



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

**SOLIDIFICAÇÃO DE LIGAS EUTÉTICAS DE BISMUTO-ESTANHO  
EM MICROGRAVIDADE**

Veronica Ayme de Moraes

Relatório de Iniciação Científica do  
programa PIBIC, orientada pelo Dr.

Rafael Cardoso Toledo

INPE

São José dos Campos

2020



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

**SOLIDIFICAÇÃO DE LIGAS EUTÉTICAS DE BISMUTO-ESTANHO  
EM MICROGRAVIDADE**

Veronica Ayme de Moraes

Relatório de Iniciação Científica do  
programa PIBIC, orientada pelo Dr.

Rafael Cardoso Toledo

INPE

São José dos Campos

2020



## RESUMO

Este trabalho tem como objetivo solidificação da liga eutética de Bismuto-Estanho (BiSn) num ambiente de microgravidade, com o auxílio do tubo de queda livre do Laboratório Associado de Sensores e Materiais da Coordenadoria de Tecnologias Espaciais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LAS/CTE/INPE), e posteriormente o estudo da micrografia. O objeto de estudo foi a liga eutética Bi<sub>57</sub>Sn<sub>43</sub> (% em peso), usada como liga de solda de baixo ponto de fusão e na fabricação de fusíveis.

Palavras-chave: liga eutética, microgravidade, solidificação.



## **ABSTRACT**

This work aims to study the eutetic alloy solidification Bismuth-Tin (BiSn) in microgravity environment using a 3 m length drop tube from Laboratório Associado de Sensores e Materiais da Coordenadoria de Tecnologias Espaciais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LAS/CTE/INPE), and subsequently the micrography of it. The object of this study is the eutetic alloy Bi57Sn43(% in weight), using as solder alloy with low point of fusion and in fuses manufacture.

Key words: eutetic alloy, microgravity, solidification.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama binário de fases típico de uma liga eutética simples. Adaptado de Callister (2007) .....	3
Figura 2. Adaptado de Okamoto (1992) .....	4
Figura 3. Tubo de queda do INPE. Fumachi (2017) .....	5
Figura 4. Representação do sistema do tubo de queda. Toledo (2009).....	6
Figura 5. Sistema do tubo de queda livre: detalhes do forno. Toledo (2009) .....	7
Figura 6. Dispositivo para pulverizar as amostras. Toledo (2009) .....	8
Figura 7. Pesagem do bismuto e estanho.....	9
Figura 8. Cargas colocadas na ampola de quartzo.....	10
Figura 9. Vácuo “primário” na amostra de bismuto-estanho .....	11
Figura 10. Ampolas de quartzo .....	13
Figura 11. Amostras no coletor do drop tube após a queda em microgravidade. Toledo (2013) .....	14





## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....</b>	<b>2</b>
2.1 Solidificação .....	2
2.2 Ligas Eutéicas .....	2
2.3 Ligas Eutéicas de Bismuto-Cádmio e Bismuto-Estanho .....	3
<b>3. TUBO DE QUEDA LIVRE .....</b>	<b>5</b>
<b>4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL .....</b>	<b>9</b>
4.1 Preparação das amostras .....	9
4.2 Fabricação das ampolas do tubo de queda .....	12
4.3 Obtenção das amostras .....	13
<b>5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>15</b>

## 1. INTRODUÇÃO

A gravidade é umas das quatro forças fundamentais da natureza, juntamente com a força eletromagnética e as forças de ligação nuclear forte e fraca. Foi definida pelo físico inglês Isaac Newton, em 1665, como um fenômeno natural pelo qual os corpos físicos atraem com uma força proporcional às suas massas (Lei da Gravitação Universal), e ela não pode ser simplesmente “desligada” (ALONSO; FINN, 1972; HALLIDAY, 2009).

