

# CONTROLE DE QUALIDADE "ON LINE" DE FUNDIDOS ATRAVÉS DE ANÁLISE TÉRMICA : LIGAS Al-Si

Dissertação

Apresentada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e dos Materiais - PPGEMM, como parte dos requisitos para obtenção do Título de

Doutor em Engenharia

Área de Concentração : Metalurgia de Transformação

por

Milton Antonio Zaro - Lic. em Física

1992

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

ESCOLA DE ENGENHARIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DOS  
MATERIAIS - PPGEMM

**CONTROLE DE QUALIDADE "ON LINE" DE FUNDIDOS  
ATRAVÉS DE ANÁLISE TÉRMICA: LIGAS Al-Si**

por

Milton Antonio Zaro

Físico

Trabalho realizado no Departamento de Engenharia Metalúrgica da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e dos Materiais - PPGEMM

Porto Alegre

1992

Esta tese foi julgada adequada para a obtenção do título de Doutor Em Engenharia, Área de Concentração : Metalurgia de Transformação, aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Arno Müller

Doutor em Engenharia

UFRGS - Depto. Metalurgia/PPGEMM

Banca Examinadora :

Amauri Garcia

Doutor em Engenharia

UNICAMP - Depto. Eng. Mecânica

Ildon G. Borchardt

Doutor em Ciências

UFRGS - PPGEMM

Aloisio N. Klein

Doutor em Engenharia

UFSC - Depto. Eng. Mecânica

Marco Tullio de Vilhena M.B.

Doutor em Engenharia

UFRGS - PROMEC

Coordenador do PPGEMM

Carlos H. Sampaio

Doutor em Engenharia

## Agradecimentos

Ao meu orientador, Dr. Arno Muller, pela paciência e compreensão.

Ao CNPq e Fapergs, pelo apoio financeiro.

Aos bolsistas de Iniciação Científica, Jacques D. Brancher e Renier Edward Souza, pelo apoio na elaboração dos diversos softwares utilizados neste trabalho, e ao bolsista de Iniciação Científica Luiz Carlos Gertz, pela ajuda nos trabalhos de fundição, ensaios mecânicos e metalografia, um agradecimento muito especial.

Aos bolsistas de Iniciação Científica do Lab. de Instrumentação do DEMEC/UFRGS.

Ao Eng<sup>o</sup>. Carlos A. Thomas pelo suporte na parte elétrica/eletrônica.

Ao pessoal dos laboratórios de Metalografia e Areias/Fundição.

Ao Dr. Marco Tullio de Vilhena pelo apoio na parte de Métodos Numéricos, pelo incentivo e pela amizade.

A Leonardo da Vinci, pela inspiração.

A todos que de maneira direta ou indireta tornaram possível a realização deste trabalho.

## Resumo

Este trabalho descreve o desenvolvimento de um sistema para Análise Térmica e Análise Térmica Diferencial (DTA) de fundidos e pode ser dividido em duas partes:

a) projeto e construção de um sistema de produção de fundidos a baixa pressão, basicamente constituído de uma matriz com termopares adaptados, um forno de espera onde é colocado o cadinho com o metal líquido, um sistema que permite o fluxo do metal líquido (baseado num compressor) até a matriz, e finalmente, um sistema hidráulico que atua nas placas superior e inferior da matriz, de modo a prevenir acidentes, devido a possibilidade de movimentação de alguma parte da máquina quando da aplicação da pressão.

b) desenvolvimento de um sistema e software para aquisição e processamento dos dados relativos a curva de resfriamento de fundidos, que permite a simulação em laboratório do Controle de Qualidade "on line" de uma indústria ou mesmo da robotização de uma linha de produção.

O sistema de aquisição/processamento consiste basicamente num conversor A/D (12 bits), um conversor D/A, um microcomputador PC-XT (8 MHz, winchester de 20Mb) com co-processador aritmético, um vídeo colorido (640x350) e um plotter (A4); o sinal enviado pelos termopares (mV) é levado ao conversor A/D, e, então, uma série de operações matemáticas são realizadas com os dados adquiridos: conversão dos mV em °C (polinômios especialmente desenvolvidos), filtragem, cálculo da primeira e segunda derivadas da curva de resfriamento e de uma série de parâmetros, tais como: temperatura liquidus e solidus, taxa de resfriamento, intervalo de temperatura e tempo associados ao superesfriamento, parâmetro  $G_b$  e tempo local de solidificação, entre outros.

Uma série de testes mecânicos e metalográficos foram realizados visando determinar a dependência destas propriedades com a taxa de resfriamento; também testou-se qual dos parâmetros associados a curva de resfriamento determina uma melhor correlação com a taxa de resfriamento (o tempo local de solidificação mostrou melhor correlação).

Também foi desenvolvido um software complementar, envolvendo o conversor D/A, que permite enviar um sinal ao painel de controle instalado perto do microcomputador, onde a partir da escolha de um parâmetro de controle (no caso escolheu-se a diferença de temperatura associada ao superesfriamento, por exemplo, mas poderia ser outro parametro qualquer) e a partir do intervalo de confiança deste parâmetro, a peça é aceita ou rejeitada, o que é indicado pelas luzes do painel: é o chamado "Controle de Qualidade on line". Ou seja, cerca de 1 minuto após a realização do ensaio é possível obter a aceitação ou não do fundido, controle este feito individualmente e não via amostragem estatística, como no Controle de Qualidade convencional, que além de exigir a preparação de corpos de prova, laboratórios de ensaio, equipamento, instalações e pessoal, somente fornece os resultados dias após a realização dos testes, o que implica, muitas vezes, que um lote inteiro de peças pode ter sido perdido.

## Abstract

This work describes the development of a system for Thermal Analysis of foundry products; the main two parts of this system are:

a) a low-pressure foundry system - basically a matrix with thermocouples adapted, a thermal isolated chamber where the mold with the liquid metal is inserted, a low-pressure system (based on a compressor) which permits the flow of molten metal to the matrix, and an hydraulic system which applies a force to the plates where the matrix is adapted (avoiding movement of a part of the entire equipment, and consequently, accidents).

b) the data acquisition/processing system for the signals coming from the thermocouples - data points from the cooling curve of Al-Si alloys, which permits the simulation of a "Quality Control on line" of an industry, or even the principles of the robotization of a process.

The data acquisition/processing system consists, basically, of an A/D (12 bits) converter, 10  $\mu$ V of sensibility, a PC-XT microcomputer (8 MHz, 20 Mb Winchester), with arithmetic processor, a colour video (640 x 350), and a plotter (A4); thermocouples are connected to the A/D converter, and some mathematical operations are realized with the data points from the cooling curve: mV to  $^{\circ}$ C conversion (some polynomials were developed), filtering, first and second derivative of the cooling curve, and some parameters related to the cooling curve: liquidus and solidus temperatures, amount and time of undercooling, local time of solidification ( $t_{SL}$ ),  $G_b$  parameter, nucleation temperature ( $T_n$ ), among others.

Some mechanical and metallographic tests were made in order to determine the relation between tensile properties to rate of cooling, grain size and rate of cooling, grain size and amount of undercooling, etc... It was also developed a complementary software, related to the D/A converter, which permits the visualization on a panel of the acceptance or rejection of the piece: it's the so called "Quality Control on line". It means that only a minute after the essay it's possible to know the acceptance or rejection of a piece - and the procedure is made with ALL pieces. Conventional Quality Control evaluated only a few pieces - the control is statistically and requires many equipments, laboratories, trained technicians, and the result is

known only some days after the foundry process, wich means that an entire production can be lost.

## Lista de Símbolos

$T_i$  = temperatura inicial, °C

$T_v$  = temperatura de vazamento, °C

$T_o$  = temperatura ambiente, °C

$T$  = temperatura, °C

$T_t$  = temperatura na ponta (tip) da dendrita, °C

$T_L$  = temperatura liquidus, °C

$T_S$  = temperatura solidus, °C

$T_E$  = temperatura de eutético, °C

$T_{EE}$  = temperatura de eutético de equilíbrio, °C

$T_{EM}$  = temperatura metaestável, °C

$T_N$  = temperatura de nucleação, °C

$T_{LEq}$  = temperatura liquidus de equilíbrio, °C

$T_{SEq}$  = temperatura solidus de equilíbrio, °C

$\Delta T_u$  = superesfriamento, °C

$\Delta T_G$  = superesfriamento devido à segregação, °C

$\Delta T_D$  = superesfriamento devido à difusão, °C

$\Delta T_r$  = superesfriamento devido ao raio de curvatura, °C

$\Delta T_k$  = superesfriamento cinético, °C

$\Delta T^* = T_{LEq} - T_N$  = superesfriamento, °C

$V_R$  = taxa de resfriamento, °C.s<sup>-1</sup>

$Q$  = calor, J

$m$  = massa, kg

$d$  = diâmetro, m

$c_p$  = calor específico,  $J.kg^{-1}.^{\circ}C^{-1}$

$k$  = condutividade térmica, J.m

$Q_L$  = calor latente,  $J.kg^{-1}$

$R$  = taxa de solidificação,  $m.s^{-1}$

$G$  = gradiente térmico,  $^{\circ}C.m^{-1}$

$\rho$  = densidade,  $kg.m^{-3}$

$A$  = área,  $m^2$

$V$  = volume,  $m^3$

$ED$  = espaçamento dendrítico, m

$EDP$  = espaçamento dendrítico primário, m

$EDS$  = espaçamento dendrítico secundário, m

$k_o$  = coeficiente de partição, adimensional

$r_t$  = raio de curvatura da ponta da dendrita, m

$t_{SL}$  = tempo local de solidificação, s

$m_L$  = declividade da linha liquidus,  $^{\circ}C.(%)^{-1}$

$D_L$  = coeficiente de difusão do líquido,  $m^2.s^{-1}$

$C_E$  = composição eutética, %

$C_o$  = composição inicial da liga, %

$C_L$  = composição do líquido, %

$C_t$  = composição do líquido na ponta da dendrita, %

$h$  = coeficiente de transmissão do calor por convecção,  $J.s^{-1}.m^{-2}.^{\circ}C^{-1}$

