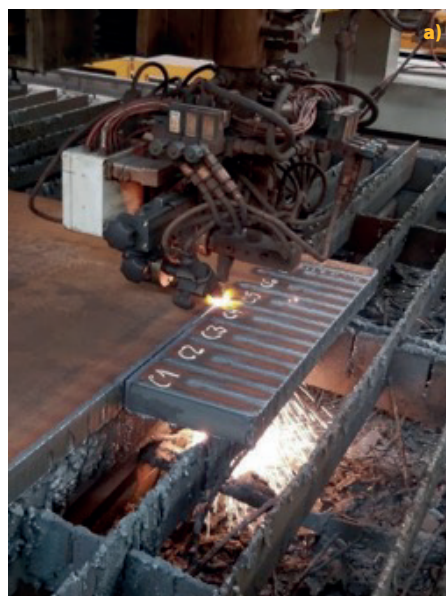
**U. PORTO**  
FEUP FACULDADE DE ENGENHARIA  
UNIVERSIDADE DO PORTO

**inegi**

O projeto AARM4.0 visa o desenvolvimento de técnicas de corte e soldadura de aços de alta resistência e baixa liga (HSLA), de difícil processamento, mas com vantagens ao nível da redução de custos e sustentabilidade. O consórcio é liderado pela Martifer Construções Metalomecânicas, S.A., contando com a colaboração da FEUP – Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto e com a consultoria do INEGI – Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial. Com a realização do projeto, a Martifer pretende ser pioneira na construção de estruturas soldadas de elevada dimensão utilizando este tipo de aços.

As tecnologias estudadas (**Figura 1**) no processamento de aços de alta resistência e baixa liga com elevada espessura, nomeadamente o aço S90QL com 30 e 60 mm de espessura, centram-se no processo de corte térmico de oxicorte e nas tecnologias de soldadura multipasse 138, 136, 121, 111, 121-2 (processo manual) e 136 / 138 em célula de soldadura robotizada.

O progresso tecnológico que a utilização destes aços evidencia, dadas as suas superiores propriedades mecânicas, possui uma clara vantagem competitiva, requerendo, porém, um esforço acrescido na determinação dos requisitos de qualidade e um controlo de parâmetros de processo mais rigoroso.



**Figura 1** – Ensaios experimentais executados no decorrer do projeto:  
a) Otimização dos parâmetros do processo de Oxicorte;  
b) Ensaio de Soldadura MAG com monitorização da temperatura.



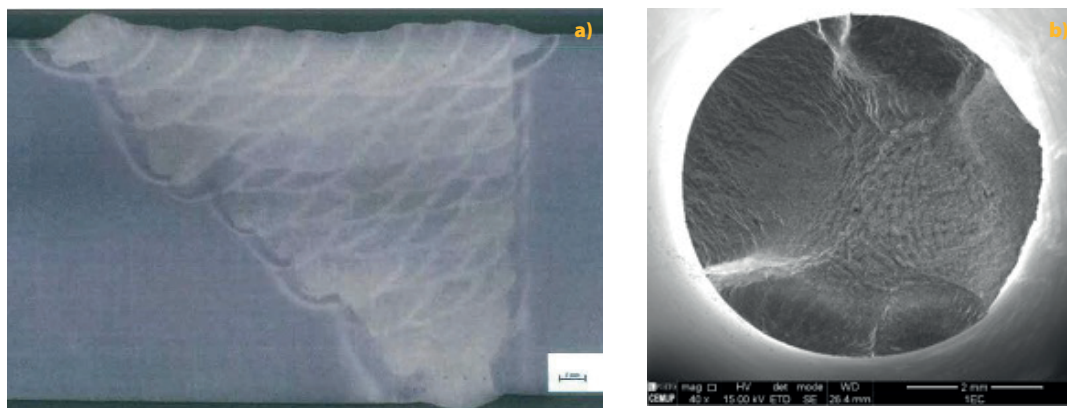
O Projeto de I&DT está dividido em três atividades nucleares, sendo estas: Investigação do conceito Indústria 4.0 no fabrico customizado de estruturas soldadas de grande dimensão (A1), Estudo do processamento de aços HSLA no corte e soldadura de estruturas metálicas (A2) e Análise da viabilidade técnica e preparação de plano para implementação industrial (A3).

**Deste modo, o projeto AARM4.0 assume como objetivos específicos:**

- i) Desenvolvimento de soluções para a aquisição de dados em ambiente industrial e para a interligação em rede de ferramentas para o registo de rastreabilidade da soldadura via digital e de soluções de retrofiting (soluções para implementação de I4.0 no contexto MTC);
- ii) Criação de modelos numéricos para simulação preditiva do processo de soldadura;
- iii) Determinação de estratégias de corte, soldadura e acabamento do material, tendo em consideração as normas vigentes para o processamento de aços HSLA;
- iv) Desenvolvimento de estratégias de gestão térmica no corte do aço S690QL

e na soldadura multipasse de coupons deste material, nomeadamente ao nível da temperatura de pré-aquecimento, controlo das temperaturas de interpasse, entrega térmica e taxa de arrefecimento.