Uma espaçonave orbitando a uma distância de 400 km da superfície terrestre é equivalente a apenas 6% do raio da Terra. É de conhecimento popular que tanto o astronauta quanto os objetos dentro de uma espaçonave parecem flutuar e que não sofrem ação da gravidade. Porém, de acordo com a lei da gravitação universal de Newton, a atração gravitacional nessa distância é 12% menor do que na superfície da Terra e, portanto, a espaçonave e tudo que se encontra lá são influenciados pela gravidade. Esse fenômeno de sensação de falta de peso ocorre porque a espaçonave está num estado de imponderabilidade que, segundo o princípio da equivalência de Einstein, é semelhante ao estado de um objeto em queda livre. Esse ambiente onde a gravidade aparenta não atuar é chamado de microgravidade (NAUMANN R. J.; HERRING, 1980; HAMACHER et al., 1987).

Os meios de acesso à ambiente de microgravidade em suma, são técnicas onde podemos remover os efeitos da gravidade sobre um objeto colocando-o em queda livre ou recriando condições de queda livre. Dentre elas, temos: torres verticais de queda livre, voos parabólicos em aviões, queda livre a partir de balões, plataformas em voos sub-orbitais, plataformas orbitais recuperáveis, ônibus espaciais e estações orbitais.

Este trabalho de iniciação científica tem como objetivo reproduzir os resultados obtidos por FREITAS (2016) na solidificação das liga metálicas eutélicas de Bismuto-Estanho (BiSn) e Bismuto-Cádmio (BiCd) em microgravidade utilizando o tubo vertical de queda livre do LABAS/INPE e comparar os resultados com o modelo teórico de solidificação proposto por FUMACHI (2017). Posteriormente, foi realizado a análise microestrutural das amostras obtidas.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 Solidificação

Em quase todo processamento de metais há uma etapa básica fundamental que é a solidificação: um metal líquido é resfriado para se tornar sólido. Para que isso ocorra, é necessária a formação de grãos e o crescimento desses grãos para dar origem ao sólido propriamente dito. (CHALMERS, 1964; FLEMINGS, 1974; FREITAS, 2016).

Nos produtos metálicos, a estrutura formada após a solidificação determina as propriedades dos produtos finais. Os estados sólido e líquido tem diferenças visíveis entre si, como a variação de fluidez. Os átomos no estado sólido se encontram arranjados em uma ordem de longo alcance, enquanto a energia cinética dos átomos no estado líquido é maior.

### 2.2 Ligas Eutéicas

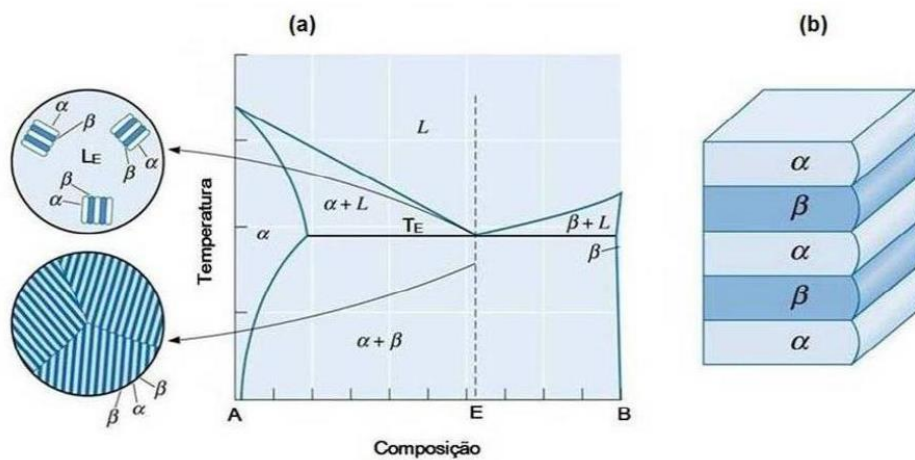
São ligas que possuem um ponto de fusão menor numa determinada composição do que os apresentados pelos constituintes que a compõem. A transformação eutética acontece em um ponto do diagrama de fases, em uma determinada temperatura e concentração, caracterizada pelo crescimento simultâneo de duas fases sólidas (alfa e beta) a partir do líquido.



As ligas eutéicas 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 matriz (FREITAS, 2016).

O diagrama de fases típico de uma liga eutética simples se constitui da forma apresentada na Figura 1. Percebe-se que as fases líquidas e sólidas coexistem em determinados momentos da solidificação. Nesses diagramas, são encontradas três regiões monofásicas distintas  $\alpha$ ,  $\beta$  e líquida. A fase  $\alpha$  consiste em uma solução sólida rica em A; ela possui B como o componente soluto. A fase  $\beta$  consiste em uma solução sólida rica em B; ela possui A como o componente soluto.

