

Universidade do Vale do Paraíba
Faculdade de Engenharias, Arquitetura e Urbanismo

FILIPE ESTEVÃO DE FREITAS

UTILIZAÇÃO DE UMA CENTRÍFUGA DE BAIXO
CUSTO PARA ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ALTA
GRAVIDADE NA SOLIDIFICAÇÃO DA LIGA
EUTÉTICA PbSn

São José dos Campos, SP

2011

FILIPPE ESTEVÃO DE FREITAS

UTILIZAÇÃO DE UMA CENTRÍFUGA DE BAIXO CUSTO
PARA ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ALTA GRAVIDADE
NA SOLIDIFICAÇÃO DA LIGA EUTÉTICA PbSn

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Graduação em
Engenharia de Materiais da
Universidade do Vale do Paraíba, como
complementação dos créditos
necessários para obtenção do título de
Engenheiro de Materiais.

Orientadores:

MSc. Erika Peterson Gonçalves

Prof. Dr. Chen Ying An

São José dos Campos, SP

2011

UTILIZAÇÃO DE UMA CENTRÍFUGA DE BAIXO CUSTO PARA ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ALTA GRAVIDADE NA SOLIDIFICAÇÃO DA LIGA EUTÉTICA PbSn

Resumo: As experiências envolvendo a solidificação de metais e de ligas são fortemente influenciadas pela ação da gravidade desde as etapas iniciais de nucleação e de crescimento de grãos. Os motivos para o estudo de materiais processados em centrífugas são que tais pesquisas melhoraram o entendimento da influência da aceleração e convecção no processamento de materiais e que existem oportunidades comerciais para a produção de materiais únicos e melhores que não podem ser preparados nas condições normais de gravidade da terra ou do espaço. Por todo o mundo, centrífugas relativamente grandes são caras e raramente disponíveis para experimentos de crescimento de cristais. Para superar essa dificuldade, uma pequena centrífuga para aceleração de cerca de 10 vezes a gravidade terrestre foi projetada e construída no Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE). O objetivo desse trabalho foi restaurar e aperfeiçoar essa centrífuga e verificar a influência da alta gravidade na solidificação da liga eutética PbSn. A liga eutética PbSn é um material de baixo custo e, além disso, apresenta propriedades físicas convenientes como baixo ponto de fusão, baixa pressão de vapor, e de não reagir com a parede do quartzo, tornando-o como um dos materiais ideais para estudos de solidificação de uma liga eutética regular. As amostras foram caracterizadas pelo método de Arquimedes para determinar a densidade da liga ao longo da amostra e por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os resultados mostraram que as diversas regiões das amostras tiveram a composição diferente da eutética, indicando um acúmulo ou falta de soluto no líquido a partir da interface sólido/líquido durante a solidificação, resultando em um gradiente de composição gerado pela aceleração centrípeta. O estudo da liga eutética PbSn revela-se um campo atraente para a pesquisa de materiais processados em alta gravidade, criando possibilidades para solidificação de amostras em gravidades mais elevadas. A restauração e aperfeiçoamento da centrífuga de baixo custo abrem oportunidades de estudos em outros materiais e em diferentes gravidades.

Palavras-chave: solidificação, centrífuga, alta gravidade, liga eutética PbSn.

USE OF A LOW COST CENTRIFUGE FOR STUDY OF THE INFLUENCE OF HIGH GRAVITY IN PbSn EUTECTIC ALLOY SOLIDIFICATION

Abstract: Experiments involving the solidification of metals and alloys are strongly influenced by gravity from the initial nucleation stages and grain growth. The reasons for the study of materials processed in centrifuges are: such research improves the understanding on acceleration influence and convection in materials processing, and there are business opportunities for the production of unique and best materials that can not be prepared under normal conditions of earth or space gravity. All over the world, relatively large centrifuges are expensive and rarely available for crystal growth experiments. To overcome this difficulty, a small centrifuge for acceleration of about 10 times the earth's gravity was designed and built in the Associate Laboratory of Sensors and Materials (LAS) of the National Institute of Space Research (INPE). The aim of this work was to restore and improve that centrifuge and study the influence of high gravity in PbSn eutectic alloy solidification. The PbSn eutectic alloy is a low cost material and, in addition, provides convenient physical properties such as low melting point, low vapor pressure, and does not react with quartz wall, making it as an ideal material for solidification studies of a regular eutectic alloy. The samples were characterized by the Archimedes method to determine the density of the alloy throughout the sample and by Scanning Electron Microscopy (SEM). The results showed that several regions of the samples were different of the eutectic composition, indicating an accumulation or lack of solute in the liquid from the solid/liquid interface during solidification, resulting in a composition gradient generated by the centrifugal acceleration. The study of the PbSn eutectic alloy reveals an attractive field for research materials processed at high gravity, creating possibilities for solidification of samples at higher gravities. The restoration and improvement of low-cost centrifuge open studies opportunities in other materials and in different gravities.

Key words: solidification, centrifuge, high gravity, PbSn eutectic alloy.

Sumário

1. Introdução.....	5
2. Objetivo.....	6
3. Fundamentação Teórica	6
3.1. Solidificação	6
3.1.1. Solidificação direcional	7
3.1.2. Redistribuição de soluto e segregação.....	8
3.2. Ligas eutéticas.....	9
3.2.1. Classificação das ligas eutéticas	10
3.2.2. Liga eutética PbSn.....	11
3.3. Fenômeno da alta gravidade	12
3.4. Técnicas de caracterização.....	14
3.4.1. Densidade pelo método de Arquimedes	14
3.4.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	14
4. Procedimento Experimental	15
4.1. A centrífuga	15
4.1.1. Limpeza	17
4.1.2. Forno.....	18
4.1.3. Contrapeso	19
4.1.4. Motor e medição da frequência	19
4.1.5. Painel de controle e monitoramento	20
4.2. Preparação das amostras e ensaios.....	20
4.2.1. Preparação da liga eutética PbSn.....	20
4.2.2. Ensaios.....	21
4.3. Caracterização.....	23
4.3.1. Determinação da densidade pelo método de Arquimedes.....	23
4.3.2. Preparação metalográfica	24
4.3.3. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	25
5. Resultados	25
6. Conclusão.....	30
7. Trabalhos futuros.....	31
8. Lista de publicações	31
9. Referências Bibliográficas	32

1. Introdução

As experiências envolvendo a solidificação de metais e de ligas são fortemente influenciadas pela ação da gravidade desde as etapas iniciais de nucleação e de crescimento de grãos. Este fato faz da gravidade uma variável independente nas teorias de solidificação, principalmente nos estudos de segregação, estabilidade morfológica e crescimento celular e dendrítico de grãos (TOLEDO, 2009).

De certo modo, o processamento de materiais em centrífugas é um campo antigo. Centrífugas de bancadas têm sido usadas por décadas para separar partículas coloidais de líquidos. As ultracentrífugas, centrífugas nas quais as velocidades alcançadas pelos rotores são muito elevadas (até 500.000 g), são usadas para sedimentação de macromoléculas ou para distribuição não uniforme de moléculas de menores dimensões ao longo do tubo. Na indústria, grandes centrífugas são usadas em programas de desenvolvimento nuclear, como no enriquecimento de urânio, e em diversos tipos de indústria para a concentração e secagem de sólidos que se encontram suspensos em solventes ou pastas. A fundição em centrífugas é usada comercialmente para ligas metálicas, como na fabricação de tubos de ferro fundido para linhas do suprimento de água (REGEL; WILCOX, 1997; KARP, 2005).

Existem dois motivos para o estudo de materiais processados em centrífugas. Primeiro; tais pesquisas melhoraram o entendimento da influência da aceleração e convecção no processamento de materiais. Segundo; existem oportunidades comerciais para a produção de materiais únicos e melhores que não podem ser preparados nas condições normais da terra ou no espaço (REGEL; WILCOX, 1994).

A pesquisa de materiais processados por centrífugas tem sido feita numa variedade de técnicas e tipos de materiais. Este aumento no nível de atividade resultou em diversos encontros realizados em 1991, 1993, 1996 e 2000 (ICGMSA, 2010). O diferencial dos trabalhos anteriores para os atuais foi que grandes centrífugas foram usadas para acomodar os equipamentos completos dos experimentos às altas acelerações. Algumas dessas centrífugas foram construídas para uso comercial em engenharia civil e para teste de seres humanos e astronautas. Essas máquinas não estavam sob o controle de cientistas de materiais, nem projetado para pesquisa de materiais. Além disso, eles são possuem alto custo, variando de US\$ 100.000 até aproximadamente US\$ 100 milhões em 1997. Como consequência, cientistas de materiais têm construído suas próprias centrífugas, com um orçamento bem inferior (REGEL; WILCOX, 1997).

Por todo o mundo, centrífugas relativamente grandes são caras e raramente disponíveis para experimentos de crescimento de cristais. No Brasil, a situação é ainda mais problemática devido ao número limitado de tais instalações no país. Para superar esse inconveniente, uma pequena centrífuga para aceleração acima de 100 m/s^2 (cerca de 10 vezes a gravidade terrestre) foi projetada e construída no Laboratório Associado de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – LAS/INPE (CHEN et al., 1997).

2. Objetivo

O objetivo desse trabalho foi de restaurar e aperfeiçoar a centrífuga criada pelos pesquisadores Chen et al. (1997) e verificar a influência da alta gravidade na solidificação da liga eutética PbSn. Para restaurar a centrífuga, foi necessária a troca de diversos componentes elétricos e mecânicos, bem como o auxílio na construção de um painel de controle e monitoramento e a adaptação de um novo forno para solidificação de materiais. Além disso, foi incorporado um sistema eletrônico para monitoramento da rotação da centrífuga.

3. Fundamentação Teórica

3.1. Solidificação

A solidificação é um fenômeno de transformação de fases bastante familiar e associado à nossa rotina diária, desde simples produção de cubos de gelo até o manuseio de utensílios e componentes, os quais, quase que invariavelmente, passaram por um estágio de solidificação durante a fabricação (GARCIA, 2007).

O processo de solidificação ocorre em duas etapas denominadas de nucleação e crescimento. Inicialmente forma-se um pequeno núcleo sólido no líquido, que posteriormente cresce. Isto sucede com vários núcleos simultaneamente até que todo o material seja um sólido (WAINER et al., 1995).

A evolução do processo de solidificação depende em uma primeira instância da composição química do material, assim um sólido cristalino puro apresenta uma temperatura de fusão/solidificação única, T_f , sendo que acima de T_f a energia livre do sólido é tão mais elevada do que a do líquido, que este é mais estável. Abaixo de T_f é o sólido que apresenta menor energia livre. No caso de ligas metálicas a solidificação ocorre em uma faixa de temperaturas que depende da composição específica da liga em

estudo. Em qualquer dos casos, durante o processo de resfriamento o líquido não se transforma instantaneamente em sólido ao atingir T_f , é necessário um certo grau de super resfriamento para que se forme o núcleo cristalino (WAINER et al., 1995). Depois que ocorre a nucleação, a temperatura do líquido aumenta em consequência da evolução do calor latente, e permanece apenas um pequeno super resfriamento até que a solidificação se complete. Poros, devido à contração e bolhas também podem nuclear e crescer à medida que metal se solidifica, gerando defeitos no produto final (SOLOMON, 1993).

3.1.1. Solidificação direcional

O termo “solidificação direcional” indica que o resfriamento ocorre primeiramente em uma direção. Diferentes técnicas podem ser empregadas para efetuar isso (REGEL; WILCOX, 1994).

Nos estudos envolvendo solidificação direcional observa-se que o desenvolvimento de estruturas eutéticas controladas é importante do ponto de vista tecnológico, desde que as estruturas eutéticas aumentem o refinamento da microestrutura e assim exiba propriedades mecânicas superiores (CASTRO et al., 2001).

