

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ**  
**INSTITUTO DE TECNOLOGIA**  
**FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**DANIEL JOAQUIM DA CONCEIÇÃO MOUTINHO**

**INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO NA  
TRANSIÇÃO COLUNAR/EQUIAXIAL EM LIGAS DO SISTEMA Sn-Pb SOB  
CONDIÇÕES TRANSITÓRIAS DE EXTRAÇÃO DE CALOR**

**PPGEM. 78/2007**

**BELÉM/2007**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ  
INSTITUTO DE TECNOLOGIA  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**“INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO NA  
TRANSIÇÃO COLUNAR/EQUIAXIAL EM LIGAS DO SISTEMA Sn-Pb SOB  
CONDIÇÕES TRANSITÓRIAS DE EXTRAÇÃO DE CALOR”.**

**AUTOR: DANIEL JOAQUIM DA CONCEIÇÃO MOUTINHO  
ORIENTADOR: PROF. DR. ANTONIO LUCIANO SEABRA MOREIRA  
CO-ORIENTADOR: PROF. DR. OTÁVIO FERNANDES LIMA DA ROCHA**

**Belém, julho de 2007**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Biblioteca de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da UFPA-PA

M 934i Moutinho, Daniel Joaquim da Conceição  
Influência dos parâmetros térmicos de solidificação na transição colunar/equiaxial em ligas do sistema Sn-Pb sob condições transitórias de extração de calor/ Daniel Joaquim da Conceição Moutinho, orientador: prof. Dr. Antonio Luciano Seabra Moreira.- Belém, 2007.  
105 f. ; il.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Pará, Instituto Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Belém, 2007.

1. Ligas Sn-Pb. 2. Solidificação Unidirecional Transiente. 3. Parâmetros Térmicos de Solidificação. 4. Transição Colunar/Equiaxial.  
I Título.

CDD – 19 ed. 620. 180287

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ**  
**INSTITUTO DE TECNOLOGIA**  
**FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**“Influência dos Parâmetros Térmicos de Solidificação na Transição Colunar/Equiaxial  
em Ligas do Sistema Sn-Pb sob Condições de Transitórias de Extração de Calor”**

Autor: Daniel Joaquim da Conceição Moutinho

Orientador: Prof. Dr. Antonio Luciano Seabra Moreira

Co-Orientador: Prof. Dr. Otávio Fernandes Lima da Rocha

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Dissertação de Mestrado Apresentada à Comissão de Pós-graduação em Engenharia Mecânica como Requisito para Obtenção do Título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Belém - Pará - Brasil

julho / 2007

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ**  
**INSTITUTO DE TECNOLOGIA**  
**FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**“Influência dos Parâmetros Térmicos de Solidificação na Transição Colunar/Equiaxial  
em Ligas do Sistema Sn-Pb sob Condições Transitórias de Extração de Calor”**

Autor: Daniel Joaquim da Conceição Moutinho

Orientador: Prof. Dr. Antonio Luciano Seabra Moreira

Co-Orientador: Prof. Dr. Otávio Fernandes Lima da Rocha

  
\_\_\_\_\_  
**Prof. Dr. Antonio Luciano Seabra Moreira**

**Universidade Federal do Para – Faculdade de Engenharia Mecânica**

  
\_\_\_\_\_  
**Prof. Dr. Amauri Garcia**

**Universidade Estadual de Campinas – Faculdade de Engenharia Mecânica**

  
\_\_\_\_\_  
**Prof. Dr. Cláudio Alves de Siqueira Filho**

**Universidade Federal do Para – Faculdade de Engenharia Mecânica**

  
\_\_\_\_\_  
**Prof. Dr. Otávio Fernandes Lima da Rocha**

**Centro Federal de Educação Tecnológica do Pará – Curso de Engenharia de Materiais**

Belém, 04 de julho de 2007

## **Dedicatória:**

Primeiramente a Deus pela importante conquista pela força saúde e perseverança indispensáveis na realização deste trabalho. A minha mulher Maria de Fátima Moreira Moutinho, meus filhos Hugo e Andréa a minha mãe Maria Leite da Conceição Moutinho que ilumina o meu caminho nos momentos de alegria e dor, a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a consolidação deste trabalho, por fim, a **memória de Sebastião de Pinho Moutinho (pai), Emanuel Antonio da Conceição Moutinho (irmão) e Maria da Conceição Moutinho (irmã).**

## **Agradecimentos**

Ao Professor Dr. **Antonio Luciano Seabra Moreira**, pela oportunidade dada, amizade, dedicação e orientação na elaboração deste trabalho.

Ao Professor Dr. **Otávio Fernandes Lima da Rocha**, coordenador do Grupo de Pesquisa de Metalurgia Física e de Transformação do CEFET/PA pela sua incansável luta na orientação e acompanhamento nos resultados experimentais.

Ao Prof. Dr. **Manoel Fernandes Martins Nogueira**, coordenador do PPGEM.

Ao Prof. Dr. **Oscar Jesus choque Fernandez** coordenador do Curso de Metalurgia, Prof. Dr. **João Lobo Peralta**, Prof. Mst. **José Nazareno Santos Silva**, Prof. Mst. **Fernando de Almeida Gonçalves** Prof. Mst. **Benedito Bitencourt Silva** pela amizade e contribuições enriquecedoras extremamente importantes ao longo da realização deste trabalho.

Aos colegas do Centro Federal de Educação tecnológica do Pará **CEFET/PA** pelo estímulo e apoio.

Aos meus familiares pelo incentivo, paciência e compreensão em todos os momentos.

Ao **Centro Federal de Educação Tecnológica do Pará CEFET/PA**, pelo apoio administrativo e financeiro principalmente ao Professor **Edson Ary Fontes**, Diretor Geral desta instituição.

À **Universidade Federal do Pará**, pela oportunidade de participar do programa de mestrado e concluí-lo com sucesso.

Ao Prof. Dr. **Cláudio Nery Lamarão**, do **Centro de Geociências da Universidade Federal do Pará**, pela realização das análises química das amostras através do MEV.

Entretanto, quando vier o que é perfeito,  
desaparecerá o que é imperfeito.  
Carta de São Paulo aos Coríntios (13, 10).



## RESUMO

**MOUTINHO**, Daniel Joaquim da Conceição, **Influência dos Parâmetros Térmicos de Solidificação na Transição Colunar/Equiaxial em Ligas do Sistema Sn-Pb Solidificadas sob Condições Transitórias de Extração de Calor**, Belém: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará, 2007. Dissertação (Mestrado).

O principal objetivo deste trabalho é desenvolver um estudo teórico/experimental sobre a influência dos parâmetros térmicos de solidificação ( $V_L$  e  $\dot{T}$ ) na transição colunar/equiaxial das ligas Sn 5%Pb, Sn 15%Pb, Sn 20%Pb e Sn 25%Pb sob condições de solidificação unidirecional horizontal refrigerada à água. Inicialmente, são calculadas experimentalmente as velocidades da isoterma líquidus e as taxas de resfriamento das ligas em questão cujos resultados são comparados com as previsões teóricas de um modelo numérico. Em seguida, a posição da transição colunar/equiaxial é determinada por meio da análise macroestrutural assim como são avaliados os efeitos impostos por correntes convectivas devido ao efeito do soluto no comportamento da transição colunar/equiaxial das referidas ligas. Finalmente, é realizado um estudo experimental comparativo para as ligas estudadas quando solidificadas unidirecionalmente em diferentes sistemas refrigerados à água.

**Palavras-chave:** Solidificação Unidirecional Transiente, Parâmetros Térmicos da Solidificação,  
Transição Colunar/Equiaxial, Ligas Sn-Pb.

## ABSTRACT

Influence of Solidification Thermal Parameters on the Columnar to Equiaxed Transition of Sn-Pb Alloys Solidified Under Unsteady-State Conditions

This work carry out a theoretical experimental study about the influence of solidification thermal parameters on the columnar to equiaxed transition of Sn 5%Pb, Sn 15%Pb, and Sn 20% Pb and Sn 25% Pb alloys during the horizontal unidirectional solidification process cooled by water which considers the solute convection effects. The tip growth rates and cooling rates have been experimentally calculated and the obtained results are compared with those of a numerical model. The columnar to equiaxed transition position is determined through the macrostructure characterization of the studied alloys. The experimental results have shown that the thermosolutal convection influences the CET occurrence. Finally, a comparative experimental study is done for the studied alloys when directionally solidified in different water-cooled systems.

**Key words:** Unsteady-State Unidirectional Solidification, Solidification Thermal Parameters, Columnar to Equiaxed Transition, Sn-Pb Alloys.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	III
LISTA DE TABELAS .....	IX
NOMENCLATURA.....	XI
CAPITULO 1 .....	1
INTRODUÇÃO.....	1
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....	1
1.2 OBJETIVOS DESTE TRABALHO .....	3
CAPITULO 2 .....	4
FUNDAMENTOS DA SOLIDIFICAÇÃO .....	4
2.1 SOLIDIFICAÇÃO .....	4
2.2 MODOS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR NA SOLIDIFICAÇÃO .....	4
2.3 TIPOS DE DISPOSITIVOS DE SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL PROPOSTOS NA LITERATURA .....	6
2.3.1 Dispositivos para Solidificação Unidirecional.....	6
2.3.2 Dispositivo para Solidificação Unidirecional Vertical Ascendente.....	7
2.3.3 Dispositivo para Solidificação Vertical Descendente .....	8
2.3.4 Dispositivo para Solidificação Unidirecional Horizontal.....	9
2.4 FORMAÇÃO DAS MACROESTRUTURAS DE SOLIDIFICAÇÃO.....	12
2.4.1 Zonas Coquilhada, Colunar e Equiaxial .....	15
2.4.2 Influência dos parâmetros de solidificação.....	17
2.4.3 Origem dos Núcleos e Crescimento dos Grãos Equiaxiais.....	19
2.5 ESTUDO DA TRANSIÇÃO COLUNAR/EQUIAXIAL .....	23
2.6 FRAGMENTAÇÃO DOS BRAÇOS DENDRÍTICOS.....	30
2.7 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR METAL/MOLDE .....	32
2.8 DETERMINAÇÃO DE $h_i$ ATRAVÉS DO CONFRONTO TEÓRICO- EXPERIMENTAL DE PERFIS TÉRMICOS .....	34
CAPITULO 3 .....	37
3.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	36
3.2 MATERIAIS .....	37
3.2.1 Dispositivo de solidificação unidirecional horizontal.....	37
3.2.2 Justificativa para a utilização das ligas do sistema Sn-Pb .....	37
3.2.3 Equipamentos utilizados na obtenção das ligas .....	42
3.3 MÉTODOS .....	46

3.3.1 Obtenção das ligas Sn 5%Pb, Sn 15%Pb, Sn 20%Pb e Sn 25%Pb e levantamento das respectivas curvas de resfriamento .....	46
3.3.2 Obtenção dos perfis de temperatura e posterior determinação das variáveis térmicas de solidificação ( $h_i$ , $V_L$ , $\dot{T}$ ).....	49
3.3.3 Procedimento experimental para determinação dos parâmetros térmicos de solidificação das ligas estudadas.....	50
3.3.4 Monitoramento das temperaturas durante o processo de solidificação .....	50
3.3.5 Determinação do coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde ( $h_i$ ) ..	51
3.3.6 Determinação experimental da posição da isoterma liquidus em função do tempo .....	52
3.3.7 Velocidade de deslocamento da isoterma liquidus ( $V_L$ ).....	52
3.3.8 Taxas de resfriamento ( $\dot{T}$ ).....	54
3.4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL PARA A DETERMINAÇÃO DAS MACROESTRUTURAS .....	54
CAPITULO 4 .....	55
ANÁLISE DOS RESULTADOS OBTIDOS.....	55
4.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	55
4.2 OBTENÇÃO DOS PERFIS TÉRMICOS.....	56
4.3 ANÁLISE MACROESTRUTURAL .....	56
4.4 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR METAL/MOLDE ( $h_i$ ) .....	60
4.5 CONSIDERAÇÕES QUANTO À DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO ( $V_L$ E $\dot{T}$ ) .....	63
4.6 ANÁLISE DA TRANSIÇÃO COLUNAR/EQUIAXIAL (TCE) E SUA CORRELAÇÃO COM OS PARÂMETROS TÉRMICOS DA SOLIDIFICAÇÃO.....	72
CAPÍTULO 5 .....	74
CONCLUSÃO.....	74
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	76
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	77

## LISTA DE FIGURAS

### CAPITULO 2

- Figura 2.1 - Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde durante o processo de solidificação (Garcia, 2003).....5
- Figura 2.2 - Técnicas experimentais de solidificação unidirecional em condições estacionárias de fluxo de calor: (a) vertical com deslocamento do forno; (b) vertical com deslocamento da amostra (Spinelli, 2005; Garcia, 2001).....6
- Figura 2.3 – Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente desenvolvido por Garcia (1978).....8
- Figura 2.4– Dispositivo de solidificação unidirecional vertical descendente desenvolvido por Spinelli (2005) com a correspondente identificação de seus principais componentes: (1) Sistema de aquisição de dados;(2) Material refratário;(3) Resistências elétricas; (4) Lingoteira;(5) Termopares; (6) Registrador de dados; (7) Câmara refrigerada;(8) Rotâmetro; (9) Metal; (10) Controle do forno.....10
- Figura 2.5 - Dispositiva de solidificação unidirecional horizontal utilizado por Quaresma (1999).....11
- Figura 2.6 - Dispositiva de solidificação unidirecional horizontal desenvolvido por Silva(2007) com a correspondente identificação de seus principais componentes.....12
- Figura 2.7 - Ilustração esquemática das estruturas macroscópicas de um lingote fundido com transição colunar/equiaxial (Osório, 2004).....15
- Figura 2.8 - Representação esquemática das zonas estruturais normalmente encontradas em um produto fundido (Goulart 2005).....16

Figura 2.9 – Seqüência da solidificação (a-b-c-d) de solução de cloreto de amônia e água em lingoteira de alumínio com janela de observação de quartzo (Garcia, 2001).....	21
Figura 2.10 - Diagrama esquemático das temperaturas das dendritas em função da velocidade de crescimento para diferentes gradientes de temperaturas, proposto por Burden e Hunt (1975).....	25
Figura 2.11 – Representação esquemática do critério teórico-experimental proposto por Siqueira (2002).....	28
Figura 2.12. Representação esquemática da evolução da solidificação, dos mecanismos de nucleação de grãos equiaxiais e antecipação da TCE para a solidificação unidirecional descendente (Spinelli, 2005).....	31
Figura 2.13 - Ilustração esquemática dos modos de transferência de calor atuantes na interface metal/molde e do modelo equivalente de Newton.....	33
Figura 2.14 - Representação esquemática do método experimental de determinação de $h_i$ através do confronto de perfis térmicos experimentais e simulados (Garcia, 2001).....	35

### CAPÍTULO 3

Figura 3.1 - Fluxograma do procedimento experimental adotado neste trabalho.....	36
Figura 3.2 – Representação esquemática do diagrama de fases do sistema Sn–Pb.....	37
Figura 3.3 – Representação esquemática do dispositivo de solidificação unidirecional horizontal refrigerado a água utilizado nos experimentos deste trabalho (Silva 2007).....	38
Figura 3.4.- Corte longitudinal do dispositivo utilizado neste trabalho mostrando as resistências elétricas e o posicionamento dos termopares no interior do mesmo (Silva 2007).....	39
Figura 3.5 - Vista geral do conjunto de peças componentes do dispositivo de solidificação utilizado neste trabalho (Silva 2007). .....	40
Figura 3.6 – (a) Vazamento do metal líquido na lingoteira do dispositivo de solidificação com os termopares posicionados a 5, 10, 15, 30 e 50 mm à frente da câmara de refrigeração; (b) Perfil térmico obtido durante a solidificação das ligas estudadas.....	41
Figura 3.7 - (a) Forno elétrico; (b) Cadinho; (c) Tenaz.....	42
Figura 3.8 - Registrador de temperatura tipo Almemo.....	43
Figura 3.9 - Tela de iniciação do programa AMR-Software marca Almemo Data-Control.....	44
Figura 3.10 - Laboratório de preparação de amostras do MEV do Centro de Geociências da UFPA.....	45
Figura 3.11 - Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura – LABMEV do Centro de Geociências da UFPA.....	45
Figura 3.12 - Curvas de resfriamento das ligas Sn 5%Pb e Sn 15%Pb.....	46

Figura 3.13 - Curvas de resfriamento das ligas Sn 20%Pb e Sn 25%Pb.....	47
Figura 3.14 - Imagem de amostra da liga Sn 20%Pb obtida através do MEV.....	48
Figura 3.15 - Espectro obtido no MEV/EDS, mostrando os elementos químicos em uma amostra da liga Sn 15%Pb.....	49
Figura 3.16 - Procedimentos seqüenciais para: elaboração da liga (a); vazamento na lingoteira (b); início da refrigeração (c); solidificação unidirecional do material (d); refusão do material (e); solidificação unidirecional do material (f).....	50
Figura 3.17 - Tela de iniciação do programa Software Genesiswin 32 (Ferreira, 2004).....	51
Figura 3.18 - Tela de execução do programa utilizado neste trabalho com opções de escolha dos parâmetros de simulação, inserção dos dados de vazamento e valores de $h_i$ para a liga Sn 15%Pb (Ferreira, 2004).....	52
Figura 3.19 - Variação da temperatura em função do tempo durante a solidificação unidirecional para as sete posições de termopares em relação à superfície de refrigeração para a liga Sn 5%Pb obtidas por Spinelli (2005).....	53
Figura 3.20 - Esquema representativo para determinação de $V_L$ e $\dot{T}$ (Rocha, 2003).....	53



## CAPÍTULO 4

Figura 4.1 - Esquema representativo da obtenção e análise dos resultados encontrados neste trabalho.....	55
Figura 4.2 - Perfil térmico experimental de Temperatura x Tempo.....	57
Figura 4.3 - Macroestruturas de solidificação para as ligas Sn 5%Pb e Sn 15%Pb.....	58
Figura 4.4 - Macroestruturas de solidificação para as ligas Sn 20%Pb e Sn 25%Pb.....	59
Figura 4.5 - Confronto dos perfis teóricos e experimentais do coeficiente de transferência de calor metal/molde da liga Sn 5%Pb.....	60
Figura 4.6 - Confronto dos perfis teóricos e experimentais do coeficiente de transferência de calor metal/molde da liga Sn 15%Pb.....	61
Figura 4.7 - Confronto dos perfis teóricos e experimentais do coeficiente de transferência de calor metal/molde da liga Sn 20%Pb.....	61
Figura 4.8 - Confronto dos perfis teóricos e experimentais do coeficiente de transferência de calor metal/molde da liga Sn 25%Pb.....	62
Figura 4.9 - Coeficientes transitórios de extração de calor para as ligas analisadas.....	62
Figura 4.10 - Posição da isoterma liquidus em função do tempo para a liga Sn 5%Pb.....	64
Figura 4.11 - Posição da isoterma liquidus em função do tempo para a liga Sn 15%Pb.....	64
Figura 4.12 - Posição da isoterma liquidus em função do tempo para a liga Sn 20%Pb.....	65
Figura 4.13 - Posição da isoterma liquidus em função do tempo para a liga Sn 25%Pb.....	65

Figura 4.14 - Comparação das curvas da posição da isoterma liquidus em função do tempo para as composições de soluto analisadas.....	66
Figura 4.15 - Velocidade da isoterma liquidus em função da posição para a liga Sn 5%Pb....	67
Figura 4.16 - Velocidade da isoterma liquidus em função da posição para a liga Sn 15%Pb..	67
Figura 4.17 - Velocidade da isoterma liquidus em função da posição para a liga Sn 20%Pb..	68
Figura 4.18 - Velocidade da isoterma liquidus em função da posição para a liga Sn 25%Pb..	68
Figura 4.19 - Taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 5%Pb.....	69
Figura 4.20 - Taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 15%Pb.....	69
Figura 4.21 - Taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 20%Pb.....	70
Figura 4.22 - Taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 25%Pb.....	70
Figura 4.23 - Comparação das curvas experimentais da velocidade da isoterma liquidus em função da posição a partir da interface metal/molde.....	71
Figura 4.24 - Comparação das curvas experimentais da taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus.....	71

## LISTA DE TABELAS

### CAPÍTULO 2

Tabela 2.1 – Alguns dos principais trabalhos desenvolvidos recentemente para o estudo da solidificação unidirecional.....	14
Tabela 2.2 – Parâmetros de fundição que afetam a macroestrutura de solidificação (Spinelli, 2005).....	18
Tabela 2.3 - Parâmetros térmicos de solidificação associados à TCE relativos a resultados experimentais de solidificação unidirecional vertical ascendente obtido por Siqueira (2002).....	27
Tabela 2.4 - Parâmetros térmicos de solidificação associados à TCE relativos a resultados experimentais de solidificação unidirecional vertical ascendente obtido por Peres (2004).....	29
Tabela 2.5 - Parâmetros térmicos da solidificação associados á TCE relativos a resultados experimentais de solidificação unidirecional vertical descendente obtido por Spinelli (2005).....	30

### CAPÍTULO 3

Tabela 3.1 – Descrição e dimensões das peças do dispositivo utilizadas neste trabalho.....	41
Tabela 3.2 – Composição química dos metais utilizados na preparação das ligas estudadas neste trabalho.....	42
Tabela 3.3 – Resultados da análise química ligas do sistema Sn–Pb obtidas através do MEV.....	47
Tabela 3.4 - Propriedades termofísicas das ligas estudadas.....	51

**CAPÍTULO 4**

Tabela 4.1 – Resultados experimentais da posição da TCE e parâmetros térmicos correspondentes.....	72
--	----

## NOMENCLATURA

### Letras latinas

**C** = calor específico [J / kg K]

**C<sub>L</sub>** = calor específico na fase líquida [J / kg K]

**C<sub>S</sub>** = concentração de soluto na fase sólida [%]

**C<sub>0</sub>** = concentração nominal da liga [%]

**C<sub>1</sub>** = concentração no líquido [%]

**D** = difusividade de soluto no líquido [m<sup>2</sup>/s]

**d<sub>S</sub>** = derivada do espaço

**dt** = derivada do tempo

**e** = distância entre as superfícies de contato metal/molde [m]

**hc** = coeficiente de transferência de calor convectivo do gás [ W / m<sup>2</sup>.K ]

**hg** = coeficiente global de transferência de calor [ W / m<sup>2</sup> K ]

**h<sub>i</sub>** = coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde [ W / m<sup>2</sup> K ]

**G<sub>L</sub>** = gradiente de temperatura frente a isoterma liquidus[ °C/mm ]

**g** = fração volumétrica [adimensional]

**k<sub>o</sub>** = coeficiente de partição [ % ]

**k<sub>g</sub>** = condutividade térmica do gás [W /m K]

**k<sub>L</sub>** = condutividade térmica do líquido [ W /m K ]

**k<sub>M</sub>** = condutividade térmica no material da parede do molde [ W / m K]

**k<sub>S</sub>** = condutividade térmica do sólido ou metal sólido [ W / m K ]

**K** = condutibilidade térmica do material [W / m K]

**L** = calor latente de fusão do material [J / m<sup>3</sup>] ou [J / kg]

**m<sub>L</sub>** = inclinação da linha liquidus

**N<sub>0</sub>** = números de núcleos por unidade de volume

**q<sub>N</sub>** = fluxo de calor na interface metal/molde [ W / m<sup>2</sup> ]

**t** = tempo de deslocamento da isoterma solidus [s]

**$\dot{T}$**  = temperatura da fase líquida na frente da interface sólido/líquido [K]

**T<sub>0</sub>** = temperatura ambiente ou inicial do molde [K]

**T<sub>is</sub>** = temperatura da superfície externa do molde [K]

**T<sub>F</sub>** = temperatura de fusão do metal base do sistema [ K ]

$T_L$  = temperatura da linha liquidus da liga [K]

$T_{im}$  = temperatura da interface metal/molde [K]

$T_V$  = temperatura de vazamento [K]

$V$  = velocidade de solidificação [m / s]

$V_L$  = velocidade da isoterma liquidus [m/s]

$x$  = posição da interface sólido/líquido [m]

### **Letras Gregas**

$\rho_l$  = densidade no líquido [kg / m<sup>3</sup>]

$\rho_s$  = densidade no sólido [kg / m<sup>3</sup>]

$\rho_C$  = calor latente na base volumétrica [J / m<sup>3</sup>]

$\Delta t$  = diferença de temperatura [K]

$\Delta V$  = diferença de potencial [V]

$\Delta T$  = superaquecimento [K]

$\Delta T_C$  = superesfriamento na frente colunar [K]

$\Delta T_N$  = superesfriamento efetivo nos pontos de nucleação [K]

## CAPITULO 1

### INTRODUÇÃO

#### 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A relação entre processamento, estrutura, propriedades e desempenho de um material é extremamente importante, pois é sabido que a macroestrutura exerce uma elevada influência nas propriedades de produtos fundidos, que a estrutura irá depender da maneira como este produto é processado e o seu desempenho será uma função das propriedades obtidas. Assim, este forte caráter aplicativo vem motivando pesquisadores no mundo inteiro a desenvolverem estudos que possibilitem prever a estrutura final desses produtos. A macroestrutura de solidificação, por exemplo, pode apresentar-se na forma de grãos completamente colunares ou totalmente equiaxiais dependendo da composição química da liga e das condições de solidificação. Uma forma estrutural mais complexa, no entanto, é aquela composta pelas duas zonas estruturais.

A mudança da estrutura dos grãos colunares para equiaxiais, ou seja, a transição colunar/equiaxial (TCE), é uma ocorrência muito comum nos produtos metálicos fundidos e de grande interesse na programação das propriedades mecânicas desses produtos.

Inúmeros mecanismos baseados em evidências experimentais têm sido propostos para o estudo da TCE, todavia, os modelos matemáticos desenvolvidos para previsão dessa transição estrutural durante a solidificação de ligas metálicas têm apresentado limitações devido o complexo acoplamento das soluções dos problemas em nível macroscópico (transferência de calor e massa) e microscópico (nucleação e crescimento). Esses mesmos modelos ainda simplificam o tratamento da convecção no líquido e o movimento dos grãos equiaxiais. A abordagem mais usual assume que os grãos equiaxiais nucleiam e crescem no interior do líquido super-resfriado localizado imediatamente à frente da zona colunar. Partindo dessa premissa, a TCE ocorreria quando o avanço da estrutura colunar fosse bloqueado por esses grãos equiaxiais (Martorano, 2003). Peças com estruturas completamente equiaxiais são mais apropriadas para inúmeras aplicações uma vez que apresentam isotropia de propriedades

físicas e mecânicas. Por outro lado, a anisotropia das propriedades das estruturas colunares permite aplicações tecnológicas importantes como, por exemplo, no crescimento de lâminas de turbinas de motores a jato, onde o crescimento colunar deve coincidir com a direção de máxima sollicitação mecânica durante o funcionamento das turbinas. A TCE tem sido alvo de diferentes abordagens de pesquisa e a literatura mostra indicações de que a competição entre esses dois tipos de crescimento é fundamentalmente governada pelas condições do sistema metal/molde, composição da liga, densidade de núcleos no volume de metal líquido, superaquecimento do metal líquido, difusividade de calor do material de molde, aquecimento do molde, coeficiente de transferência de calor da interface metal/molde e convecção no metal líquido (Hurtuk, 1979; Witzke, 1982; Fredriksson, 1986; Mahapatra, 1987; Flood 1987; Ziv, 1989; Suri, 1991; Wang, 1994; Rappaz, 1996; Garcia, 2001; Siqueira, 2002; Spinelli, 2005).

Por outro lado, inúmeros processos industriais que envolvem o fenômeno da solidificação sofrem influência dos modos de convecção térmica e constitucional. Processos similares de solidificação unidirecional servem como fonte de estudos da ação da convecção (Garcia, 2001). Quando o processo é realizado na forma vertical ascendente, em condições de gradiente de temperatura positivo no líquido, a influência da convecção é minimizada quando o soluto rejeitado para as regiões interdendríticas provoca a formação de um líquido interdendrítico mais denso que o volume global de metal líquido. Na solidificação unidirecional horizontal, por exemplo, a convecção em função dos gradientes de composição no líquido sempre vai ocorrer. Solutos mais densos ou menos densos podem induzir correntes por decantação ou flutuação do líquido rico em soluto rejeitado.



## 1.2 OBJETIVOS DESTE TRABALHO

A existência de convecção no líquido pode apresentar efeitos significativos sobre o processo de solidificação em condições transitórias de extração de calor. Assim sendo, este trabalho foi planejado no sentido de desenvolver uma abordagem teórico-experimental que tem como objetivos a análise dos efeitos da convecção sobre o comportamento das variáveis térmicas de solidificação bem como sobre a ocorrência da TCE. Considerando o exposto foram estabelecidos os seguintes objetivos para este trabalho:

- Solidificar unidirecionalmente as ligas Sn 5%Pb, Sn 15%Pb, Sn 20%Pb e Sn 25%Pb em um sistema horizontal refrigerado à água sob condições transitórias de extração de calor.
- Obter os perfis de temperatura para cinco posições de termopares localizados no metal correspondentes a 5, 10, 15, 30 e 50 mm da interface metal/molde das ligas estudadas.
- Calcular, com base nos registros térmicos experimentais, os respectivos coeficientes de transferência de calor na interface metal/molde das referidas ligas através do método do confronto teórico-experimental de perfis térmicos.
- Determinar a velocidade da isoterma líquidus e a taxa de resfriamento das ligas em questão a partir dos registros térmicos experimentais levantados comparando-os a seguir com as previsões teóricas de um modelo numérico.
- Caracterizar as macroestruturas das ligas Sn 5%Pb, Sn 15%Pb, Sn 20%Pb e Sn 25%Pb obtidas de modo a possibilitar a avaliação da unidirecionalidade da extração de calor.
- Determinar a posição da TCE por meio da análise macroestrutural das ligas analisadas.
- Avaliar os efeitos impostos por correntes convectivas no comportamento da TCE das ligas estudadas.

## CAPITULO 2

### FUNDAMENTOS DA SOLIDIFICAÇÃO

#### 2.1 SOLIDIFICAÇÃO

O fenômeno da solidificação pode ser considerado fundamentalmente como um processo de transferência de calor em regime transiente que considera a mudança de fase do estado líquido para o estado sólido. A taxa com que o calor latente é extraído e transferido através do sistema metal/molde tem relação direta com a velocidade de solidificação e, por conseguinte, com os parâmetros térmicos e estruturais envolvidos na mudança de fase líquido/sólido os quais interferem diretamente nas propriedades mecânicas do produto fundido. Assim sendo, a análise do processo de transferência de calor que ocorre durante a solidificação apresenta uma importância bastante significativa no projeto e controle dos sistemas metal/molde.

A realização do estudo da transferência de calor durante o processo de solidificação de um metal apresenta os seguintes principais objetivos:

- Determinação da distribuição de temperaturas em função do tempo e da espessura de metal solidificado.
- Cálculo dos tempos e velocidades de solidificação em função da espessura de metal solidificado.