Figura 1. Diagrama binário de fases típico de uma liga eutética.



Fonte: Adaptado de Callister (2007)

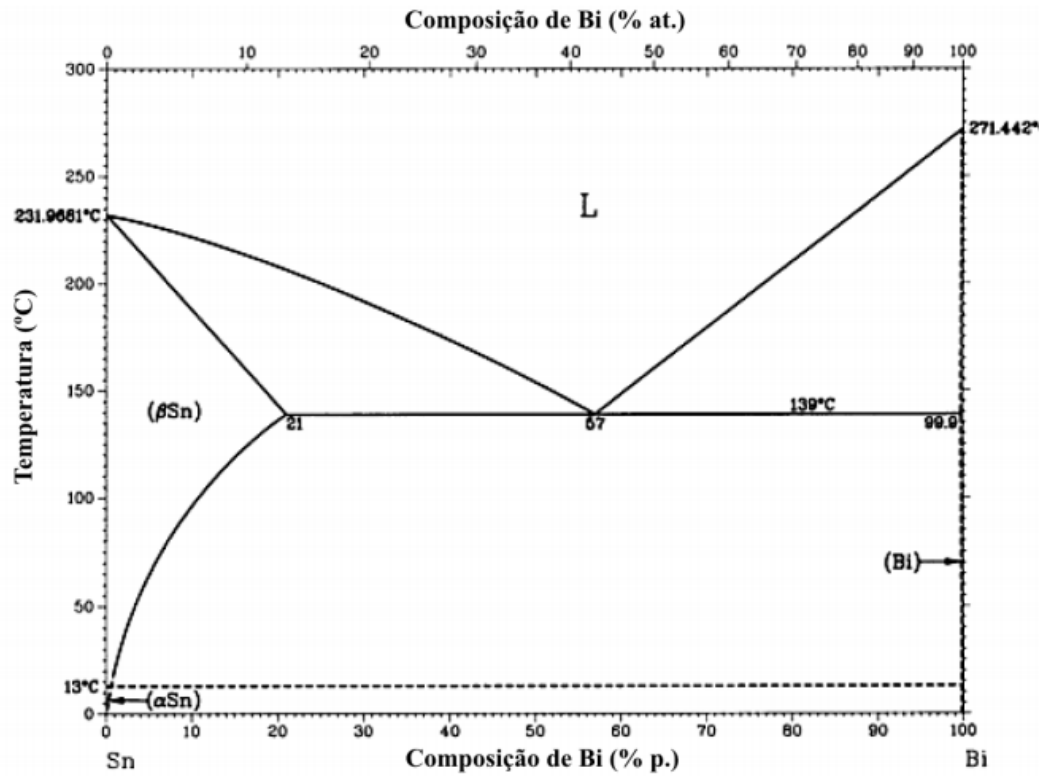
### 2.2.1 Ligas eutéticas de Bismuto-Cádmio e Bismuto-Estanho

As ligas de baixo ponto de fusão são uma mistura binária, ternária, quaternária ou quinária de bismuto, estanho, cádmio, chumbo, índio ou outros metais. Muitas dessas ligas tem como elemento principal o bismuto, que se expande ao solidificar. As ligas que contém menos que 48% de Bi encolhem ao solidificar, aquelas que contém entre 48 e 55% de Bi exibem um pequeno aumento de volume e as que possuem mais que 55% de Bi expandem durante o processo de solidificação.

As ligas BiCd (ponto de fusão de 114 °C) e BiSn (ponto de fusão de 138,5 °C) tem como aplicações: soldas, aparato de detecção de fumaça e sistema de alarme, plugue de segurança para tanques e cilindros de gás comprimido, entre outras (SEEDS, 1969).

Nesse projeto, foram usadas as ligas BiSn e PbSn, justamente por conta de seu baixo ponto de fusão. Na Figura 2, mostra-se o diagrama de fases da mistura eutética de BiSn, mais utilizada durante o trabalho.

Figura 2. Diagrama de fases BiSn.



