



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

sid.inpe.br/mtc-m21c/2018/03.13.18.44-TDI

ESTUDO DE SOLIDIFICAÇÃO EM MACROGRAVIDADE DA LIGA EUTÉTICA PB-SN

Plínio Ivo Gama Tenório

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Chen Ying An, e Rafael Cardoso Toledo, aprovada em 19 de fevereiro de 2018.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34R/3QN2AEP>>

INPE
São José dos Campos
2018

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE

Gabinete do Diretor (GBDIR)

Serviço de Informação e Documentação (SESID)

Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970

São José dos Campos - SP - Brasil

Tel.:(012) 3208-6923/6921

E-mail: pubtc@inpe.br

**COMISSÃO DO CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO
DA PRODUÇÃO INTELECTUAL DO INPE (DE/DIR-544):****Presidente:**

Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação (CPG)

Membros:

Dr. Plínio Carlos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (COCST)

Dr. André de Castro Milone - Coordenação-Geral de Ciências Espaciais e Atmosféricas (CGCEA)

Dra. Carina de Barros Melo - Coordenação de Laboratórios Associados (COCTE)

Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação-Geral de Engenharia e Tecnologia Espacial (CGETE)

Dr. Hermann Johann Heinrich Kux - Coordenação-Geral de Observação da Terra (CGOBT)

Dr. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CGCPT)

Silvia Castro Marcelino - Serviço de Informação e Documentação (SESID)

BIBLIOTECA DIGITAL:

Dr. Gerald Jean Francis Banon

Clayton Martins Pereira - Serviço de Informação e Documentação (SESID)

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:

Simone Angélica Del Duca Barbedo - Serviço de Informação e Documentação (SESID)

Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SESID)

EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:

Marcelo de Castro Pazos - Serviço de Informação e Documentação (SESID)

André Luis Dias Fernandes - Serviço de Informação e Documentação (SESID)



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

sid.inpe.br/mtc-m21c/2018/03.13.18.44-TDI

ESTUDO DE SOLIDIFICAÇÃO EM MACROGRAVIDADE DA LIGA EUTÉTICA PB-SN

Plínio Ivo Gama Tenório

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Chen Ying An, e Rafael Cardoso Toledo, aprovada em 19 de fevereiro de 2018.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34R/3QN2AEP>>

INPE
São José dos Campos
2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Tenório, Plínio Ivo Gama.

T258e Estudo de solidificação em macrogravidade da liga eutética Pb-Sn / Plínio Ivo Gama Tenório. – São José dos Campos : INPE, 2018.

xxvi + 67 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m21c/2018/03.13.18.44-TDI)

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2018.

Orientadores : Drs. Chen Ying An, e Rafael Cardoso Toledo.

1. Solidificação. 2. Ligas eutéticas. 3. Gravidade.
4. Macrogravidade. I.Título.

CDU 66.065



Esta obra foi licenciada sob uma Licença [Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

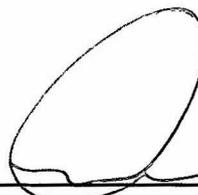
This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

Aluno (a): **Plínio Ivo Gama Tenório**

Título: "ESTUDO DE SOLIDIFICAÇÃO EM MACROGRAVIDADE DA LIGA EUTÉTICA Pb-Sn"

Aprovado (a) pela Banca Examinadora em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de **Mestre** em **ETE/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores**

Dr. Chen Ying An



Presidente / Orientador(a) / INPE / SJC Campos - SP

() Participação por Vídeo - Conferência

Dr. Rafael Cardoso Toledo



Orientador(a) / INPE / São José dos Campos - SP

() Participação por Vídeo - Conferência

Dr. Irajá Newton Bandeira



Membro da Banca / INPE / São José dos Campos - SP

() Participação por Vídeo - Conferência

Dra. Danieli Aparecida Pereira Reis



Convidado(a) / UNIFESP / São José dos Campos - SP

() Participação por Vídeo - Conferência

Este trabalho foi aprovado por:

() maioria simples

unanimidade

São José dos Campos, 19 de fevereiro de 2018.

“A conduta define o homem”.

Galahad em Kisgman: Serviço Secreto.

A minha mãe, Sâmia, a
Meu pai, Pedro,
a meu irmão, Pedro.

AGRADECIMENTOS

Aos meus orientadores, Dr. Chen Ying An e Dr. Rafael Cardoso Toledo, pela orientação, apoio, ensinamentos e incentivo. Sem os quais eu não seria capaz de realizar este trabalho.

Ao Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LABAS), do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), por ter proporcionado todo suporte e infraestrutura necessários para realização deste trabalho.

A Coordenadoria de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo auxílio financeiro.

Aos Dr. Irajá Newton Bandeira e Msc. Filipe Freitas, pela contribuição e apoio na construção da centrífuga utilizada nos experimentos desse trabalho.

Ao Sr. Fabrício de Medeiros, pela amizade, e pelo auxílio na utilização do microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Aos Drs. Eder Alves e Christian Dollinger e a Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço (AMR/IAE), pelos ensaios de dureza realizados para este trabalho.

Aos professores do LABAS/INPE, pelo conhecimento e incentivo compartilhados.

A todos os funcionários e estagiários que sempre foram solícitos nos momentos que precisei.

A todos os amigos do INPE.

A todos ficam os meus agradecimentos.

RESUMO

Este trabalho tem objetivo de estudar a influência da macrogravidade ($g > 1$) na solidificação de materiais, utilizando a centrífuga desenvolvida no Laboratório Associado de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LABAS/INPE). Para tal, utilizou-se a liga eutética Pb-Sn ($\text{Pb}_{38,1}\text{Sn}_{62,9}$ % p.) que foi analisada pelas técnicas de densimetria, microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX) e dureza Vickers. Os resultados obtidos indicam que a macrogravidade afeta a redistribuição do soluto, e conseqüentemente na micrografia e nas propriedades mecânicas da amostra. Por fim, foi realizado um estudo comparativo mais amplo sobre a influência da gravidade na solidificação, onde se utilizou os resultados dos estudos de solidificação em microgravidade e macrogravidade ($1 > g > 4$) anteriores do laboratório com a liga eutética Pb-Sn, os quais corroboram as conclusões deste trabalho.

Palavras-chave: Solidificação. Ligas eutéticas. Gravidade. Macrogravidade.

STUDY OF SOLIDIFICATION OF THE EUTETIC ALLOY Pb-Sn IN MACROGRAVITY

ABSTRACT

The objective of this work is to study the macrogravity ($g > 1$) influence on the solidification of materials, using the centrifuge developed in the Associated Laboratory of Sensors and Materials of the National Institute of Space Research (LABAS / INPE). For this, the Pb-Sn (Pb_{38.1}Sn_{62.9} %wt) eutectic alloy was analyzed by densimetry, scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and hardness Vickers. The results show that macrogravity affects the solute redistribution, and consequently, the micrograph and the mechanical properties of the samples. Finally, a broader comparative study about the influence of gravity on solidification was carried out, using the results of the previous solidification studies in microgravity and macrogravity ($1 > g > 4$) of the laboratory with the Pb-Sn eutectic alloy, the which corroborate the conclusions of this work.

Keywords: Eutectic alloys. Solidification. Macrogravity.

LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 2.1. Tipos comuns de curva de resfriamento. Adaptado de Garcia (2001) e Russell (1994).	5
Figura 2.2. Diagrama de equilíbrio de ligas binárias. (a) $k < 1$; (b) $k > 1$; T_{liq} temperatura <i>liquidus</i> , T_{sol} temperatura <i>solidus</i> e C_o composição nominal (Garcia, 2001).	6
Figura 2.3. Diagrama de fases de um sistema eutético binário (a) sem a formação de solução sólida; (b) com a formação de solução sólida limitada. Adaptado de Shackelford, 2008.	7
Figura 2.4. Classificação das microestruturas eutéticas em função da fração volumétrica e da entropia de fusão da segunda fase (Serantoni, 2009).	8
Figura 2.5. Diagrama de fases do sistema Pb-Sn e microestruturas formadas com determinadas composições (C_1 , C_2 , C_3 e C_4). Adaptado de Callister e Retwisch, 2016.	9
Figura 2.6. Representação esquemática da formação da estrutura eutética da liga de Pb-Sn. Adaptado de Callister e Retwisch, 2016.	10
Figura 2.7. Estrutura cristalina (a) α (Pb); (b) β (β Sn); e (c) β (α Sn). Adaptado de ASM Internacional, 2004.	11
Figura 3.1. Desenho e principais cotas da estrutura metálica	15
Figura 3.2. (a) simulação em elementos finitos; (b) estrutura metálica.	15
Figura 3.3. (a) Motor W22 plus (Tenório et al., 2015); (b) Inversor de frequência CFW-08 (WEG, 2015).	16
Figura 3.4. Desenho do contato elétrico rotativo.	17
Figura 3.5. (a) peças do contato elétrico rotativo; (b) montagem final instalada (Tenório et al., 2017).	17
Figura 3.6. Braço para (a) ensaio de solidificação; (b) simulação de rotações (Tenório, 2015).	18

Figura 3.7. (a) Forno para ensaios de solidificação (Tenório et al, 2017); (b) forno da Operação Maracati II (An et al., 2013).	19
Figura 3.8. Controlador (a) ensaios em altas acelerações; (b) operação Maracati II (Bandeira et al., 2013).	19
Figura 3.9. Equipamento para ensaio em altas acelerações (Tenório et al., 2017).	20
Figura 3.10. Fixação do forno no para ensaios com altas acelerações (Tenório et al., 2017).	21
Figura 3.11. Equipamento para simulação das rotações do VSB-30 (Tenório et al., 2017).	22
Figura 3.12. Diagrama de forças do sistema (Tenório et al., 2017 B)	23
Figura 3.13. Fator multiplicador em função do RPM (Tenório et al., 2017 B)...	25
Figura 3.14 Perfil estático de temperatura do forno (Tenório et al, 2016).	26
Figura 3.15. Perfil dinâmico de temperatura do forno (Tenório et al., 2016). ...	27
Figura 4.1. (a) Exemplo de elementos puros na ampola; (b) PbSn após selagem da ampola.	29
Figura 4.2. (a) Cargas de PbSn divididas em novas ampolas; (b) selamento; (c) ampolas fechadas.	30
Figura 4.3. Posicionamento das ampolas (a) dentro do forno; e (b) no perfil de temperatura do forno.	31
Figura 4.4. Carga (a) após o ensaio; (b) durante o corte (longitudinal); (c) cortada (transversal).	32
Figura 4.5. Preparação metalográfica das amostras (a) embutimento; (b) amostras embutidas; (c) polimento; (d) superfície polida.	33
Figura 4.6. Esquema de fixação do termopar na ampola para obtenção das curvas de resfriamento.	34
Figura 4.7. Curvas de resfriamento da liga de PbSn solidificada sob diferentes acelerações.	34
Figura 4.8. Ampola para determinação do tempo de solidificação e super-resfriamento.	35
Figura 4.9. Curvas de resfriamento obtidas com a ampola especial.	36

Figura 4.10. Comparativo das curvas de resfriamento obtidas experimentalmente com o termopar acoplado no lado interno e externo da ampola.....	36
Figura 4.11. Medição de massa com as cargas imersas em CCl ₄	38
Figura 5.1. Perfil de densidade para a liga Pb-Sn solidificada em acelerações de 1, 7, 9 e 10 g em função da fração solidificada	39
Figura 5.2. Tipos de microestrutura encontradas nas amostras obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura.	41
Figura 5.3. Imagens do MEV da amostra solidificada com 1 g e cortada transversalmente.....	42
Figura 5.4. Imagens do MEV da amostra solidificada com 7 g e cortada transversalmente.....	43
Figura 5.5. Imagens do MEV da amostra solidificada com 9 g e cortada transversalmente.....	44
Figura 5.6. Imagens do MEV da amostra solidificada com 10 g e cortada transversalmente.....	45
Figura 5.7. Imagens do MEV da amostra solidificada com 1 g e cortada longitudinalmente.	47
Figura 5.8. Imagens do MEV da amostra solidificada com 7 g e cortada longitudinalmente.	48
Figura 5.9. Imagens do MEV da amostra solidificada com 9 g e cortada longitudinalmente.	49
Figura 5.10. Imagens do MEV da amostra solidificada com 10 g e cortada longitudinalmente.	50
Figura 5.11. EDX em função da fração solidificada.....	51
Figura 5.12. Composição em relação à fração solidificada determinada pelo EDX.....	52
Figura 5.13. Seções da amostra de Pb-Sn ensaiadas em dureza.	53
Figura 5.14. Perfil de voo do foguete de soldagem VSB-30 na operação Maracati II (Correa et al, 2005; Toledo, 2013).....	54
Figura 5.16. Comparativo do perfil de densidade da liga solidificada em 1g....	56

Figura 5.17. Comparativo do perfil de densidade da liga Pb-Sn solidificada em diferentes acelerações.	57
Figura 5.18. MEV das amostras solidificadas entre μ e 10 g.	58

LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
Tabela 2.1 Estrutura cristalina das fases da liga de Pb-Sn	10
Tabela 2.2. Propriedade de ligas do sistema Pb-Sn	12
Tabela 3.1. RPM para cada fator multiplicador.	25
Tabela 5.1. Composição média das cargas solidificadas em 1, 7, 9 e 10g.	40
Tabela 5.2. Resultado obtidas no ensaio de dureza Vickers.....	53
Tabela 5.3. Parâmetros utilizados por Freitas (2011) para obtenção de ligas solidificadas em acelerações maiores que 1 g.	54

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AEB	Agência Espacial Brasileira
DCTA	Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial
IAE	Instituto de Aeronáutica e Espaço
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
LABAS	Laboratório Associado de Sensores e Materiais
TECMAT	Física e Tecnologia dos Materiais
VSB-30	Veículo de Sondagem Booster -30

LISTA DE SÍMBOLOS

A	Massa molar/elemento químico
at	Atômico
B	Elemento químico
c	Concentração de soluto
CFC	Cúbica de face centrada
g	Gravidade
k	Coeficiente de distribuição
L	Líquido
M	Elemento químico
m	Massa
N	Elemento químico
n	Fator multiplicador da gravidade terrestre
P	Peso
p	Peso
r	Raio
T	Tração
t	Tempo
TCC	Tetragonal de corpo centrado
x	Eixo cartesiano/composição química
y	Eixo cartesiano
α	Fase/solução sólida
β	Fase/solução sólida
ρ	Densidade
ω	Velocidade angular

SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 SOLIDIFICAÇÃO DE METAIS E SUAS LIGAS	3
2.1. Curvas de resfriamento.....	4
2.2. Redistribuição de soluto	5
2.3. Ligas eutéticas binárias	6
2.4. Sistema Pb-Sn.....	9
3 CENTRIFUGA.....	13
3.1. Equipamento do LABAS/INPE	14
3.1.1. Projeto e manufatura do equipamento	14
3.1.1.1. Ensaio em altas acelerações.....	20
3.1.1.2. Simulação de rotação.....	21
3.2. Ensaio de solidificação.....	22
3.2.1. Determinação do fator multiplicador da gravidade	22
3.2.2. Perfil do forno	26
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	28
4.1. Preparação das amostras	28
4.2. Ensaio na centrífuga	30
4.3. Preparação metalográfica	31
4.4. Determinação do super-resfriamento e tempo de solidificação	33
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	39
5.1. Densimetria.....	39
5.2. Análise microestrutural	40
5.3. Microdureza	52
5.4. Comparação da solidificação em $\mu\text{g A } 10\text{g}$	53
6 CONCLUSÃO	59
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	60

1 INTRODUÇÃO

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 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 (HAMACHER et al., 1987; HURLE et al., 1987; FAVIER et al., 1987; AN et al., 1997; DHINDAW, 2001; TOLEDO, 2013).

Esses efeitos podem alterar a microestrutura do material, causando respostas diferentes para determinadas solicitações, se comparado com métodos convencionais de fundição e resfriamento (KURZ E FISHER, 1992; CHIRITA et al., 2008; LIMIN et al., 2016).

Existem diversas técnicas/experimentos que podem ser realizadas em superfície e que proporcionam variações na aceleração da gravidade durante a solidificação de metais, como por exemplo, na utilização de torres ou tubos de queda livre para testes em ambiente de microgravidade (μg). Nos experimentos em macrogravidade ($g > 1$) em geral, os equipamentos utilizados são centrífugas, uma vez que, quando se inclui no sistema a força centrípeta, combinando com a força peso, resulta em acelerações maiores do que a gravidade da Terra durante a solidificação do material (BARCZY et al., 1992; REGEL E WILCOX, 1997; NUSSENZVEIG, 2002; FREITAS ET AL., 2016).

Esse trabalho faz parte da linha de pesquisa “Influência da gravidade na solidificação de materiais” desenvolvida pelo grupo Tecnologia de Materiais (TECMAT), do Laboratório Associado de Materiais e Sensores (LABAS) que pertence ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), a qual recebe financiamento de agências de fomento e da Agência Espacial Brasileira (AEB), no caso de estudos de microgravidade que requerem voos suborbitais.

A utilização de centrífugas para o processamento de materiais utilizando a alta gravidade é realizado em poucos lugares (FRIEDRICH e MÜLLER, 1997). Por isso, foi desenvolvida uma centrífuga de pequeno porte por An et al. (1994), no LABAS/INPE, com o objetivo de estudar os efeitos de acelerações de até 10 g em ligas metálicas com ponto de fusão de até 1000 °C e com isso complementar os estudos de microgravidade realizados pelo grupo desde a década de 80. Com o tempo de utilização, mesmo após uma reforma/atualização realizada por Freitas (2011), o equipamento ficou obsoleto.

Em 2015 o grupo iniciou o desenvolvimento de um novo equipamento, mais robusto, e com o mesmo objetivo; utilizando como base o equipamento anterior para o novo projeto no qual ingressei como aluno de iniciação científica e pude participar de todas as etapas de desenvolvimento e manufatura (TENÓRIO et al., 2015; TENÓRIO et al., 2016 TENÓRIO et al., 2017).

A liga de chumbo-estanho (Pb-Sn) é utilizada principalmente como metal de adição em soldagem (SHACKELFORD, 2008), entretanto este material foi escolhido para esse estudo, principalmente, devido ao conhecimento obtido pelo laboratório, ao longo dos anos, dos efeitos de diferentes acelerações em sua solidificação e a vasta literatura sobre a liga que possibilita comparações.

Essa dissertação tem como objetivo principal estudar a influência de altas acelerações durante o processo de solidificação da liga de Pb-Sn eutética, para isso, será utilizada a centrífuga desenvolvida no LABAS/INPE e utilizou-se técnicas de caracterização para averiguar as microestruturas e aspectos das ligas. A comparação com os estudos em microgravidade por Toledo (2013) e macrogravidade ($1 < g < 4$) por Freitas (2011) será considerado um dos objetivos secundários desse trabalho.

2 SOLIDIFICAÇÃO DE METAIS E SUAS LIGAS

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 térmicos (GARCIA, 2001).

Para solidificar um material líquido é necessário remover energia cinética de seus átomos, essa remoção de energia pode, eventualmente, reduzir a temperatura média do sistema, que tem como efeito a solidificação do material. Entender esse processo é importante, por que, no estado sólido, os átomos estão organizados em uma ordem de longo alcance e essa organização tem relação direta com o processo de solidificação utilizado, além de ser quem determina as propriedades do material (OHNO, 1988; RUSSELL, 1994).

A transição de fase ocorre quando o sistema está no chamado ponto de fusão, temperatura em que o material pode existir nas fases sólida e líquida simultaneamente, ou ainda, quando atinge o calor de fusão, quantidade de energia necessária para fundir um mol do líquido (GARCIA, 2001; RUSSELL, 1994).

Em geral, a solidificação é dividida em duas etapas. O primeiro estágio é a nucleação, nela ocorre a junção de átomos por mecanismos difusivos e outros processos de movimentação, que acabam formando os primeiros núcleos da nova fase, também podem ocorrer mudanças estruturais em uma ou mais estruturas intermediárias instáveis. Com os núcleos formados inicia-se o segundo estágio, crescimento na interface sólido/líquido, nele o material é transferido por difusão da fase anterior, para o interior da nova fase e através do limite da fase atual para a nova, sendo limitado pela cinética dos átomos com a interface, capilaridade e difusão de massa e calor (BROPHY et al., 1964; GARCIA, 2001; KURZ E FISHER, 1998).

2.1. Curvas de resfriamento

Quando determinada massa de líquido resfria é possível traçar uma curva temperatura-tempo. Teoricamente, ao atingir a temperatura de fusão (T_f), todo o material inicia a mudança de fase, entretanto, é normal que a temperatura do sistema passe do equilíbrio entre fases sem que o material tenha de fato solidificado. Este fenômeno é chamado de super-resfriamento (ΔT_R) e pode ser determinado pela seguinte diferença: $\Delta T_R = T_f - T_R$, onde T_R é a temperatura de super-resfriamento (GARCIA, 2001; RUSSELL, 1994).

No início da nucleação os átomos no líquido preferem aderir a um pequeno cristal já formado, ao invés de formar novos cristais, quando ocorre super-resfriamento, núcleos de crescimentos são formados dentro do líquido até iniciar a fase crescimento, nesse momento é liberado muito calor, que como efeito, faz a temperatura do sistema subir até T_f , resultando em mais tempo para ser concluir a transição sólido/líquido (RUSSELL, 1994).