#### 2.2 MODOS DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR NA SOLIDIFICAÇÃO

A transformação líquido/sólido é acompanhada por liberação de energia térmica, através de uma fronteira móvel separando as duas fases de propriedades termofísicas distintas. Para melhor compreender essa análise torna-se necessária a seleção de um elemento de referência do sistema metal/molde a ser analisado. Esse elemento deve ser definido de tal forma que seu comportamento térmico seja característico para todo o sistema. A viabilidade da análise também dependerá de algumas simplificações de caráter físico e/ou matemático que minimizem sua complexidade matemática não comprometendo, contudo, a confiabilidade dos resultados obtidos (Prates, 1978). A Figura 2.1 mostra, para o caso da solidificação

unidirecional, os modos de transferência de calor envolvidos durante a mudança de fase sólido/líquido.

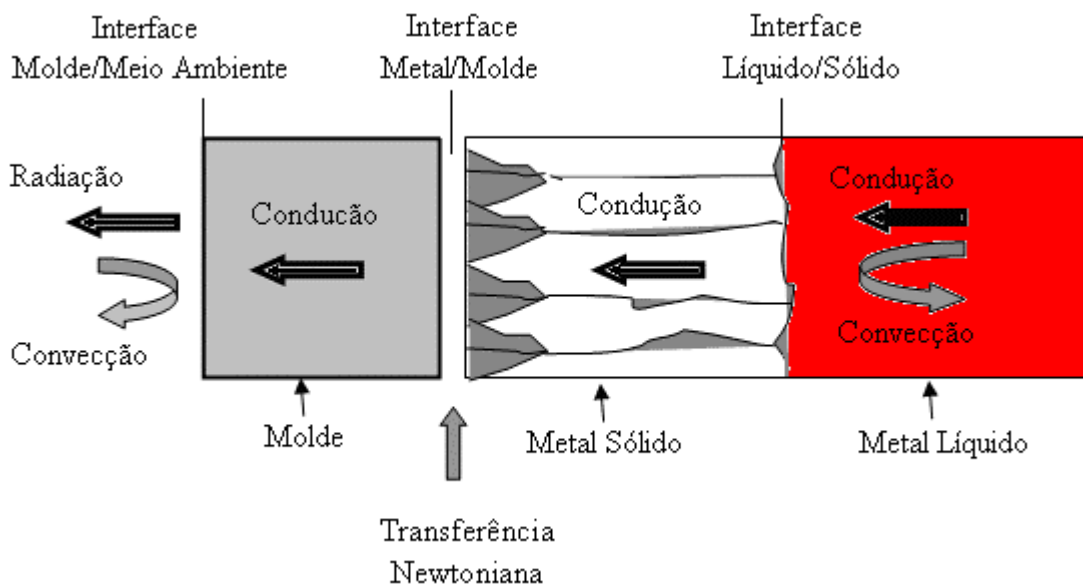


Figura 2.1 - Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde durante o processo de solidificação (Garcia, 2001).

A eficiência da extração de calor durante o processo depende, basicamente, das propriedades térmicas do metal, das características do molde (material, geometria e espessura da parede), das condições da interface metal/molde (contato térmico) e das características do meio que vai absorver o calor (ar, água, etc) (Santos, 2006).

Com o intenso desenvolvimento observado na área de computação, os métodos numéricos têm adquirido uma crescente importância na análise dos processos de solidificação aplicada à fundição de metais e suas ligas. Entre os vários parâmetros envolvidos, um dos que têm recebido particular atenção é o coeficiente transitório de transferência de calor na interface metal/molde ( $h_i$ ). As variáveis térmicas intrínsecas da solidificação, como as velocidades de deslocamento das isoterms liquidus ( $V_L$ ) e solidus ( $V_S$ ) e os gradientes térmicos ao longo do processo, podem ser caracterizadas a partir dos perfis térmicos ao longo da solidificação. No entanto, pode-se lançar mão de modelos analíticos e numéricos, adequando a utilização de cada tipo à complexidade do sistema metal/molde e à precisão exigida nos cálculos.

Neste trabalho, os resultados experimentais obtidos para as variáveis térmicas da solidificação ( $V_L$ , e  $\dot{T}$ ), serão comparadas com aquelas obtidas pelo modelo numérico desenvolvido por Ferreira (2004) e recentemente aferido por Spinelli (2005).

## 2.3 TIPOS DE DISPOSITIVOS DE SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL PROPOSTOS NA LITERATURA

### 2.3.1 Dispositivos para Solidificação Unidirecional

Experimentalmente a técnica da solidificação unidirecional tem sido bastante utilizada em estudos de caracterização de aspectos da macroestrutura, da microestrutura e de análise da segregação de soluto. Estes estudos podem ser divididos em duas categorias: aqueles que tratam da solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor e os que abordam a solidificação em regime transitório. Na primeira situação, o gradiente de temperatura, e a velocidade de crescimento, são controlados independentemente e mantidos constantes ao longo do estudo, como nos experimentos com a técnica Bridgman/Stockbarger, ilustrada no esquema da Figura 2.2.

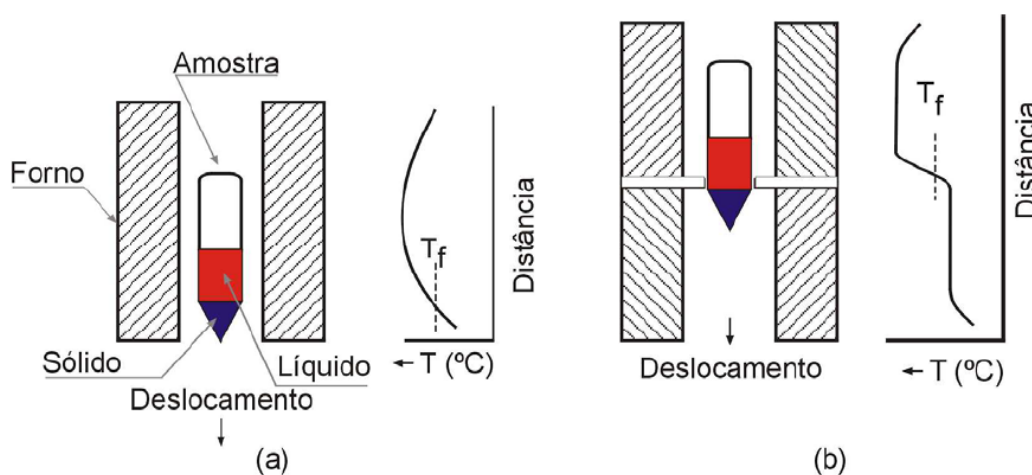


Figura 2.2 - Técnicas experimentais de solidificação unidirecional em condições estacionárias de fluxo de calor: (a) vertical com deslocamento do forno; (b) vertical com deslocamento da amostra (Spinelli, 2005; Garcia, 2001).

Por outro lado, a análise da solidificação em condições transitórias de fluxo de calor é de fundamental importância, uma vez que esta classe de fluxo de calor inclui a maioria dos processos industriais que envolvem a solidificação (Rocha, 2003). Nesta condição, tanto o gradiente de temperatura quanto a velocidade de crescimento variam livremente com o tempo e com a posição dentro do metal. Na literatura, são raros os modelos teóricos de crescimento dendrítico desenvolvidos especificamente para esta situação, e mesmo assim estes poucos

modelos ou ainda não foram validados por resultados experimentais, ou foram comparados com resultados muito particularizados. Esta situação não permite ainda que se possa concluir sobre suas aplicabilidades a ligas metálicas de diversas composições químicas, e a uma faixa expressiva de situações térmicas de solidificação. Em face desta situação, torna-se extremamente importante a avaliação teórico-experimental da influência das variáveis térmicas (velocidades de crescimento, gradientes térmicos e taxas de resfriamento) em condições de solidificação unidirecional em regime transitório, sobre parâmetros da macroestrutura e da microestrutura para diversos sistemas metálicos binários, e em uma ampla faixa de concentração de soluto. Para tanto, devem ser utilizados diferentes aparatos experimentais, de maneira que permitam mapear termicamente a solidificação com o objetivo de correlacionar variáveis, características da evolução do processo, com parâmetros da estrutura formada.

### **2.3.2 Dispositivo para Solidificação Unidirecional Vertical Ascendente**

A Figura 2.3 apresenta esquematicamente um dispositivo de solidificação vertical ascendente refrigerado à água no qual um conjunto de termopares é inserido no interior do metal líquido, em diferentes posições a partir da base, permitindo o registro da evolução térmica durante todo o processo, para a determinação das variáveis térmicas da solidificação. Nesse dispositivo, a solidificação acontece em sentido contrário ao da ação da gravidade com o peso próprio do lingote, portanto, atuando no sentido de favorecer o contato térmico com a base refrigerada. Durante o processo quando o soluto rejeitado na solidificação provoca a formação de um líquido interdendrítico mais denso que o volume do metal líquido de origem, a solidificação se processa de forma completamente estável sob o ponto de vista de movimentação do líquido, ou seja, como o perfil de temperaturas no líquido é crescente em direção ao topo do lingote e o líquido mais denso localiza-se junto à fronteira de transformação sólido/líquido, não ocorrendo assim correntes convectivas nem por diferença de temperaturas e nem por diferença de concentrações de soluto o que facilita a análise da transferência de calor uma vez que esta acontece essencialmente por condução térmica unidirecional.

O dispositivo em questão foi utilizado pela primeira vez no Brasil por Garcia (1978), para aferição de um modelo matemático analítico exato, e tem sido utilizado por diversos autores em trabalhos recentes sobre o assunto (Siqueira, 2002; Rocha, 2003; Osório, 2003; Ferreira, 2004; Peres, 2005;).

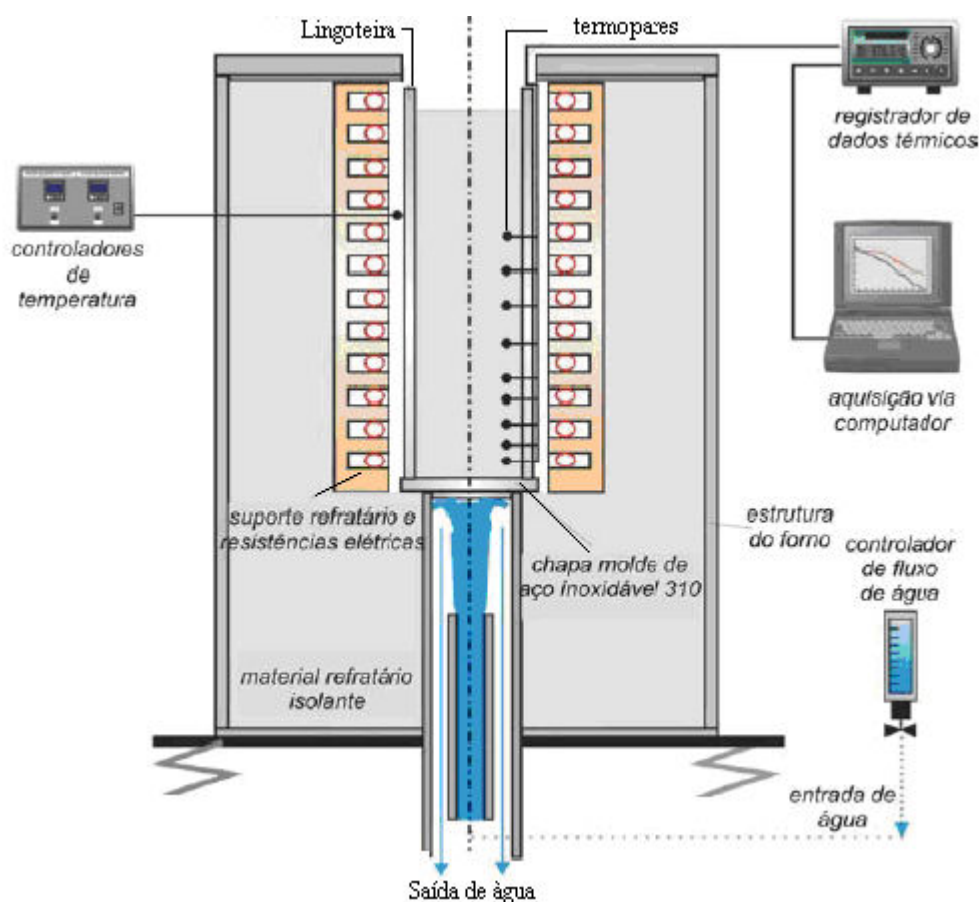


Figura 2.3 – Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente desenvolvido por Garcia (1978).

### 2.3.3 Dispositivo para Solidificação Vertical Descendente

Desenvolvido recentemente por Spinelli (2005), o mesmo é bastante similar ao anterior quanto à sua estruturação, entretanto, a câmara refrigerada à água é localizada no topo do lingote. Nestas condições, a solidificação acontece no mesmo sentido da ação da gravidade, com o peso próprio do lingote atuando no sentido de deslocá-lo do contato com a base refrigerada, o que irá configurar uma situação de maior resistência térmica à passagem de calor do lingote em direção ao fluido de refrigeração, quando comparada com a solidificação vertical ascendente. Outra diferença essencial, segundo Spinelli (2005), consiste sempre na presença de algum movimento convectivo uma vez que o perfil de temperaturas do líquido é crescente em direção à base do lingote (isolada termicamente), o que significa que ocorrerá pelo menos convecção por diferença de temperaturas no líquido. Naturalmente que, se o soluto rejeitado provocar um líquido interdendrítico de maior densidade do que o líquido

nominal, ocorrerá também movimento convectivo por diferença de densidades. Este arranjo experimental é importante exatamente por este motivo, ou seja, promove o contraponto com a solidificação ascendente permitindo a verificação da influência de correntes convectivas sobre o arranjo da estrutura de solidificação, mostrando as diferenças entre ambas as configurações quando solidificam-se ligas de mesma composição. A Figura 2.4, apresenta o dispositivo de solidificação vertical descendente, tendo a câmara refrigerada à água localizada no topo do lingote. Nesse caso, a solidificação ocorrerá no mesmo sentido da ação da força da gravidade, com o peso próprio do lingote atuando no sentido de deslocar o mesmo do contato com a base refrigerada o que proporcionará uma situação de maior resistência térmica à passagem de calor em direção ao fluido de refrigeração, quando comparada com a solidificação ascendente.

#### **2.3.4 Dispositivo para Solidificação Unidirecional Horizontal**

Esta configuração é sem dúvida a mais complexa sob o ponto de vista da determinação das variáveis térmicas de solidificação. Neste caso, o processo pode ser conduzido de duas maneiras distintas:

- A partir do vazamento de metal líquido no interior de um molde isolado termicamente nas laterais e com o calor sendo retirado somente por uma das extremidades através de um bloco maciço metálico ou de uma câmara de refrigeração.
- Através de um sistema semelhante que permita, no entanto, fundir o metal em seu interior até que uma determinada temperatura seja alcançada a partir da qual a refrigeração (natural ou forçada) se inicia e, conseqüentemente, a solidificação.

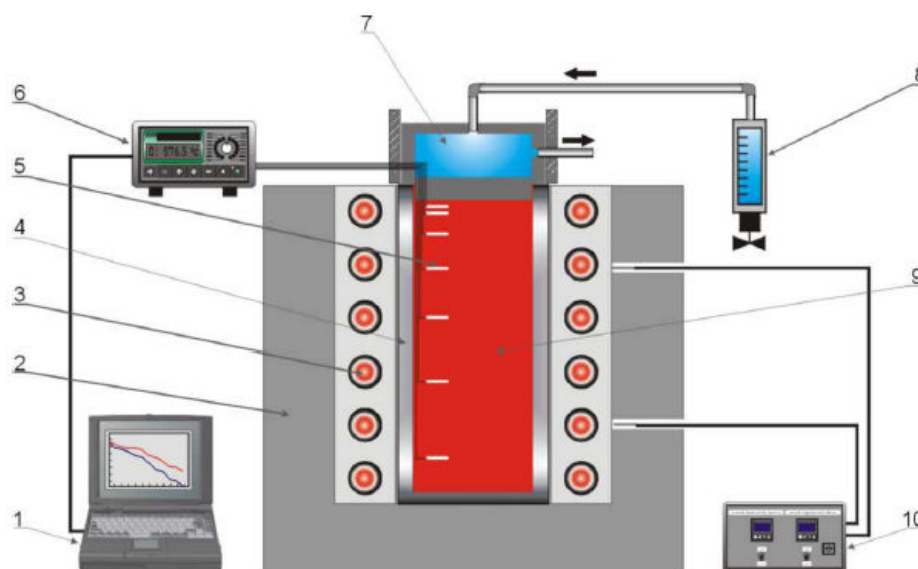


Figura 2.4– Dispositivo de solidificação unidirecional vertical descendente desenvolvido por Spinelli (2005) com a correspondente identificação de seus principais componentes: (1) Sistema de aquisição de dados; (2) Material refratário; (3) Resistências elétricas; (4) Lingoteira; (5) Termopares; (6) Registrador de dados; (7) Câmara refrigerada; (8) Rotâmetro; (9) Metal; (10) Controle do forno.

No primeiro caso, a turbulência do vazamento induz correntes de convecção forçada que levam algum tempo para se dissipar e agem com intensidades diferentes ao longo da seção do lingote. Não se pode considerar, neste caso, que esteja ocorrendo rigorosamente uma solidificação unidirecional mesmo com a fonte fria determinando o transporte de calor essencialmente em sua direção. Na segunda situação garante-se, com a fusão do metal na própria lingoteira, uma maior estabilidade em relação ao movimento de metal líquido. É importante ressaltar, entretanto, que não se podem assegurar as mesmas variáveis térmicas de solidificação ao longo de diferentes seções horizontais da base ao topo do lingote uma vez que instabilidades térmicas e diferenças de densidade no líquido irão induzir correntes convectivas que serão diferentes ao longo destas seções. É importante, neste caso, que o mapeamento térmico da evolução da solidificação seja realizado em uma seção horizontal o mais próximo possível da seção na qual serão analisados os aspectos da macroestrutura e da microestrutura. O registro da evolução térmica durante todo o processo para determinação das variáveis térmicas de solidificação é implementado através da inserção de termopares em diferentes posições no metal líquido. A Figura 2.5 apresenta um esquema de um dispositivo de



solidificação unidirecional horizontal com vazamento de metal líquido no interior do molde desenvolvido por Quaresma (1999).

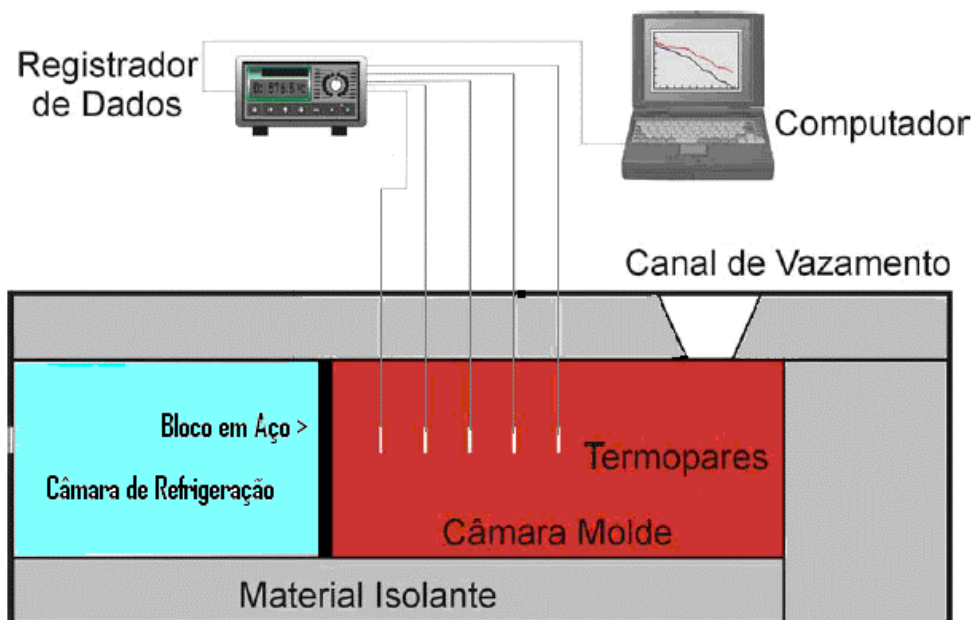


Figura 2.5 - Dispositivo de solidificação unidirecional horizontal utilizado por Quaresma (1999).

Por outro lado, a Figura 2.6 apresenta o esquema de um dispositivo de solidificação unidirecional horizontal refrigerado à água, desenvolvido por Silva (2007), que leva em conta os efeitos impostos pela presença da convecção devido a densidade de soluto no líquido ser maior que a densidade da liga formada (melhorar o sentido). Para a sua aferição, foram consideradas as ligas binárias Al 4%Cu, Sn 5%Pb, Sn 15%Pb e Sn 20%Pb. A validade dos resultados encontrados para as ligas estudadas no dispositivo construído é comprovada experimentalmente por meio da obtenção de macroestruturas formadas por grãos colunares fortemente orientados na direção da extração de calor do sistema metal/molde. Assim, considerando a importância dos estudos que permitem correlacionar parâmetros térmicos com estruturais, o dispositivo a ser utilizado neste trabalho, conforme definido nos objetivos do mesmo, será aquele desenvolvido por Silva (2007), uma vez que o mesmo segue uma linha de pesquisa estabelecida pelo Grupo de Pesquisa de Metalurgia Física e de Transformação do CEFET-PA..

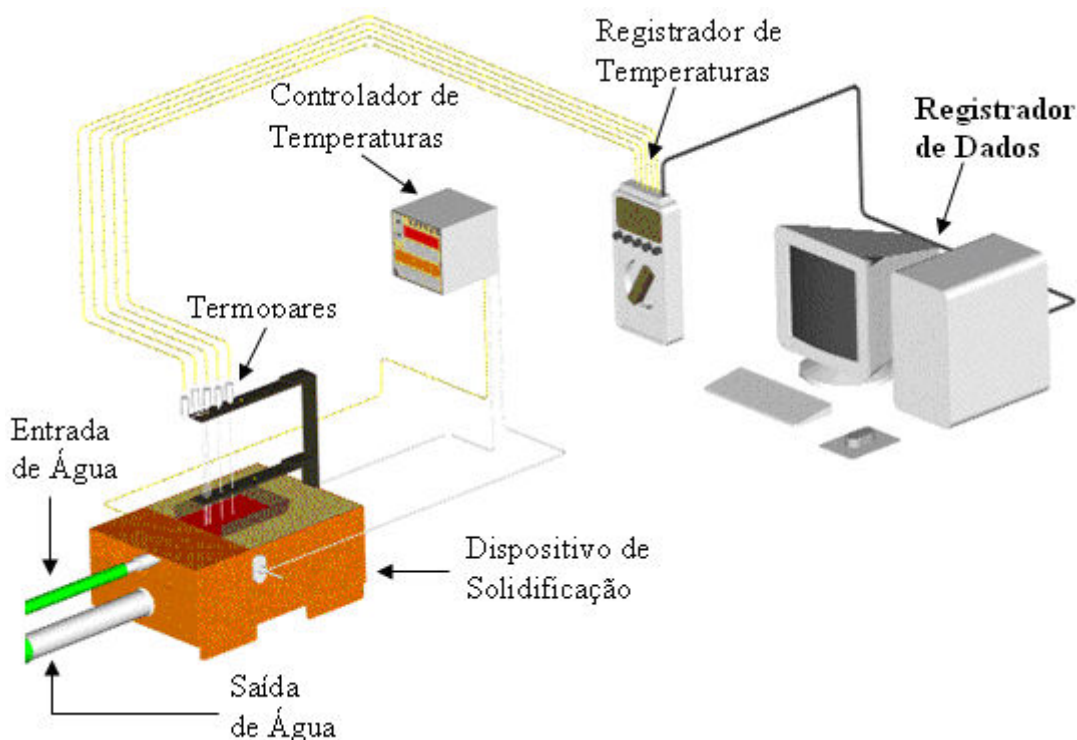


Figura 2.6 - Dispositivo de solidificação unidirecional horizontal desenvolvido por Silva (2007) com a correspondente identificação de seus principais componentes.

A Tabela 2.1 mostra, de maneira resumida, alguns dos principais trabalhos desenvolvidos recentemente pelo Grupo de Pesquisa de Solidificação (GPS) da Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, com exceção do trabalho de Silva (2007), para o estudo da solidificação unidirecional de ligas metálicas, todos sob condições transitórias de extração de calor, cuja aplicação de maior importância tecnológica pode ser encontrada no processo de lingotamento contínuo de materiais metálicos (Rocha 2003).

## 2.4 FORMAÇÃO DAS MACROESTRUTURAS DE SOLIDIFICAÇÃO

Na temperatura em que o metal encontra-se no estado físico de agregação líquido, não existe uma ordenação atômica regular (estrutura amorfa), pois os átomos possuem um alto nível de energia, que pode ser representado pela cinética e potencial. A primeira energia está relacionada à movimentação atômica e a segunda à distância interatômica.

No instante em que ocorrer extração forçada da carga térmica ou uma dissipação natural em função da geometria e constituinte do recipiente que acomoda o metal líquido, desencadeia-se o processo de solidificação que tenderá a arranjar os átomos com uma determinada simetria espacial e regular.

A evolução da solidificação só é possível devido à ocorrência do processo de nucleação e crescimento dos núcleos formados pelo mecanismo de adição de átomos, originando os grãos cristalinos. A nucleação só ocorre quando a energia cinética de vários átomos do metal líquido atinge um valor suficientemente baixo, permitindo que eles ocupem posições de equilíbrio na rede cristalina. Daí em diante o núcleo continua crescendo à medida que a extração de calor evolui, desde que a variação total de energia livre dê condições para a continuidade do crescimento, caso contrário o embrião sólido volta a se dissolver no líquido. Em termos da solidificação direcional, onde a extração da carga térmica ocorre em uma única direção, logo após a formação dos primeiros núcleos cria-se uma pequena casca sólida que define a interface sólido/líquido, que representa uma separação física entre os dois estados de agregação.

As estruturas de solidificação podem ser subdivididas em: macroestruturas e microestruturas. Denominam-se macroestruturas, as formações morfológicas estruturais que são observadas e avaliadas a olho nu, ou com auxílio do aumento óptico em até de 10 vezes. As microestruturas, no entanto, só são efetivamente observadas por intermédio de aumentos ópticos no mínimo na ordem de 10 vezes e avançando na observação nano métrica com auxílio da microscopia eletrônica. No entanto, só serão objetivos deste trabalho avaliar a macroestrutura.

Assim sendo, a formação da macroestrutura tanto nos metais puros, quanto nas ligas metálicas, são semelhantes do ponto de vista macroscópico e no que diz respeito à disposição das estruturas. Essa macroestrutura pode se apresentar em três diferentes morfologias: coquilhada, colunar e equiaxial.

A Figura 2.7 representa uma ilustração esquemática destas estruturas de solidificação, inclusive ilustrando a transição macroestrutural colunar/equiaxial.

Tabela 2.1 – Alguns dos principais trabalhos desenvolvidos recentemente para o estudo da solidificação unidirecional.

<b>Autor</b>	<b>Configuração do Dispositivo</b>	<b>Objeto de Estudo</b>	<b>Ligas Estudadas</b>	<b>Convecção Solutal</b>
Quaresma, 1999	Horizontal	Correlação entre condições de solidificação, microestrutura e resistência mecânica.	Sistemas binários Al-Cu e Sn-Pb	Não avaliou
Siqueira, 2002	Vertical Ascendente	Influência dos parâmetros térmicos de solidificação na transição colunar/equiaxial.	Sistemas Binários Al-Cu e Sn-Pb	Não ocorreu
Rocha, 2003	Vertical Ascendente	Análise da transição celular/dendrítica e da morfologia dendrítica.	Sistemas Binários Al-Cu e Sn-Pb	Não ocorreu
Peres, 2004	Vertical Ascendente	Desenvolvimento da macro e micro estrutura de ligas Al-Si.	Sistemas Binários Al-Si	Não ocorreu
Spinelli, 2005	Vertical Descendente	Influência da convecção no líquido nos parâmetros térmicos.	Sistemas binários Sn-Pb	Avaliou
Goulart, 2006	Horizontal	Variáveis térmicas de solidificação, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas hipoeutéticas Al-Si.	Sistemas Binários Al-Si	Não avaliou
Silva, 2007	Horizontal	Projeto, construção e aferição de um dispositivo de solidificação.	Sistemas Binários Al-Cu e Sn-Pb	Avaliou

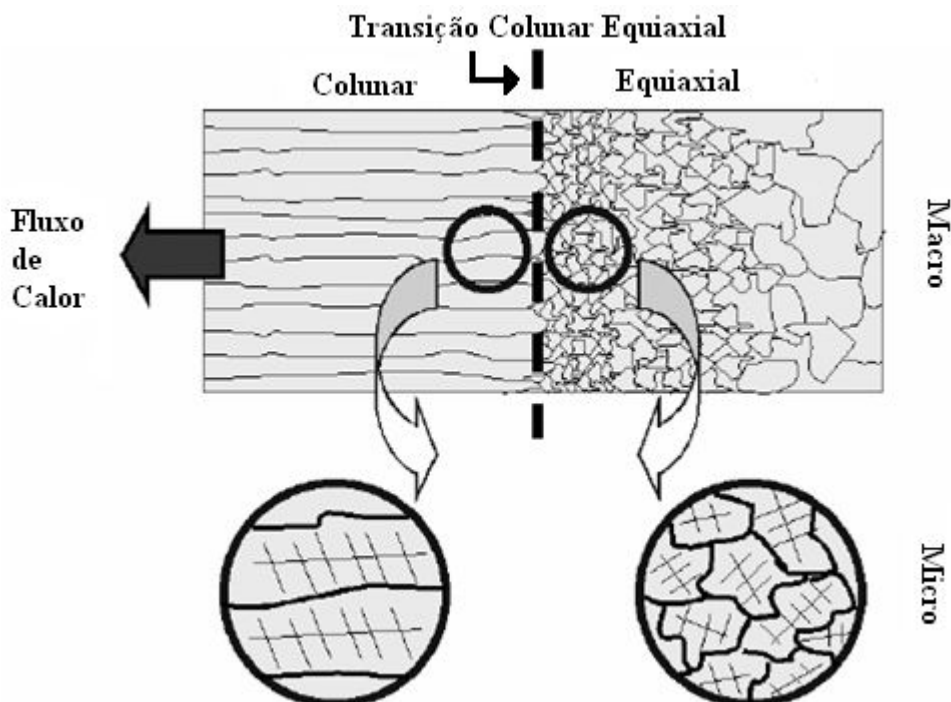


Figura 2.7 - Ilustração esquemática das estruturas macroscópicas de um lingote fundido com transição colunar/equiaxial (Osório, 2004).

#### 2.4.1 - Zonas Coquilhada, Colunar e Equiaxial

Do ponto de vista macroestrutural, um produto fundido pode apresentar três zonas estruturais distintas, bem definidas, as quais podem apresentar grãos de diferentes dimensões, orientações e formas. As três zonas podem não estar presentes em um mesmo caso, entretanto, quando um metal fundido contém grãos colunares e equiaxiais, a transição entre as duas morfologias ocorre em uma faixa estreita, com as zonas colunar e equiaxial completamente distintas. A literatura apresenta inúmeros estudos sobre a formação destas zonas os quais buscam um entendimento dos mecanismos de formação da macroestrutura durante a solidificação, devido a sua influência nas propriedades mecânicas do metal fundido (Chalmers, 1964; Bower, 1967; Flemings, 1974; Flood, 1987; Suri, 1991; Siqueira, 2002; Spinelli, 2005).

