

ESPAÇAMENTOS CELULARES E DENDRÍTICOS PRIMÁRIOS, SECUNDÁRIOS E TERCIÁRIOS NA SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL DE LIGAS Sn-Pb

Otávio Fernandes Lima da Rocha¹
Fernando Sá²
Cláudio Alves Siqueira³
Amauri Garcia⁴

Resumo: A elevada importância tecnológica dos processos de fundição e lingotamento contínuo despertou o grande interesse de pesquisadores em todo mundo de correlacionar quantitativamente os parâmetros térmicos da solidificação com os espaçamentos celulares e dendríticos, pois, é sabido que espaçamentos intercelulares e interdendríticos menores proporcionam melhores propriedades mecânicas nos produtos fundidos. A maioria dos trabalhos encontrados na literatura aborda condições de extração de calor em regime estacionário. Este trabalho tem como objetivo principal investigar a influência dos parâmetros térmicos da solidificação como velocidade de crescimento (V_L) e taxa de resfriamento (\dot{T}) nos espaçamentos celulares, dendríticos primários, secundários e terciários, em condições de solidificação em regime transitório. Para tanto, foi utilizado um sistema de solidificação unidirecional vertical refrigerado a água e três ligas do sistema Sn-Pb (Sn-1,5%; 20% e 25%Pb).

Palavras Chaves: Solidificação Unidirecional; Parâmetros Térmicos da Solidificação, Espaçamentos Celulares e Dendríticos Primários, Secundários e Terciários.

V Seminário de Fundição -ABM

17 a 19 de maio de 2004 – Salvador – BA - Brasil

¹ Professor Doutor/Coordenação de Metalurgia e Materiais/CEFET-PA

² Doutorando/Departamento de Engenharia de Materiais/UNICAMP/UFPA-PA

³ Doutor/Pós-doutorando/Departamento de Engenharia de Materiais/UNICAMP

⁴ Professor Titular do Departamento de Engenharia de Materiais/UNICAMP

1. INTRODUÇÃO

Os tipos de microestruturas presentes em uma liga estão fortemente relacionados com a modificação da interface entre o sólido e o líquido (S/L) durante o processo de solidificação. Pode-se passar da forma plana típica dos metais puros para estruturas celulares e dendríticas, através de variações dos parâmetros térmicos do sistema metal/molde durante a solidificação. O soluto ou o solvente, são segregados na interface S/L, o que provoca uma composição não uniforme no líquido à frente da interface podendo provocar sua instabilidade. Este acúmulo de teor de soluto à frente da interface S/L, promove o surgimento de um fenômeno favorável à nucleação e responsável por sua gradativa instabilidade conhecido na literatura [Garcia, 2001] como super-resfriamento constitucional (SC). Apesar da forte influência do soluto e do solvente, esses não são os únicos responsáveis pelas modificações que ocorrem na interface S/L, a velocidade de solidificação (V_L), gradientes de temperaturas (G_L) e taxas de resfriamento ($\dot{T} = G_L \cdot V_L$) assumem também um papel de elevada importância nesse fenômeno, como mostra a Figura 1.1.

