



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

SOLIDIFICAÇÃO EM MACROGRAVIDADE EM LIGAS EUTÉTICAS PbTe E PbSn

Derek Nagamine Cavallari

Relatório de Iniciação Científica do programa PIBIC, orientado pelo Dr.Rafael Cardoso Toledo e coorientado pelo Dr.Plínio Ivo Gama Tenório.

URL do documento original:

<http://urlib.net/>

INPE

São José dos Campos

2020



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

SOLIDIFICAÇÃO EM MACROGRAVIDADE EM LIGAS EUTÉTICAS PbTe E PbSn

Derek Nagamine Cavallari

Relatório de Iniciação Científica do programa PIBIC, orientado pelo Dr.Rafael Cardoso Toledo e coorientado pelo Dr.Plínio Ivo Gama Tenório.

URL do documento original:

<http://urlib.net/>

INPE

São José dos Campos

2020

RESUMO

Este trabalho tem como objetivo solidificar as ligas eutética de chumbo-estanho e chumbo-telúrio em ambiente de macrogravidade, utilizando a centrífuga do Laboratório Associado de Sensores e Materiais da Coordenadoria de Tecnologias Espaciais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LABAS/COCTE/INPE), e estudar a micrografia das amostras obtidas.

Palavras-chave: liga eutética, macrogravidade, solidificação.

ABSTRACT

This work aims to solidify a PbSn and PbTe eutectic alloys in macrogravity using a centrifuge installed at Associate Laboratory of Sensors and Materials Coordination of Spatial Technologies at the National Institute for Space Research (LABAS/COCTE/INPE), and study micrograph of the samples obtained.

Key words: eutectic alloy, macrogravity, solidification.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - (a) Diagrama binário de fases típico de uma liga eutética simples e (b) Representação da	5
Figura 2 - Diagrama de fase do sistema Pb-Sn e microestruturas formadas com determinadas	7
Figura 3 - Representação esquemática da formação da estrutura eutética da liga de Pb-Sn.....	7
Figura 4 - (a) Descrição da centrífuga de base: (1) estrutura metálica, (2) sistema rotativo e (3)	9
Figura 5 - (a) Equipamento de ensaio de alta aceleração; (b) o forno está ligado ao braço de alumínio	10
Figura 6 - (a) desenho do forno; e (b) o perfil de temperatura do forno na condição imposta.	11
Figura 7 - Diagrama de forças do sistema.	12
Figura 8 - (a) Exemplo de elementos puros na ampola; (b) PbSn após selagem da ampola.....	14
Figura 9 - (a) Cargas de PbSn divididas em novas ampolas; (b) selamento; (c)ampolas fechadas.	15
Figura 10 - Carga (a) após o ensaio; (b) durante o corte (longitudinal); (c) cortada (transversal).	16
Figura 11 - Preparação metalográfica das amostras (a) embutimento; (b) amostras embutidas; (c) polimento;	17

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	1
2.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	2
2.1.	Solidificação.....	2
2.2.	Ligas eutéticas	3
2.3.	Ligas eutéticas de Chumbo-Estanho	6
3.	CENTRÍFUGA DO LABAS/INPE.....	8
3.1.	Solidificação de materiais em alta aceleração	10
3.2.	Determinação do fator multiplicador da gravidade.....	11
4.	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	13
4.1.	Preparação das amostras	13
4.2.	Ensaio na centrífuga.....	15
4.3.	Preparação metalográfica	16
5.	CONCLUSÃO	18
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	19

LISTA DE SÍMBOLOS

RPM – rotação por minuto

g – aceleração da gravidade; grama

α – fase alfa

β – fase beta

L – fase líquida

ω – velocidade angular

T – tração; temperatura

F – força

a – aceleração

r – raio de rotação

n – fator multiplicador da gravidade

$^{\circ}\text{C}$ – graus Celsius

1. INTRODUÇÃO

A metalurgia, ciência que lida com metais e suas ligas, constitui um dos domínios mais importante da produção de materiais. Praticada por vários milhares de anos, continua a ser um importante campo para investigações científicas. O uso de centrífugas para o processamento e fundição de materiais é uma prática antiga, porém o tema só foi amplamente discutido em 1990 a partir da primeira oficina de processamento de materiais em centrífugas realizada na França, essas oficinas tinham como objetivo debater os efeitos causados pela força centrífuga no processamento de materiais fundido¹ (LIYA; WILLIAM, 1997).

O interesse por esse tipo de processamento na área metalúrgica e de ciência dos materiais decorreu, principalmente, devido aos resultados obtidos por Rodot e Regel na década de 80, no qual eles observaram que a distribuição axial de prata em uma liga de chumbo-telúrio se tornava uniforme quando o material era solidificado numa centrífuga (alta gravidade)² (LIYA; WILLIAM, 1997).

A utilização de centrífugas para o processamento de materiais utilizando a alta gravidade é realizado em poucos lugares, devido ao alto custo dos equipamentos³ (FRIEDRICH, 1997). Devido a isso⁴ (AN, 1997) desenvolveu para o Laboratório Associado de Sensores e Materiais da Coordenadoria de Tecnologias Espaciais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LABAS/COCTE/INPE), uma centrífuga de pequeno porte com o objetivo de estudar os efeitos de acelerações de até 10g em ligas metálicas com ponto de fusão de até 1000°C; a qual com o tempo de utilização, mesmo após uma reforma/atualização realizada

¹ LIYA L. R., WILLIAM R. W. *Centrifugal materials processing. International Center for Gravity Materials Science and Applications*. Clarkson University Potsdam, NY 13699-5814, USA, p. 1-3,1997

² Ibid.

³ FRIEDRICH, J., MULLER, G. *Convection in crystal growth under high gravity on a centrifuge. Institut fur Werkstoffwissenschaften Universitat Erlangen – Nurnberg 91058 Erlangen, Germany*, p. 19, 1997.

