

# EFEITOS DA ALTA ACELERAÇÃO NA SOLIDIFICAÇÃO DA LIGA Pb-Sn EUTÉTICA\*

Plínio Ivo Gama Tenório<sup>1</sup>  
Sergio Luiz Mineiro<sup>2</sup>  
Irajá Newton Bandeira<sup>3</sup>  
Rafael Cardoso Toledo<sup>4</sup>  
Chen Ying An<sup>5</sup>

## Resumo

Este trabalho tem objetivo de estudar a influência da macrogravidade ( $g > 1$ ) na solidificação de materiais, para isso, foi utilizada a centrífuga desenvolvida no Laboratório Associado de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LABAS/INPE). O material escolhido foi a liga de chumbo-estanho eutética ( $Pb_{38,1}Sn_{62,9}$  % p.) devido principalmente a seu baixo ponto de fusão. As caracterizações realizadas foram de densimetria e de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados obtidos indicam que a macrogravidade afeta a diretamente redistribuição do soluto, e conseqüentemente, na microestrutura do material.

**Palavras-chave:** Solidificação; Ligas eutéticas; Alta gravidade.

## EFFECTS OF HIGH ACCELERATION ON EUTECTIC Pb-Sn ALLOY SOLIDIFICATION

### Abstract

The objective of this work is to study the macrogravity ( $g > 1$ ) influence on the solidification of materials, for this, was used the centrifuge developed in the Associated Laboratory of Sensors and Materials of the National Institute of Space Research (LABAS / INPE). The chosen material was the lead-tin eutectic alloy ( $Pb_{38,1}Sn_{62,9}$  %wt). Characterized by densimetry and scanning electron microscopy (SEM). The results show that microgravity have directly affects in the solute redistribution, and consequently, in the material's microstructure.

**Keywords:** Solidification; Eutectic Alloys; High gravity.

<sup>1</sup> Laboratório Associado de Sensores e Materiais, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, São Paulo – Brasil.

<sup>2</sup> Laboratório Associado de Sensores e Materiais, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, São Paulo – Brasil.

<sup>3</sup> Laboratório Associado de Sensores e Materiais, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, São Paulo – Brasil.

<sup>4</sup> Laboratório Associado de Sensores e Materiais, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, São Paulo – Brasil.

<sup>5</sup> Laboratório Associado de Sensores e Materiais, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, São Paulo – Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

A solidificação é um processo de mudança de fase que pode ser influenciado por uma variedade de mecanismos. Em geral esses mecanismos são conhecidos como nucleação e crescimento, que por sua vez, são etapas que podem ser influenciadas pela ação da gravidade, pois essa alteração na aceleração ( $g$ ) é capaz causar alterações na transferência de massa e calor e, devido à ação da aceleração de Coriolis no fluido, a estabilidade do fluxo [1 a 6].

Em geral o equipamento utilizado para solidificar materiais em altas acelerações são centrífugas [7 e 8]. Entretanto este equipamento não é comum e nem de fácil obtenção. Para superar essa dificuldade uma centrífuga para experimentos de solidificação em altas acelerações (Figura 1) foi desenvolvida no Laboratório Associado de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LABAS/INPE) [9].