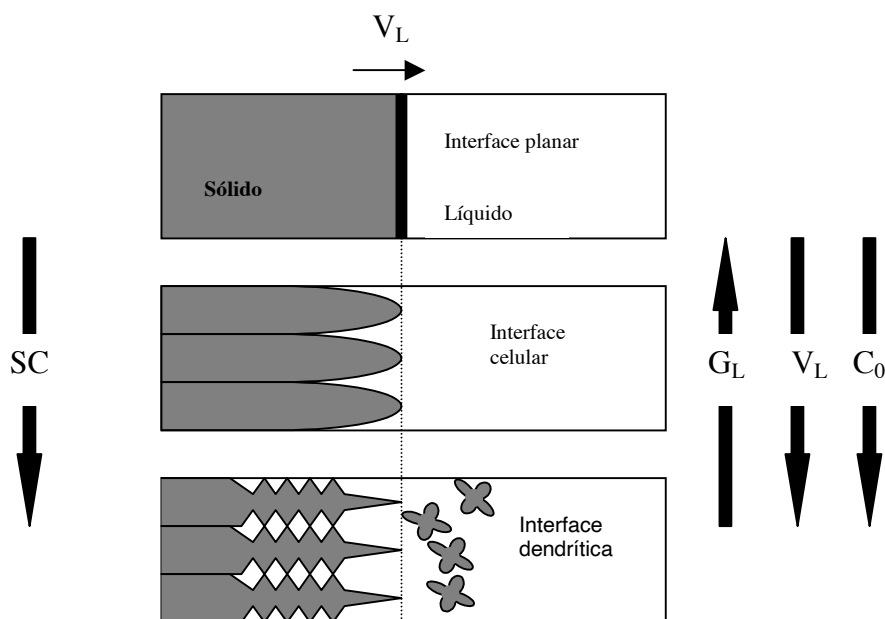


Figura 3.3. Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência na formação das estruturas de solidificação: SC – grau de super-resfriamento; G_L – gradiente térmico à frente da interface; V_L – velocidade da interface e C_0 – concentração de soluto.

Muitos estudos tem sido reportados na literatura [Rocha et al, 2002/2003; Hunt, 1979; Kurz-Fisher, 1992; Hunt-Lu, 1996;; Bouchard-Kirkaldy, 1997; Feng et al, 1999; Gunduz e Cardili, 2002], os quais caracterizam a variação dos espaçamentos celulares e dendríticos primários e secundários com a velocidade de solidificação (V_L), gradiente

de temperatura (G_L) no líquido e taxa de resfriamento (\dot{T}), na maioria deles envolvendo solidificação em condições de fluxo de calor estacionário. Dos modelos teóricos conhecidos na literatura somente os propostos por Hunt-Lu [1996] para espaçamentos celulares e dendríticos primários e Bouchard-Kirkaldy [1997] para espaçamentos dendríticos primários (λ_1) e secundários (λ_2), assumem condições de solidificação com extração de calor em regime transitório, os demais para regime estacionário. Não existem modelos teóricos, bem como são escassos na literatura estudos experimentais que visam caracterização e quantificação dos espaçamentos dendríticos terciários (λ_3). Somente Sá et al [2002] e Grugel [1993], desenvolveram trabalhos experimentais para regimes transitório e estacionário de extração de calor, respectivamente, os quais obtiveram expressões experimentais que correlacionam λ_3 em função dos parâmetros térmicos V_L e \dot{T} .

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Foram utilizadas as ligas Sn 1,5% 20% e 25%Pb (% em peso), molde constituído de uma chapa de aço 1010 de formato circular com espessura de 3 mm e 50 mm de diâmetro interno, cujas características termofísicas, tanto das ligas quanto do molde, encontram-se publicadas em artigos prévios [Rocha et al,2002/2003]. O molde foi fixado à base de um cilindro vazado de aço inoxidável de 110 mm de altura. Adotou-se superaquecimento de 10% acima das temperaturas liquidus das ligas analisadas.

O sistema completo de solidificação utilizado foi detalhado em artigos prévios (Rocha, 2002/2003), o qual foi projetado de tal modo que a extração de calor seja realizada somente pela parte inferior refrigerada a água, promovendo uma solidificação unidirecional vertical ascendente.

As ligas foram fundidas *in situ* e as resistências elétricas laterais do forno tiveram sua potência controlada a fim de permitir a obtenção de níveis de superaquecimentos desejados. Para começar a solidificação as resistências elétricas foram desligadas e ao mesmo tempo o fluxo de água foi iniciado.

As temperaturas no metal foram monitoradas durante a solidificação através de um conjunto de 5 (cinco) termopares tipo K localizados no metal líquido nas seguintes posições em relação à interface metal/molde: 5 mm, 10 mm, 15 mm, 30 mm e 50 mm. Todos os termopares foram conectados por um cabo coaxial em um registrador de dados interfaceado com um computador, e os dados de temperatura foram adquiridos automaticamente.