Atualmente, no âmbito do projeto, foram executadas as soldaduras de coupons de aço S690QL correspondentes a 35 procedimentos distintos, compreendendo diferentes processos, tipos de junta, posições e combinações de espessuras, com o intuito de estudar o pré-aquecimento e os parâmetros de soldadura. As soldaduras produzidas foram validadas recorrendo a ensaios destrutivos e não destrutivos, de modo a avaliar a qualidade das juntas soldadas, nomeadamente: Inspeção Visual (EN ISO 17637), Partículas Magnéticas (EN ISO 17638), Ensaios por Ultrassons (EN ISO 17640), Tração (EN ISO 6892-1:2019 B), Dobragem (EN ISO 5173:2010), Impacto (EN ISO 9016) e Dureza (EN ISO 9015-1:2011). Adicionalmente, em alguns dos coupons, foram executados testes de fadiga por flexão rotativa (ISO 1143:2021) e ensaios metalográficos por microscopia ótica e microscopia eletrónica de varrimento de alta resolução (SEM/EDS) para caracterização das diferentes zonas: material base, zona termicamente afetada e cordão de soldadura (**Figura 2**).



**Figura 2** – Caracterização de uma junta soldada:  
a) Registo macrográfico da soldadura;  
b) Análise SEM da zona de fratura do provete de fadiga.

**Designação do Projeto:** AARM4.0 - Aços de Alta Resistência na Metalomecânica 4.0

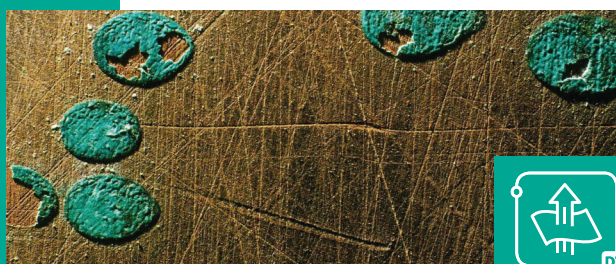
**Código do Projeto:** POCI-01-0247-FEDER-068492

# DIVISÕES TÉCNICAS

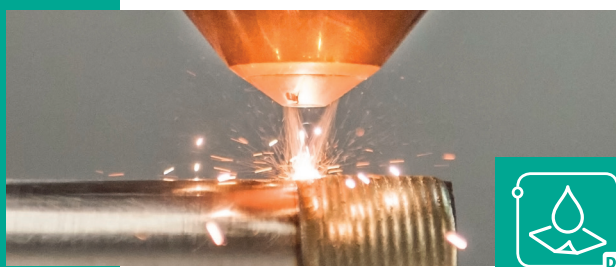


**As Divisões Técnicas são órgãos especializados, que congregam os interessados em sectores específicos da Ciência e Tecnologia de Materiais e áreas conexas e cuja atividade contribui para a prossecução da missão e objetivos da SPM.**

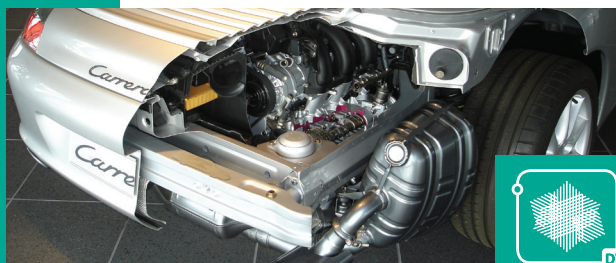
Representam importantes áreas do conhecimento e desenvolvimento em **Ciência e Tecnologia de Materiais**, proporcionando aos membros ações no seio das várias comunidades profissionais específicas, reuniões técnico-científicas e recursos, oportunidades de educação, de participação e formação de redes e plataformas e divulgação nas respetivas áreas do conhecimento.



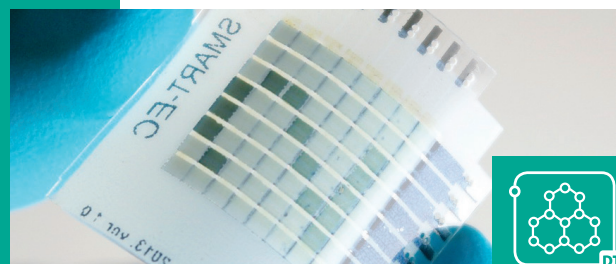
**Corrosão e Proteção de Materiais**, coordenada por Teresa Diamantino (LNEG) e Zita Lourenço (Zetacorr), contempla conhecimento e atividade no domínio da Corrosão e Proteção de Materiais