O processo de formação da zona equiaxial é muito importante para a determinação da macroestrutura de solidificação. Na ausência da zona equiaxial, o metal pode apresentar estrutura totalmente colunar. Grãos equiaxiais podem crescer à frente das dendritas colunares e a transição colunar/equiaxial ocorrerá quando esses grãos forem suficientemente grandes e numerosos impedindo assim o avanço da frente colunar. A extensão da zona equiaxial é o

resultado da competição entre os grãos colunares e equiaxiais. De maneira geral a formação da zona equiaxial exige:

- A presença de núcleos sólidos no metal líquido
- Condições que promovam o crescimento desses núcleos.

Muitos estudos têm sido propostos com o objetivo de explicar os mecanismos envolvidos na transição colunar/equiaxial, conforme será visto em seguida neste capítulo. Admitia-se que estes núcleos se desenvolviam no interior do líquido, quando presentes. A capacidade e tendência do crescimento dos grãos não eram consideradas. Entretanto, se o crescimento equiaxial é relativamente mais lento que o crescimento colunar ou se é restrito a uma pequena região superesfriada à frente da interface colunar/líquido então, embora os núcleos equiaxiais estejam presentes, o crescimento colunar pode ocorrer em toda a macroestrutura absorvendo os pequenos grãos equiaxiais à medida que a frente avança.

Em geral, considerando a solidificação unidirecional, a macroestrutura de solidificação pode apresentar três zonas distintas, conforme ilustrado na Figura 2.8.

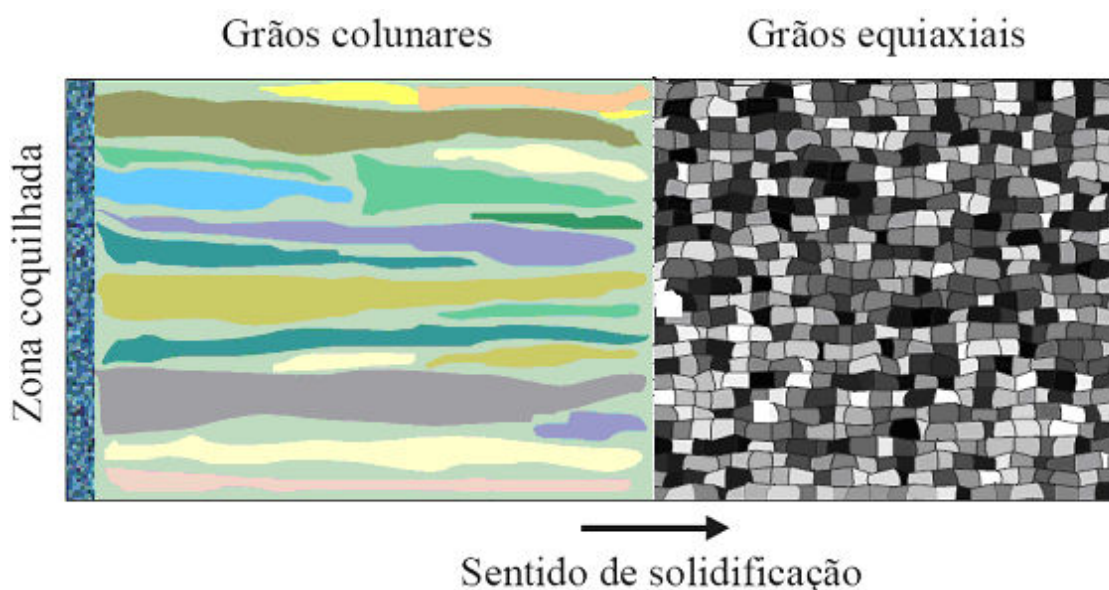


Figura 2.8 - Representação esquemática das zonas estruturais normalmente encontradas em um produto fundido (Goulart 2005).

A zona coquilhada é caracterizada por apresentar grãos cristalinos de orientações aleatórias, normalmente de pequenas dimensões, localizados junto às paredes do molde, produzidos no primeiro contato do metal líquido com o molde à temperatura ambiente no instante do vazamento. As altas taxas de resfriamento obtidas irão provocar uma rápida

diminuição local da temperatura e favorecer uma nucleação intensa de grãos. Esse decréscimo de temperatura ocasiona um super-resfriamento térmico. Com isso, os primeiros grãos cristalinos começam a desenvolver-se com formas e dimensões reduzidas quase sempre uniformes, constituindo uma fina camada de grãos de crescimento aleatório junto às paredes do molde.

A zona colunar é constituída por grãos cristalinos alongados e alinhada paralelamente à direção do fluxo de calor extraído do sistema. Inicia-se a constituição da zona colunar pelo crescimento de grãos formados a partir de núcleos oriundos do rápido resfriamento do líquido nos instantes iniciais da solidificação que apresentam direção cristalográfica favorável ao crescimento na direção da extração de calor. Esses núcleos tendem a crescer mais rapidamente que os outros, bloqueando o crescimento dos demais grãos coquilhados. Os grãos assim formados possuem dimensões bem maiores que aqueles da zona coquilhada, apresentando ainda direções cristalográficas fortemente orientadas. A prática de solidificação mostra que estruturas predominantemente colunares são obtidas em ligas com baixos níveis de soluto, submetidos a um regime de extração de calor altamente direcional, isto é, em sistemas metal/molde que apresentem alto coeficiente de transferência de calor. Pode-se, ainda, obter uma estrutura totalmente colunar através de resfriamento unidirecional, no qual as demais superfícies são isoladas termicamente.

A terceira zona é constituída por uma região central de grãos cristalinos sem orientações preferenciais, denominados equiaxiais, de dimensões relativamente elevadas quando comparados com aqueles da zona coquilhada. Diferente do crescimento da zona colunar, a zona equiaxial central é caracterizada por grãos que crescem com direções cristalográficas aleatórias.

Alguns trabalhos desenvolvidos anteriormente apontam no sentido da redução ou supressão da zona equiaxial quando são mantidos elevados gradientes de temperatura no líquido e quando condições de solidificação favorecem a redução do movimento convectivo.

#### **2.4.2 Influência dos parâmetros de solidificação**

A macroestrutura de solidificação é afetada por vários fatores, tais como: superaquecimento do líquido, composição química, fluxo de fluido, adição de refinadores de grãos e tamanho do fundido. Estes fatores de influência são apresentados na tabela 2.2. Os vários mecanismos e modelos para a transição colunar/equiaxial precisam ser discutidos e avaliados com referências e observações experimentais.

Tabela 2.2 – Parâmetros de fundição que afetam a macroestrutura de solidificação (Spinelli, 2005)

<b>Variáveis de Solidificação</b>	<b>Efeitos</b>
Superaquecimento	Aumentando o superaquecimento, aumenta a extensão da zona colunar. A tendência é menos notada em grandes fundidos.
Ligas Binárias	Baixos valores do parâmetro - $m_L(1-k_0)C_0/k_0$ favorecem a estrutura colunar, altos valores favorecem a estrutura equiaxial..
Composição	Aumentando o conteúdo da liga ( $C_0$ ), tende-se a diminuir a extensão da região colunar. Algumas investigações relatam que a região colunar não é uma simples função da concentração da liga.
Fluxo de Fluido (natural ou forçado)	Aumentando o fluxo de fluido diminui a extensão da região colunar
Refinadores de grãos	A produção de núcleos não é suficiente para gerar uma zona equiaxial. O tamanho de grão é dependente da taxa de resfriamento. Adição de refinadores de grãos pode reduzir a extensão do crescimento colunar.
Mecanismos de vibração	O mecanismo de vibração promove resfriamento de grãos e pode aumentar a zona equiaxial.
Tamanhos dos grãos	O superaquecimento é menos significativo na estrutura de grãos de grandes fundidos. Aumentando-se a seção transversal, produz-se um aumento na proporção de grãos equiaxiais. Maior sensibilidade para variações na altura da peça.

Superaquecimentos crescentes, quando não impedem completamente a formação de zona equiaxial, podem retardar a transição colunar/equiaxial, aumentando dessa forma o comprimento relativo da zona colunar. O aquecimento do molde pode provocar efeito semelhante.

A capacidade de resfriamento na interface metal/molde, traduzida pelo coeficiente de transferência de calor  $h_i$ , influi retardando a transição para valores de  $h_i$  mais elevados.



Taxas de resfriamento mais elevadas favorecem o aumento da zona colunar. Isto explica o fato de serem observadas zonas colunares proporcionalmente maiores no lingotamento contínuo de ligas do que no lingotamento estático. Examinando-se dois processos bastante distintos, por exemplo, a fundição contínua de fitas metálicas em rolos refrigerados e a fundição em molde de areia, vê-se que o coeficiente de transferência de calor metal/molde no primeiro processo é bastante elevado, assim como  $G_L$  e  $V_L$  (gradiente térmico e velocidade á frente da isoterma liquidus), o que indica a predominância de estrutura colunar a menos que se disponha de um refinador de grãos de extrema eficiência. Já no caso da fundição em areia, dá-se o reverso, com valores de gradiente e velocidade bastante baixos, indicando que a estrutura equiaxial deve prevalecer mesmo sem a ação de refinadores eficientes.

O teor de soluto na composição química da liga atua no sentido de favorecer a transição na medida em que é aumentado, até um limite que impede completamente a presença de zona colunar. É preciso ressaltar que podem ocorrer exceções, como é o caso do teor de carbono nos aços (Garcia, 2001).

#### **2.4.3 Origem dos Núcleos e Crescimento dos Grãos Equiaxiais**

A formação da zona equiaxial requer a existência de pequenos cristais ou núcleos no metal líquido durante o resfriamento. Três mecanismos para a formação desses núcleos têm sido propostos e são usados para formar a base da discussão sobre os efeitos dos parâmetros de solidificação na transição colunar para equiaxial.

- Super-resfriamento constitucional.
- Mecanismo do Big Bang.
- Mecanismo de separação dendrítica ou fragmentação.

No mecanismo do Big Bang, os grãos equiaxiais resultam da nucleação pré-dendrítica formada durante o vazamento pela ação do resfriamento inicial do molde. Os grãos são então carregados para dentro do metal pelo fluxo de fluido (convecção) e podem sobreviver até que o superaquecimento tenha sido removido (Chalmers, 1964). A sobrevivência dos núcleos resfriados até que o superaquecimento seja dissipado e completamente provável para superaquecimentos moderados, devido ao calor latente relativamente elevado presente na solidificação dos metais.

A nucleação do mecanismo do Big Bang pode ser observada na refrigeração de uma solução saturada de  $NH_4Cl$ , conforme apresenta a Figura 2.9 (Jackson, 1966).

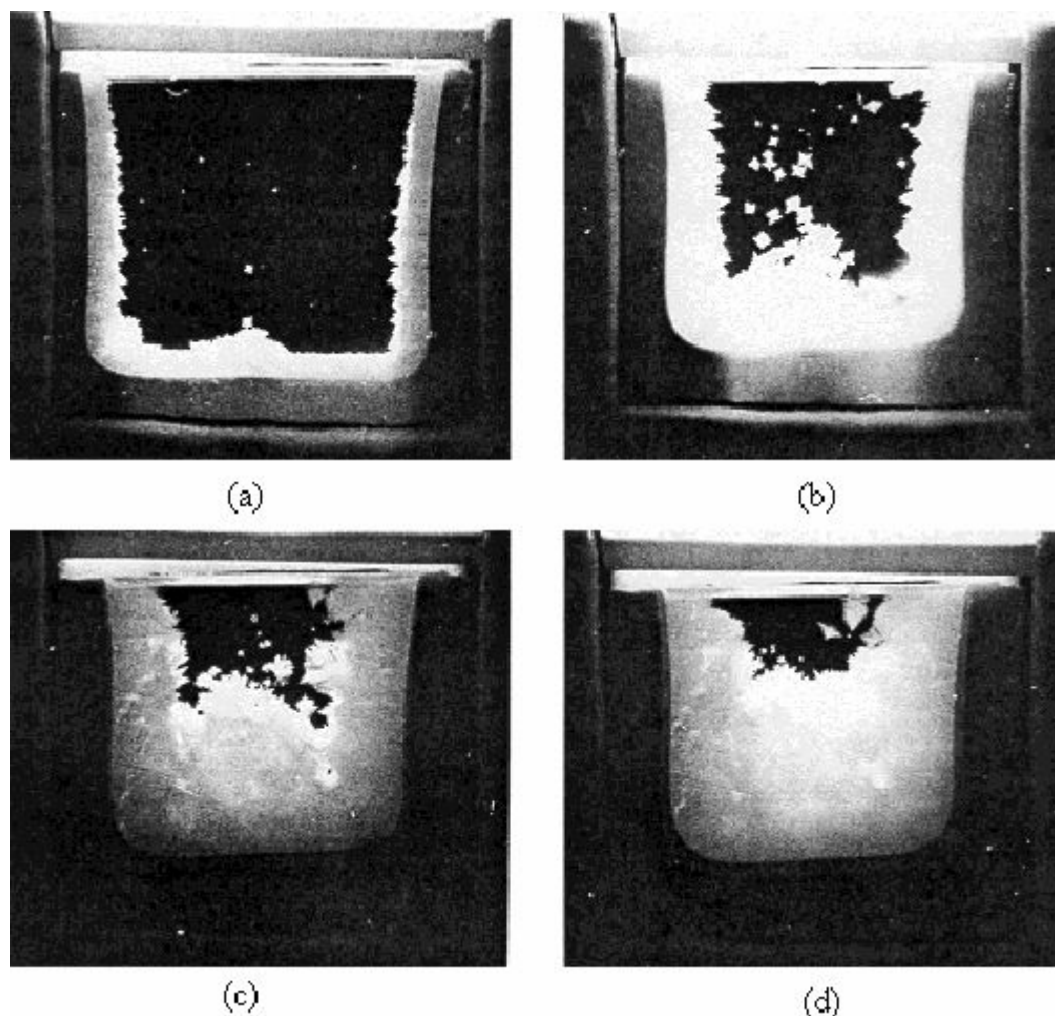


Figura 2.9 – Sequência da solidificação (a-b-c-d) de solução de cloreto de amônia e água em lingoteira de alumínio com janela de observação de quartzo (Garcia, 2001).

Uma severa mudança é identificada com o aumento do superaquecimento, com um número muito grande de cristais remanescente no líquido após o vazamento. Quando núcleos produzidos pelo resfriamento inicial sobrevivem, eles crescem como cristais equiaxiais e determinam sua ocupação apenas na parte inferior do lingote.

Grãos pré-dendríticos podem ser encontrados aprisionados em zonas colunares e equiaxiais (Biloni, 1965). Eles são arredondados e lisos, como esperado, em função de estarem em contato com o líquido por um longo tempo. A origem desses núcleos é, porém, incerta, embora eles possam ter sido originados durante o vazamento, podem também ter surgido através da refusão dendrítica.

A teoria do Big Bang pode explicar os efeitos do superaquecimento e convecção nos estágios iniciais da solidificação. Variações no superaquecimento e na convecção não implicam em alterações significativas na extensão do super-resfriamento constitucional no metal, embora exerçam influência considerável na estrutura de solidificação (Uhlmann, 1966;

Spittle, 1968). Aumentando a temperatura de vazamento, reduz-se o tamanho da zona equiaxial e aumenta-se o tamanho dos grãos. E, reduzindo-se a convecção pela introdução de um campo magnético estático, pode-se eliminar completamente a zona equiaxial. Duas explicações são viáveis.

- Aumentando-se o superaquecimento, diminui-se a capacidade de resfriamento do metal ao longo do vazamento e aumenta-se o tempo de dissipação do superaquecimento, conseqüentemente, poucos núcleos são produzidos no vazamento e poucos grãos equiaxiais sobrevivem para crescerem e originar grãos equiaxiais.
- Reduzindo-se a convecção, diminui-se o número de núcleos que são formados na fronteira metal/molde e que alcançam o centro da peça.

Vários experimentos relatados na literatura mostram que, combinando convecção e agitação durante a solidificação de compostos orgânicos análogos a metais, produz-se um grande número de núcleos no líquido (Jackson, 1966). Dessa maneira, postulou-se que flutuações na velocidade de crescimento forcem a fusão localizada de ramos dendríticos que se destacam e são arrastados para o centro do lingote. Admite-se que a recalescência, localizada ou disseminada pelo fundido, seja o principal fator de influência para separação de braços dendríticos. Tais refusões podem também ser provocadas pela presença de soluto suficiente para alterar o ponto de fusão do solvente. As correntes convectivas podem mecanicamente causar a quebra de ramos dendríticos já que a ductilidade do metal é quase nula próxima do ponto de fusão.

Quando da solidificação ascendente, a superfície dendrítica próxima do topo do lingote pode se constituir em importante fonte de grãos equiaxiais (Jackson, 1966). Fragmentos de dendritas rejeitados à frente da fronteira colunar como um resultado de fluxo interdendrítico provocado por diferenças de densidade são um importante fator para a origem dos grãos equiaxiais (McDonald, 1969).

A quebra de ramos dendríticos é conseqüência da influencia da convecção. Dos três mecanismos de nucleação, somente o de quebra de ramos dendríticos pode explicar a formação da zona equiaxial quando da não existência de núcleos heterogêneos e da ausência do efeito de coquilhamento provocado pelo molde.

Dois modelos de crescimento equiaxial foram propostos na literatura (Burden, 1974; Fredriksson, 1972).

- Grãos no líquido que sedimentam para formar um aglomerado na base do lingote, que então impede o avanço da frente colunar.

- Grãos equiaxiais que aderem à frente colunar e que crescem com algumas características colunares.

A sedimentação produz uma zona equiaxial completa e as adesões provocam ramificações na estrutura colunar. A zona colunar ramificada aumenta com a altura porque a frente é obstruída em um tempo posterior pela sedimentação de grãos em posições mais elevadas. A sedimentação ocorre pela diferença de densidade de grãos, e apoiada pela contração da solidificação, não por causa da rejeição de soluto durante o resfriamento, porque a maior parte do soluto rejeitado é retida interdendriticamente.

Outras investigações mostram que o crescimento equiaxial começa nos estágios iniciais em uma camada super-resfriada à frente da ponta da dendrita colunar, e antes que o superaquecimento tenha sido removido do centro do lingote (Kisakurek, 1984). Nessas condições, podem ocorrer duas regiões de crescimento equiaxial (Flood, 1987B).

- O crescimento equiaxial continua limitado a uma estreita camada super-resfriada. A dimensão dessa camada, neste caso, determina a extensão do crescimento equiaxial.
- O superaquecimento é removido do centro do lingote, neste caso, o crescimento equiaxial pode ocorrer em direção ao centro.

No primeiro caso, o crescimento equiaxial pode ser suficiente para obstruir as dendritas colunares. O crescimento então continuar pelo movimento de uma frente equiaxial em direção ao centro (Fredriksson, 1986). A zona equiaxial só se forma quando os grãos equiaxiais no metal são suficientes em número e crescem rapidamente para obstruir a frente colunar. Há um crescimento competitivo entre os grãos colunares e equiaxiais. Os fatores determinantes para esta transição são o grau e a extensão do super-resfriamento constitucional no líquido e a velocidade da frente colunar. É possível que núcleos equiaxiais existam à frente da frente colunar e ainda não consigam desenvolver uma zona completamente equiaxial por causa de condições existentes desfavoráveis a esse crescimento. Existem evidências que a zona equiaxial seja favorecida por pequenos gradientes de temperatura no metal líquido. Alguns trabalhos experimentais apontam no sentido de redução ou supressão da zona equiaxial quando são mantidos elevados gradientes de temperatura no líquido e quando condições de solidificação favoreçam a redução do movimento convectivo (Garcia, 2001).

## 2.5 ESTUDO DA TRANSIÇÃO COLUNAR/EQUIAXIAL

Dependendo das condições de solidificação e da composição química da liga as peças fundidas podem apresentar estruturas completamente colunares ou totalmente equiaxiais. Entretanto, uma estrutura mais complexa, e que geralmente ocorre na solidificação em moldes metálicos, apresenta os dois tipos de estruturas. Assim, grãos equiaxiais podem nuclear e crescer imediatamente à frente da zona colunar, provocando uma transição colunar/equiaxial (TCE) através de toda extensão do plano paralelo à superfície de refrigeração do molde (Siqueira, 2002).

A TCE é importante na programação das propriedades mecânicas de produtos metálicos. Peças solidificadas com estruturas completamente equiaxiais são mais apropriadas para inúmeras aplicações por apresentarem isotropia de propriedades físicas e mecânicas. Por outro lado, a anisotropia das propriedades das estruturas colunares permite aplicações tecnológicas importantes como, por exemplo, as palhetas de motores a jato onde o crescimento colunar da estrutura deve coincidir com a direção de máxima solicitação mecânica durante o funcionamento das mesmas. Além disso, com a eliminação gradativa dos contornos de grãos da estrutura colunar para a equiaxial, o componente de deformação por escorregamento de contornos de grãos vai diminuindo sua influência. Dessa forma, palhetas com estrutura colunar garantem um aumento significativo na resistência à fluência (Garcia, 2001).

A TCE tem sido alvo de estudos e a literatura mostra que a competição entre esses dois tipos de crescimento de grãos é fundamentalmente governada pelas condições do sistema metal/molde tais como composição da liga, densidade de núcleos no volume de metal líquido, superaquecimento do metal líquido, difusividade de calor do material do molde e convecção no metal líquido (Tarshis, 1971; Doherty, 1977; Witzke, 1982; Hunt, 1984; Suri, 1991; Wang, 1994; Ares, 2000; Gandim, 2000).

É necessário, no entanto, que os mecanismos que levam a essa transição sejam entendidos bem como o desenvolvimento de modelos que permitam quantificar a proporção relativa de cada zona estrutural em função de seus parâmetros ou variáveis de influência. Esses estudos, como também os últimos modelos desenvolvidos, ressaltam a importância do crescimento relativo dos grãos colunares e equiaxiais, desenvolvendo também expressões ou procedimentos matemáticos para descrever um critério à TCE em função da velocidade de deslocamento da isoterma liquidus ( $V_L$ ) e do gradiente térmico ( $G_L$ ) ocorrentes no líquido imediatamente à frente das dendritas primárias (Suri, 1991; Fredriksson 1986; Mahapatra, 1987; Ares, 2000; Gandim, 2000).

Burden e Hunt (1975) sugerem que a TCE é causada por um empilhamento de cristais equiaxiais bloqueando o crescimento dos grãos colunares ou pela aderência de cristais equiaxiais presentes no líquido à frente da interface colunar dendrítica. Ambos os mecanismos dependem de uma rápida velocidade de crescimento dos cristais equiaxiais no líquido. Isto tem sido observado na solidificação de compostos orgânicos transparentes onde pequenos cristais presentes no líquido à frente da interface crescem rapidamente para produzir a TCE, por qualquer dos dois mecanismos citados (Siqueira, 2002). Esses autores apresentam resultados experimentais mostrando que as temperaturas de crescimento de células e dendritas variam com a velocidade de crescimento e o gradiente de temperatura. Para um elevado gradiente positivo de temperatura à frente das dendritas, a temperatura primeiro aumenta, depois diminui com o aumento da velocidade. No entanto, para um gradiente negativo ou nulo, a temperatura diminui continuamente com o aumento da velocidade. Segundo a forma dessas curvas, um possível mecanismo pode ser sugerido para um repentino aumento na velocidade de crescimento de cristais equiaxiais, o que pode produzir a TCE.

Vamos supor o vazamento de um metal com um determinado superaquecimento. Ao solidificar, cristais começarão a crescer rapidamente a partir das paredes do molde em direção ao centro, inicialmente sob condições de um elevado gradiente de temperatura produzido pelo superaquecimento, representado pela posição C1 na Figura 2.10. À medida que a solidificação evolui, a velocidade de crescimento das dendritas colunares diminuirá e o gradiente de temperatura no líquido tenderá a zero. A temperatura de crescimento da interface colunar subirá lentamente para a posição C2. Quando o gradiente de temperatura à frente da interface colunar for zero, cristais equiaxiais começarão a crescer no líquido. Esses cristais começarão a crescer mais lentamente do que a interface colunar uma vez que o calor latente liberado terá que ser extraído através da interface colunar. Eles crescerão, portanto, a uma temperatura mais elevada, indicada por E1 na Figura 2.10. À medida que crescem e se tornam mais numerosos, o calor latente que eles liberam produzirá um pequeno gradiente positivo à frente da interface colunar diminuindo a velocidade de deslocamento da interface. Este gradiente positivo e a menor velocidade de crescimento produzirão uma queda na temperatura da interface colunar, conforme mostra a posição C3 na Figura 2.10. A velocidade de crescimento dos cristais equiaxiais será aumentada devido a maior taxa de extração de calor do metal líquido, posição E2 na Figura 2.10. Esta alteração provocará uma diminuição na velocidade de crescimento da interface colunar, um aumento no gradiente de temperatura e uma diminuição da temperatura da frente colunar, posição C4 na Figura 2.10. As velocidades de crescimento e temperaturas dos cristais colunares e equiaxiais seguirão então as setas

mostradas na Figura 2.10. A velocidade de crescimento de cristais equiaxiais aumenta rapidamente e a velocidade de crescimento da interface colunar diminui. Eventualmente, pode-se alcançar uma condição onde a frente colunar encontra-se quase estacionada, porém onde os cristais equiaxiais estão crescendo rapidamente. Este fenômeno conduz a uma mudança repentina na estrutura que pode ser observada em peças fundidas e lingotes. É muito mais difícil imaginar esta mudança repentina, se os efeitos do gradiente à frente da interface colunar forem desprezados.

Embora se possa antecipar a tendência da TCE pela observação qualitativa dos fatores de influência mencionados, a previsão quantitativa dessa transição exige completa compreensão de todos os mecanismos físicos envolvidos. O campo térmico, por exemplo, é afetado significativamente pelo crescimento competitivo entre as solidificações colunar e equiaxial uma vez que o crescimento colunar é condicionado pelo movimento das isoterma características liquidus e solidus, enquanto que o crescimento equiaxial à frente da interface colunar altera o campo de temperaturas pela liberação de calor latente. Complicações dessa natureza dificultam a modelagem matemática dessa transição podendo-se destacar, nesse particular, os modelos de Hunt

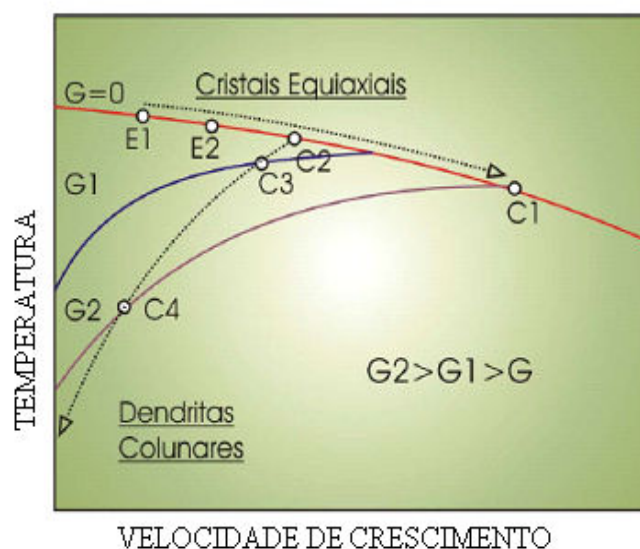


Figura 2.10 - Diagrama esquemático das temperaturas das dendritas em função da velocidade de crescimento para diferentes gradientes de temperaturas ( $G$ ), proposto por Burden e Hunt (1975).

(1984) e Flood (1988), que consideram os crescimentos colunar e equiaxial estacionários, permitindo chegar-se a uma correlação entre composição da liga, parâmetros térmicos da solidificação, densidade de núcleos e transição colunar/equiaxial, que pode ocorrer

progressivamente para uma determinada liga ou em função de alterações tanto no gradiente de temperatura como na velocidade da frente colunar. As expressões que sintetizam esses modelos são dadas pelas equações abaixo:

- Estrutura completamente colunar:

$$G_L > 0,617(100N_0)^{1/3} \left[ 1 - \frac{(\Delta T_N)^3}{(\Delta T_c)^3} \right] \Delta T_c \quad (2.1)$$

- Estrutura completamente equiaxial:

$$G_L < 0,617(N_0)^{1/3} \left[ 1 - \frac{(\Delta T_N)^3}{(\Delta T_c)^3} \right] \Delta T_c \quad (2.2)$$

sendo  $\Delta T_c$  dado por:

$$\Delta T_c = \left[ -8\Gamma m_L (1 - k_0) \frac{C_0 v}{D} \right]^{1/2} \quad (2.3)$$

onde  $G_L$  é o gradiente de temperatura frente à isoterma líquidus,  $N_0$  é o número de núcleos por unidade de volume,  $\Delta T_c$  é o superesfriamento na frente colunar,  $\Delta T_N$  é o superesfriamento efetivo nos pontos de nucleação,  $v$  é a velocidade da frente colunar,  $\Gamma$  é o coeficiente de Gibbs-Thomson,  $m_L$  é a inclinação da linha liquidus,  $k_0$  é o coeficiente de distribuição de soluto,  $C_0$  é a concentração nominal da liga e  $D$  é a difusividade de soluto no líquido.

Trabalhos recentemente desenvolvidos por Siqueira (2002), Peres (2004) e Spinelli (2005) sobre solidificação unidirecional vertical ascendente e descendente, respectivamente, alcançaram resultados que prevêm a TCE em função dos parâmetros térmicos da solidificação.



Siqueira (2002), por exemplo, apresenta uma investigação para um sistema de solidificação unidirecional vertical ascendente das ligas Al-Cu e Sn-Pb. O aparato de solidificação foi apresentado na Figura 2.3, Siqueira desenvolveu uma abordagem teórico-experimental para determinar quantitativamente os parâmetros térmicos da solidificação como coeficientes transientes de transferência de calor, velocidades de crescimento da isoterma liquidus, gradientes térmicos e taxas de resfriamento, que afetam a transição colunar/equiaxial. Esse estudo propõe um critério baseado em taxas de resfriamento críticas de 0,2 °C/s para o sistema Al-Cu e 0,014 °C/s para o sistema Sn-Pb, sendo que o crescimento colunar prevalece para taxas maiores que esses valores críticos. A Tabela 2.4. sintetiza os resultados alcançados pelo autor.

Ainda com relação ao trabalho de Siqueira, a Figura 2.11 apresenta o comportamento da taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus para três ligas Sn-Pb. A parametrização dessa variável, considerando as posições relativas das transições obtidas, resultou na determinação de um valor crítico único que representa todo o sistema analisado.

Tabela 2.3 - Parâmetros térmicos de solidificação associados à TCE relativos a resultados experimentais de solidificação unidirecional vertical ascendente obtido por Siqueira (2002).