Finalmente, os lingotes obtidos foram submetidos à técnicas metalográficas para caracterizar e quantificar as estruturas celulares e dendríticas resultantes. Nove corpos de provas foram retirados dos mesmos e a seguinte solução ácida foi utilizada na revelação microestrutural: 50 ml de glicerina, 35 ml de ácido acético e 15 ml de ácido nítrico, 38-40 °C.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para cada liga foram obtidos os mapeamentos de temperaturas para as cinco diferentes posições dos termopares no metal a partir da interface metal/molde,

conforme mostra a Figura 2 para a liga Sn-1,5%Pb. Os respectivos parâmetros térmicos são determinados através desses mapeamentos de temperaturas, de acordo com a metodologia aplicada por Rocha [2002/2003].

As Figuras 3 e 4, mostram, respectivamente, a comparação entre as curvas obtidas experimentalmente para as velocidades da isoterma liquidus (V_L) e para as taxas de resfriamento (\dot{T}) em função da posição, onde se observa que os valores de V_L e \dot{T} diminuem para posições mais afastadas da interface metal/molde, o que era esperado, devido o aumento crescente da resistência térmica da camada solidificada com a evolução do processo de solidificação. Nota-se também, através dessas figuras, que os valores de V_L e \dot{T} diminuem com o aumento do teor de soluto (Pb).

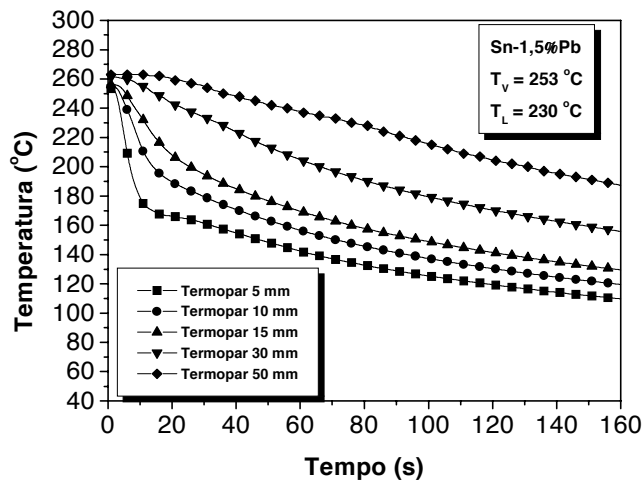


Figura 2. Curvas de resfriamento experimentais para os 5 termopares inseridos no metal a 5, 10, 15, 30, 50mm da interface metal/molde.

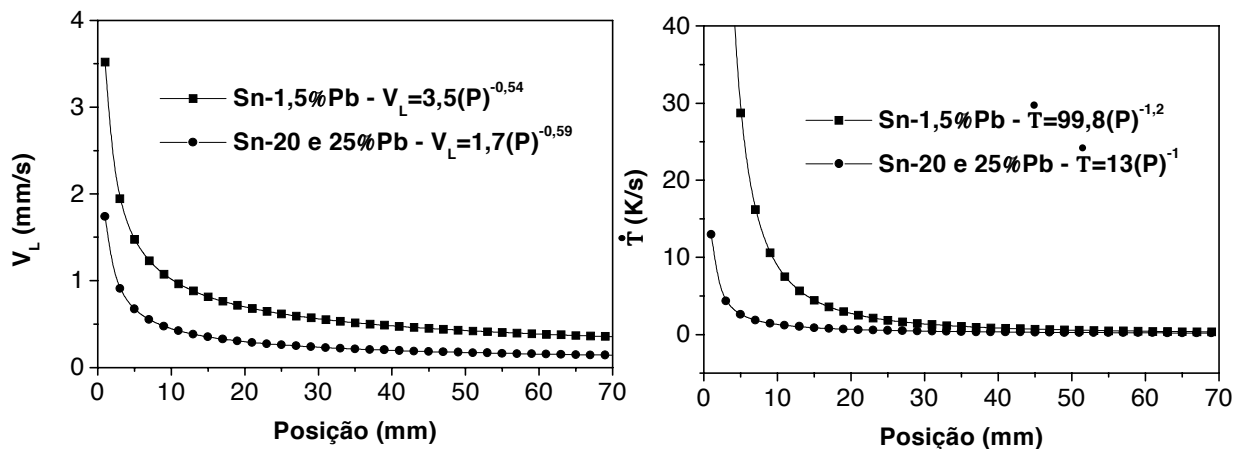


Figura 3. Correlação entre as curvas experimentais que representam a velocidade da isoterma liquidus e a taxa de resfriamento em função da posição.