Segundo Favier et al. (1987), os fatores que determinam o grau do super-resfriamento de um determinado material, são:

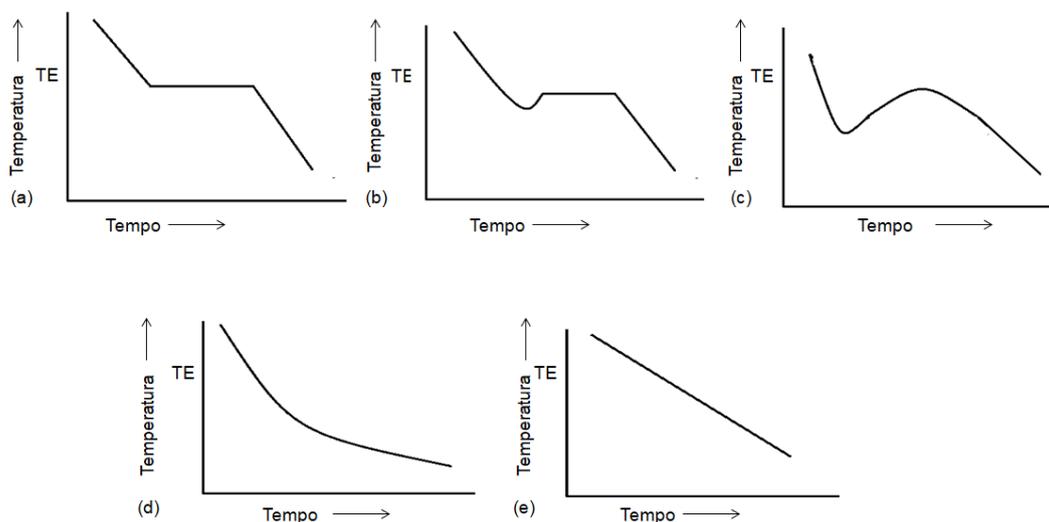
- viscosidade inicial do líquido e sua dependência com a temperatura;
- relação da temperatura e a diferença de energia livre entre o super-resfriamento líquido e a fase cristalina;
- massa específica;
- eficiência da nucleação heterogênea;
- taxas de resfriamento externas impostas ao sistema.

Sendo que, esses são fatores relacionados ao material e ao processo (TOLEDO, 2013).

Então, podem-se ter curvas de resfriamento que indiquem ocorrência de: ausência de super-resfriamento (Figura 2.1.a); super-resfriamento nítido (Figura 2.1.b); calor latente liberado insuficiente para retornar a T_f (Figura

2.1.c); sólido amorfo (Figura 2.1.d); super-resfriamento intenso (Figura 2.1.e) (GARCIA, 2001; RUSSELL, 1994).

Figura 2.1. Tipos comuns de curva de resfriamento.



Fonte: Adaptado de Garcia (2001); Russell (1994).

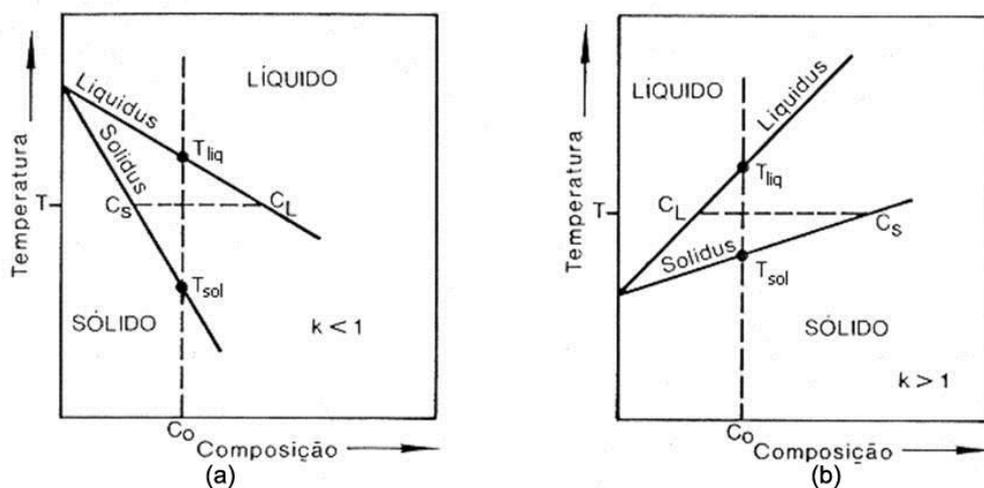
2.2. Redistribuição de soluto

À medida que o líquido solidifica sua composição é alterada, devido à diferença de solubilidade no sólido. Na maioria das situações de solidificação a interface sólido/líquido é considerada no estado de equilíbrio, ou seja, a velocidade de deslocamento para fora da interface é essencialmente controlada pela taxa de transporte de calor latente, ou ainda, é quando todo soluto rejeitado é misturado uniformemente ao líquido, fazendo com que movimento do soluto no sólido seja capaz de manter sua composição uniforme. Essa variação na composição da liga solidificada é chamada de segregação (KURZ E FISHER, 1998; GARCIA, 2001).

Em um sistema binário em condição de equilíbrio pode ser determinado o coeficiente de distribuição (k), que é calculado a partir da concentração de soluto no sólido (C_S) sobre a do líquido (C_L), ou seja, $k = C_S/C_L$. Se $k < 1$ indica que a solubilidade do soluto no sólido é menor do que no líquido (Figura 2.2.a),

no caso contrário (Figura 2.2.b), $k > 1$. Considerar k uma constante facilita nas abordagens teóricas sem afetar significativamente as conclusões (GARCIA, 2001).

Figura 2.2. Diagrama de equilíbrio de ligas binárias. (a) $k < 1$; (b) $k > 1$; T_{liq} temperatura liquidus, T_{sol} temperatura solidus e C_o composição nominal.



Fonte: Garcia (2001).

Entretanto quando a solidificação ocorre em ambiente de gravidade diferente da terrestre o equilíbrio é perdido, ou dito fora de equilíbrio, ao menos experimentalmente, conforme demonstrado nos trabalhos de: Simpson et al. (2001), onde o soluto, em uma determinada composição da liga de BiSn submetida a solidificação em microgravidade, fica segregado em maior quantidade na interface sólido/líquido; Li et al. (2017), onde a ligas de CoCrFeNiCu e CoCrFeNiY, solidificadas unidirecionalmente e direcional em Bridgman, contém composições diferentes do soluto ao longo da amostra; e Freitas et al. (2016), onde a alta gravidade influenciou na distribuição de soluto ao longo de uma amostra de PbSn.

2.3. Ligas eutéticas binárias

É dito sistema eutético binário, quando uma liga líquida formada por dois componentes ao se solidificar forma um sólido com duas fases, α e β , e

apresenta a seguinte reação (GARCIA, 2001; CALLISTER E RETHWISCH, 2016):

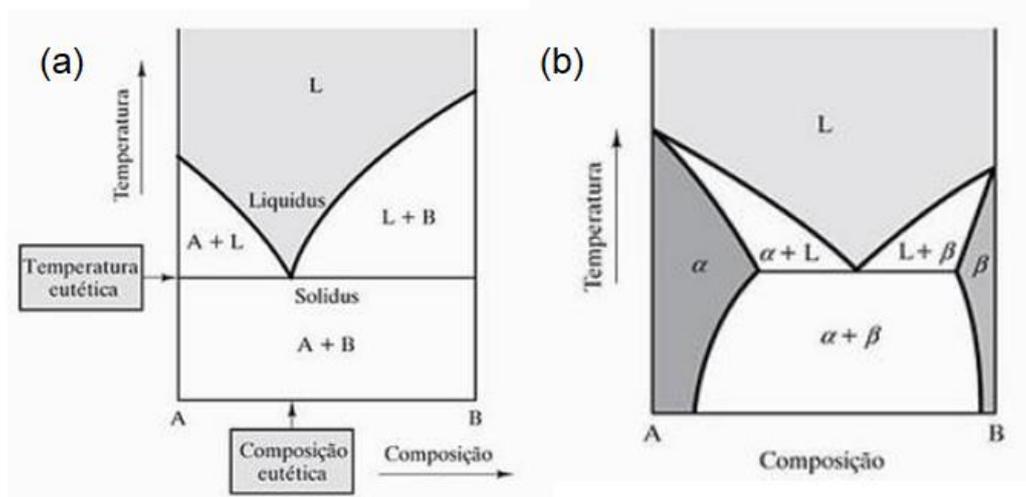
$$L(C_E) \rightleftharpoons \alpha(C_{\alpha E}) + \beta(C_{\beta E}) \quad (2.1)$$

Onde C_E é o ponto eutético.

As duas principais características desse sistema são: solubilidade completa no estado líquido e parcial no sólido; e o coeficiente de distribuição de soluto (k) é maior na unidade do que nos dois pares de linhas *liquidus* e *solidus* (GARCIA, 2001).

Os diagramas de fase eutético podem apresentar diferença dependendo da solubilidade entre os componentes, apresentando solução sólida limitada ou sem solução sólida (Figura 2.3), onde solução sólida limitada é quando os dois componentes são parcialmente solúveis entre si, já quando a solubilidade é insignificante, o sistema não apresenta, ou, chamado de sem solução sólida (KURZ E FISHER, 1998; SHACKELFORD, 2008).

Figura 2.3. Diagrama de fases de um sistema eutético binário (a) sem a formação de solução sólida; (b) com a formação de solução sólida limitada.

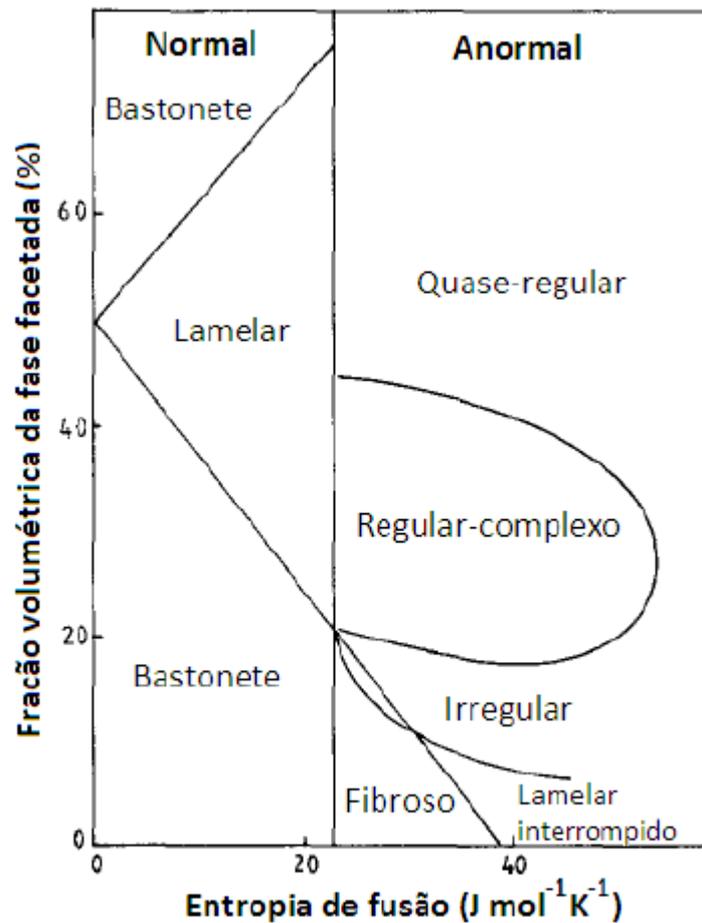


Fonte: Adaptado de Shackelford (2008).

Sistemas que apresentam solução sólida são mais comuns. As duas fases, α e β , são diferentes e geralmente possuem estruturas cristalinas distintas, em geral, a estrutura de α será a de A e de β a de B (GARCIA, 2001; SHACKELFORD, 2008).

A presença de mais de uma fase nos materiais eutéticos causam diversos tipos de microestruturas, tal fato é resultado de diversos fenômenos físicos e químicos. As estruturas mais comuns estão apresentadas na Figura 2.4. (KURZ E FISHER, 1998; RIOS et al., 1997; GARCIA, 2001).

Figura 2.4. Classificação das microestruturas eutéticas em função da fração volumétrica e da entropia de fusão da segunda fase.

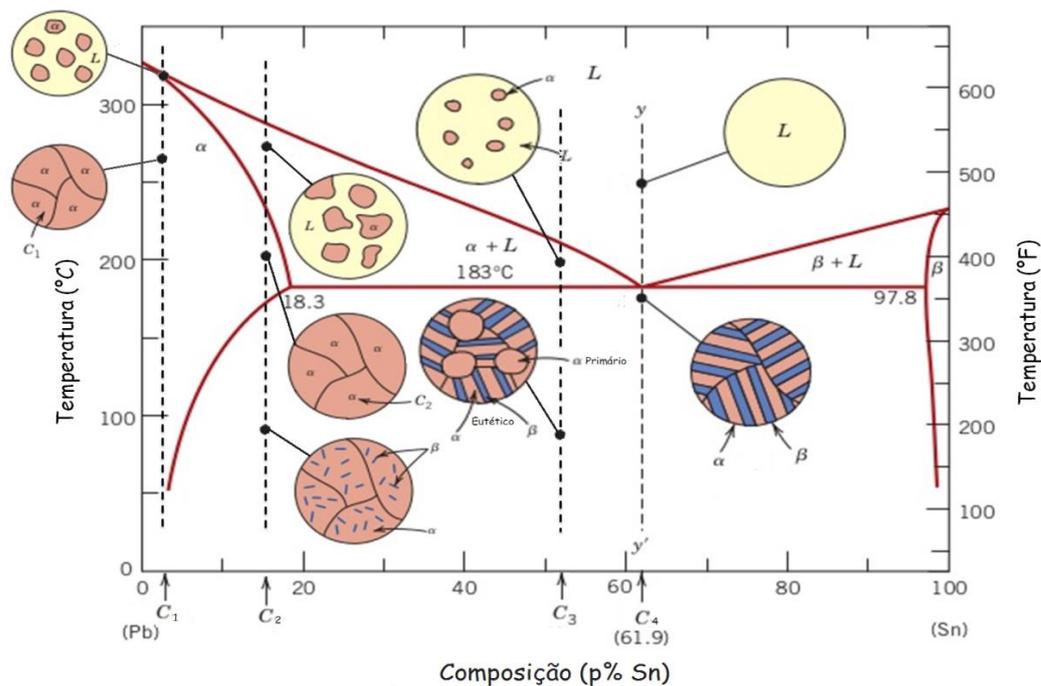


Fonte: Serantoni (2009).

2.4. Sistema Pb-Sn

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 fases (Figura 2.5) apresenta o ponto invariante eutético em 61,9 %p. Sn (74,1 %at. Sn) com a temperatura de 183 °C (Figura 2.5) (KARAKAYA et al., 1988; ASM INTERNACIONAL, 1992; CALLISTER E RETWISCH, 2016;).

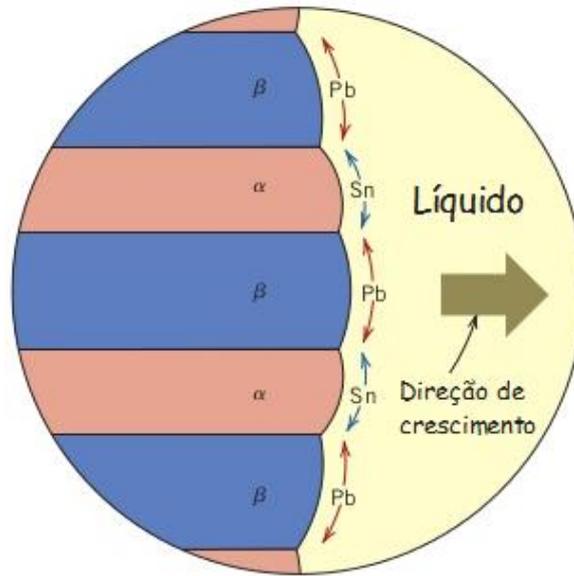
Figura 2.5. Diagrama de fases do sistema Pb-Sn e microestruturas formadas com determinadas composições (C_1 , C_2 , C_3 e C_4).



Fonte: Adaptado de Callister e 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 lamelas (Figura 2.6) (CALLISTER E RETWISCH, 2016).

Figura 2.6. Representação esquemática da formação da estrutura eutética da liga de Pb-Sn.



Fonte: Adaptado de Callister e Retwisch (2016).

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. A Tabela 2.1 e a Figura 2.7 apresentam a estrutura cristalina para a liga de Pb-Sn (KARAKAYA et al., 1988; ASM INTERNACIONAL, 2004; SHACKELFORD, 2008).

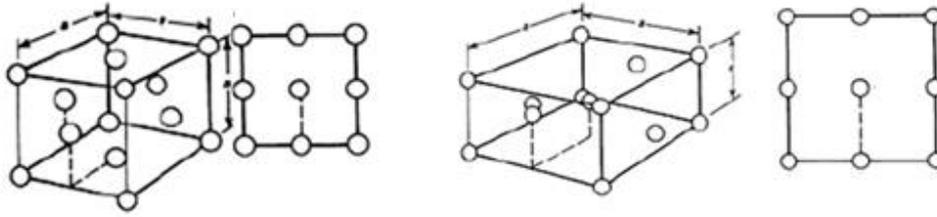
Tabela 2.1 Estrutura cristalina das fases da liga de Pb-Sn.

Fase	Composição (p% Sn)	Símbolo de Pearson	Grupo espacial	Estrutura cristalina
α (Pb)	0 - 18	cF4	Fd $\bar{3}$ m	CFC
β (β Sn)	97,8 - 100	tI4	I4 ₁ /amd	TCC
β (α Sn)	100	cF8	Fd $\bar{3}$ m	CFC

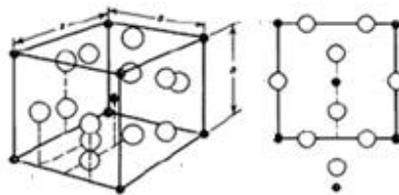
Fonte: Adaptado de ASM Internacional (2004).

Figura 2.7. Estrutura cristalina (a) α (Pb); (b) β (β Sn); e (c) β (α Sn).

(a) Cúbica de face centrada (CFC) (b) Tetragonal de corpo centrado (TCC)



(c) Cúbica de face centrada (CFC)



Fonte: Adaptado de ASM Internacional (2004).

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 (SHACKELFORD, 2008). Na Tabela 2.2 é apresentado as características da liga Pb-Sn eutética.

Tabela 2.2. Propriedade de ligas do sistema Pb-Sn.

Propriedade		Estado de Agregação	Pb _{38,1} Sn _{61,9} %p.
Ponto de fusão S/L	°C		183
Condutividade térmica	W/mK	sólido	54,7
		líquido	21,7
Calor específico	J/kgK	sólido	186,2
		líquido	212,9
Massa específica	g/cm ³	sólido	8,42
Difusividade térmica	m ² /s.10 ⁻⁵	sólido	3,35
		líquido	1,79
Calor latente de fusão	J/kg		47560
Condutividade elétrica	μΩcm		14,956

Fonte: Quaresma (1999), Harper (2003), Dias (2009), Toledo (2013), Callister (2016).

3 CENTRIFUGA

O processamento de materiais em centrífugas é um campo antigo. Têm sido utilizadas com diversas finalidades desde a separação de partículas coloidais de líquidos até no enriquecimento de urânio (REGEL E WILCOX, 1997; KARP, 2005).

Na área de solidificação, experimentos em materiais diversos utilizando centrífugas, vêm sendo realizados com o objetivo de identificar a influência da alta aceleração nesse processo de transição de estado (REGEL E WILCOX, 1994).

Regel et al. (1997) desenvolveram um sistema de crescimento de filmes de diamante em uma centrífuga, utilizando uma câmara selada com gás hidrogênio onde uma barra de grafite é aquecida por corrente elétrica. As partículas de diamante crescem em um substrato de silício e os resultados mostraram que a centrifugação teve influências significativas no padrão de deposição e no crescimento dos grãos.

Chirita et al. (2008) trabalharam com a liga Al-Si a solidificando usando o método de centrifugação vertical. Tinham como objetivo comparar os efeitos da solidificação em alta gravidade nas propriedades mecânicas do material, principalmente por que essa liga não é tratável termicamente. Os resultados obtidos indicaram aumento na tensão e resistência à ruptura, aumento no módulo de Young e melhora na resistência a fadiga na liga solidificada em alta aceleração, se comparado com o processo de solidificação normal.

Limin et al. (2016) utilizaram a liga de Ti-6Al-4V em ensaios de solidificação com acelerações (de 0 a 23,5 g) e vazão do metal líquido no molde (metálico ou grafite) variáveis. Os resultados obtidos mostraram que o tamanho do grão e a espessura da lamela diminuem com a diminuição da vazão ou com o aumento da força centrípeta, esses efeitos causam um aumento considerável na resistência à tração, entretanto, os ensaios de alongamento mostram uma tendência inversa.

Freitas et al. (2016) analisaram a liga de Pb-Sn eutética com acelerações de 3,5 g. Os resultados mostraram perfis de densidade e distribuição de soluto mais estáveis e a presença de dendritas na amostra, que não foram observadas na amostra de 1 g.