<b>Ligas</b>	<b>TCE (mm)</b>	<b>V<sub>L</sub> (mm/s)</b>	<b>G<sub>L</sub> (K/mm)</b>	<b><math>\dot{T}</math> (K/s)</b>
Sn 5%Pb	67	0,275	0,033	0,009
Sn 10%Pb	60	0,283	0,052	0,015
Sn 15%Pb	-	-	-	-
Sn 20%Pb	65	0,323	0,047	0,015
Sn 30%Pb	50	0,224	0,070	0,016
Valores médios		0,276	0,05	0,014

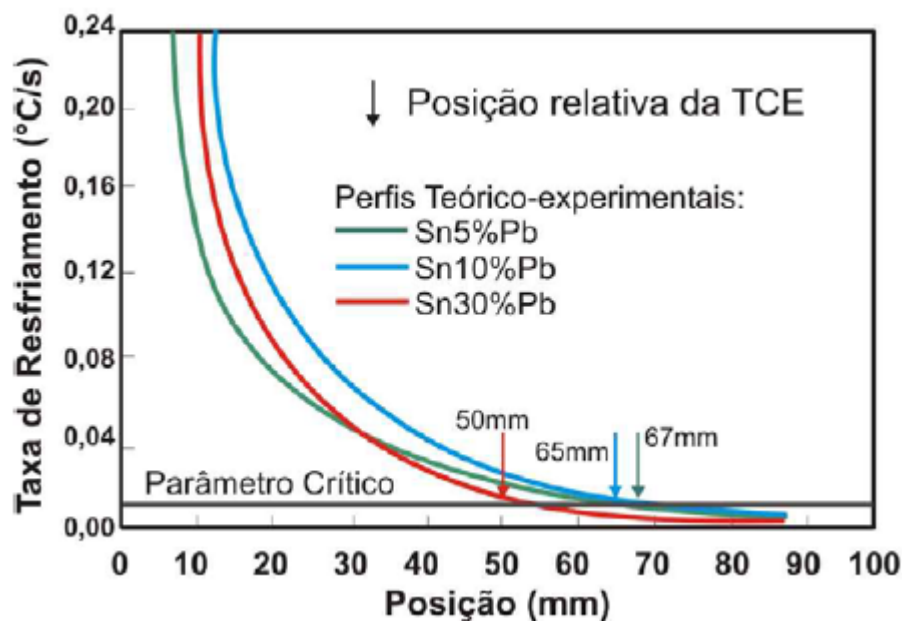


Figura 2.11 – Representação esquemática do critério teórico-experimental proposto por Siqueira (2002).

Peres (2004), utilizando-se do mesmo critério de previsão da TCE através da determinação de um valor crítico para a taxa de resfriamento correspondente, realizou experimentos para ligas Al-Si com quatro diferentes composições, utilizando-se do mesmo dispositivo de solidificação vertical ascendente de Siqueira (2002). Um comportamento interessante no que diz respeito à evolução da solidificação foi observado pelo autor, ou seja, ao mesmo tempo em que o coeficiente de transferência de calor metal/fluido e a difusividade térmica diminuem com o aumento do teor de soluto, a temperatura inicial de solidificação, isto é, a temperatura liquidus também diminui. Ocorre, segundo o autor, uma compensação entre estes fatores térmicos que conduzem a uma evolução da solidificação muito similar para as quatro ligas examinadas pelo mesmo (3%, 5%, 7% e 9 % em peso de Si). Assim, as variáveis térmicas de solidificação apresentaram comportamento muito semelhante em todos os casos. Como a TCE depende destas variáveis, a transição ocorreu praticamente na mesma posição a partir da interface metal/molde para todas as ligas Al-Si analisadas. O valor médio da taxa de resfriamento foi de 0,17 °C/s, valor este muito próximo da taxa crítica de resfriamento determinada para ligas Al-Cu estudadas por Siqueira (2002), que foi de 0,2 °C/s. A Tabela 2.5. mostra resumidamente os resultados alcançados por Peres.

Tabela 2.4 - Parâmetros térmicos de solidificação associados à TCE relativos a resultados experimentais de solidificação unidirecional vertical ascendente obtido por Peres (2004).

<b>Ligas</b>	<b>TCE (mm)</b>	<b>V<sub>L</sub> (mm/s)</b>	<b>G<sub>L</sub> (K/mm)</b>	<b><math>\dot{T}</math> (K/s)</b>
Al 3%Si	94	0,50	0,32	0,16
Al 5%Si	95	0,46	0,34	0,15
Al 7%Si	95	0,45	0,33	0,15
Al 9%Si	97	0,39	0,52	0,20
Valores Médios		0,445	0,377	0,165

Por outro lado, Spinelli (2005), obteve resultados para a TCE de ligas Sn-Pb sob condições de solidificação unidirecional vertical descendente onde a presença de correntes convectivas provenientes da presença de soluto influencia a TCE. Os resultados encontrados pelo autor encontram-se mostrados na Tabela 2.5.

O referido autor observou que a TCE ocorre essencialmente em um plano horizontal e que se aproxima da interface metal/molde com o aumento do teor de soluto. O mesmo também analisou a influência das diferentes propriedades termofísicas e dos coeficientes de transferência de calor na interface metal/molde no surgimento da transição estrutural para as ligas examinadas.

Igualmente observados por Siqueira e Peres, Spinelli notou que a transição colunar/equiaxial é dependente das variáveis térmicas de solidificação ( $G_L$ ,  $V_L$  e  $\dot{T}$ ), sendo que todas elas dependem do tempo e da posição da isoterma liquidus durante a solidificação. Para uma determinação mais precisa dos valores desses parâmetros, o referido autor os comparou como os pontos experimentais obtidos com as curvas de um modelo numérico (Ferreira, 2004) o que propiciou, segundo o Spinelli, interpolações mais precisas para os resultados finais. Além disso, os perfis numéricos gerados permitiram a extrapolação das variáveis de solidificação em posições não monitoradas experimentalmente, como, por exemplo, posições maiores que 90 mm a partir da interface entre o metal e a câmara de refrigeração. O supracitado modelo numérico (Ferreira, 2004) será utilizado também neste trabalho.

Observa-se pela Tabela 2.5 que a TCE ocorreu, nas ligas Sn-Pb estudadas por Spinelli, para velocidades de crescimento variando de 0,160 a 0,227 mm/s. Isto, segundo o autor,

mostra que um critério de TCE baseado somente na velocidade de crescimento não é consistente com os resultados experimentais obtidos. Já os valores de gradiente de temperatura no metal à frente da isoterma liquidus variaram de 0,142 a 0,192 °C/mm.

Tabela 2.5 – Parâmetros térmicos da solidificação associados á TCE relativos a resultados experimentais de solidificação unidirecional vertical descendente obtido por Spinelli (2005).

<b>Ligas</b>	<b>TCE (mm)</b>	<b>G<sub>L</sub> (K/mm)</b>	<b>V<sub>L</sub> (mm/s)</b>	<b><math>\dot{T}</math> (K/s)</b>
Sn 5%Pb	120	0,192	0,160	0,030
Sn 15%Pb	83	0,155	0,180	0,028
Sn 20%Pb	76	0,142	0,227	0,032
Valores médios				0,03

Um ponto muito importante que pode ser identificado nos trabalhos de Siqueira e Spinelli, é que a ocorrência da TCE não pode se basear somente no gradiente de temperatura, como estabelecem os modelos de Hunt (1984) e Flood (1988) representados, respectivamente, pelas Equações 2.1 e 2.2. Portanto, o critério para previsão da TCE, baseado em uma taxa de resfriamento crítica, depende do sistema binário Siqueira (2002) sendo o mesmo critério também aplicável às condições de solidificação unidirecional descendente de Spinelli, sofrendo apenas alteração no valor crítico estabelecido (0,03 °C/s para o caso de Spinelli e 0,014 °C/s no caso de que Siqueira) devido à antecipação da ocorrência da TCE estimulada pela presença intensa de convecção no líquido e pela conseqüente fragmentação de ramos dendríticos que atuam como núcleos estimuladores de crescimento equiaxial. Logo, Spinelli também concluiu que o crescimento colunar deve prevalecer para valores de taxa de resfriamento maiores que o valor crítico observado (0,03 °C/s).

## 2.6. FRAGMENTAÇÃO DOS BRAÇOS DENDRÍTICOS

Os resultados encontrados por Spinelli (2005) para o caso da solidificação unidirecional vertical descendente mostraram que o término da região colunar é abreviado como sendo resultado de um valor crítico da taxa de resfriamento duas vezes superior ao observado durante a solidificação unidirecional vertical ascendente Siqueira (2002) em regime transitório de extração de calor. A rejeição de soluto para o líquido interdendrítico durante a

solidificação resulta no crescimento da densidade desse líquido. Assim, as diferenças de densidade podem dar início a movimentos convectivos intensos no líquido. Além disso, novos núcleos sólidos podem ter sido originados em função da fragmentação dos braços dendríticos por refusão local nas regiões interdendríticas (Figura 2.12-a). Esses núcleos sólidos, mais densos e menos enriquecidos em soluto que o líquido, tendem a decantar e sobrevivem porque apresentam temperaturas liquidus maiores que o líquido ao seu redor (Figura 2.12-b). Essas partículas podem tornar-se núcleos equiaxiais, sendo aglomerados a partir do fundo da cavidade (Figura 2.12-c). Quando existe uma forte presença de partículas sólidas empilhadas torna-se facilitada a precipitação de inúmeros núcleos equiaxiais que quando em número suficiente podem bloquear o avanço da frente colunar (Figura 2.12-d). Esse mecanismo justifica a antecipação da transição em relação à solidificação ascendente.

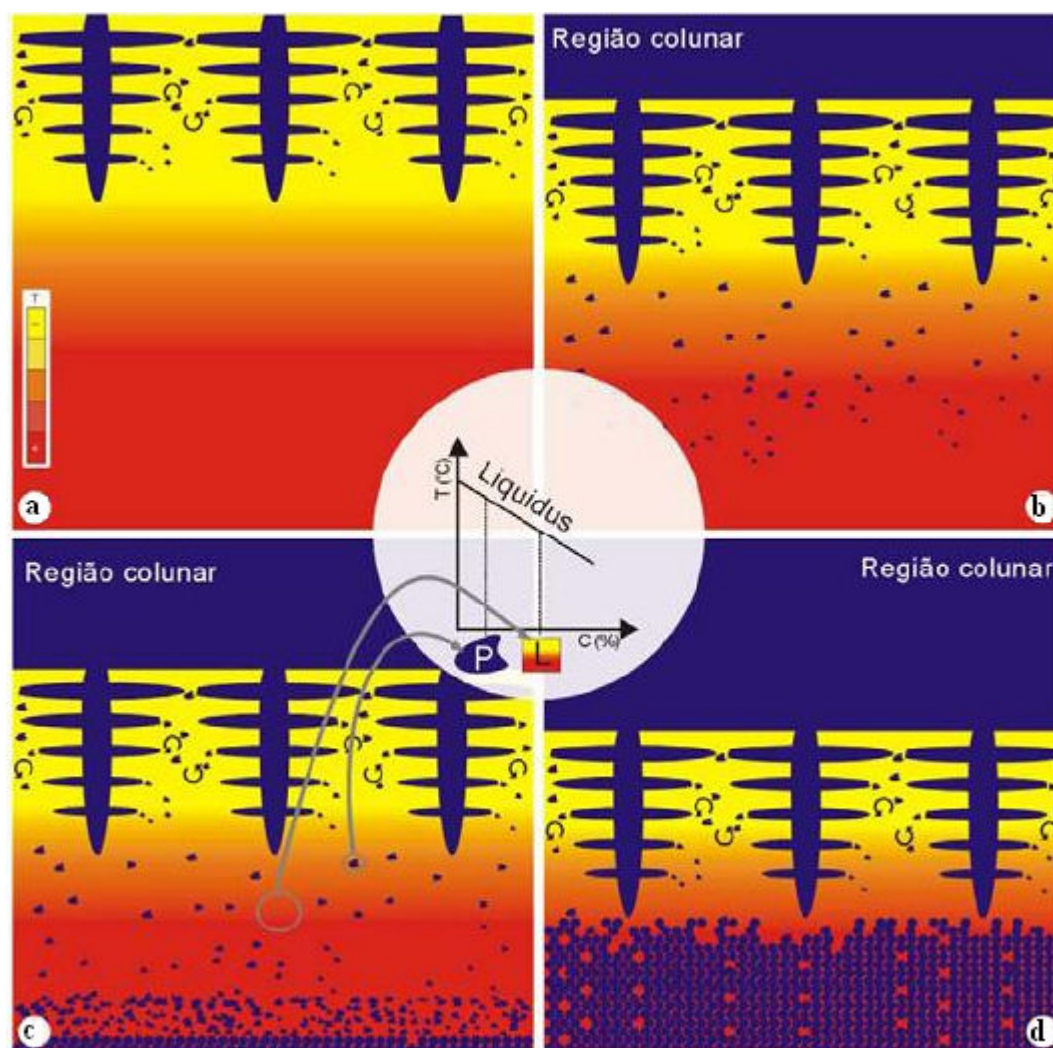


Figura 2.12. Representação esquemática da evolução da solidificação, dos mecanismos de nucleação de grãos equiaxiais e antecipação da TCE para a solidificação unidirecional descendente (Spinelli, 2005).

## 2.7 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR METAL/MOLDE

Durante o processo de solidificação surge na interface metal/molde uma resistência de contato conhecida como Newtoniana decorrente de vários fatores. Assim, a transferência de calor na interface metal/molde ocorre por condução nos pontos de contato e por convecção e radiação através dos gases aprisionados pelos espaços criados entre as duas superfícies separadas. A Figura 2.13 ilustra esquematicamente os efeitos da resistência Newtoniana, os modos de transferência de calor existentes na interface metal/molde e o modelo equivalente newtoniano.

O modelo equivalente de Newton admite que as superfícies de contato metal/molde são perfeitamente planas e separadas por uma distância “e”, sendo esse espaço de separação preenchido por um determinado gás. Nessas condições, o fluxo de calor do material para o molde, nessa interface, é dado por:

$$q_N = \frac{K_g}{e} (T_{is} - T_{im}) \quad (2.4)$$

$$q_N = h_i (T_{is} - T_{im}) \quad (2.5)$$

onde  $T_{is}$  e  $T_{im}$  são as temperaturas da interface metal/molde, respectivamente, no lado do metal sólido e do molde,  $K_g$  é a condutividade térmica do gás e  $h_i$  é o coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde. Esse coeficiente deve ser necessariamente determinado de forma experimental para cada sistema metal/molde. Portanto, torna-se oportuna a análise das metodologias aplicadas para a sua determinação que segundo a literatura (Garcia e Prates, 1978; Garcia, Clyne e Prates, 1979; Garcia e Clyne, 1983; Caram e Garcia, 1995; Santos et al, 2001; Garcia, 2001) são as seguintes:

- Cinética de solidificação unidirecional controlada;
- Medidas de espaçamentos dendríticos secundários;
- Medida de temperatura e vazão em moldes refrigerados;

- Confronto de perfis térmicos teóricos (simulados) e experimentais.

Neste trabalho, será utilizado o método do confronto de perfis térmicos teóricos (simulados) e experimentais, o qual tem sido satisfatoriamente utilizado em trabalhos recentemente apresentados (Siqueira, 2002; Rocha, 2003; Silva, 2007), e que será analisado a seguir.

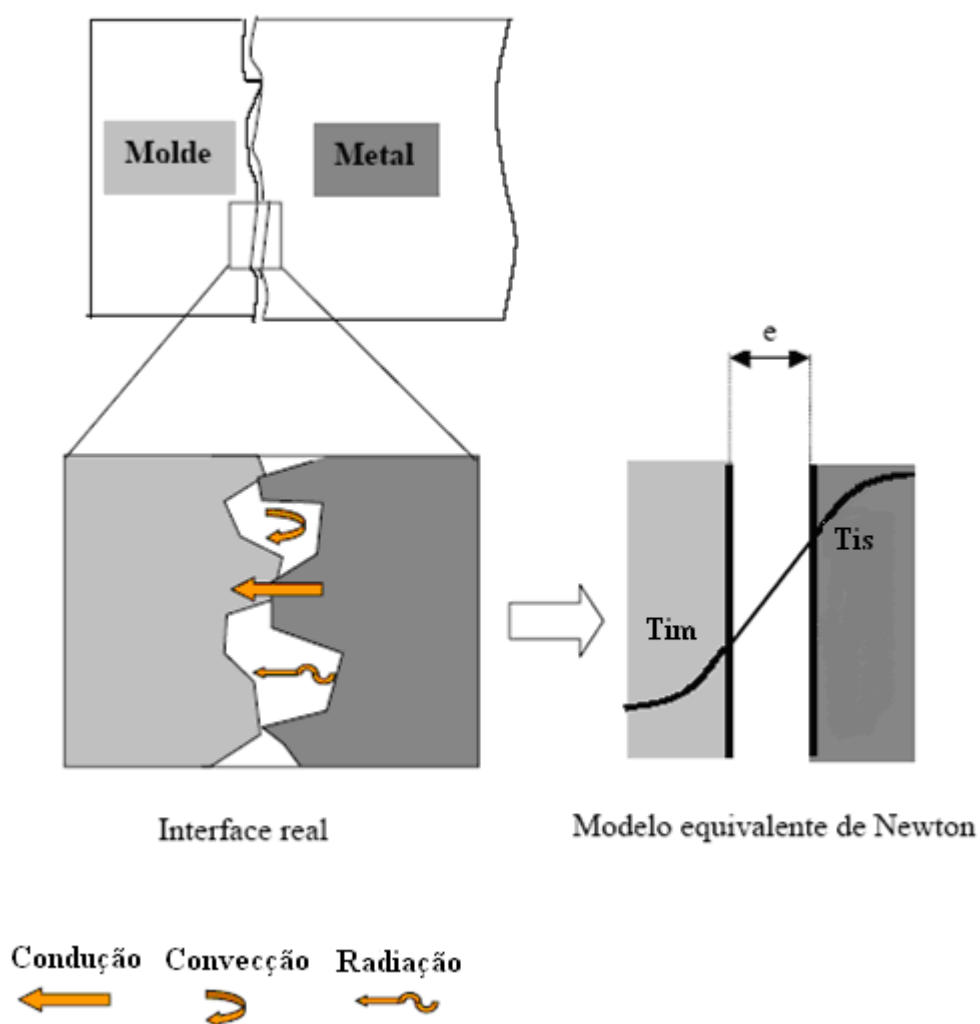


Figura 2.13 - Ilustração esquemática dos modos de transferência de calor atuantes na interface metal/molde e do modelo equivalente de Newton.

## **2.8 DETERMINAÇÃO DE $h_i$ ATRAVÉS DO CONFRONTO TEÓRICO-EXPERIMENTAL DE PERFIS TÉRMICOS**

O método do confronto teórico-experimental de perfis térmicos consiste em mapear experimentalmente as temperaturas em determinados pontos ao longo da solidificação e, posteriormente, confrontar os perfis de temperaturas ou curvas de resfriamento experimentais com as curvas teóricas simuladas através de um modelo numérico de solidificação previamente aferido. Trata-se, portanto, de uma forma indireta de determinação do  $h_i$ . Um modelo numérico de solidificação, aplicando o método de diferenças finitas (MDF) tem sido utilizado para obtenção das curvas teóricas de  $h_i$ . O respectivo modelo encontra-se detalhado no trabalho desenvolvido por Santos et al (2001).

A Figura 2.14 ilustra a seqüência deste procedimento, onde é mostrada a possibilidade da determinação tanto de valores médios de  $h_i$  quanto de valores variáveis com tempo. Esse método de determinação de  $h_i$ , em função da maior disponibilidade de ferramentas e de facilidades computacionais, é extremamente conveniente quando se dispõe de um sistema de aquisição de dados para a monitorização experimental de temperaturas.



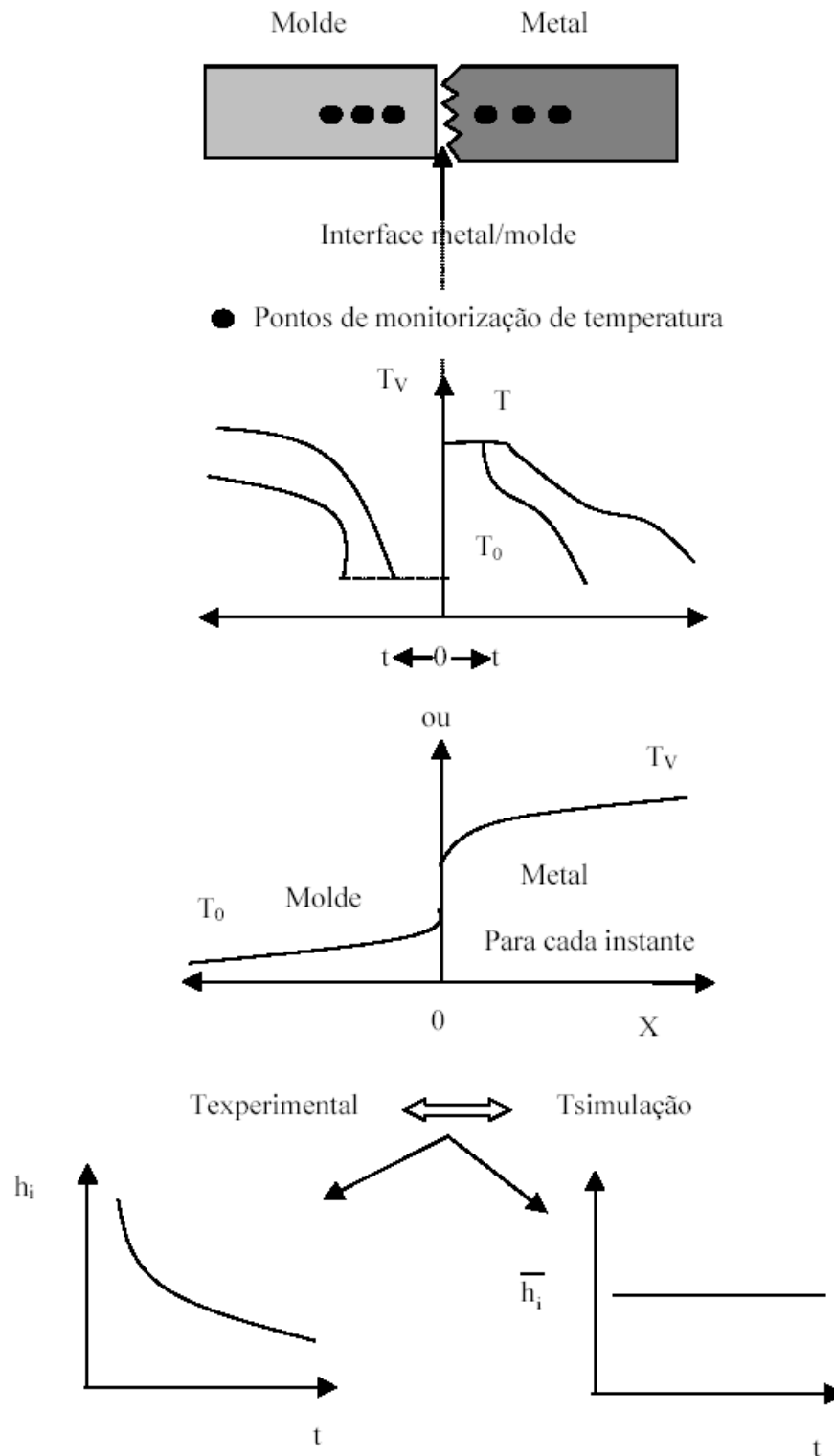


Figura 2.14 - Representação esquemática do método experimental de determinação de  $h_i$  através do confronto de perfis térmicos experimentais e simulados (Garcia, 2001).

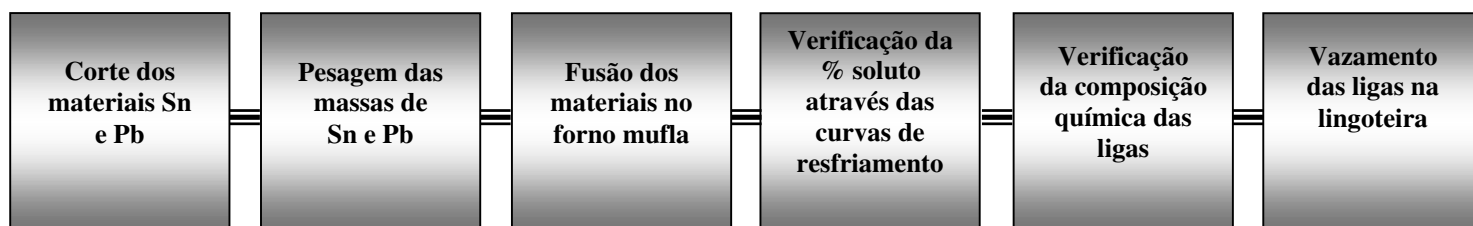
## CAPÍTULO 3

### MATERIAIS E MÉTODOS

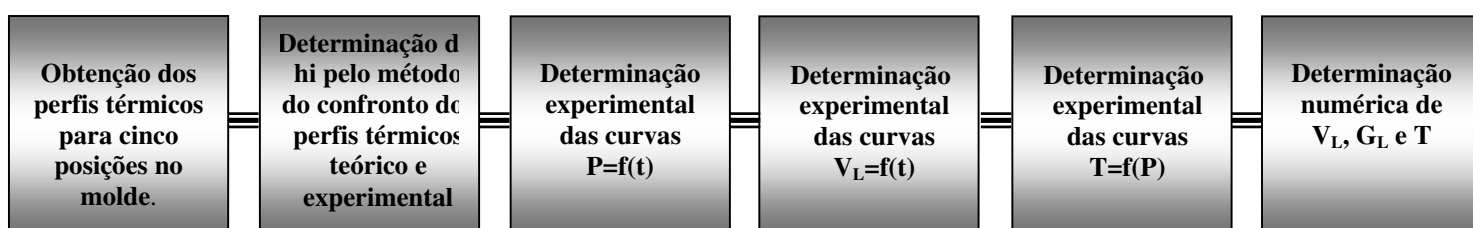
#### 3.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O procedimento experimental adotado neste trabalho foi elaborado e desenvolvido com base em diversas etapas específicas conforme mostrado no fluxograma da Figura 3.1.

##### 1ª Etapa – Preparação das ligas



##### 2ª Etapa – Determinação dos parâmetros térmicos



##### 3ª Etapa – Obtenção e caracterização das macroestruturas

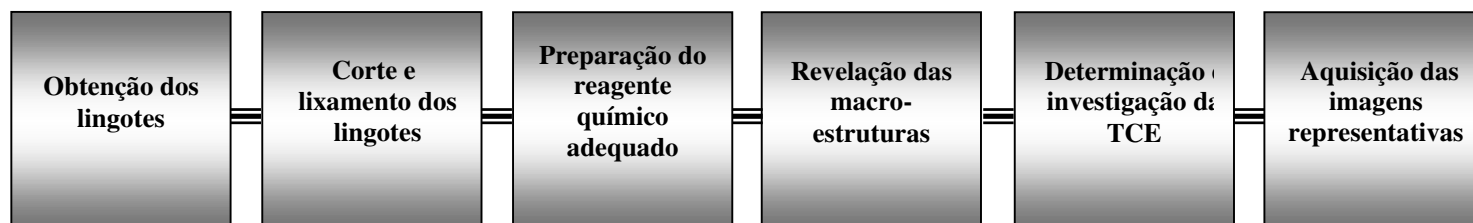


Figura 3.1 - Fluxograma do procedimento experimental adotado neste trabalho.

Assim, o planejamento das atividades experimentais previsto para este trabalho pode ser representado de forma resumida conforme indicado abaixo:

- Verificação do dispositivo de solidificação unidirecional horizontal.
- Preparação das ligas.
- Obtenção dos perfis de temperatura e posterior determinação das variáveis térmicas de solidificação envolvidas ( $h_i$ ,  $V_L$ , e  $\dot{T}$ ).
- Caracterização e quantificação dos parâmetros macroestruturais.

## 3.2 MATERIAIS

### 3.2.1 Dispositivo de solidificação unidirecional horizontal

As Figuras de 3.3 a 3.6 apresentam o dispositivo de solidificação unidirecional horizontal refrigerado a água, desenvolvido recentemente por Silva (2007), utilizado neste trabalho. Construído de resistências elétricas, tem sua potência controlada a fim de estabilizar os diferentes níveis de superaquecimento no metal líquido bem como proporcionar um isolamento térmico adequado evitando perdas de calor pelas laterais e base da lingoteira. A Tabela 3.1 mostra os principais componentes e respectivas dimensões do dispositivo de solidificação unidirecional horizontal refrigerado a água em questão.

### 3.2.2 Justificativa para a utilização das ligas do sistema Sn-Pb

As ligas estudadas neste trabalho pertencem ao sistema Sn-Pb com teores de soluto equivalentes a 5, 15, 20 e 25% de chumbo, conforme indica o diagrama da Figura 3.2.

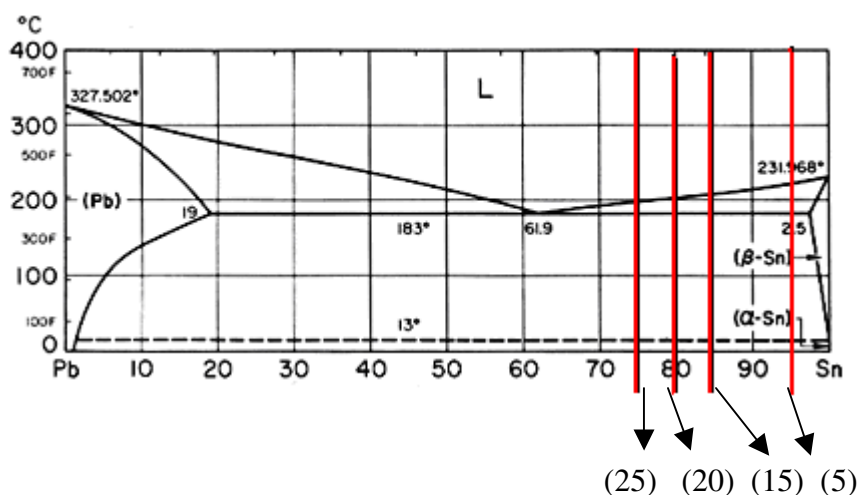


Figura 3.2 – Representação esquemática do diagrama de fases do sistema Sn-Pb.