As Figuras 4 e 5 apresentam, respectivamente, para as ligas Sn-20 e 25%Pb e Sn-1,5%Pb, correlações entre os parâmetros térmicos e os espaçamentos dendríticos primários, secundários e terciários e celulares. Verifica-se pela Figura 3 que o uso da água de refrigeração impõe elevados valores de V_L e \dot{T} próximo à base refrigerada. Essa influência, para o sistema de liga estudado, translada-se para os espaçamentos celulares e dendríticos determinados experimentalmente, isto é, nota-se que os espaçamentos diminuem com o aumento desses parâmetros térmicos. Pode-se também observar, pelas figuras que representam a correlação dos espaçamentos celulares e dendríticos primários com a taxa de resfriamento, que o expoente $-0,55$, obtido para todos os casos investigados, caracteriza a lei de crescimento dos espaçamentos primários com \dot{T} . Esse comportamento mostra uma boa concordância com o modelo teórico de Bouchard-Kirkaldy [1997] e com os resultados experimentais obtidos por esses autores para solidificação de ligas de vários sistemas binários em regime transitório de extração de calor, sintetizados em uma lei exponencial da forma $\lambda_1 = \text{constante}(\dot{T})^{-0,50}$. Da mesma forma, as figuras que representam o crescimento dos espaçamentos dendríticos secundários com a velocidade de resfriamento, mostram que um expoente de $2/3$ ($\sim 0,67$) caracteriza a lei de crescimento dendrítico secundário com V_L . Esses resultados estão em perfeita conformidade com o modelo teórico desenvolvido por Bouchard-Kirkaldy [1997]. Também é encontrado um expoente igual $-1/3$ ($0,33$) para a lei de crescimento de λ_2 com \dot{T} , o que torna o resultado bastante coerente para condições de regime transitório de extração de calor, devido ao relacionamento de \dot{T} e V_L prevista pelas equações analíticas de Garcia [1978/2001] na forma $\dot{T} = \text{constante}(V_L)^2$. O expoente de $-1/3$ também é previsto pelas equações teóricas desenvolvidas por Kurz-Fisher [1992], Feurer [1977] e Mortensen [1991].

No que se refere às leis de crescimento para os espaçamentos dendríticos terciários, verifica-se que os expoentes encontrados são absolutamente iguais àqueles obtidos para os espaçamentos primários, o que de fato comprova que os espaçamentos terciários crescem a partir das ramificações secundárias e na mesma direção dos espaçamentos celulares e dendríticos primários.

A Figura 6 representa os valores médios experimentais dos espaçamentos dendríticos terciários em comparação com as leis de crescimento obtidas para os espaçamentos dendríticos primários (Figura 4). Esta figura consolida os dados experimentais de λ_3 e das curvas de crescimento de λ_1 , e uma única lei de crescimento de λ_3 bem como de λ_1 pode ser verificada para as ligas Sn-20% e 25%Pb. Observa-se também que os valores dos espaçamentos dendríticos primários são aproximadamente 4 (quatro) vezes maiores que os valores dos terciários, o que permite prever sem caracterizar e quantificar, para o sistema de liga analisado, os valores de λ_3 a partir do conhecimento dos valores de λ_1 .

As microestruturas típicas observadas ao longo das seções transversais e longitudinais das ligas Sn-Pb são mostradas na Figura 7 para algumas posições.