3.1. Equipamento do LABAS/INPE

Com o objetivo de realizar experimentos de solidificação de materiais em altas acelerações foi desenvolvido uma centrífuga no LABAS/INPE (TENÓRIO et al., 2015; TENÓRIO et al., 2016; TENÓRIO et al., 2017), o equipamento teve base no conceito desenvolvido por An et al. (1997) e nas necessidades atuais do laboratório. Alguns requisitos e limitações foram impostos na fase do projeto informacional, são esses: (i) restrições geométricas e de segurança; (ii) demanda de estudos e pesquisa; (iii) a disponibilidade e/ou facilidade de adquirir os materiais; (iv) e os métodos de fabricação; e por fim (v) baixo custo.

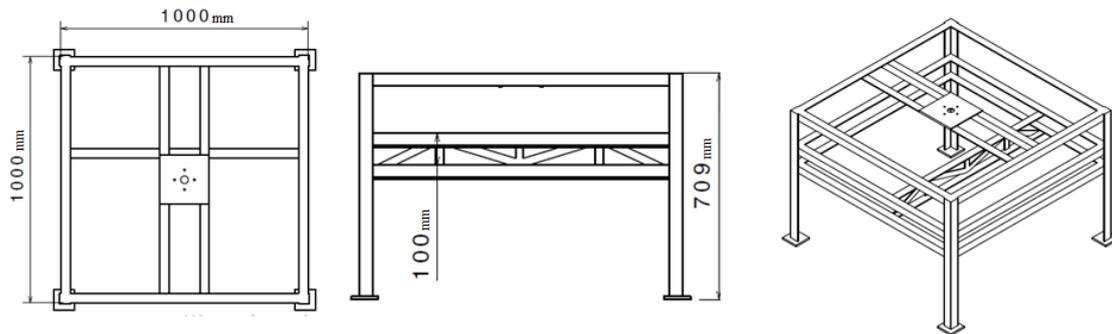
Utilizando a base do equipamento também foi desenvolvida uma segunda configuração capaz de simular as condições de lançamento do VSB-30. Entretanto, nesse trabalho essa configuração não será utilizada.

3.1.1. Projeto e manufatura do equipamento

A centrífuga é composta por uma base comum do equipamento: estrutura metálica; sistema rotativo (motor e controlador de velocidade); e contato elétrico rotativo; braços específicos para cada experimento e equipamentos do experimento (forno e controlador).

A estrutura metálica é a base do sistema rotativo (Figura 3.1), então, é importante garantir a sua segurança e eficiência estrutural, a fim de melhorar o funcionamento e a durabilidade do equipamento (FERRO et al., 2014).

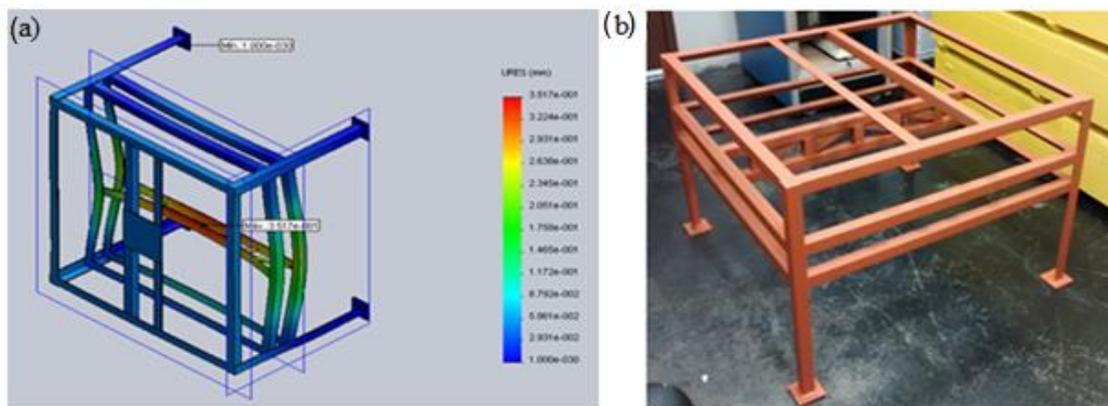
Figura 3.1. Desenho e principais cotas da estrutura metálica



Fonte: Produção do autor.

Antes da construção o protótipo da estrutura metálica foi simulado na ferramenta de elementos finitos do software SolidWorks, no local de maior solicitação os resultados apresentaram deformação na ordem de 10^{-2} , com 1,5 de fator de segurança (Figura 3.2) (FERRO et al., 2014). O material escolhido foi o aço ASTM A36 e sua manufatura consistiu no processo de soldagem de barras.

Figura 3.2. (a) simulação em elementos finitos; (b) estrutura metálica.

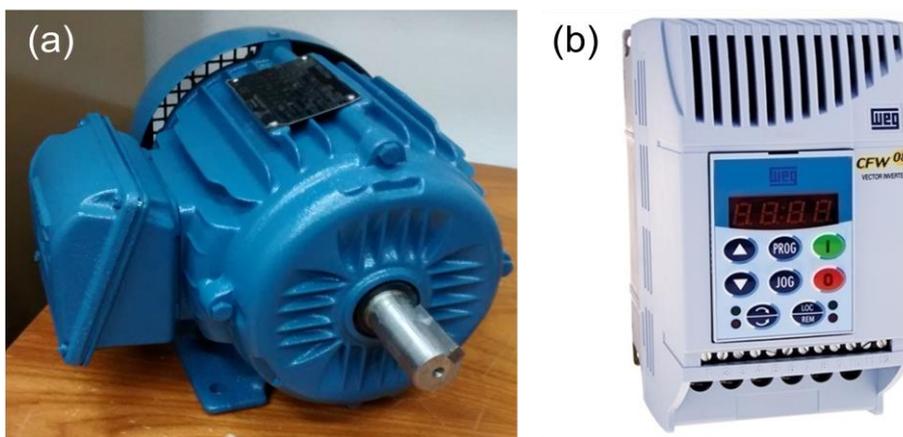


Fonte: Produção do autor.

O motor tem função de fornecer a rotação necessária para que a aceleração resultante seja significativamente maior que a aceleração da gravidade (g). O modelo de motor escolhido foi o W22 plus da WEG® (Figura 3.3.a), devido a melhor precisão no controle de velocidade, número de polos e por gerar baixos

níveis de ruído e vibração (WEG, 2016). O motor é acionado por um inversor de frequência (Figura 3.3.b) da mesma fabricante, modelo CFW-08, esse equipamento possibilita maior durabilidade ao motor, além de facilitar a utilização para qualquer operador (WEG, 2009).

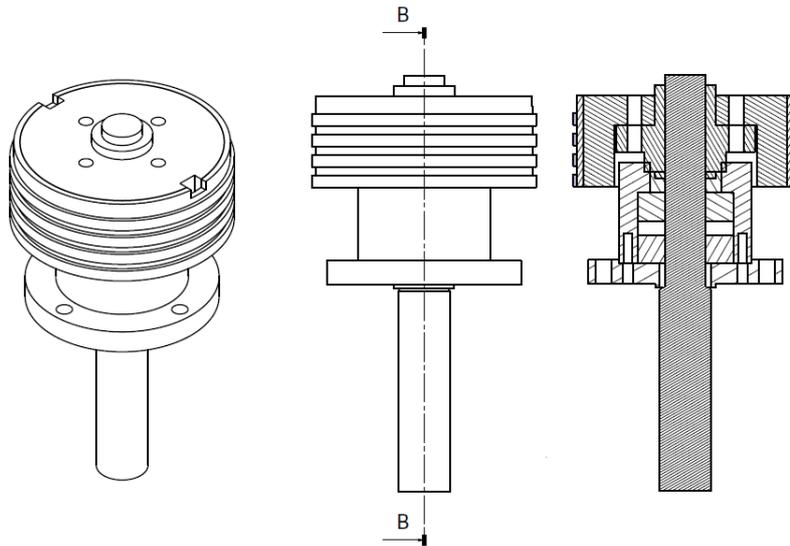
Figura 3.3. (a) Motor W22 plus (Tenório et al., 2015); (b) Inversor de frequência CFW-08



Fonte: WEG (2015).

O contato elétrico rotativo tem objetivo de transmitir a rotação, com mínima perda, do motor para o braço, além disso, ele pode auxiliar na aquisição de dados (Figura 3.4). Sua montagem consiste basicamente em três rolamentos, sendo um de apoio, e um eixo, o contato elétrico são de anéis de material condutor e ficam na parte externa, separados da montagem por um material isolante (AN et al., 1997; TENÓRIO et al., 2015).

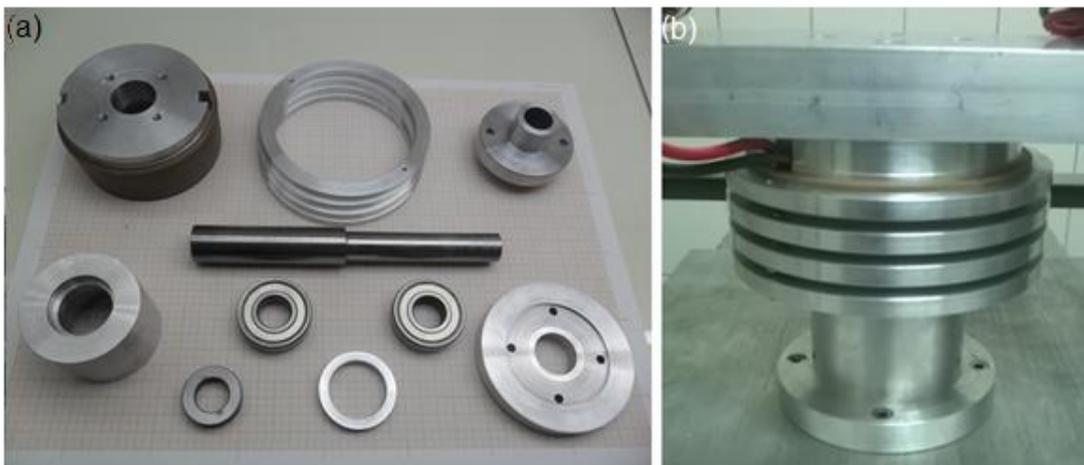
Figura 3.4. Desenho do contato elétrico rotativo.



Fonte: Produção do autor.

O principal esforço no contato elétrico rotativo (Figura 3.5) será, principalmente, carga compressiva, devido a isso, os materiais escolhidos para as peças são dúcteis, alumínio AA 6351-T6 e PVC (policloreto de vinila), sendo o segundo utilizado somente para isolamento elétrico dos anéis de contato, sem desempenhar qualquer função estrutural. Os processos de fabricação envolvidos foram usinagem e fresamento.

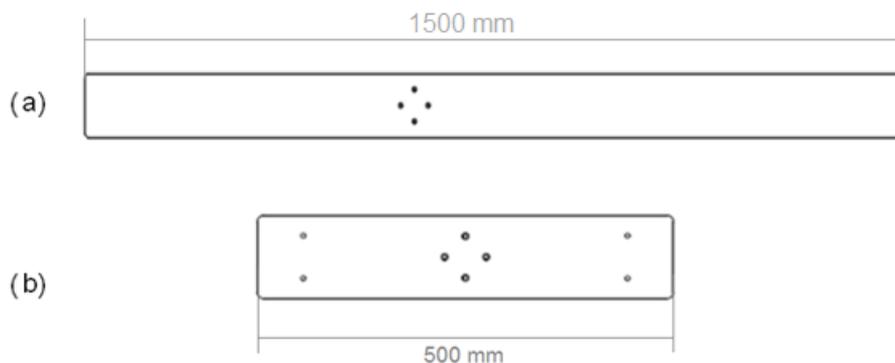
Figura 3.5. (a) peças do contato elétrico rotativo; (b) montagem final instalada.



Fonte: Tenório et al. (2017).

Cada ensaio utiliza um braço específico (Figura 3.6), pois essa peça é o suporte para o forno e outros sistemas de aquisição de dados, outra função importante é a de deslocar o forno em relação ao eixo do motor (TENÓRIO et al., 2017). Fabricados em alumínio AA 6351-T6.

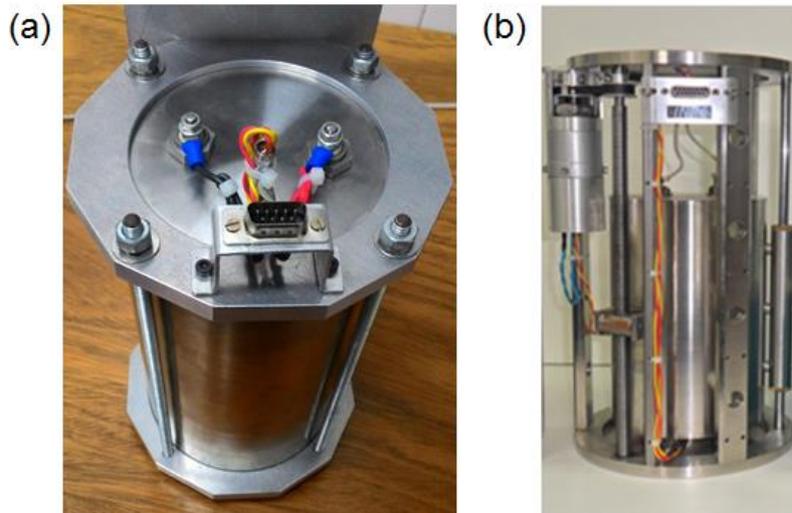
Figura 3.6. Braço para (a) ensaio de solidificação; (b) simulação de rotações.



Fonte: Tenório (2015).

Assim como os braços, também é utilizado um forno específico para cada tipo de ensaio (Figura 3.7). Na simulação das rotações do VSB-30 é usado o mesmo da Operação Maracati II (AEB, 2015; BANDEIRA et al. 2013). Já nos ensaios em altas acelerações um forno semelhante ao anterior foi fabricado. Ambos consistem de um cilindro, que gera calor através da tensão que passa em uma resistência fixada em uma de suas extremidades. O compartimento de carga é tubular, projetado para o encaixe de ampolas de quartzo contendo o material a ser fundido, sendo completamente isolado termicamente, a fim de maximizar sua eficiência térmica (BANDEIRA et al, 2013; AN et al., 2013).

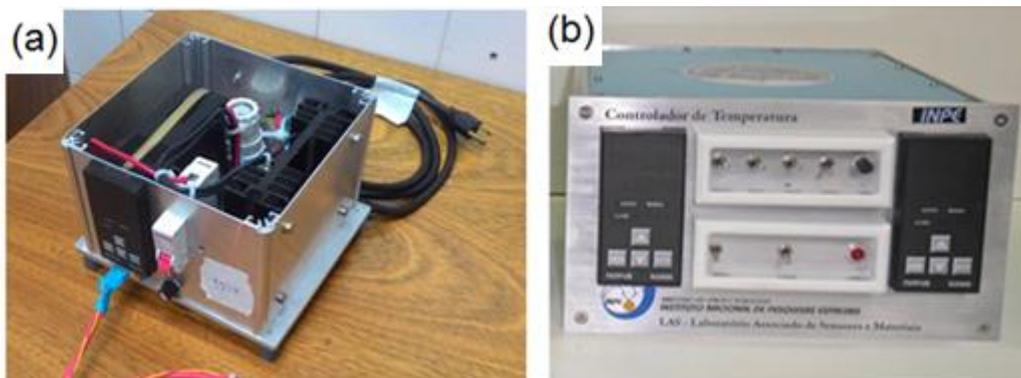
Figura 3.7. (a) Forno para ensaios de solidificação; (b) forno da Operação Maracati II.



Fonte: Tenório et al (2017), An et al. (2013).

Cada forno utiliza um controlador específico (Figura 3.8). Sua função é acionamento e controle da temperatura. Nas simulações de rotação do VSB-30, será utilizado o mesmo dos experimentos anteriores. Para os ensaios em altas acelerações foi desenvolvido um protótipo, que possui dois circuitos diferentes: um para controle (com corrente e potência menor) e outro para fornecer a energia necessária para o aquecimento do forno (com corrente e potência maior).

Figura 3.8. Controlador (a) ensaios em altas acelerações; (b) operação Maracati II.



Fonte: Produção do autor, Bandeira et al. (2013).

3.1.1.1. Ensaios em altas acelerações

Nos ensaios em altas acelerações a montagem (Figura 3.9) consiste em fixar o forno ao braço, por meio de uma dobradiça (Figura 3.10), que possui rolamentos e suporta 45 kg, tal maneira de fixação garante que o durante o experimento o material ficará, o mais próximo possível, alinhando com o vetor da força resultante, a fim de facilitar os cálculos para determinação do g na amostra. Além disso, devido ao posicionamento do forno, deslocado do eixo do motor, foi desenvolvido contrapesos, que instalados na outra extremidade do braço evitam desbalanceamento do motor e, conseqüentemente, vibrações no equipamento (HIBBELER, 2009).

Figura 3.9. Equipamento para ensaio em altas acelerações.



Fonte: Tenório et al. (2017).

Figura 3.10. Fixação do forno no para ensaios com altas acelerações



Fonte: Tenório et al.(2017).

3.1.1.2. Simulação de rotação

Nas simulações de rotação do VSB-30 as configurações do ensaio serão iguais as da Operação Maracati II, já no equipamento o forno ficará disposto sobre o disco utilizado no voo, deslocado poucos centímetros do centro de rotação (Figura 3.11) (AN et al., 2013; BANDEIRA et al., 2013).

Figura 3.11. Equipamento para simulação das rotações do VSB-30.



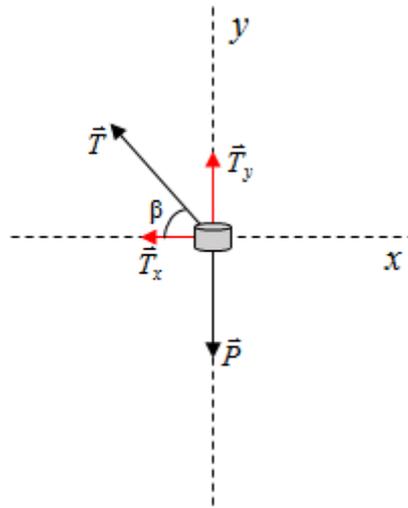
Fonte: Tenório et al.(2017).

3.2. Ensaio de solidificação

3.2.1. 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 (NUSSENZVEIG, 2002; TENÓRIO et al., 2017 B). O balanço das forças atuando no forno (Figura 3.12) fornece:

Figura 3.12. 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.

Termos que podem ser expressos pelas seguintes expressões:

$$P = -m_{forno} \cdot g \quad (2.1.)$$

$$T = \sqrt{T_y^2 + T_x^2} \quad (2.2.)$$

$$T_x = T \cdot \cos \beta \quad (2.3.)$$

$$T_y = T \cdot \sin \beta \quad (2.4.)$$

onde: m_{forno} é a massa do forno; e g é a aceleração da gravidade.

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. Então, no eixo y tem-se:

$$\sum \vec{F}_y = 0 \quad (3.5.)$$

$$F_y = T_y - P = 0 \quad (3.6.)$$

portanto, T_y é igual a P , então:

$$T_y = m_{forno} \cdot g \quad (3.7.)$$

T_x será a própria força centrípeta F_c , representada pela equação:

$$F_c = m_{forno} \cdot \omega^2 \cdot r \quad (3.8.)$$

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

$$T_x = m_{forno} \cdot \omega^2 \cdot r \quad (3.9.)$$

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

$$a_c = \omega^2 \cdot r \quad (3.10.)$$

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

$$n = \frac{a_c}{g} \quad (3.11.)$$

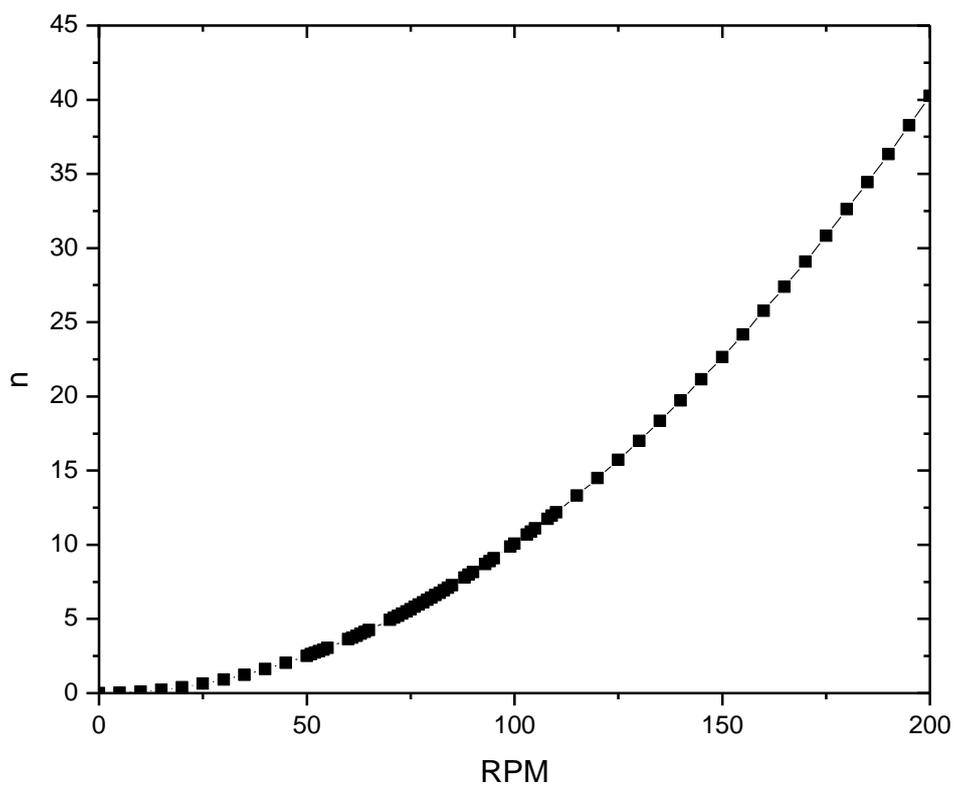
Utilizando a Equação 3.11 é possível determinar o RPM necessário para gerar determinado n (Tabela 3.1 e Figura 3.13). Assim a aceleração envolvida no processo de solidificação dos materiais será sempre conhecida.

