

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

Plínio Ivo Gama Tenório¹
Sergio Luiz Mineiro²
Irajá Newton Bandeira³
Rafael Cardoso Toledo⁴
Chen Ying An⁵

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.

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

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

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

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

⁵ 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

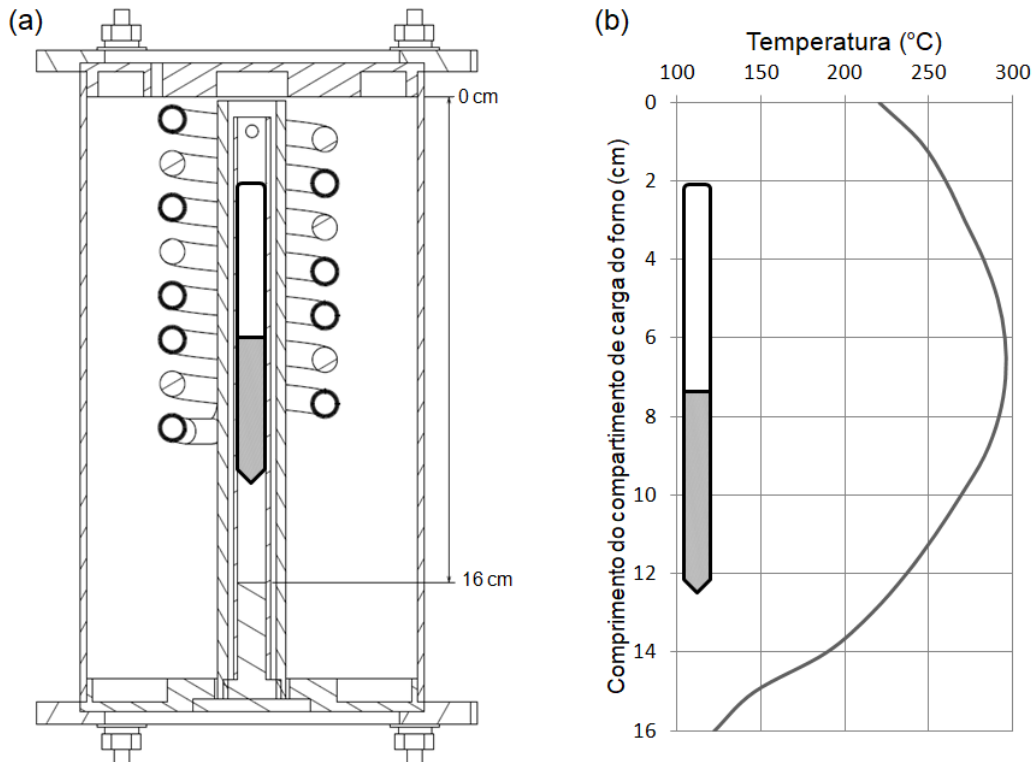
Trabalhos anteriores utilizando centrifugação para o processamento de materiais apresentaram resultados diferentes quando comparados com métodos convencionais de fundição, como por exemplo, aumento em propriedades mecânicas de uma liga da família Al-Si [8] ou mudanças nas propriedades microestruturais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

Sendo assim, o objetivo desse trabalho é estudar a influência 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.



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 μm e 0,6 μm sobre o feltro. Não foram realizados ataques químicos.

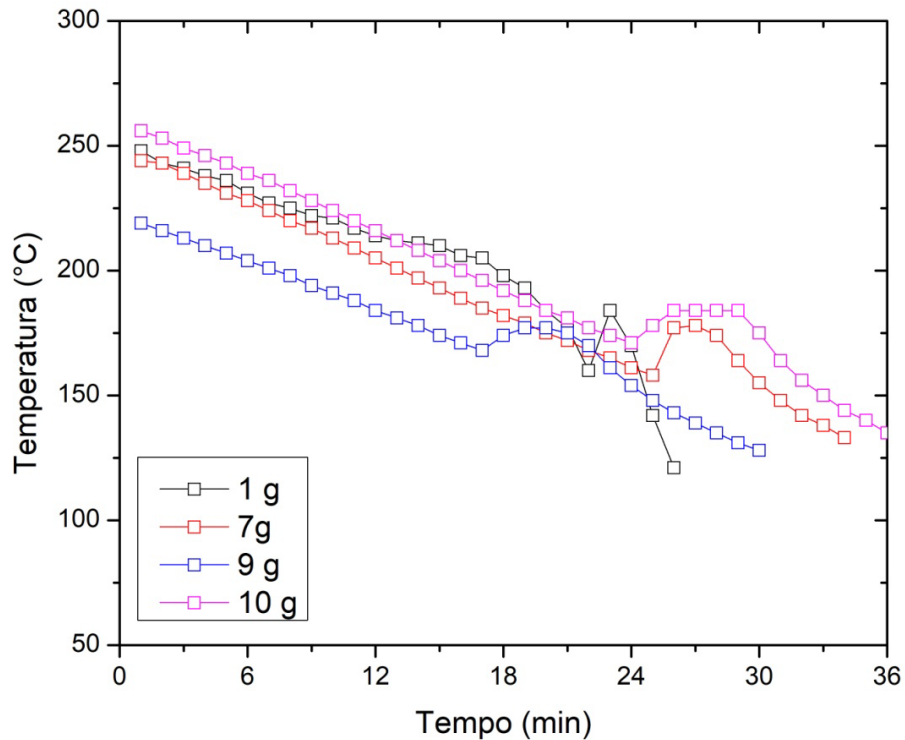


Figura 3. Curvas de resfriamento das amostras solidificadas em diferentes gravidades.