⁴ AN, C. Y.; RUSSO, L. C.; RIBEIRO, M. F.; BANDEIRA, I. N. *A low cost centrifuge for materials processing in high gravity*. New York: Plenum Press, 1997.

por Freitas⁵ (FREITAS, 2011), se tornou obsoleta e foi substituída em 2015 por um novo equipamento, mais robusto^{6 7 8 9} (TENÓRIO et al., 2015, 2016, 2017, 2018).

Este trabalho de iniciação científica tem como objetivo reproduzir os resultados obtidos por Tenório¹⁰ na solidificação da liga metálica eutética de chumbo-estanho (PbSn) em macrogravidade utilizando a centrífuga do LABAS/INPE. E posteriormente, replicar os resultados para a liga eutética de chumbo-telúrio (PbTe).

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. Solidificação

As propriedades dos materiais metálicos estão diretamente relacionadas com a transição do estado líquido para o sólido, por isso, grande parte dos produtos feitos com metais e suas ligas passam, pelo menos uma vez, por processos que envolvam a solidificação, como por exemplo, fundição, soldagem ou tratamentos térmicos¹¹ (GARCIA, 2001).

A solidificação dos metais e suas ligas dependem de uma variedade de mecanismos, estes são agrupados sob os termos de nucleação e crescimento, sendo que ambos são afetados de

⁵ FREITAS, Filipe. *Solidificação de Ligas Metálicas Eutéticas de BiCd e BiSn em Ambiente de Microgravidade Utilizando Tubo de Queda Livre (Drop Tube)*. 2016. 111f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos. 2016.

⁶ TENÓRIO, Plínio Ivo Gama. *Desenvolvimento de uma centrífuga para solidificação de ligas eutéticas em macrogravidade*. In: WORKSHOP EM ENGENHARIA E TECNOLOGIAS ESPACIAIS, 6., São José dos Campos/SP. Anais... 2015.

⁷ Idem, *Development of a centrifuge and furnace for materials solidification tests on high-gravity*. In: WORKSHOP EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA ESPACIAIS, 7., 2016, São José dos Campos. Anais... 2016.

⁸ Idem, *Desenvolvimento de uma centrífuga para solidificação de materiais em altas acelerações*. In: CONGRESSO ANUAL DA 65 ABM, 72., 2017, Rio de Janeiro. Anais...São Paulo: Blucher, 2017. p.1408-1419.

⁹ Idem, *Efeitos da alta aceleração na solidificação da liga pb-sn eutética*. p. 1046-1052. In: 73º Congresso Anual da ABM, São Paulo, 2018.

¹⁰ *Ibid.*

¹¹GARCIA, A. *Solidificação: fundamentos e aplicações*. Campinas, SP: UNICAMP, 2001. 399p.

forma direta ou indireta pela gravidade, isso por que, a ação da aceleração da gravidade (g) nesse processo pode alterar a transferência de massa e calor e, devido à ação da aceleração de Coriolis no fluido, a estabilidade do fluxo^{12 13 14 15 16 17 18}(HAMACHER et al., 1987; HURLE et al., 1987; FAVIER et al., 1987; AN et al., 1997; DHINDAW, 2001; TOLEDO, 2013; TENÓRIO, 2018).

Esses efeitos podem alterar a microestrutura do material, causando respostas diferentes para determinadas solicitações, se comparado com métodos convencionais de fundição e resfriamento^{19 20 21}(KURZ; FISHER, 1998; CHIRITA et al., 2008; LIMIN et al., 2016).

2.2. Ligas eutéticas

A análise de diversos diagramas de fases de sistemas binários revela, em grande parte, a ocorrência de uma transformação caracterizada pelo crescimento simultâneo de

¹² HAMACHER, H.; FITTON, B.; KINGDON, J. *The environment of earth-orbiting systems*. In: WALTER, H. U. (Ed.). *Fluid sciences and materials science in space: a european perspective*. Berlin, Germany: Springer, 1987. Cap. 1, p. 1–50.

¹³ HURLE, D. T. J.; MÜLLER, G.; NITSCHKE, R. *Crystal growth from the melt*. In: WALTER, H. U. (Ed.). *Fluid sciences and materials science in space: a european perspective*. Berlin, Germany: Springer, 1987. Cap. 10, p. 313–354.

¹⁴ FAVIER, J. J.; HUNT, J. D.; SAHM, P. R. *Influence of residual accelerations on fluid physics and materials science experiments*. In: WALTER, H. U. (Ed.). *Fluid sciences and materials science in space: a european perspective*. Berlin, Germany: Springer, 1987. Cap. 18, p. 637–680.

¹⁵ AN, Chen et al. *A low cost centrifuge for materials processing in high gravity*. New York: Plenum Press, 1997.

¹⁶ DHINDAW, B. K. *Solidification under microgravity*. *Sadhana*, v. 26, p. 59–69, 2001.

¹⁷ TOLEDO, R. C. *Estudo da solidificação de ligas metálicas eutéticas em ambiente de microgravidade*. 217 p. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2013.

¹⁸ TENÓRIO, Plínio. *Efeitos da alta aceleração na solidificação da liga pb-sn eutética*. p. 1046-1052.

¹⁹ KURZ, W.; FISHER, D. J. *Fundamental of solidification*. 4.ed. Switzerland: Trans Tech Publications, 1998. 305 p. ISBN 08-784-9804-4.

²⁰ CHIRITA, G.; SOARES, D.; SILVA, F. S. *Advantages of the centrifugal casting technique for the production of structural components with Al–Si alloys*. *Materials and Design*, v. 29, p. 20 -27. 2008.