Tabela 3.1. RPM para cada fator multiplicador

n	RPM
1	0
2	45
3	55
4	64
5	71
6	78
7	84
8	90
9	95
10	100

Fonte: Tenório et al.(2017b).

Figura 3.13. Fator multiplicador em função do RPM.



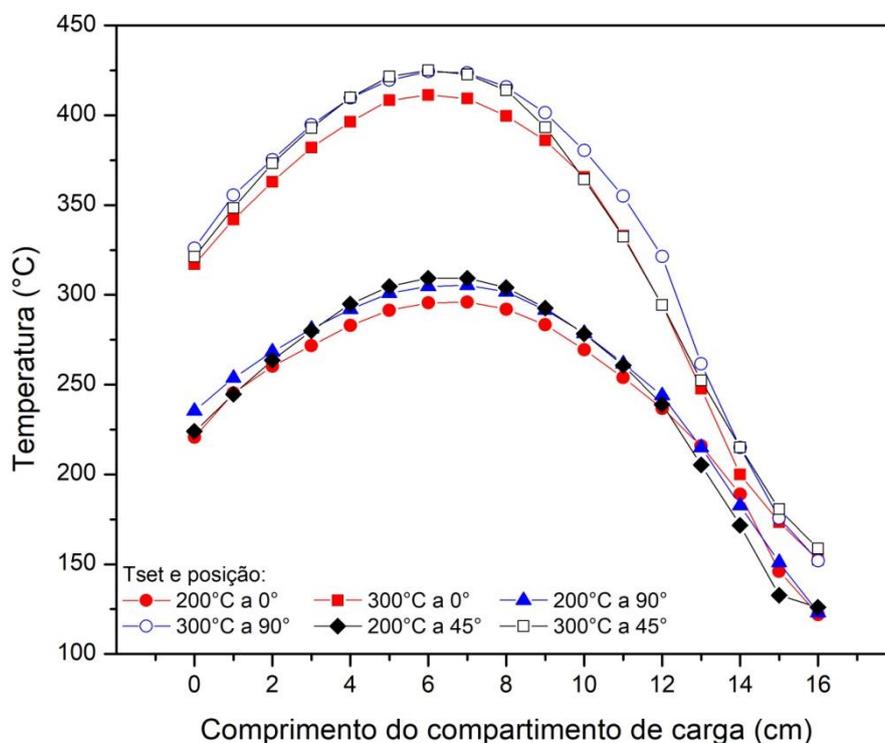
Fonte: Tenório et al. (2017b).

3.2.2. Perfil do forno

Conhecer a convecção do calor dentro do forno é um fator importante para o ensaio. Esse dado pode otimizar várias etapas durante os experimentos, como por exemplo, o tempo de aquecimento da liga, uma vez que, posicionando a amostra na posição mais quente do compartimento de carga, se garantirá uma fundição mais rápida (TENÓRIO et al., 2017).

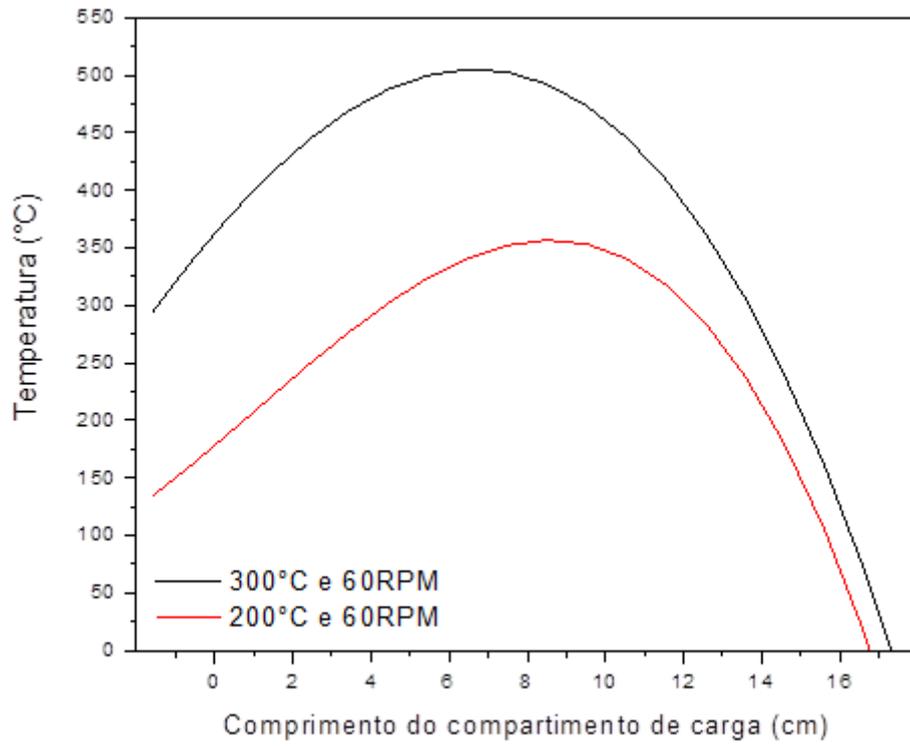
Então, foi determinado experimentalmente o perfil de temperatura do forno, estático (Figura 3.14) e dinâmico (Figura 3.15), com rotação de 60 RPM, outros parâmetros são: braço como referência para a angulação e temperaturas de controle (T_{set}) de 200°C e 300°C (TENÓRIO et al., 2017).

Figura 3.14 Perfil estático de temperatura do forno.



Fonte: Tenório et al. (2016).

Figura 3.15. Perfil dinâmico de temperatura do forno.



Fonte: Tenório et al. (2016).

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.

Para obtenção da liga desejada, a proporção de cada elemento foi calculada com base no diagrama de fases do sistema PbSn (Figura 2.5). Assim, para obter a liga $Pb_{38,1}Sn_{61,9}$ %p. eutética é necessário respeitar a seguinte relação: $m_{Sn} = 0,615509 \cdot m_{Pb}$. Onde, m_{Sn} é a massa de estanho e m_{Pb} é a massa de chumbo.

As massas foram pesadas com utilização de uma balança analítica, posicionada dentro de uma caixa limpa feita de acrílico com fluxo de nitrogênio. A massa total para cada amostra foi de aproximadamente 70 gramas.

Nas ampolas de quartzo, tubos de 17 mm (diâmetro externo) por 13 mm (diâmetro interno) fechados em uma das pontas, foram realizadas limpezas químicas para a remoção de óxidos, gorduras e qualquer outra impureza que pudessem contaminar a liga. 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^{-5} Torr.

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 4.1). 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 4.2).

Figura 4.1. (a) Exemplo de elementos puros na ampola; (b) PbSn após selagem da ampola.



Fonte: Produção do autor.

Figura 4.2. (a) Cargas de PbSn divididas em novas ampolas; (b) selamento; (c) ampolas fechadas.



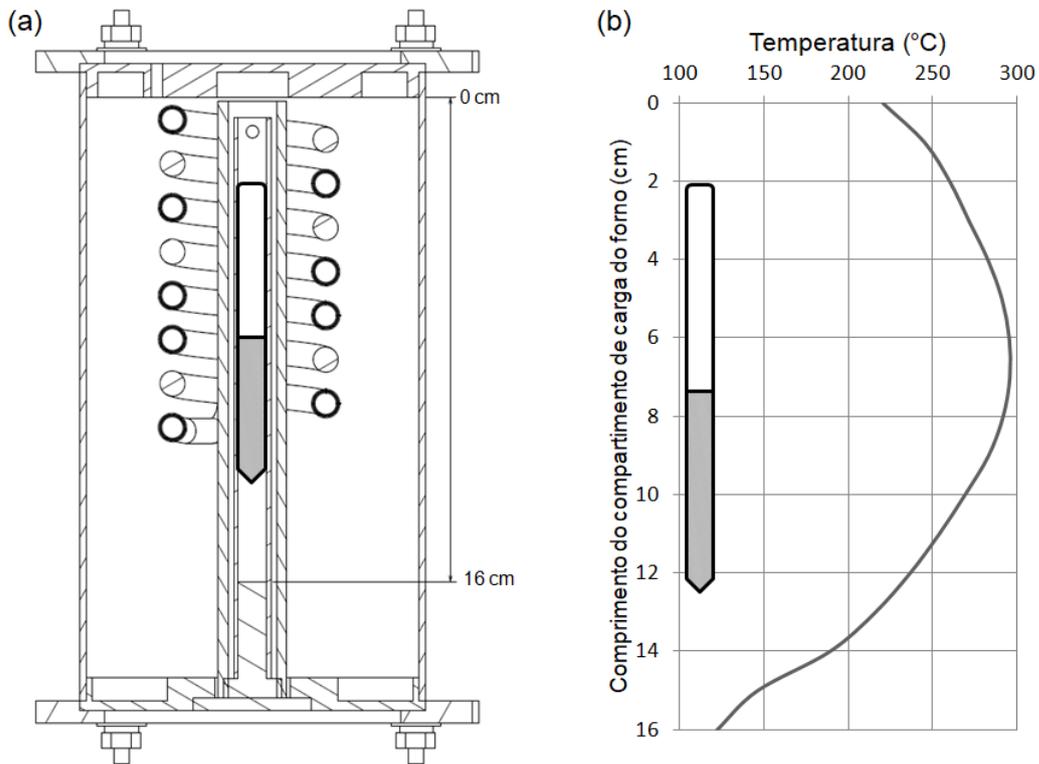
Fonte: Produção do autor.

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 4.3).

Figura 4.3. Posicionamento das ampolas (a) dentro do forno; e (b) no perfil de temperatura do forno.

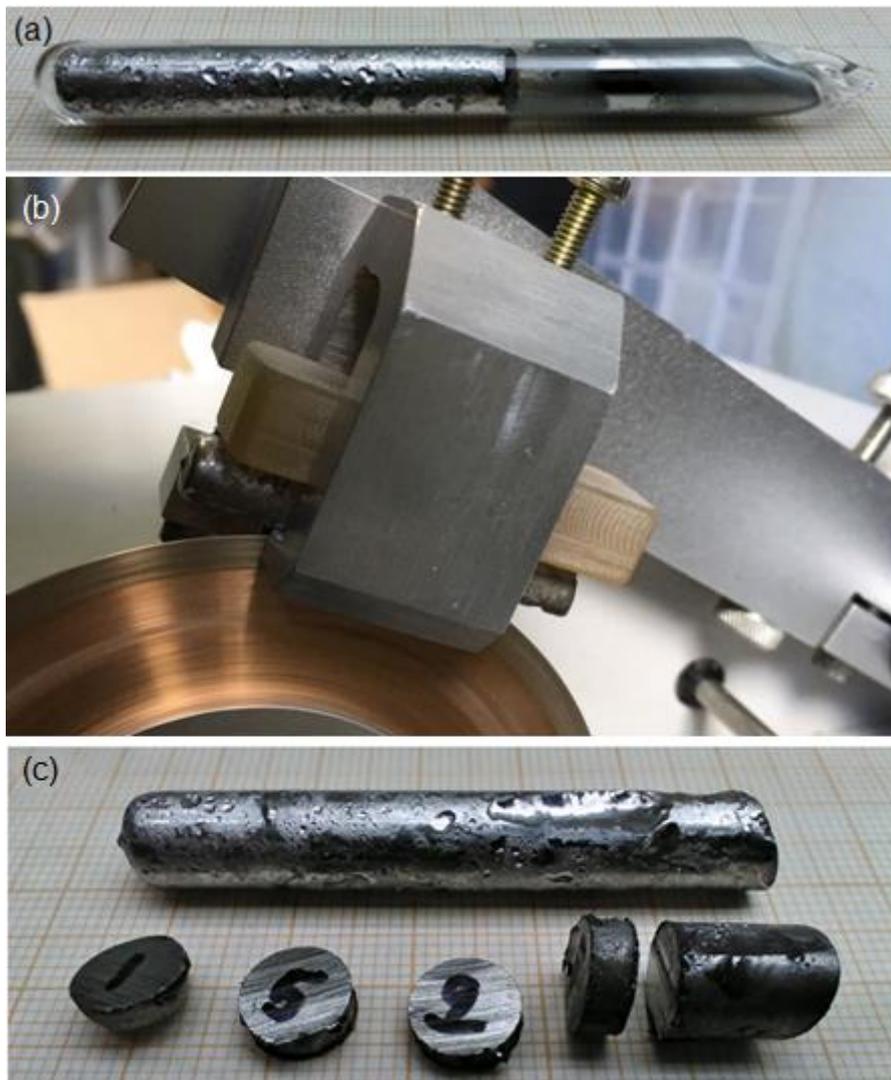


Fonte: Produção do autor.

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 4.4).

Figura 4.4. Carga (a) após o ensaio; (b) durante o corte (longitudinal); (c) cortada (transversal).

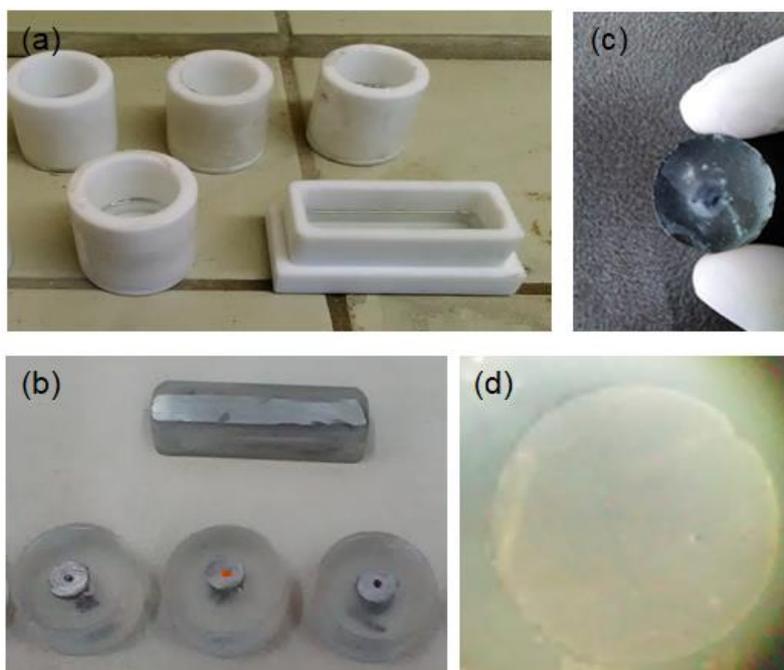


Fonte: Produção do autor.

Para realizar as microscopias e demais caracterizações foi necessário preparar a superfície do material. Iniciando com o embutimento, realizado a frio (Figura 4.5.a), 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 4.5.b). 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 μm e 0,6 μm sobre o feltro (Figura 4.5.c). Entre cada etapa as amostras foram cuidadosamente lavadas com água deionizada corrente e postas no ultrassom, imersas em álcool isopropílico (Figura 4.5.d).

Figura 4.5. Preparação metalográfica das amostras (a) embutimento; (b) amostras embutidas; (c) polimento; (d) superfície polida.

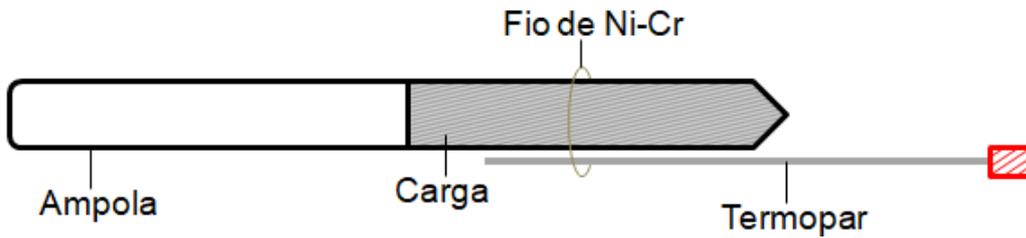


Fonte: Produção do autor.

4.4. Determinação do super-resfriamento e tempo de solidificação

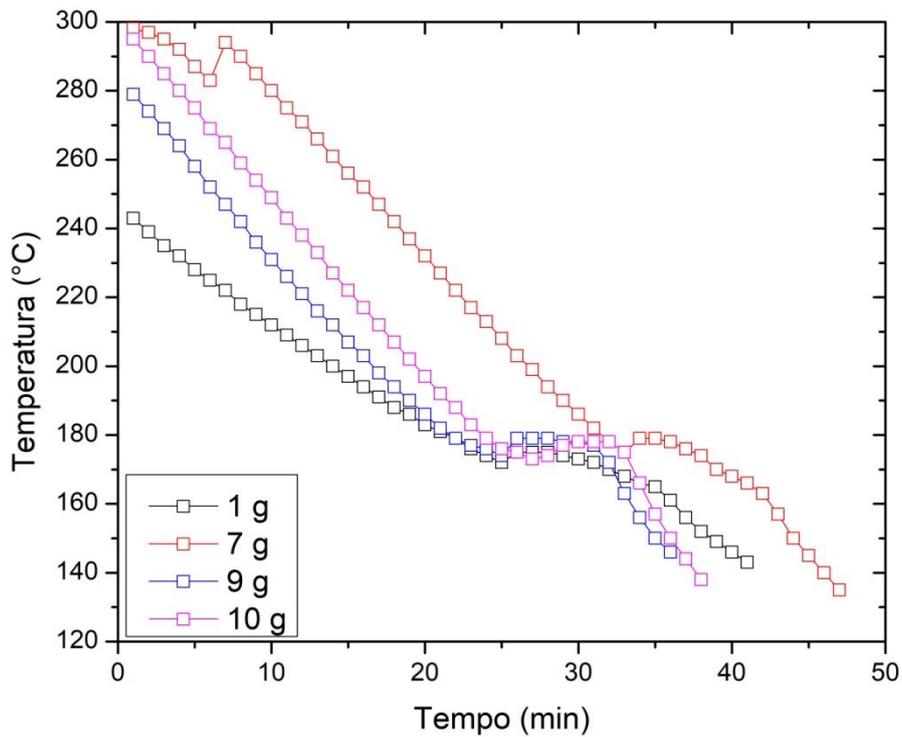
Com o objetivo de determinar se as amostras estavam de fato solidificando em macrogravidade, o tempo de solidificação (t_{sol}) e o super-resfriamento térmico (ΔT_{R}) das amostras de PbSn eutético, em cada ensaio foi acoplado um termopar próximo a liga, fixado com auxílio de um fio de Ni-Cr (Figura 4.6). As curvas de resfriamento, realizada em diferentes acelerações está apresentada na Figura 4.7. O super-resfriamento para essa liga foi de $8 \pm 1,25$ $^{\circ}\text{C}$ e o tempo de solidificação foi cerca de 180 segundos.

Figura 4.6. Esquema de fixação do termopar na ampola para obtenção das curvas de resfriamento.



Fonte: Produção do autor.

Figura 4.7. Curvas de resfriamento da liga de PbSn solidificada sob diferentes acelerações.

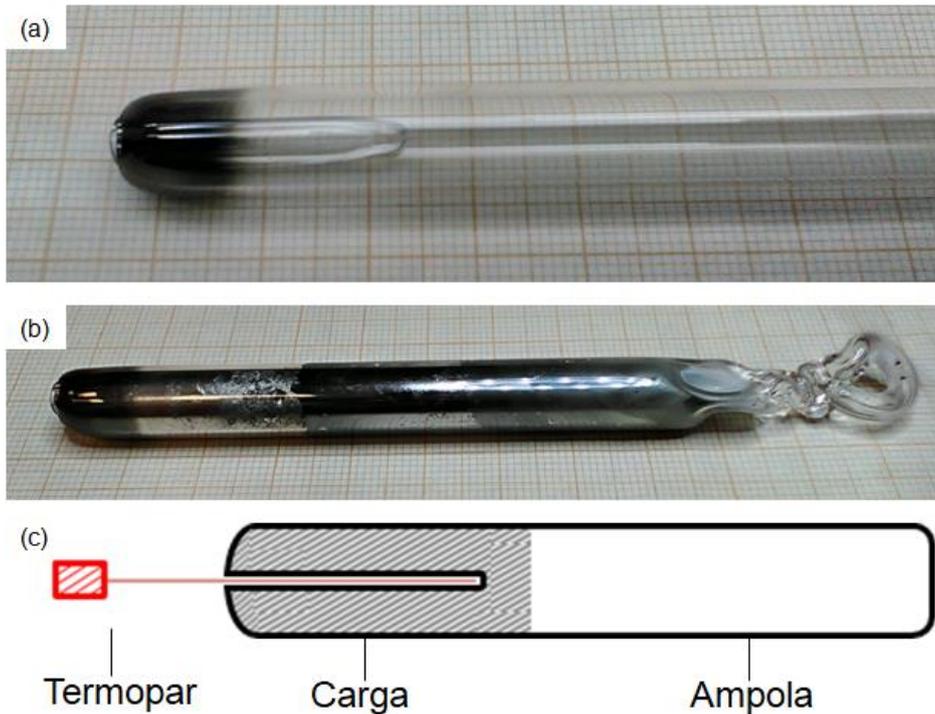


Fonte: Produção do autor.