Muitas pesquisas em centrífugas têm envolvido a técnica do gradiente de resfriamento em acelerações moderadas. Nessa técnica, uma ampola contendo um metal fundido é colocada em um forno com um gradiente de temperatura ao longo do comprimento. A temperatura é vagarosamente reduzida, causando uma solidificação direcional no metal fundido.

Um aumento na transferência de calor no metal fundido durante a solidificação direcional pela técnica do gradiente de resfriamento pode diminuir a temperatura do gradiente no metal fundido, aumentando a taxa de resfriamento, e levar a um colapso morfológico na interface sólido-líquido. A posição e forma da interface sólido-líquido podem ser mudadas influenciando, desse modo, a incorporação de impurezas, estresse térmico no sólido e propagação de discordâncias e contornos de grão.

Aumentando a aceleração resultante também aumenta a sedimentação da segunda fase do material, como partículas e bolhas. Na medida em que as partículas causam nucleação de novos grãos, realçado pela sedimentação das partículas pode alterar o tamanho de grão dos materiais solidificados e diminuir a nucleação espúria de novos cristais durante o crescimento de vapor e solução (REGEL; WILCOX, 1994).

3.1.2. Redistribuição de soluto e segregação

É importante saber como é redistribuído o soluto durante a solidificação ou crescimento, pois devido ao fato de as temperaturas *solidus* e *liquidus* não coincidirem, o sólido em crescimento apresenta composição química diferente da fase líquida. Por outro lado, a redistribuição de soluto pode ser controlada através de determinados parâmetros de solidificação, como por exemplo, gradiente de temperatura e velocidade de solidificação (BALDACIM et al., 1995).

O fenômeno de segregação do soluto está relacionado à diferença entre as solubilidades máximas do soluto de um material no estado líquido e no estado sólido. Ao mudar de fase, o material altera sua composição de acordo com a solubilidade de cada fase, segregando ou agregando soluto. O fenômeno é governado pelo diagrama de equilíbrio de fases do sistema considerado. Dessa forma, a eficiência de segregação está diretamente relacionada com as taxas de solidificação empregadas (KURZ; FISHER, 1992).

A solidificação em condições de equilíbrio não é normalmente observada na prática devido ao baixo valor da difusividade no sólido. Durante a solidificação em equilíbrio, considerando que as condições sejam tais que ocorram difusão completa tanto no líquido como no sólido, o sólido em crescimento e o líquido remanescente, em todo tempo, manterão as composições dadas pelo diagrama de equilíbrio de fases (CAMPOS FILHO, DAVIES, 1978).

Em condições de não-equilíbrio, devem ser considerados dois casos:

1) O aumento do soluto no líquido pode ser dispersado somente por difusão, e devem existir no líquido condições de mistura total que espalhem o excesso de soluto rapidamente através do volume do líquido. A equação diferencial, que descreve essa solidificação em regime permanente, pode ser obtida pela primeira Lei de Fick (BALDACIM et al., 1995):

$$J = -D[dC/dX] \quad (1)$$

2) Para condições de não-equilíbrio, existindo condições de mistura total por convecção ou agitação mecânica no líquido, que no caso $k_0 < 1$, o soluto rejeitado na interface será distribuído uniformemente por todo líquido. Consequentemente, nos estágios iniciais, quando existe grande quantidade de líquido, a variação total na composição será pequena. Entretanto, à medida que vai ocorrendo a solidificação, esta variação no

líquido vai se tornando apreciável. A redistribuição final no soluto tende a ser acumulativa, como mostra a Figura 1 e na Equação de Scheil (BALDACIM et al., 1995):

$$C_s = k_0 C_0 (1 - f)^{k_0 - 1} \quad (2)$$

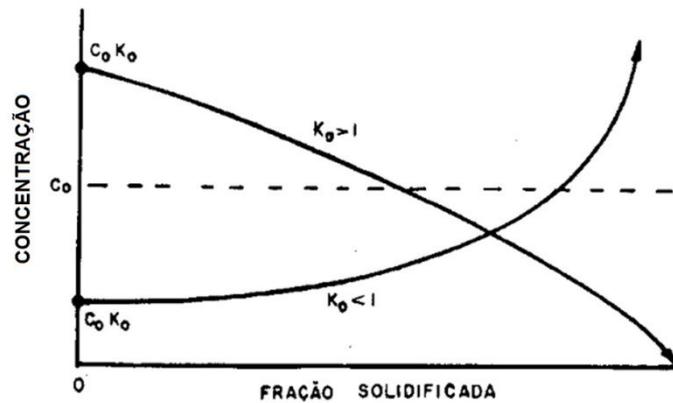


Figura 1 – Perfil “distância x concentração” de uma barra sob condições de mistura total. (Fonte: CAMPOS FILHO, DAVIES, 1978)

Não se pode esquecer que as condições de solidificação discutidas neste item são fortemente influenciadas pela ação da gravidade.

3.2. Ligas eutéicas

A transformação eutética ocorre em um ponto do diagrama de fases, a uma temperatura e concentração específicas, caracterizada pelo crescimento simultâneo de duas fases sólidas (α e β) a partir do líquido:



Ligas eutéicas têm como propriedade marcante apresentarem composições únicas que possuem um ponto de fusão menor do que os apresentados pelos constituintes que a compõem. Os principais aspectos que caracterizam um diagrama eutético simples são: a completa solubilidade no estado líquido e solubilidade parcial no estado sólido. As duas linhas *liquidus* encontram-se no ponto eutético, enquanto que uma linha horizontal à temperatura eutética faz a conexão entre as duas soluções sólidas terminais, como mostra a Figura 2 (GARCIA, 2007).

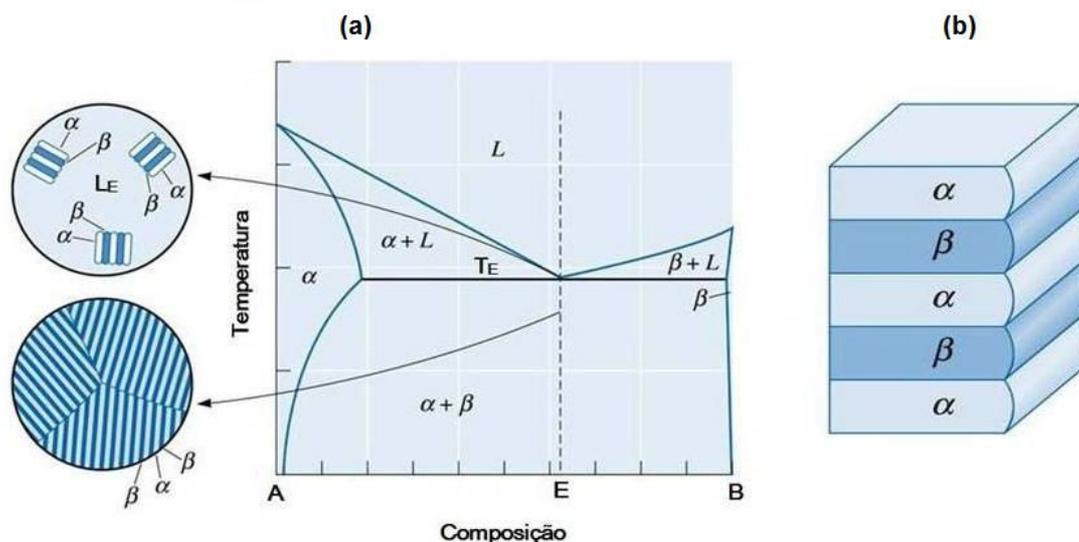


Figura 2 – (a) Diagrama binário de fases típico de uma liga eutética simples;
 (b) Representação da morfologia de interface eutética (Fonte: TOLEDO, 2009)

A morfologia observada nas ligas eutéticas é decorrente da nucleação e do crescimento das fases α e β . Portanto, os fatores que influenciam a nucleação e o crescimento e, conseqüentemente, a microestrutura resultante, é o gradiente térmico na fase líquida, a velocidade de crescimento das fases sólidas, e a presença de impurezas na liga (TOLEDO, 2009).

3.2.1. Classificação das ligas eutéticas

O potencial de diversificação microestrutural dos eutéticos é enorme e as várias morfologias podem ser reunidas por meio da seleção de determinadas características e classificadas em três categorias, como mostra a Tabela 1.

Tabela 1 – Classificação das ligas eutéticas de acordo com a microestrutura e a correlação com a morfologia de crescimento de cada fase (Fonte: GARCIA, 2007).

Tipo	Microestrutura	Morfologia de crescimento das fases do eutético	Exemplo
I	Regular	Difusa / Difusa	Pb-Sn, Al-Zn, Al-Cu, Al-Ag
II	Regular complexa	Difusa / Facetada	Al-Si, Bi-Sn, Pb-Bi, Al-Ge
III	Irregular	Difusa / Facetada	Al-Si, Fe-C
		Facetada / Facetada	Compostos orgânicos

3.2.2. Liga eutética PbSn

O Pb-Sn (chumbo-estanho) é um sistema eutético binário típico e sua microestrutura de solidificação tem sido investigada por vários métodos devido a sua importância industrial, tais como ligas de solda para eletrônica. A fusão com a composição em peso $Pb_{38,1}Sn_{61,9}$ é solidificado em uma estrutura binária lamelar eutética a $183\text{ }^{\circ}\text{C}$ em condições de equilíbrio, como mostra o diagrama de fases na Figura 3.

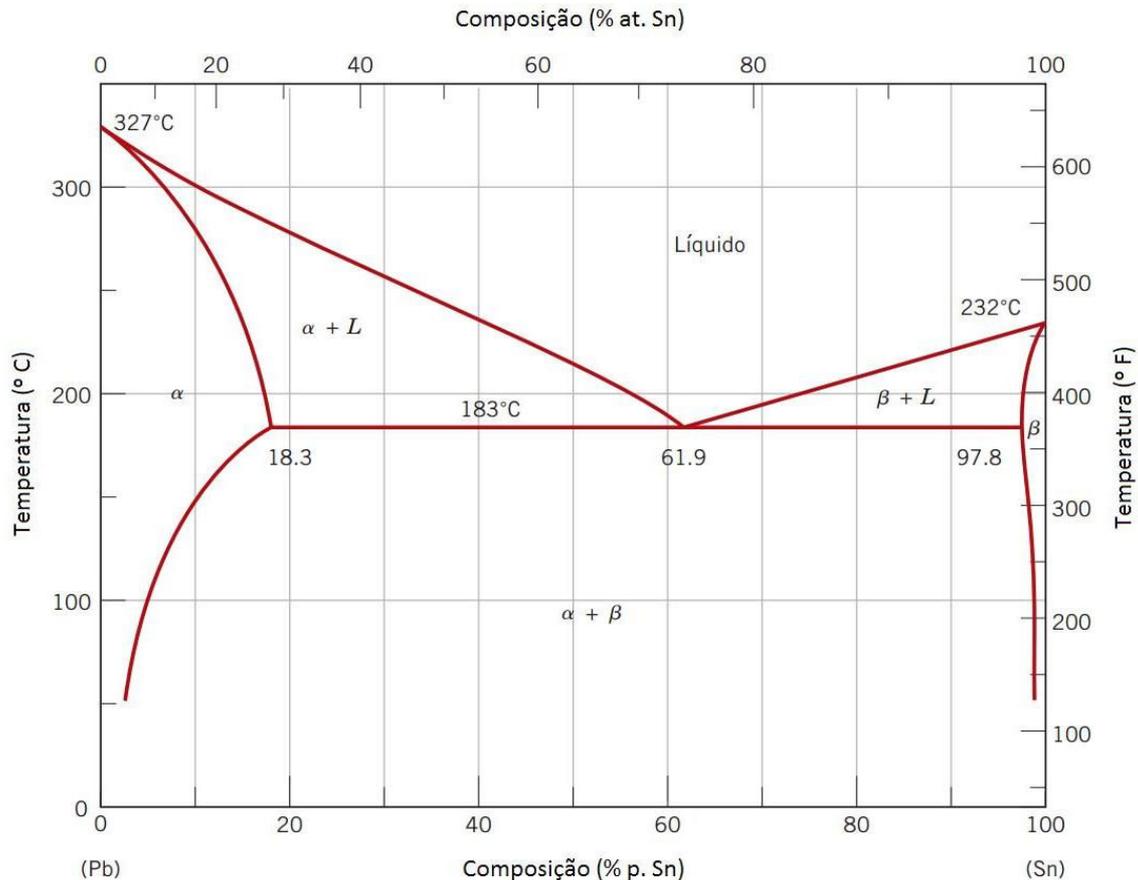


Figura 3 – Diagrama de equilíbrio binário do sistema PbSn

(Fonte: CALLISTER, 2008).