²¹ LIMIN, J.; ZHIMIN, L.; DAMING, X.; JINGJIE, G. *Effects of centrifugal forces and casting modulus on structures and mechanical properties of Ti-6Al-4V Alloy*. *Rare Metal Materials and Engineering*, v.45, n.3, p.581-587, 2016.

duas fases sólidas (α e β) a partir do líquido em ponto de fusão menor do que os apresentados pelos constituintes que compõem o sistema. Tal transformação é denominada eutética e ocorre em um ponto do diagrama de equilíbrio fases a uma temperatura e concentração específicas:



A reação eutética ocorre nos sistemas anisomorfos, ou seja, naqueles em que seus componentes levam à formação de mais de uma fase sólida. Nesses sistemas, a solubilidade total não é possível, ou por existir um limite de solubilidade de um constituinte no outro, ou pela geração de fases intermediárias estáveis. É importante notar que a reação eutética não é exclusiva de sistemas binários, ocorrendo em sistemas ternários ou mesmo quaternários, onde o líquido está em equilíbrio com duas, três ou mais fases sólidas distintas^{22 23} ²⁴(CHALMERS, 1964; FLEMINGS, 1974; FREITAS, 2016). Entretanto, como existe grande número de ligas compostas por duas fases, este é o caso considerado neste trabalho.

As ligas eutéticas podem ser classificadas em três categorias com base na sua morfologia. As ligas podem ter estruturas regulares, em que se observa um padrão regular repetitivo e sua microestrutura pode ser: lamelar, constituída de placas paralelas e alternadas das duas fases sólidas; fibrosa, constituída de barras finas de uma das fases envolvida pela matriz; e globulares, constituída de esferas de uma fase distribuídas na matriz²⁵ (FREITAS, 2016).

Os principais aspectos que caracterizam um diagrama eutético binário simples são: a completa solubilidade no estado líquido e solubilidade parcial no estado sólido, e dois pares de linhas liquidus e solidus. As duas linhas liquidus encontram-se no ponto eutético, enquanto que uma linha horizontal à temperatura eutética faz a conexão entre as duas soluções sólidas terminais, conforme é mostrado na Figura 1(a). Nesses diagramas, são

²² CHALMERS, B. *Principles of solidification*. New York: JOHN WILEY, 1964. 319 p. 32, 34, 35, 36, 37, 38, 40, 41, 42, 43, 44, 50, 56.

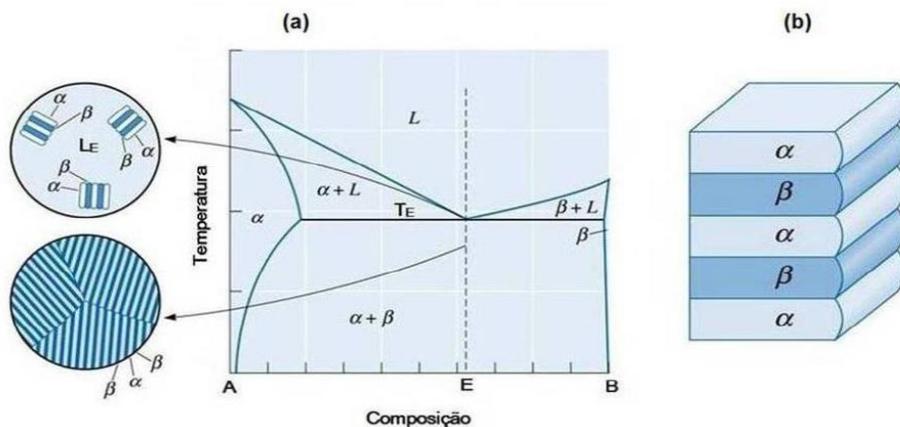
²³ FLEMINGS, M. *Solidification processing*. [S.l.]: McGraw-Hill, 1974. (McGraw-Hill series in materials science and engineering). ISBN 9780070212831. p. 32, 36, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 50.

²⁴ FREITAS, Filipe. *Solidificação de Ligas Metálicas Eutéticas de BiCd e BiSn em Ambiente de Microgravidade Utilizando Tubo de Queda Livre (Drop Tube)*. 2016. 111f.

²⁵ *Ibid.*

encontradas três regiões monofásicas distintas α , β e líquida. A fase α consiste em uma solução sólida rica em A; ela possui B como o componente soluto. A fase β consiste em uma solução sólida rica em B; ela possui A como o componente soluto. Existem também três regiões bifásicas que podem ser encontradas no sistema: $\alpha + L$, $\beta + L$ e $\alpha + \beta$, que coexistem em seus respectivos campos de fases.

Figura 1 - (a) Diagrama binário de fases típico de uma liga eutética simples e (b) Representação da morfologia de interface eutética.



Fonte: Adaptado de Callister (2017).

A presença de mais de uma fase pode originar vários tipos de microestruturas após a solidificação. Baseado em trabalhos ²⁶ de (HUNT; JACKSON, 1966), sobre a cinética interfacial das fases constituintes, foi proposto um critério para definir, em três categorias, os sistemas eutéticos^{27 28 29} (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016; FUMACHI, 2017):

²⁶ HUNT, J. D.; JACKSON, K. A. Binary eutectic solidification. Trans. AIME, v. 236, p. 843, 1966. 45, 46

²⁷ TOLEDO, R. C. *Estudo da solidificação de ligas metálicas eutéticas em ambiente de microgravidade*. 217 p.

²⁸ FREITAS, Filipe. *Solidificação de Ligas Metálicas Eutéticas de BiCd e BiSn em Ambiente de Microgravidade Utilizando Tubo de Queda Livre (Drop Tube)*. 2016. 111f.

²⁹ FUMACHI, Edson Fernando. *Desenvolvimento de um tubo de queda livre para o modelamento e otimização do processo de solidificação de ligas eutéticas de bismuto-estanho em ambiente de microgravidade*. Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos. 2017.