**Engenharia de Superfícies**, coordenada por Albano Cavaleiro (FCTUC) e Ricardo Alexandre (TEandM) agrega: Eletroquímica de Materiais, Tratamentos Térmicos e Engenharia de Superfícies, Tribologia e áreas afins



**Materiais Estruturais**, coordenada por Jorge Lino e Manuel Vieira (ambos da FEUP): de âmbito muito vasto, inclui Materiais Metálicos, Materiais Cerâmicos, Materiais Compósitos e Fractura, entre outros

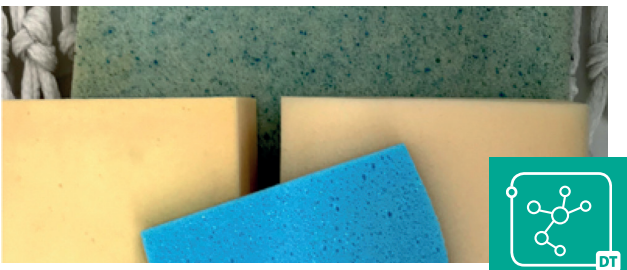


**Materiais Funcionais**, coordenada por Luís Pereira (FCT/UNL), Maria Helena Fernandes (U Aveiro) e Maria Ascensão Lopes (FEUP), abrange áreas de Nanotecnologias e Biomateriais, Materiais para a Eletrónica, Optoeletrónica e Dispositivos Médicos





**Materiais para a Energia**, coordenada por Luís Gil (DGEG) e Carlos Nogueira (LNEG), agrega as áreas do desenvolvimento de Materiais para as aplicações da Energia, incluindo as questões da disponibilidade dos Materiais e das Matérias Primas



**Polímeros e Compósitos**, coordenada por Jorge Coelho (FCTUC), A. Torres Marques (FEUP), J. C. Bordado e A. Correia Diogo (IST)



**Tecnologia e Processamento de Materiais**, tem como principal objetivo contribuir para a dinamização da investigação e disseminação em tecnologias de produção de componentes mecânicos num enquadramento de constante evolução dos materiais e consideração pela sustentabilidade ambiental e social. A divisão é atualmente coordenada por Abílio de Jesus (FEUP), Hélder Puga (UM) e Pedro Rosa (IST)



**J-SPM**, integra os sócios da SPM com menos de 35 anos e tem como principal objetivo representar os pontos de vista, as necessidades e expectativas dos sócios jovens



**Comunicação e Divulgação**, criada em Julho de 2019, pretende ser o veículo da SPM por excelência, através do qual se dará mais voz à área de Materiais. Coordenada por Paula Vilarinho (U Aveiro), conta com a colaboração de Manuela Oliveira e Joana Sousa

## NOVA DIVISÃO TÉCNICA



**Materiais e Património Cultural**, criada na Assembleia Geral da SPM de Dezembro de 2022, tendo como objetivo ser um fórum dinâmico na promoção e divulgação do conhecimento na área dos materiais do património cultural. Através da dinamização de ações para o público em geral e especializado, assim como para empresas que operam no sector e instituições de ensino que oferecem formação na área, seja através de palestras, workshops, conferências, exposições ou notícias, pretende-se incentivar novos estudos e uma melhor compreensão do papel desempenhado pelos materiais no património cultural. Coordenação: João Pedro Veiga e Márcia Vilarigues

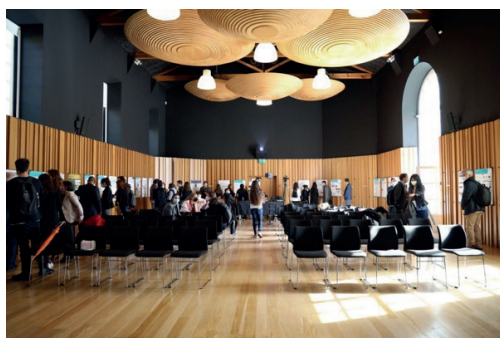
# XX CONGRESSO DA SOCIEDADE PORTUGUESA DE MATERIAIS, 11<sup>TH</sup> INTERNATIONAL MATERIALS SYMPOSIUM, 2<sup>ND</sup> IBERIAN CONGRESS ON MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY



ALGUNS NÚMEROS SOBRE O CONGRESSO:

**9 oradores**  
**+ de 200 participantes de + de 20 países**  
**190 artigos submetidos**  
**19 parceiros**

A SPM agradece a toda a equipa organizadora da CDRSP que está de parabéns pelo sucesso que foi este MATERIAIS.