Chumbo, estanho e suas ligas encontram algum uso como materiais de engenharia. Ambos são mecanicamente macios e fracos, têm baixas temperaturas de fusão, são resistentes a muitos ambientes de corrosão e têm temperaturas de cristalização abaixo da temperatura ambiente. Muitas soldas comuns são ligas de chumbo-estanho, que têm baixas temperaturas de fusão (CALLISTER, 2008).

Nas ligas de solda mais amplamente utilizadas, as ligas chumbo-estanho, o estanho representa o elemento que dá fluidez à liga (facilidade de preencher o vazio das juntas a serem soldadas) e molhabilidade (capacidade de entrar em contato com os metais-base e formar com eles ligas metálicas). O chumbo serve como elemento de

diluição para redução de custo, face ao seu menor valor comercial, mas também pode contribuir tecnicamente em alguns aspectos, como o de reduzir a temperatura de fusão e melhorar as propriedades mecânicas das juntas soldadas (NETO, 2011).

Os custos dos elementos chumbo e estanho são muito baixo, o que faz dessa liga atraente para o mercado. Apesar dos esforços em pesquisas e desenvolvimentos focados no estudo de ligas em potencial para substituição do chumbo (TOLEDO et al., 2010), por causa desse elemento estar associado a vários problemas de saúde do homem, sempre barra-se no quesito de preço e disponibilidade de outros elementos para substituição. Por exemplo, uma liga contendo bismuto (Bi) pode não ser desejada do ponto de vista de disponibilidade, pois a quantidade do elemento seria exterminada completamente se essa liga começasse a ser amplamente utilizada na indústria eletrônica. Outro exemplo é o índio (In), um dos elementos-chave para substituir o chumbo, porém é um metal semi-precioso, quase tão caro quanto a prata. Outro fator é o uso do chumbo em ligas de PbSn, que representa apenas 0,5% do uso total desse elemento, sendo as que baterias de acúmulo somam a maior parte do uso (80%). Portanto, o uso na solda eletrônica é uma soma insignificante do uso do chumbo (NETO, 2011).

Em 2005, uma legislação europeia (RoHS – *Restriction of Certain Hazardous Substances* – Restrição de Certas Substâncias Perigosas) proibiu que certas substâncias perigosas fossem utilizadas em processos de fabricação de produtos em geral, dentre elas, o chumbo. Mesmo comprovado o mal que o chumbo ocasiona à saúde, sendo considerado como uma das seis substâncias mais tóxicas da atualidade, a indústria eletrônica mundial não deixa de fazer amplo uso desse metal, chegando a utilizar nada menos que 65.000 toneladas ao ano em soldas (GARCIA, 2008).

A liga eutética PbSn é um material de baixo custo e, além disso, apresenta propriedades físicas convenientes como baixo ponto de fusão, baixa pressão de vapor, e de não reagir com a parede do quartzo, tornando-o como um dos materiais ideais para estudos de solidificação de uma liga eutética regular.

3.3. Fenômeno da alta gravidade

Quando um fluido é colocado em rotação centrífuga numa rotação angular ω , diversas mudanças ocorrem (REGEL; WILCOX, 1994):

- A aceleração resultante é aumentada pela aceleração centrípeta $\omega^2 r$, onde r é a distância do eixo de rotação.

- É introduzida a aceleração Coriolis $2\omega \times V$, onde ω representa a multiplicação e V é a velocidade do fluido local na rotação
- O vetor aceleração varia em magnitude e direção em todo o fluido (porque r varia em $\omega^2 r$). Chama-se essa variação de “aceleração gradiente”.

Numa centrífuga na terra, a aceleração resultante é a soma dos vetores da aceleração da terra g e da aceleração centrípeta $\omega^2 r$, como mostrado na Figura 4.

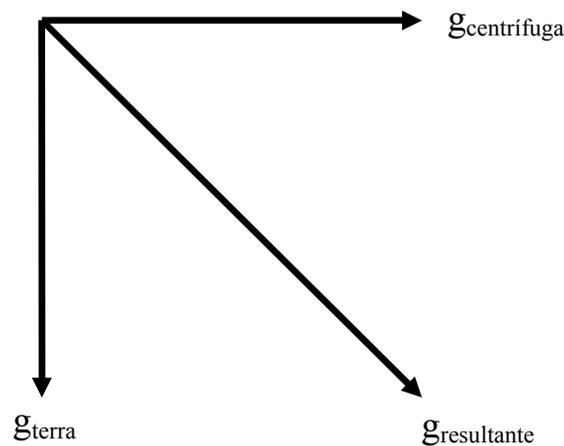


Figura 4 – Vetor soma da aceleração da terra e da aceleração centrípeta.

A influência do aumento da aceleração resultante é geralmente esperada, enquanto que a aceleração Coriolis e a aceleração gradiente frequentemente produz resultados inesperados. Aumentando a aceleração resultante geralmente causa um aumento na convecção, modificando a transferência de calor e massa em todo o sistema. Por exemplo, um aumento na transferência de massa aumenta a taxa de crescimento dos cristais de soluções e do vapor. A posição e forma da interface sólido-líquido podem ser mudadas, assim influenciando a incorporação de impurezas, o estresse térmico no sólido e a propagação de discordâncias e contornos e grão (REGEL; WILCOX, 1994).

Aumentando a aceleração resultante também aumentará a sedimentação da segunda fase do material, como partículas e bolhas. Na medida em que as partículas causam nucleação de novos grãos, ocorre maior sedimentação de partículas estranhas, podendo alterar o tamanho de grão dos materiais solidificados e diminuir a nucleação de novos cristais durante o crescimento. Em acelerações muito altas, ocorre sedimentação e dissolução de constituintes. Isso pode ser usado, por exemplo, para causar cristalização (REGEL; WILCOX, 1994).

O peso do material é aumentado pelo aumento da aceleração resultante. Para um líquido, isso pode causar maior contato íntimo com a superfície do recipiente, especialmente se a superfície é rugosa. Um sólido pode ser deformado plasticamente

pela força surgindo de seu próprio peso. A aceleração Coriolis modifica o fluxo padrão nos fluídos e a estabilidade do fluxo, mas tem pouca influência na convecção (REGEL; WILCOX, 1994).

3.4. Técnicas de caracterização

3.4.1. Densidade pelo método de Arquimedes

A densidade de um monólito (corpo sólido) pode ser definida como a relação entre a massa e o volume igual de um líquido. A densidade relativa é característica para cada monólito, e depende basicamente de dois fatores: dos elementos químicos que constituem o monólito (composição química) e a maneira como esses elementos estão arrançados dentro da estrutura cristalina (MAZALI, 2010).

A macrosegregação originada pela gravidade é tipicamente causada pelas diferenças na densidade no líquido por causa do gradiente na composição e/ou diferenças na densidade entre o líquido e as fases sólidas, e a habilidade do eutético ser superresfriado são favoráveis para o estudo da macrosegregação e a influência do superesfriamento no comportamento da segregação no sistema PbSn (CASTRO et al., 2001).

Pelo princípio de Arquimedes, todo corpo, parcial ou totalmente submerso em um líquido, fica sujeito a uma força de empuxo do líquido, de direção vertical, de baixo para cima, e com intensidade igual ao peso do líquido deslocado. Aplicando as equações descritas por Mazali (2010) pode-se obter o valor de densidade de um corpo sólido.

3.4.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é uma técnica que permite a visualização da superfície de amostras volumosas, através da sua varredura com um feixe de elétrons. A imagem no MEV é gerada pelo mapeamento das interações que ocorrem entre os elétrons e a superfície da amostra analisada. Para tal, esta é varrida por um feixe colimado de elétrons (elétrons primários) e, com o auxílio dos sinais secundários assim originados a intensidade de um tubo de raios catódicos é modulada, gerando a imagem do objeto. Esta técnica possibilita a obtenção de imagens de superfícies polidas e rugosas, com grande profundidade de campo e alta resolução. As imagens produzidas apresentam aparência tridimensional, o que facilita a sua interpretação. A aquisição de sinal digital possibilita o seu processamento, bem como a manipulação e o processamento das imagens (MANNHEIMER, 2002).

De um modo geral, uma excitação incidente desencadeará na matéria uma resposta, dita um sinal, que podemos adquirir por um sensor adequado. Um número considerável de tais efeitos ocorre quando um feixe de elétrons, acelerado por um campo de alta tensão, incide sobre uma amostra. Os efeitos primários são espalhamento elástico (elétrons retroespalhados) e espalhamento inelástico (elétrons secundários). Na interação elástica há mudança de direção sem perda apreciável de energia e ocorre principalmente pela interação entre os elétrons e o núcleo atômico. Na interação inelástica há perda de energia com pequena mudança de direção (MANNHEIMER, 2002).

As imagens geradas por elétrons retroespalhados mostram estreita relação de dependência com o número de átomos e a energia dos elétrons, permitindo a individualização das fases através do contraste de tons de cinza em função do número atômico (GOLDSTEIN et al., 1992).

4. Procedimento Experimental

4.1. A centrífuga

A centrífuga consiste em um equipamento composto por um braço de alumínio de 100 cm de comprimento total, 6 cm de largura e 13 mm de espessura. A partir do centro do braço é colocado o forno de um lado e o contrapeso do outro. No lado do forno, outro braço de alumínio de 60 cm de comprimento é acoplado, podendo-se deslocá-lo como desejado. O equilíbrio é obtido através da adição de um contrapeso móvel. O braço é movido através de um conjunto de engrenagens que reduz a rotação do motor de 3600 RPM para 248 RPM. A centrífuga está conectada diretamente no eixo do conjunto de engrenagens. Um frequencímetro mede a velocidade de rotação de 0 a 248 RPM com precisão de ± 1 RPM. A faixa de rotação útil para os experimento é de 40 a 110 RPM, resultando uma aceleração centrípeta de 1,5 a 10 g na ponta do braço do forno.

Um disco com 60 furos é anexado no eixo do conjunto de engrenagens, permitindo ao dispositivo fotoelétrico medir a frequência de rotação.

Todo o aparato é montado num suporte de ferro com 80 cm de comprimento, 80 cm de largura e 70 cm de altura, no qual é parafusado no chão, evitando que o conjunto se desloque durante o experimento. Um diagrama esquemático e uma foto da centrífuga são apresentados nas Figuras 5 e 6, respectivamente.