Como o posicionamento do termopar durante os experimentos insere muitas incertezas na medição da t_{sol} e do ΔT_R , foi feita uma ampola com uma entrada no centro e carregada com aproximadamente 10 gramas de PbSn eutético, assim o termopar poderia ficar o mais próximo possível da carga. No final da ampola foi adicionado um gancho, possibilitando o manuseio do objeto quente, fazendo com que a carga pudesse ser reaproveitada em diferentes

experimentos (Figura 4.8). Para isso, após o término da solidificação, a liga foi refundida e homogeneizada, nesse processo foi utilizado um forno disponível no LABAS/INPE, semelhante ao utilizado na centrifuga, mas em escala maior, com T_{set} de 250 °C e resfriamento ao ar.

Figura 4.8. Ampola para determinação do tempo de solidificação e super-resfriamento.

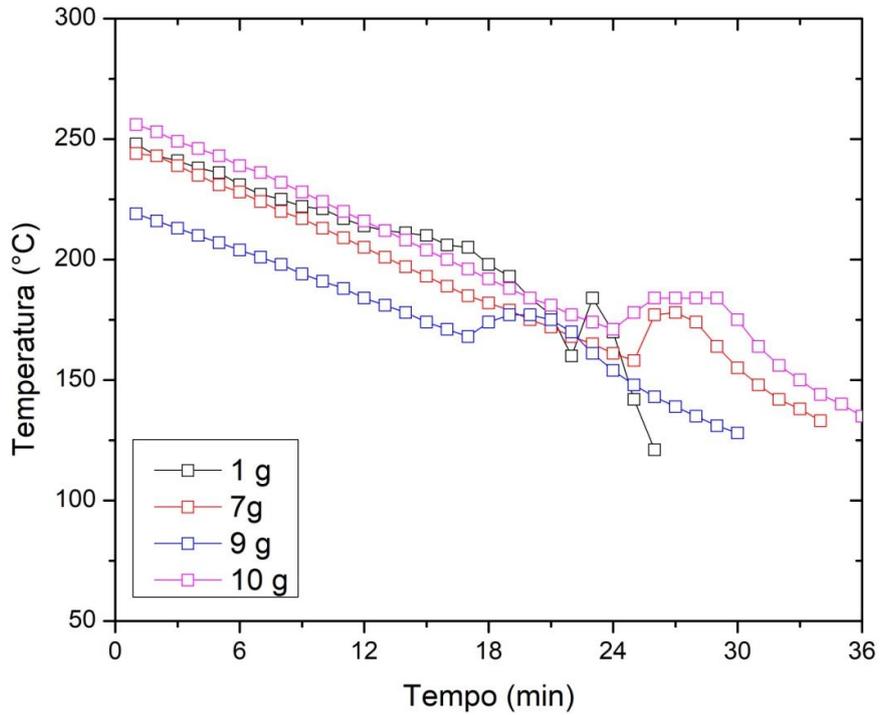


Fonte: Produção do autor.

As curvas de resfriamento obtidas com a ampola especial, carregada com PbSn eutético, está apresentada na Figura 4.9. O super-resfriamento neste caso foi 10 °C para as cargas ensaiadas e com tempo de solidificação de cerca de 240 segundos.

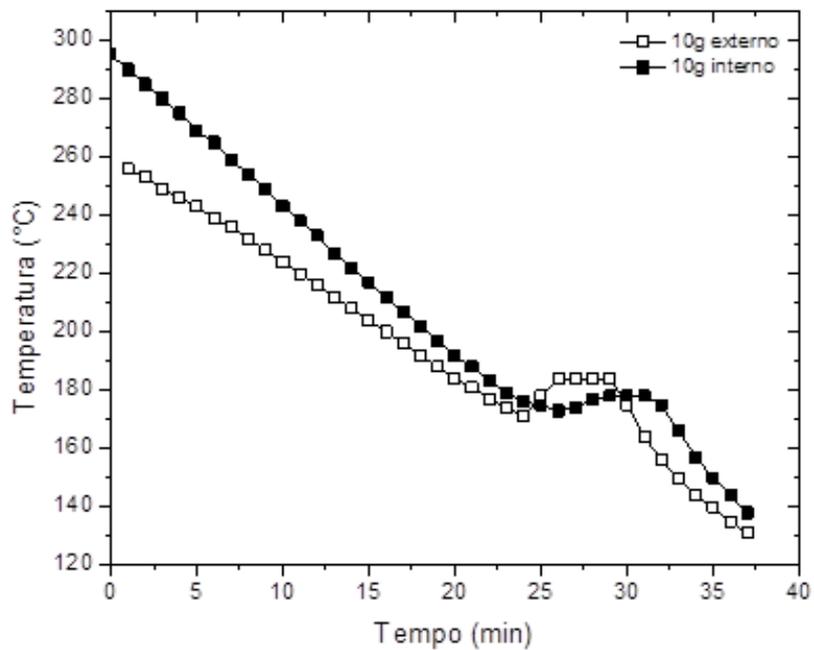
A comparação apresentada na Figura 4.10, entre as curvas obtidas no experimento com as feitas com a ampola especial, indica semelhança entre os resultados, podendo atribuir à diferença de massas entre as cargas.

Figura 4.9. Curvas de resfriamento obtidas com a ampola especial.



Fonte: Produção do autor.

Figura 4.10. Comparativo das curvas de resfriamento obtidas experimentalmente com o termopar acoplado no lado interno e externo da ampola.



Fonte: Produção do autor.

4.5. Cálculo da densidade de ligas eutéticas binárias

A densidade foi calculada para cada carga e nas suas respectivas seções cortadas transversalmente. O cálculo é feito pelo princípio de Arquimedes, que diz que, um corpo, parcial ou totalmente, submerso em líquido está sujeito a uma força de empuxo, de direção vertical, com sentido para cima, e com intensidade igual ao peso do líquido deslocado. A partir da relação entre peso e empuxo de uma massa submersa, é possível determinar a densidade de um sólido (Halliday, 2009; Toledo, 2013):

$$\rho_s = \rho_{liq} \left(\frac{m_s}{m_s - m_{ap}} \right) \quad (4.1)$$

Onde: ρ_s é a densidade do sólido, ρ_{liq} é densidade do líquido, m_s é a massa do sólido e m_{ap} é a massa quando o corpo se encontra imerso no líquido.

Para determinar a composição ao longo das seções foi utilizado a formulação desenvolvida por An et al. (1994) (Equação 4.2), por meio dessa expressão é possível determinar a densidade de ligas $M_{1-x}N_x$ que formam solução sólida substitucional em função da composição x ($0 \leq x \leq 1$), essa equação é baseada na regra da mistura, em que é considerado as aditividades das massa e dos volumes do elementos constituintes. Essa expressão também pode ser utilizada na determinação da densidade de ligas em geral, contanto que, a liga não seja constituída por uma fase intermediária. Sua aplicação na determinação da composição dos elementos constituintes possui um erro de aproximadamente 0,1% (Toledo et al., 2011; Toledo et al., 2012; Freitas, 2016).

$$\rho = \rho_M \frac{1 - \left(1 - \frac{A_N}{A_M}\right)x}{1 - \left(1 - \frac{A_N \rho_M}{A_M \rho_N}\right)x}, \quad (0 \leq x \leq 1) \quad (4.2)$$

onde: ρ é a densidade, A é a massa molar e os índices M e N correspondes aos elementos químicos puro que formam a liga.

Reescrevendo a equação 4.2 em função da concentração, tem-se:

$$x = \frac{\rho_M - \rho}{\left(1 - \frac{A_N}{A_M}\right)\rho_M - \left(1 - \frac{A_N\rho_M}{A_M\rho_N}\right)\rho}, \quad (0 \leq x \leq 1) \quad (4.3)$$

As medições de massa foram realizadas em uma balança analítica QUIMIS Q500L-210C, o líquido utilizado foi o tetracloreto de carbono (CCl_4), que possui densidade de $1,592781 \text{ g/cm}^3$, medida através de um picnômetro de 50 mL. O aparato utilizado para a medição de massa com as cargas imersas está apresentado na Figura 4.11 e para cada seção da foram feitas oito medições de massa, normal e imersa.

Figura 4.11. Medição de massa com as cargas imersas em CCl_4 .



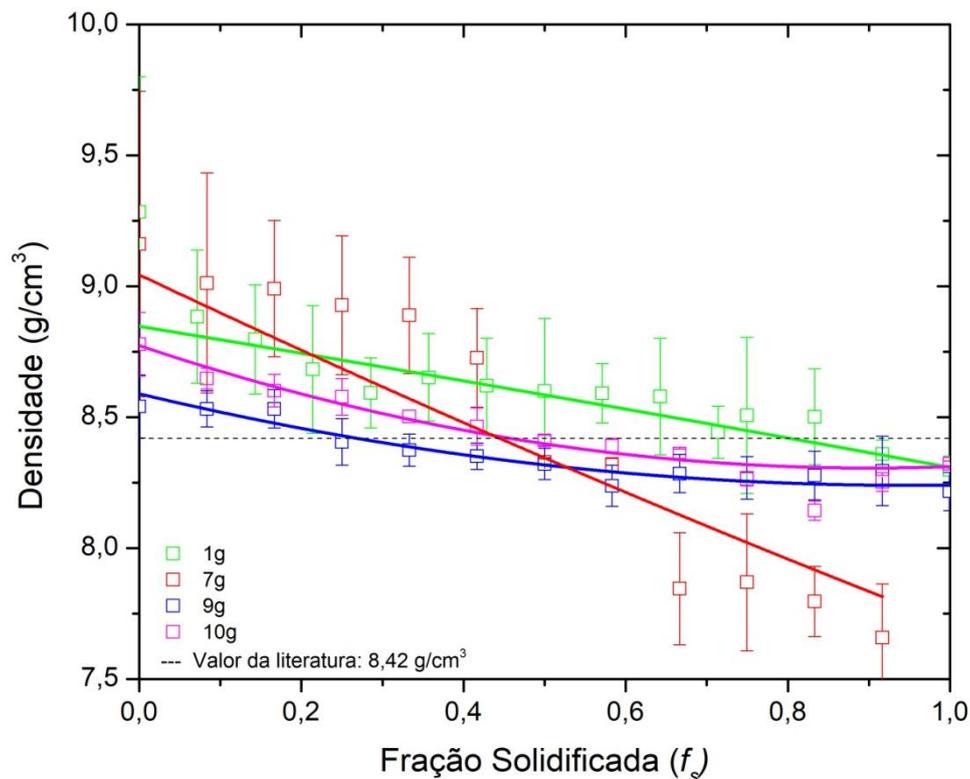
Fonte: Produção do autor.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. Densimetria

A densidade da liga de Pb-Sn foi determinada a partir do procedimento experimental realizado na Seção 4.5. Na Figura 5.1 é apresentada a densidade em função da fração solidificada para as cargas solidificadas em diferentes acelerações.

Figura 5.1. Perfil de densidade para a liga Pb-Sn solidificada em acelerações de 1, 7, 9 e 10 g em função da fração solidificada



Fonte: Produção do autor.

O valor da densidade na literatura para a liga eutética de Pb-Sn é 8,42 g/cm³ (CALLISTER e RETWISCH, 2016). Em todas as amostras o perfil de densidade é decrescente, ocasionado pela redistribuição do soluto.

Utilizando a formulação desenvolvida por An et al. (1994) e apresentada na Equação 4.3, foi determinada a composição média de cada amostra utilizada (Tabela 5.1).

Tabela 5.1. Composição média das cargas solidificadas em 1, 7, 9 e 10g.

Aceleração (g)	%Pb at.	Composição
Literatura	25,9	Eutética
1	30,99	Hipoeutética
7	26,26	Eutética
9	23,94	Hipereutética
10	25,92	Eutética

Fonte: Produção do autor.

5.2. Análise microestrutural

As análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de espectroscopia de energia dispersiva (EDX) foram realizadas nos microscópios da marca Tescan, modelos Vega e Mira3, e com o sensor de EDX da marca Oxford Instruments, pertencentes ao LABAS/INPE. As cargas foram preparadas conforme procedimentos apresentados na Seção 4.3.

Em geral as amostras apresentam um dos três tipos microestrutura: com formação de dendritas; de ilhas; e estrutura eutética irregular (Figura 5.2).

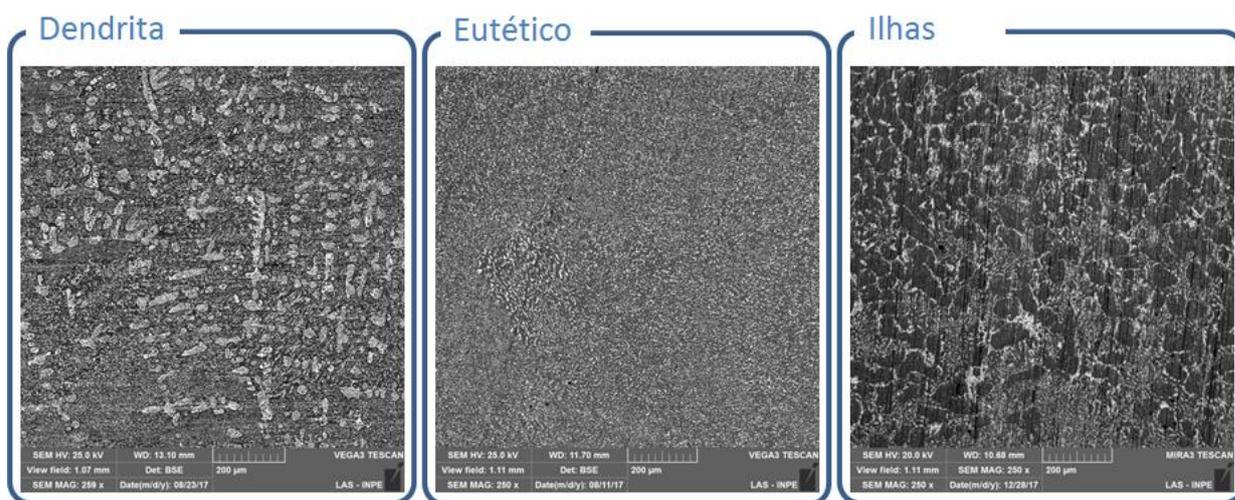
As Figuras 5.3, 5.4, 5.5 e 5.6 são as imagens obtidas por MEV de elétrons retro-espalhados das amostras solidificadas com diferentes gravidades e cortadas no sentido transversal. Observa-se a presença de duas fases eutéticas, como esperado: uma fase α rica em chumbo (tonalidade de cinza clara) e outra fase β rica em estanho (cinza escura).

Nota-se nas figuras que em todas as amostras ocorreu formação de ilhas e/ou dendritas da fase α primária (rica em chumbo), no início das amostras, frações solidificadas inferiores a 0,4 ($f_s < 0,4$). E em geral, as demais frações

apresentaram fase eutética complexa, existindo em algumas áreas da amostra a formação eutética lamelar.

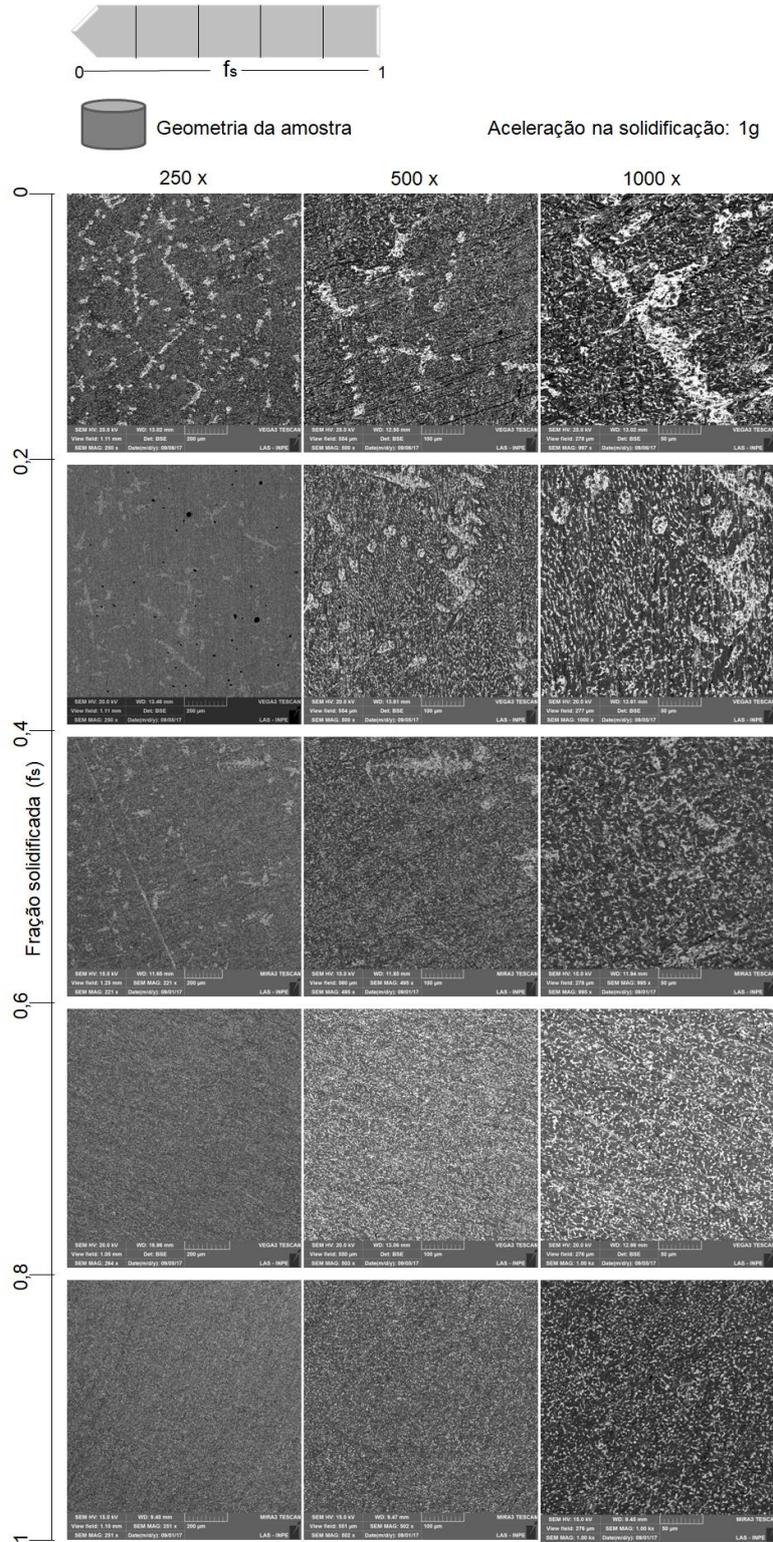
Porém observou-se que, na amostra de 1g a formação de ilhas e/ou dendritas da fase α primária em frações solidificadas de até 0,6 ($f_s < 0,6$), que pode ser decorrente do excesso de chumbo na composição dessa amostra (hipoeutética - 30,99 %at de Pb); e na amostra de 9g ocorreu formação de ilhas e/ou dendritas da fase β primária (rica em estanho) no fim da amostra, fração solidificada superior a 0,8 ($f_s > 0,8$), que pode ser decorrente da escassez de chumbo (excesso de estanho) na composição dessa amostra (hipereutética – 23,94 %at de Pb).

Figura 5.2. Tipos de microestrutura encontradas nas amostras obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura.