NOTÍCIAS E EVENTOS

MARINHA GRANDE, 10-13 DE ABRIL



# PRÉMIO SPM

## CARREIRA E RECONHECIMENTO 2021



**Prémio SPM de Carreira e Reconhecimento 2021 foi entregue durante o MATERIAIS 2022.**

O premiado, **Professor Rodrigo Martins** (FCT NOVA), tem exercido com distinção as suas capacidades de gerar trabalho de investigação e promover o desenvolvimento da ciência através de uma visão excecional com extraordinária sabedoria, unindo preocupações efetivas para maximizar o papel da ciência para um mundo mais sustentável, juntamente com a participação de todos os cidadãos.

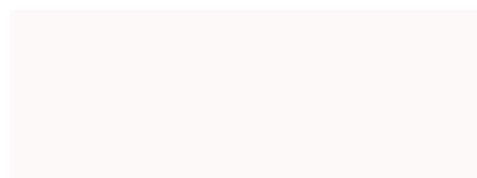


# VIII ENCONTRO DIA MUNDIAL DA SENSIBILIZAÇÃO PARA A CORROSÃO,

## 27 DE ABRIL DE 2022

A Divisão Técnica de Corrosão e Proteção de Materiais (DTCPM) da Sociedade Portuguesa de Materiais (SPM) promoveu uma sessão dedicada ao tema da Gestão da Corrosão e à forma como sectores estratégicos da indústria nacional tratam a problemática desta forma de degradação.

O evento (presencial e online) decorreu no auditório da Ordem dos Engenheiros em Lisboa no dia 27 de abril de 2022.

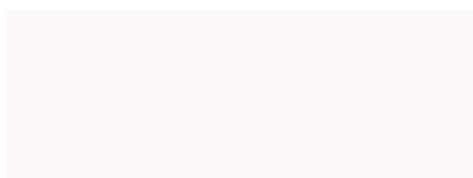


# SEMINÁRIO

## "TENDÊNCIAS E DESAFIOS DA MAQUINAGEM"



Seminário "Tendências e Desafios da Maquinagem", em colaboração com o INEGI, no âmbito do projeto [MAMTool – Maquinabilidade de componentes produzidos por fabricação aditiva para a indústria dos moldes](#), 27 de Junho de 2022.



# FEMS JUNIOR EUROMAT 2022



(Chairs: Albano Cavaleiro, Sandra Carvalho e Jorge Coelho)



**Foi um enorme sucesso, com mais de 300 participantes de 26 países diferentes, reconhecida pela FEMS como a maior Junior EUROMAT de sempre com mais de 230 abstracts.**

A FEMS reuniu o Executive Committee em Coimbra e teve um júri próprio para o FEMS BEST MASTER THESIS AWARD.

Ivânia Trepo, candidata da SPM ao FEMS BEST MASTER THESIS AWARD, fez a apresentação da sua tese, obtendo o 2º lugar.

Esta organização teve como Chair a Professora Sandra Carvalho e como Co-Chairs os Professores Albano Cavaleiro e Jorge Coelho.





# (COIMBRA, 19-22 JULHO)



(Comissão Organizadora)





SETEMBRO

**SUMMERSCHOOL "MATERIALS FOR ENERGY TRANSITION"**

Em colaboração com a Ordem dos Engenheiros, através do seu Colégio de Engenharia de Materiais e da sua Especialização em Energia; o Laboratório Nacional de Energia e Geologia (LNEG); o Laboratório Ibérico Internacional de Nanotecnologia (INL); e a DGEG-Direção Geral de Energia e Geologia, decorreu, nos dias 7 a 9 de Setembro de 2022, uma escola de verão com sessões de discussão sobre o importante e atual problema da transição energética e a contribuição indispensável dos materiais.

**OS TEMAS FOCADOS FORAM:**

- **HIDROGÉNIO E GASES RENOVÁVEIS**
- **ENERGIA FOTOVOLTAICA**
- **BATERIAS**
- **TÓPICOS TRANSVERSAIS À ENERGIA**

**COMISSÃO ORGANIZADORA:**

Pedro Salomé (INL / SPM); Filipe Neves (LNEG / SPM);  
Luís Gil (DGEG);  
Luís Pereira (Ordem dos Engenheiros / AlmaScience Colab);  
Manuela Oliveira (SPM); Joana Sousa (SPM)





# DIA MUNDIAL DOS MATERIAIS 2022

**Foi comemorado no dia 2 de Novembro, na Faculdade de ciências e Tecnologias da NOVA, Campus da Caparica, em sessão presencial e online.**

Este ano concorreram doze teses ao Prémio SPM e quatro ao Prémio ordem dos Engenheiros.



**Prémio SPM**  
**Lara Catarina Lopes Castanheira**  
FEUP-DEMec  
**Tese: "Production of sustainable powders for Direct Energy Deposition (DED)"**



**1ª Menção Honrosa SPM**  
**Mónica Ribeiro**  
NOVA-FCT, DCM  
**Tese: "Development of new materials for CO2 conversion: Effect of Carbonization"**



**2ª Menção Honrosa SPM**  
**Francisco Jordão Torres Marques Tavares**  
NOVA-FCT, DCM  
**Tese: "3D Printed magnetic scaffolds for bone cancer theranostics and regeneration"**

A tese premiada com o Prémio SPM vai ser apresentada na conferência EUROMAT 2023, em Frankfurt, (3-7 de Setembro), para concorrer à FEMS award to the best master thesis in Europe, ganha pela SPM em 2018. A deslocação e estadia da candidata são financiadas pelo Prémio SPM.