Figura 1. Centrífuga do LABAS/INPE

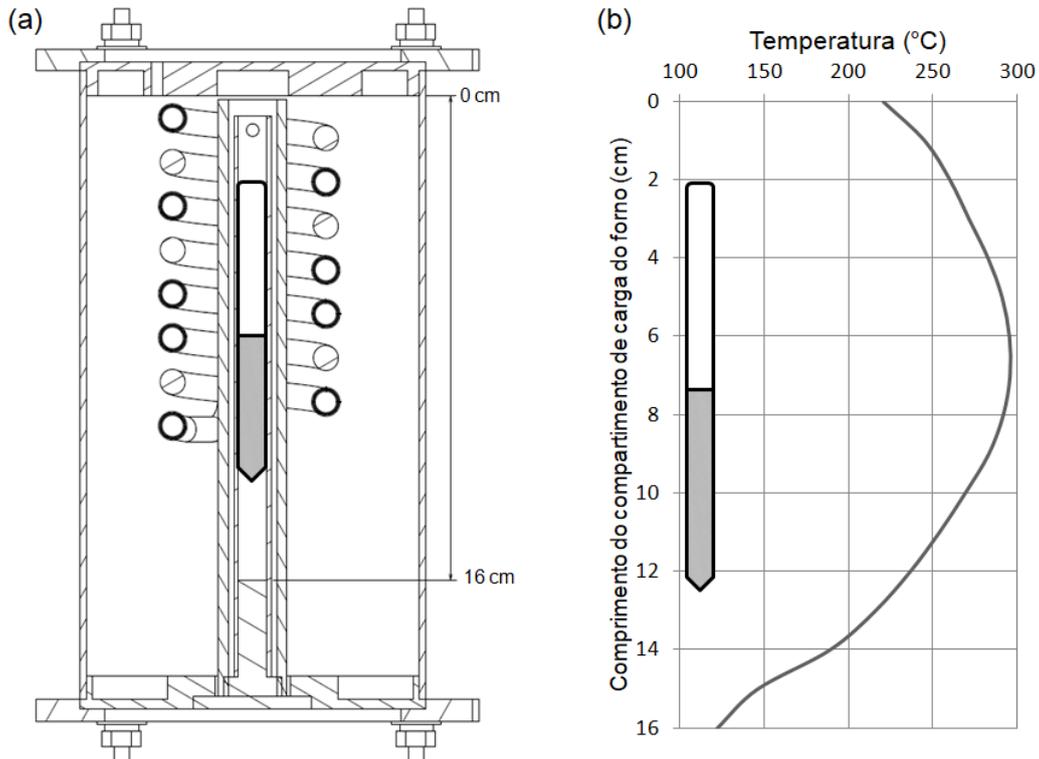
Trabalhos anteriores utilizando centrifugação para o processamento de materiais apresentaram resultados diferentes quando comparados com métodos convencionais de fundição, como por exemplo, aumento em propriedades mecânicas de uma liga da família Al-Si [8] ou mudanças nas propriedades microestruturais do material [7 e 10].

Sendo assim, o objetivo desse trabalho é estudar a influencia da alta aceleração na solidificação de materiais. Para tal, o material escolhido foi a liga eutética de Pb-Sn devido a propriedades físicas como baixo ponto de fusão ( $183\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), baixa pressão de vapor e por não reagir com a superfície da ampola de quartzo; que tem como principal aplicação a junção de materiais (processo de soldagem), como material de adição [11].