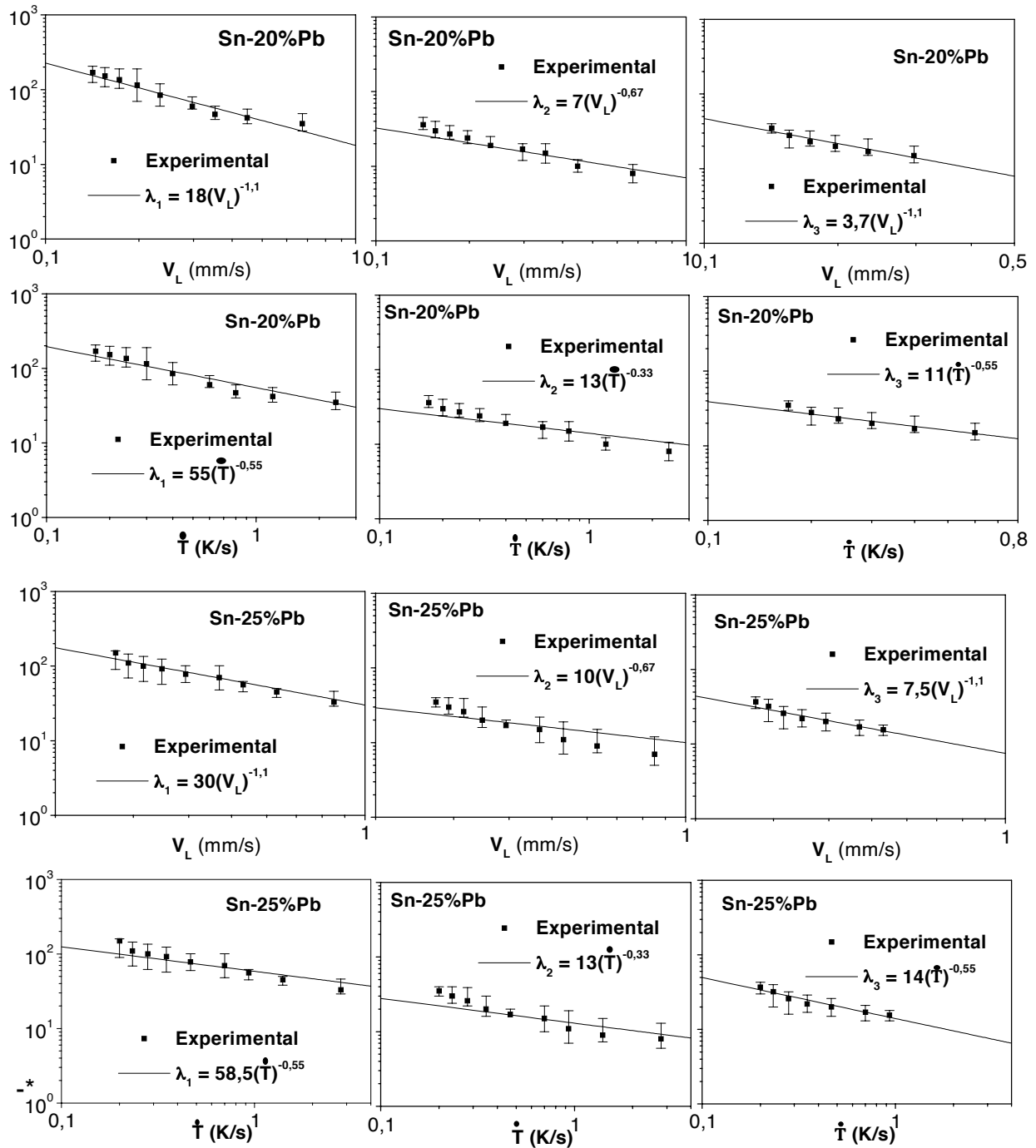


Figura 4. Espaamentos dendrıticos primarios, secundarios e terciarios em funo da velocidade de deslocamento da isoterma liquidus e da taxa de resfriamento, para as ligas Sn-20 e 25%Pb.