## O TEMA DO DIA FOI:

"Materiais no ecossistema da Saúde Global, tendo sido apresentadas as seguintes palestras:

- **Professor Rodrigo Martins (FCT NOVA):**  
*Materials and the Challenges of the Future*
- **Professor João Conde (NOVA Medical School):**  
*The Landscape of Precision NanoMedicine at Nova Medical Research*
- **Engenheira Cláudia Ranito (CEO da empresa MedBone):**  
*Turning Biomaterials into Medical Devices*

Seguiu-se a apresentação da YCN-Young Ceramist Network, por Inês Vilarinho, da Universidade de Aveiro.

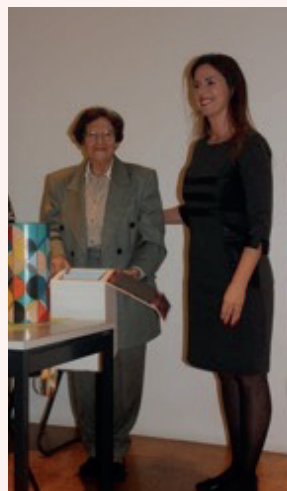
## Prémio Maria Manuela Oliveira

A Sociedade Portuguesa de Materiais (SPM) instituiu em 2019 o Prémio Maria Manuela Oliveira como forma de promover a relevância da igualdade de género nas atividades de investigação, desenvolvimento, inovação, transferência de tecnologia e ensino, na área de Materiais em Portugal, e reconhecer o papel crucial que as mulheres desempenham nas áreas da Ciência e Tecnologia de Materiais.

As galardoadas são nomeadas no seio da direção da SPM e este prémio é entregue cada dois anos, em anos pares, no Dia Mundial dos Materiais.

Em 2022, o Conselho Diretivo da Sociedade Portuguesa de Materiais decidiu por unanimidade atribuir o Prémio Maria Manuela Oliveira 2022 à **Eng. Cláudia Ranito**, uma jovem empresária com uma carreira de sucesso e com um futuro muito promissor.

A Sociedade Portuguesa de Materiais agradece à Vista Alegre por, mais uma vez, ter apoiado este prémio, com a oferta da peça comemorativa para o efeito.



NOVEMBRO



A edição de 2022 do Encontro Nacional de Estudantes de Materiais decorreu nos dias 3 e 4 de novembro, no campus de Santiago da Universidade de Aveiro, e foi organizado pelo seu Núcleo de Estudantes de Materiais.

Esta 8ª edição teve como objetivo demonstrar a importância dos materiais como base da engenharia, ao criar um evento que contou com a presença de diversos oradores nacionais e internacionais que partilharam a sua experiência na área e a influência dos materiais na Indústria 4.0.





NOVEMBRO

## WORKSHOP ON ENERGY AND DECARBONIZATION OF THE CERAMIC INDUSTRY.

Realizou-se, entre os dias 17 e 18 de novembro, na sala do senado, na Reitoria da Universidade de Aveiro (UA), o “Workshop on Energy and Decarbonization of the Ceramic Industry”.

Consistiu em um conjunto de palestras sobre diferentes aspetos do estado atual da indústria cerâmica, desde tecnologias ao mercado, opções para descarbonização da indústria cerâmica, como eletrificação, aquecimento e recuperação de calor, biocombustíveis, recuperação de resíduos e outras inovações emergentes; casos de estudo sobre implementação industrial bem-sucedida de opções para descarbonização; breves apresentações orais dos trabalhos de I&D dos participantes (doutorandos e investigadores); debate industrial bem-sucedida de opções para descarbonização; breves apresentações orais dos trabalhos de I&D dos participantes (doutorandos e investigadores); debate.



NOVEMBRO

## 8AS JORNADAS DE CORROSÃO E PROTEÇÃO DE MATERIAIS, DIA 24 DE NOVEMBRO, EM LISBOA

Este evento reuniu cerca de 100 participantes e contou com 18 comunicações orais e 8 posters.



DEZEMBRO

## SEMINÁRIO DE FABRICO ADITIVO: PRESENTE E FUTURO

Este foi evento promovido pelo INEGI, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto e Sociedade Portuguesa de Materiais através da sua Divisão Técnica de Tecnologia e Processamento de Materiais.



### SOBRE OS SEMINÁRIOS TEMÁTICOS DA SPM

Em 2016 o Conselho Diretivo da SPM deu início à organização anual de um seminário temático. Com vista a abordar assuntos atuais, de interesse para os seus sócios e com impacto na economia.