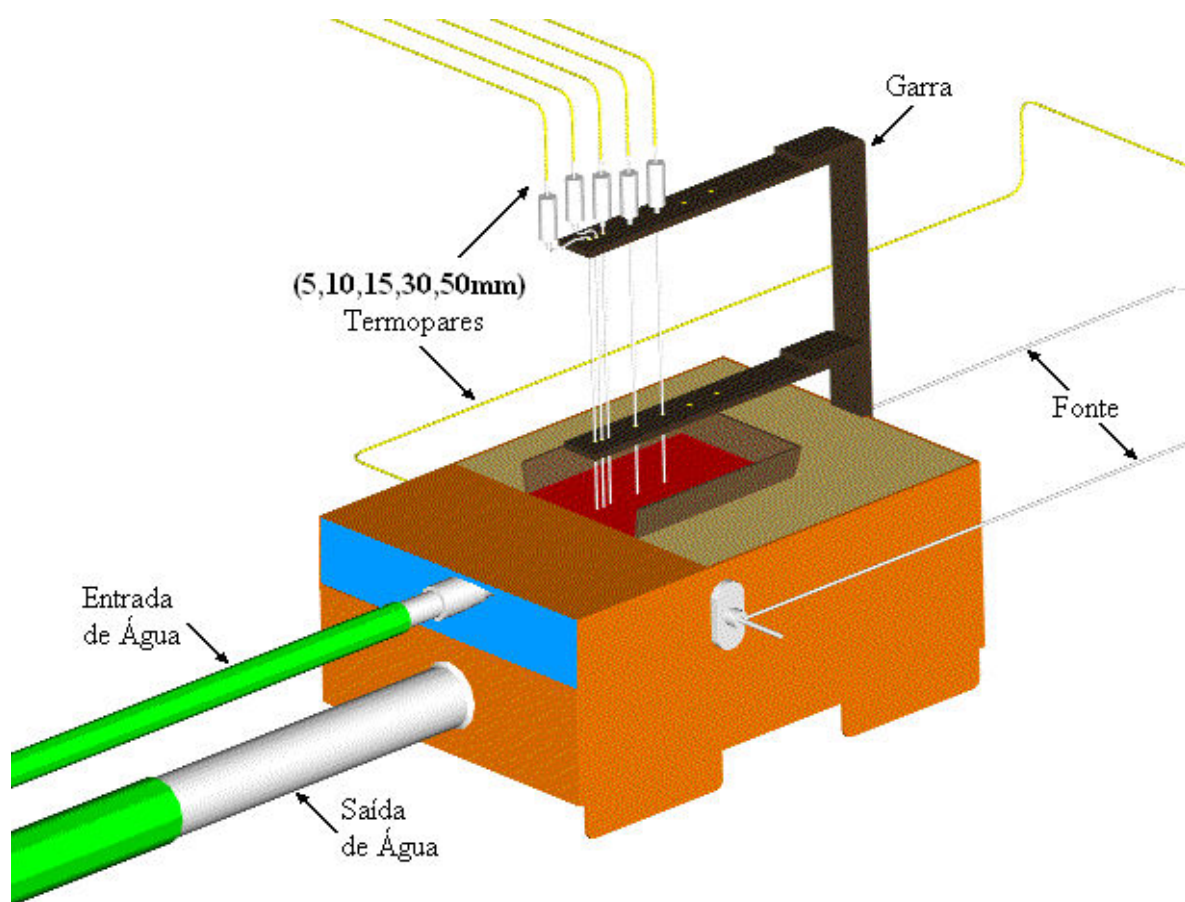


Figura 3.3 – Representação esquemática do dispositivo de solidificação unidirecional horizontal refrigerado a água utilizado nos experimentos deste trabalho (Silva 2007).

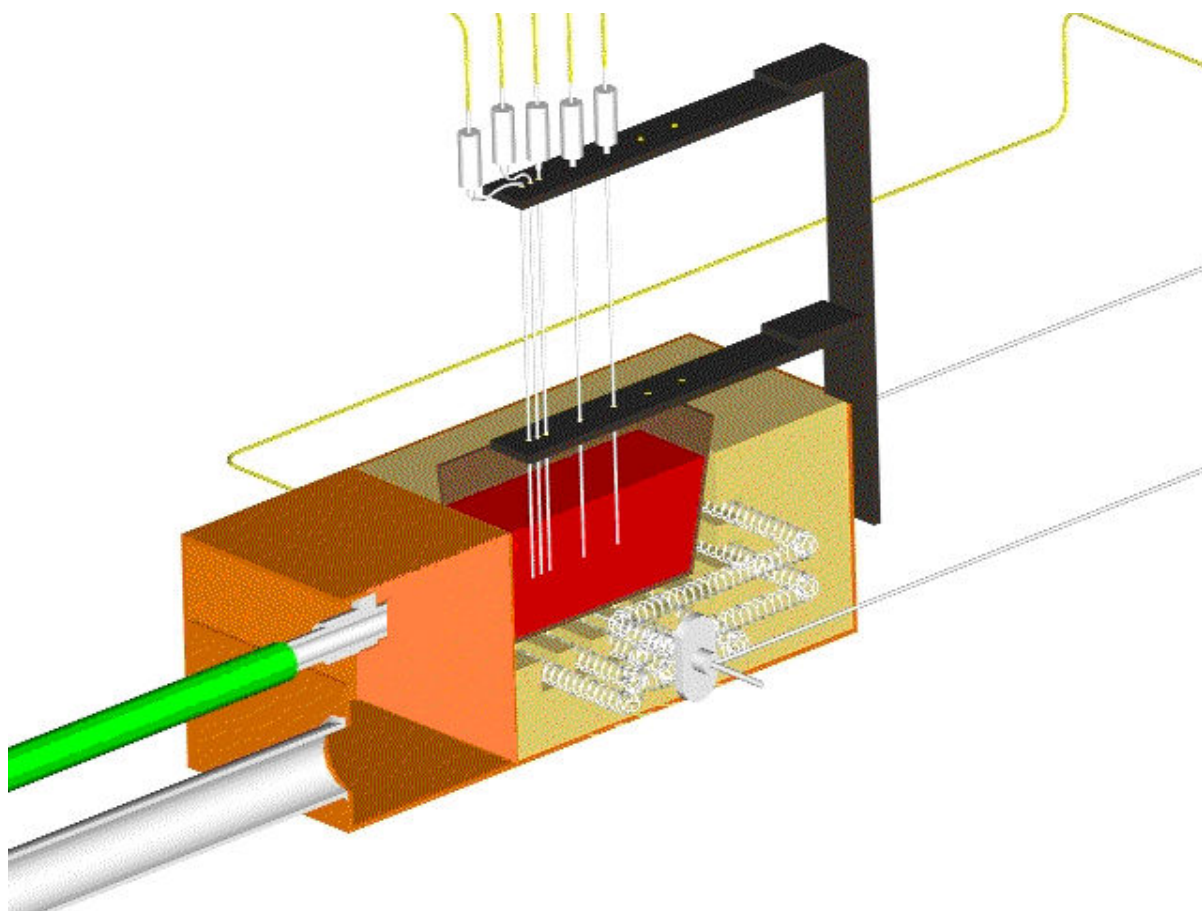


Figura 3.4 - Corte longitudinal do dispositivo utilizado neste trabalho mostrando as resistências elétricas e o posicionamento dos termopares no interior do mesmo (Silva 2007).

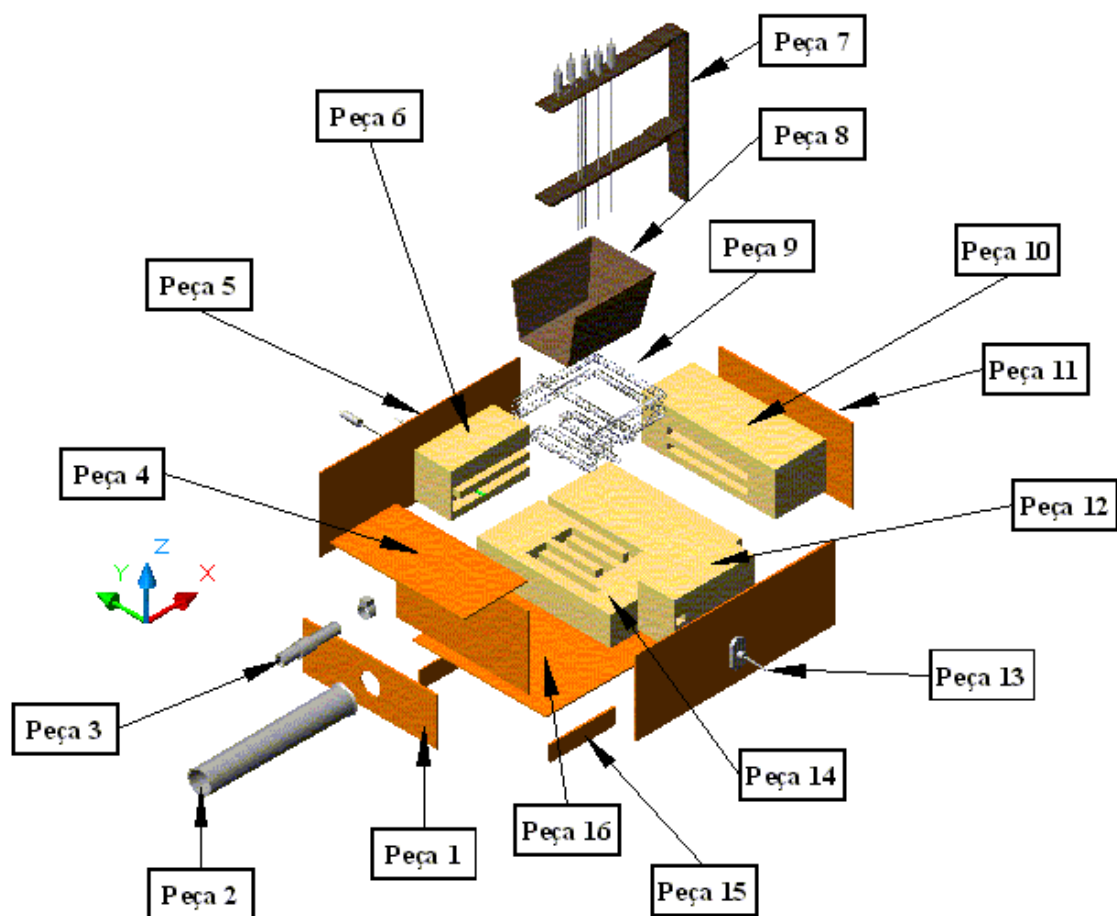


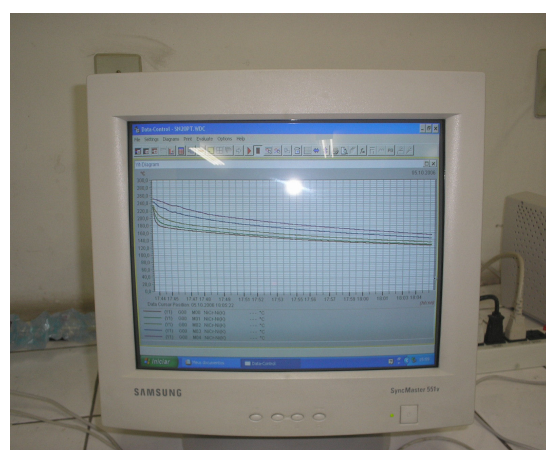
Figura 3.5 - Vista geral do conjunto de peças componentes do dispositivo de solidificação utilizado neste trabalho (Silva 2007).

Tabela 3.1 – Descrição e dimensões das peças do dispositivo utilizadas neste trabalho

Nº	Descrição das peças	Dimensões (mm)
Peça 1	Chapa de aço 1020 de 3mm	200 x 60
Peça 2	Tubo de aço para saída de água	Diâmetro 35
Peça 3	Tubo de aço para entrada de água	Diâmetro 15
Peça 4	Chapa de aço 1020 de 3mm	200 x 100
Peças 5, 13	Chapa de aço 1020 de 3mm	300 x 110
Peças 6, 12	Tijolo refratário com cavidade para acoplamento das resistências	120 x 50 x 60
Peça 7	Haste de sustentação dos termopares	200 x 25
Peça 8	Lingoteira de chapa de aço 1020 de 3mm	Base maior 80; Base menor 70; Altura 60; 110 Comprimento
Peça 9	Resistência elétrica envolvendo o dispositivo	Diâmetro da espira 5
Peça 10	Tijolo refratário utilizado na base do dispositivo	200 x 75 x 60
Peça 11	Chapa de aço 1020 de 3mm	200 x 110
Peça 14	Massa refratária compactada na base do dispositivo	Altura 50
Peça 15	Chapa de aço 1020 de 3mm	100 x 25
Peça 16	Chapa de aço 1020 de 3mm	300 x 200



(a)



(b)

Figura 3.6 – (a) Vazamento do metal líquido na lingoteira do dispositivo de solidificação com os termopares posicionados a 5, 10, 15, 30 e 50 mm à frente da câmara de refrigeração; (b) Perfil térmico obtido durante a solidificação das ligas estudadas.

A escolha das ligas pertencentes ao sistema binário acima mencionado pode ser justificada através dos seguintes motivos:

- As suas propriedades termofísicas são bastante conhecidas.
- As mesmas apresentam temperaturas liquidus relativamente baixas o que facilita as operações de fusão e vazamento.

Os materiais utilizados na elaboração das ligas analisadas encontram-se indicados na Tabela abaixo.

Tabela 3.2 – Composição química dos metais utilizados na preparação das ligas estudadas neste trabalho.

Metal	Cu%	Sn%	Pb%	Ni%	Si%	Mg%	Cr%	Mn%	Zn%	Fé%
Sn	0,101	98,740	00,3	0,056	0,496	--	0,042	0,033	0,168	0,067
Pb	0,100	00,306	98,9	0,198	0,070	0,042	0,090	0,080	0,270	0,162

### 3.2.3 Equipamentos utilizados na obtenção das ligas

- Forno horizontal à resistência tipo mufla com temperatura de trabalho até 1250°C mostrado na Figura 3.7(a).
- Cadinho de carbetto de silício tipo AS-6 da Carbosil com capacidade de 1 litro apresentado na Figura 3.7(b).
- Tenaz ou garra metálica utilizada para introduzir e retirar o cadinho do forno durante as operações de fusão e vazamento do metal líquido indicado Figura 3.7(c).

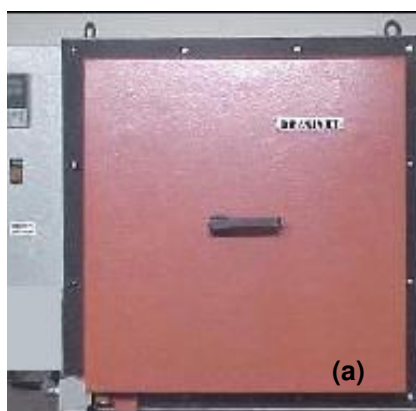


Figura 3.7 - (a) Forno elétrico; (b) Cadinho; (c) Tenaz.



- Registrador de temperatura tipo Almemo, modelo 2290-8, apresentando uma configuração que permite a leitura e aquisição direta de temperaturas em até cinco canais de entrada e dois canais de saída mostrado na Figura 3.8.



Figura 3.8 - Registrador de temperatura tipo Almemo.

- AMR-Software, marca ALMEMO Data-Control, utilizado para acompanhar, registrar e armazenar os dados obtidos pelos termopares durante o processo de solidificação, além de possibilitar uma monitorização *on-line* dos dados medidos, apresentado na Figura 3.9.
- Coquilha de aço para coleta de amostras das ligas estudadas objetivando a análise química das mesmas.
- Termopares de Chromel-Alumel do tipo K, com diâmetro de 1,5 mm, com faixa de utilização até 1260°C para mapear horizontalmente os lingotes. A escolha desse tipo de termopar pode ser justificada em função da grande faixa de utilização de temperaturas o que permitiu que o mesmo fosse utilizado para as ligas investigadas.
- Balança eletrônica de precisão de 0,01 mg utilizada na pesagem de metais para a elaboração das ligas.

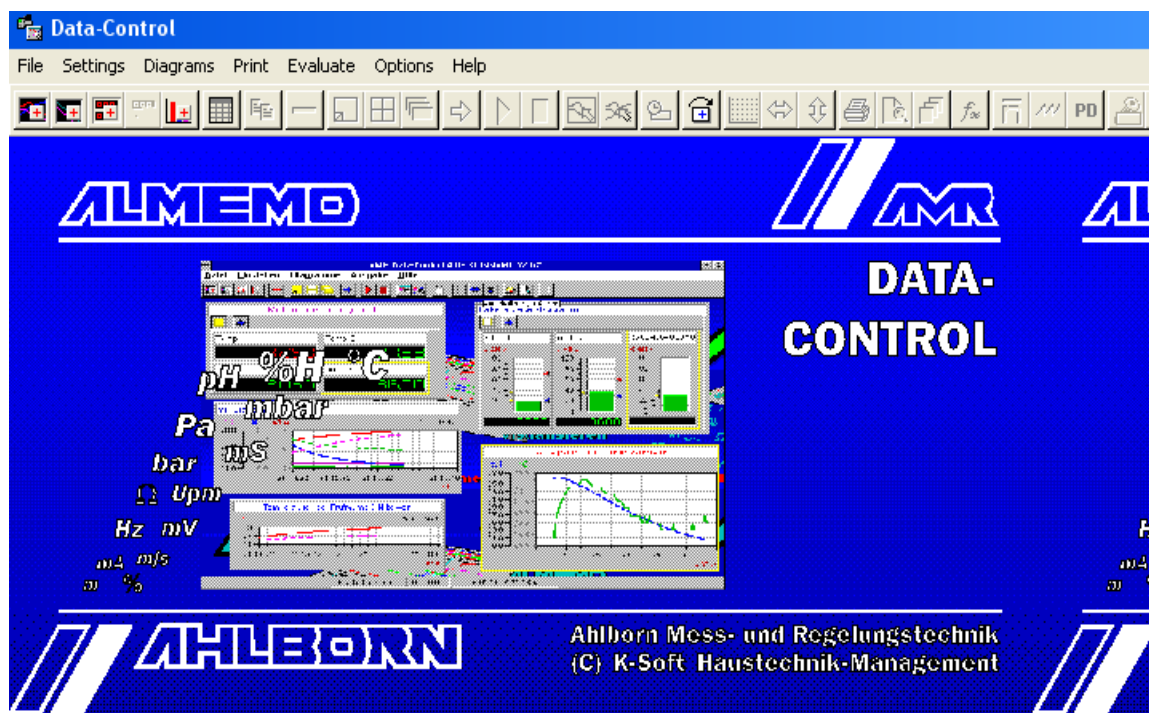


Figura 3.9 - Tela de iniciação do programa AMR-Software marca Almemo Data-Control.

- Microscópio eletrônico de varredura (MEV) acoplado a um sistema de análise por energia dispersiva (EDS), para a determinação da composição química das ligas, apresentado nas Figuras 3.10. e 3.11.
- Haste de aço inoxidável revestida com suspensão à base de alumina para homogeneização do banho por agitação.
- Espátula de aço inoxidável revestida com suspensão à base de alumina para retirada da camada de escória formada na superfície livre do banho, momentos antes do vazamento.
- Equipamentos utilizados nas técnicas metalográficas: lixadora rotativa utilizada para preparar a superfície dos corpos de prova para o polimento e politriz rotativa, utilizada para polir os corpos de prova.



Figura 3.10 - Laboratório de preparação de amostras do MEV do Centro de Geociências da UFPA.



Figura 3.11 - Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura – LABMEV do Centro de Geociências da UFPA.

### 3.3 MÉTODOS

#### 3.3.1 Obtenção das ligas Sn 5%Pb, Sn 15%Pb, Sn 20%Pb e Sn 25%Pb e levantamento das respectivas curvas de resfriamento

As ligas foram fundidas em um forno elétrico tipo mufla à resistência. Inicialmente, foram colocados manualmente os respectivos materiais constituintes na proporção exata no cadinho de carbetto de silício, revestido internamente por uma camada protetora de tinta à base de caulim, na proporção de 75% de caulim e 25% de água. A temperatura do forno foi programada para garantir um superaquecimento de 10% acima da temperatura liquidus das ligas. Logo após, o cadinho foi retirado do forno e o metal líquido homogeneizado durante um tempo de aproximadamente 20 segundos. Em seguida, retirou-se uma amostra de metal para verificação da análise química das ligas.

As curvas de resfriamento das ligas foram obtidas através do registro de temperaturas a cada 1 segundo até a completa solidificação da liga. Os dados foram armazenados em um registrador de temperaturas do tipo AMR-CONTROL, marca ALMEMO. Os dados armazenados no mesmo foram tratados em software específico para plotagem das curvas de cada liga analisada como indicado nas Figuras 3.12 e 3.13.

As composições das ligas depois foram confirmadas pelas análises químicas obtidas através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplado a um sistema de análise por energia dispersiva (EDS) cujos resultados encontram-se mostrados na Tabela 3.3.

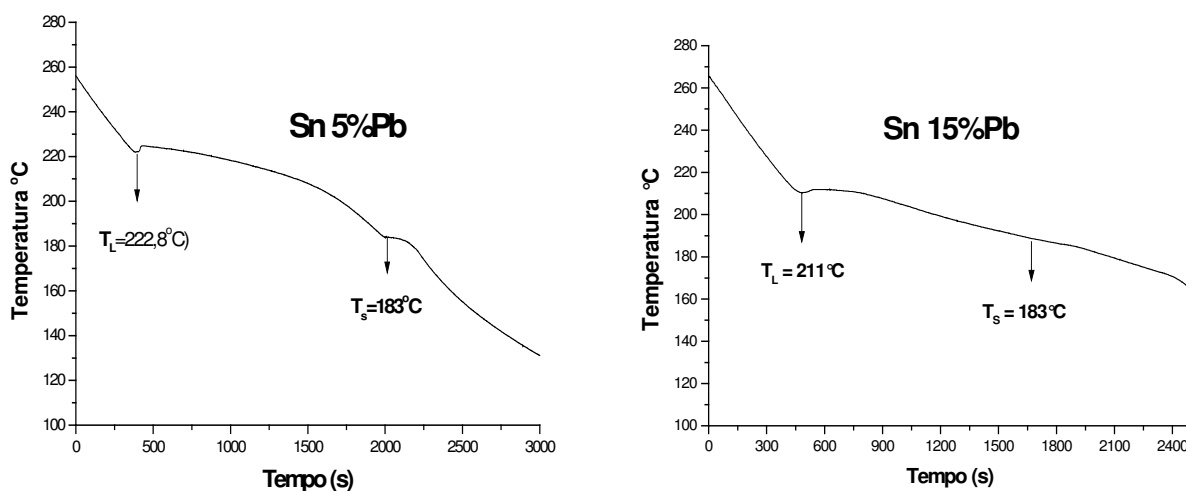


Figura 3.12 - Curvas de resfriamento das ligas Sn 5%Pb e Sn 15%Pb.

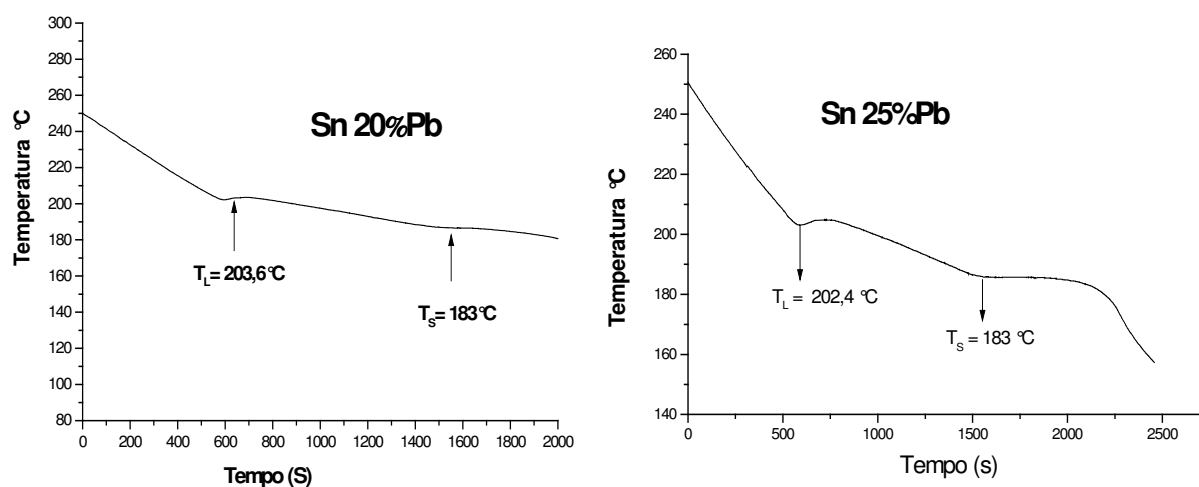


Figura 3.13 - Curvas de resfriamento das ligas Sn 20%Pb e Sn 25%Pb.

Tabela 3.3 – Resultados da análise química das ligas do sistema Sn–Pb obtidas através do MEV.

Liga (%)	Sn	Pb	Cu	Mg	Al	Si	Cr	Mn	Fe	Zn
Sn 5%Pb	94,8	4,32	0,11	0,013	0,014	0,350	0,035	0,103	0,129	0,082
Sn 15%Pb	84,9	14,02	0,18	0,018	0,029	0,232	0,041	0,168	0,156	0,118
Sn 20%Pb	77,5	20,37	0,16	0,062	0,048	0,426	0,05	0,073	0,163	0,173
Sn 25%Pb	74,5	24,42	0,12	0,069	0,039	0,390	0,042	0,095	0,162	0,112

As condições operacionais para a obtenção das imagens necessárias à análise química das ligas estudadas foram as seguintes: corrente do feixe de elétrons = 90  $\mu$ A, voltagem de aceleração constante = 20 kV e distância de trabalho = 15 mm. As imagens foram produzidas utilizando elétrons ao invés de comprimentos de onda e foram geradas em preto e branco em diferentes tonalidades de cinza, conforme indicado na Figura 3.14.

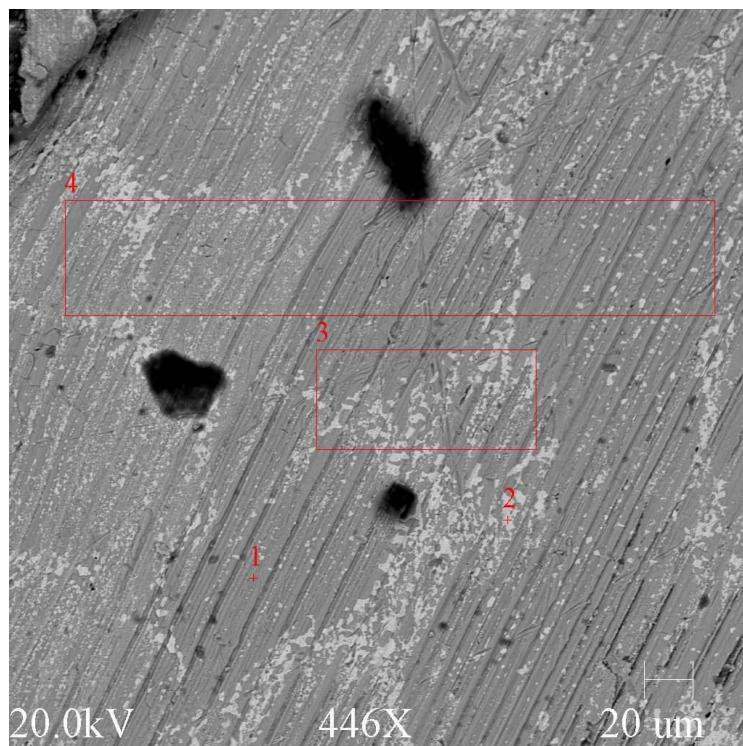


Figura 3.14 - Imagem de amostra da liga Sn 20%Pb obtida através do MEV.

Após o equipamento ter atingido o vácuo, um feixe de elétrons de alta voltagem (~20 kV) é emitido a partir de um filamento de tungstênio (A054). Esse feixe de elétrons adquire forma e foco (*fino spot*) antes de atingir a amostra com a ajuda de lentes eletromagnéticas. Próximo à base, uma série de bobinas direcionam o feixe para baixo até a amostra. Quando o referido feixe atinge a amostra, elétrons secundários, retro-espalhados e raios-X são produzidos pelo bombardeamento. Um coletor capta e um detector conta esses elétrons e envia sinais para um amplificador. A imagem final é formada a partir de um número de elétrons emitidos de cada spot sobre a amostra fazendo a leitura dos elementos químicos, conforme indicado na Figura 3. 15. A interação entre o feixe primário de elétrons com os átomos da amostra causa mudanças de orbitais que resultam na emissão de raios-X os quais apresentam uma energia característica do elemento presente. A detecção e medida dessa energia permitem a obtenção de uma análise do elemento (*Energy Dispersive Spectroscopy - EDS*).

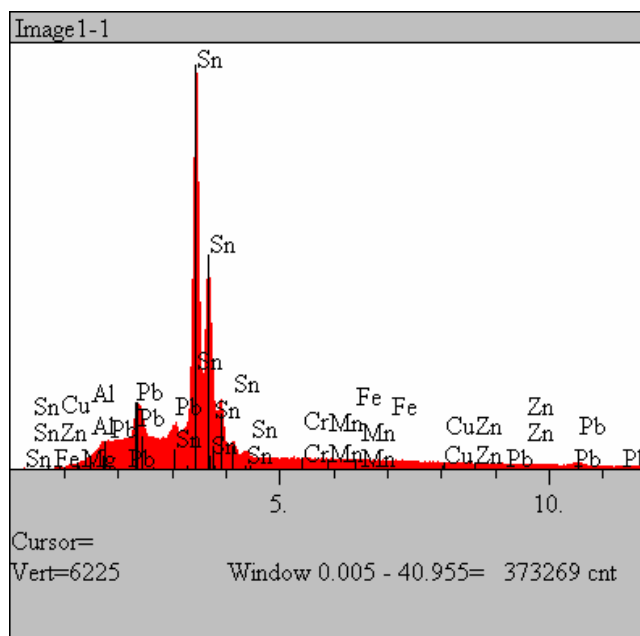


Figura 3.15 - Espectro obtido no MEV/EDS, mostrando os elementos químicos em uma amostra da liga Sn 15%Pb.

### 3.3.2 Obtenção dos perfis de temperatura e posterior determinação das variáveis térmicas de solidificação ( $h_i$ , $v_i$ , $\dot{T}$ )

Os procedimentos definitivos para obtenção dos perfis de temperatura e posterior determinação das variáveis térmicas de solidificação ( $h_i$ ,  $V_L$ ,  $\dot{T}$ ) são descritos nas etapas sequenciais conforme mostrado na Figura 3.16.

- Fusão no forno tipo mufla e posterior agitação do líquido proporcionando uma melhor homogeneização dos componentes e a uniformização da temperatura (Figura 3.16a).
- Vazamento da liga na lingoteira, devidamente aquecida, contendo os termopares devidamente posicionados visando monitorar o regime unidirecional de extração de calor (Figura 3.16b).
- Atendida a temperatura de vazamento estabelecida, 10% acima da temperatura liquidus das respectivas ligas, o dispositivo de solidificação é desligado e o processo de refrigeração é então iniciado através de um fluxo de água com vazão constante de 21,5 l/min injetado na superfície externa frontal da chapa molde do dispositivo (Figura 3.16c).
- Solidificação unidirecional do material na lingoteira (Figura 3.16d).
- Refusão do material no dispositivo de solidificação acionando-se suas resistências elétricas a fim de permitir a retirada dos termopares (Figura 3.16e).
- Solidificação unidirecional final do material (Figura 3.16f).