$\sigma_r$  = tensão de ruptura,  $N.m^{-2}$

$Y$  = temperatura relativa, adimensional

$X$  = tempo relativo, adimensional

$n$  = expoente, adimensional

$N$  = posição relativa, adimensional

$M$  = resistência superficial relativa, adimensional

$M_c$  = constante do molde, adimensional

$\alpha$  = difusividade térmica,  $m^2.s^{-1}$

$r$  = raio de curvatura, m

$\varepsilon$  = força eletromotriz, mV

# Índice

## 1 Fundamentos básicos

|   |    |
|---|----|
| 1.1 Introdução.....                                 | 1  |
| 1.1.1 - Considerações Gerais.....                   | 1  |
| 1.1.2 - Os ferros fundidos e a Análise Térmica..... | 7  |
| 1.1.3 - Ligas não ferrosas e a Análise Térmica..... | 16 |
| 1.2 - Objetivos deste trabalho.....                 | 19 |

## 2 Transferência de Calor na Análise Térmica

|                                |    |
|--------------------------------|----|
| 2.1 - Introdução.....          | 20 |
| 2.2 - O modelo de Fourier..... | 21 |
| 2.3 - O modelo Newtoniano..... | 24 |

## 3 Principais Trabalhos sobre Análise Térmica e ATD

|  |    |
|--|----|
| 3.1 - Wlodawer e Rabus.....                      | 27 |
| 3.2 - Sweedish Institute for Metal Research..... | 30 |
| 3.3 - Pillai e Panathanathan.....                | 34 |
| 3.4 - Lampic e Orths.....                        | 35 |

|   |    |
|---|----|
| 3.5 - K. Abbleidinger.....  | 37 |
| 3.6 - Ekpoom.....   | 40 |
| 3.7 - Honer.....  | 42 |
| 3.8 - Argyropoulos.....   | 45 |
| 3.9 - Tuttle.....   | 47 |
| 3.10 - Levy e Kirby.....  | 50 |
| 3.11 - Closset, Pirie e Gruzleski.....                                | 52 |
| 3.12 - Vorren.....  | 55 |
| 3.13 - Gunther e Jurgens.....   | 58 |
| 3.14 - Charbonier.....  | 62 |
| 3.15 - Louvo.....   | 64 |
| <b>4 O Superesfriamento, Espaçamento Dendrítico e Tamanho de Grão</b> |    |
| 4.1 - O superesfriamento .....  | 68 |
| 4.2 - O espaçamento dendrítico.....                                   | 74 |
| 4.3 - O tamanho de grão.....  | 79 |
| <b>5 Equipamento, material utilizado e procedimento experimental</b>  |    |
| 5.1 - Equipamento e material utilizado.....                           | 86 |
| 5.1.1 - Ensaios de fundição convencional.....                         | 86 |
| 5.1.2 - Ensaios para avaliar a cinza como nucleante.....              | 88 |
| 5.1.3 - Metalografia.....   | 89 |
| 5.1.4 - Ensaios mecânicos.....  | 89 |
| 5.1.5 - Aquisição e processamento de dados .....                      | 91 |

|  |      |
|--|------|
| 5.1.6 - Ensaio com sistema de fundição à baixa pressão.....          | 91   |
| 5.1.7 - Calibração dos sistemas de aquisição de dados.....           | 92   |
| 5.2 - Procedimento Experimental.....                                 | 92   |
| 5.2.1 - Ensaio convencional de fundição.....                         | 92   |
| 5.2.2 - Ensaio com o sistema de fundição à baixa pressão.....        | 94   |
| 5.2.3 - Ensaio realizado para testar a cinza como nucleante.....     | 97   |
| <b>6 Resultados experimentais e discussão dos resultados</b>         |      |
| 6.1 - Sistema de aquisição a partir de conversor A/D Logitec.....    | 99   |
| 6.2 - Software para aquisição/processamento -conversor A/D ECL.....  | 109  |
| 6.2.1 - Tratamento do sinal - conversão de mV a °C.....              | 109  |
| 6.2.2 - Filtragem.....   | 124  |
| 6.2.3 - Primeira derivada da curva de resfriamento.....              | 134  |
| 6.2.4 - Integração da diferença entre curva real e extrapolada ..... | 136  |
| 6.2.5 - Cálculo do superesfriamento .....                            | 136  |
| 6.2.6 - Extrapolação da curva correspondente a um corpo neutro ..... | 137a |
| 6.2.7 - Taxa de resfriamento.....                                    | 138  |
| 6.2.8 - Composição química.....                                      | 138  |
| 6.2.9 - Cálculo de $T_L$ , $T_S$ e $T_N$ .....                       | 138  |
| 6.2.10- Cálculo do tempo local de resfriamento.....                  | 138  |
| 6.2.11 - Cálculo de $d_p G_b$ .....                                  | 139  |
| 6.2.12 - Cálculo do espaçamento dendrítico secundário .....          | 140  |

|  |            |
|--|------------|
| 6.3 - Parâmetros associados à curva de resfriamento - liga Al7Si.....    | 140        |
| 6.3.1 - O software "LEDADOS 1".....                                      | 140        |
| 6.3.2 - O software "ADQUIRE" .....                                       | 141        |
| 6.3.3 - O software ADQ 003 .....   | 141        |
| 6.3.4 - O software "GRAFINT 6".....                                      | 142        |
| 6.3.5 - O software ADQ 1990 .....  | 148        |
| 6.3.6 - O software ADQ 1991 .....  | 149        |
| 6.3.7 - O software SAD .....   | 149        |
| 6.4 - Aplicação do software às ligas AlSi .....                          | 165        |
| 6.5 - Macrografia, micrografias e Ensaio mecânicos - liga Al7Si .....    | 170        |
| 6.6 - Parâmetros associados à curva de resfriamento - liga Al12,6Si..... | 174        |
| 6.7 - Protótipo do sistema de fundição à baixa pressão.....              | 177        |
| 6.8 - Avaliação da cinza como nucleante.....                             | 182        |
| <b>7. Conclusões e sugestões de continuidade de trabalho .....</b>       | <b>183</b> |
| <b>8. Sugestões de Continuidade do trabalho .....</b>                    | <b>185</b> |
| <b>Bibliografia .....</b>  | <b>188</b> |

# Capítulo 1

## Fundamentos básicos sobre Análise Térmica

### 1.1 - Introdução

#### 1.1.1 - Considerações Gerais

As indústrias automotiva e aeroespacial são bons exemplos de setores industriais que tornam-se cada vez mais restritivos com relação às peças recebidas de seus fornecedores; a análise da curva de resfriamento tem sido desenvolvida no sentido de controlar o processo de produção de fundidos bem como de suas propriedades.

Atualmente, a meta do setor industrial ligado à fundição é conseguir a automação do processo com Controle de Qualidade “on line”, ou seja, com qualidade assegurada. Isto somente pode ser conseguido se os robôs forem alimentados com informações obtidas a partir