- a) **Regulares:** formados pelos eutéticos em que as fases apresentam baixa entropia de fusão. Tem morfologia do tipo Difusa/Difusa, apresentando dois tipos de microestruturas (lamelares ou fibrosas);
- b) **Irregulares:** formados pelos eutéticos onde ambas as fases crescem com interfaces facetadas. Sua morfologia é do tipo Difusa/Facetada ou Facetada/Facetada e apresenta microestruturas aleatórias das duas fases;
- c) **Regulares Complexas:** os eutéticos que compõem esse grupo são formados por duas fases, onde uma delas possui uma entropia de fusão elevada e a outra possui baixa entropia de fusão. A morfologia é do tipo Difusa/Facetada com duas regiões distintas sendo uma com orientação aleatória e a outra com orientação repetitiva.

2.3. Ligas eutéticas de Chumbo-Estanho

A liga Pb-Sn é um sistema comum de eutético binário, a fase α representa uma solução sólida de estanho no chumbo e em β o chumbo é o soluto e o estanho o solvente. O diagrama de fase (Figura 2) apresenta o ponto invariante eutético em 61,9 %p. Sn (74,1 %at. Sn) com a temperatura de 183°C^{30 31 32} (Figura 2) (KARAKAYA et al., 1988; ASM Internacional, 1992; CALLISTER; RETWISCH, 2016;).

Durante a solidificação, ocorre uma redistribuição dos componentes causada pela difusão atômica imediatamente a frente da interface eutético-líquido, formando na microestrutura camadas alternadas das fases, chamada de lamelas³³ (Figura 3) (CALLISTER e RETWISCH, 2016).

³⁰ KARAKAYA, I.; THOMPSON, W.T. *The Pb-Sn (Lead-Tin) System. Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, v. 9, p.144-152, 1988.

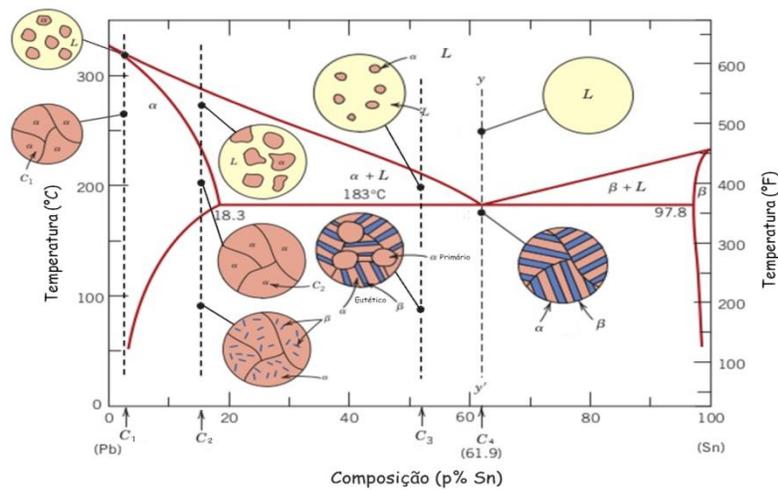
³¹ ASM INTERNACIONAL. *ASM handbook: alloy phase diagrams. Materials Park, OH: ASM, 1992. v.3. ISBN 0-87170-381-5.*

³² CALLISTER, William. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. Oitava Edição Trad. Sergio Murilo Stamile Soares. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2013, 809 p.

³³ *Ibid.*

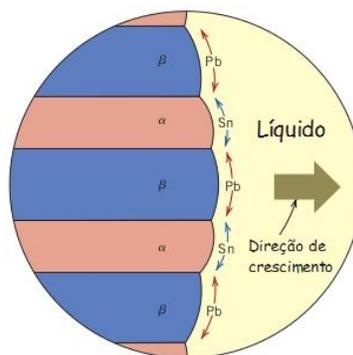
A estrutura cristalina das fases são as mesmas que a dos elementos, ou seja, a estrutura de α é a mesma que a do chumbo e o mesmo para β e estanho. Isso ocorre por que as fases são ricas em um dos elementos, então nesse caso, o átomo de um elemento que compõe a liga é tido como impureza na fase do outro.

Figura 2 - Diagrama de fase do sistema Pb-Sn e microestruturas formadas com determinadas composições (C1, C2, C3 e C4).



Fonte: Adaptado de Callister e Retwisch (2016).

Figura 3 - Representação esquemática da formação da estrutura eutética da liga de Pb-Sn.



Fonte: Adaptado de Callister e Retwisch (2016).

A principal aplicação da liga Pb-Sn é como metal de adição em processos de soldagem, devido ao seu baixo ponto de fusão, que permite a junção da maioria dos metais por meio de do método de aquecimento mais conveniente. Essa solda pode ser utilizada para vedação de recipientes, revestir e unir metais, selar radiadores celulares de automóveis, preencher emendas e amassados em carrocerias, na eletrônica, junção de tubulações, entre várias outras aplicações ³⁴ (SHACKELFORD, 2008).

3. CENTRÍFUGA DO LABAS/INPE

O equipamento atual começou a ser desenvolvido em 2005 e possui duas aplicações: processamento de materiais (solidificação) e simulação de rotação de foguetes de sondagem ³⁵ (TENÓRIO, 2018).

A centrífuga é composta de uma estrutura metálica na qual o sistema rotativo, a junta de transmissão com contato elétrico rotativo e o metal do braço são instalados; esse conjunto é chamado de base e é comum para ambos os aplicativos, Figura 4a.