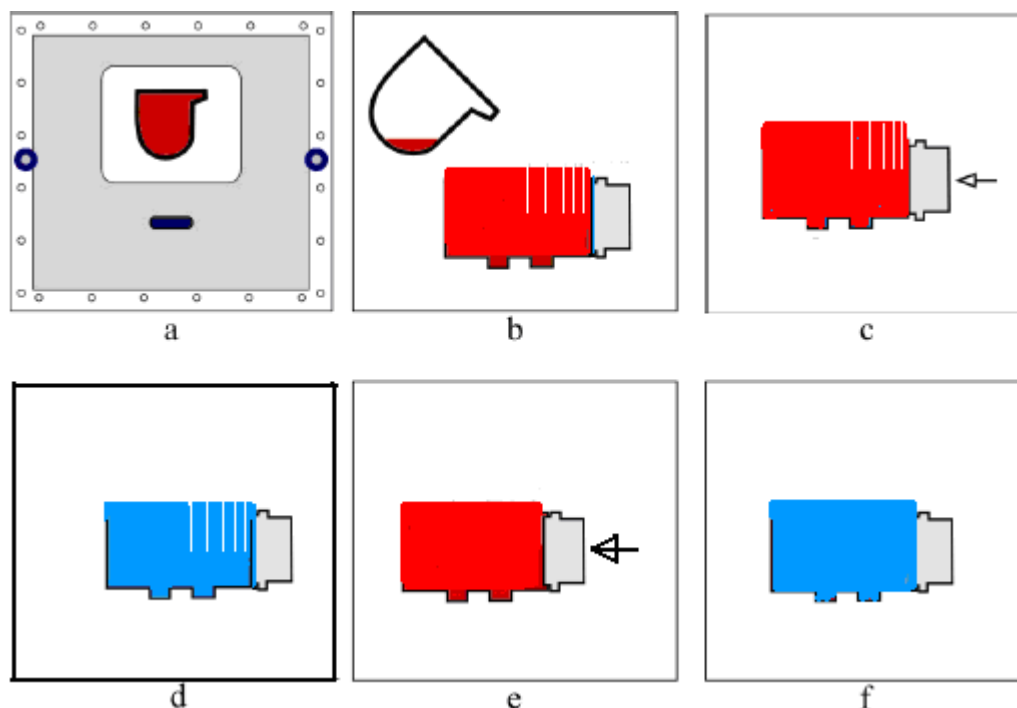


Figura 3.16 - Procedimentos seqüenciais para: elaboração da liga (a); vazamento na lingoteira (b); início da refrigeração (c); solidificação unidirecional do material (d); refusão do material (e); solidificação unidirecional do material (f).

### 3.3.3 Procedimento experimental para determinação dos parâmetros térmicos de solidificação das ligas estudadas

As posições dos termopares no interior do molde durante os trabalhos experimentais foram definidas objetivando monitorar a extração unidirecional de calor. Assim, as posições assumidas para os termopares, neste trabalho, durante a solidificação das ligas analisadas foram 6, 10, 16, 36 e 54 mm em relação à câmara refrigerada, medidas essas confirmadas através de um paquímetro. Em seguida, os dados obtidos relacionados à temperatura em função do tempo foram armazenados em um registrador de temperaturas do tipo AMR – Software, marca “ALMEMO”, modelo 2290 – 8.

### 3.3.4 Monitoramento das temperaturas durante o processo de solidificação

Para cada liga analisada as temperaturas foram monitoradas durante a solidificação com base na obtenção das curvas experimentais de variação de temperatura com o tempo para diferentes posições de termopares todos conectados por um cabo coaxial a um registrador de dados interligado a um computador a fim de verificar a eficiência da unidirecionalidade da extração de calor. As curvas obtidas são então comparadas com as geradas pelo modelo matemático de Ferreira (2004) para as respectivas ligas.



### 3.3.5 Determinação do coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde ( $h_i$ )

Para efeito do cálculo dos valores do coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde ( $h_i$ ) é utilizado o perfil térmico correspondente ao termopar mais próximo à câmara de refrigeração, posição para a qual a eventual perda de calor pelas laterais do lingote é mais improvável, o que assegura a unidirecionalidade do fluxo de calor. O método aplicado para a determinação de  $h_i$  utiliza o arquivo contendo o monitoramento experimental das temperaturas e um programa numérico, que simula as condições de solidificação unidirecional horizontal, apresentado recentemente (Ferreira, 2004). Os dados térmicos experimentais são comparados com aqueles simulados numericamente e, por meio de um processo iterativo, é determinado o perfil transitório de  $h_i$ , que fornece o melhor ajuste entre as curvas. As propriedades termofísicas das ligas utilizadas encontram-se apresentadas na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 - Propriedades termofísicas das ligas estudadas.

Ligas	$T_S$ °C	$T_L$ °C	$K_S$ W/mK	$K_L$ W/mK	$\rho_S$ Kg/m <sup>3</sup>	$\rho_L$ Kg/m <sup>3</sup>	$C_S$ J/Kg.K	$C_L$ J/Kg.K	L J/Kg	m °C/%	$K_e$
<b>Sn 5%Pb</b>	183	224,9	65,6	32,8	7475,2	7180,9	217	253,0	59213,6	1,38	0,0656
<b>Sn15%Pb</b>	183	210,9	62,46	32,5	7867,8	7551,7	208,1	240,8	55860,8	1,38	0,0656
<b>Sn20%Pb</b>	183	204,2	60,5	32,3	8108,0	7735,6	202,8	234,8	53809,0	1,38	0,0656
<b>Sn25%Pb</b>	183	202	57,3	32,1	8500,6	8106,4	194,6	222	50456,2	1,38	0,0650

Algumas das principais telas de manipulação do aplicativo desenvolvido por Ferreira (2004) para o ambiente Windows utilizado neste trabalho encontram-se apresentadas nas Figuras 3.17 e 3.18.

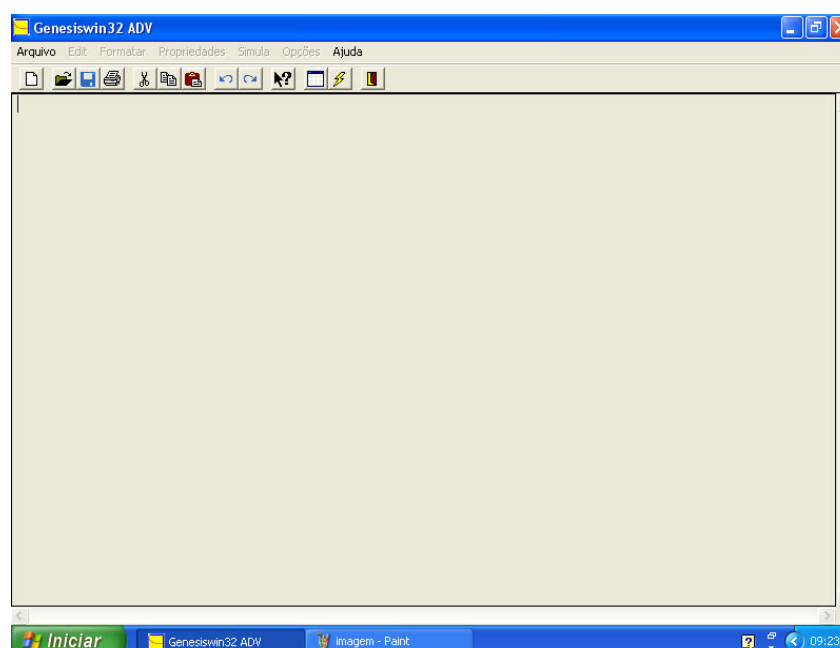


Figura 3.17 - Tela de iniciação do programa Software Genesiswin 32 (Ferreira, 2004).

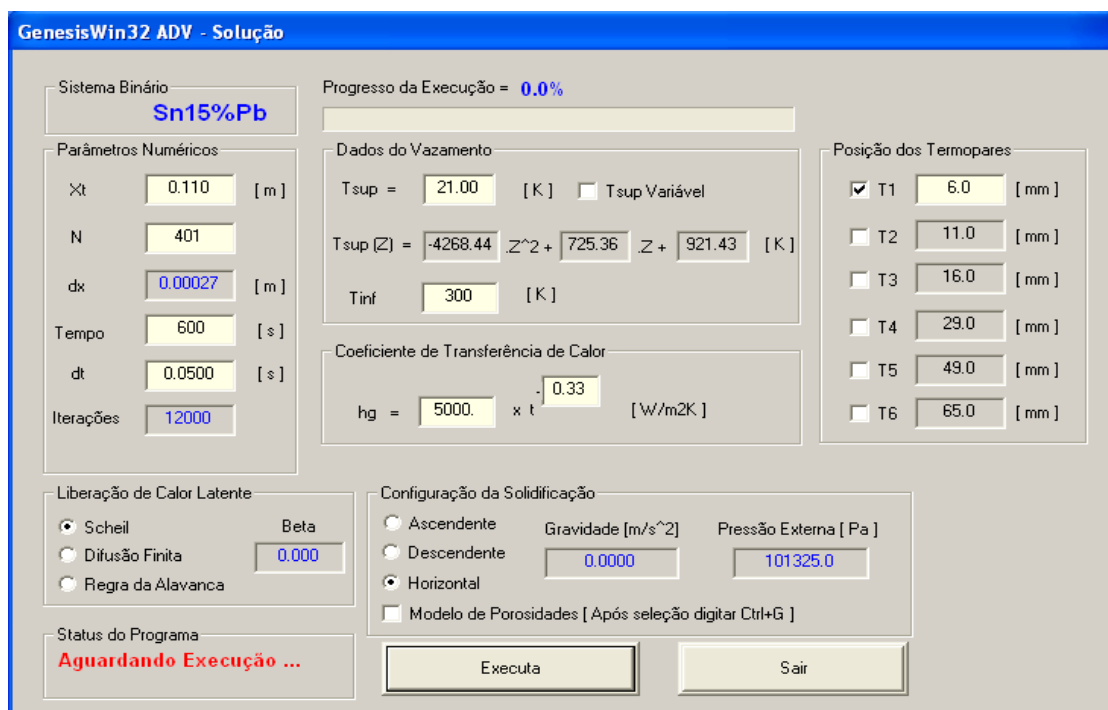


Figura 3.18 - Tela de execução do programa utilizado neste trabalho com opções de escolha dos parâmetros de simulação, inserção dos dados de vazamento e valores de  $h_i$  para a liga Sn 15%Pb (Ferreira, 2004).

### 3.3.6 Determinação experimental da posição da isoterma liquidus em função do tempo

A posição da linha liquidus em função do tempo para cada liga estudada foi obtida experimentalmente a partir da interseção das retas correspondentes à temperatura liquidus ( $T_L$ ) com as curvas da variação da temperatura com o tempo levantado por cada termopar conforme mostra o exemplo da Figura 3.19. Através das interseções dessa reta com as curvas da variação da temperatura com o tempo, obtém-se o tempo correspondente que pode ser definido como sendo o tempo de passagem da isoterma liquidus em cada posição do termopar.

### 3.3.7 Velocidade de deslocamento da isoterma liquidus ( $V_L$ )

As velocidades experimentais da isoterma liquidus ( $V_L$ ) foram determinadas através das derivadas da função  $P=f(t)$ , isto é,  $V_L=dP/dt$ . A função  $P=f(t)$  é obtida conforme descrito anteriormente. Os resultados dos pares ordenados ( $P, t$ ) levantados a partir do procedimento em questão permitem que seja traçado um gráfico experimental da posição da isoterma liquidus com o tempo, conforme esquematizado na Figura 3.20.

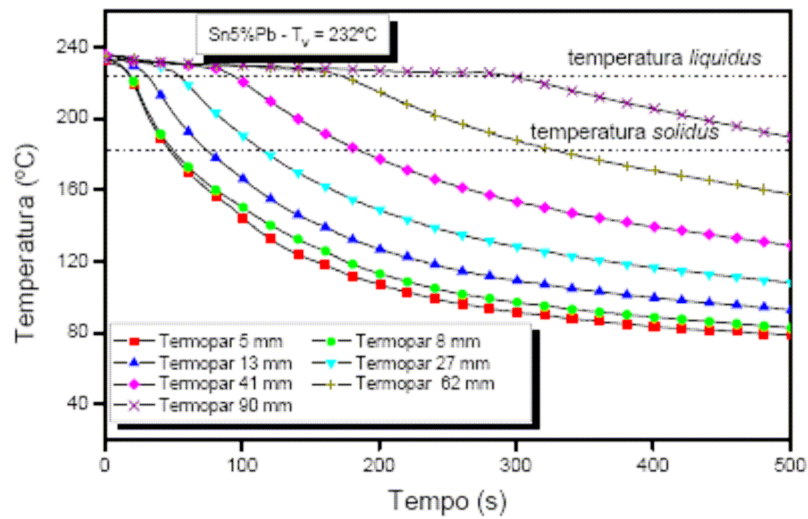


Figura 3.19 - Variação da temperatura em função do tempo durante a solidificação unidirecional para as sete posições de termopares em relação à superfície de refrigeração para a liga Sn 5%Pb obtidas por Spinelli (2005).

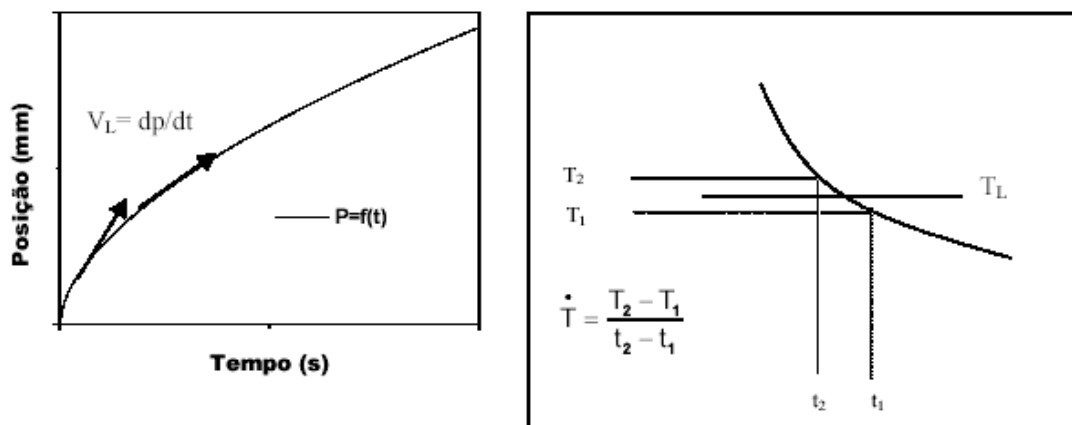
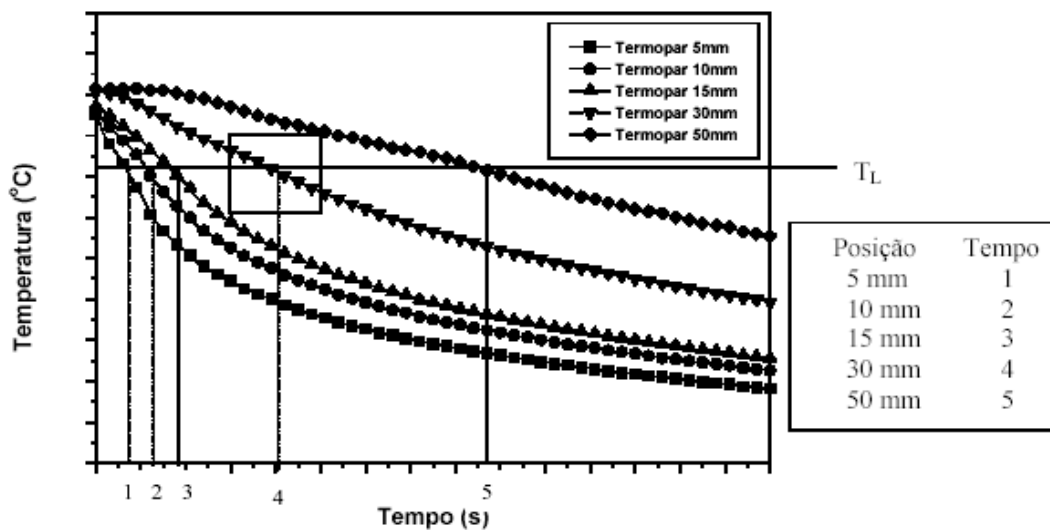


Figura 3.20 - Esquema representativo para determinação de  $V_L$  e  $\bar{T}$  (Rocha, 2003)

### 3.3.8 Taxas de resfriamento ( $\dot{T}$ )

A taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) para cada posição dos termopares, em todas as composições, é obtida experimentalmente a partir das interseções das retas de cada temperatura liquidus ( $T_L$ ) com os perfis térmicos em cada posição dos termopares, através do resultado da leitura direta do quociente das temperaturas imediatamente antes e depois da  $T_L$  e dos tempos correspondentes, isto é,  $\dot{T} = dT/dt$ . Procedimento semelhante é utilizado por Okamoto-Kishitake (1975).

## 3.4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL PARA A DETERMINAÇÃO DAS MACROESTRUTURAS

Após o processo de obtenção dos lingotes procedeu-se à preparação das amostras visando à caracterização macroestrutural dos mesmos a fim de avaliar a existência e unidirecionalidade da zona colunar induzida pelas condições de solidificação, através de técnicas metalográficas tradicionais propostas na literatura.

Os lingotes foram seccionados longitudinalmente e posteriormente polidos em lixadeira manual utilizando-se lixas d'água de carbo de silício de granulometrias variáveis em uma seqüência crescente (120, 220, 320, 400, 600, e 1200 mesh). Após a última operação de lixamento, utilizou-se álcool etílico 99°Gl na limpeza das superfícies com o objetivo de eliminarem resíduos e manchas existentes e, ao mesmo tempo, obter uma superfície seca evitando oxidação.

Finalmente, as superfícies das amostras foram atacadas com reagente químico adequado, cuja composição foi 100 ml  $H_2O$ ; 2 ml  $HCl$  e 10 g  $FeCl_3$  (Siqueira, 2002). Os respectivos ataques foram realizados por imersão da superfície das amostras durante aproximadamente quatro minutos, tempo suficiente para que as macroestruturas de solidificação desejadas fossem perfeitamente reveladas.

## CAPITULO 4

### ANÁLISE DOS RESULTADOS OBTIDOS

#### 4.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Os resultados experimentais deste trabalho foram obtidos e analisados conforme indica o esquema apresentado na Figura 4.1.

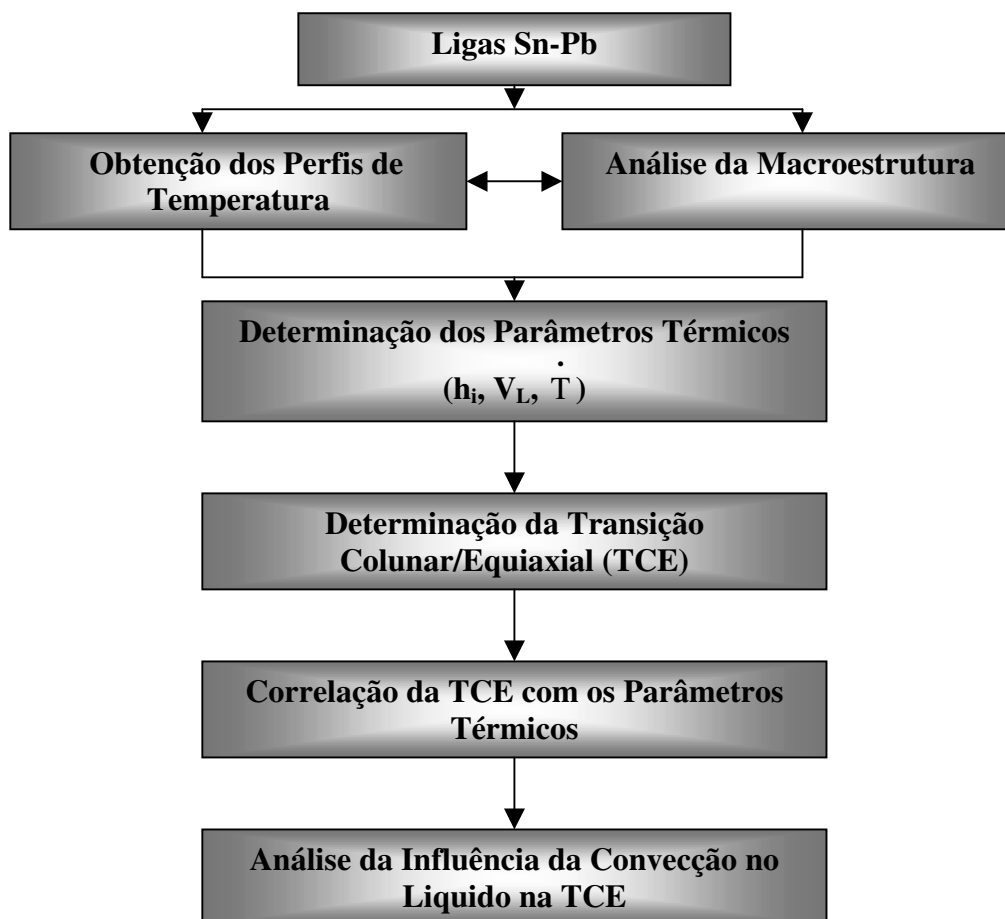


Figura 4.1 - Esquema representativo da obtenção e análise dos resultados encontrados neste trabalho.

## 4.2 OBTENÇÃO DOS PERFIS TÉRMICOS

Conforme o procedimento experimental estabelecido no Capítulo 3, para cada liga estudada foram obtidos os mapeamentos de temperaturas para as cinco diferentes posições dos termopares no metal a partir da interface metal/molde. A Figura 4.2 apresenta os respectivos perfis térmicos.

## 4.3 ANÁLISE MACROESTRUTURAL

As Figuras 4.3 e 4.4 apresentam as macroestruturas características obtidas nos experimentos para as ligas Sn 5%Pb, Sn 15%Pb, Sn 20%Pb e Sn 25%Pb. Verifica-se através das mesmas que a TCE nas composições correspondentes a 15%, 20% e 25%Pb ocorreu respectivamente a 92 mm, 72 mm e 34 mm a partir da interface metal/molde. No caso da liga Sn 5%Pb a TCE não foi observada. Tal fato talvez possa ser justificado em função do teor de soluto existente no material não ser ainda suficiente para estimular a nucleação e crescimento da zona equiaxial à frente da zona colunar que progride (Garcia, 2001).

Nota-se, ainda, a influência de correntes convectivas na formação dos grãos colunares principalmente na região mais próxima ao início da solidificação dos lingotes. Mesmo assim, as zonas colunares das amostras caracterizam suficientemente a direcionalidade da estrutura resultante, o que ratifica a existência de um fluxo macroscópico de calor perpendicular à superfície de refrigeração.

Igualmente observado por Spinelli (2005) quanto às regras gerais da influência das variáveis de solidificação no crescimento da região colunar (Garcia, 2001), neste trabalho as mesmas foram mantidas, isto é:

- A ação mecânica das correntes convectivas contribui na fragmentação das ramificações dendríticas favorecendo a dissipação mais rápida do superaquecimento e o aumento na taxa de resfriamento.

- As macroestruturas obtidas para as ligas Sn 15%Pb, Sn 20%Pb e Sn 25%Pb mostram que a TCE ocorre essencialmente em um plano horizontal e que a mesma se aproxima da interface metal/câmara à medida que o teor de soluto aumenta. Cabe ressaltar ainda a influência das diferentes propriedades termofísicas e dos coeficientes de transferência de calor no surgimento da transição estrutural para as três ligas examinadas.

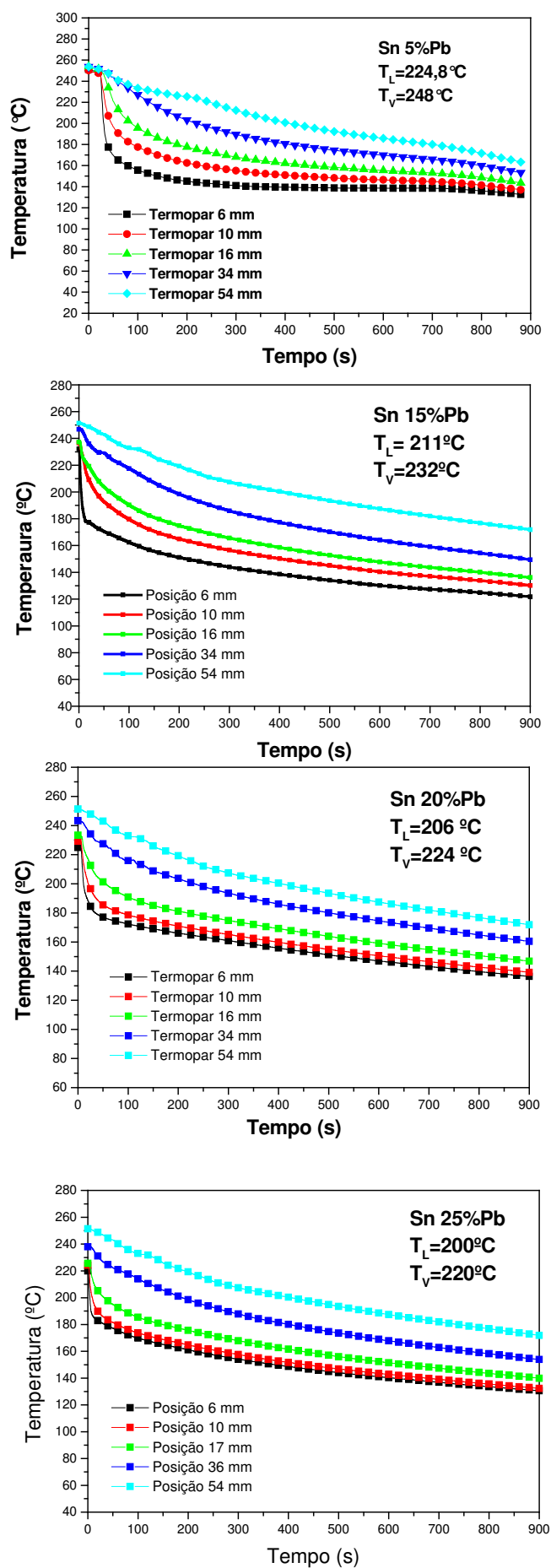


Figura 4.2 - Perfis térmicos experimentais das ligas estudadas neste trabalho.

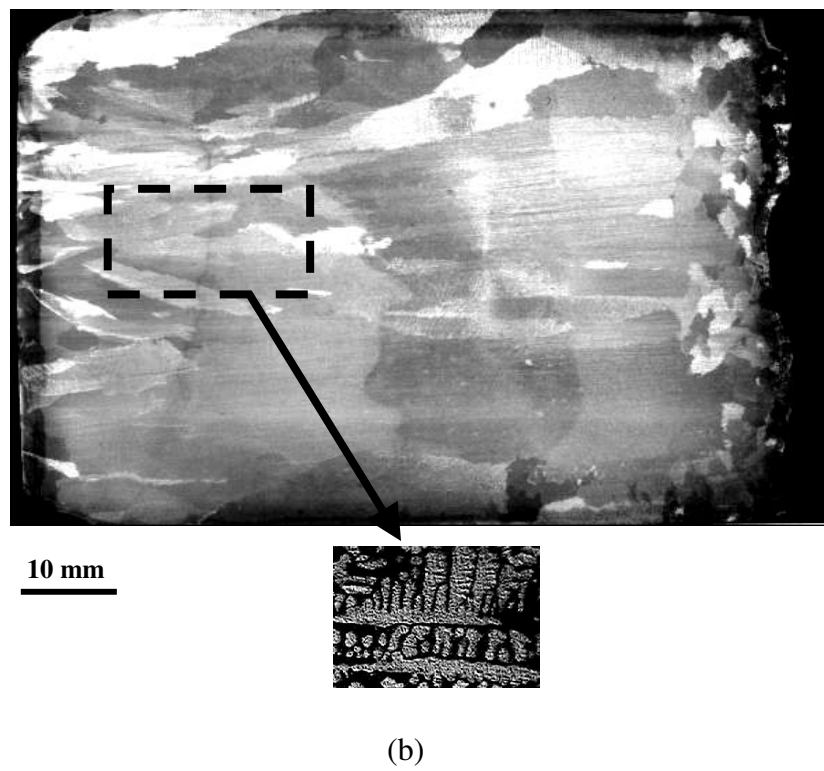
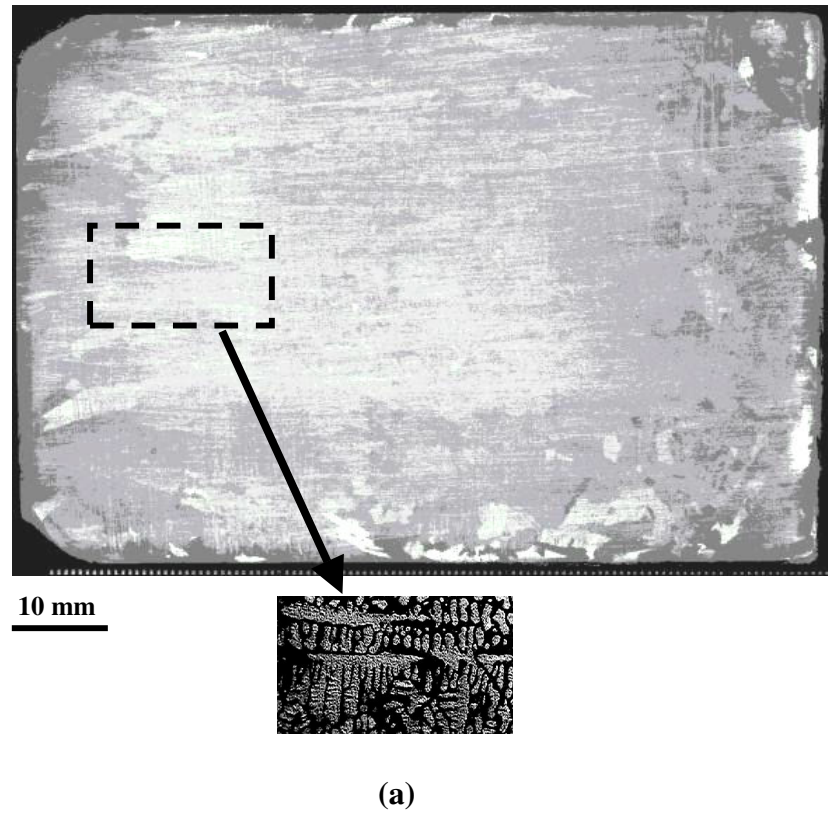
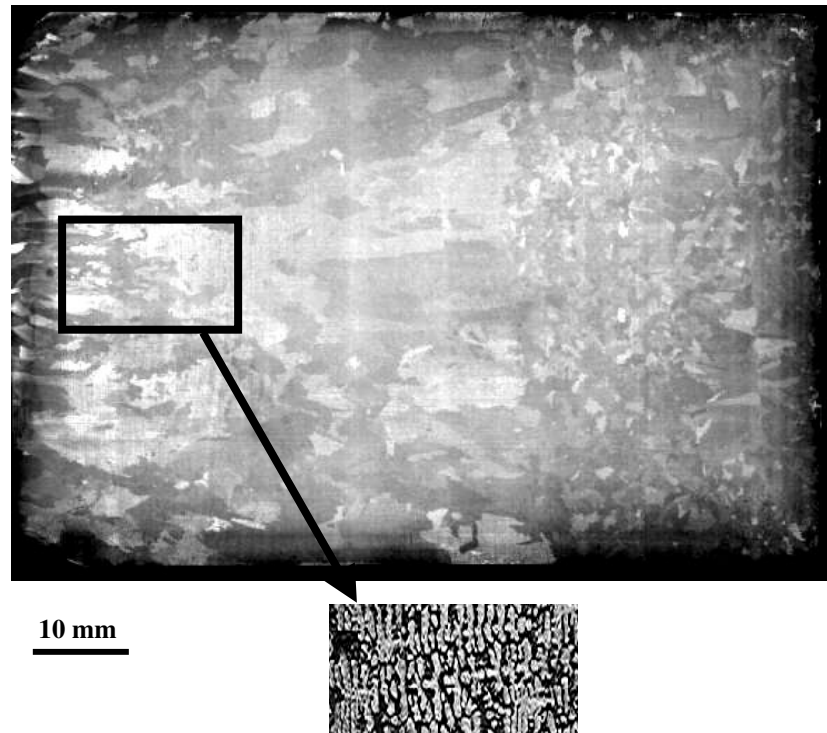
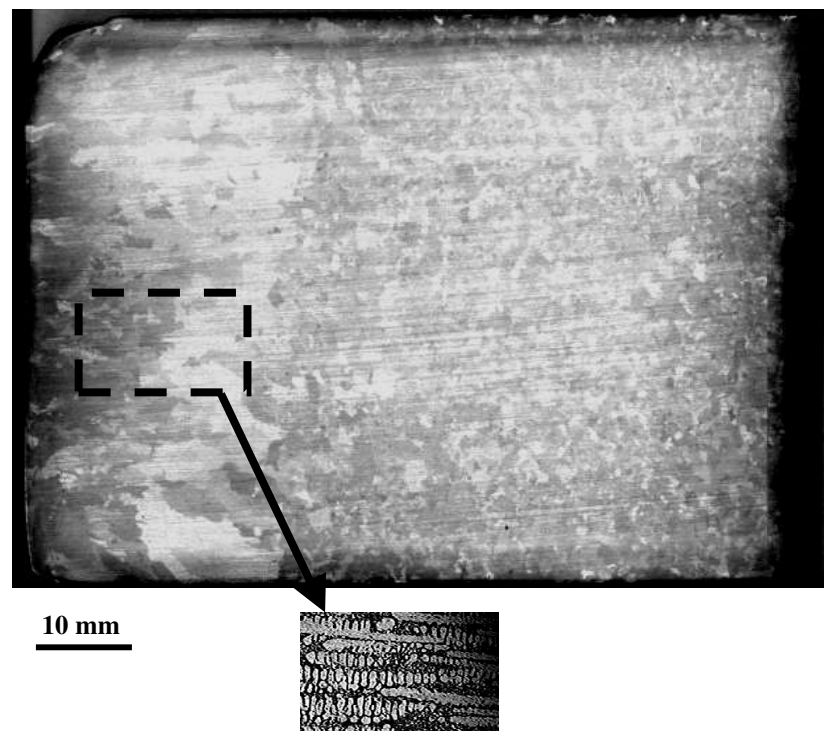


Figura 4.3 - Macroestruturas de solidificação para as ligas (a) Sn 5%Pb e (b) Sn 15%Pb.