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.

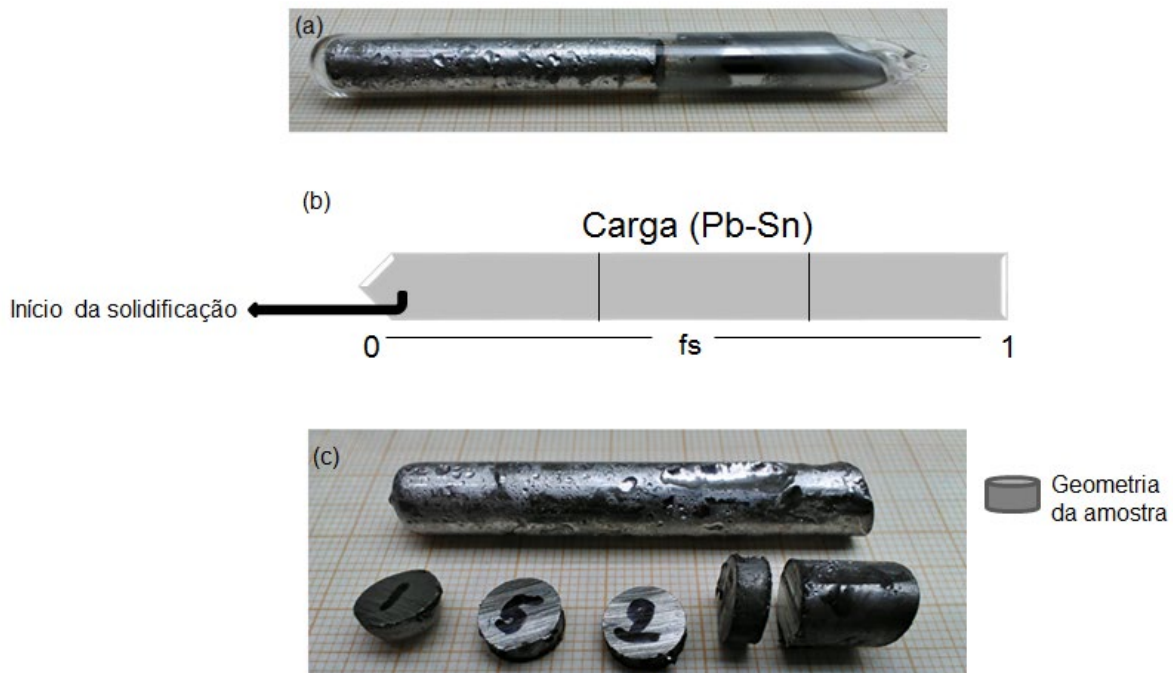


Figura 4. (a) ampola com a amostra após ensaio de solidificação; (b) esquema representado o início da solidificação; (c) geometria da seção caracterizada.

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.