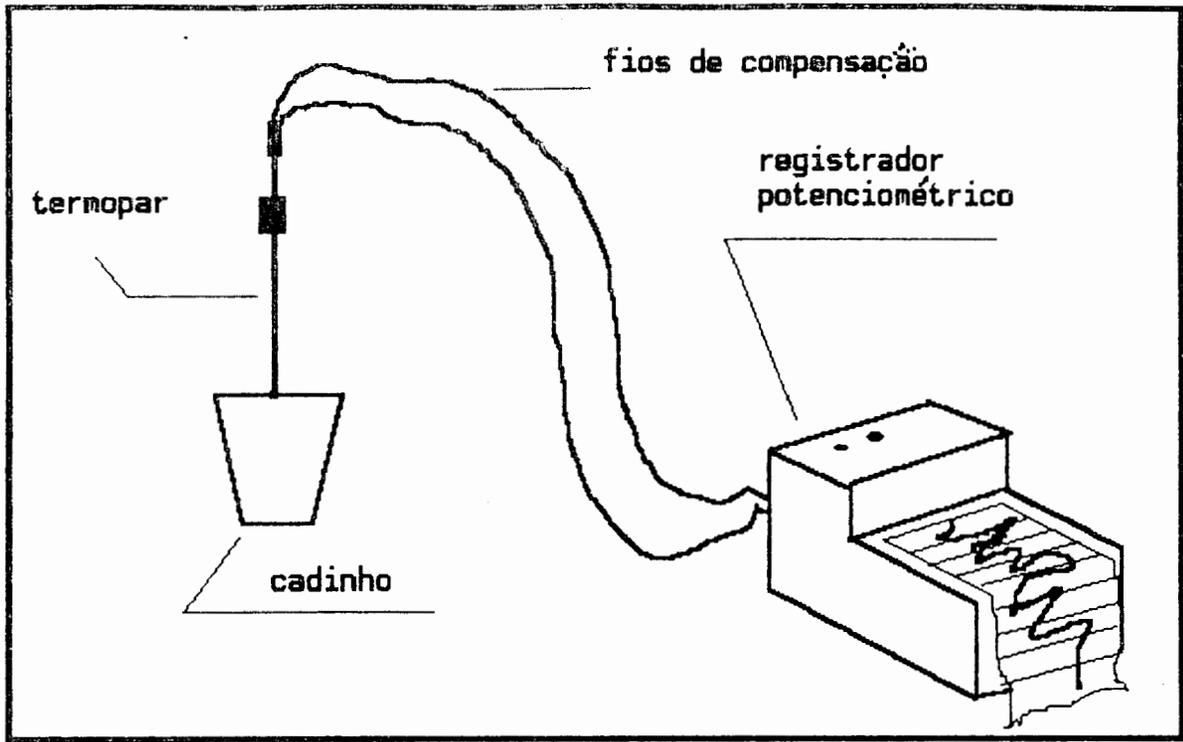


Fig.1 - Equipamento para registro de curva de resfriamento.

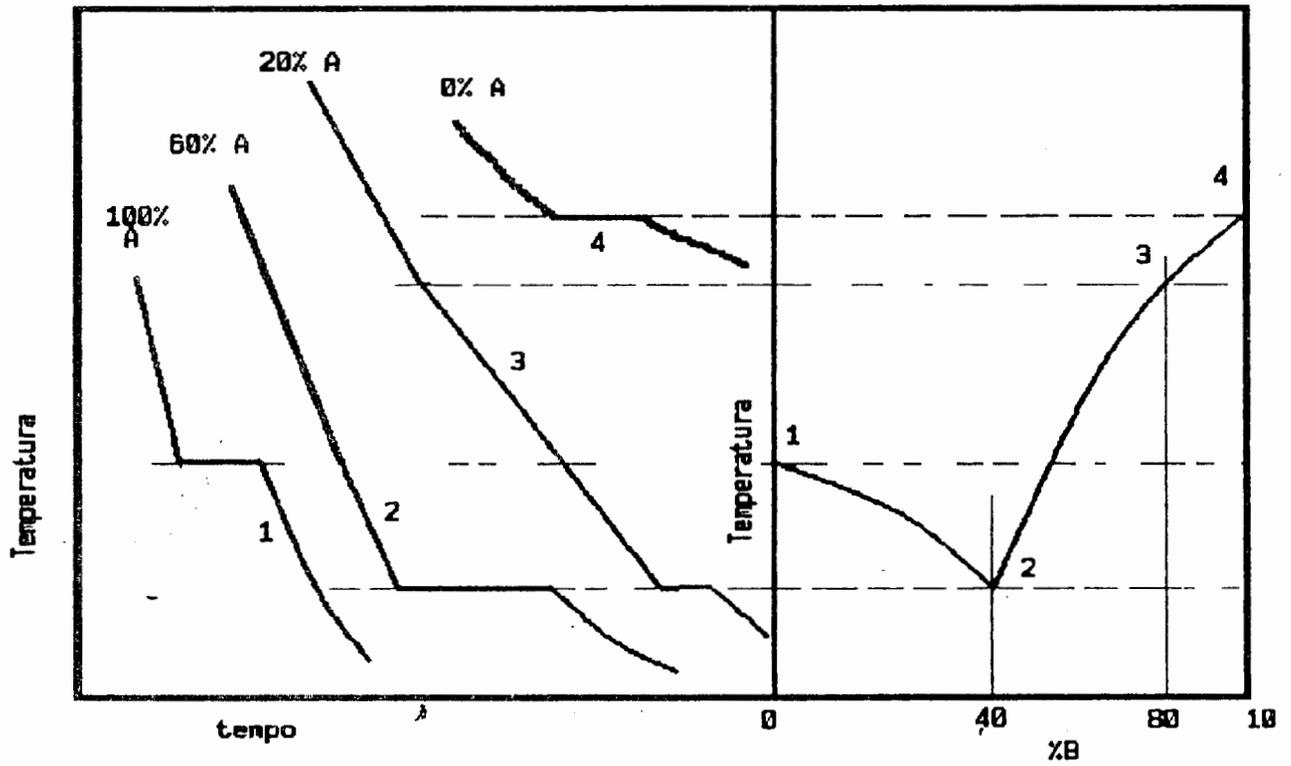


Fig. 2 - Curvas de resfriamento e diagrama de equilíbrio.

da análise térmica do fundido, que permite determinar a influência de certos parâmetros relativos ao processo, sobre as propriedades mecânicas e metalúrgicas.

Os metais e ligas metálicas não são transparentes e porisso é difícil registrar eventos de nucleação e crescimento via informação ótica.

Tornou-se necessário, portanto, desenvolver técnicas que captam sinais elétricos (emitidos por sensores posicionados dentro do líquido) para análise "on line" do processo. Caso isto não seja possível, o metalurgista está condenado a fazer somente metalografia ( ou ensaios mecânicos), que guardadas as proporções, seria para a Medicina como a autópsia do cadáver, o que permite a obtenção de informações muito limitadas e a "posteriori".

Desta maneira, a técnica da análise da curva de resfriamento tem sido largamente usada

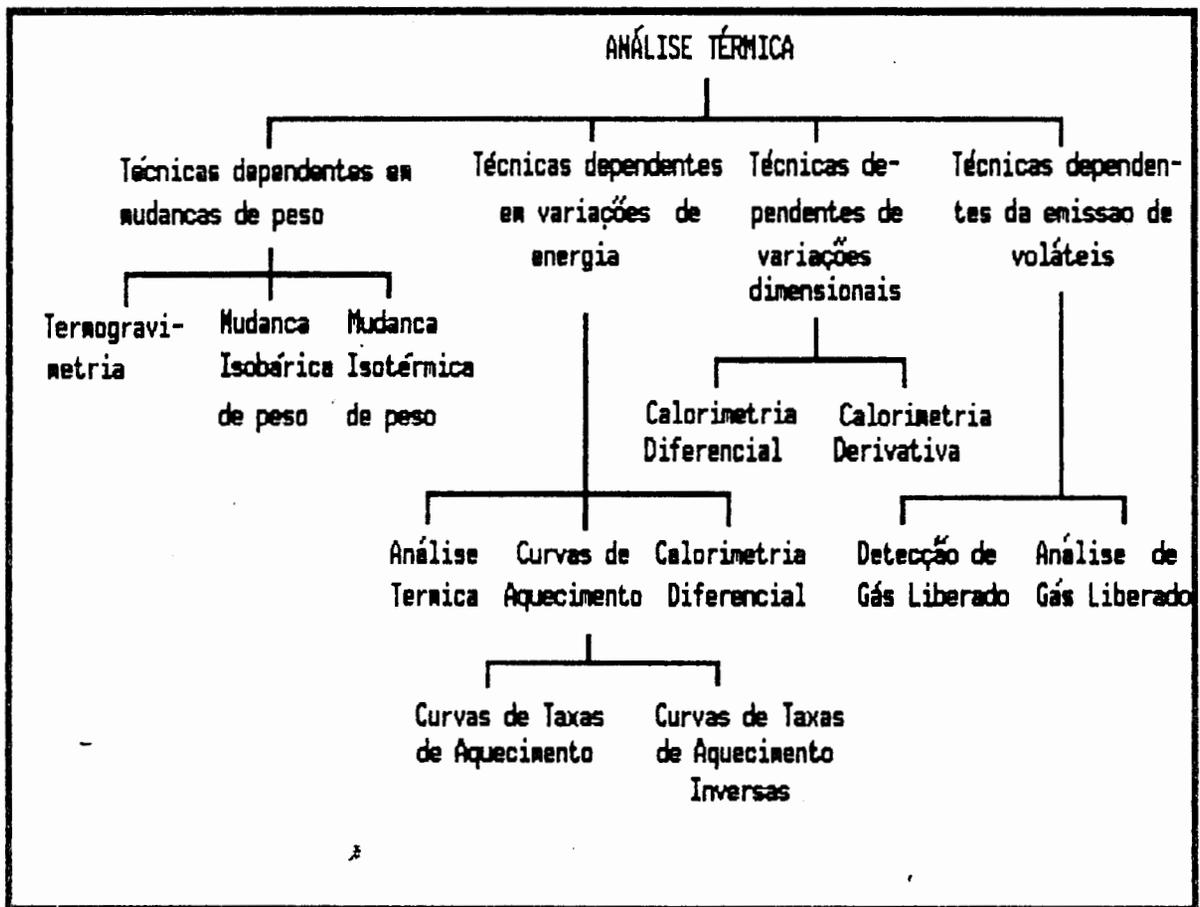


Fig.3 - Técnicas termoanalíticas, segundo Mackenzie!<sup>1</sup>

para relacionar eventos térmicos mostrados na curva de resfriamento ( mudanças de inflexão, patamar, etc...) com a composição química, fases presentes, propriedades mecânicas e probabilidade de presença de defeitos, principalmente.