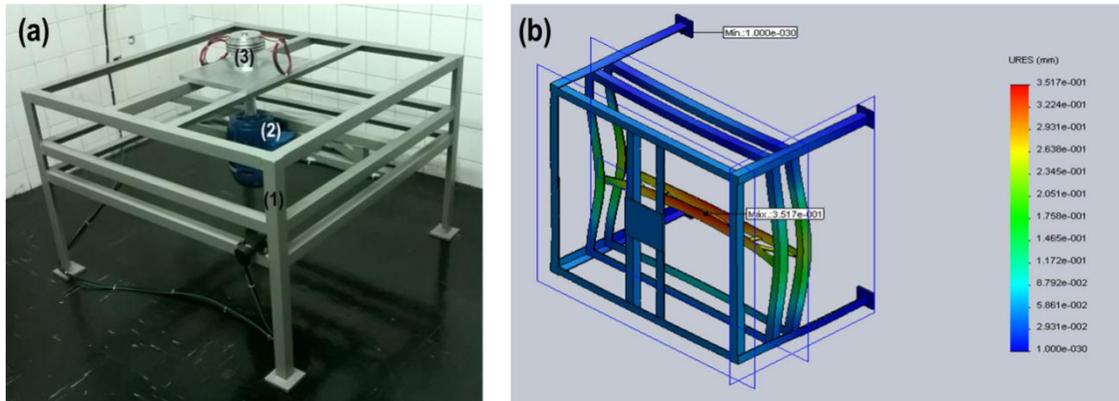
A estrutura metálica foi projetada em software CAD e fabricada com barras de aço ASTM A36 soldadas; antes da fabricação, foi simulado por elementos finitos (Figura 4b) a deformação suportada pela estrutura no local de maior solicitação, os resultados apresentaram deformação a ordem 10^{-2} , com fator de segurança 1,5, portanto o projeto foi considerado adequado para a aplicação ³⁶ (TENÓRIO, 2018).

³⁴ SHACKELFORD, J. F. *Introdução à ciência dos materiais para engenheiros*. 6.ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008. 546 p. ISBN 978- 85-7605-160-2. 201

³⁵ TENÓRIO, Plínio. *Efeitos da alta aceleração na solidificação da liga pb-sn eutética*. p. 1046-1052. In: 73º Congresso Anual da ABM, São Paulo, 2018.

³⁶ *Ibid.*

Figura 4 - (a) Descrição da centrífuga de base: (1) estrutura metálica, (2) sistema rotativo e (3) articulação de transmissão com contato elétrico rotativo; e (b) Simulação em elementos finitos.



Fonte: Tenório et al., 2015.

O sistema de rotação centrífuga fornece a condição necessária para ter acelerações maiores que a gravidade da Terra; foram utilizados o motor elétrico W22 (220/380 V, 1 HP) e o inversor de frequência CFW-08, fabricados pela WEG®³⁷ (TENÓRIO, 2018), devido a maior precisão no controle de velocidade, número de polos e baixos níveis de ruído e vibração.

A junta de transmissão centrífuga com contato elétrico rotativo tem como objetivo conectar o motor e o braço, transmitindo a rotação, com mínima perda. Outro ponto é realizar o contato elétrico com o experimento fixado no braço. Esta peça usinada é submetida principalmente a uma carga compressiva. Devido a isso, foram escolhidos materiais dúcteis para as peças, alumínio AA 6351-T6 e PVC (policloreto de vinila), o segundo usado apenas para isolamento elétrico dos anéis de contato, sem realizar qualquer função estrutural³⁸ (TENÓRIO, 2018).

³⁷ TENÓRIO, Plínio. *Efeitos da alta aceleração na solidificação da liga pb-sn eutética*. p. 1046-1052.

³⁸ *Ibid.*

O braço é fabricado com uma barra retangular de alumínio AA 6351-T6 e possui dimensões específicas para cada aplicação.

3.1. Solidificação de materiais em alta aceleração

O equipamento utilizado neste experimento consiste em um forno elétrico resistivo fixado em braço de alumínio de 1,5 m, para isso, é utilizada uma dobradiça de aço, que possui dois mancais e suporta um peso de até 45 kg. Devido ao posicionamento do forno, deslocado do eixo do motor, foi feito um balanço de peso do braço, contrapesos de aço foram instalados no outro lado do braço (oposto ao forno), Figura 5a. Esta configuração de fixação do forno (Figura 5b) permite medir o nível de gravidade na amostra de solidificação porque o forno é automaticamente alinhado à força resultante durante a rotação ³⁹(TENÓRIO, 2018).

Figura 5 - (a) Equipamento de ensaio de alta aceleração; (b) o forno está ligado ao braço de alumínio por uma dobradiça de aço.



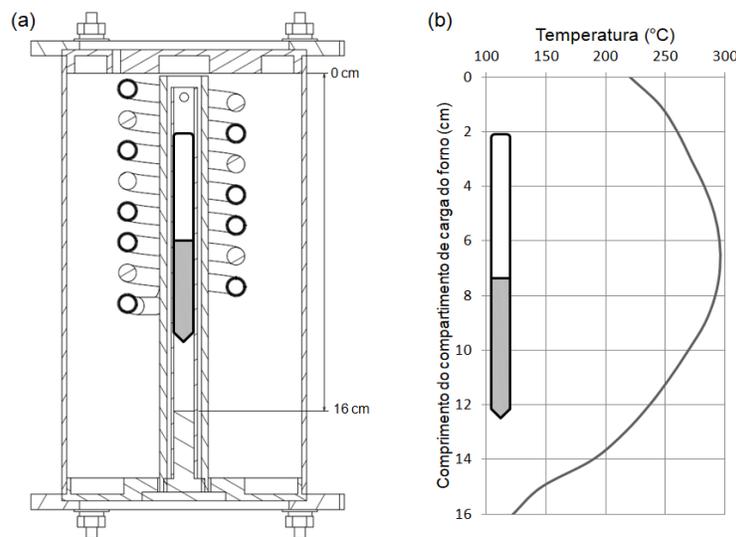
Fonte: Tenório et al., 2017.

O desenho do forno é mostrado na Figura 6a. Compreende um forno tubular de aço inoxidável, com 110 mm de diâmetro, 200 mm de comprimento e peso de 9,6 kg. A câmara de processamento dos materiais é um tubo de cerâmica com 20 mm de diâmetro, que percorre todo o comprimento do forno; a parte superior de 1020 mm do tubo cerâmico é

³⁹ TENÓRIO, Plínio. *Efeitos da alta aceleração na solidificação da liga pb-sn eutética*. p. 1046-1052.

desenvolvida por uma resistência blindada de níquel-cromo ($28 \Omega - 300 \text{ W}$), o espaço entre as paredes do tubo é preenchido com fibra de quartzo que é empregada como isolamento térmico. Este forno foi projetado para atingir temperaturas de até 1000°C . Está ligado a um módulo de potência (NOVUS - modelo SSR-4840) que é controlado por um controlador de temperatura (NOVUS - modelo N2000). A Figura 3b mostra o perfil de temperatura do forno com temperatura de controle (T_{set}) de 200°C .