## 2 DESENVOLVIMENTO

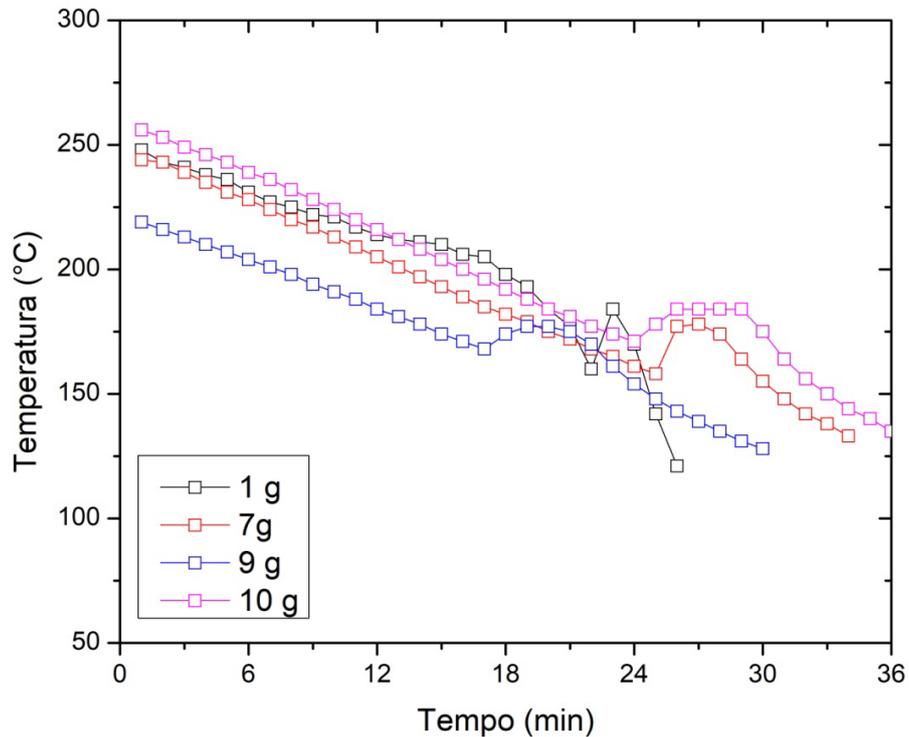
Utilizando a centrífuga do LABAS/INPE foi possível obter amostras solidificadas sob acelerações de 1, 7, 9 e  $10g$ . Para os experimentos, ampolas de quartzo contendo a liga Pb-Sn eutético em estado sólido foram posicionadas no interior do forno, localizado na extremidade do braço da centrífuga, e aquecidas até  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ , a temperatura e a posição da ampola são determinadas conforme perfil térmico do

forno (Figura 2). Quando o metal estava em estado líquido o forno era desligado e a rotação acionada.



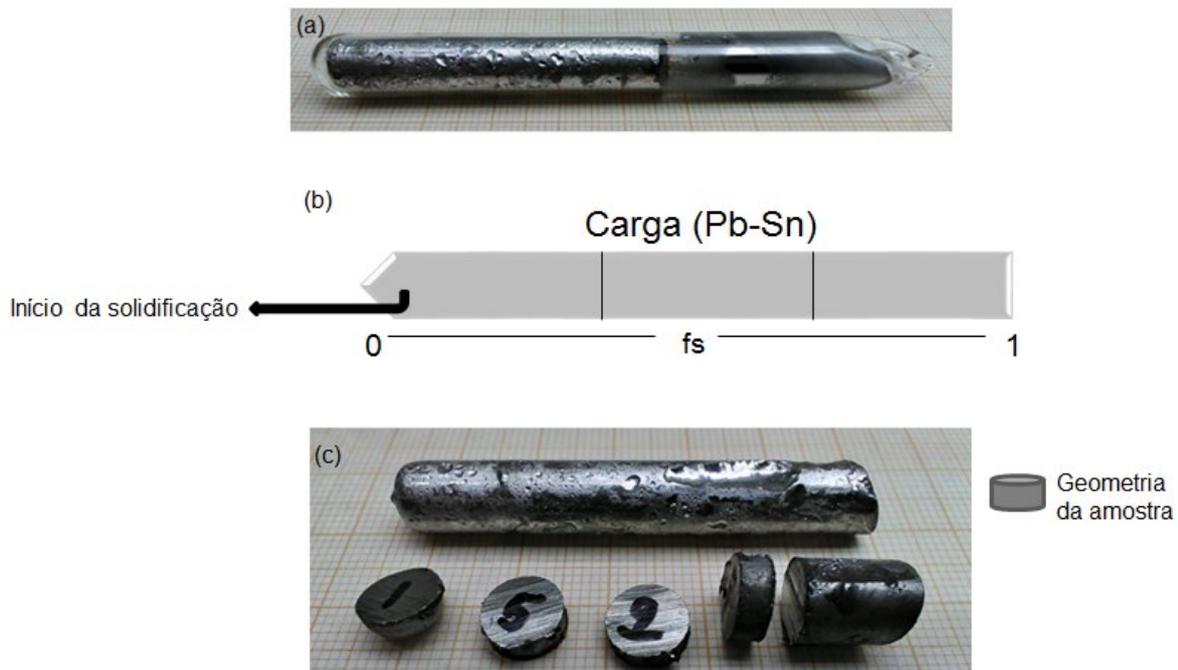
**Figura 2.** a) Posicionamento da ampola no forno; b) posicionamento da ampola no perfil térmico do forno. [12]