A curva de resfriamento pode ser registrada com um equipamento relativamente simples:

um termopar com fios de compensação, um molde e um registrador potenciométrico (fig. 1 ); a fig.2 mostra diversas curvas de resfriamento, correspondentes a composições químicas diferentes e respectivo diagrama de equilíbrio.

A interpretação das curvas de resfriamento, entretanto, não é tão simples, uma vez que existem muitos fatores envolvidos no processo e em certos casos, esta técnica não é suficientemente sensível para detectar pequenas flutuações dos eventos térmicos.

Desta maneira, derivaram-se diversas técnicas, fundamentadas no registro e processamento dos dados relativos à curva de resfriamento: Curva de Taxa Inversa (Inverse Cooling Rate ), Curva de Resfriamento Derivada (Derived Cooling Curve) e a Análise Térmica Diferencial (Differential Thermal Analysis). A fig. 3 mostra um quadro resumido das técnicas termoanalíticas mais conhecidas.

Como pode ser visto, utilizam-se variações de peso, energia, dimensões e gases (voláteis) liberados durante um teste padronizado, como fonte primária de dados. Estes dados são posteriormente analisados por métodos absolutos ou diferenciais, dependendo da sensibilidade que se necessita e a finalidade do teste (detectar mecanismos de reações, pontos de inflexão, etc...).

No caso de técnicas dependentes da variação de energia, que é o que interessa ao presente trabalho, os eventos podem ser analisados mediante Análise Térmica Diferencial (ATD), Curvas de Aquecimento e Calorimetria Diferencial; a técnica da análise de Curvas de Aquecimento (ou Resfriamento) pode mostrar-se ineficiente em transformações que ocorram já no estado sólido, por exemplo, e os pontos onde ocorrem estas transformações, por consequência, sejam difíceis de determinar ( já que estas transformações podem envolver quantidades muito pequenas de energia). Assim, técnicas mais refinadas podem ser necessárias

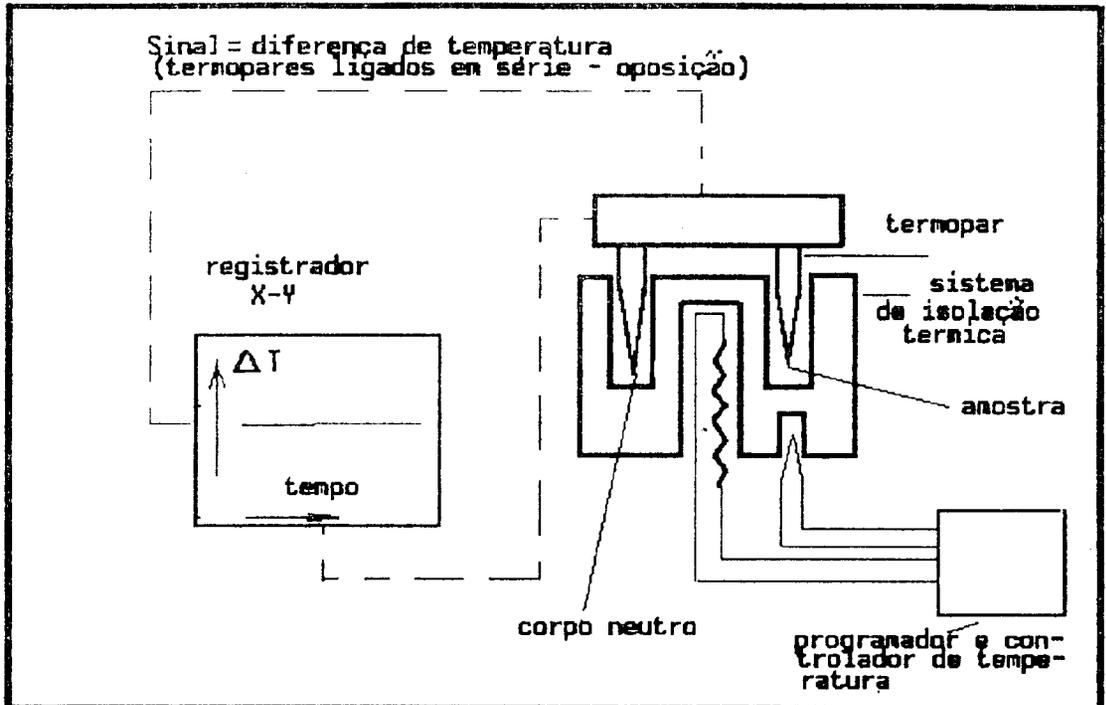


Fig. 4 - Equipamento básico para ATD.

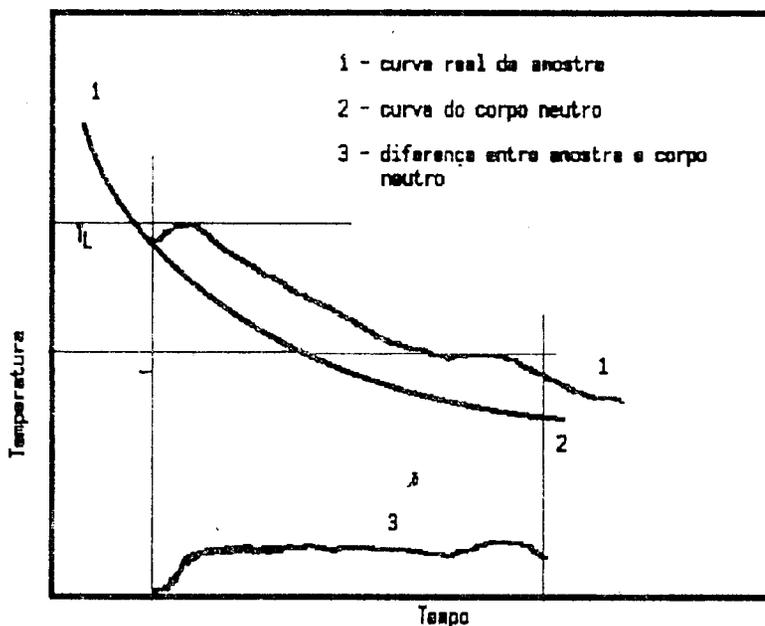


Fig 5 - Resultado de um ensaio de ATD. (1) curva real de resfriamento; (2) curva referente a "corpo neutro" (sem transformação de fase); (3) diferença entre (1) e (2), cuja integração leva ao calor de formação das fases e conseqüentemente à percentagem das fases presentes.

e, como consequência, surgiram variantes da técnica da análise da curva de resfriamento :  
a) curva de resfriamento derivada e b) curva de taxa inversa.

Uma desvantagem destes dois métodos, porém, está associada ao fato de que se os pontos originais da curva de resfriamento possuírem ruído apreciável, este também será amplificado

pelo cálculo da primeira derivada, operação matemática contida em ambas técnicas. Uma solução é realizar uma operação de filtragem via software (este processamento dos dados depois de obtida a curva de resfriamento básica, é hoje grandemente facilitada pelos meios computacionais que se dispõem).

A Análise Térmica Diferencial (ATD), também é uma das técnicas associada à mudanças energéticas; na ATD, dois corpos ( a amostra em estudo e uma amostra “neutra”) são submetidos a um mesmo ciclo térmico, e o procedimento básico consiste em registrar a diferença de temperatura entre a amostra e este corpo neutro ( que não sofre transformação de fase), numa faixa de temperatura de interesse; assim, sempre que a amostra sofrer transformações de fase, por exemplo, a curva de diferença da temperatura sofrerá variações que podem ser abruptas ou até mesmo surgir na forma de um pico. A fig. 4 mostra o esquema de um equipamento básico para ATD e a fig. 5 mostra um possível resultado obtido com este tipo de equipamento.

Devido à sua sensibilidade e precisão, a ATD tem sido usada nos mais variados campos de pesquisa: de materiais orgânicos de baixo ponto de fusão aos modernos materiais cerâmicos.

O Calorímetro Diferencial é utilizado, normalmente, para avaliar processos relativamente lentos; o sistema consiste basicamente em dois calorímetros idênticos, colocados no interior de um bloco de cobre, que por sua vez é colocado dentro de um banho termostático. Do ponto de vista industrial, este processo não atrai muito interesse porque possui limitações quanto ao tamanho da amostra, necessidade de corpo neutro, taxas de aquecimento/resfriamento pequenas, etc...

O advento dos microprocessadores e conseqüentemente dos microcomputadores permitiu que se abrisse um novo capítulo dentro da Análise Térmica e em especial na ATD; em 1979,

Marinček<sup>2</sup> um modelo contendo uma série de cálculos (item 3.2), baseados no fato da curva correspondente ao corpo “neutro” ser gerada pelo próprio computador, a partir de pontos experimentais retirados da curva de resfriamento da amostra, antes da temperatura atingir a temperatura liquidus (fig. 5).

### 1.1.2 - Os ferros fundidos e a Análise Térmica

A tabela 1 mostra alguns fatos importantes na evolução da Análise Térmica. As ligas de ferro já eram conhecidas na pré-história; na Bélgica (1400), obteve-se pela primeira vez o ferro-gusa em altos-fornos rudimentares, o que resultou na produção de ferros fundidos. Vários tipos de peças começaram a ser produzidas na Europa, principalmente na Inglaterra. Entretanto, a evolução da tecnologia de fabricação estava vinculada ao desenvolvimento de materiais e processos e moldagem.