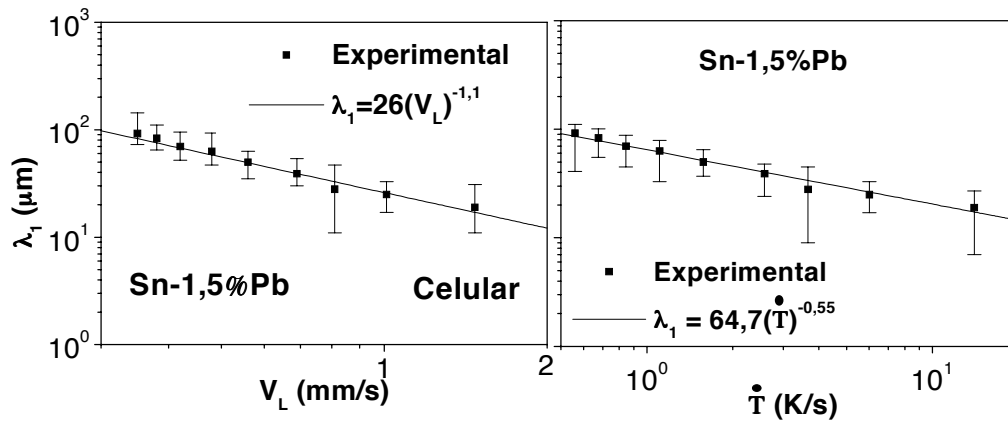


Figura 5. Espaamentos celulares em funo da velocidade de deslocamento da isoterma liquidus e da taxa de resfriamento, para a liga Sn-1,5%Pb.

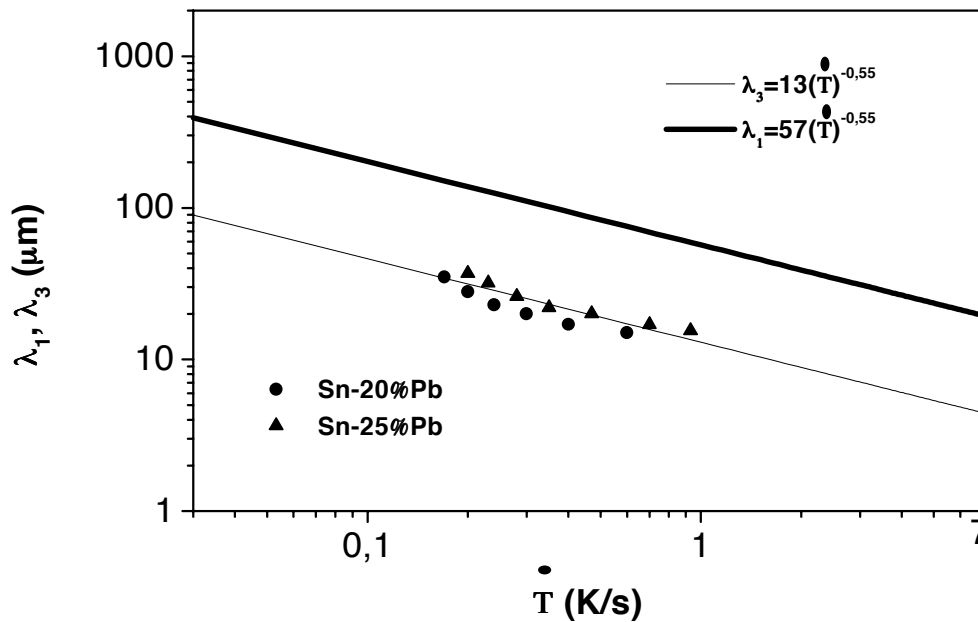


FIGURA 6. Espaamentos dendrticos primrios e tercirios em funo da taxa de resfriamento.