Durante o experimento um termopar foi acoplado na ampola, fixado externamente e posicionado aproximadamente no meio da amostra. O gráfico apresentado na Figura 3 é resultado dessa medição, nele é apresentado o resfriamento de cada amostra, é possível observar que em todos os casos aparece um patamar, referente ao super-resfriamento, evidenciando a mudança para o estado sólido que ocorreu na liga. Após os experimentos na centrífuga as amostras sofreram preparação metalográfica, passando pelo processo de corte e embutimento com resina polimerizável a frio, após estas etapas se sucederam o lixamento, com utilização de sucessivas lixas d'água de granulação de 600, 800, 1200 e 2000 Mesh, e o polimento, utilizando pasta de diamante de granulações de 0,9  $\mu\text{m}$  e 0,6  $\mu\text{m}$  sobre o feltro. Não foram realizados ataques químicos.



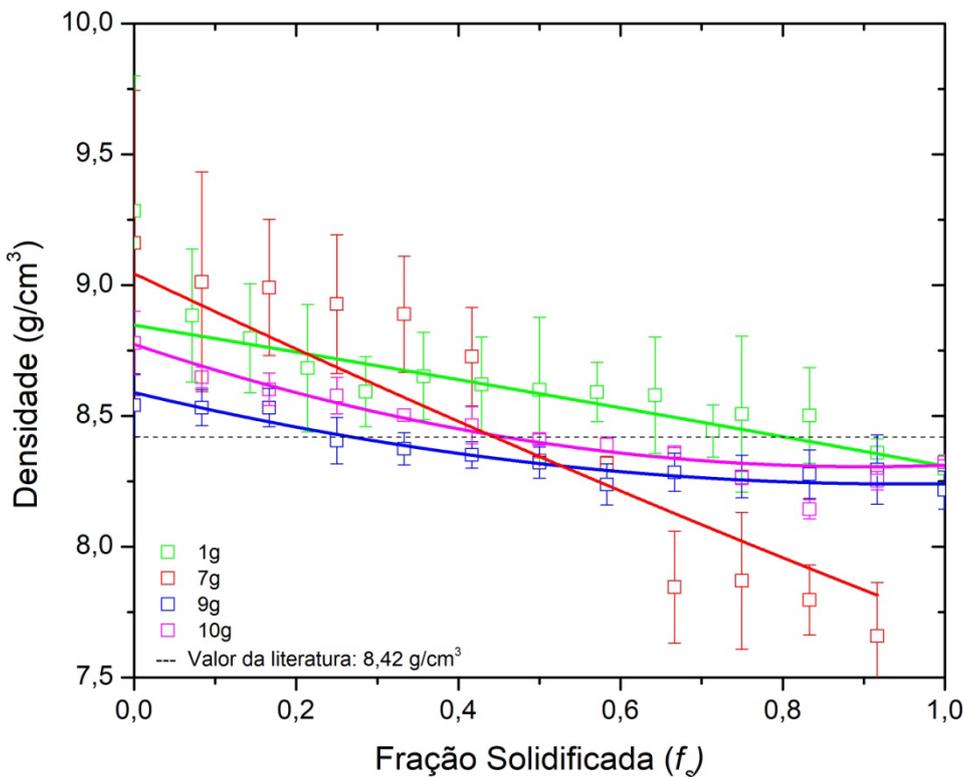
**Figura 3.** Curvas de resfriamento das amostras solidificadas em diferentes gravidades.