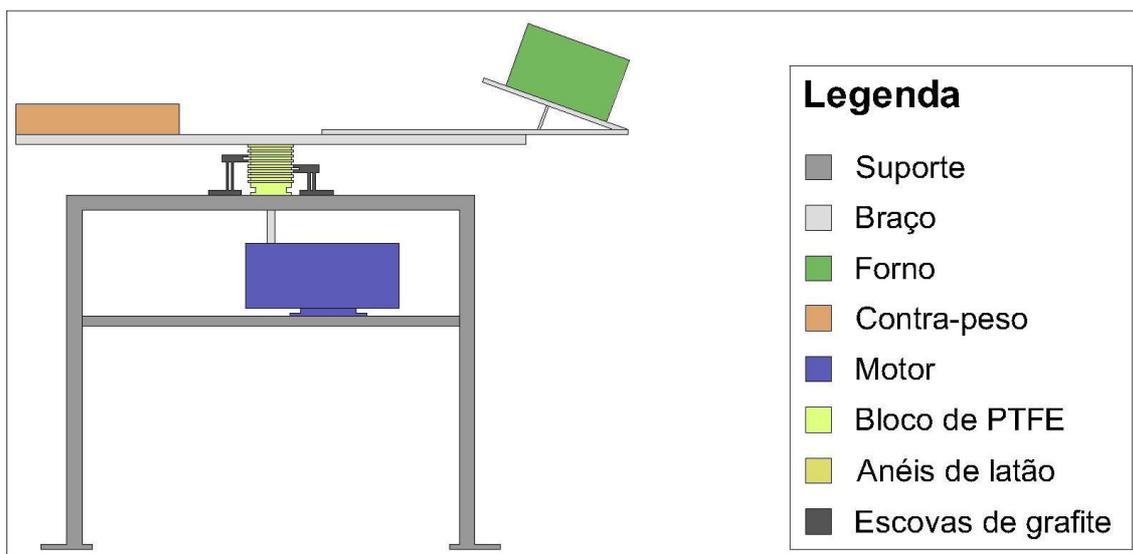


Figura 5 – Diagrama esquemático de uma centrífuga.

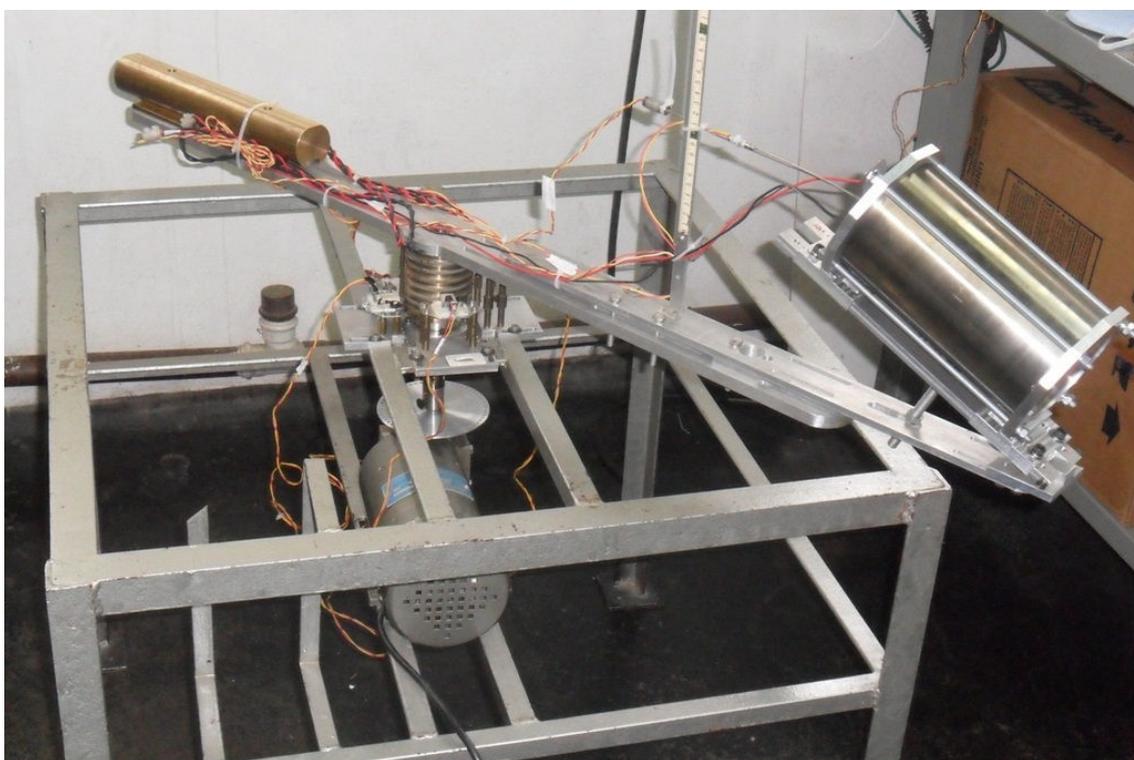


Figura 6 – Foto da centrífuga do LAS/INPE.

Utilizou-se um conjunto de anéis deslizantes que consiste em 8 anéis de latão, sendo 2 para energia e 6 para instrumentação. Esses anéis de 6 mm de largura estão unidos num bloco de PTFE (politetrafluoretileno) que possui furos que conectam os espaços entre os anéis e o topo do bloco. Os fios são passados através desses furos e soldados ao lado dos anéis, conforme mostra a Figura 7. A energia e a instrumentação são conectadas em porta escovas de grafite para alternador; vendidos comercialmente (Figura 8).

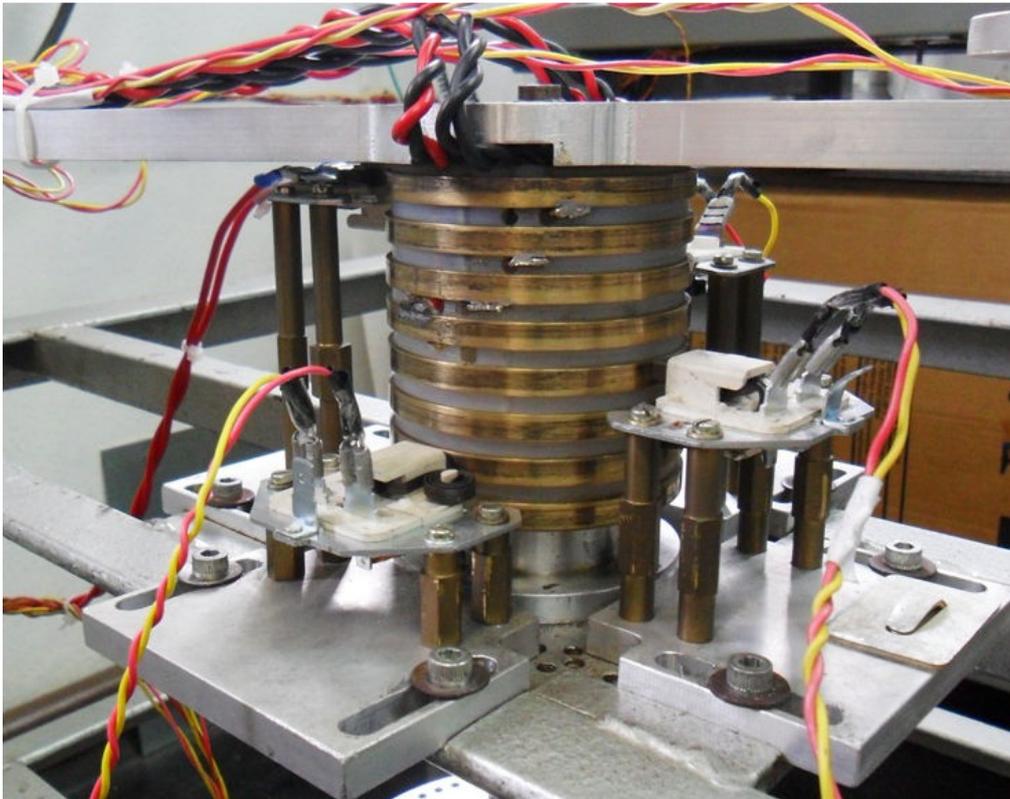


Figura 7 – Bloco de PTFE com anéis de latão deslizantes.

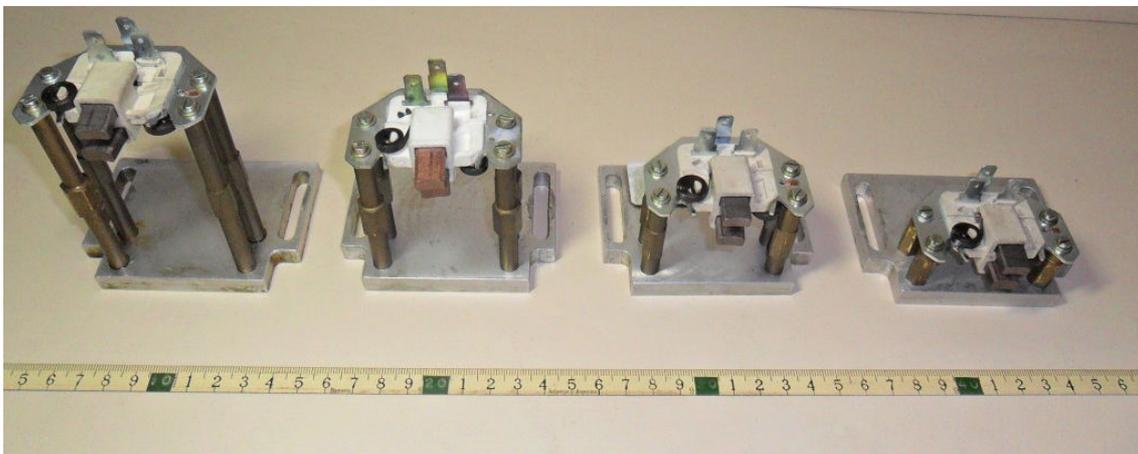


Figura 8 – Porta escovas para alternador vendido comercialmente adaptado em suportes de diferentes tamanhos.

4.1.1. Limpeza

A centrífuga criada por Chen et al. (1997) foi desmontada e realizou-se uma limpeza com água no suporte e no braço.

4.1.2. Forno

Realizaram-se testes no forno desenvolvido para a centrífuga (CHEN et al. 1997), porém verificou-se instabilidade térmica ao longo do comprimento do forno. Após a tentativa de realizar alguns ajustes, ainda ocorria instabilidade no equipamento e optou-se em utilizar um forno multiusuário para solidificação de ligas metálicas em microgravidade (BANDEIRA et al., 2001; TOLEDO et al., 2011b; CHEN et al., 2011).

O forno tubular de aço inoxidável possui 200 mm de comprimento e diâmetro externo de 110 mm, com a cavidade interna onde ocorre processamento do material, constituído por um tubo de cerâmica com 20 mm de diâmetro interno (Figura 9). Envolvendo parcialmente o tubo cerâmico, está alocada a resistência blindada de níquel-cromo com 28Ω . Para aumentar a inércia térmica do forno em torno da região da resistência, é colocado um tubo de aço inox com 120 mm de comprimento e 60 mm de diâmetro externo, com paredes de 4 mm.