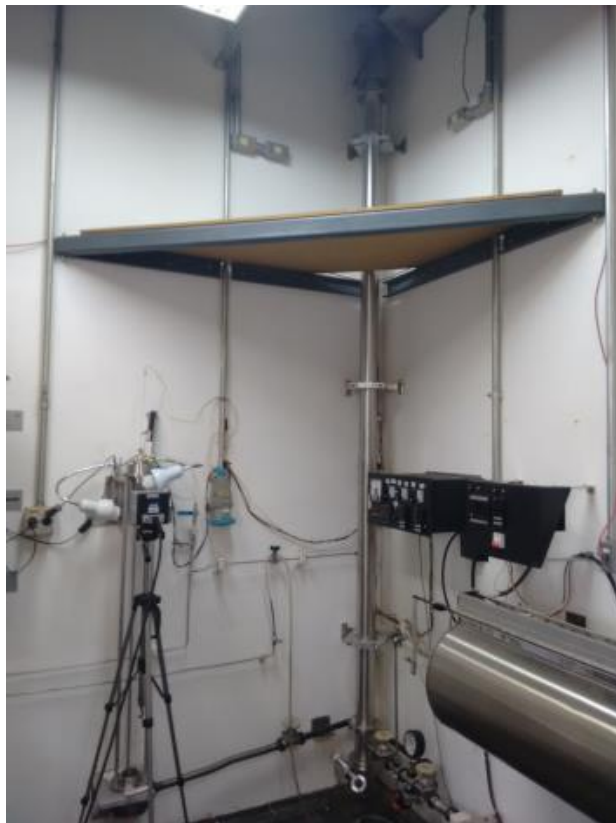
Fonte: Adaptado de Okamoto (1992).

### 3. TUBO DE QUEDA LIVRE

O tubo de queda livre é o meio mais simples e de baixo custo para atingir a microgravidade. Se consiste em uma construção vertical que varia de 3 m à 100 m onde somente a amostra está sujeita a queda livre. São mantidos em vácuo ou atmosfera controlada (HAMACHER et al., 1987).

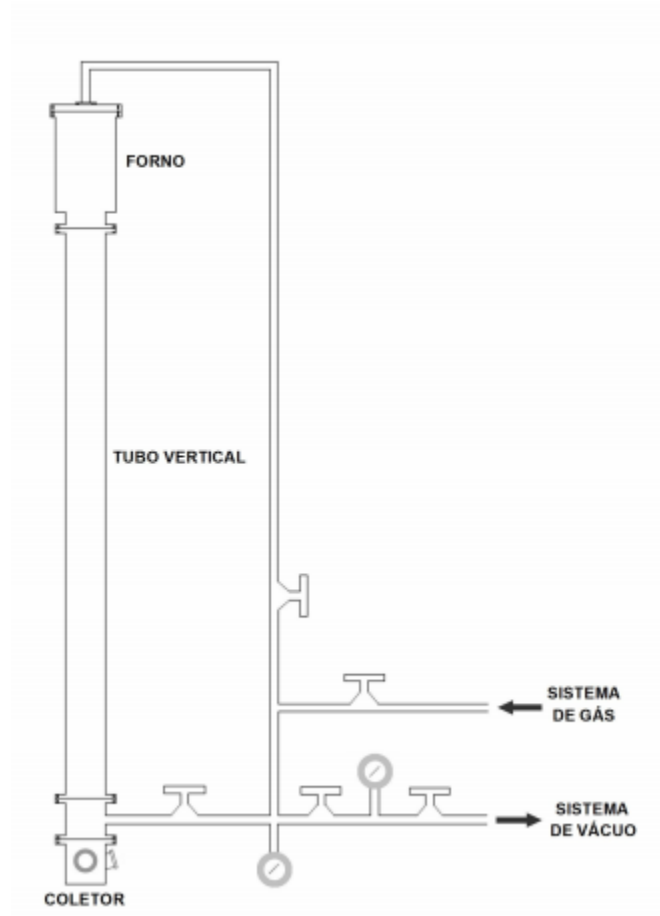
O tubo de queda utilizado no projeto (Figura 3) situa-se no Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), tem 3,5 m de comprimento e 100 mm de diâmetro, proporcionando aproximadamente 0,85 s de queda livre. O *drop tube* é composto por um sistema de aquecimento (forno), um sistema de injeção de gás, um tubo vertical, um coletor de amostras e um sistema de vácuo (FUMACHI, 2017) como mostra a Figura 4.