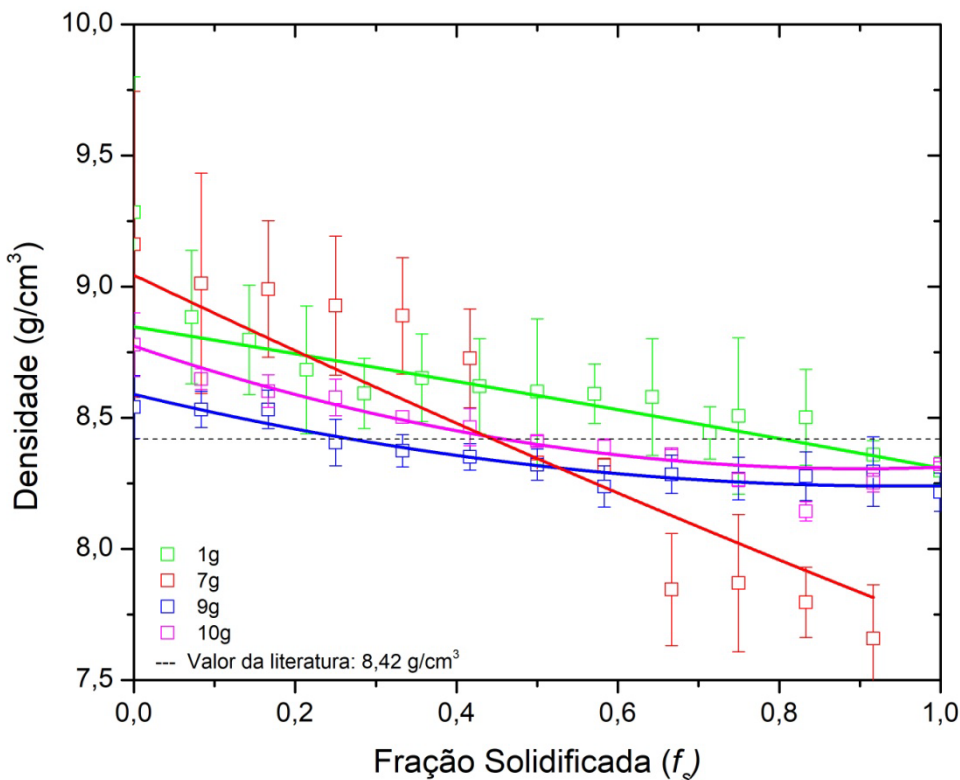


Figura 5. Densimetria das amostras solidificadas em diferentes gravidades.

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 α rica em chumbo (tonalidade de cinza clara) e outra fase β rica em estanho (cinza escura). Ainda, é possível observar a formação de ilhas ou dendritas da fase α 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 β primária.

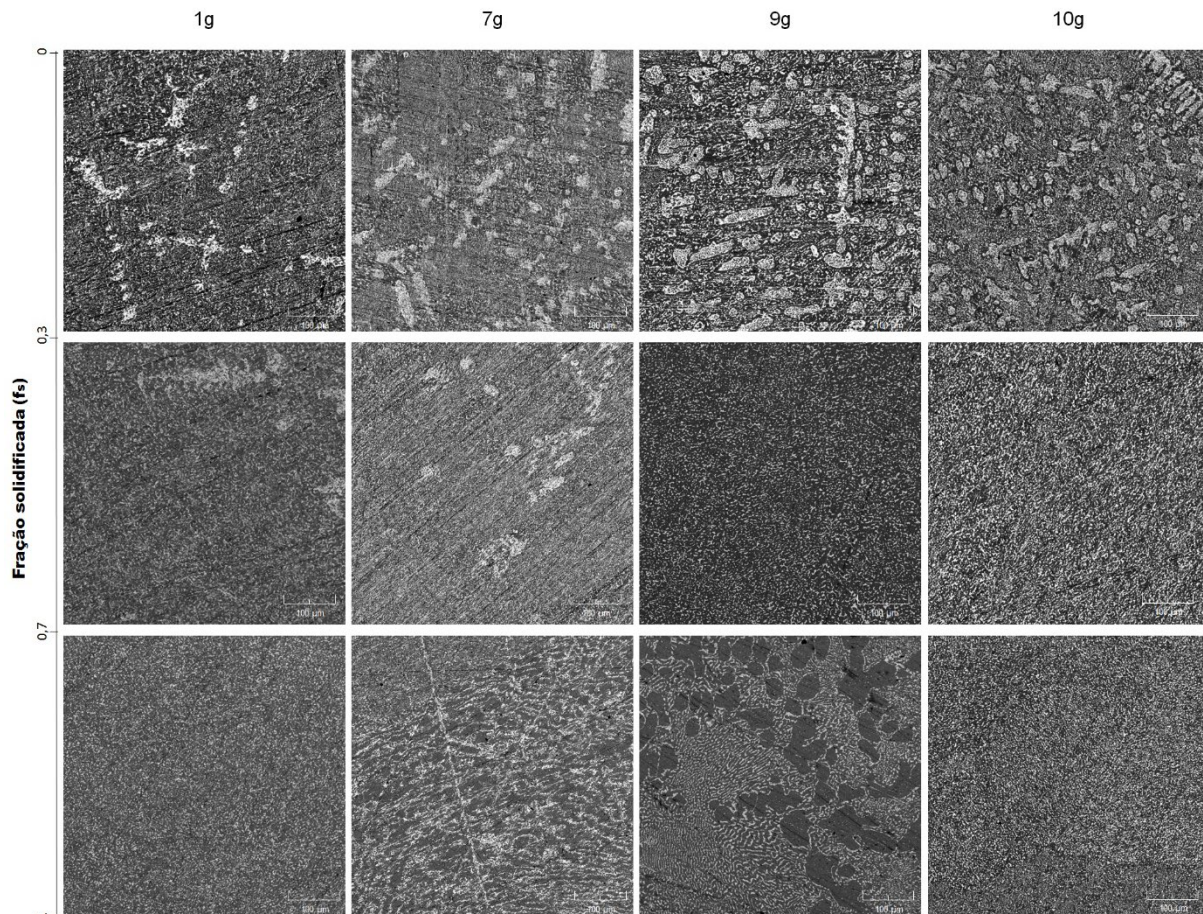


Figura 6. Microscopia eletrônica de varredura por elétrons retro-espalhados das amostras solidificadas em diferentes gravidades.

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 α (fase rica em chumbo) e fase β (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.