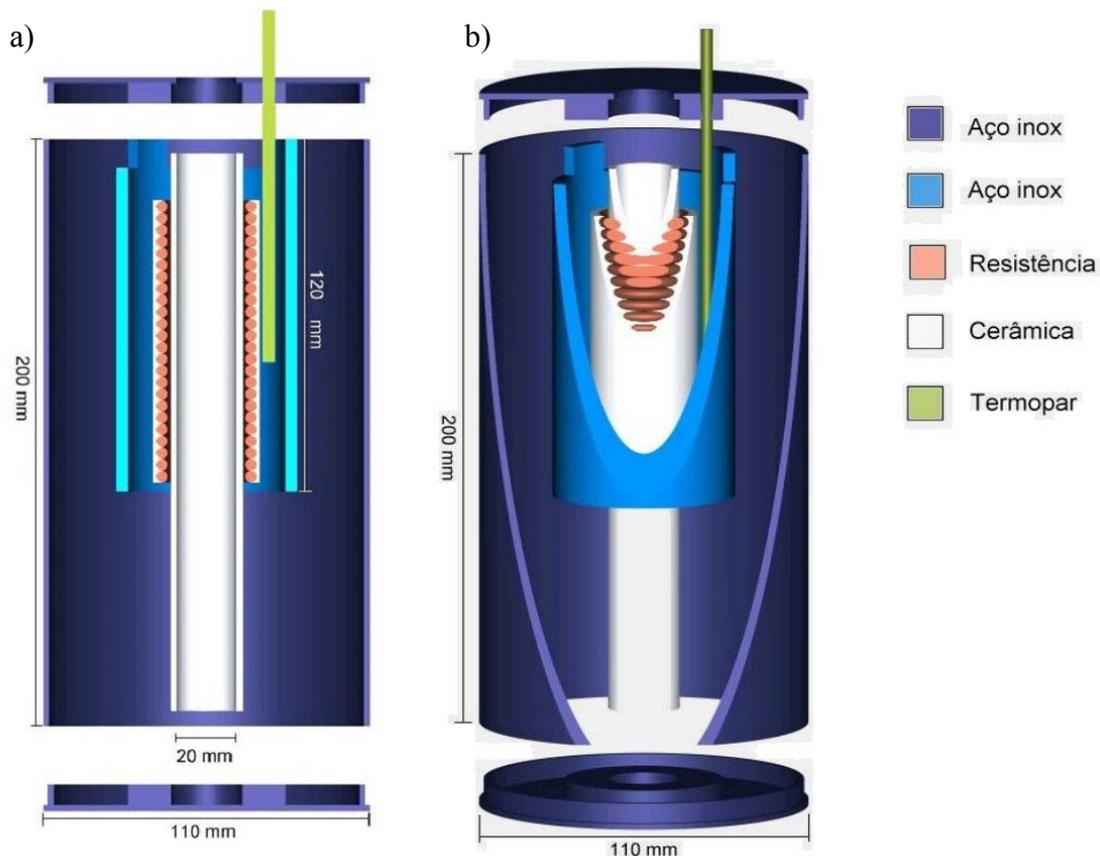


Figura 9 – a) Corte longitudinal do forno; b) Vista geral do forno tubular.

(Fonte: Bandeira et al., 2001).

Construiu-se um suporte para o forno, a fim de ser acoplado no braço da centrífuga, conforme mostrado na Figura 10.



Figura 10 – Forno adaptado de Bandeira et al. (2001) para solidificação metais em alta gravidade.

4.1.3. Contrapeso

Visto que o novo forno para a centrífuga possui maior peso do que aquele utilizado em experimentos passados, foi necessária a construção de um novo contrapeso. Feito a partir de um tarugo de latão, o contrapeso móvel de aproximadamente 5,8 kg foi adicionado para atingir-se o equilíbrio.

4.1.4. Motor e medição da frequência

Um motor com redutor marca DIACTI Eletrônica Industrial e Metalurgia LTDA, modelo DN-29, foi utilizado nos experimentos. Para medir o número de rotações foi utilizado um disco metálico com 60 furos equidistantes ao longo da borda, conjugado ao eixo do motor (Figura 11a). Um sensor óptico, constituído de um emissor e receptor, fixado junto ao disco para medição da frequência com que furos “cortam” o feixe. O sensor foi ligado a um frequencímetro marca Minipa, modelo MFG-4201, que mostra no visor o número de rotações em RPM (Figura 11b).

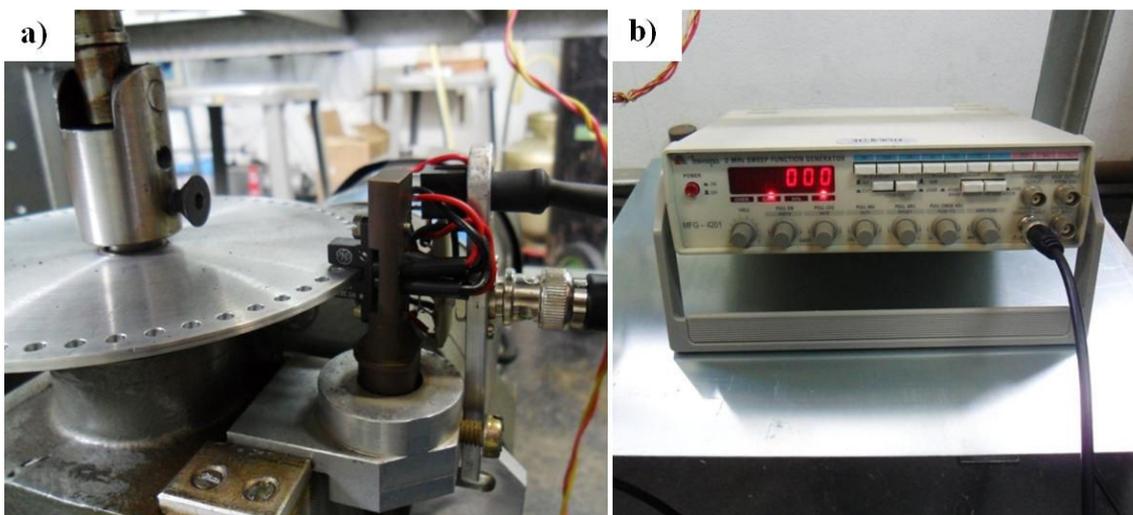


Figura 11 – a) Disco e sensor óptico-eletrônico; b) Freqüencímetro

4.1.5. Painel de controle e monitoramento

Foi utilizado um painel (Figura 12a) para controle e monitoramento da temperatura durante os ensaios. O ajuste da rotação da centrífuga foi feito por uma caixa de controle de velocidade (Figura 12b) ligada ao motor.



Figura 12 – a) Painel de controle e monitoramento da temperatura; b) Caixa para controle da velocidade do motor.

4.2. Preparação das amostras e ensaios

4.2.1. Preparação da liga eutética PbSn

As amostras foram preparadas usando estanho (Sn) e chumbo (Pb) de alta pureza (99,9999%) na forma granulada de aproximadamente 3 mm de diâmetro produzidos pela ALFA AESAR. A primeira etapa da preparação da liga PbSn foi o ataque químico para eliminar possíveis óxidos presentes nos elementos. Este ataque consistiu na preparação de uma solução para cada elemento. Para o chumbo, preparou-se a solução com: $\frac{1}{4}$ de ácido acético glacial, $\frac{1}{4}$ de peróxido de hidrogênio e $\frac{1}{2}$ de água deionizada.

Para o estanho, preparou-se a solução com: $\frac{1}{3}$ de ácido fluorídrico, $\frac{1}{3}$ de ácido nítrico e $\frac{1}{3}$ de água deionizada. Após o ataque dos metais, foram feitos o enxágue em metanol e a secagem com gás nitrogênio.

Calculou-se a proporção de cada elemento para obtenção da liga desejada utilizando o diagrama de fases do sistema Pb-Sn. Portanto, para a liga eutética,

$$m_{Sn} = 0,615509 m_{Pb} \quad (4)$$

sendo m_{Sn} = massa do estanho e m_{Pb} = massa do chumbo. Realizou-se a pesagem numa balança analítica posicionada dentro de uma caixa de acrílico e com fluxo de nitrogênio. A massa total para cada amostra pesada foi de aproximadamente 20 gramas.

Em ampolas, tubos de quartzo de 10 mm (diâmetro externo) por 8 mm (diâmetro interno) fechados em uma das pontas, foram realizadas limpezas químicas para a remoção de todos os óxidos, gorduras e quaisquer outros elementos que contaminem as ligas. Colocou-se a carga pesada dentro das ampolas, nas quais são instaladas em um equipamento de vácuo e o sistema é fechado com pressão de aproximadamente de 10^{-5} Torr.

Colocaram-se as cargas dentro de um forno vertical a 400 °C durante 24 horas para a completa homogeneização dos elementos. Imediatamente após a retirada do forno, a carga foi resfriada na água, a fim de manter uma composição homogênea ao longo da amostra, como mostra a Figura 13.

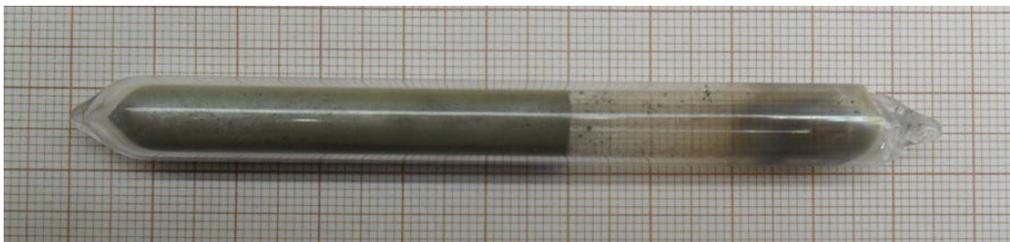


Figura 13 – Amostra de PbSn eutético dentro da ampola de quartzo.

4.2.2. Ensaios

A partir de cálculos matemáticos, pôde-se definir a gravidade aplicada na amostra e, conseqüentemente, o ângulo do forno, sendo a velocidade do sistema e o raio do forno a partir do centro de rotação, parâmetros medidos durante os ensaios.

A medida estabelecida para avaliar a velocidade da centrífuga foi RPM (rotações por minuto). Correlacionando-a com a velocidade angular (Equação 5), pode-se avaliar a velocidade do sistema em radianos por segundo.

$$\omega = \frac{2\pi \left[\frac{rad}{s} \right]}{T} \rightarrow 1RPM = \frac{2\pi \left[\frac{rad}{s} \right]}{60} \quad (5)$$

Calculou-se a aceleração centrípeta a partir da Equação 6, sendo r a medida do raio em metros do centro de rotação até a ponta da amostra no forno.

$$a_c = \omega^2 r \quad (6)$$

Sabendo-se a aceleração da gravidade na terra (Equação 7), calculou-se a gravidade aplicada na amostra.

$$1g \rightarrow 9,81 \text{ m/s}^2 \quad (7)$$

Para calcular o ângulo do forno (α), utilizou-se a Equação 8.

$$\tan^{-1} \alpha = \frac{g_t}{g} \quad (8)$$

onde $g_t =$ gravidade na terra = 1; $g =$ gravidade aplicada na amostra. Converteu-se o resultado da Equação 8 de radianos para graus e utilizou-se um goniômetro simples para medir o ângulo do forno.

Averiguou-se o perfil de temperatura do forno no modo estático e dinâmico (30 RPM) e colocou a amostra dentro de um tubo de aço de 20 cm de comprimento e diâmetro de 15,5 mm (externo) por 14 mm (interno) de tal forma que estabelecesse um gradiente térmico na amostra (Figura 14). Para todos os ensaios realizados, a amostra ficou 3 cm a partir da extremidade do forno.

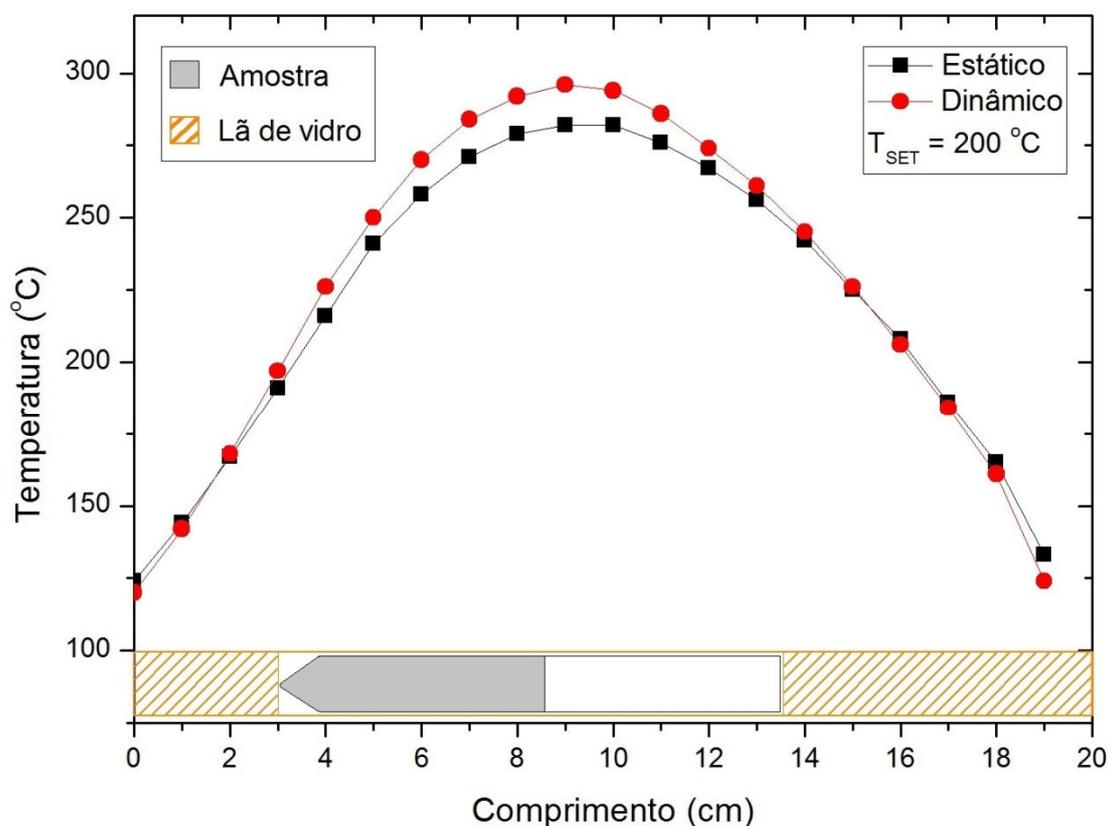


Figura 14 – Perfil de temperatura do forno e um diagrama esquemático do tubo de aço com a amostra a ser ensaiada.