No início do século XX foram realizadas muitas tentativas de determinar o diagrama de equilíbrio dos sistema Fe-C; na década de 20 já era de conhecimento o fato de que as propriedades dos ferros fundidos dependiam da composição química e do Carbono Equivalente (CE). Em 1929, Kracek<sup>3</sup> realizou a primeira utilização quantitativa da Análise Térmica, estudando o polimorfismo do sulfato de sódio. Nesta ocasião, já eram conhecidos os ferros fundidos brancos e os cinzentos e já havia sido formulada a hipótese de que a grafita nos ferros fundidos cinzentos seria proveniente da decomposição da cementita. Já havia na época, também, os que acreditavam que a grafita formava-se a partir do metal líquido, sem que houvessem, entretanto, experimentos ou evidências que comprovassem a existência do mecanismo (para uma melhor compreensão do texto, a tabela 2 mostra os tipos de ferros fundidos):

A evolução do conhecimento relativo à solidificação dos ferros fundidos cinzentos evoluiu muito a partir da década de 40, com o surgimento de técnicas de avaliação mais sofisticadas: o

desenvolvimento da Análise Térmica e o resfriamento brusco da amostra durante a solidificação . Estas técnicas possibilitaram “congelar” a estrutura em determinado instante e obter informações importantes.

| ANO       | AUTOR         | DESCRIÇÃO  |
|-----------|---------------|--|
| 1822      | Seebeck       | Efeito Seebeck - surgimento do termopar  |
| 1826      | Becquerel     | Termopar para altas temperaturas (Pt e paládio )   |
| 1828      | Princep       | Termômetro a ar  |
| 1836      | Pouillet      | Termopar Fe-Pt   |
| 1892      | Le Chatelier  | Uso da pirometria na Mineralogia; registro de curva de aquecimento com uma placa fotográfica e galvanômetro de espelho                                       |
| 1899      | Robert-Austen | Método diferencial: Medição de diferença de temperatura entre amostra e corpo inerte   |
| 1900      |               | Conhecimentos elementares de diagramas de equilíbrio de 2 elementos químicos e primeiras equações para quantificar o “grau de saturação” dos ferros fundidos |
| 1904      | Le Chatelier  | Registro de diferença de temperatura diretamente numa placa fotográfica  |
| 1905      | Tammann       | Usou pela primeira vez o termo “Análise Térmica”; realizou análise térmica de materiais orgânicos e metais   |
| 1920/1930 |               | Conhecimento de que as propriedades dos ferros fundidos dependiam da composição química e do carbono equivalente   |
| 1929      | Kracek        | Primeira utilização quantitativa da Análise Térmica - estudou o polimorfismo do sulfato de sódio   |
| 1942      | Sillers       | Termistor  |
| 1944      |               | Primeiro livro dedicado à ATD - Rússia   |
| 1945      |               | Análise Térmica de ferros fundidos nos EUA   |

| ANO  | AUTOR | DESCRIÇÃO  |
|------|-------|--|
| 1950 |       | Primeiros trabalhos do BCIRA - A.T. via "copinhos" confeccionados por "shell-moulding"   |
| 1955 |       | Registradores potenciométricos tornam-se produto comercial   |
| 1960 |       | Introdução dos "copinhos" nas fundições  |
| 1970 |       | Instrumentos digitais e microcomputadores disponíveis comercialmente   |
| 1972 | Rabus | Calorímetro tecnológico - para prever propriedades mecânicas, composição, % de fases, nodularidade, etc... , a partir da curva de resfriamento |

Tabela 1

|                           |  |
|---------------------------|--|
| Ferro fundido branco      | O carbono presente na liga encontra-se na forma de cementita ou outros carbonetos metálicos; a sequência de solidificação e a microestrutura podem ser obtidas via diagrama de equilíbrio metaestável (Fe-Fe <sub>3</sub> C);  |
| Ferro fundido cinzento    | As fases formadas na solidificação são austenita e grafita, segundo o diagrama de equilíbrio estável; nestas ligas a grafita apresenta-se na forma de veios, sendo necessário distinguir os teores de carbono grafítico e carbono combinado, cuja soma fornece o teor total de carbono.  |
| Ferro fundido mesclado    | A solidificação resulta na formação de áreas de ferro fundido branco e ferro fundido cinzento, devido ao fato de que a solidificação ocorre parcialmente segundo o diagrama estável e <sup>met</sup> coarçialmente segundo o diagrama metaestável.   |
| ferro fundido modular     | A grafita apresenta-se na forma de nódulos ou esferóides no estado bruto de fusão, como consequência da adição de certos elementos químicos ou condições particulares de fabricação, que modificam a forma de crescimento da grafita; neste caso a grafita não ocorre em veios como nos ferros fundidos cinzentos.   |
| Ferro fundido maleável    | Solidificam como ferros fundidos brancos, sendo posteriormente submetidos a tratamento térmico (maleabilização), onde a cementita decompõe em grafita e austenita, dando origem aos chamados ferros fundidos de núcleo preto ou americano, ou é removida parcialmente por oxidação, com a formação de alguma grafita, sendo então chamado de ferro maleável de núcleo branco ou europeu. |
| ferro fundido vermicular  | Estrutura chamada grafita vermicular, obtida no estado bruto de fusão através da adição de elementos de liga .   |
| ferros fundidos especiais | São os que possuem porcentagens consideráveis de elementos de liga para proporcionar a obtenção de determinadas propriedades específicas.  |

Tabela 2

Ferros fundidos maleáveis, entretanto, apresentavam propriedades mecânicas superiores às dos ferros fundidos cinzentos; esta qualidade era conferida pela presença de aglomerados de grafita, denominados “nódulos” (obtidos a partir de tratamentos térmicos efetuados em ferros fundidos brancos). A partir de então, procurou-se desenvolver ferros fundidos que possuissem grafita compacta no próprio estado bruto de fusão, evitando-se, desta maneira, os longos ciclos de tratamento térmico.

A comunicação oficial da descoberta dos ferros fundidos nodulares foi efetuada em 1948, durante a reunião anual da American Foundry Society (Filadélfia), por Henton Morrogh, da British Cast Iron Research Association (BCIRA); desde 1940 os pesquisadores da BCIRA estavam trabalhando com esse objetivo. O processo baseava-se na adição de Cério, pouco antes do vazamento, a banhos de ferro fundido de baixo teor de enxôfre, procedendo-se, ainda, a inoculação com compostos grafitizantes.

O sistema Fe-C apresenta dois eutéticos resultantes de dois equilíbrios: um estável ( $T_E$ ) e outro metaestável ( $T_{EM}$ ), mostrados na fig. 6.

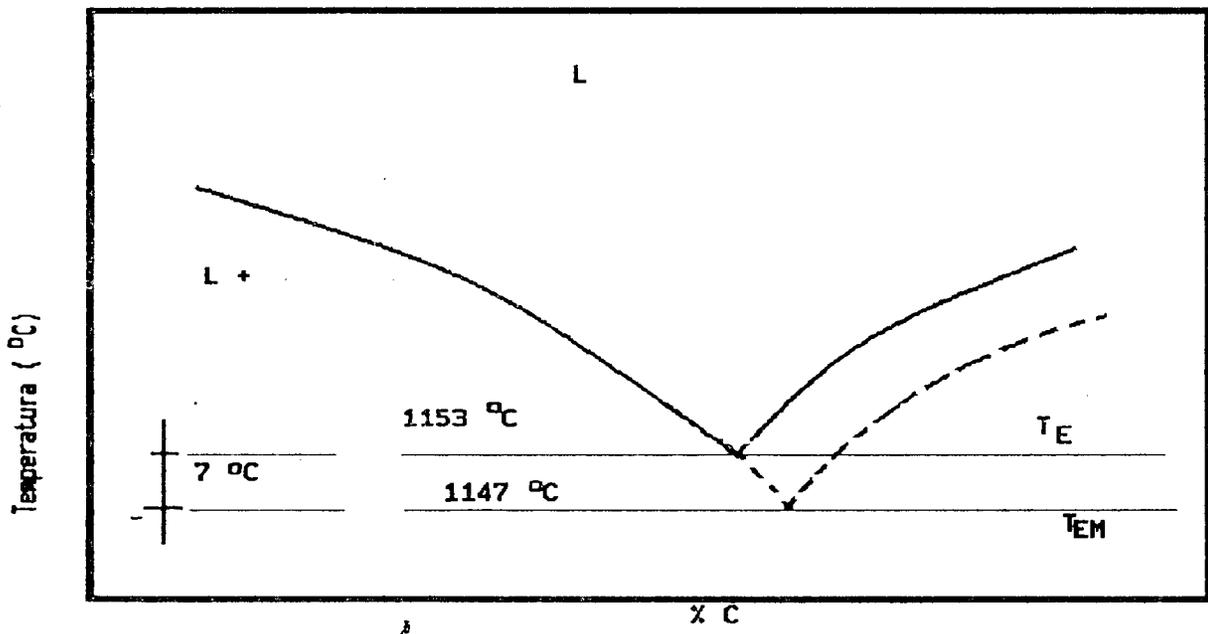


Fig. 6 - Detalhe do diagrama de equilíbrio Fe-C na região do ponto eutético.

deste processo de controle de temperatura tinha a intenção de ajudar a produzir fundidos de melhor qualidade. Em termos industriais, a Análise Térmica foi implantada em 1966 (aços), nos EUA e posteriormente na Alemanha; o método mostrou-se confiável para aços com percentagem de  $C$  variando de 0,20 a 0,80%. O sistema, entretanto, precisava ser calibrado antes de cada medida, para avaliar a presença de outros elementos de liga e o efeito por eles produzido, normalmente diminuição da temperatura liquidus. Para aços de baixo carbono, os resultados obtidos não foram muito precisos.