(a)



(b)

Figura 4.4 - Macroestruturas de solidificação para as ligas (a) Sn 20%Pb e (b) Sn 25%Pb.

#### 4.4 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR METAL/MOLDE ( $h_i$ )

Por meio do confronto entre os perfis térmicos obtidos no dispositivo de solidificação projetado e aferido por Silva (2007) e os perfis gerados pelo modelo matemático apresentado por Ferreira (2004), determinou-se o perfil transitório do coeficiente de transferência de calor metal/molde para cada liga estudada. Para efeito de determinação dos valores de  $h_i$  foi utilizado o perfil térmico referente ao termopar mais próximo à base refrigerada, posição para a qual eventual perda de calor pelas laterais das paredes da lingoteira é mais improvável, o que assegura condições mais completas de unidirecionalidade do fluxo de calor. As Figuras 4.5 a 4.8 mostram os resultados dos perfis térmicos das leituras experimentais e simuladas e a Figura 4.9 representa a comparação entre as curvas transitórias de  $h_i$  obtidas para as composições analisadas.

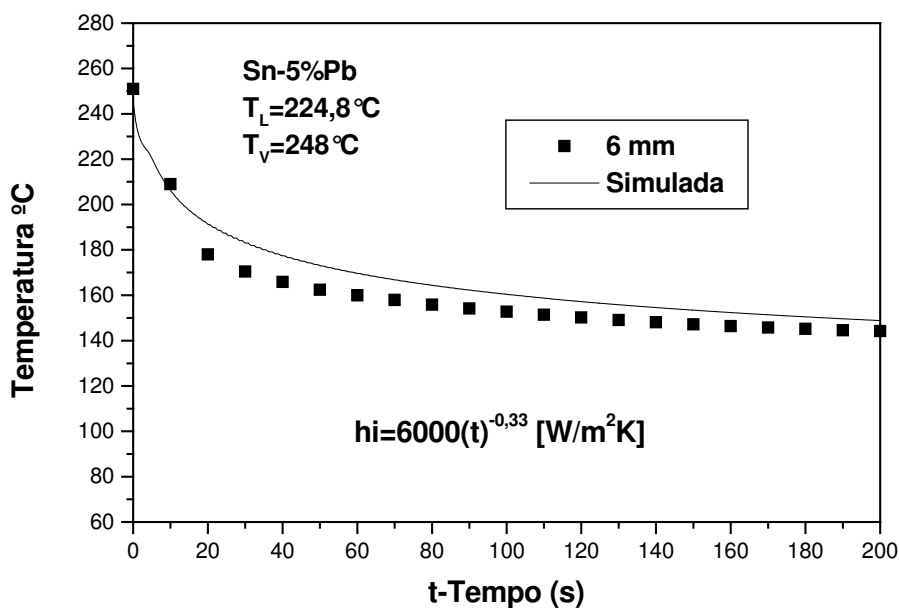


Figura 4.5 - Confronto dos perfis teóricos e experimentais para determinação do coeficiente de transferência de calor metal/molde da liga Sn 5%Pb

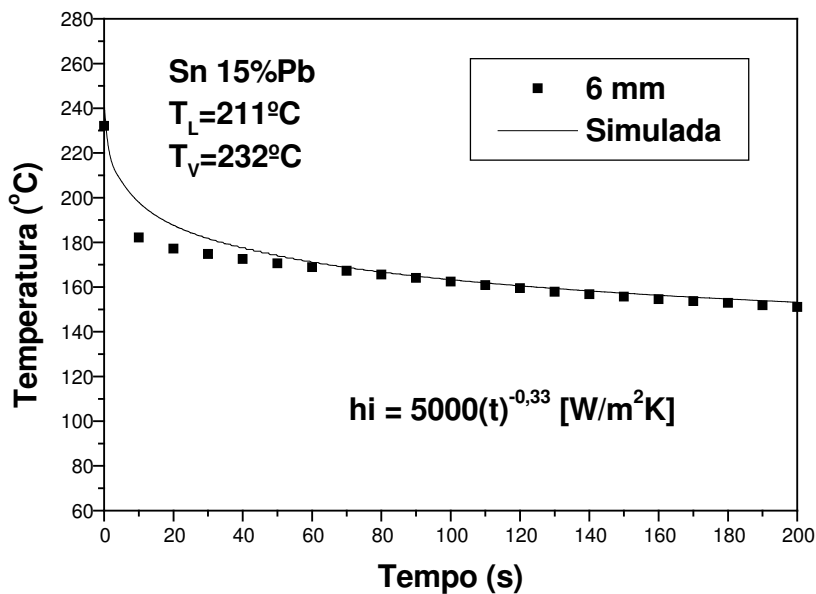


Figura 4.6 - Confronto dos perfis teóricos e experimentais para determinação do coeficiente de transferência de calor metal/molde da liga Sn 15%Pb.

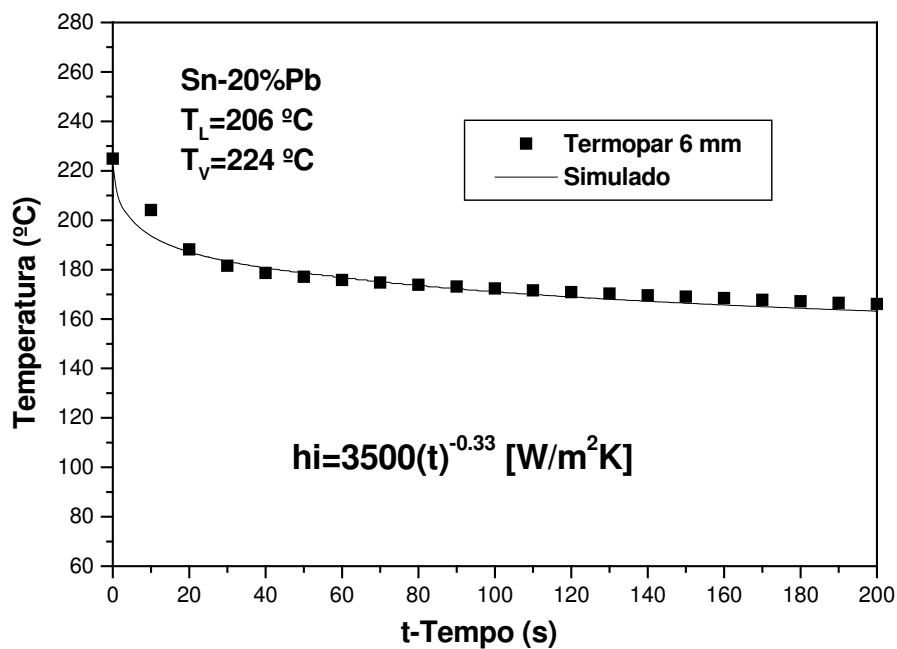


Figura 4.7 - Confronto dos perfis teóricos e experimentais para determinação do coeficiente de transferência de calor metal/molde da liga Sn 20%Pb.

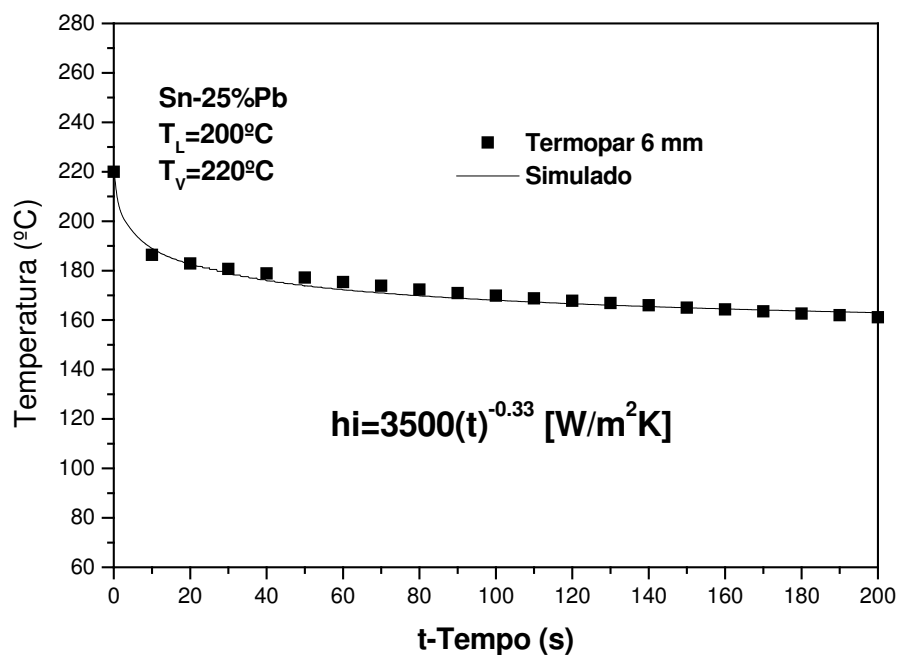


Figura 4.8 - Confronto dos perfis teóricos e experimentais para determinação do coeficiente de transferência de calor metal/molde da liga Sn 25%Pb.

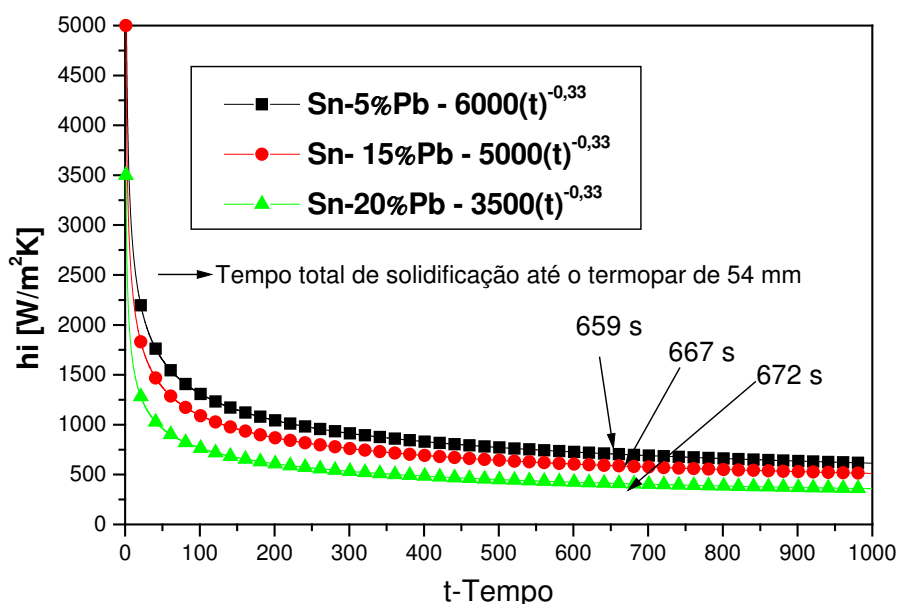


Figura 4.9 - Coeficientes de transferência de calor metal/molde das ligas analisadas neste trabalho.

Nota-se pela Figura 4.9 o efeito do teor de soluto na evolução dos perfis transitórios de  $h_i$  para as composições analisadas, onde verifica-se que os valores de  $h_i$  diminuem à medida

que a concentração de soluto aumenta. Comportamento semelhante, quanto ao efeito da composição nos perfis de  $h_i$ , foi observado no trabalho desenvolvido recentemente por Rocha (2003), que trabalhou com as ligas Sn 5%Pb, Sn 15%Pb e Sn 30%Pb em condições de solidificação unidirecional vertical ascendente obtendo para as ligas Sn 5%Pb e Sn 15%Pb perfis transitórios de  $h_i$  próximos aos valores obtidos neste trabalho. Rocha encontrou as seguintes leis experimentais:  $h_i = 6000(t)^{-0,20}$  e  $h_i = 4500(t)^{-0,20}$ , respectivamente. A Figura 4.9 apresenta também os tempos totais de solidificação para as ligas analisadas onde observam-se tempos maiores para menores valores de  $h_i$ .

Por outro lado, Spinelli trabalhando com as mesmas composições assumidas neste trabalho, contudo em condições de solidificação unidirecional vertical descendente, onde a convecção devido o efeito do soluto se encontra presente, obteve comportamento de perfis de  $h_i$  contrários ao deste trabalho. Segundo Spinelli (2005), as diferenças observadas para as três ligas devem-se, principalmente, ao fato de que com o aumento do teor de soluto cresce a molhabilidade do líquido, altera-se a contração volumétrica de solidificação bem como determinadas propriedades termofísicas tais como condutividade térmica, intervalo de solidificação, densidade, calor específico e calor latente. Os valores de  $h_i$  obtidos neste trabalho são maiores que aqueles encontrados no sistema vertical descendente de Spinelli que obteve as seguintes leis experimentais:  $h_i = 1650 (t)^{-0,001}$ ,  $h_i = 1700 (t)^{-0,001}$  e  $h_i = 2100 (t)^{-0,001}$ , para as ligas Sn 5%Pb, Sn 15%Pb e Sn 20%Pb, respectivamente.

#### 4.5 CONSIDERAÇÕES QUANTO À DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS

##### TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO ( $V_L$ e $\dot{T}$ )

A metodologia aplicada para determinar os parâmetros térmicos em questão foi detalhada no Capítulo 3 deste trabalho.

Os valores experimentais obtidos para a velocidade de deslocamento da isoterma liquidus ( $V_L$ ) e taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) foram comparados com aqueles fornecidos pelo modelo numérico de Ferreira (2004).

Conforme descrito no Capítulo 3, os pontos de interseção entre a temperatura liquidus e os perfis térmicos permitem determinar, para cada posição de termopar, um par posição da

isoterma liquidus com o tempo que resultou na obtenção para cada liga de curvas do tipo  $P=f(t)$ , as quais se encontram apresentadas nas Figuras de 4.10 a 4.13.

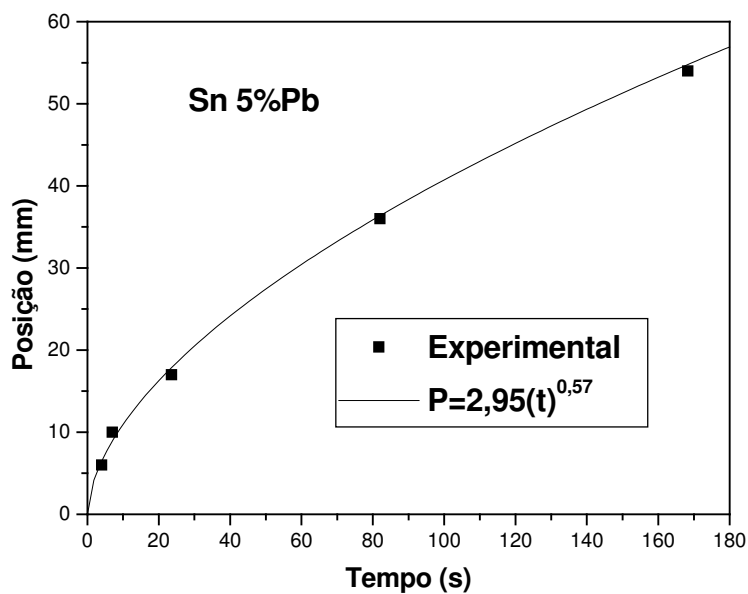


Figura 4.10 - Posição da isoterma liquidus em função do tempo para a liga Sn 5%Pb.

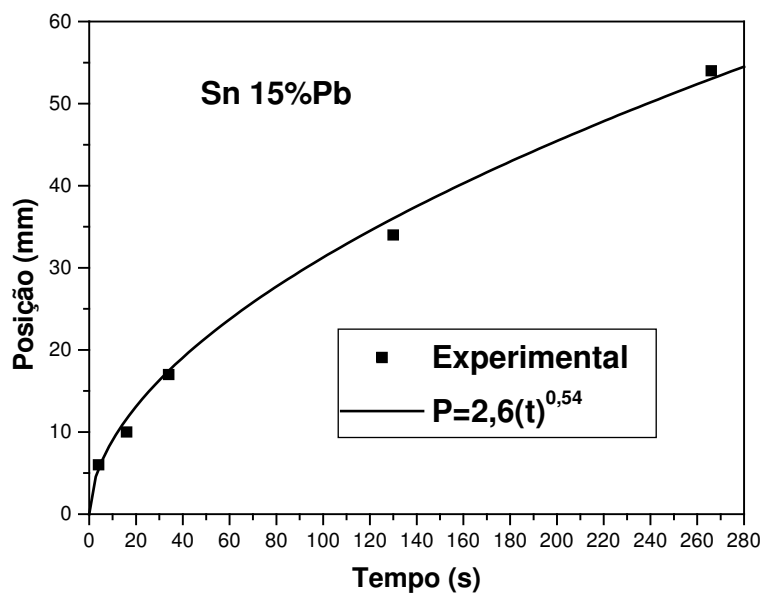


Figura 4.11 - Posição da isoterma liquidus em função do tempo para a liga Sn 15%Pb.

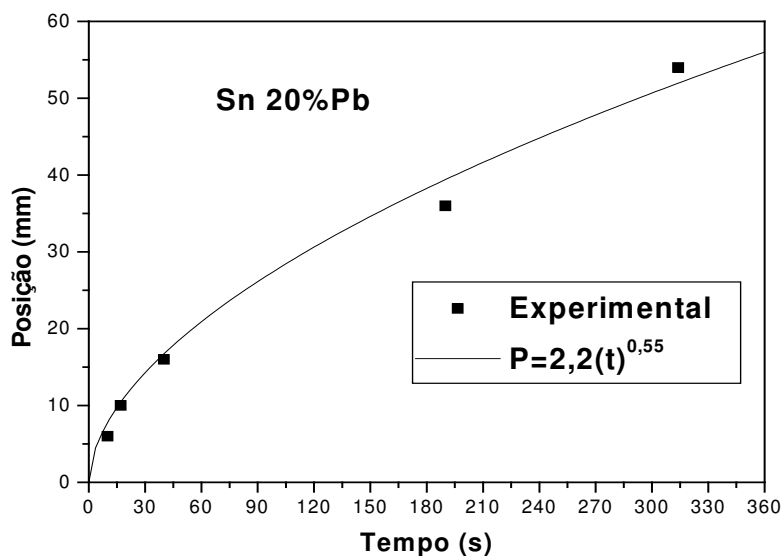


Figura 4.12 - Posição da isoterma liquidus em função do tempo para a liga Sn 20%Pb.

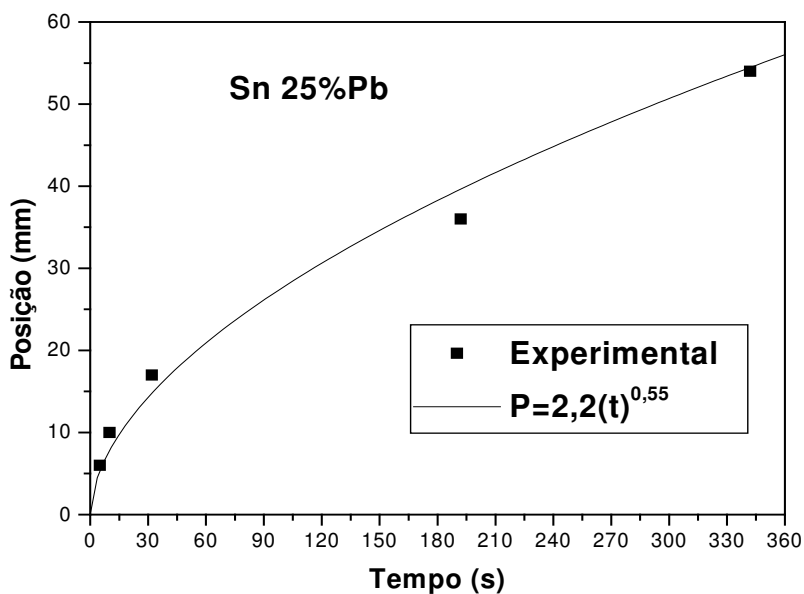


Figura 4.13 - Posição da isoterma liquidus em função do tempo para a liga Sn 25%Pb.

A comparação entre as curvas experimentais da posição da isoterma liquidus em função do tempo obtidas para as ligas analisadas, encontra-se representada na Figura 4.14. Nota-se através da mesma que para uma mesma posição da isoterma liquidus, à medida que o teor de

soluto aumenta o tempo de solidificação também aumenta, isto é, quanto maior o teor de soluto mais prolongado é o processo de solidificação da liga.

As velocidades da isoterma liquidus ( $V_L$ ) experimentais, para todas as composições estudadas, são determinadas por meio das derivadas das funções  $P=f(t)$  obtidas experimentalmente e indicadas nas Figuras, isto é,  $V_L=dP/dt$ . As Figuras de 4.15 a 4.18, representam a evolução da velocidade de deslocamento da isoterma liquidus em função da posição em relação à interface metal/molde, nas quais se verifica a diminuição da velocidade da isoterma liquidus para as posições mais afastadas da câmara refrigerada. Isso pode ser facilmente explicado em função do aumento crescente da resistência térmica da camada solidificada com a evolução do processo de solidificação. Essas figuras apresentam também a comparação das velocidades experimentais e numéricas da isoterma liquidus determinadas a partir do modelo matemático de Ferreira (2004). Observa-se, portanto, para todas as composições, uma boa aproximação das curvas experimentais com o modelo em questão.

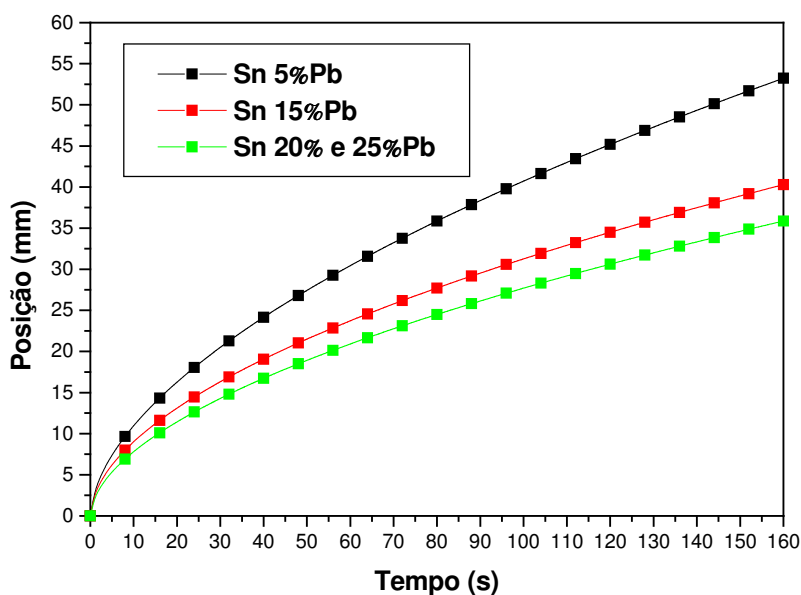


Figura 4.14 - Comparação das curvas da posição da isoterma liquidus em função do tempo para as composições de soluto analisadas.



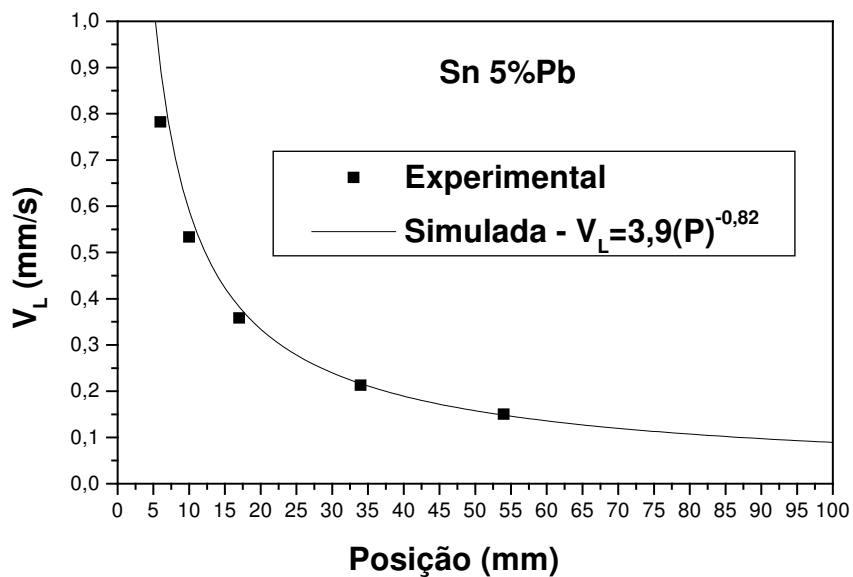


Figura 4.15 - Velocidade da isoterma liquidus em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 5%Pb.

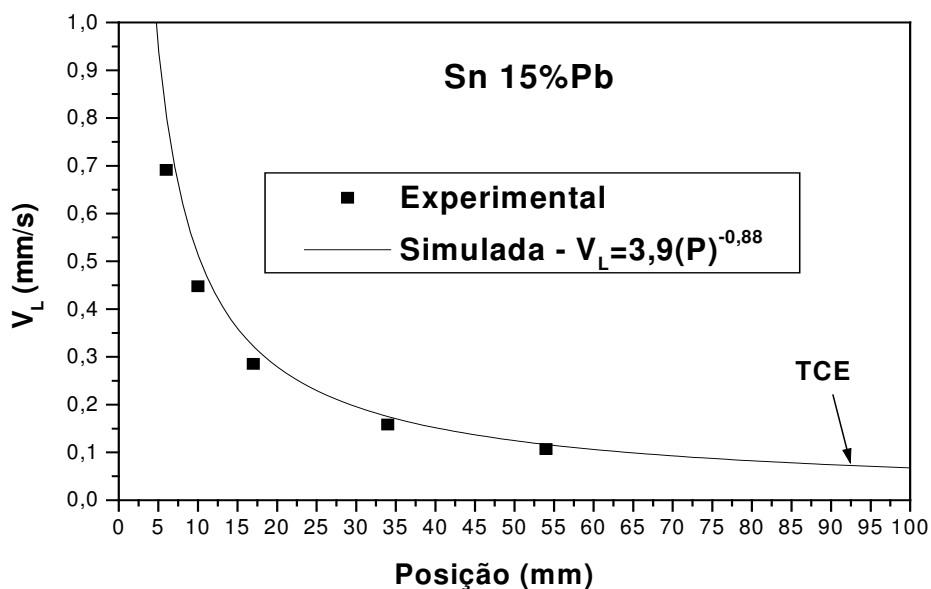


Figura 4.16 - Velocidade da isoterma liquidus em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 15%Pb.

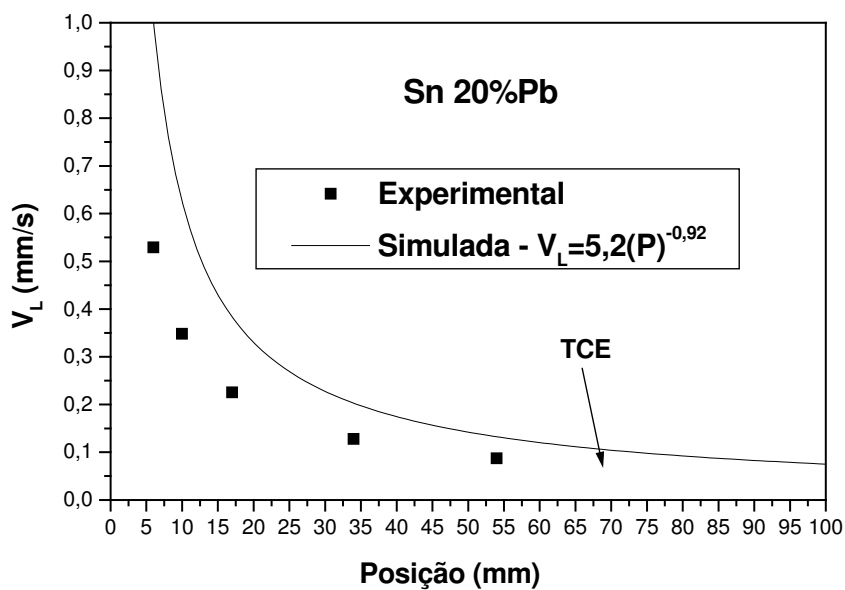


Figura 4.17 - Velocidade da isoterma liquidus em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 20%Pb.

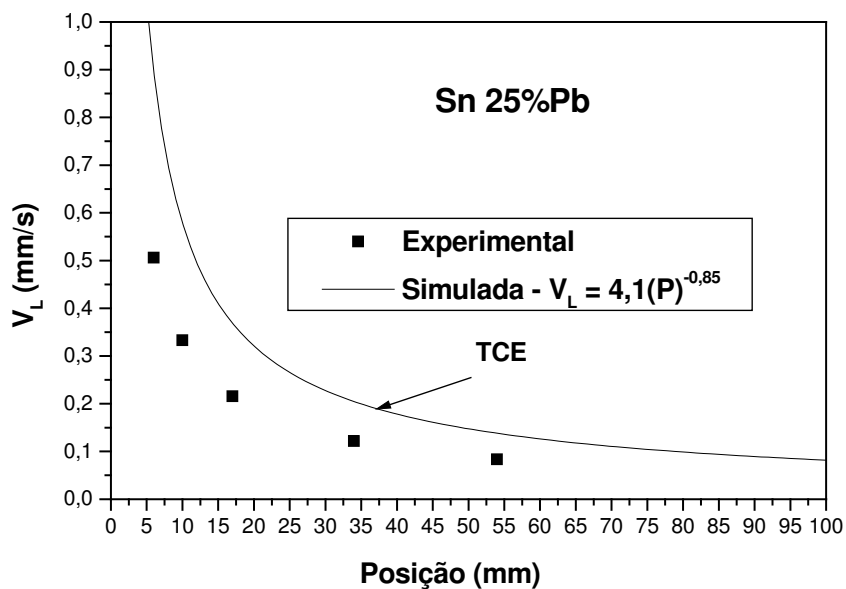


Figura 4.18 - Velocidade da isoterma liquidus em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 25%Pb.