Após colocar o tubo de aço com a amostra no forno, ajustou-se o controlador do forno a uma temperatura *setpoint* de 200 °C. A temperatura da amostra é monitorada com dois termopares dentro do tubo de aço, um no início da amostra (posição 3 cm) e outra no final da amostra (posição 8,5 cm). Ligou-se o forno com o motor parado e após a estabilização da temperatura (aproximadamente 1h40 depois de ligado o forno), ligou-se o motor na velocidade desejada e, após cerca de 2 minutos, desligou-se o forno. O motor manteve-se ligado durante uma hora numa velocidade constante até a solidificação completa da amostra. Os parâmetros utilizados nos ensaios podem ser observados na Tabela 2. O ensaio I foi realizado a fim de comparar os resultados entre uma amostra solidificada sem rotação e aquelas solidificadas em alta gravidade.

Tabela 2 – Ensaios realizados na centrífuga

Ensaio	Raio ¹	Velocidade	Gravidade	Ângulo do forno
I	-	Forno parado	1,0 g	90°
II	64,5 cm	60 RPM	2,6 g	21°
III	63,0 cm	70 RPM	3,5 g	16°

¹ distância entre a ponta da amostra no forno e o centro de rotação.

4.3. Caracterização

Neste trabalho as amostras foram caracterizadas pelo método de Arquimedes, para determinar a densidade da liga ao longo da amostra, e por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), a fim de analisar as microestruturas obtidas nos ensaios.

4.3.1. Determinação da densidade pelo método de Arquimedes

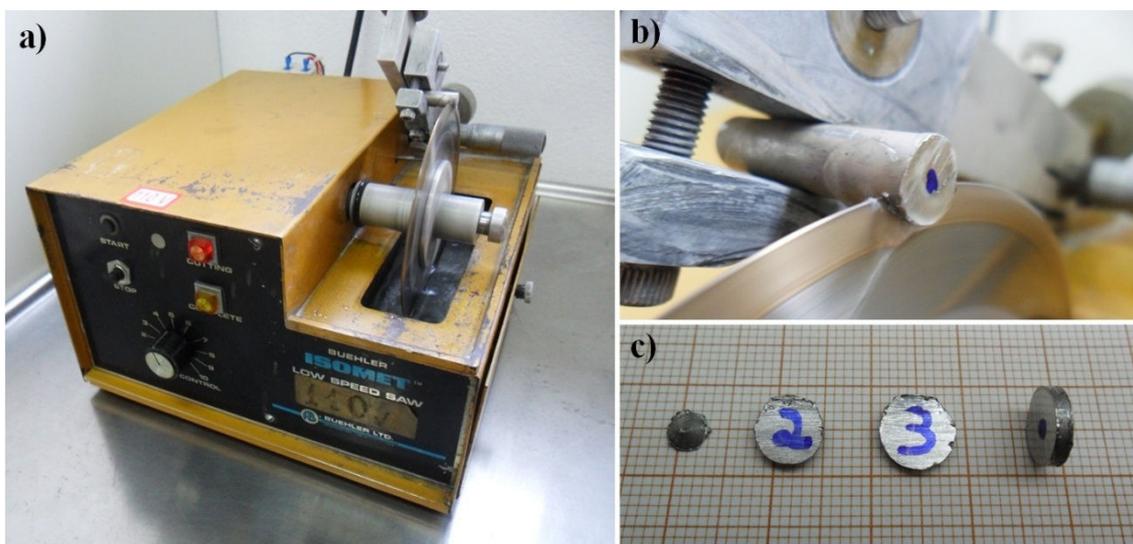


Figura 15 – a) Máquina de corte ISOMET; b) Foto aproximada do corte; c) Amostras cortadas na seção transversal.

Utilizando a máquina de corte Buehler ISOMET Low-Speed Saw modelo 11-1180-16, as amostras de PbSn eutético solidificadas na centrífuga foram cortadas na seção transversal em fatias de 1,5 a 2 mm de espessura ao longo de toda a amostra e numeradas sequencialmente (Figura 15).

Utilizando-se uma balança analítica, QUIMIS Q500L-210C, e um aparato especial (Figura 16) foi aplicado o método de Arquimedes para determinar a densidade da liga ao longo da amostra.

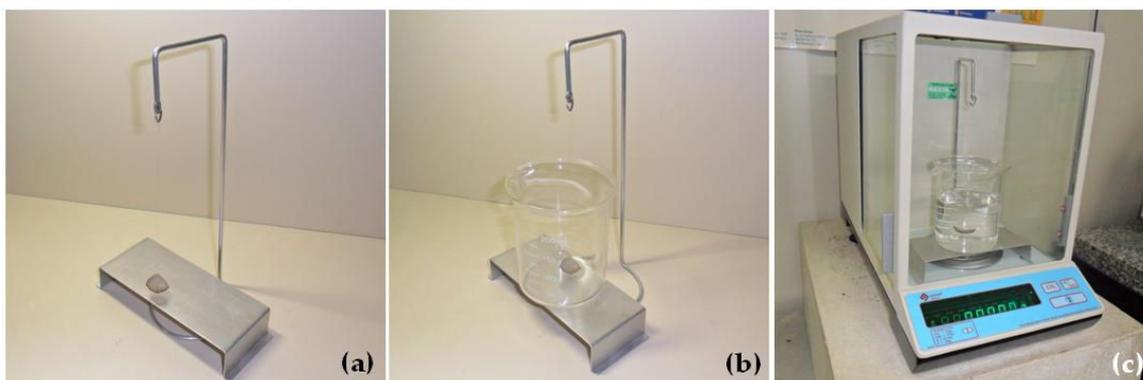


Figura 16 – (a) e (b) Fotos ilustrativas do aparato para determinação da densidade; e (c) Foto do sistema montado em uma balança analítica.

O experimento consistiu na pesagem da massa real do monólito (m) e posteriormente da sua massa aparente (m_{ap}), quando se encontra imerso num bquer com tetracloreto de carbono. Para maior confiabilidade do resultado, o experimento foi repetido diversas vezes (10 medições para m e m_{ap}) e aplicou-se um tratamento estatístico nos dados obtidos.

Utilizou-se um picnômetro de 50 mL para se determinar a densidade do tetracloreto de carbono (CCl_4) e aferiu-se a temperatura ambiente do sistema. Determinou-se a densidade do monólito aplicando-se a Equação 9 (TOLEDO et al., 2011a):

$$\rho_{pastilha} = \rho_{CCl_4} \left(\frac{m}{m - m_{ap}} \right) \quad (9)$$

onde $\rho_{CCl_4} = 1,59278 [g/cm^3]$.

4.3.2. Preparação metalográfica

A liga de PbSn eutético, por possuir baixo ponto de fusão (183 °C), foi embutida a frio utilizando uma resina epóxi. Misturou-se a resina e o catalisador, verteu-os num molde de teflon e, após 24 h, a amostra foi removida do molde.

Utilizando uma politriz rotativa com velocidade variável (Modelo DPU-10, Struers, Panambra Industrial e Técnica S/A) as amostras passaram pela etapa de

lixamento, onde foram empregadas lixas de 400, 1200 e 2000 mesh com lubrificação de água corrente. A direção do lixamento foi alternada entre cada lixa, girando a amostra de 90°, para garantir que todas as marcas remanescentes da etapa anterior tenham sido eliminadas, lavando periodicamente a amostra em água corrente.

Após esta etapa, realizou-se o polimento mecânico para obtenção de uma superfície plana, reflexiva e livre de riscos. No polimento, utilizou-se sílica coloidal (OP-S) e não foi preciso realizar o ataque químico nas amostras, pois as fases eram reveladas no microscópio sem a necessidade do ataque.

4.3.3. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As análises de MEV neste trabalho foram feitas com o microscópio da marca JEOL, modelo JSM 5310, pertencente ao LAS/INPE (Figura 16). As imagens por MEV foram obtidas por elétrons retroespalhados com profundidade de feixe de 1 μm , utilizando uma voltagem de aceleração de 20 kV e distância de trabalho de 8 a 10 mm.



Figura 16 – Microscópio eletrônico de varredura JEOL com capacidade de análise de energia dispersiva por raios-X (Fonte: TOLEDO, 2009).

5. Resultados

O resultado de maior consideração que se obteve nesse trabalho foi o perfeito funcionamento da centrífuga, o que auxiliará em pesquisas futuras de processamento e solidificação de materiais.

Na solidificação da primeira amostra na centrífuga (ensaio II), verificou-se o surgimento de bolhas e vazios na superfície da amostra, como mostra a Figura 17. Esses defeitos podem ter ocorrido devido à presença de impurezas na liga, certamente provenientes do ataque químico.



Figura 17 – Amostra após a solidificação em alta gravidade.

Os dados de densidade obtidos pelo método de Arquimedes seguem plotados na Figura 18, expressos em um gráfico de densidade (ρ) versus fração solidificada (fs).

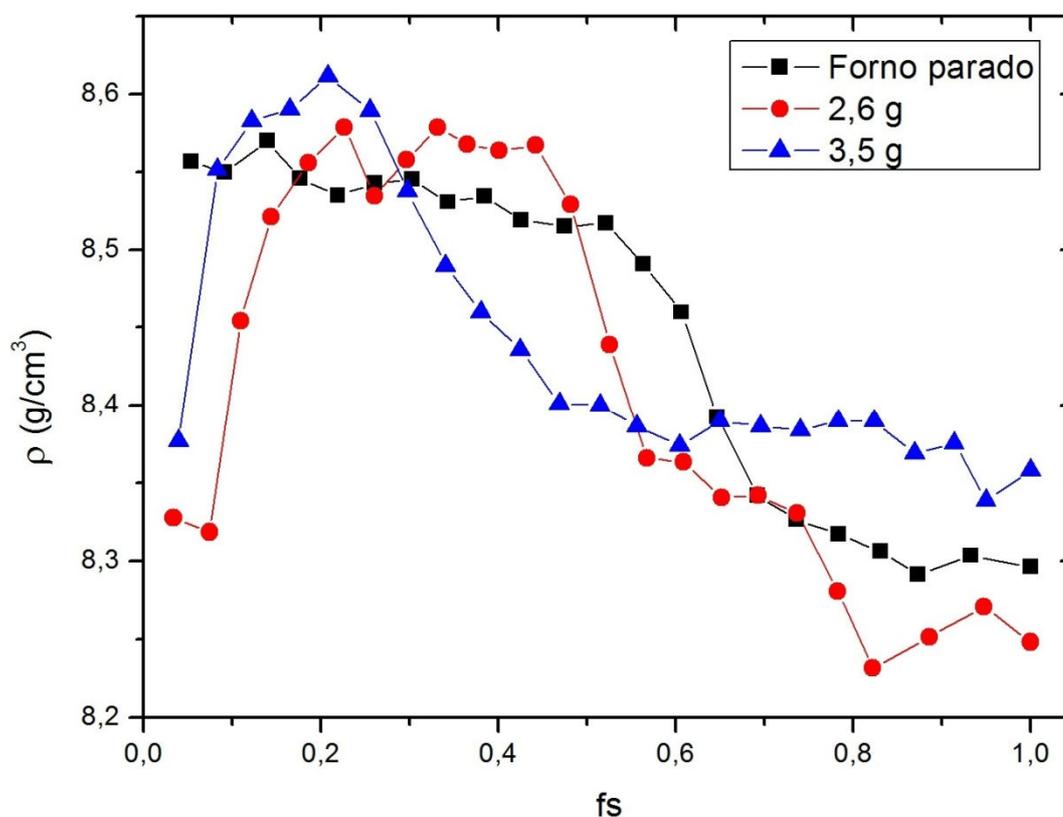


Figura 18 – Gráfico de densidade das amostras solidificadas na centrífuga.