Figura 6 - (a) desenho do forno; e (b) o perfil de temperatura do forno na condição imposta.



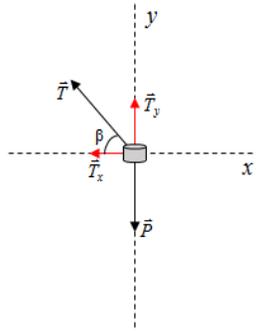
Fonte: Tenório et al., 2018.

3.2. Determinação do fator multiplicador da gravidade

A determinação do fator multiplicador da gravidade terrestre (n) é importante para conhecer a aceleração na qual a solidificação ocorre. Como nesse sistema foi adotado como referencial um objeto não inercial, o forno, pode-se considerar a ação de forças fictícias (força centrífuga) atuantes no sistema, isto é, forças provenientes da aceleração do próprio referencial e não de forças físicas atuando no corpo. Além disso, outros parâmetros foram determinados, sendo eles: escolha de um ponto de massa m localizado no centro de gravidade (cg); a massa da amostra é desprezível; e todas as forças do sistema atuam no

centro de gravidade do forno ^{40 41} (NUSSENZVEIG, 2002; TENÓRIO et al., 2017).O balanço das forças atuando no forno (Figura 7) fornece:

Figura 7 - Diagrama de forças do sistema.



Fonte: Tenório et al., 2017 B

Onde: P é o peso; T é a tração; T_y é a componente de T no eixo y do plano cartesiano; T_x é a componente de T no eixo x do plano cartesiano; e β é o ângulo de inclinação do forno em relação ao braço.

Em um sistema em equilíbrio de forças, pela 2ª Lei de Newton, a resultante da soma de todas as forças que atuam no corpo é zero. Assim verificasse que a componente T_y será igual ao peso (P) e a componente T_x será a própria força centrípeta F_c, representada pela equação:

$$F_c = m_{forno} \cdot \omega^2 \cdot r \quad (\text{Eq. 2})$$

Onde: ω é a velocidade angular; e r é o raio de rotação. Então:

$$T_x = m_{forno} \cdot \omega^2 \cdot r \quad \text{Eq. 3}$$

⁴⁰ NUSSENZVEIG, H. M. *Curso de física básica*. 4.ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2002. ISBN 58-212-0298-9.

⁴¹ TENÓRIO, Plínio. et al. *Determinação da aceleração para ensaios de solidificação na centrífuga do LAS/INPE*.

com isso, a aceleração do sistema será a própria aceleração centrípeta, definida pela equação:

$$a_c = \omega^2 \cdot r \quad \text{Eq. 4}$$

Por fim, o fator multiplicador da gravidade terrestre é dado pela expressão:

$$n = \frac{a_c}{g} \quad \text{Eq. 5}$$

Utilizando a Equação 5 é possível determinar o RPM necessário para gerar determinado n . Assim a aceleração envolvida no processo de solidificação dos materiais será sempre conhecida.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1. Preparação das amostras

A liga de PbSn eutético foi preparada usando chumbo (Pb) 99,999% at. de pureza e estanho (Sn) com 99,999% at. de pureza da marca Cominco A primeira etapa da preparação das ligas foi o ataque químico para eliminar possíveis óxidos superficiais presentes nos elementos, consistindo na preparação de uma solução para cada elemento. Para o chumbo, utilizou-se ácido acético, peróxido de hidrogênio e água deionizada na proporção 1:1:2 e para estanho, preparou-se a solução com ácido fluorídrico, ácido nítrico e água deionizada na proporção 1:1:1. Após o ataque nos materiais, foram realizados enxágue em metanol e a secagem com gás nitrogênio ⁴² (TENÓRIO, 2018).

Para obtenção da liga desejada, a proporção de cada elemento foi calculada com base no diagrama de fases do sistema PbSn (Figura 2). Assim, para obter a liga Pb38,1Sn61,9 %p. eutética é necessário respeitar a seguinte relação:

$$m_{Sn} = 0,615509 \cdot m_{Pb} \quad \text{Eq. 6}$$

sendo m_{Pb} = massa do chumbo, m_{Sn} = massa do estanho.

⁴² TENÓRIO, Plínio. *Efeitos da alta aceleração na solidificação da liga pb-sn eutética*. p. 1046-1052.

Foi realizada a pesagem em uma balança analítica, colocada dentro de uma caixa limpa construída de acrílico com fluxo de nitrogênio constante. A massa total para cada amostra pesada foi de, aproximadamente, 70 gramas.

Em uma ampola de quartzo, tubo de 15 mm (diâmetro externo) por 13 mm (diâmetro interno) com uma extremidade fechada, foi realizada limpeza química com HCl, HNO₃, acetona e água deionizada para a remoção de óxidos, gorduras e quaisquer outras impurezas que contaminem as ligas. Colocaram-se as respectivas cargas, após a pesagem, dentro das ampolas de maneira que os elementos ficassem misturados. Para selagem das ampolas carregadas com a liga, estas foram instaladas em um sistema que utiliza um equipamento de vácuo com pressão de aproximadamente 10⁻⁶Torr.

Após selagem as cargas foram inseridas dentro de um forno vertical a 400°C durante 24 horas para a completa homogeneização dos elementos. Imediatamente após a retirada do forno, a carga foi resfriada em água, a fim de manter uma composição homogênea ao longo da amostra (Figura 8). Posteriormente, a carga foi retirada da ampola, dividida em porções de aproximadamente 20 gramas e selada em novas ampolas, tubos de 10 mm (diâmetro externo) por 08 mm (diâmetro interno), próprios para o experimento na centrifuga (Figura 9).