Figura 3. Tubo de queda do INPE



Fonte: Fumachi (2017)

Figura 4. Representação do sistema do tubo de queda.

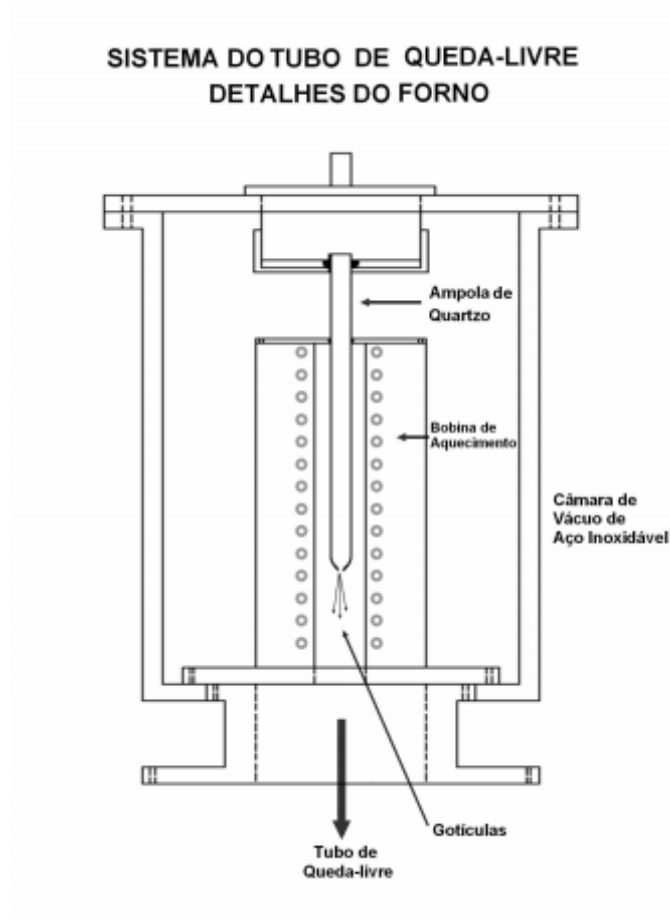


Fonte: Toledo (2009).

O forno tubular de aço inoxidável, com 100 mm de comprimento e diâmetro externo de 50 mm com cavidade constituída por um tubo de cerâmica com 15 mm de diâmetro interno é acoplado ao interior de uma câmara de vácuo na parte superior do tubo de queda livre (Figura 5) (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).



Figura 5. Sistema do tubo de queda livre detalhes do forno.



Fonte: Toledo (2009)

Uma resistência de níquel-cromo de 30  $\Omega$  constitui o sistema de aquecimento, encapsulada em tubos de quartzo que envolvem o tubo cerâmico na cavidade interna, com temperaturas de até 1000 °C (FUMACHI, 2017). O sistema do forno é ligado em um módulo de potência (NOVUS - modelo SSR-4840), ajustado por um controlador de temperatura (NOVUS - modelo N2000) (TOLEDO, 2009; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

O sistema de gás (Figura 6) é alimentado por um fluido inerte ao material de estudo, no caso utiliza-se o nitrogênio. A ampola de quartzo contendo a carga é presa ao dispositivo que pulveriza as amostras em formato de gotículas e se localiza na tampa superior do forno ligado a câmara de vácuo (FUMACHI, 2017). O sistema de vácuo é composto por uma bomba mecânica de alto vácuo EDWARDS, modelo EDMS, série

503367, que proporciona pressão da ordem de 5,0 Pa ( $4.10^{-2}$  Torr) (TOLEDO, 2009; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

Figura 6. Dispositivo para pulverizar as amostras



Fonte: Toledo (2009)

## 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 4.1 Preparação das amostras

As amostras de BiSn foram preparadas usando Bismuto da marca Alfa Aesar, 1-5 cm e 99,998% de pureza e Estanho da marca Cominco Eletronic Materials, de pureza 99,9999%.