Tabela 3 – Massa específica dos elementos puros chumbo (Pb) e estanho (Sn), e da liga eutética PbSn (Fonte: ALFA AESAR, 1997; GARCIA, 1975).

Material	Massa específica (g/cm ³)
Pb	11,34
Sn	7,29
PbSn eutético	8,42

Sabendo-se os valores de massa específica na literatura dos elementos puros chumbo e estanho, e da liga eutética PbSn (Tabela 3), pode-se correlacionar a massa específica com a composição da amostra. Observa-se pelo gráfico que em todas as amostras processadas ocorreu uma maior concentração de chumbo (maior densidade) no início da solidificação e uma maior concentração de estanho na liga (menor densidade) no final da solidificação. Essa diferença de concentração ocorreu devido ao rápido resfriamento do líquido, gerando uma condição de não-equilíbrio durante a solidificação e, conseqüentemente, havendo segregação de soluto.

Na amostra solidificada em forno parado à 90°, na qual não houve influência da gravidade, observou-se que até a metade da fração solidificada a composição teve maior concentração de chumbo. Isso ocorreu devido à precipitação do chumbo na fase líquida e, por haver grande quantidade de líquido nos estágios iniciais da solidificação, a variação total da composição foi pequena. Entretanto, esta variação no líquido se tornou considerável à medida que ocorreu a solidificação.

Na curva da amostra solidificada em 2,6g observa-se que no início da solidificação (abaixo de 10% da fs) houve pouca concentração de chumbo e que a partir de 10% até aproximadamente 50% da fs houve grande concentração de chumbo na liga. O valor de massa específica decresce rapidamente a partir de 50% da fs, chegando a valores mínimos no final da solidificação. Nesta amostra, observa-se maior dispersão dos elementos que constituem a liga.

Na curva da amostra solidificada em 3,5g observa-se o mesmo fenômeno que ocorreu na amostra solidificada em 2,6g: em frações solidificadas menores que 10% houve pouca concentração de chumbo. Nota-se também que na amostra 3,5g houve um estreitamento da região de maior concentração de chumbo com relação à amostra 2,6g. A partir de 30% da fs, os valores de massa específica decrescem até valores de aproximadamente $8,4 \text{ g/cm}^3$ em 45% de fs e se mantêm estáveis até o final da solidificação. Isso indica uma maior homogeneidade na distribuição dos elementos ao longo da liga com relação às demais amostras solidificadas.

As imagens obtidas por MEV das amostras solidificadas na centrífuga podem ser observadas nas Figuras 19 a 21. Em todas as imagens de MEV observa-se a presença de duas fases (clara e escura), característico das ligas eutéticas. A fase clara representa aquela rica em chumbo, pois quanto maior o número atômico do material, maior a quantidade de elétrons no átomo e, desse modo, maior o número de elétrons refletidos (maior brilho). Conseqüentemente, a fase escura representa aquela rica em estanho.

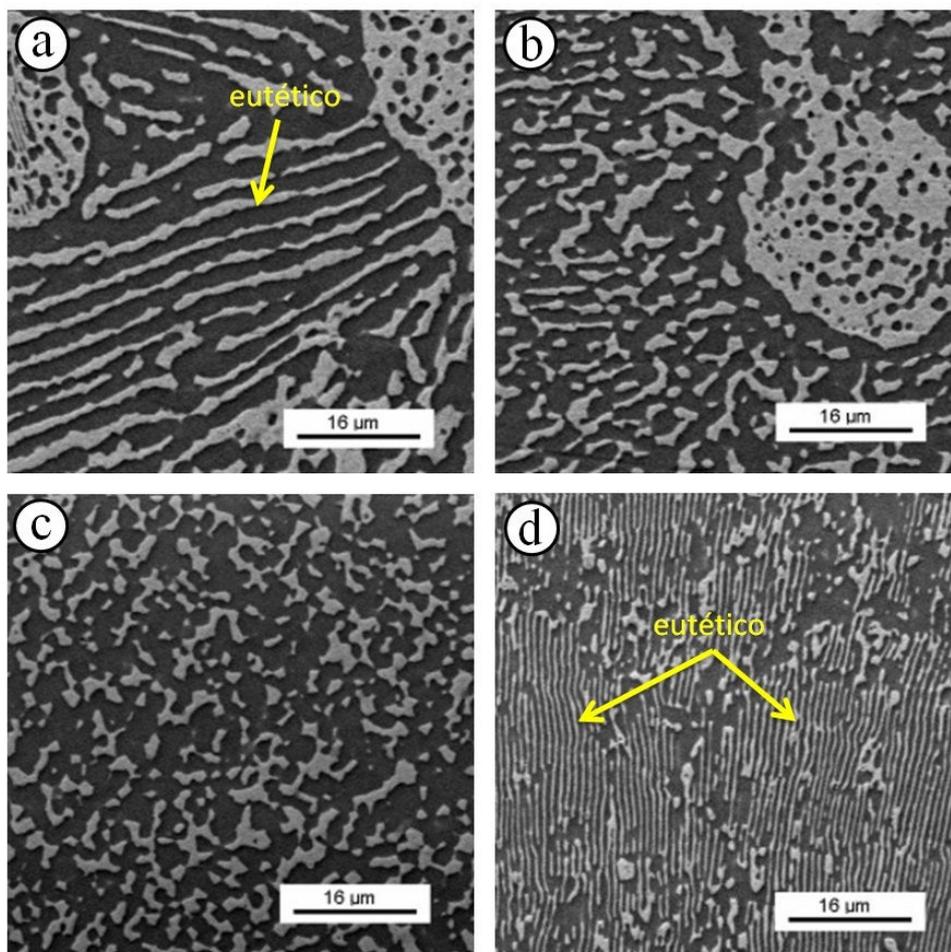


Figura 19 – Micrografias da amostra solidificada em forno parado. Fração solidificada:
a) 0 – 25%; b) 25 – 50%; c) 50 – 75%; d) 75 – 100%.

Nas micrografias do forno parado (Figura 19) observa-se que até metade da solidificação há grande quantidade de fase rica em chumbo, com presença de lamelas e de “ilhas claras”, ou seja, regiões concentradas da fase rica em chumbo. De 50 até 75% da fração solidificada observa-se uma estrutura irregular sem a presença de lamelas ou de “ilhas”. A partir de 75% até o final da solidificação observa-se uma mistura de estruturas regulares e irregulares, com a predominância de lamelas muito mais refinadas do que no início da solidificação.

Nas micrografias da amostra solidificada em 2,6g (Figura 20) observa-se claramente uma evolução de uma estrutura rica em chumbo (início da solidificação) para uma estrutura rica em estanho (final da solidificação). A estrutura da amostra é predominantemente irregular sem a presença de regiões lamelares, com exceção das imagens no término da solidificação, que mostram algumas regiões com lamelas e presença de “ilhas escuras” (regiões concentradas da fase rica em estanho). Observa-se também a presença de precipitados gerados, provavelmente, pela impregnação da solução de polimento.

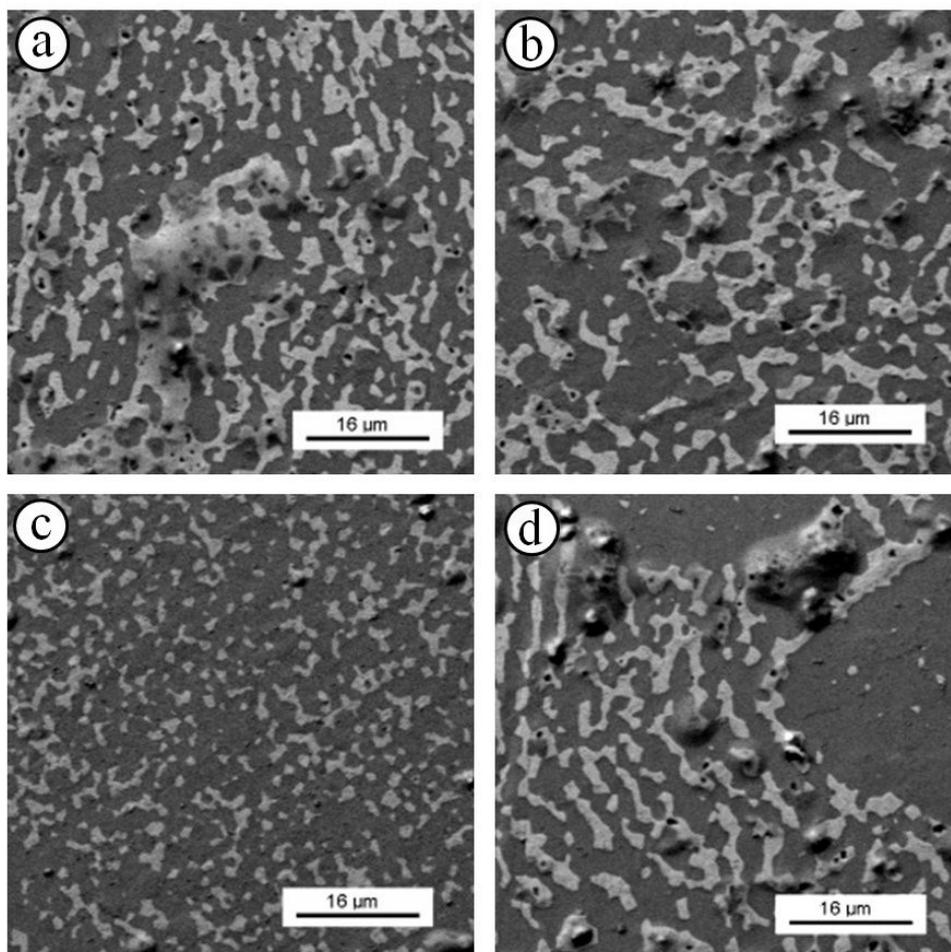


Figura 20 – Micrografias da amostra solidificada em 2,6g. Fração solidificada:
 a) 0 – 25%; b) 25 – 50%; c) 50 – 75%; d) 75 – 100%.

Nas micrografias da amostra solidificada em 3,5g (Figura 21) verifica-se que até $\frac{1}{4}$ da fração solidificada houve a presença de lamelas e de “ilhas claras”. Entre 25 e 50% da solidificação observa-se uma estrutura irregular, sem a presença de “ilhas” ou de lamelas bem definidas. De 50 a 75% da fração solidificada, observa-se uma mistura de regiões irregulares com e de lamelas bem refinadas. No final da solidificação predomina-se uma estrutura irregular.