As Figuras de 4.19 a 4.22 mostram, para as composições de soluto estudadas, o comportamento experimental das taxas de resfriamento com a posição da isoterma liquidus.

Igualmente ao comportamento da  $V_L$ , os valores da  $\dot{T}$  são menores para posições mais afastadas da interface metal/câmara de refrigeração. Verifica-se também uma boa aproximação entre os dados simulados e experimentais para as ligas solidificadas.

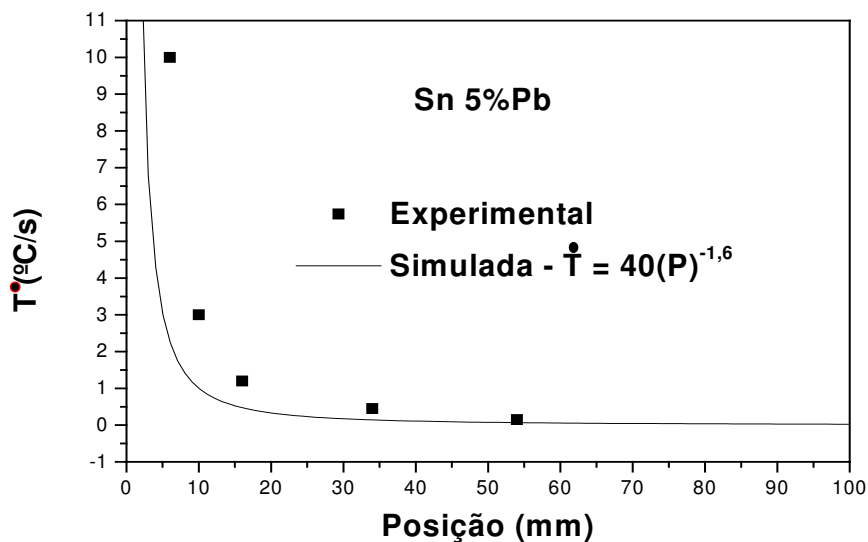


Figura 4.19 - Taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 5%Pb.

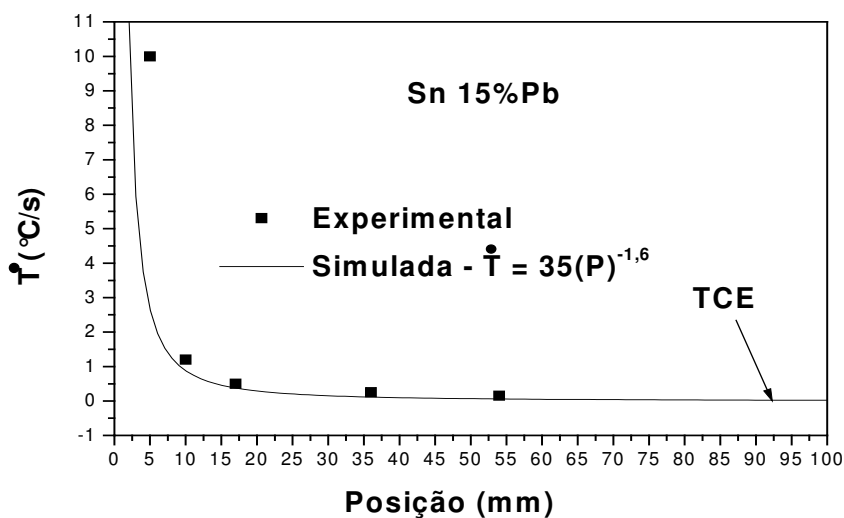


Figura 4.20 - Taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 15%Pb.

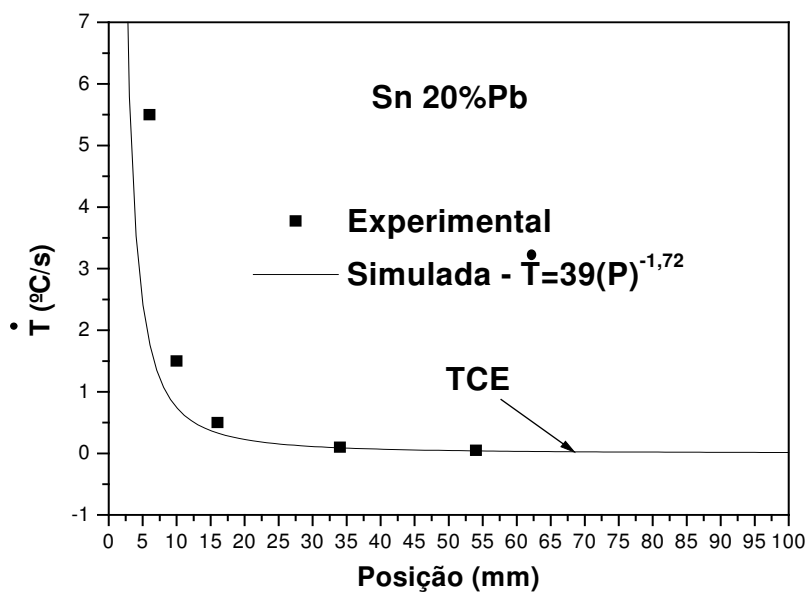


Figura 4.21 - Taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 20%Pb.

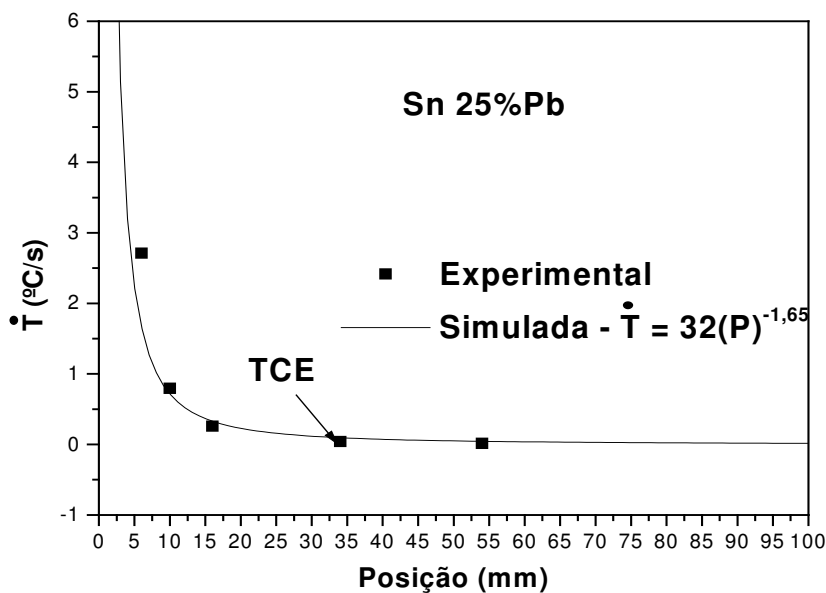


Figura 4.22 - Taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus para a liga Sn 25%Pb.

As Figuras 4.23 e 4.24 comparam, respectivamente, as curvas experimentais obtidas para a velocidade de deslocamento da isoterma liquidus e para a taxa de resfriamento das ligas Sn-Pb estudadas. Observa-se por meio das mesmas, maiores velocidades e taxas de

resfriamento para menores teores de soluto, resultado já esperado, tendo em vista aqueles obtidos para os valores de  $h_i$  uma vez que os mesmos foram maiores para menores composições de Pb, conforme mostrado na Figura 4.9.

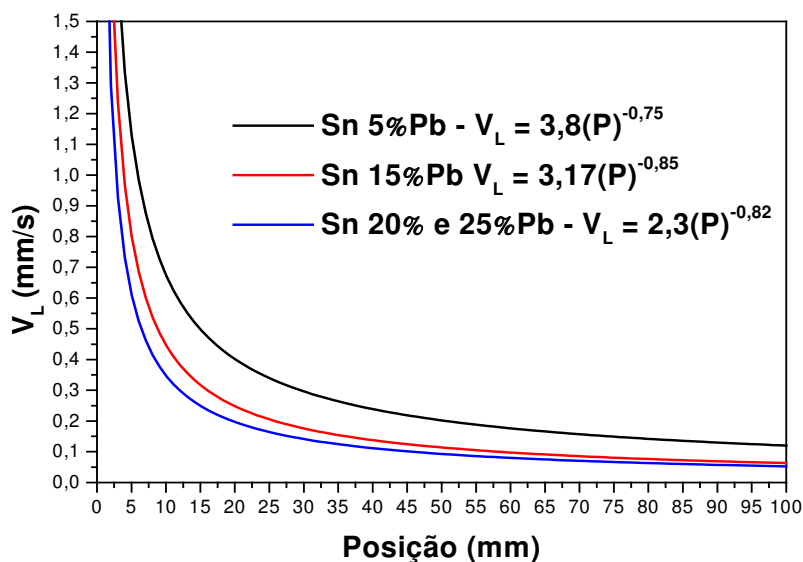


Figura 4.23 - Comparação das curvas experimentais da velocidade da isoterma liquidus em função da posição a partir da interface metal/molde.

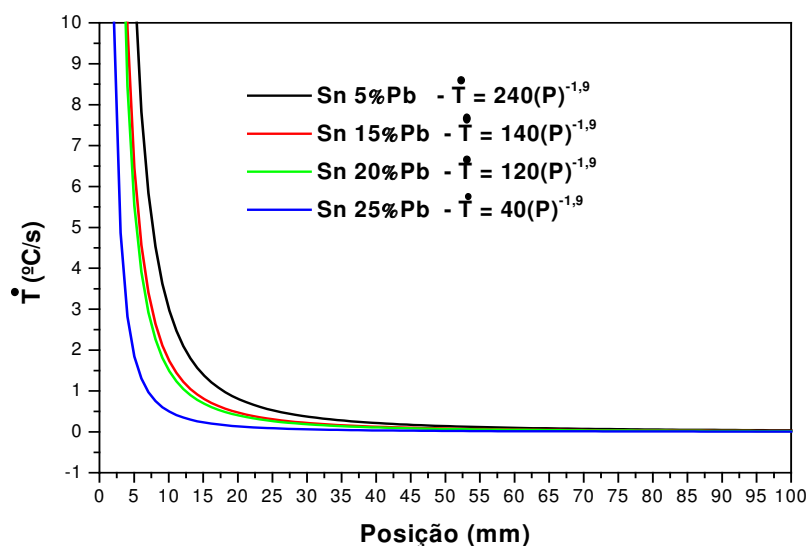


Figura 4.24 - Comparação das curvas experimentais da taxa de resfriamento em função da posição da isoterma liquidus.

#### 4.6 ANÁLISE DA TRANSIÇÃO COLUNAR/EQUIAXIAL (TCE) E SUA CORRELAÇÃO COM OS PARÂMETROS TÉRMICOS DA SOLIDIFICAÇÃO

A Transição Colunar/Equiaxial (TCE) é dependente das variáveis térmicas de solidificação ( $G_L$ ,  $V_L$  e  $\dot{T}$ ), sendo que estas variam com o tempo e a posição da isoterma liquidus durante o processo de mudança de fase.

Através das macroestruturas apresentadas nas Figuras 4.3 e 4.4 observou-se que a TCE para as composições Sn 15%Pb, Sn 20%Pb e Sn 25%Pb localizou-se, respectivamente a 93 mm, 72 mm e 34 mm da interface metal/molde. Para a liga Sn 5%Pb não foi observada a TCE. Para a determinação das condições térmicas em que a TCE ocorreu foi utilizada a mesma metodologia assumida por Spinelli (2005) em que o autor sugere o modelo numérico de Ferreira (2004) como ferramenta de cálculo. Os valores dos parâmetros térmicos correspondentes para cada composição analisada encontram-se mostrados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Resultados experimentais da posição da TCE e parâmetros térmicos correspondentes.

Ligas Sn-Pb	Sn 15%Pb	Sn 20%Pb	Sn 25%Pb	
TCE	93 mm	72 mm	34 mm	
$h_i$ [W/m <sup>2</sup> K]	680	430	130	<b>Média</b>
$G_L$ (°C/mm)	0,35	0,4	0,35	
$V_L$ (mm/s)	0,072	0,1	0,10	
$\dot{T}$ (°C/s)	0,025	0,025	0,09	<b>0,04</b>

Em trabalho recentemente apresentado por Spinelli (2005) para ligas Sn-Pb, em condições de solidificação unidirecional vertical descendente, o autor explica o mecanismo de formação da TCE baseado em uma taxa crítica de resfriamento. Spinelli fundamenta-se ainda no trabalho desenvolvido por Siqueira (2003) para ligas Sn-Pb solidificadas unidirecionalmente em molde vertical ascendente. O autor comenta que o critério para previsão da TCE, baseado em uma taxa de resfriamento crítica dependente do sistema binário estudado, mostra-se também aplicável às condições de solidificação adotadas por Siqueira, sofrendo apenas alteração no valor crítico estabelecido (0,03°C/s em média no caso da solidificação vertical descendente, contra 0,014°C/s em média no caso da solidificação vertical ascendente). Evidencia-se, portanto, que o critério estabelecido por Spinelli e Siqueira

se aplica de forma condizente neste trabalho. Assim, verifica-se pela Tabela 4.1, uma taxa de resfriamento média crítica (0,04 °C/s) onde ocorre a TCE, isto é, o crescimento colunar através do lingote deve prevalecer para valores de taxas de resfriamento maiores que esse valor crítico, muito próximo daquele obtido por Spinelli (0,03 °C/s) na solidificação vertical descendente onde existe a presença da convecção no líquido o que proporcionou a antecipação da TCE.

Segundo Spinelli, na solidificação vertical descendente as diferenças de densidade podem dar início a movimentos convectivo intensos no líquido. Além disso, novos núcleos sólidos podem originar-se em função da fragmentação dos braços dendríticos por refusão local nas regiões interdendríticas. Esses núcleos sólidos, mais densos e menos enriquecidos de soluto que o líquido, tendem a decantar e sobreviver porque apresentam temperaturas liquidus maiores que o líquido ao seu redor. Essas partículas podem tornar-se núcleos equiaxiais sendo aglomerados a partir do fundo da cavidade. Quando existe uma forte presença de partículas sólidas empilhadas torna-se facilitada a precipitação de inúmeros núcleos equiaxiais que quando em número suficiente podem bloquear o avanço da frente colunar. Esse mecanismo justifica a antecipação da transição em relação à solidificação ascendente (Siqueira, 2003) e pode igualmente estar ocorrendo na solidificação horizontal somando-se também ao efeito convectivo do líquido pobre em soluto que flutua à frente da isoterma liquidus. Vale ressaltar, que além do valor da taxa crítica de resfriamento deste trabalho ser próximo daquele obtido por Spinelli, os valores obtidos experimentalmente para as posições da TCE para as ligas Sn 15%Pb e Sn 20%Pb neste trabalho (93 mm e 72 mm) encontram-se também próximos daqueles obtidos por este autor para as mesmas ligas (83 mm e 76 mm). No caso da liga Sn 5%Pb não foi possível identificar a TCE devido a dimensão longitudinal do lingote. É muito provável, no entanto, que a mesma se formasse para posições acima do comprimento máximo estabelecido para o mesmo (110 mm), onde as taxas de resfriamento são menores. Uma comprovação prática de tal fato é que Spinelli encontrou a TCE para a liga Sn 5%Pb em uma posição a 120 mm da interface metal/molde.

## CAPÍTULO 5

### CONCLUSÕES

O estudo teórico-experimental desenvolvido neste trabalho, somado às comparações realizadas tendo como referência outros trabalhos anteriormente realizados sobre o assunto, permitem que sejam extraídas as seguintes conclusões:

- Os resultados experimentais encontrados neste trabalho mostram que durante a solidificação unidirecional horizontal a convecção natural proporcionada pelo aumento do teor de soluto promove uma diminuição nos valores dos coeficientes de transferência de calor na interface metal/molde.
- O perfil do coeficiente de transferência de calor obtido por Rocha (2003) para a liga Sn 15%Pb apresenta um comportamento semelhante àquele deste trabalho, no entanto, os valores de  $h_i$  do referido autor ao longo do processo, com exceção do instante inicial, são mais elevados devido a configuração do dispositivo utilizado ser vertical com solidificação ascendente o que proporciona um maior contato térmico metal/câmara de refrigeração. Por outro lado, com relação ao perfil obtido por Spinelli (2005), observa-se que os valores de  $h_i$  são menores no instante inicial do processo em relação aos encontrados neste trabalho devido à configuração do sistema ser vertical descendente que, ao contrário do sistema utilizado por Rocha (2003), promove um menor contato térmico do metal com a parede refrigerada.
- Em todos os casos estudados para as diferentes composições das ligas Sn-Pb as variáveis térmicas ( $V_L$  e  $\dot{T}$ ) de solidificação calculadas teoricamente e aquelas determinadas experimentalmente apresentaram uma boa concordância de resultados.



- As velocidades experimentais da isoterma liquidus, para todas as composições estudadas, diminuem para posições mais afastadas da interface metal/molde.
- Em todos os casos investigados os valores encontrados para a taxa de resfriamento são menores para posições mais afastadas da interface metal/molde.
- As velocidades de deslocamento da isoterma liquidus e as taxas de resfriamento das ligas Sn-Pb estudadas aumentam à medida que o teor de soluto diminui.
- O valor encontrado para a taxa de resfriamento média crítica foi de  $0,04 \text{ }^\circ\text{C/s}$ , isto é, o crescimento colunar através do lingote deve prevalecer para valores de taxa de resfriamento maiores que esse valor crítico. Tal fato, talvez permita prever a existência de uma taxa de resfriamento crítica única em torno de  $0,03 \text{ }^\circ\text{C/s}$  a  $0,04 \text{ }^\circ\text{C/s}$  para explicar a formação da TCE em ligas do sistema Sn-Pb em condições de solidificação com a presença de convecção no líquido devido o efeito do soluto.
- Os valores obtidos experimentalmente para as posições da TCE nas ligas Sn 15%Pb, Sn 20%Pb e Sn 25%Pb foram pela ordem 92 mm, 72 mm e 34 mm. No caso da liga Sn 5%Pb não foi possível identificar a TCE devido a dimensão longitudinal do lingote. É muito provável, no entanto, que a mesma se formasse para posições acima do comprimento estabelecido para o mesmo (110 mm), isto é, para taxas de resfriamento menores.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados encontrados neste trabalho, as seguintes linhas de estudo podem ser sugeridas para serem desenvolvidas posteriormente utilizando-se o dispositivo para solidificação unidirecional horizontal refrigerado à água:

- Correlação de espaçamentos dendríticos primários, secundários e terciários para ligas não ferrosas através da solidificação unidirecional horizontal refrigerada à água em regime transitório de extração de calor sujeita à ação de convecção natural devido o efeito do soluto.
- Estudar a Transição Celular/Dendrítica (TCD) em sistemas de ligas não ferrosas analisando a influência da convecção natural provocada por diferenças de temperaturas ou por rejeição de soluto.
- Investigar a influência da convecção natural proporcionada pela variação do teor de soluto nos espaçamentos interdendríticos e nas propriedades mecânicas de ligas não ferrosas.
- Desenvolver estudos que correlacionem a posição da Transição Colunar/Equiaxial (TCE) para ligas de outros sistemas binários considerando diferentes teores de soluto, diferentes dispositivos de solidificação unidirecional (horizontal, vertical ascendente e vertical descendente), diferentes tipos de moldes (refrigerado, maciço, etc) e lingotes de diferentes dimensões.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

### Artigos Técnicos / Científicos

Ares, A. E. and Schvezov, C. E. **Solidification Parameters During The Columnar-to-Equiaxed Transition in Lead-Tin Alloys.** *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2000, vol. 31A, pp. 1611-25.

Bridge, M. R e Rogers, G. D. **Structural Effects and Band Segregate Formation During The Electromagnetic Stirring of Strand-Cast Steel,** *Metallurgical Transactions B*, vol. 15 (3), pp. 581-589, 1984.

Burden, M. H. and Hunt, J. D. **A Mechanism for The Columnar to Equiaxed Transition in Casting or Ingots.** *Metalurgical. Transactions. A*, 1975, vol. 6A, pp. 240-41.

Flood, S. C. and Hunt, J. D. **Columnar and Equiaxed Growth I. A Model of a Columnar Front With a Temperature Dependent Velocity.** *Journal of Crystal Growth.*, 1987, vol. 82, pp. 543-51.

Flood, S. C. and Hunt, J. D. **Columnar and Equiaxed Growth II. Equiaxed Growth Ahead of a Columnar Front.** *Journal of Crystal Growth.*, 1987, vol. 82, pp. 552-60.

Ferreira, I. L.; Santos, C. A.; Voller, V. R.; Garcia, A. **Analytical, Numerical and Experimental Analysis of Inverse Macrosegregation During Upward Unidirectional Solidification of Al-Cu Alloys.** *Metallurgical and Materials Transactions B*, v.35B, p. 285-297, 2004.

Fredriksson, H. and Olsson, A. **Mechanism of Transition from Columnar to Equiaxed Zone in Ingots.** *Materials Science and Technology*, 1986, vol. 2, pp. 508-16.

Fortes, M. A. **História da Ciência dos Materiais em Portugal.** II Centenário da Academia das Ciências de Lisboa, 1994, pp 1-3.

Garcia, A. & Prates, M. **Mathematical Model For The Unidirectional Solidification of Metals I: Cooled Molds.** Metallurgical Transactions, v.98, pp.449-453, 1978.

Garcia, A. Clyne, T. W. & Prates, M. **Mathematical Model For The Unidirectional Solidification of Metals II: Massive Molds.** Metallurgical Transactions, v.108, pp.85-92, 1979.

Garcia, A; Clyne, T. W. **A Versatile Technique for Characterization of Metal/Mold heat Transfer and Correlation With Thermal and Structural Effects,** In : Solidification Technology in the Foundry and Casthouse, The Metals Society, 1983, pp. 33-39.

Garcia, A; Prates M. **Mathematical heat Transfer Model for the Analysis of Solidification of Binary Alloys.** In : Mult-Phase Flow and Heat Transfer III-Part B: Applications, Elsevier Science Publishers, 1984, pp. 541-603.

Hunt J. D. & Lu, S. Z. **Numerical Modeling of Cellular array Growth: Spacing and Structure Predictions,** Metallurgical and Materials Transaction A, v 27A, 1996 pp. 611 – 623.

Kisakurek, S. E. **An Experimental Investigation into the Formation of An Equiaxed Zone in Ingot Casting - Pb-Sb Alloy System,** Journal of Materials Science, vol. 19 (7), pp. 2289-2305, 1984.

Kurz W. and Fisher J. **Dendrite Growth at the Limite of Stability:** Tip radins and spacing, Acta Metallurgia, v. 29, 1981, pp. 11-20.

Mahapatra, R. B. and Weinberg, F. **The Columnar to Equiaxed Transition in Tin-Lead Alloys.** Metallurgical Transactions B, 1987, vol. 18B, pp.425-32.

Martorano, M.A.; Beckermann, C.; Gandin, C.A. **A Solutal-Interaction Mechanism for the Columnar-to-Equiaxed Transition in Alloy Solidification.** Metallurgical and Materials Transactions A, v. 34A, pp. 1657-1674, 2003.

McDonald, R. J. e Hunt, J. D. **Fluid Motion Through Partially Solid Regions of a Casting and its Importance in Understanding a Type Segregation,** Transactions of the Metallurgical Society of AIME, vol. 245 (9), pp. 1993-&, 1969.

Okamoto, T. and kishitate, K. **Dendritic Structure in Unidirectionally Solidified Aluminum, tin, and Zinc base Binary Alloys,** Journal of Crystal Growth, v 29, 1975, pp 137 – 146.

Osório W. R. ; Garcia A. **Modeling Dendrite Structure and Mechanical Properties of Zn-Al Alloys as a Function of Solidification Condition**, Materials Science Engineering A, v. 325, 2002, pp. 103-111.

Peres, M. D.; Siqueira, C. A.; Garcia, A. **Macrostructural and Microstructural Development in Al-Si Alloys Directionally Solidified Under Unsteady-state Conditions**. Journal of Alloys and Compounds, v. 381, p. 168-181, 2004.

Quaresma, J. M. V; Santos, C..A; Spim, Jr, Garcia, A. **Medidas dos Coeficientes de Transferência de Calor Metal/Molde na Solidificação de Metais e Ligas**. Anais do VII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências Térmicas-ENCIT, v. 1, pp. 615-620, 1998.

Quaresma, J. M. V; Osório, W. R. R; Santos, C. A; Garcia, A. **Determinação das Propriedades Mecânicas como Função do Espaçamento Dendrítico Secundário em Ligas Zn-Al, Solidificadas Unidirecionalmente**, Departamento de Materiais, Unicamp, SP, Brasil. Rappaz, M., Gandin, A., Desbiolles, J. L. E Thevoz, P.; **Prediction of Grain Structures in Various Solidification Processes**. Metallurgica and Materials Transactions, v. 27A, p. 695, 1996.

Rocha, O. F. L.; Siqueira, C. A.; Garcia, A. **Theoretical-Experimental Analysis of the Cellular/Dendritic Transition During Unidirectional Solidification**. Materials Research, v. 5, n. 3, p.391-397, 2002.

Rocha, O. F. L.; Siqueira, C.; Garcia, A. **Cellular Spacings in Unsteady-State Directionally Solidified Sn-Pb Alloys**. Materials Science and Engineering A, v. 361, p. 111-118, 2003.

Rocha, O. L.; Siqueira C. A.; Garcia, A. **Cellular/Dendritic Transition During Unsteady-State Unidirectional Solidification of Sn-Pb Alloys**. Materials Science Engineering A, v. 347, nº 1-2, p. 59 - 69, 2003.

Rocha, O. L.; Siqueira C. A.; Garcia, A. **Heat flow Parameters Affecting Dendrite Spacings During Unsteady State Solidification of Sn-Pb and Al-Cu Alloys**. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 34A, p. 995 - 1006, 2003.

Sá, F. Rocha, O.L.; Siqueira, C.A.; Garcia, A. **The Effect of Solidification Variables on Tertiary Dendrite Arm Spacing in Unsteady-State Directional Solidification of Sn-Pb and Al-Cu Alloys**. Materials Science Engineering A, v. 373, pp. 131-138, 2004.

Santos, Rezende Gomes dos; Andrade, S.R.; **"Simulação de Processos de Solidificação de Ligas Metálicas Utilizando Método de Elementos Finitos"**, 07/2001, Científico Nacional, 55 Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Vol. 1, pp.2524-2533, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2001.

Siqueira, C. A; Cheung, N.; Garcia, A. **Solidification Thermal Parameters Affecting the Columnar- Equiaxed Transition. Metallurgical and Materials Transaction A**, v. 33, p. 2107-2118, 2002.

Spinelli J.E; Ferreira I.L., Garcia A.; **Influence of Melt Convection on the Columnar to Equiaxed Transition and Microstructure of Downward Unsteady-State Directionally Solidified Sn-Pb Alloys. Journal of Alloys and Compounds**, v 384, pp 217-226, 2004A.

Spinelli, E. **The Influence of Melt Convection on Dendritic Spacing of Downward Unsteady-State Directionally Solidified Sn-Pb Alloys. Materials Research**, v. 9, n. 1, p.51-57, 2006.

Ziv, I. and Weinberg, F. **The Columnar-to-Equiaxed Transition in Al 3 Pct Cu. Metallurgical Transactions B**, 1989, vol. 20B, pp. 731-34.

Wang, f. Y. e Beckermann, C. **Prediction of Columnar-to-Equiaxed Transition During Diffusion-Controlled Dendritic Alloy Solidification – Metallurgical and Materials Transactions**, v.25A, p. 1081, 1994.

Witzke, S. and Riquet, J. P. **Columnar-Equiaxed Transition in Al-Cu Alloy Ingots. Acta Metallurgica.**, 1982, vol. 30, pp. 1717-22.

## **Livros**

CHALMERS, B. **Principles of Solidification**, Mcgraw - Hill, New York, 1964.

FLEMINGS, M. C. **Solidification Processing**, Mcgraw - Hill, New York, 1974.

GARCIA, A, **Solidificação: Fundamentos e Aplicações – Campinas, SP: Editora da Unicamp**, 2001.

PRATES, M; DAVIES G. J, **Solidificação e Fundição de Metais e Suas Ligas** – Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos; São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 1978.

SANTOS, R. G, **Transformações de Fases em Materiais Metálicos** – Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2006.

### **Dissertações**

GOULART, P. R. **Variáveis Térmicas de Solidificação, Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Hipoeutéticas Al-Si**. Dissertação de Mestrado, Unicamp, Campinas, 2005.

OSÓRIO, W. R. R. **Correlação Entre Parâmetros da Solidificação, Microestrutura e propriedades Mecânicas de Liga Zn-Al**. Dissertação de Mestrado, Unicamp, Campinas, 2000.

ROCHA, O.F. L. **Influência do Superaquecimento e da Vazão de um Gás Inerte na Formação da Macroestrutura de Solidificação do Alumínio e do Eutético Al-33Cu**. Belém, PA. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Pará, 1998.

SANTOS, C.A. **Influência das Taxas Direcionais de Resfriamento na Evolução da Solidificação em Sistemas Metal/Molde**. Dissertação de Mestrado, Unicamp, Campinas, 1997.

SILVA, José Nazareno Santos da. **Projeto, Construção e Aferição de um Dispositivo de Solidificação Unidirecional Horizontal Refrigerado à Água**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Pará, 2007.

**Teses**

**FERREIRA, I. L. Análises Numérica, Analítica e Experimental da Macrosegregação Inversa na Solidificação. Campinas:** Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2004, Tese de Doutorado.

**OSÓRIO, W. R. R. Análise da Influência dos Parâmetros Estruturais da Solidificação de Metais e Ligas na Resistência à Corrosão.** Tese de Doutorado, Unicamp, Campinas, 2004.

**PERES, M. D. Desenvolvimento da Macroestrutura e Microestrutura na Solidificação Unidirecional Transitória de Ligas Al-Si.** Tese de Doutorado, Unicamp, Campinas, 2005.

**QUARESMA, J. M. V. Correlação entre Condições de Solidificação, Microestrutura e Resistência Mecânica.** Tese de Doutorado, Unicamp, Campinas, 1999

**ROCHA, Otávio Fernandes Lima da. Análise Teórico-Experimental da Transição Celular/Dendrítica e da Evolução da Morfologia Dendrítica na Solidificação Unidirecional em Condições de Fluxo de Calor Transitório.** Tese de Doutorado, Unicamp, Campinas, 2003.

**SIQUEIRA, C. A. Influência de Parâmetros de Solidificação na Transição Colunar/Equiaxial.** Tese de Doutorado, Unicamp, Campinas, 2002.

**SPINELLI, J. E. Influência da Convecção no Líquido nas Variáveis Térmicas e Estruturas na Solidificação Descendente de Ligas Sn – Pb.** Tese de Doutorado, Unicamp, Campinas, 2005.