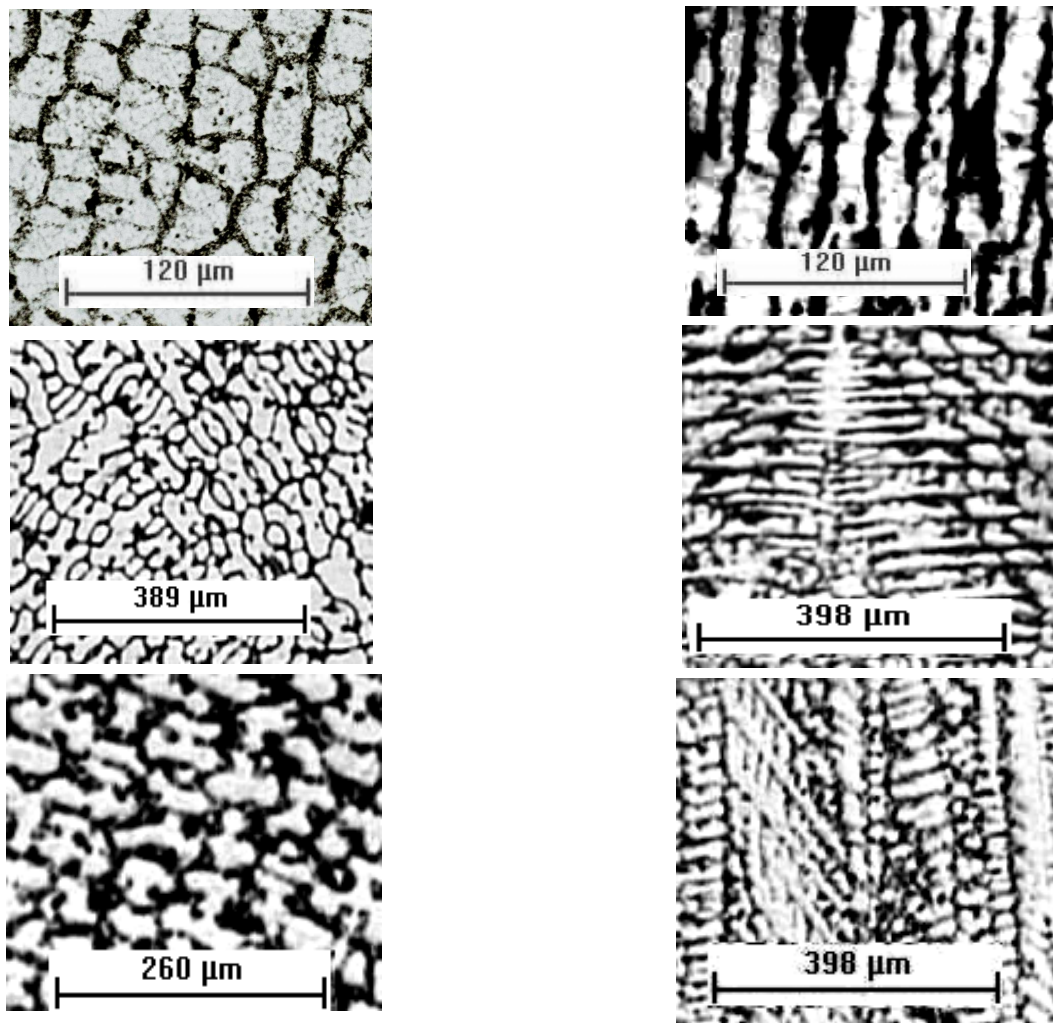


Figura 7. Microestruturas típicas .

4. CONCLUSÃO

As análises experimentais das microestruturas celulares e dendríticas das ligas Sn-Pb investigadas, através da quantificação dos espaçamentos intercelulares e interdendríticos, permitem concluir:

1. Os expoentes $-1,1$ e $-0,55$, indicados nas equações experimentais, caracterizam a lei experimental de crescimento dos espaçamentos celulares e dendríticos primários e terciários respectivamente com a velocidade de deslocamento da isoterma liquidus e taxa de resfriamento, assim como os expoentes $-2/3$ e $-1/3$ caracterizam a lei experimental dos espaçamentos dendríticos secundários com a velocidade e a taxa de resfriamento, respectivamente;
2. Em condições transitórias de extração de calor os espaçamentos intercelulares e interdendríticos diminuem com o aumento da velocidade de deslocamento da isoterma liquidus e da taxa de resfriamento junto à esta isoterma.

- Os valores dos espaçamentos dendríticos primários são aproximadamente 4 (quatro) vezes maiores que os dendríticos terciários, o que permite que esses últimos podem ser estimados a partir do conhecimento dos valores dos espaçamentos primários.