Em todas as amostras nota-se que diversas regiões tiveram a composição diferente da eutética, pois a aceleração centrípeta gerou um gradiente de composição e, conseqüentemente, de densidade, resultante do acúmulo ou falta de soluto no líquido a partir da interface sólido/líquido durante a solidificação.

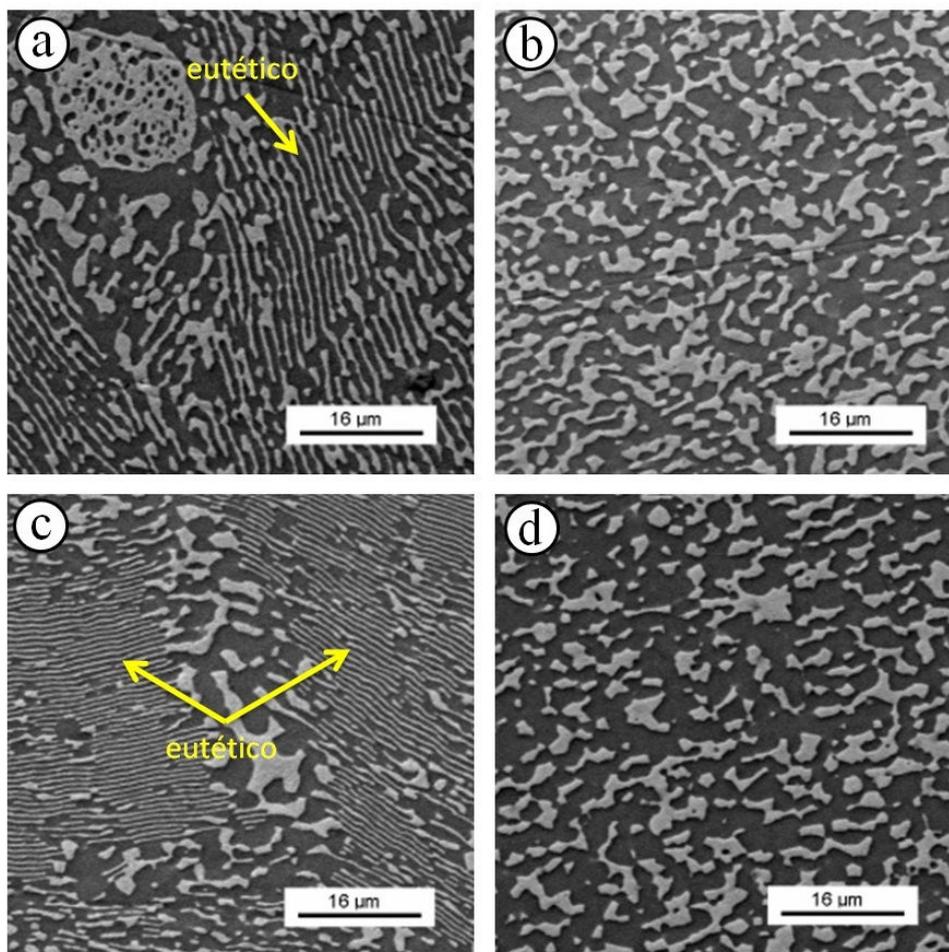


Figura 21 – Micrografias da amostra solidificada em 3,5g. Fração solidificada:
a) 0 – 25%; b) 25 – 50%; c) 50 – 75%; d) 75 – 100%.

6. Conclusão

Na primeira etapa desse trabalho, o foco foi a restauração e o aperfeiçoamento da centrífuga de baixo custo para a solidificação de materiais em alta gravidade. Para isso foi necessário a limpeza de alguns componentes, adaptação de um novo forno e contrapeso, a instalação de um sensor óptico-eletrônico e o auxílio na construção de um painel para controle e monitoramento de temperatura, além de diversos testes realizados. Portanto, a primeira etapa foi concluída com êxito, pois a centrífuga pôde ser restaurada em uma condição de perfeito funcionamento, o que auxiliará em pesquisas futuras de processamento e solidificação de materiais.

A segunda etapa desse trabalho teve como foco a caracterização da liga eutética PbSn, através da determinação da densidade da liga ao longo da amostra pelo método de Arquimedes, e da análise das microestruturas obtidas por MEV.

Na amostra solidificada em 2,6g, observa-se que a fase rica em chumbo, por possuir maior densidade, acumulou-se nas regiões iniciais de solidificação e, também, que houve maior dispersão dos elementos que constituem a liga. Nas micrografias verifica-se claramente uma evolução de uma estrutura rica em chumbo para uma estrutura rica em estanho do início para o término da solidificação.

Na amostra solidificada em 3,5g houve um estreitamento da região de maior concentração de chumbo e uma maior homogeneidade na distribuição dos elementos ao longo da liga com relação à amostra 2,6g. Nas micrografias observa-se uma combinação de regiões irregulares com regulares e a presença de lamelas de diferentes espaçamentos.

Diversas regiões das amostras tiveram a composição diferente da eutética, indicando um acúmulo ou falta de soluto no líquido a partir da interface sólido/líquido durante a solidificação, resultando em um gradiente de composição gerado pela aceleração centrípeta.

O estudo da liga eutética PbSn revela-se um campo atraente para a pesquisa de materiais processados em alta gravidade, criando possibilidades para solidificação de amostras em gravidades mais elevadas. A restauração e aperfeiçoamento da centrífuga de baixo custo abrem oportunidades de estudos em outros materiais e em diferentes gravidades.

7. Trabalhos futuros

Para trabalhos futuros, pode-se verificar a influência de gravidades mais elevadas na liga eutética PbSn. Além disso, a restauração e aperfeiçoamento da centrífuga de baixo custo abrem oportunidades de se realizar ensaios em outros metais e ligas metálicas, contribuindo para pesquisa de materiais processados em alta gravidade.

8. Lista de publicações

CHEN, Y. A.; BOSCHETTI, C.; RIBEIRO, M. F.; TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; BANDEIRA, I. N. Performance of a Solidification Furnace Developed for Sounding Rockets. **Microgravity Science and Technology**. v. 23, n. 4, p. 427-432, 2011.

FREITAS, F. E. ; SUELA, J. ; ABRAMOF, E. ; RAPPL, P. H. O. ; CLOSS, H. ; BOSCHETTI, C. . Characterization of CaF₂ layers grown on Si (111) by molecular beam epitaxy. In: IX Encontro da SBPMat, 2010, Ouro Preto. Anais do IX Encontro da SBPMat, 2010.

SUELA, J ; ABRAMOF, E ; RAPPL, P H O ; FREITAS, F E ; CLOSS, H ; BOSCHETTI, C . Investigation of the surface properties of CaF layers on (1 1 1) Si as a function of growth temperature. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 44, p. 185405, 2011.

TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N. **Cálculo de densidade de ligas eutéticas binárias**. In: II Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2011, São José dos Campos. Anais do II Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2011.

TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N. **Microstructural characterization of bismuth-indium-tin eutectic alloy solidified under microgravity**. In: I Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2010, São José dos Campos. Anais do I Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2010.

TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; AN, C. Y.; RIBEIRO, M.F.; BANDEIRA, I. N.; BOSCHETTI, C. **Desenvolvimento de um forno para solidificação de materiais em foguetes de sondagem**. In: II Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2011, S. J. Campos. Anais do II Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2011.

9. Referências Bibliográficas

ALFA AESAR. **Research chemicals, metals and materials**. A Johnson Matthey Company, 1997.

BALDACIM, S. A. et al. Crescimento de monocristais e estudo de redistribuição de soluto em ligas de telureto chumbo-estanho ($Pb_{1-x}Sn_xTe$). Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, vol. 14, nº. 1 e 2, 1995.

BANDEIRA, I. N et al. **Proposta ao anúncio de oportunidade para vôo suborbital com o foguete de sondagem VS-30**: forno multiusuário para solidificação (FORMU-S). São José dos Campos: INPE, 2001. 24 p. (INPE-8398-PRP/224).

BRUNDLE, R.C.; EVANS JR., C.A.; WILSON S. **Encyclopedia of materials characterization**: surfaces, interfaces, thin films. Boston: Butterworth-inemann, 1992.

CALLISTER JR., W. D. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 7 ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2008.

CAMPOS FILHO, M. P.; DAVIES, G. J. Solidificação de Metais e suas Ligas. São Paulo: LTC/EDUSP, 1978, 246 p.

CASTRO, W. B. et al. Microstructure of undercooled Pb-Sn alloys. **Mat. Res.**, São Carlos, v. 4, n. 2, 2001.

CHEN, Y. A. et al. A Low Cost Centrifuge for Materials Processing in High Gravity. In: **Centrifugal Materials Processing**. New York: Plenum Press, 1997.

CHEN, Y. A.; BOSCHETTI, C.; RIBEIRO, M. F.; TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; BANDEIRA, I. N. Performance of a Solidification Furnace Developed for Sounding Rockets. **Microgravity Science and Technology**. v. 23, n. 4, p. 427-432, 2011.

GARCIA, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações**. Campinas, São Paulo: Editora da Unicamp, 2007.

GARCIA, Amauri. **Determinação dos parâmetros de controle da solidificação do eutético Sn-Pb em sistemas metal/molde refrigerados**. 1975. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica (UNICAMP), Campinas, 1975.

GARCIA, L. R. **Microestrutura de solidificação e propriedades mecânicas de ligas Sn-Zn para soldagem e recobrimento de superfícies**. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica (UNICAMP), Campinas, 2008.

GOLDSTEIN, J. I. et al. Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis – A Textbook for Biologist. Materials Scientists and Geologists. 1992. Plenum Press. New York.

ICGMSA – The International Center for Gravity Materials Science and Applications, 2010. Disponível em: <<http://www.clarkson.edu/~regel/center.htm>>. Acessado em 29 jul. 2011.

KARP, Gerald. **Cell and molecular biology: Concepts and experiments**, 4^a ed. Editora Von Hoffman, 2005.

KURZ W., FISHER, D. J. Fundamentals of Solidification, 3^a ed. Switzerland: TTK Ltd, 1992. 305p.

MANNHEIMER W.A. **Microscopia dos materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: epapers, 2002. 226 p.

MAZALI, I. O. **Determinação da densidade de sólidos pelo método de arquimedes**. Disponível em: <http://lqes.iqm.unicamp.br/images/vivencia_lqes_meprotec_densidade_arquimedes.pdf>. Acessado em: 17 nov. 2010.

NETO, E.A.C.A. Solda Estanho-Chumbo – Aplicações na Eletrônica. Universidade Federal do Paraná. Disponível em: <www.eletrica.ufpr.br/piazza/materiais/EdisonNeto.pdf>. Acessado em 3 ago. 2011.

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

REGEL, L.L.; WILCOX, W.R. **Materials Processing in High Gravity**. New York: Plenum Press, 1994.

SOLOMON H. D., General Electric Company, Fundamentals of Weld Solidification, ASM Handbook – Welding, Brazing and Soldering, v. 6 10th edition, ASM Metals Park, Ohio, 1993.

TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N. **Cálculo de densidade de ligas eutéicas binárias**. In: II Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2011a, São José dos Campos. Anais do II Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2011a.

TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N. **Microstructural characterization of bismuth-indium-tin eutectic alloy solidified under microgravity**. In: I Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2010, São José dos Campos. Anais do I Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2010.

TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; AN, C. Y.; RIBEIRO, M.F.; BANDEIRA, I. N.; BOSCHETTI, C. **Desenvolvimento de um forno para solidificação de materiais em foguetes de sondagem**. In: II Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2011b, São José dos Campos. Anais do II Workshop de Engenharia e Tecnologia Espaciais, 2011b.

TOLEDO, Rafael Cardoso. **Estudo da solidificação da liga metálica eutética BiInSn em ambiente de microgravidade utilizando tubo de queda livre, “drop tube”**. 2009. Dissertação (Mestrado em Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2009.

WAINER, E.; BRANDI, S. D.; MELLO, F. D. H.; Soldagem-Processos e Metalurgia; 1995.