Figura 8 - (a) Exemplo de elementos puros na ampola; (b) PbSn após selagem da ampola.



Fonte: Tenório et al., 2018

Figura 9 - (a) Cargas de PbSn divididas em novas ampolas; (b) selamento; (c)ampolas fechadas.



Fonte: Tenório et al., 2018.

4.2. Ensaio na centrífuga

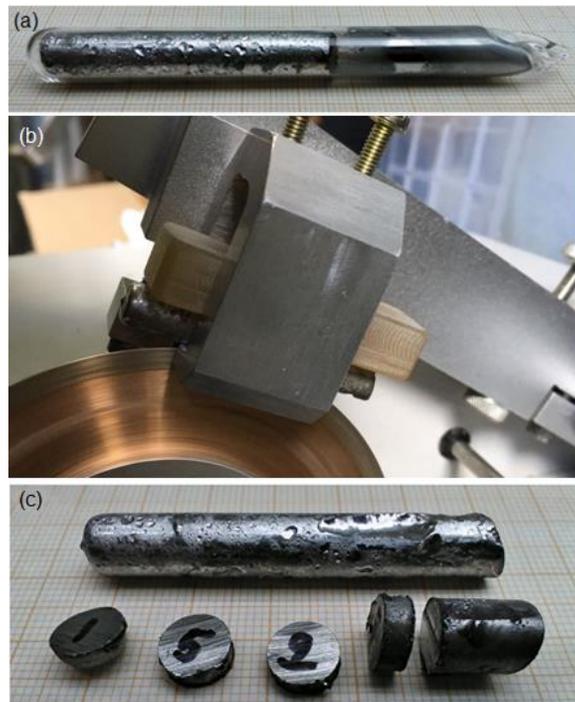
Nos experimentos as cargas foram inseridas no interior do forno e aquecidas até a temperatura ultrapassar o ponto de fusão da liga, e permanece por cerca de 1 h, até que a temperatura do forno estabilize, o sistema de acionamento e controle do forno é desativado e o motor é ligado. Então equipamento fica com rotação constante, durante 45 min a 1 h, garantindo que a liga solidifique durante a rotação.

Em todos os ensaios a temperatura de controle (T_{set}) foi de 200°C, as acelerações utilizadas foram: 0 para 1 g; 80 RPM para aproximadamente 7g; 92 RPM para aproximadamente 9 g; e 100 RPM para aproximadamente 10 g. Por fim, as ampolas ficaram posicionadas a cerca de 3,5 cm do fim do forno (16 cm na Figura 6).

4.3. Preparação metalográfica

Após a solidificação, as cargas são removidas da ampola e cortadas no sentido longitudinal (ao meio) ou transversal (discos com 3 mm de espessura), utilizando uma máquina de corte Buehler Isomet™ Low Speed Precision Cutter com disco diamantado (Figura 10).

Figura 10 - Carga (a) após o ensaio; (b) durante o corte (longitudinal); (c) cortada (transversal).

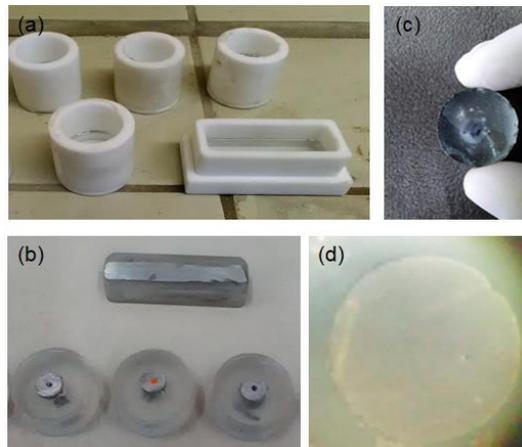


Fonte: Tenório, 2018.

Para realizar as microscopias e demais caracterizações foi necessário preparar a superfície do material. Iniciando com o embutimento, realizado a frio (Figura 11a), devido ao baixo ponto de fusão da liga eutética de PbSn (183°C), com utilização de resina polimerizável (resina epóxi) em molde de teflon, com tempo de cura de aproximadamente 24 h (Figura 11b). Em seguida o lixamento, feito manualmente com utilização de sucessivas lixas d'água com granulação de 600, 800, 1200 e 2000 Mesh. Na etapa final, a de polimento, o procedimento foi realizado de forma manual, utilizando pasta de diamante de granulações de $0,9\ \mu\text{m}$ e $0,6\ \mu\text{m}$ sobre o feltro (Figura 11c). Entre cada etapa as amostras foram

cuidadosamente lavadas com água deionizada corrente e postas no ultrassom, imersas em álcool isopropílico (Figura 11d).

Figura 11 - Preparação metalográfica das amostras (a) embutimento; (b) amostras embutidas; (c) polimento; (d) superfície polida.



Fonte: Tenório, 2018.

5. CONCLUSÃO

Devido a pandemia do covid-19, a parte experimental do projeto foi interrompida no primeiro semestre. Assim, não foi possível realizar os experimentos na centrífuga e suas respectivas análises.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AN, C. Y.; RUSSO, L. C.; RIBEIRO, M. F.; BANDEIRA, I. N. *A low cost centrifuge for materials processing in high gravity*. New York: Plenum Press, 1997.

ASM INTERNACIONAL. *ASM handbook: alloy phase diagrams*. Materials Park, OH: ASM, 1992. v.3. ISBN 0-87170-381-5.

CALLISTER, William. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. Oitava Edição Trad. Sergio Murilo Stamile Soares. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2013, 809 p.

CHALMERS, B. *Principles of solidification*. New York: JOHN WILEY, 1964. 319 p. 32, 34, 35, 36, 37, 38, 40, 41, 42, 43, 44, 50, 56

CHIRITA, G.; SOARES, D.; SILVA, F. S. *Advantages of the centrifugal casting technique for the production of structural components with Al–Si alloys*. *Materials and Design*, v. 29, p. 20 -27. 2008.