### 1.1.3 - Ligas não ferrosas e a Análise Térmica

As indústrias que operavam com ligas de cobre passaram a mostrar interesse na Análise Térmica, na tentativa de determinar corretamente a quantidade de  $Al$ , em ligas binárias ou mais complexas, como o caso de bronzes ao  $Al$ , bem como na tentativa de determinar a quantidade de  $Zn$  em certos latões.

A utilização da Análise Térmica para testar a composição química de ligas à base de  $Al$  mostrou uma grande dificuldade: a influência dos elementos de liga na curva de resfriamento;

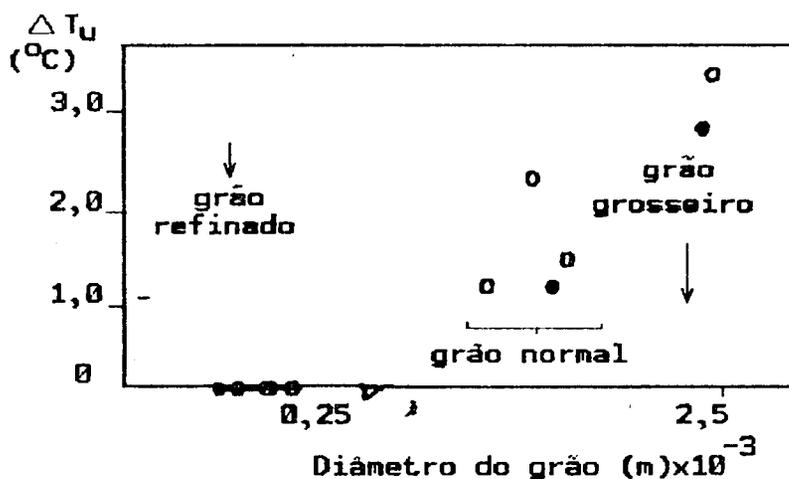


Fig. 10 - Super-resfriamento versus diâmetro real de grão para ligas à base de  $Mg$ . Refinado = círculo preto;  $Cl_2$  = círculo branco;  $C$  = quadrado.

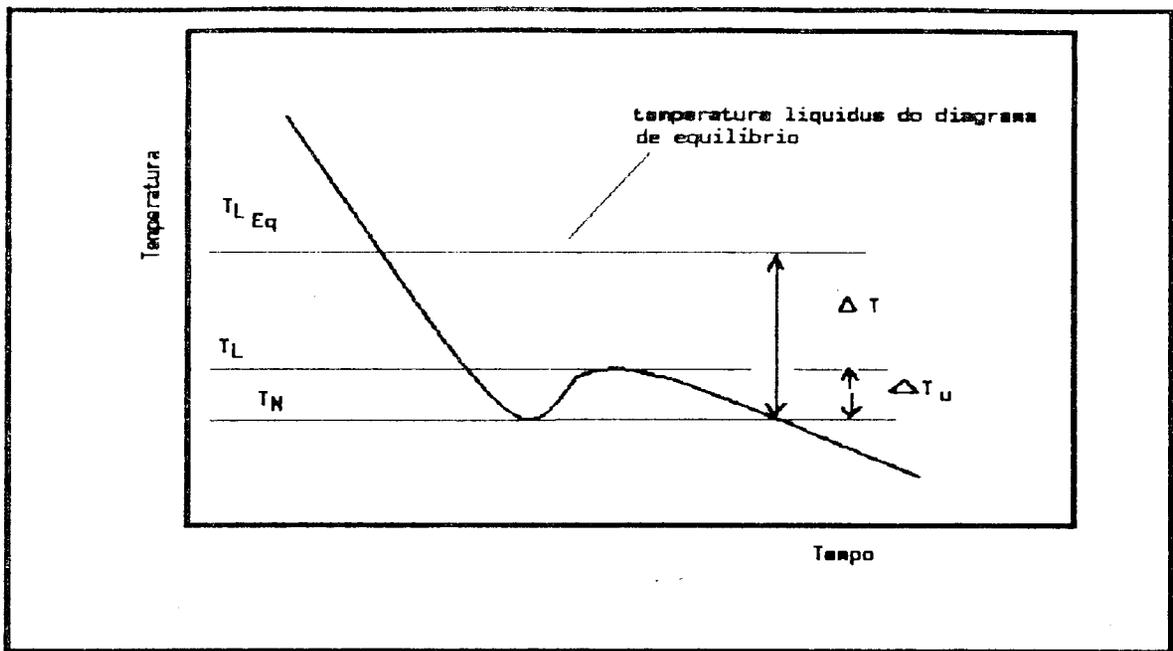


Fig. 11 - Curva de resfriamento mostrando os parâmetros associados ao superesfriamento.  $T_{LEq}$  = temperatura liquidus de equilíbrio;  $T_L$  = temperatura liquidus;  $T_N$  = temperatura de nucleação;  $\Delta T$  = superesfriamento total;  $\Delta T_u$  = superesfriamento medido diretamente na curva.

tentativas foram realizadas no sentido de determinar precisamente a quantidade de Mg ( que pode ser reduzido durante a operação de fundição porque volatiliza), uma vez que este elemento afeta decisivamente as propriedades mecânicas e tratamentos térmicos dos fundidos.

Kurfman<sup>5</sup>, em 1961, publicou um trabalho que viria a ser uma referência obrigatória dentro da Análise Térmica: relacionou TG (tamanho de grão) com superesfriamento e superesfriamento com percentagem de soluto, para diversas ligas à base de Mg e ligas à base de Al. Quatro tipos de tratamentos de refino de grão foram realizados em ligas à base de Mg. Segundo o autor, em todos os casos estudados o superesfriamento desapareceu quando um determinado nível de refino foi atingido, como mostra a fig. 10.

Este fato tão importante para o conhecimento dos fenômenos ligados à solidificação tem sido mal interpretado, às vezes, porque não existe unanimidade em relação à nomenclatura empregada. Os valores apresentados para o superesfriamento supõem que o mesmo seja a

diferença entre o menor valor associado ao este superesfriamento e o valor máximo de temperatura associado à recalescência ( $\Delta T_u$  na fig. 11 - um grande número de autores considera o superesfriamento como sendo  $\Delta T$ , ou seja a diferença entre  $T_{LEq} - T_N$ ).

Kurfman apresentou, também, uma série de resultados relacionando superesfriamento versus a % de soluto, para diversos elementos químicos sendo usados como soluto, como

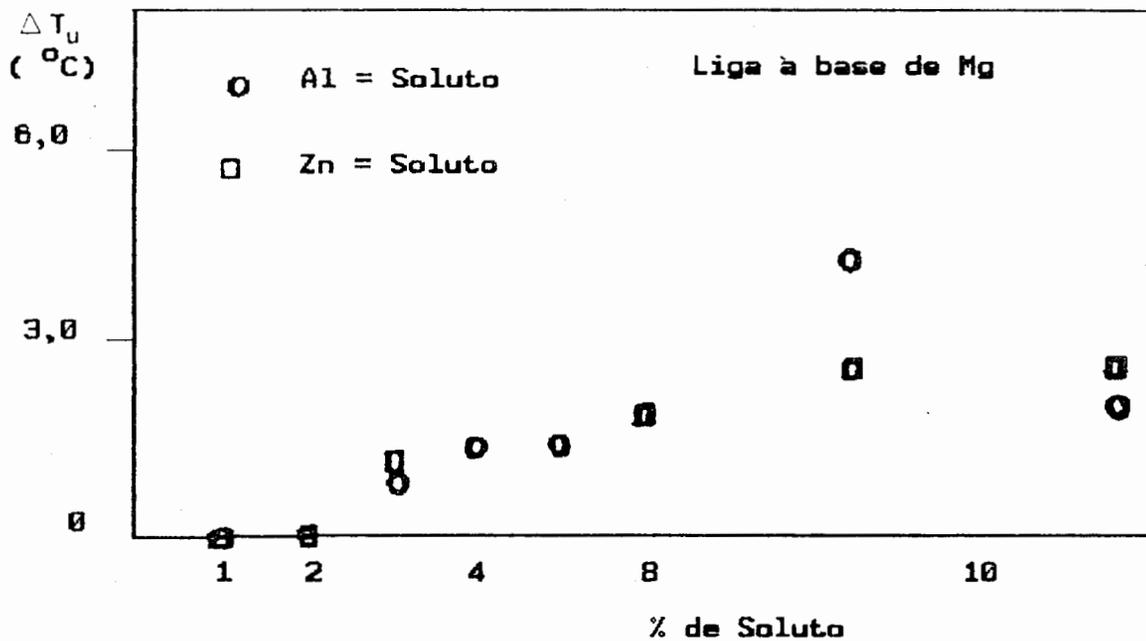


Fig. 12 - Superesfriamento versus percentagem de soluto, para ligas à base de *Al*.

mostra a figura 12 (liga-base *Al*).