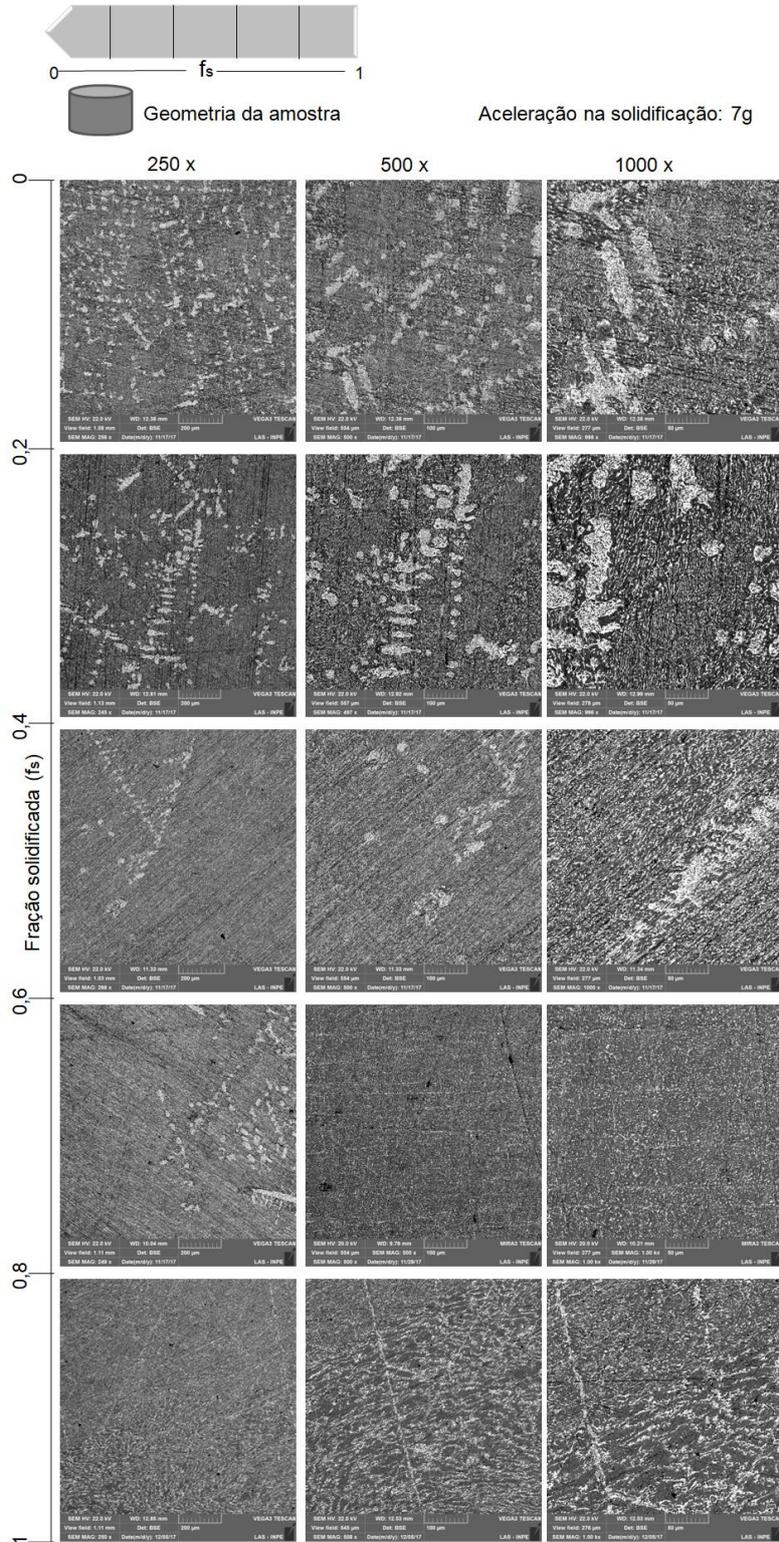
Fonte: Produção do autor.

Figura 5.3. Imagens do MEV da amostra solidificada com 1 g e cortada transversalmente.



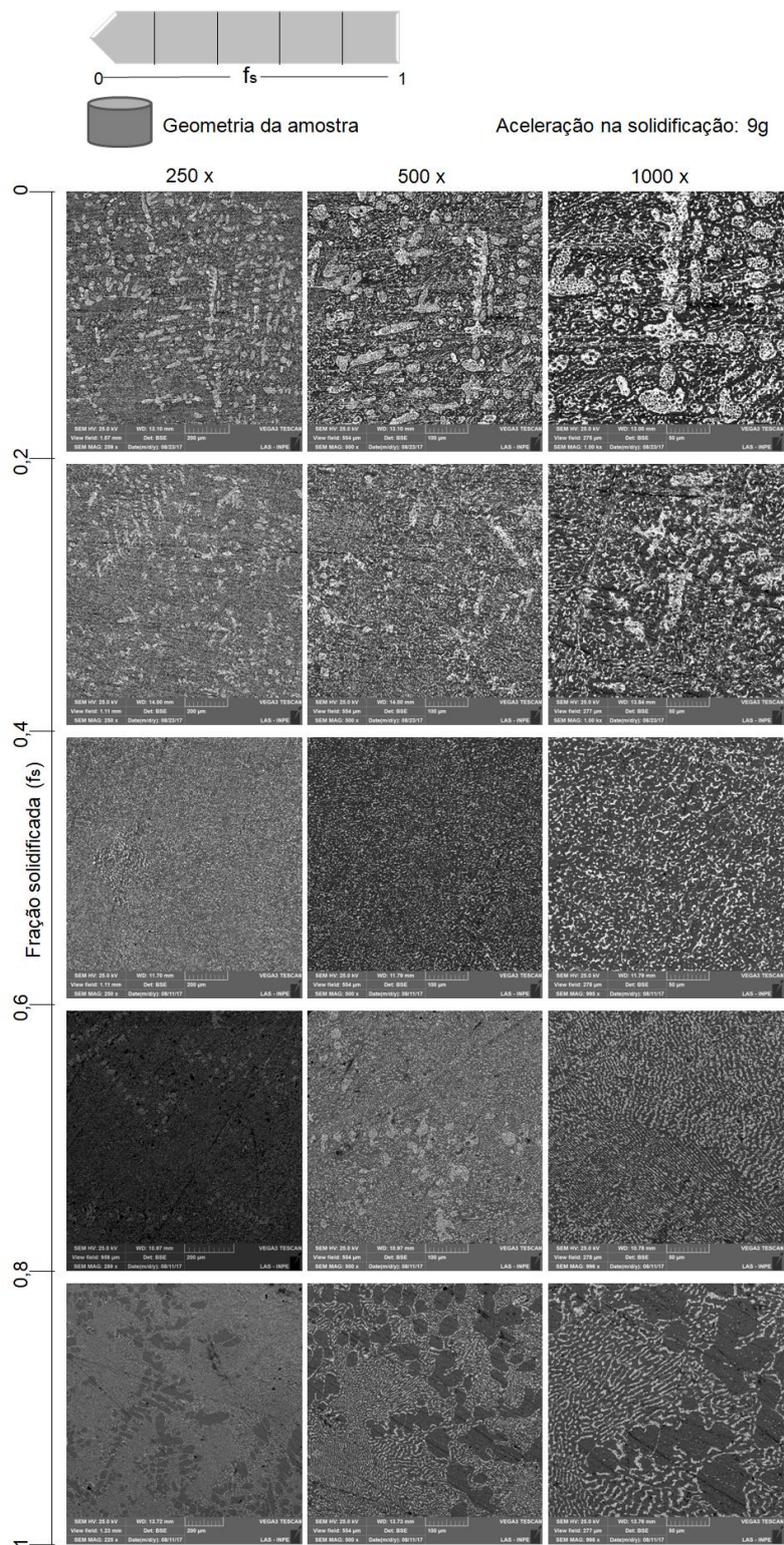
Fonte: Produção do autor.

Figura 5.4. Imagens do MEV da amostra solidificada com 7 g e cortada transversalmente.



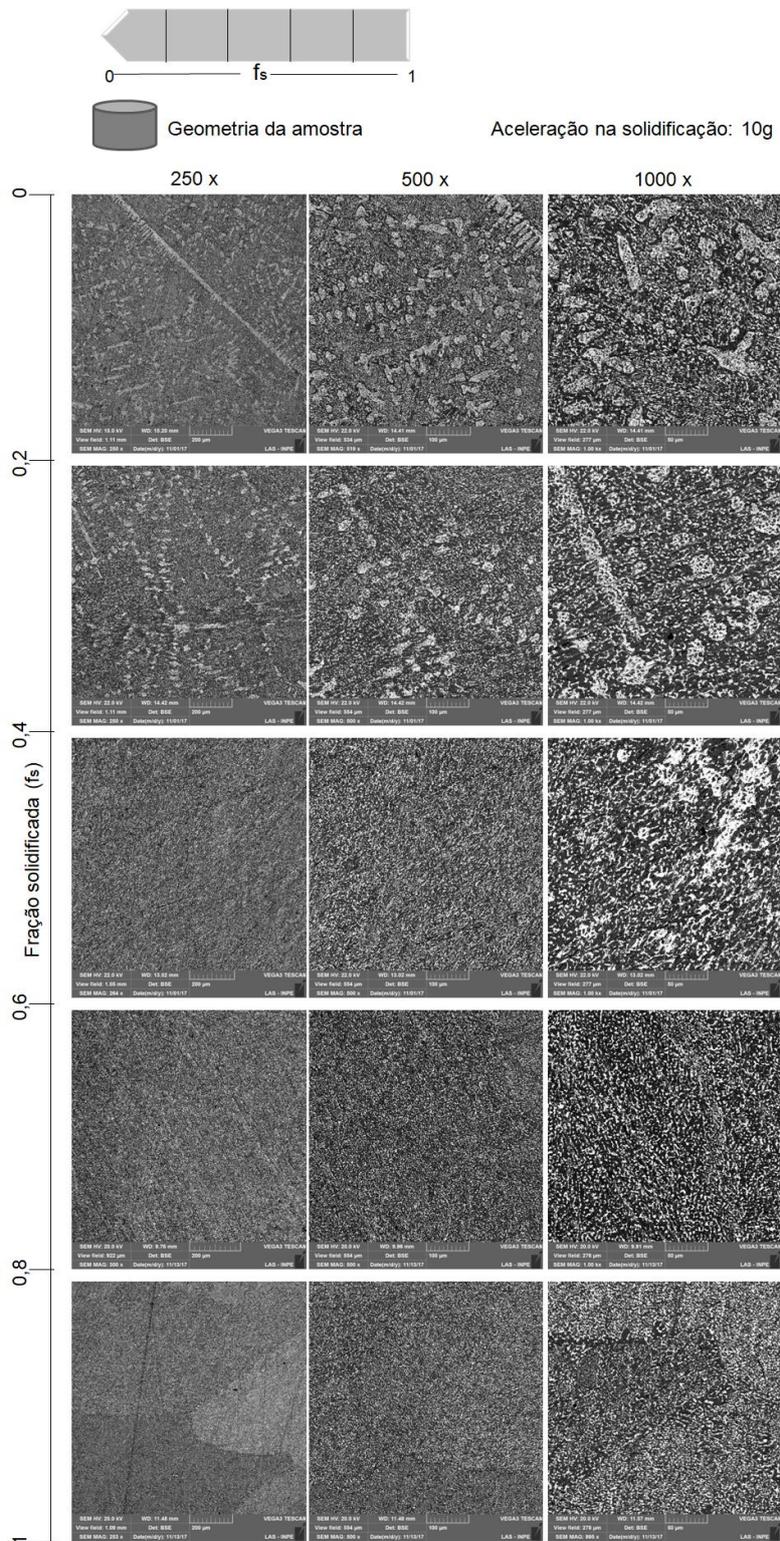
Fonte: Produção do autor.

Figura 5.5. Imagens do MEV da amostra solidificada com 9 g e cortada transversalmente.



Fonte: Produção do autor.

Figura 5.6. Imagens do MEV da amostra solidificada com 10 g e cortada transversalmente.

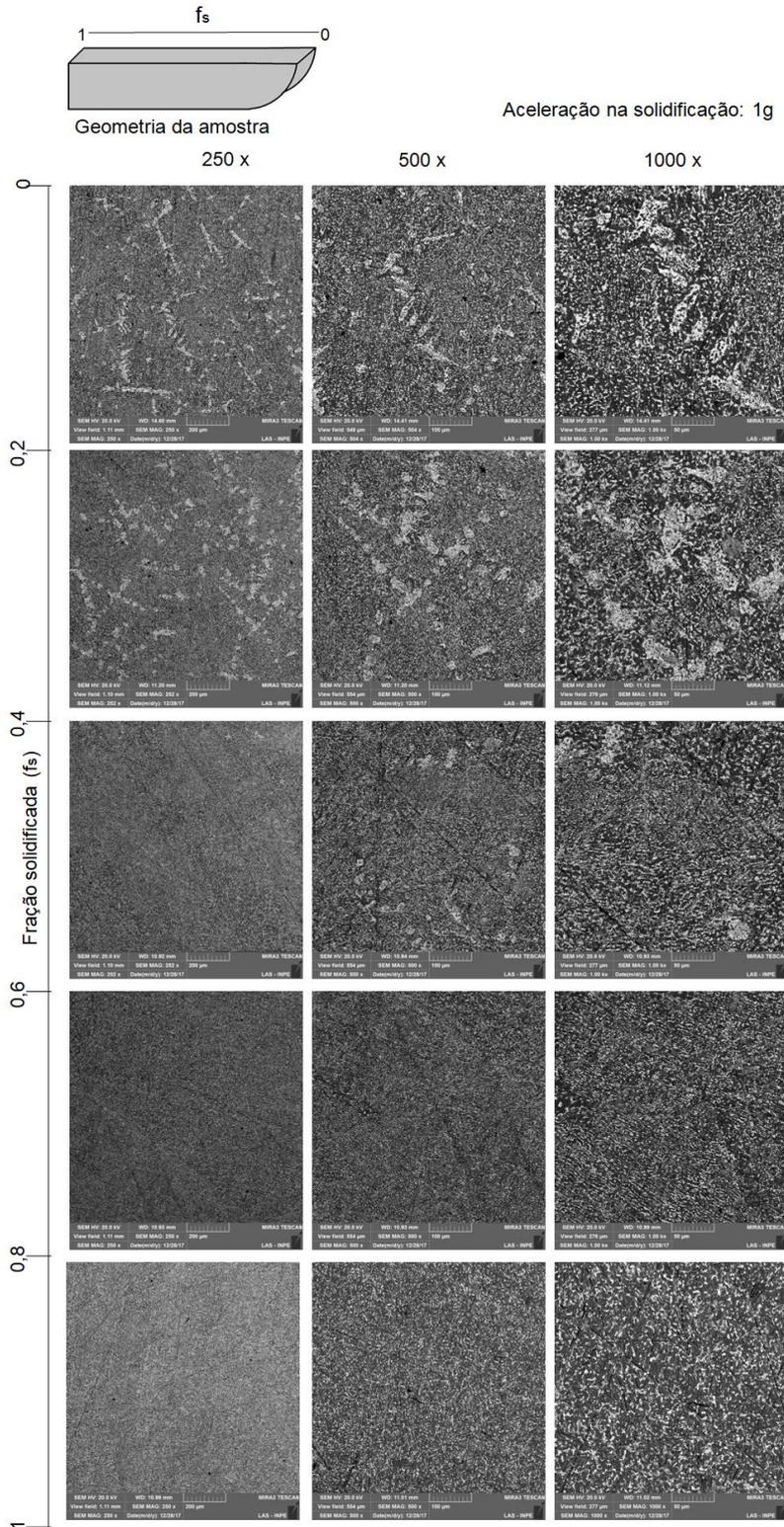


Fonte: Produção do autor.

As Figuras 5.7, 5.8, 5.9 e 5.10 são as imagens de MEV obtidas no modo de elétrons retro-espalhados das amostras solidificadas com diferentes gravidades e cortadas no sentido longitudinal. Observa-se a presença de duas fases eutéicas, como esperado: uma fase α rica em chumbo (tonalidade de cinza clara) e outra fase β rica em estanho (cinza escura). Observa-se ainda, uma micrografia semelhante à encontrada nas amostras cortadas transversalmente, apresentando ilhas e/ou dendritas da fase α primária (rica em chumbo), no início das amostras ($f_s < 0,4$) e nas amostras de 7 e 9g a formação de ilhas e/ou dendritas da fase β primária (rica em estanho) no fim da amostra ($f_s > 0,8$).

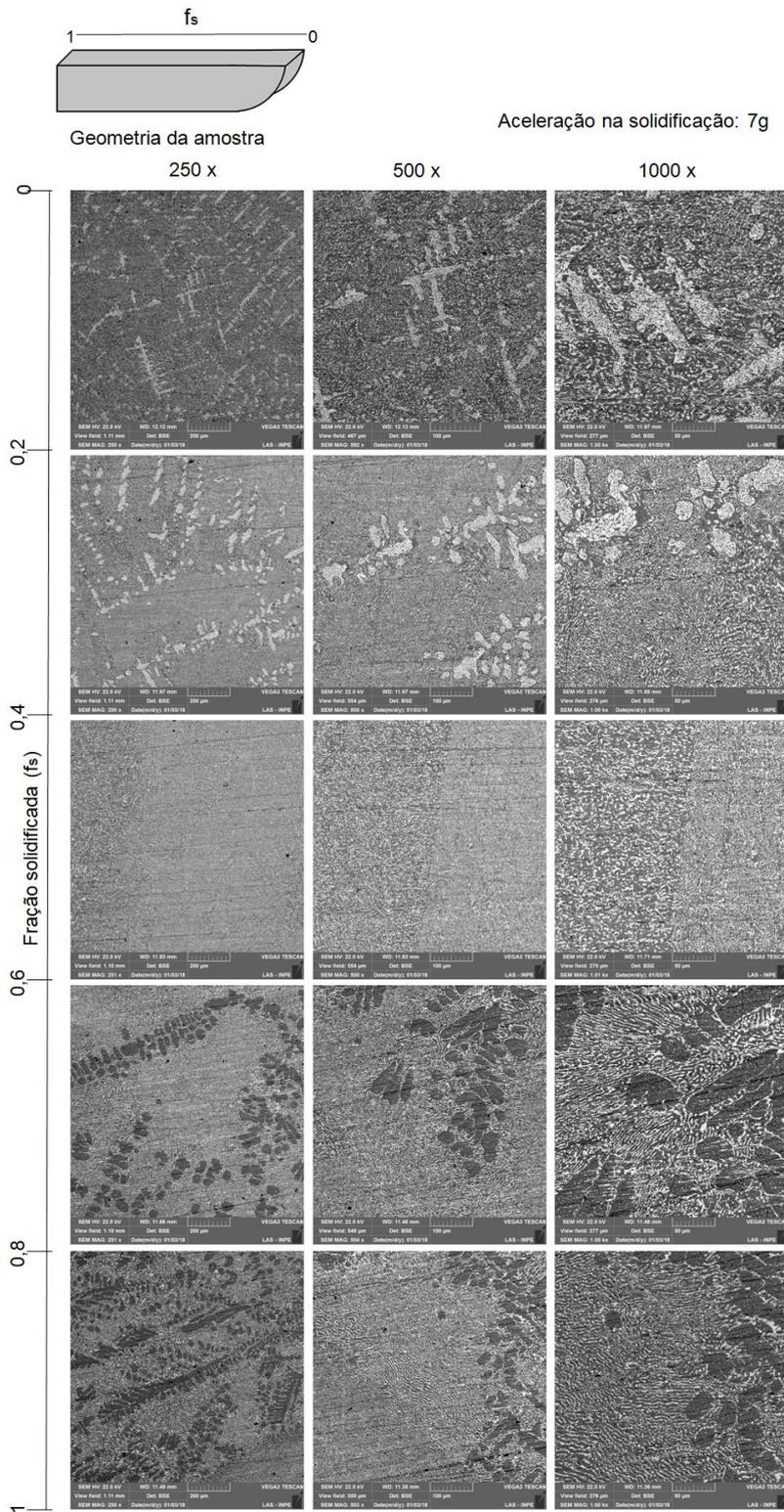
Observa-se em todas as imagens obtidas por MEV que com o aumento da gravidade teve uma maior formação de ilhas e/ou dendritas das fases α e β primárias, principalmente da fase α no início das amostras, e que as ilhas e/ou dendritas das fases β primária quando formadas no final das amostras são maiores que as da fase α primária.

Figura 5.7. Imagens do MEV da amostra solidificada com 1 g e cortada longitudinalmente.