DHINDAW, B. K. *Solidification under microgravity*. *Sadhana*, v. 26, p. 59–69, 2001.

FAVIER, J. J.; HUNT, J. D.; SAHM, P. R. *Influence of residual accelerations on fluid physics and materials science experiments*. In: WALTER, H. U. (Ed.). *Fluid sciences and materials science in space: a european perspective*. Berlin, Germany: Springer, 1987. Cap. 18, p. 637–680.

FLEMINGS, M. *Solidification processing*. [S.l.]: McGraw-Hill, 1974. (McGraw-Hill series in materials science and engineering). ISBN 9780070212831. 32, 36, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 50.

FREITAS, Filipe. *Solidificação de Ligas Metálicas Eutéticas de BiCd e BiSn em Ambiente de Microgravidade Utilizando Tubo de Queda Livre (Drop Tube)*. 2016. 111f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos. 2016.

FRIEDRICH, J., MULLER, G. *Convection in crystal growth under high gravity on a centrifuge*. Institut für Werkstoffwissenschaften Universität Erlangen – Nürnberg 91058 Erlangen, Germany, p. 19, 1997.

FUMACHI, Edson Fernando. *Desenvolvimento de um tubo de queda livre para o modelamento e otimização do processo de solidificação de ligas eutéicas de bismuto-estanho em ambiente de microgravidade*. Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos. 2017 Disponível em: <<http://mtc-m21b.sid.inpe.br/rep/sid.inpe.br/mtc-m21b/2017/02.02.15.12?mirror=sid.inpe.br/mtc-m21b/2013/09.26.14.25.22&metadataarepository=sid.inpe.br/mtc-m21b/2017/02.02.15.12.34>>. Acesso em: 09/07/2020.

GARCIA, A. *Solidificação: fundamentos e aplicações*. Campinas, SP: UNICAMP, 2001. 399p. (Coleção Livro-Texto). ISBN 85-268-0523-1.

HAMACHER, H.; FITTON, B.; KINGDON, J. *The environment of earth-orbiting systems*. In: WALTER, H. U. (Ed.). *Fluid sciences and materials science in space: a european perspective*. Berlin, Germany: Springer, 1987. Cap. 1, p. 1– 50.

HUNT, J. D.; JACKSON, K. A. Binary eutectic solidification. *Trans. AIME*, v. 236, p. 843, 1966. 45, 46

HURLE, D. T. J.; MÜLLER, G.; NITSCHKE, R. *Crystal growth from the melt*. In: WALTER, H. U. (Ed.). *Fluid sciences and materials science in space: a european perspective*. Berlin, Germany: Springer, 1987. Cap. 10, p. 313–354.

KARAKAYA, I.; THOMPSON, W.T. *The Pb-Sn (Lead-Tin) System*. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, v. 9, p.144-152, 1988.

KURZ, W.; FISHER, D. J. *Fundamental of solidification*. 4.ed. Switzerland: Trans Tech Publications, 1998. 305 p. ISBN 08-784-9804-4.

LIMIN, J.; ZHIMIN, L.; DAMING, X.; JINGJIE, G. *Effects of centrifugal forces and casting modulus on structures and mechanical properties of Ti-6Al-4V Alloy. Rare Metal Materials and Engineering*, v.45, n.3, p.581-587, 2016

LIYA L. R., WILLIAM R. W. *Introduction to materials processing in large centrifuges. International Center for Gravity Materials Science and Applications. Clarkson University Potsdam, NY 13699-5700, USA*, p. 1-3, 1994.

LIYA L. R., WILLIAM R. W. *Centrifugal materials processing. International Center for Gravity Materials Science and Applications. Clarkson University Potsdam, NY 13699-5814, USA*, p. 1-3, 1997..

NUSSENZVEIG, H. M. *Curso de física básica*. 4.ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2002. ISBN 58-212-0298-9.

SHACKELFORD, J. F. *Introdução à ciência dos materiais para engenheiros*. 6.ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008. 546 p. ISBN 978- 85-7605-160-2. 201.

TENÓRIO, P. I. G.; AN, C. Y.; TOLEDO, R. C.; BANDEIRA, I. N.; FREITAS, F. E.; FUMACHI, E. F.; LOMAS, P. T. B. *Desenvolvimento de uma centrífuga para solidificação de materiais em altas acelerações*. In: CONGRESSO ANUAL DA 65 ABM, 72., 2017, Rio de Janeiro. Anais...São Paulo: Blucher, 2017. p.1408- 1419.

TENÓRIO, P. I. G.; TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; FUMACHI, E. F.; BANDEIRA, I. N.; AN, C. Y. *Desenvolvimento de uma centrífuga para solidificação de ligas eutéticas em macrogravidade*. In: WORKSHOP EM ENGENHARIA E TECNOLOGIAS ESPACIAIS, 6., São José dos Campos/SP. Anais... 2015.

TENÓRIO, P. I. G.; LOMAS, P. T. B.; FUMACHI, E. F.; FREITAS, F. E.; BANDEIRA, I. N.; TOLEDO, R. C.; AN, C. Y. *Development of a centrifuge and furnace for materials solidification tests on high-gravity*. In: WORKSHOP EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA ESPACIAIS, 7., 2016, São José dos Campos. Anais... 2016.

TENÓRIO, P. I. G.; TOLEDO, R. C.; AN, C. Y. *Determinação da aceleração para ensaios de solidificação na centrifuga do LAS/INPE*. In: WORKSHOP EM ENGENHARIA E TECNOLOGIAS ESPACIAIS, 8., 2017, São José dos Campos. Anais... 2017 B.

TOLEDO, R. C. *Estudo da solidificação de ligas metálicas eutéticas em ambiente de microgravidade*. 217 p. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2013. Disponível em: <<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3DJR26P>> Acesso em: 09/07/2020.