Verifica-se que o superesfriamento atingiu valor nulo quando o teor de soluto foi menor do que 2%; para valores de soluto maiores do que 2%, o superesfriamento cresce com o teor de soluto até que seja atingido um “patamar” no caso do *Zn*. No caso do *Al* sendo usado como soluto a curva passa por um máximo por volta de 9,5%. Os experimentos desenvolvidos por Kurfman foram realizados em cadinhos de *Fe* ( $20\text{ cm}^3$  de capacidade), o que significa amostras de 30-35 g para ligas à base de *Mg*, e o termopar usado foi do tipo J (fios protegidos dentro de tubos de vidro).

## 1.2 - Objetivos deste trabalho

Os objetivos principais deste trabalho são:

a) Desenvolvimento de um sistema de aquisição e processamento de dados referentes à curva de resfriamento de metais puros e ligas durante a solidificação (mudança de fases).

b) Aplicação deste sistema ao estudo da solidificação de ligas *Al7Si* ;

c) desenvolvimento de um software para controle de uma máquina de injeção para as ligas estudadas (com garantia de Qualidade - ou seja, a partir da determinação de certos parâmetros determinados a partir da curva de resfriamento, a peça será aceita ou rejeitada);

d) montagem de um protótipo de uma máquina para injeção a baixa pressão.

e) utilizando (a), (b), (c) e (d) pretende-se simular em laboratório um processo de produção de peças fundidas com Garantia de Qualidade assegurada.

## Capítulo 2

### Transferência de Calor na Análise Térmica

#### 2.1 - Introdução

O grande problema da solidificação está associado à remoção do calor latente e sua consequente transferência para o meio ambiente; as equações que descrevem o campo de fluxo térmico são complexas e, portanto, uma série de simplificações são normalmente utilizadas para que possam ser usadas soluções matemáticas fáceis de manipular. Como a temperatura muda continuamente ( com exceção dos patamares característicos de certas transformações de fase ) com o tempo, à medida que o corpo resfria, o fluxo de calor do sistema para o meio deve ser analisado por métodos não-estacionários, característicos de sistemas dependentes do tempo.

Uma geometria específica deve ser assumida (bem como condições de contorno peculiares), para que possa ser especificada uma solução; estas soluções normalmente são idealizadas, para facilitar o procedimento. Soluções analíticas são utilizadas geralmente para sistemas simples, enquanto complicados modelos numéricos podem ser usados para descrever

situações complexas, de particular interesse.

As três leis básicas de extração de calor - condução, convecção e radiação, são baseadas em três leis - Fourier, Newton e Stefan-Boltzman, respectivamente.

-para a condução:

$$q = -kA \nabla T \quad (2)$$

-para a convecção:

$$q = hA \Delta T \quad (3)$$

-para a radiação:

$$q = \sigma \epsilon A (T_1^4 - T_2^4) \quad (4)$$

onde  $\sigma$  é a constante de Stefan-Boltzmann,  $\epsilon$  é a emissividade,  $T_1$  é a temperatura do corpo radiante e  $T_0$  é a temperatura do meio ambiente.

## 2.2 - O Modelo de Fourier

A solução para o estado não-estacionário de fluxo de calor é dada pela equação de Fourier:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \nabla^2 T \quad (5)$$

onde  $\alpha$  é a difusividade térmica; para uma dimensão, a equação pode ser escrita :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (6)$$

Schwarz<sup>5</sup> complementou, com seu trabalho, as soluções matemática empregadas por diversos autores (Newmann, Saito, Lighfoot, Grober,...) para a equação de Fourier e conseguiu estabelecer um formulismo completo e coerente, direcionado à solução dos problemas térmicos de solidificação de lingotes; o modelo matemático de Schwarz pressupõe:

- a. interface metal-molde plana;
- b. tanto o metal como a lingoteira são semi-infinitos numa direção; nas demais direções não existe contato entre metal e lingoteira;
- c. no instante de tempo  $t = 0$ , a temperatura dentro da massa líquida - em todos os seus pontos, é  $T = T_v$  ( $T_v$  = temperatura de vazamento) e no molde  $T = T_o$  ( $T_o$  = temperatura ambiente);
- d. não existe nenhuma outra reação exotérmica dentro da massa líquida ou entre ela e as paredes da lingoteira, a não ser o calor latente de fusão;
- e. não existe fluxo de massa;
- f. as constantes térmicas dos materiais são constantes em função da temperatura;
- g. o contato metal-molde é perfeito ( $h_i = \infty$ ), não havendo, portanto, queda de temperatura na interface metal-molde;

A solução proposta por Schwarz<sup>6</sup> para a eq. de Fourier é:

$$T_{n(x,t)} = A_n + B_n \operatorname{erf} \left( \frac{x}{2\sqrt{a_n t}} \right) \quad (7)$$

Normalmente, adota-se  $n = 1$  para o molde,  $n = 2$  para o sólido e  $n = 3$  para o líquido (portanto, a eq.7 permite prever a temperatura em qualquer instante de tempo em qualquer ponto do molde, do metal líquido ou do metal solidificado). Uma solução matemática que leva em conta a resistência térmica da interface metal-molde pode ser encontrada em Garcia<sup>7</sup>.

O fluxo de calor em qualquer ponto do sólido (semi-infinito) é proporcional ao gradiente de temperatura, que é obtido diferenciando a eq.7; para o caso unidimensional resulta :

$$\frac{\partial T}{\partial x} = \frac{(T_v - T_o)}{\sqrt{\pi \alpha t} \exp\left(\frac{-x^2}{4\alpha t}\right)} \quad (8)$$

O fluxo de calor é obtido combinando as expressões (2) e (8):

$$q_o = kA (T_o - T_v) \sqrt{\pi \alpha t} \quad (9)$$

e, integrando-se a eq. 9 tem-se o fluxo total de calor na superfície:

$$Q_o = \int_0^t q_o dt = -2 [2kA (T_v - T_o) \sqrt{\pi \alpha}] t^{1/2} \quad (10)$$

Soluções numéricas aplicadas à equação de Fourier para placas, cilindros e outras geometrias de interesse da engenharia têm sido publicadas na forma de tabelas e gráficos. Estas soluções tornam-se mais fáceis de usar se apresentadas na forma de relações entre variáveis adimensionais, como por exemplo:

a) Temperatura Relativa (Y),  $\frac{(T - T_o)}{(T_i - T_o)}$  (11)

b) Tempo Relativo (X),  $\alpha \frac{t}{R_c^2}$  (12)

$$c) \text{ Posição Relativa (N), } \frac{R}{R_c} \quad (13)$$

$$d) \text{ Resistência Superficial Relativa (M), } \frac{k}{h R_c} \quad (14)$$

onde  $R_c$  é a distância do centro até a superfície ( metade da espessura das placas ou raio de cilindros ou esferas ),  $R$  é a distância ao centro, e  $\alpha$  a difusividade térmica é  $k/c_p \rho$ .

### 2.3 - O modelo Newtoniano

O aquecimento e o resfriamento de materiais bons condutores, como os metais, são controlados primariamente pelas condições que afetam a transferência de calor da superfície para as vizinhanças ( o comportamento real de muitos objetos permite desprezar o efeito da resistência interna do corpo ao fluxo do calor). Assim, a taxa de condução de calor para a superfície do corpo num determinado instante de tempo pode ser escrita:

$$Q = - V \rho c_p \frac{dT}{dt} \quad (15)$$

e a taxa de fluxo de calor da superfície para as vizinhanças é dada por :

$$Q = h A (T - T_o) \quad (3)$$

onde  $T_o$  é a temperatura final do corpo, quando  $t \rightarrow \infty$ .

Combinando (15) e (3) e isolando  $dT/dt$  :

$$\frac{dT}{dt} = \frac{hA}{V\rho c_p} (T - T_o) \quad (16)$$

Integrando a equação (4), tem-se :

$$\ln \frac{T - T_o}{T_i - T_o} = \frac{hA}{V\rho c_p} t \quad (17)$$

onde  $T_i$  é a temperatura inicial do corpo ( antes do começo do resfriamento ).

A maioria dos autores e/ou equipamentos associados à ATD - que determinam, entre outros aspectos, a percentagem das fases presentes no fundido, utiliza uma curva teórica para o chamado **corpo neutro** , baseada no **modelo newtoniano**, devido à sua simplicidade. É de particular interesse descrever a Lei de Newton através das variáveis adimensionais introduzidas a partir de soluções numéricas aplicadas à eq. de Fourier; assim, a equação newtoniana (17) pode ser escrita:

$$\log(Y) = -\frac{A R_c}{V} \cdot \frac{1}{m} (X) \quad (18)$$

é possível demonstrar que  $A.R_c/V = 1$  para placas, 2 para cilindros infinitos e 3 para esferas.