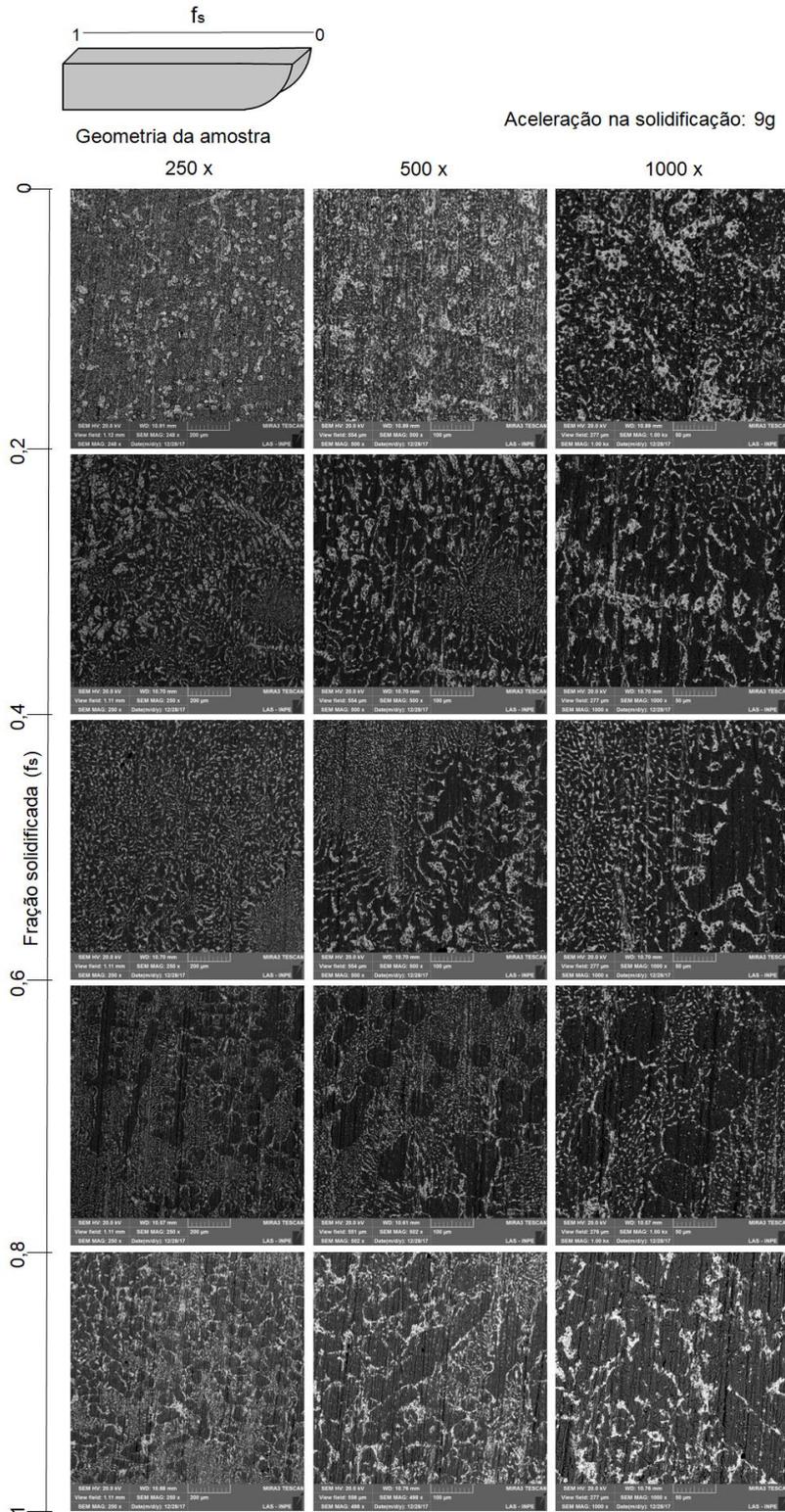
Fonte: Produção do autor.

Figura 5.8. Imagens do MEV da amostra solidificada com 7 g e cortada longitudinalmente.



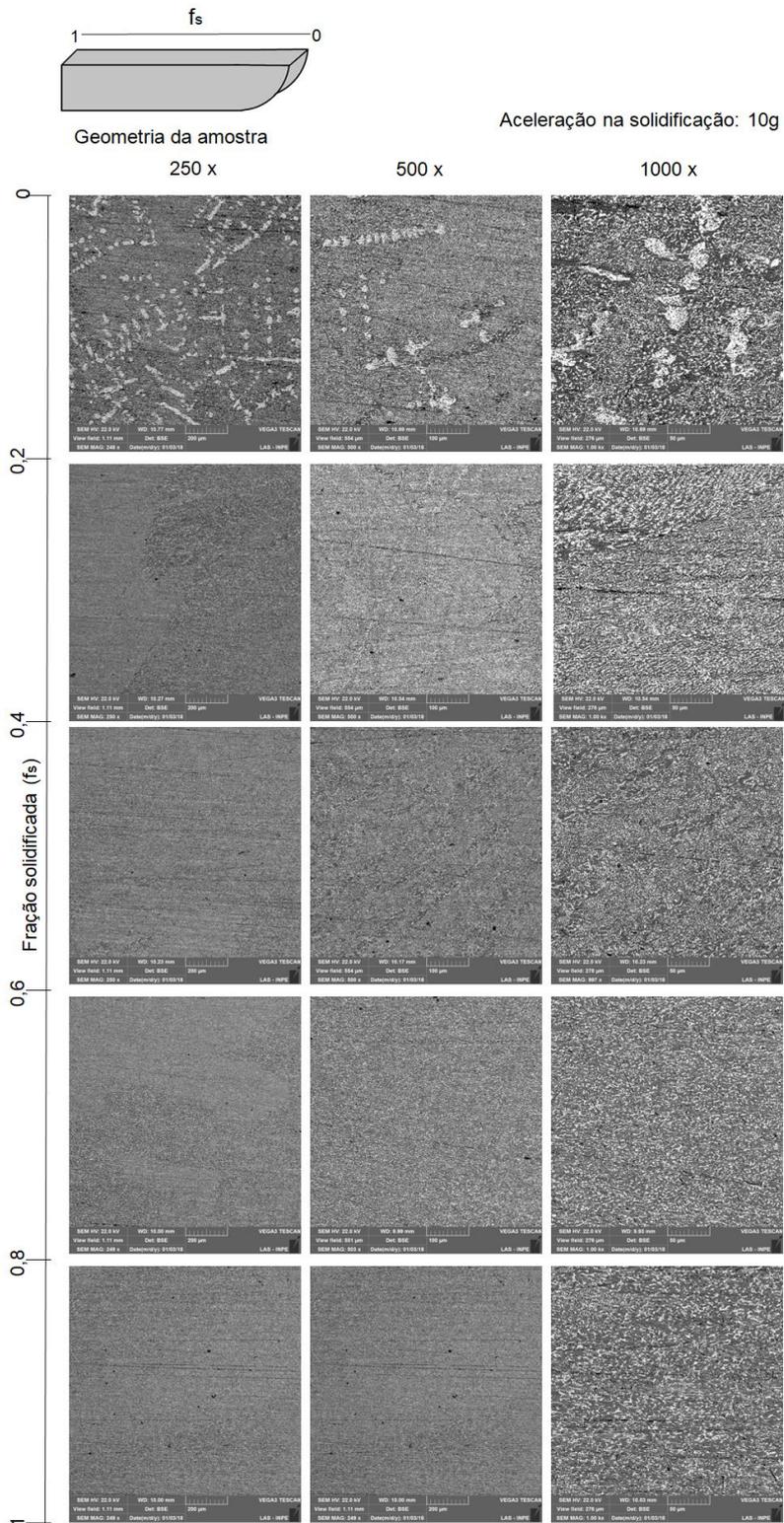
Fonte: Produção do autor.

Figura 5.9. Imagens do MEV da amostra solidificada com 9 g e cortada longitudinalmente.



Fonte: Produção do autor.

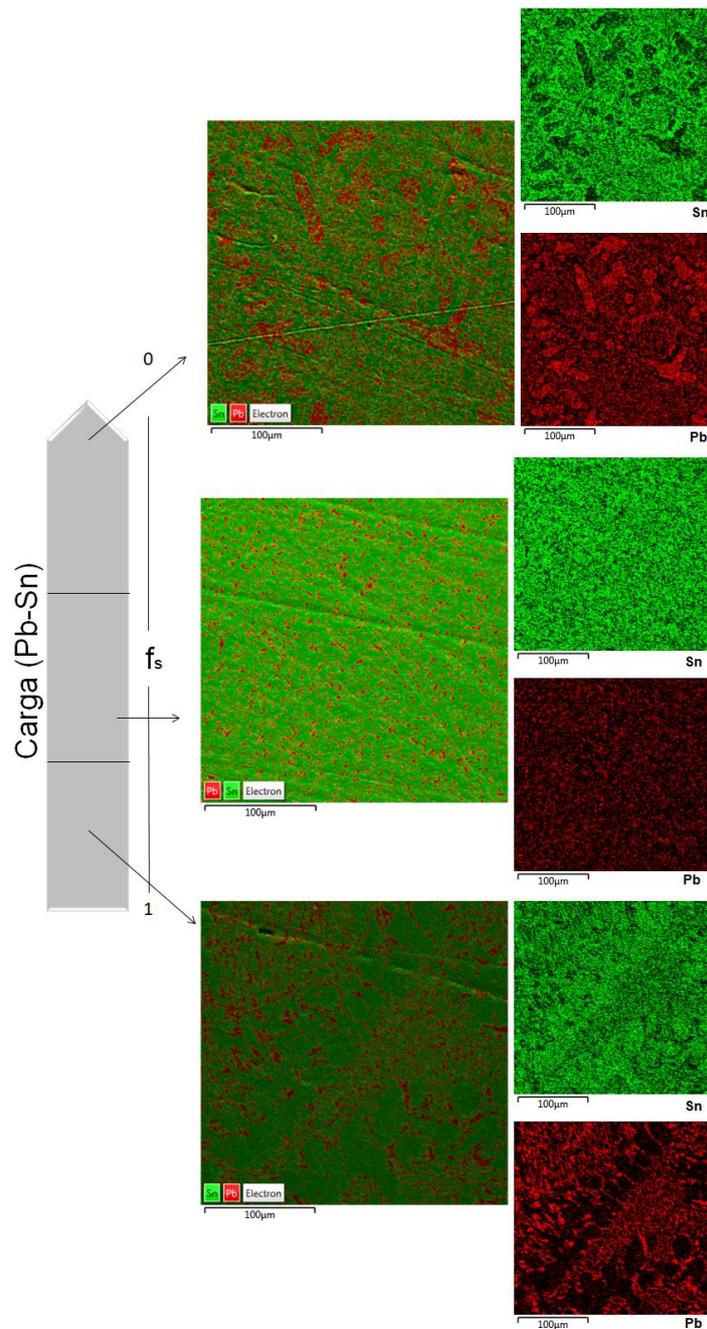
Figura 5.10. Imagens do MEV da amostra solidificada com 10 g e cortada longitudinalmente.



Fonte: Produção do autor.

A Figura 5.11 apresenta o mapa de composição, obtido por EDX (ampliação de 1000 vezes), ao longo de uma amostra solidificada com aceleração superior a 1g onde pode se observar a formação das ilhas e/ou dendritas das fases α e β primárias.

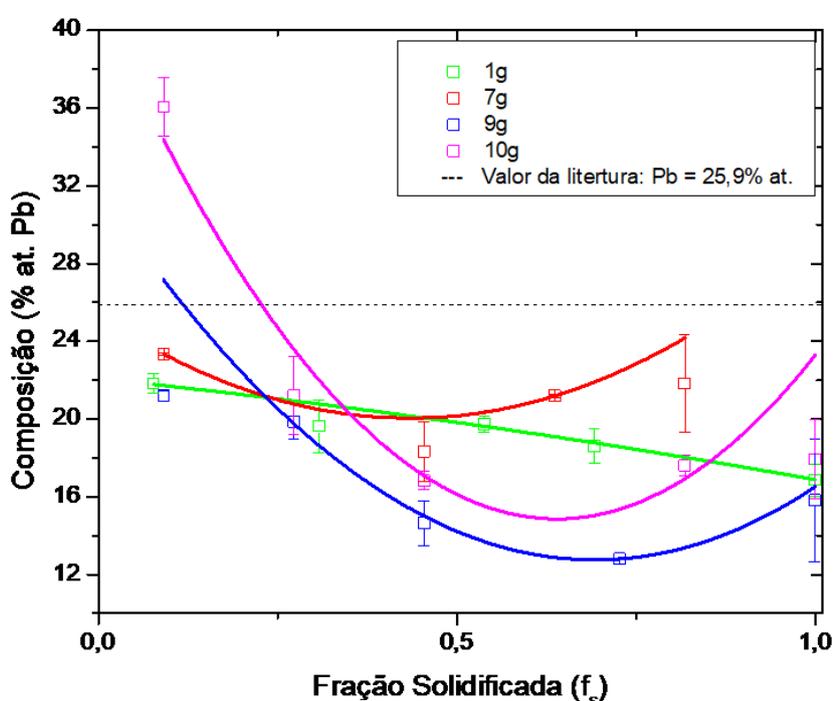
Figura 5.11. EDX em função da fração solidificada.



Fonte: Produção do autor.

Na Figura 5.12 é apresentado uma relação semi-quantitativa entre a composição de chumbo (%at. Pb) e a fração solidificada, obtida por EDX, os pontos do gráfico representam a média estatística das três medições de composição ao longo de cada disco das amostras cortadas longitudinalmente. Os gráficos obtidos apresentam comportamentos semelhantes aos resultados obtidos pela análise densimétrica (Figura 5.1), onde a distribuição do soluto (fase α rica em Pb) é diferente ao longo da fração solidificada.

Figura 5.12. Composição em relação à fração solidificada determinada pelo EDX.

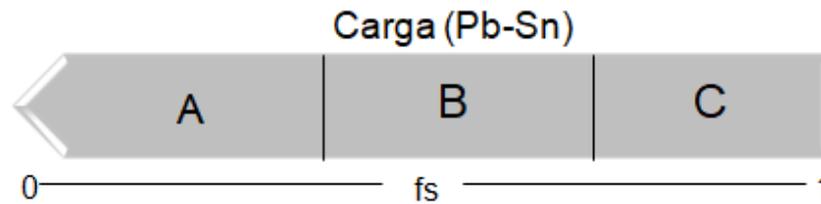


Fonte: Produção do autor.

5.3. dureza

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados no durômetro da marca Galileo, modelo 1505CAN HV1 OD, localizado na Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço (AMR/IAE). A carga aplicada foi de 100 gf, sendo feita três medições, uma no centro e outras duas em cada borda da seção transversal. Os resultados estão apresentados na Figura 5.13 e na Tabela 5.2.

Figura 5.13. Seções da amostra de Pb-Sn ensaiadas em dureza.



Fonte: Produção do autor.

Tabela 5.2. Resultado obtidas no ensaio de dureza Vickers.

Carga	Dureza (HV)		
	A	B	C
1g	11,13 ± 0,40	10,23 ± 1,00	10,53 ± 0,29
7g	11,25 ± 0,21	12,67 ± 0,76	12,73 ± 0,68
9g	11,6 ± 1,04	10,33 ± 0,47	11,3 ± 1,01
10g	11,6 ± 0,35	12,03 ± 1,40	13,73 ± 0,21

Fonte: Produção do autor.

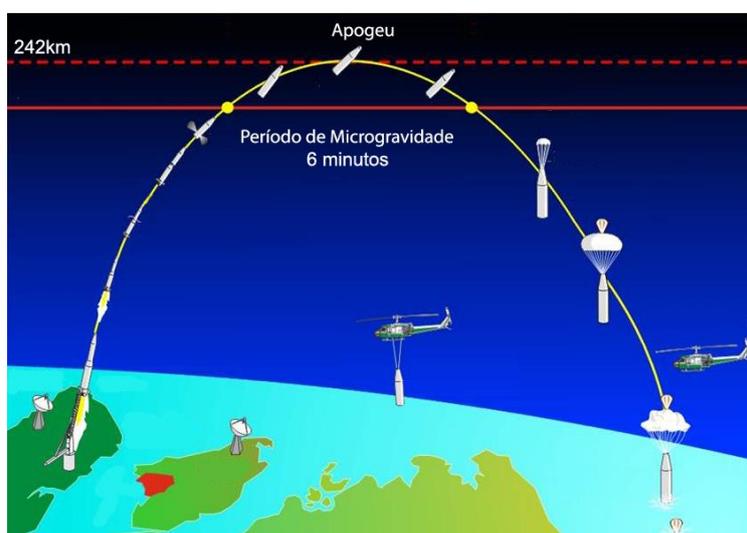
A presença de estanho na liga de chumbo aumenta sua resistência, logo as frações com maior quantidade desse elemento devem apresentar dureza maior que as frações com menos (TRATHO, 2017). Os resultados nas amostras de 7 e 10g apresentaram um aumento na dureza nas frações solidificadas finais, o que condiz com o esperado pela literatura. Entretanto, nas amostras de 1 e 9g não é possível realizar uma análise conclusiva, sendo necessário realizar novos ensaios, com um número de marcações maior do que as realizadas no procedimento experimental deste trabalho.

5.4. Comparação da solidificação em μg A 10g

Trabalhos anteriores realizados pelo LABAS/INPE utilizaram a liga eutética Pb-Sn em estudos do efeito da gravidade na solidificação (AN et al., 1994 B; AN et al., 1997; FREITAS, 2011; AN et al., 2013; BANDEIRA et al., 2013; TOLEDO, 2013; AN et al., 2014).

Toledo (2013) e An et al. (2014) realizaram experimentos de solidificação em microgravidade na Operação Maracati II. Nesta operação um forno, com amostras das ligas Pb-Sn e Pb-Te, foi acoplado na carga útil de um foguete de sondagem (VSB-30), que após o lançamento atinge 242 km de altitude, garantindo 6 min em ambiente de microgravidade (Figura 5.14) (AEB, 2015; NA et al., 2013; BANDEIRA et al., 2013).

Figura 5.14. Perfil de voo do foguete de soldagem VSB-30 na operação Maracati II.



Fonte: Correa et al (2005), Toledo (2013).

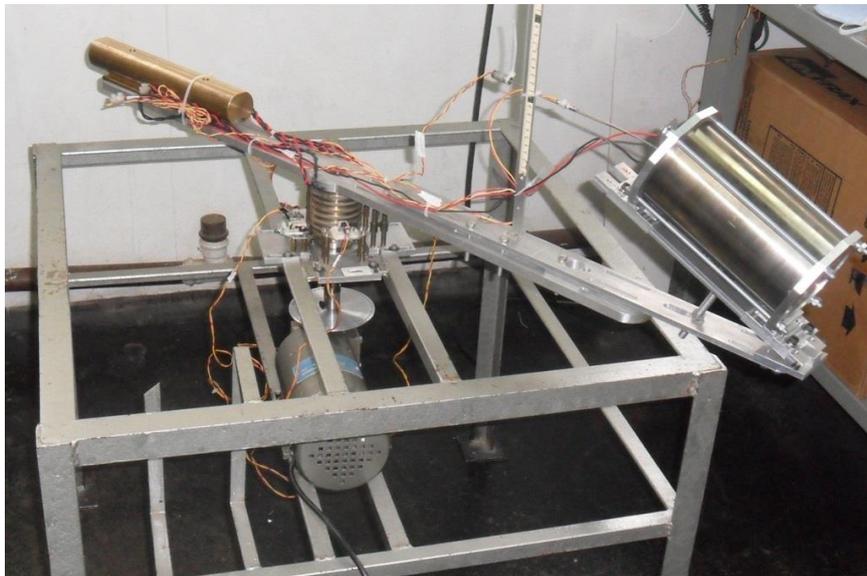
Freitas (2011) realizou experimentos de solidificação com a liga de Pb-Sn eutética em altas acelerações utilizando uma centrífuga (Figura 5.15). Foram solidificadas amostras em duas acelerações diferentes: 2,6 e 3,5 g. Os parâmetros utilizados para obter cada amostra estão apresentados na Tabela 5.3.

Tabela 5.3. Parâmetros utilizados por Freitas (2011) para obtenção de ligas solidificadas em acelerações maiores que 1 g.

Aceleração	Temperatura de controle (°C)	Duração do experimento (h)	RPM
2,6	200	1	60
3,6	200	1	70

Fonte: Produção do autor.

Figura 5.15. Centrifuga utilizada por Freitas (2011).

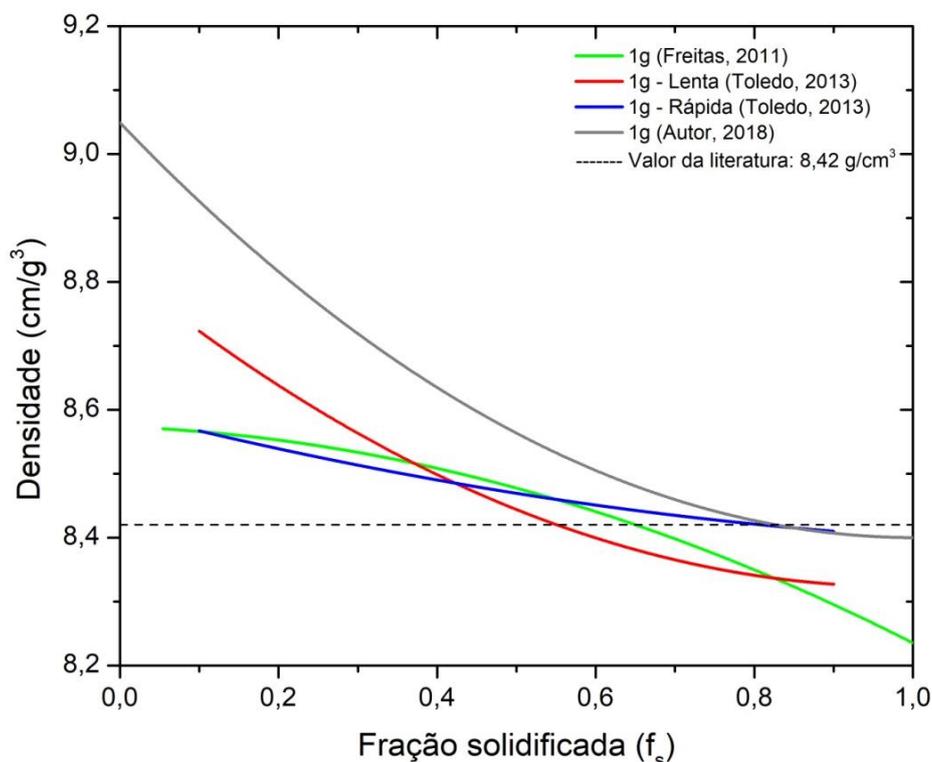


Fonte: Freitas (2011).

Nesses estudos, também foram realizados experimentos de solidificação em gravidade terrestre. Para isso, Freitas (2011) utilizou o forno com 90° de inclinação na centrifuga. Toledo (2013) fez solidificações rápida (6 min) e lenta (300 min) utilizando o forno da operação Maracati II em solo.