Fazendo o cálculo da composição eutética BiSn através do diagrama de fases do sistema, encontra-se:

$$m_{Bi} = 1,325581 \cdot m_{Sn} \quad (\text{Eq. 2})$$

sendo  $m_{Bi}$  = massa do bismuto,  $m_{Sn}$  = massa do estanho. A pesagem é feita através de uma balança analítica situada em uma caixa feita de acrílico com fundo de nitrogênio (Figura 7). A massa total da amostra pesada foi aproximadamente 70g.

Figura 7. Pesagem do bismuto e estanho.



Fonte: do autor.

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, HNO<sub>3</sub>, acetona e água deionizada para a remoção de óxidos, gorduras e quaisquer

outras impurezas que contaminem as ligas. Colocou-se as respectivas cargas, após a pesagem, dentro das ampolas de maneira que os elementos fiquem misturados, como mostra a Figura 8. As ampolas foram instaladas em um equipamento de vácuo e o sistema fechado (Figura 9) com pressão de aproximadamente de  $3 \cdot 10^{-6}$ Torr.

Figura 8. Cargas colocadas na ampola de quartzo.



Fonte: do autor.

Figura 9. Vácuo “primário” na amostra de bismuto-estanho.



Fonte: do autor.

## 4.2 Fabricação das ampolas do tubo de queda

Foram utilizadas ampolas de quartzo cortadas em diferentes tamanhos. Após o corte do tubo nas medidas mencionadas na Tabela, foi realizado uma limpeza para a remoção das impurezas e foram deixadas na estufa para a secagem. Posteriormente à secagem completa, uma das extremidades do tubo foi selada de forma a se criar uma ponta e aberto um orifício de diâmetros também mencionados na Tabela 1. O diâmetro foi medido com o auxílio do microscópio da marca Micronal, com amplificação 4x da lente da marca Zeiss (12,5). A Figura 10 demonstra a parte final das ampolas.

Tabela 1. Comprimento das ampolas e diâmetro dos furos.

<b>Tubo</b>	<b>Tamanho (em cm)</b>	<b>Diâmetro do furo (em mm)</b>
1	16,5	0,3
2	17,9	0,63
3	19	0,06
4	18,4	0,18
5	19,6	0,24
6	18	0,24
7	19,5	0,12

Fonte: do autor.

Figura 10. Ampolas de quartzo.

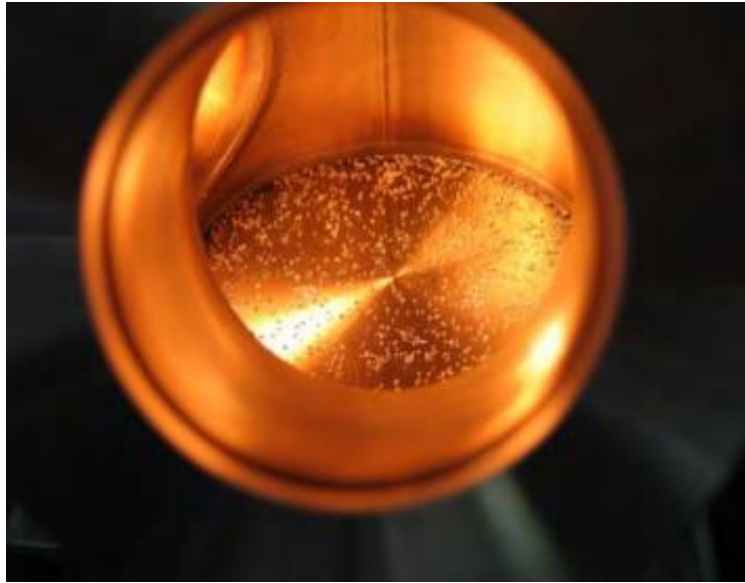


Fonte: do autor.