Foram realizadas caracterizações de densidade e microestruturais a fim de identificar as diferenças entre as ligas solidificadas em diferentes acelerações. Devido a geometria da ampola (Figura 4), afinada em uma das extremidades, e ao perfil térmico do forno, a solidificação tende a iniciar nas frações iniciais da amostra, devido a área reduzida e temperatura menor.



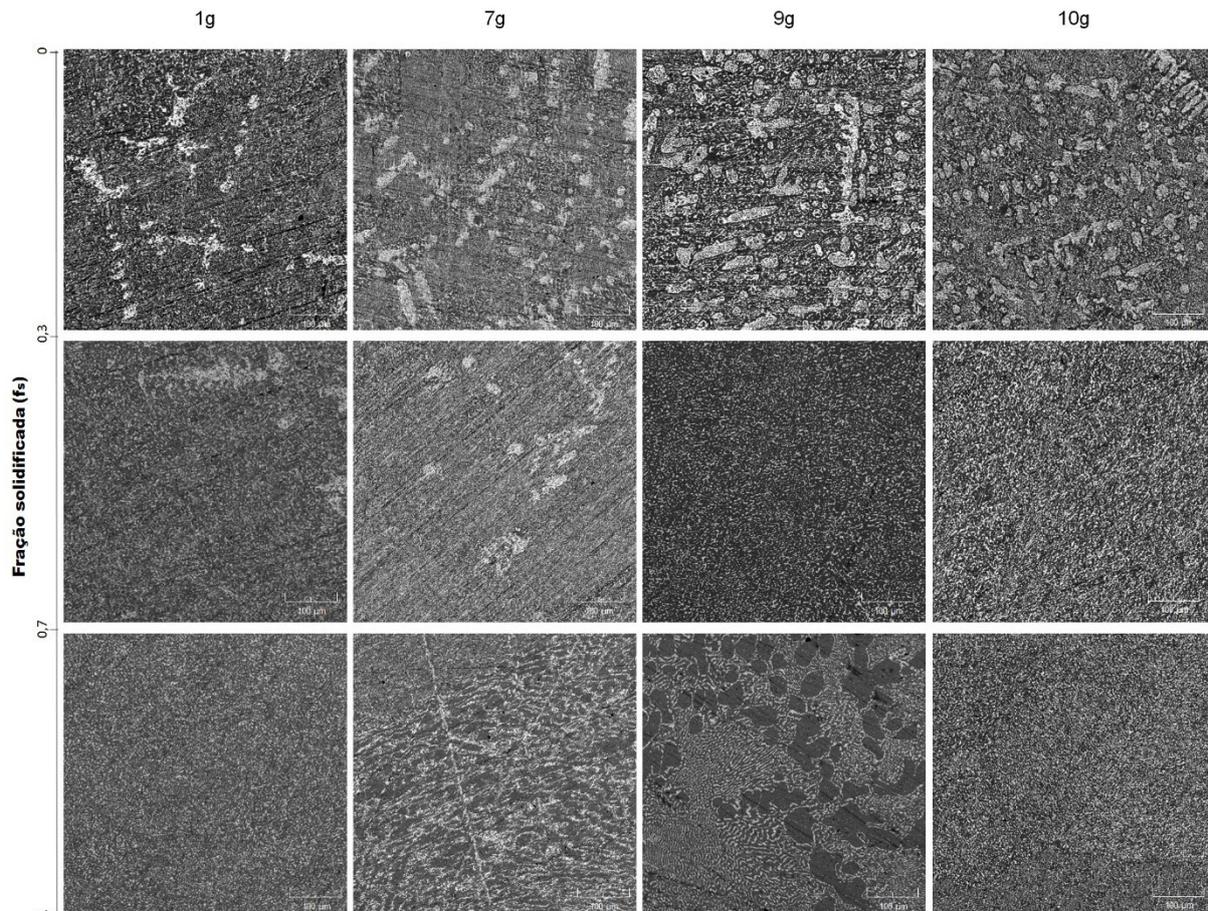
**Figura 4.** (a) ampola com a amostra após ensaio de solidificação; (b) esquema representado o início da solidificação; (c) geometria da seção caracterizada.