# ENERGIA VERDE - CÍRCULO DO HIDROGÉNIO - ECONOMIA DO HIDROGÉNIO

A principal chave para a energia e mobilidade verde, é o uso do hidrogénio como combustível, para armazenamento de energia e ferramenta para processos de transferência de energia.

Com isto, foi estabelecido o chamado círculo do hidrogénio que mostra o seu uso desde a geração ao armazenamento, e à exportação para o uso como combustível de volta à geração. Isto é fundamental para compreender a condutividade do hidrogénio e suas aplicações.

Como existem muitos caminhos para cada etapa deste ciclo, alguns conceitos de pesquisa foram estabelecidos para suprir lacunas e ter acesso a técnicas que são necessárias e que ainda não estão totalmente desenvolvidas. A sociedade de pesquisa Fraunhofer desenvolveu e publicou um mapa do hidrogénio para a Alemanha, onde todas as áreas e tópicos de pesquisa são revelados:

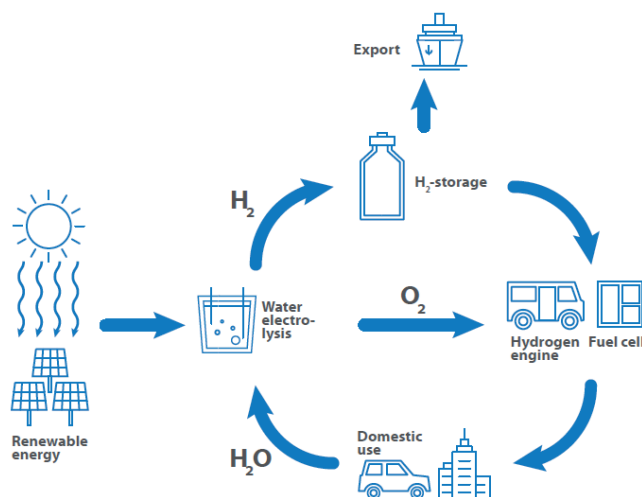


Figura 1: Rota do hidrogénio para a Alemanha (fonte: Instituto Fraunhofer)

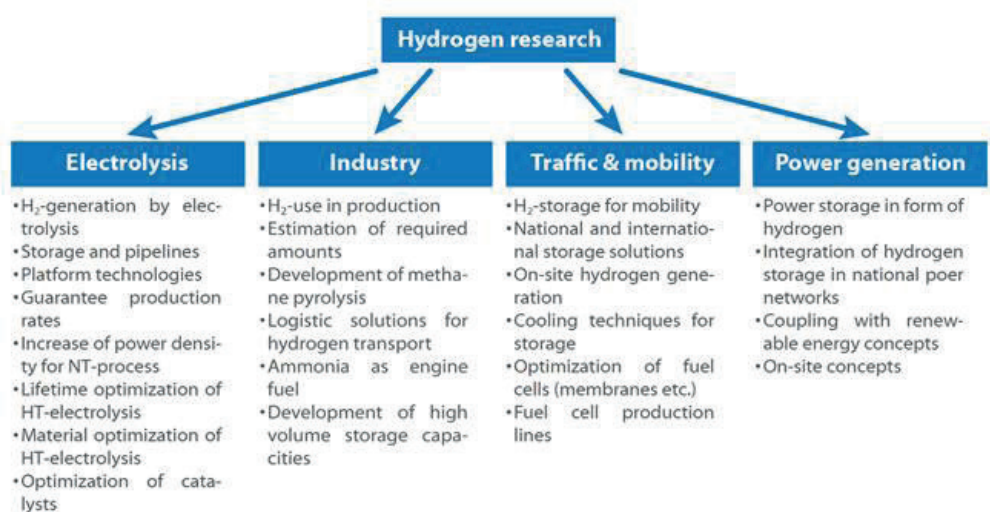
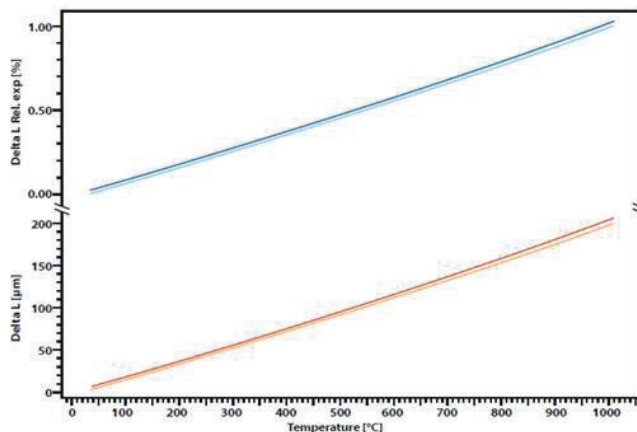


Figura 2: O círculo de hidrogénio



A rota mostra o possível uso de hidrogénio num futuro próximo - a questão fundamental é sempre o armazenamento e a produção, já que cada setor é afetado pela questão de como armazenar com segurança e eficiência. Outra questão a responder é se a produção centralizada ou descentralizada de hidrogénio é mais promissora e se deve ser usado como combustível diretamente ou na forma de amónia ou substâncias semelhantes.