### 4.3 Obtenção das amostras

O tubo usado nesse trabalho possui comprimento de 3,5 m e diâmetro de 100 mm. No interior do forno, é utilizada uma ampola de quartzo com uma carga de aproximadamente 1,0 g da liga preparada anteriormente. Essa carga é fixada no forno do drop tube. Após o tubo ser fechado, é evacuado à pressão de aproximadamente 5,3 Pa ( $\approx 4 \cdot 10^{-2}$  torr) e depois preenchido com aproximadamente 50,7 kPa ( $\approx 1,2$  atm) de nitrogênio para auxiliar as gotículas térmicas do material ejetado a se dissipar. O forno é ligado e, após a estabilização da temperatura ( $\approx 220$  °C) é desligado e, assim, provoca uma queda da temperatura da amostra. Quando atinge-se a temperatura entre 180 a 185 °C o gás nitrogênio é liberado na extremidade superior da ampola, provocando uma diferença de pressão que ocasionava a queda da carga. Isso faz com que as gotículas se formem, como na Figura 11 (TOLEDO, 2013).

Figura 11. Amostras no coletor do drop tube após a queda em microgravidade.



Fonte: Toledo (2013)



## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA ESPACIAL BRASILEIRA. **Programa Nacional de Atividades Espaciais: PNAE: 2012-2021**. Brasília: Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação, Agência Espacial Brasileira, 2012. 36p.

ALONSO, M; FINN, E. J. **Física 1: um curso universitário**. São Paulo: Edgard Blucher, 1972. v.1.

CALLISTER, W. D. **Materials science and engineering: an introduction**. Danvers, MA: John Wiley and Sons, 2007. 7 ed., 721 p. 14, 30

CHALMERS, B. **Principles of solidification**. New York, NY: John Wiley, 1964. (Wiley Series on the Science and Technology of Materials).

ESA.**Microgravity**.2015. European Space Agency, IMPRESS Education.Disponível em:< <http://www.spaceflight.esa.int/impres/text/education/Microgravity/>>. Acesso em 15 jun de 2020.

FLEMINGS, M. **Solidification processing**. [S.l.]: McGraw-Hill, 1974. (McGraw-Hill series in materials science and engineering). ISBN 9780070212831.

FREITAS, F. E. **Solidificação de ligas metálicas eutéticas de BiCd e BiSn em ambiente de microgravidade utilizando tubo de queda livre (*Drop Tube*)**. 2016. 86 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2016.

FUMACHI, E. F. **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**.2017. 121 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2017.

HALLIDAY, D. **Fundamentos de física: gravitação, ondas e termodinâmica**. 8 ed. Rio de Janeiro, RJ: LCT, 2009.

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. I, p. 1-50.

**O que é microgravidade**. INPE. Disponível em: <<http://www.las.inpe.br/~microg/oquee.htm>>. - Acesso em 24 ago de 2019

NAUMANN, R. J.; HERRING, H. W. **Materials processing in space**: Early experiments. Washington, D.C.: NASA, 1980. Scientific and Technical Information Branch.

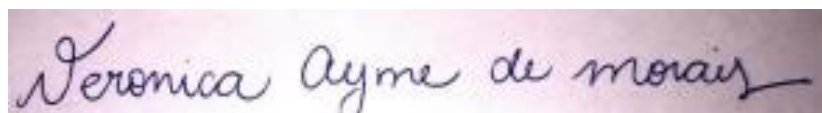
OKAMOTO, H. Bi (bismuth) binary alloy phase diagrams: Bi-Sn (bismuth-tin). **In: ASM handbook**: Alloy phase diagrams. New York, N.Y.: ASM International, 1992. v. 3, p. 512–513. 35

SEEDS, O. J. **Low-melting alloys**. In: Metals handbook. 8. ed. Metals Park, OH: American Society for Metals, 1969. v. 1. 31

TOLEDO, R. C. **Estudo da solidificação de ligas metálicas eutéticas em ambiente de microgravidade**. 2013. 180 p. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2013.

TOLEDO, R. C. **Estudo da influência da gravidade na solidificação de ligas metálicas eutéticas**. (Tese de Doutorado), INPE, Brasil, 2013.

São José dos Campos, 10 de julho de 2020.

A photograph of a handwritten signature in blue ink on a light-colored background. The signature reads "Veronica Ayme de Moraes" in a cursive script.

**Bolsista: Veronica Ayme de Moraes**

A photograph of a handwritten signature in black ink on a white background. The signature is highly stylized and appears to read "Rafael" followed by a large, vertical flourish that extends downwards.

**Orientador: Rafael Cardoso Toledo**