5. BIBLIOGRAFIA

- Bouchard, D; Kirkaldy, J. S., 1997, Prediction of Dendrite Arm Spacings in Unsteady and Steady-State Heat Flow of Unidirectionally Solidified Binary Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions B*, v. 28B, pp.651-663.
- Feurer, U., 1977, Influence of alloy composition and solidification conditions on dendrite arm feeding and hot tearing properties of aluminum alloys. In: *Proceedings of the Symposium on Quality Control of Engineering Alloys*, Delft, pp. 131-145.
- Garcia, A., 2001, *Solidificação: Fundamentos e Aplicações*, Editora da Unicamp, São Paulo, Brasil, pp. 201-242.
- Feng, J.; Huang, W. D.; Lin, X.; Pan, Q. Y.; Li, T.; Zhou Y.H., 1999, Primary cellular/dendritic spacing selection of Al-Zn alloy during unidirectional solidification, *Journal of Crystal Growth*, v.197, pp.393-395.
- Garcia, A; Prates M., 1978, Mathematical Model for the Unidirectional Solidification of Metals, *Metallurgical Transactions*, v. 9B, p.449-457.
- Grugel R. N., 1993, Secondary and ternary dendrite arm spacing relationships in directionally solidified Al-Si alloys, *Journal of Materials Science*, v. 28, pp. 677-683.
- Gündüz M.; Çardili, E., 2002, Directional solidification of aluminium-copper alloys, *Materials Science and Engineering A*, v. 327, pp. 167-185.
- Hunt, J. D. & Lu, S. Z., 1996, Numerical Modeling of Cellular Array Growth: Spacing and Structure Predictions, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 27A, pp. 611-623.
- Hunt, J. D., 1979, Cellular and Primary Dendrite Spacings, *International Conference on Solidification and Casting of Metals*, London, Metals Society, pp.3-9.
- Kurz, W.; Fisher, D. J., 1992, *Fundamentals of Solidification*, Trans Tech Publications, Switzerland, pp.85-87.
- Mortensen, A. 1991, On the rate of dendrite arm coarsening, *Metallurgical Transactions A*, v. 22, pp. 569-674.
- Rocha, O. F. L.; Siqueira, C. A., 2002, Garcia, A., Theoretical - Experimental Analysis of Cellular and Primary Dendritic Spacing During Unidirectional Solidification Of Sn-Pb Alloys, *Materials Research*, vol. 5, n° 3, pp. 391-397
- Rocha, O. F. L.; Siqueira, C. A., 2003, Garcia, A., Cellular/Dendritic Transition During Unsteady-State Unidirectional Solidification of Sn-Pb, *Materials Science and Engineering A*. v. 347, pp. 59-69.
- Rocha, O. F. L.; Siqueira, C. A., 2003, Garcia, A., Heat Flow Parameters Affecting Dendrite Spacing During Unsteady-State Solidification of Sn-Pb and Al-Cu Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 34, pp. 995-1005.
- Rocha, O. F. L.; Siqueira, C. A., 2003, Garcia, A., Cellular Spacings in Unsteady-State Directionally Solidified Sn-Pb Alloys, *Materials Science and Engineering A*, v. 361, pp. 111-118.
- Sá, F.; Rocha, O. F. L.; Siqueira, C. A.; Garcia, A. Espaçamentos dendríticos terciários na solidificação em condições de fluxo de calor transitório, *Anais do 10° Seminários de Metais não Ferrosos da ABM*, São Paulo-SP, 2002, pp. 207-216.

CELLULAR, PRIMARY, SECONDARY AND TERTIARY DENDRITIC SPACINGS DURING UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION OF Sn-Pb ALLOYS

Otávio Fernandes Lima da Rocha¹
Fernando Sá²
Cláudio Alves Siqueira³
Amauri Garcia⁴

Abstract: The high technological importance of the foundry processes and continuous casting has generated a number of research works correlating the thermal parameters during solidification with the corresponding microstructure, because, it is well known that smaller spacings provide castings with better mechanical properties. Most of the works found in the literature involve solidification in steady-state heat flow conditions. This work has as main objective to investigate the influence of solidification thermal parameters, such as growth rate (V_L) and cooling rate \dot{T} , on cellular and primary, secondary and tertiary dendritic spacings for unsteady-state solidification. A vertical water-cooled unidirectional solidification system and three Sn-Pb alloys were used (Sn-1.5%; 20% and 25wt%Pb).

Keywords: Unidirectional Solidification; Solidification Thermal Parameters, Cellular and Primary, Secondary and Tertiary Dendritic Spacings.

V Foundry Seminar

17th and 19th May, 2004 – Salvador – BA - Brazil

¹ Professor/Department of Metallurgy and Materials/CEFET-PA

² Doctoral Student/Department of Materials Engineering /UNICAMP/UFPA

³ Doctor/Research Assistant Department of Materials Engineering /UNICAMP

⁴ Professor/Department of Materials Engineering /UNICAMP