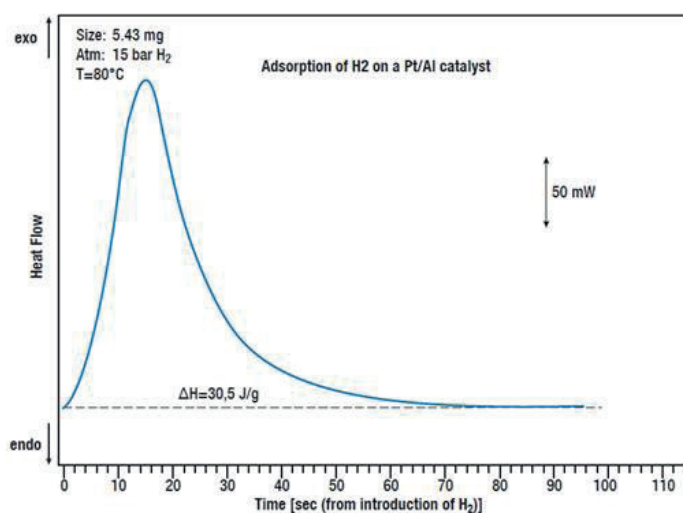
#### EXEMPLO DE APLICAÇÃO: CATALISADORES - EXPANSÃO TÉRMICA DE FIOS DE PLATINA



A platina é usada como catalisador, quer como material puro ou em muitas ligas. Como o uso na forma de liga é o mais comum, devido às diversas vantagens que apresenta, o comportamento físico e químico muda ligeiramente.

O exemplo mostra a diferença na expansão térmica entre a platina e a platina com 3% de ródio

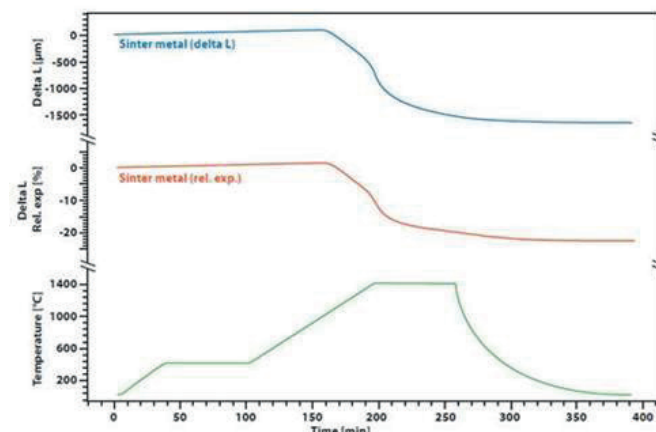
#### EXEMPLO DE APLICAÇÃO: SORÇÃO STA DE ALTA PRESSÃO



A medição da sorção realizada com métodos volumétricos normalmente não fornece informações sobre o fluxo de calor e a entalpia - se o calor de sorção for de interesse, uma segunda análise é necessária - o Analisador de Sorção Gravimétrica (TG-DSC de Alta Pressão), que mede a mudança de peso (Termogravimetria TGA) e o sinal de Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC), fornece uma alternativa muito mais rápida.

Numa experiência, a capacidade de sorção, bem como o calor de sorção, podem ser medidos.

#### EXEMPLO DE APLICAÇÃO: SINTERIZAÇÃO H2 DE PÓS DE METAL



Sinterização de hidrogénio de corpos verdes de pó metálico que são usados como catalisadores.

O hidrogénio reduz o oxigénio contido na amostra durante o processo de sinterização e causa uma maior densidade e menor percentagem de óxido metálico.

# A Sociedade Portuguesa de Materiais é Membro da EUROPEAN FEDERATION OF CORROSION (EFC)



IMPORTANTES BENEFÍCIOS DISPONÍVEIS PARA AS SOCIEDADES MEMBROS DA EFC (EUROPEIAS E INTERNACIONAIS) INCLUEM A OPORTUNIDADE DE:

- Nomear membros para os grupos de trabalho do EFC;
- Nomear candidatos para os comitês do EFC (Conselho de Administradores e Comitê Consultivo de Ciência e Tecnologia);
- Nomear um representante para a Assembleia Geral anual do EFC (com direitos de voto);
- Nomear candidatos para os prémios da EFC;
- Organizar eventos e cursos com patrocínio e logotipo do EFC; com promoção especial no "Calendário de Eventos" do EFC, publicado no website da EFC e nas newsletters EFC;
- Obter descontos em conferências anuais da EUROCORR se desejar participar como expositor;
- Promoção gratuita dos eventos e atividades relacionados com a Divisão Técnica de Corrosão da SPM nos boletins da EFC.
- Disponibilidade de Afiliação Geral da Organização Mundial da Corrosão (WCO) sem custo adicional sujeito a solicitação formal e aprovação do Conselho de Administradores da WCO e da Assembleia Geral da WCO.
- Além disso, todos os que pertencem a uma Sociedade Membro do EFC usufruem de uma redução na inscrição em conferências anuais da EUROCORR; redução do registro em todos os eventos patrocinados pela EFC, se aplicável (com número de evento atribuído); acesso à área restrita contendo os procedimentos eletrônicos das conferências anteriores da EUROCORR; preços com desconto em todas as publicações da EFC.
- Sociedades membros europeias também são elegíveis para apresentar propostas de organização de conferências EUROCORR.

## A Sociedade Portuguesa de Materiais é Membro da FEDERATION OF EUROPEAN MATERIALS SOCIETIES (FEMS)

IMPORTANTES BENEFÍCIOS DISPONÍVEIS PARA OS SÓCIOS DA SPM:

- Redução da Inscrição na conferência EUROMAT (15%)
- Uma voz mais forte na Europa como parte de uma organização de grande escala e que aglomera grandes sociedades europeias
- Divulgação dos eventos e atividades das sociedades da SPM
- Capacidade de contribuir para a agenda europeia de materiais
- Envolvimento direto em eventos organizados pelo FEMS
- Nas conferências da EUROMAT, os membros das sociedades nacionais serão identificados nos seus crachás como membros da sua sociedade – oportunidade para uma rede mais extensa entre os seus membros.
- Nomear membros para prémios FEMS e medalhas
- A FEMS desenvolveu valiosas ligações à Comissão Europeia e a importantes Plataformas Tecnológicas Europeias, sendo membro da Alliance for Materials (A4M).

## A Sociedade Portuguesa de Materiais é também membro da EUROPEAN POLYMER FEDERATION (EPF)





# SÓCIOS COLETIVOS



**Caro sócio,**

**JÁ SE INSCREVEU NA BOLSA DE PERITOS DA SPM?**

A SPM disponibiliza no seu site uma lista de peritos que pode consultar se necessitar de apoio, colaborações ou serviços.

***Junte-se a esta lista!***

***Albano Cavaleiro  
António Correia Diogo  
António Galhano  
António Pouzada  
Carlos Baleizão  
César Sequeira  
Daniel Marinha  
Diogo M. F. Santos  
Eduardo Constantino André  
Elvira Fortunato  
Fernando Castro  
Filipe Fernandes  
Hélder Puga  
Hélio Jorge  
Horácio Maia e Costa  
Hugo Águas  
João Bordado  
João Cascalheira  
João Gomes  
João Salvador Fernandes  
Jorge Alexandre Silva  
Jorge Coelho  
Jorge Lino Alves  
José Costa  
José Cruz Oliveira***

***José Paulo Farinha  
José Quaresma  
Luís Gil  
Luís Pereira  
Manuel Vieira  
Marcelo Moura  
Maria Ascensão Lopes  
Maria Cristina Parreira  
Maria de Fátima Montemor  
Maria de Fátima Vaz  
Maria Laurinda Ferreira  
Mário Ferreira  
Paula Vilarinho  
Pedro Amaral  
Ricardo Cláudio  
Robert Pullar  
Rodrigo Martins  
Rosa Marat-Mendes  
Sandra Carvalho  
Teresa Diamantino  
Teresa Morgado  
Teresa Monteiro  
Teresa Vieira  
Verónica Bermudez  
Victor Neto***

**LISTA DE PERITOS**

**Para mais informações consulte o nosso site:  
<http://spmateriais.pt/site/spm/peritos-spm/>**





### *Sobre Nós...*

*A Francisco de Oliveira & Ca. Lda. foi fundada em 1975 pelo homem que lhe concedeu o seu próprio nome. A nossa atividade centra-se na texturização e tingimento de fios 100% poliéster, tendo conquistado ao longo dos anos uma posição consolidada no mercado dos têxteis em Portugal.*



**(+351) 252 414 028**

***foliveiralda@gmail.com***

***Rua de Regatões, 369***

***4785-692 Santiago de Bougado  
Trofa, Portugal***

***[www.foliveiralda.com](http://www.foliveiralda.com)***

# CIÊNCIA & TECNOLOGIA DOS MATERIAIS



SOCIEDADE  
PORTUGUESA DE  
MATERIAIS

CONTACTOS

[www.spmateriais.pt](http://www.spmateriais.pt)

[comunicacao@spmateriais.pt](mailto:comunicacao@spmateriais.pt)

965 756 172