Na Figura 5 está apresentado o gráfico de densidade em relação a fração solidificada das amostras solidificadas em 1, 7, 9 e 10g. A medição dessa propriedade foi realizada a partir do princípio de Arquimedes, onde um corposubmerso 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 [14]. Para isso, foi utilizado o tetracloreto de carbono ( $\text{CCl}_4 = 1,59 \text{ g/cm}^3$ ) como fluido e todas as medições de massa foram feitas em uma balança analítica QUIMIS Q500L-210C. É possível observar que em todas as amostras as frações solidificadas iniciais possuem maior densidade, ou seja, maior presença de chumbo, que as frações finais.



**Figura 5.** Densimetria das amostras solidificadas em diferentes gravidades.

Na caracterização microestrutural (Figura 6) foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Tescan modelo Mira3, as imagens foram obtidas por elétrons retro-espalhados. Observa-se a presença de duas fases eutéticas: uma fase  $\alpha$  rica em chumbo (tonalidade de cinza clara) e outra fase  $\beta$  rica em estanho (cinza escura). Ainda, é possível observar a formação de ilhas ou dendritas da fase  $\alpha$  primária nas frações solidificadas iniciais ( $0 < f_s < 0,3$ ) e formação eutética irregular nas demais partes das amostras, uma exceção pode ser observada na amostra solidificada com 9g onde nas frações solidificadas finais ( $0,7 < f_s < 1$ ) também ocorre formação de fase  $\beta$  primária.



**Figura 6.** Microscopia eletrônica de varredura por elétrons retro-espalhados das amostras solidificadas em diferentes gravidades.

### 3 CONCLUSÃO

A partir das amostras solidificadas na centrifuga do LAS/INPE e com base nas análises de densimetria e as de MEV na liga eutética Pb-Sn solidificadas em macrogravidade ( $g > 7$ ), os resultados indicam que a gravidade influencia diretamente na redistribuição do soluto, apresentando curvas decrescentes de densidade na densimetria e na presença de estruturas (ilhas e/ou dendritas) da fase  $\alpha$  (fase rica em chumbo) e fase  $\beta$  (rica em estanho) apresentadas nas microestruturas.

### Agradecimentos

Os autores são gratos a Capes e ao CNPq pelo suporte financeiro.

### REFERÊNCIAS

- 1 HAMACHER, H.; FITTON, B.; KINGDON, J. The environment of earth-orbiting systems. In: WALTER, H. U. (Ed.). Fluid sciences and materials science in space: a european perspective. Berlin, Germany: Springer, 1987. Cap. 1, p. 1-50
- 2 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.

- 3 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.
- 4 AN, C. Y.; RUSSO, L. C.; RIBEIRO, M. F.; BANDEIRA, I. N. A low cost centrifuge for materials processing in high gravity. New York: Plenum Press, 1997.
- 5 DHINDAW, B. K. Solidification under microgravity. Sadhana, v. 26, p. 59–69, 2001.
- 6 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
- 7 FREITAS, FILIPE ESTEVÃO; TOLEDO, RAFAEL CARDOSO; POLI, A.K.S.; An, Chen Y.; BANDEIRA, IRAJÁ NEWTON . The Influence of High Gravity in PbSn Eutectic Alloy. Materials Science Forum (Online), v. 869, p. 631-636, 2016.
- 8 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
- 9 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.1408-141
- 10 REGEL, L.L.; WILCOX, W.R. Centrifugal materials processing. New York: Plenum Press, 1997.
- 11 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.
- 12 TENÓRIO, P. I. G. Estudo da solidificação em macrogravidade da liga eutética Pb-Sn. 96 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2018.