A Figura 5.16 apresenta o comparativo das amostras solidificadas em 1g obtidas por Toledo, Freitas e deste trabalho. Observa pelo gráfico uma diferença no perfil de densidade, o que é relacionado às particularidades de cada experimento (composição da amostra, forno e tempo de solidificação), devido a composição da amostra de 1 g apresentada neste trabalho estar hipereutética, será adotado os dados de 1 g obtidos por Freitas (2011), principalmente devia a semelhança com os experimentos desse trabalho, onde, o tempo da duração do ensaio foi de cerca de 1 h de solidificação e da composição da liga estar próxima da eutética.

Figura 5.16. Comparativo do perfil de densidade da liga solidificada em 1g.

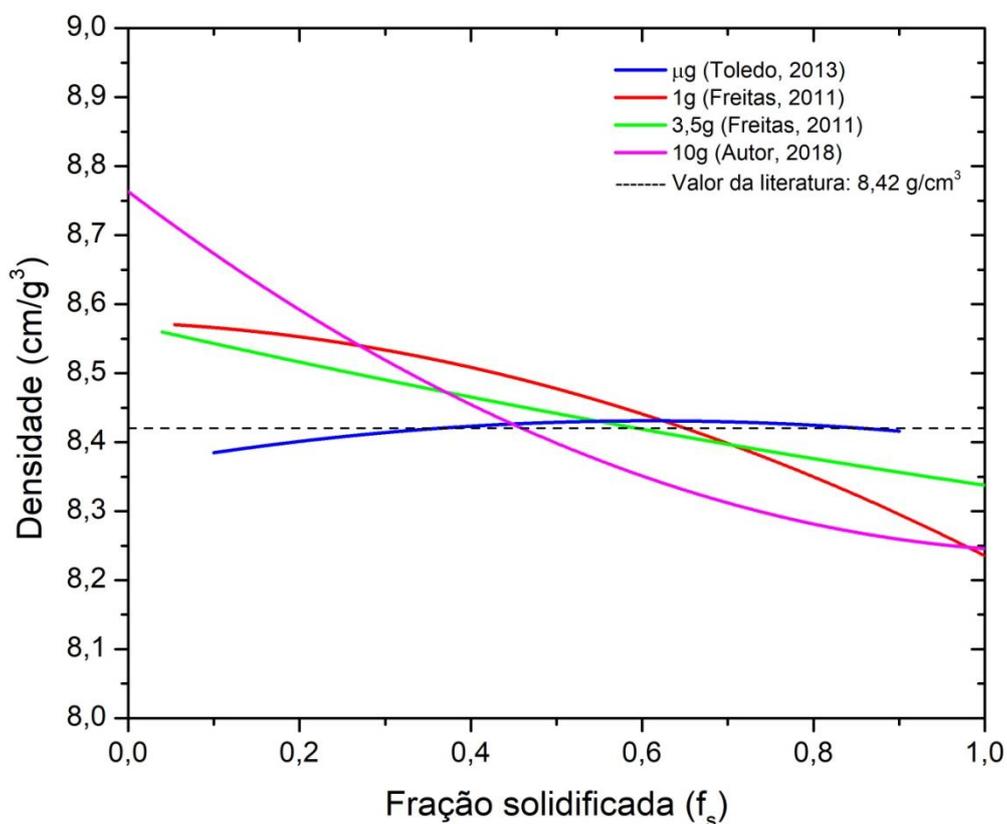


Fonte: Produção do autor.

A Figura 5.17 apresenta o perfil de densidade de amostras solidificadas com diferentes gravidades. Observa-se que a amostra solidificada em μg apresenta um perfil mais homogêneo (com poucas variações) com valores próximos ao da literatura. Enquanto que, nas demais amostras ($g \geq 1$) observa-se um perfil decrescente de densidade, devido à redistribuição do soluto (excesso de chumbo no início da solidificação) ocasionado durante o experimento, sendo mais acentuado nas amostras com g superior a 4.

Em geral as amostras solidificadas com altas acelerações apresentaram uma distribuição de soluto, onde as extremidades apresentam uma diferença máxima de 4% da densidade média da liga. Diferente da amostra solidificada em microgravidade, em que a variação é mínima (ordem de 10^{-2}).

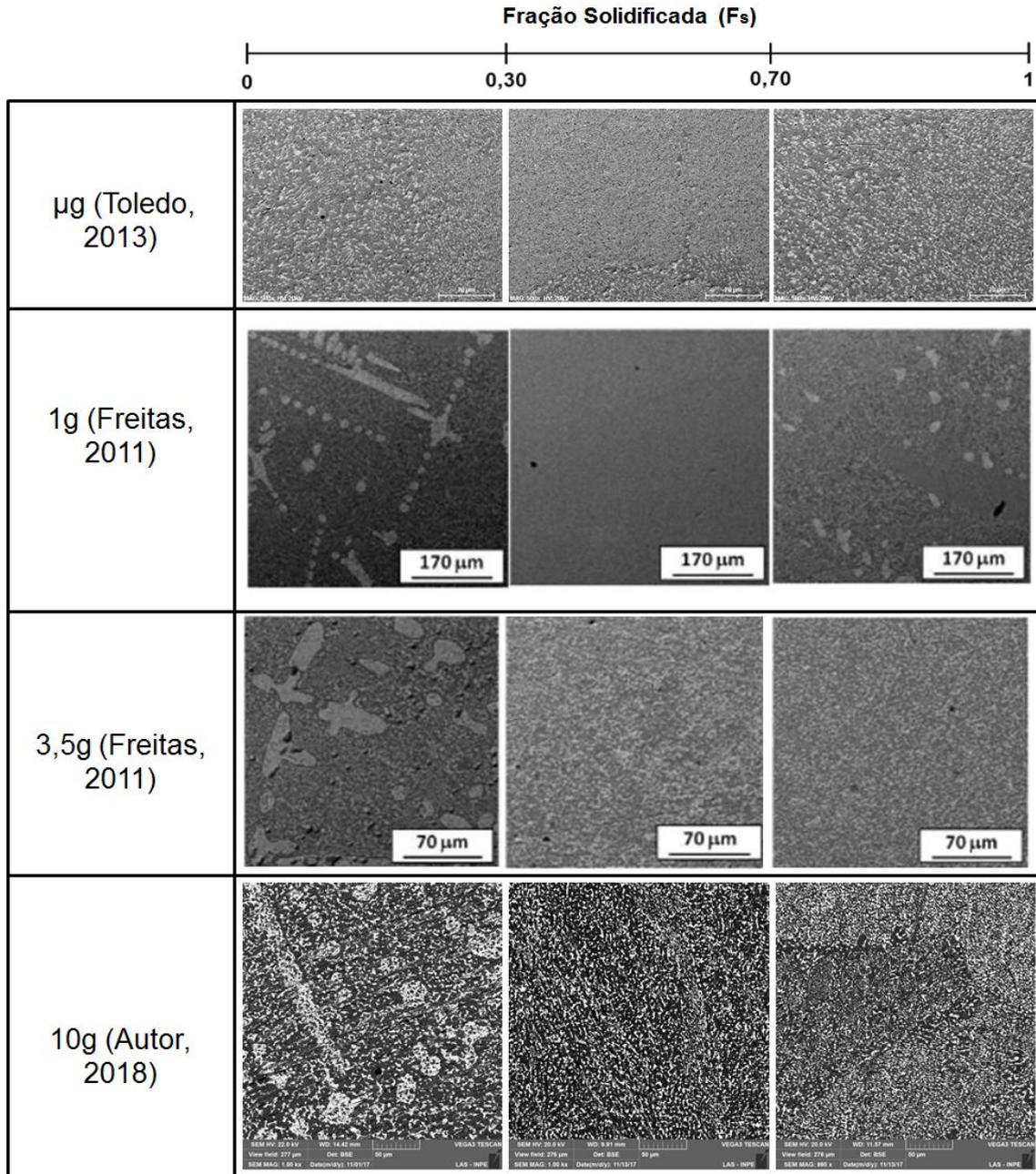
Figura 5.17. Comparativo do perfil de densidade da liga Pb-Sn solidificada em diferentes acelerações.



Fonte: Produção do autor.

A Figura 5.18 apresenta um comparativo entre os MEVs obtidos das amostras solidificadas de μ a 10 g. Nota-se que, somente a amostra solidificada em μ g apresenta uma micrografia uniforme que não apresenta formação de fases primárias, esse efeito é justificado pela ausência de sedimentação e de fluxos convectivos em ambientes de microgravidade. Nas demais amostras solidificadas existem distribuição do soluto que ocasiona a formação de fase primárias (ilhas e/ou dendritas). Observa-se ainda um aumento dessas fases primárias com o aumento da gravidade.

Figura 5.18. MEV das amostras solidificadas entre μ e 10 g.



Fonte: Produção do autor.

Entretanto este trabalho não apresenta ferramentas suficientes para inferir em qual dos mecanismos a gravidade influencia diretamente. Podendo haver influência da aceleração no próprio líquido ou em parâmetros da solidificação como na interface sólido/líquido, sedimentação ou no fluxo convectivo, mecanismos estes, relacionados diretamente com a distribuição de soluto.

6 CONCLUSÃO

As análises de densimetria e as de micrografias na liga eutética Pb-Sn solidificadas em macrogravidade ($g > 7$) indicam que o perfil de densidade, conseqüentemente o perfil de redistribuição do soluto, é uma curva decrescente, devido ao fluxo convectivo solutal e há a formação de estruturas (ilhas e/ou dendritas) da fase α (fase rica em chumbo) + microestruturas eutéticas em $f_s < 0,4$. Após esse intervalo há apenas a formação de microestruturas eutéticas.

Os dados na análise de EDX corroboram com os perfis de densidade obtidos na densimetria, indicando um decréscimo na quantidade de chumbo ao longo da fração solidificada. E ainda, esses resultados, indicam que quanto maior a aceleração, maior a diferença na composição entre as frações solidificadas iniciais e finais.

Os resultados da dureza Vickers condizem com a literatura e análises anteriores, apresentando maiores valores de dureza (HV) nas regiões com menor composição de chumbo, final das amostras.

A comparação das amostras solidificadas de microgravidade a macrogravidade evidenciaram a influência da gravidade diretamente na redistribuição do soluto, afetando a homogeneidade da microestrutura ao longo da amostra; onde foi observado que com o aumento da gravidade há a formação de ilhas e/ou dendritas das fases primárias nos extremos das amostras.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AEB - AGÊNCIA ESPACIAL BRASILEIRA. **Operação Maracati II.**

Disponível em:

<<http://microgravidade.aeb.gov.br/index.php/missoes/maracati-ii>>. Acesso em: 21 nov. 2015.

AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N.; ROWE, D. M.; MIN, G. An exact density formula for substitutional solid solution alloys. **Journal of Materials Science Letters**, v. 13, p. 1051–1053, 1994.

AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N.; FRAZAN A. H.; ELEUTÉRIO FILHO, S.; SLOMKA, M. R. **The influence of gravity on Pb_{1-x}Sn_xTe crystals grown by the vertical Bridgman method.** New York: Plenum Press, 1994 B.

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.

AN, C.Y.; BANDEIRA, I. N.; BOSCHETTI, C.; RIBEIRO, M. F.; PEIXOTO, J. C.; TOLEDO, R. C. **Relatório de participação na Operação Maracati 2:** relatório de pesquisa. São José dos Campos: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, 2013. 15p.

AN, C, Y.; TOLEDO, R. C.; BOSCHETTI, C.; RIBEIRO, M. F. ; BANDEIRA, I. N. Solidification of lead tin and lead telluride eutectic alloys in microgravity. **Microgravity, Science and Technology**, v. 25, p. 267-273, 2014.

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

ASM INTERNACIONAL. **ASM handbook:** alloy phase diagrams. Materials Park: ASM, 2004. v.9. ISBN 0-87170-106-3. 789.

BROPHY, J. H.; ROSE, R. M.; WULFF, J. **The structure and properties of materials**: thermodynamics of structure. Hoboken: John Wiley and Sons, 1964. 216 p. v. 2.

BANDEIRA, I. N.; AN, C. Y.; BOSCHETTI, C.; RIBEIRO, M. F.; PEIXOTO, J. C.; SILVA, S.A. **Relatório final Operação Cumã**: experimento Pem05 - Forno Multisusuário Para Solidificação (Formu-S). São José dos Campos: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, 2013. 32p.

BÁRCZY, P.; SOLYÓM, J.; REGEL, L.; Solidification of Al-Al₃Ni(Cu) eutectics at high gravity. **Journal of Crystal Growth**, v. 119, p. 160-166. 1992.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais**: uma introdução. 8.ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016. ISBN 978-85-216-3058-6.

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.

CORREA, F.; MUSSI, R.; HUMANN, M.; L., C.; BANDEIRA, I. N. Brazilian microgravity program: Challenges and perspectives. In: ESA SYMPOSIUM ON EUROPEAN ROCKET AND BALLOON PROGRAMMES AND RELATED RESEARCH, 17., 2005, Sandefjord. **Proceedings...** Norway: Sandefjord, 2005.

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.

FERRO, R. M.; FERREIRA, W. G.; CALENZANI, A. F. G. Estado da arte: análise dinâmica de estruturas de aço suportes de máquinas rotativas. In:

SIMPÓSIO DE MECÂNICA COMPUTACIONAL (SIMMEC), 11,; ENCONTRO MINEIRO DE MODELAGEM COMPUTACIONAL, 2., 2017, Juiz de Fora.

Anais... 2014.

FRIEDRICH, J.; MÜLLER, G. Convection in crystal growth under high gravity on a centrifuge. In: REGEL, L. L.; WILCOX, W.R. (Eds.). **Centrifugal materials processing**. New York: Plenum Press, 1997. p.17-28.

FREITAS, F. E. **Utilização de uma centrífuga de baixo custo para estudo da influência da alta gravidade na solidificação da liga eutética PbSn.**

Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) - Universidade do Vale do Paraíba, São José dos Campos, 2011. Disponível em:

<<http://biblioteca.univap.br/dados/000003/0000039D.pdf>>. Acesso em: 11 jan. 2018.

FREITAS, F. E.; TOLEDO, R. C.; POLI, A. K. S.; AN, C. Y. ; BANDEIRA, I. N. . The influence of high gravity in PbSn eutectic alloy. **Materials Science Forum**, 2016. v. 869, p. 631-636.

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

HALLIDAY, D.; RESNICK, R.; WALKER, J. **Fundamentos da física**. 8.ed. São Paulo: LTC, 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. 1, p. 1–50.

HARPER, C. **Electronic materials and processes handbook**. New York: McGraw-Hill, 2003. (Electronic Packaging and Interconnection Series). ISBN 9780071402149. 69.

- HIBBELER, R. C. **Resistência dos materiais**. 7.ed. São Paulo: Person Pretince Hall, 2009. 637 p. ISBN 978-85-7605-373-6. 401.
- 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.
- KARP, Gerald. **Cell and molecular biology: concepts and experiments**. 4.ed. Hoboken: John Wiley and Sons, 2005.
- KURZ, W.; FISHER, D. J. **Fundamental of solidification**. 4.ed. Switzerland: Trans Tech Publications, 1998. 305 p. ISBN 08-784-9804-4.
- LI, G.; ZHANG, L. J.; LIU, D. J.; YU, P. F.; LIAW, P. K.; LIU, R. P. Gravity influence on solidification and segregation of CoCrFeNiCu/Y high entropy alloy. **Materials Chemistry and Physics**, v. 210, p.315-319, 2018. . Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.05.040>>.
- 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.
- NUSSENZVEIG, H. M. **Curso de física básica**. 4.ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2002. ISBN 58-212-0298-9.
- OHNO, A. **Solidificação dos metais**. São Paulo, SP: LCTE, 1988. 185 p.
- QUARESMA, J. M. V. **Correlação entre condições de solidificação, microestrutura e resistência mecânica**. 323p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) — Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas, 1999.

REGEL, L.L.; WILCOX, W.R. **Materials processing in high gravity**. New York: Plenum Press, 1994.

REGEL, L.L.; WILCOX, W.R. **Centrifugal materials processing**. New York: Plenum Press, 1997.

REGEL, L. L.; TAKAGI, Y.; WILCOX, W. R. Centrifugal diamond film processing. In: REGEL, L. L.; WILCOX, W. R. (Eds.). **Centrifugal materials processing**. New York: Plenum Press, 1997.

RIOS, C. T.; TREVISAN, F. A.; COELHO, A. A.; CARAN, R. Crescimento direcional e caracterização microestrutural do material compósito *in situ* Al₃Nb-Nb₂Al. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v.16, n.2, p.11-16, 1997.

RUSSELL, J. B. **Química geral**. 2.ed. São Paulo: Makron Books, 1994.

SIMPSON, J. E.; GARIMELLA, S. V.; GROH III, H. C.; ABBASCHIAN R. Bridgman crystal growth of an alloy with thermosolutal convection under microgravity conditions. **Journal of Heat Transfer**, v.123, n.5, p.990-998, 2001. DOI:10.1115/1.1389058.

SERATONI, C. R. **Nucleação e crescimento do eutético austenita / vc em ligas do sistema Fe-V-C. 2009**. 153p. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009. Disponível em:

<www.teses.usp.br/.../Nucleacao_e_crescimento_do_eutetico_austenita_VC_e_m_ligas.pdf>. Acesso em: 21 dez. 2017.

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

ABM, 72., 2017, Rio de Janeiro. **Anais...** . São Paulo: Blucher, 2017. p.1408-1419.

TENÓRIO, P. I. G. **Desenvolvimento de uma centrífuga para ensaios de solidificação de materiais metálicos em alta gravidade**. 2015. 60 p. Monografia (Conclusão de curso em Tecnologia em Manufatura Aeronáutica) – FATEC, São José dos Campos, 2015.

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 centrífuga 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 da liga metálica eutética BiInSn em ambiente de microgravidade utilizando tubo de queda livre, “drop tube”**. 2009. 115 p. (INPE-15736-TDI/1482). Dissertação (Mestrado em Materiais e Sensores) — Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2009. Disponível em: < <http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m18@80/2009/02.26.15.24.06>>. Acesso em: 05 dez. 2017.

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: 11 jan. 2018.

TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N. Cálculo de densidade de ligas eutéticas binárias. In: WORKSHOP EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA ESPACIAIS, 2., 2011, São José dos Campos. **Anais...** 2011.

TOLEDO, R. C.; SILVA, S. A.; AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N. Study of the redistribution of solute in eutectic binary alloys. In: BRAZILIAN MRS MEETING, 11., 2012, Florianópolis, SC. **Proceedings...** 2012.

TRATHO METAL QUÍMICA. **Chumbo estanhoso**. Disponível em: <http://www.tratho.com.br/pdf/Chumbo_e_Estanho.pdf>. Acesso em: 11 jan. 2018.

WEG. **W22 Motor elétrico trifásico**: catálogo técnico mercado brasileiro. Jaraguá do Sul: WEG, 2016. Disponível em: <<http://ecatalog.weg.net/files/wegnet/WEG-w22-motor-trifasico-tecnico-mercado-brasil-50023622-catalogo-portugues-br.pdf>>.

WEG. **Inversor de frequência CFW-08**: manual do usuário. Jaraguá do Sul: WEG, 2009. 213p. Disponível em: <<http://ecatalog.weg.net/files/wegnet/WEG-cfw-08-manual-do-usuario-0899.5241-5.2x-manual-portugues-br.pdf>>.

WEG. **Inversor de frequência**: drives. Disponível em: <<http://www.weg.net/br/Produtos-e-Servicos/Drives/Inversores-de-Frequencia/CFW08>>. Acesso em: 30 out. 2015.

PUBLICAÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS EDITADAS PELO INPE

Teses e Dissertações (TDI)

Teses e Dissertações apresentadas nos Cursos de Pós-Graduação do INPE.

Manuais Técnicos (MAN)

São publicações de caráter técnico que incluem normas, procedimentos, instruções e orientações.

Notas Técnico-Científicas (NTC)

Incluem resultados preliminares de pesquisa, descrição de equipamentos, descrição e ou documentação de programa de computador, descrição de sistemas e experimentos, apresentação de testes, dados, atlas, e documentação de projetos de engenharia.

Relatórios de Pesquisa (RPQ)

Reportam resultados ou progressos de pesquisas tanto de natureza técnica quanto científica, cujo nível seja compatível com o de uma publicação em periódico nacional ou internacional.

Propostas e Relatórios de Projetos (PRP)

São propostas de projetos técnico-científicos e relatórios de acompanhamento de projetos, atividades e convênios.

Publicações Didáticas (PUD)

Incluem apostilas, notas de aula e manuais didáticos.

Publicações Seriadas

São os seriados técnico-científicos: boletins, periódicos, anuários e anais de eventos (simpósios e congressos). Constam destas publicações o Internacional Standard Serial Number (ISSN), que é um código único e definitivo para identificação de títulos de seriados.

Programas de Computador (PDC)

São as sequências de instruções ou códigos, expressos em uma linguagem de programação compilada ou interpretada, a ser executada por um computador para alcançar um determinado objetivo. São aceitos tanto programas fonte quanto executáveis.

Pré-publicações (PRE)

Todos os artigos publicados em periódicos, anais e como capítulos de livros.