Assim, diferenciando a eq. (18), obtem-se :

$$\frac{\partial \log(Y)}{\partial X} = -\frac{1}{2,3M} \quad \text{para placas} \quad (19a)$$

$$= -\frac{2}{2,3M} \quad \text{para cilindros} \quad (19b)$$

$$= -\frac{3}{2,3M} \quad \text{para esferas} \quad (19c)$$

O termo  $\frac{\partial \log(Y)}{\partial X}$  é chamado constante de Newton da eq. de Fourier.

## Capítulo 3

### Principais trabalhos sobre Análise Térmica e ATD

#### 3.1 - Wlodawer e Rabus<sup>7</sup> (1971)

Os autores comprovaram que :

a) - as curvas de resfriamento sozinhas não dão todas as informações com a precisão necessária ( $T_E$ , tempo de “patamar”, quantidade de fases presentes, etc...);

b) - a primeira derivada de uma curva de resfriamento facilita a determinação dos pontos de inflexão;

c) - a integração da diferença entre curva real e curva correspondente a um corpo neutro leva aos valores de energia associados às transformações ( e conseqüentemente às percentagens das fases presentes);

Baseados nestes fatos, Wlodawer e Rabus<sup>7</sup> seguiram o seguinte procedimento:

a) Dados obtidos diretamente da curva de resfriamento:

$$T = ( T, t ) \quad (20)$$

b) Diferenciação da curva T ;

$$T' = \frac{dT}{dt} \quad (21)$$

c) Segunda diferenciação da curva T :

$$T'' = \frac{\partial^2 T}{\partial t^2} \quad (22)$$

d) Escolha da curva diferencial, sem transformação de fase (previamente calculada e jogada na memória do computador):

$$T_o' = \frac{\partial T_o}{\partial t} \quad (23)$$

e) Cálculo da diferença entre as curvas (a) e (b) - chamada de curva de transformação das fases :

$$P = T' - T_o' \quad (24)$$

f) Integração das áreas ; cálculo do calor de formação das fases e que permite determinar a porcentagem das fases presentes:

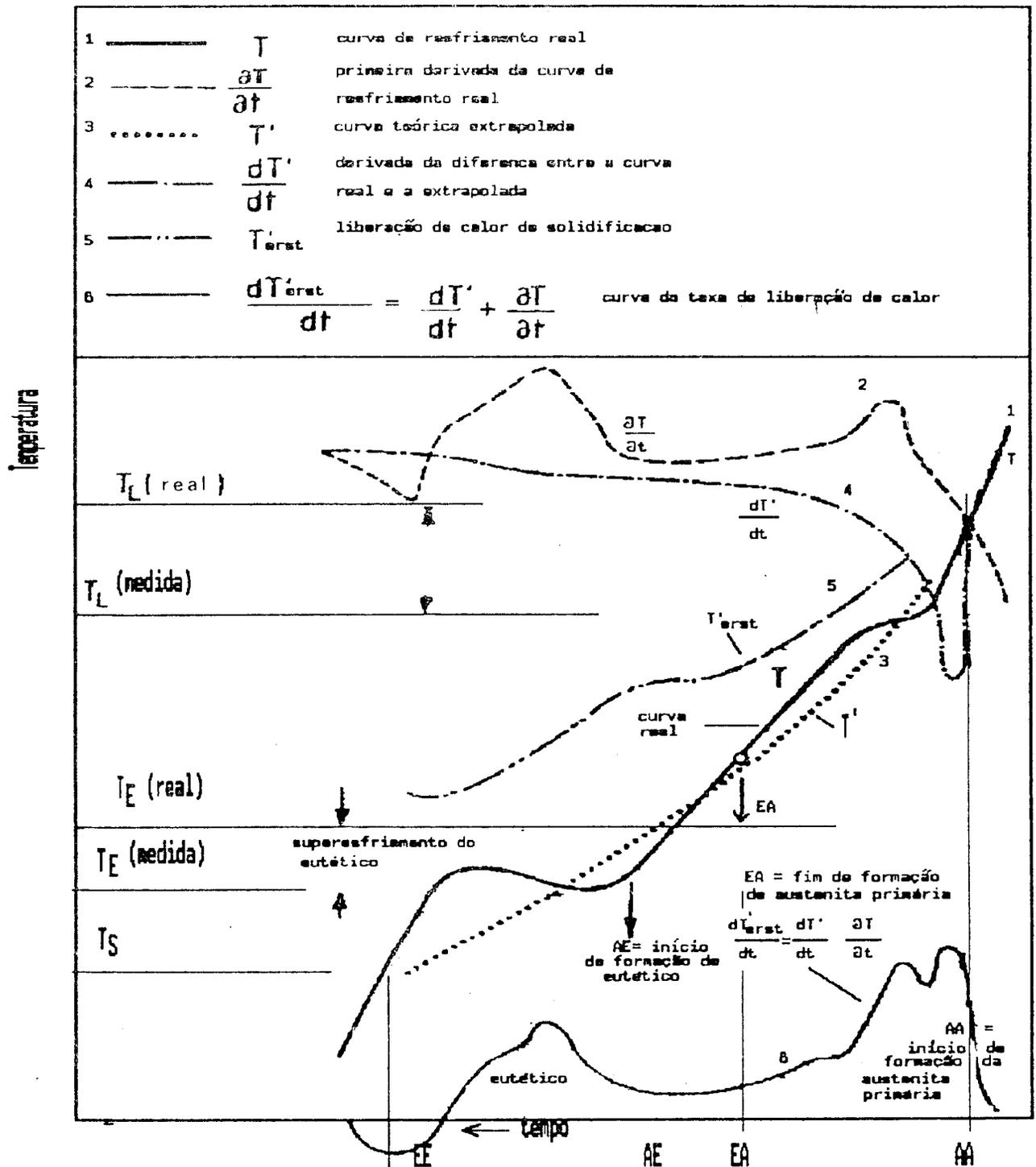


Fig. 13- Curva de resfriamento real, primeira derivada, curva teórica extrapolada, derivada da diferença entre curvas real e extrapolada, curva do calor de solidificação e curva de taxa de liberação de calor.

Aplicando estas idéias, obtiveram resultados do tipo mostrado na fig. 13, onde a curva de resfriamento, obtida a partir de um termopar ( como na fig. 1) está representada por uma linha cheia ,  $T(t)$ , que apresenta os pontos normais de inflexão característicos de transformações de fase. A partir dos primeiros instantes da curva  $T(t)$ , ou seja, antes de ocorrer a primeira transformação de fase, um software armazenado na memória do microcomputador extrapola uma curva teórica  $T_0'$ , correspondente a um corpo neutro (sem transformação de fase).

No instante em que o ensaio é finalizado, são calculadas a primeira  $T'(t)$  e a segunda derivadas  $T''(t)$  da curva de resfriamento  $T(t)$ , bem como a primeira derivada  $T_0'$  da curva teórica; é calculada, então, a diferença entre as duas primeiras derivadas (primeira derivada da curva de resfriamento real e primeira derivada da curva teórica extrapolada), que os autores denominam de “curva de transformação das fases” - a integração desta diferença leva ao calor de formação das fases, que permite determinar a percentagem das fases presentes.

Detalhes :

- a) a partir de  $T$  pode-se obter o carbono equivalente;
- b) a segunda derivada nos dá a medida do grafite eutético antes do fim da solidificação, que é decisivo para minimização de microporosidades; bons valores situam-se na faixa de 0,200
- c) a liberação de calor latente está associada à formação de grafite eutético, que é decisivo na formação de rechupes. Bons valores situam-se na faixa de 250 J/g;
- d) grau de desoxidação : relação entre as áreas EA/ER ; no caso do ferro nodular eutético deve ficar entre 0,3 e 0,8 ( EA = porcentagem de eutético na estrutura inicial; ER = idem, na quantidade restante);

### 3.2 - Swedich Institute for Metal Research<sup>8</sup> (1977)

Os objetivos dos experimentos realizados foram :

a) determinação das temperaturas liquidus e solidus, temperatura de ocorrência de determinadas reações, porcentagem das fases presentes .

b) estabelecer uma correlação entre pontos singulares das curvas de resfriamento e as microestruturas dos aços estudados, mediante a técnica de “congelar” instantaneamente a reação de solidificação através do controle do processo chamado “rapid quenching”.

c) avaliar a influência da velocidade de resfriamento nas propriedades mecânicas e metalografias.

d) relacionar as microestruturas obtidas em laboratório com aquelas obtidas em lingotes industriais.

Os experimentos foram realizados em pequenos lingotes (35g) , solidificados em moldes cerâmicos, segundo a montagem experimental mostrada na fig. 14. O trabalho resultou num “Guia de Solidificação dos Aços”, que apresenta, portanto, informações técnicas importantes a respeito de aços comerciais ( curva de resfriamento, primeira derivada, microestrutura,...), como mostra a fig. 16.

A fig. 15 mostra mais detalhadamente a curva de resfriamento da amostra, taxa de resfriamento do forno e primeira derivada da curva de resfriamento, bem como detalha alguns pontos importantes, como por exemplo, o instante de começo de crescimento da fase primária, faixa de temperatura de crescimento das dendritas, etc... A diferença entre a curva de resfriamento da amostra e a curva do forno está associada ao calor correspondente às transformações de fase, que leva à porcentagem das fases presentes.

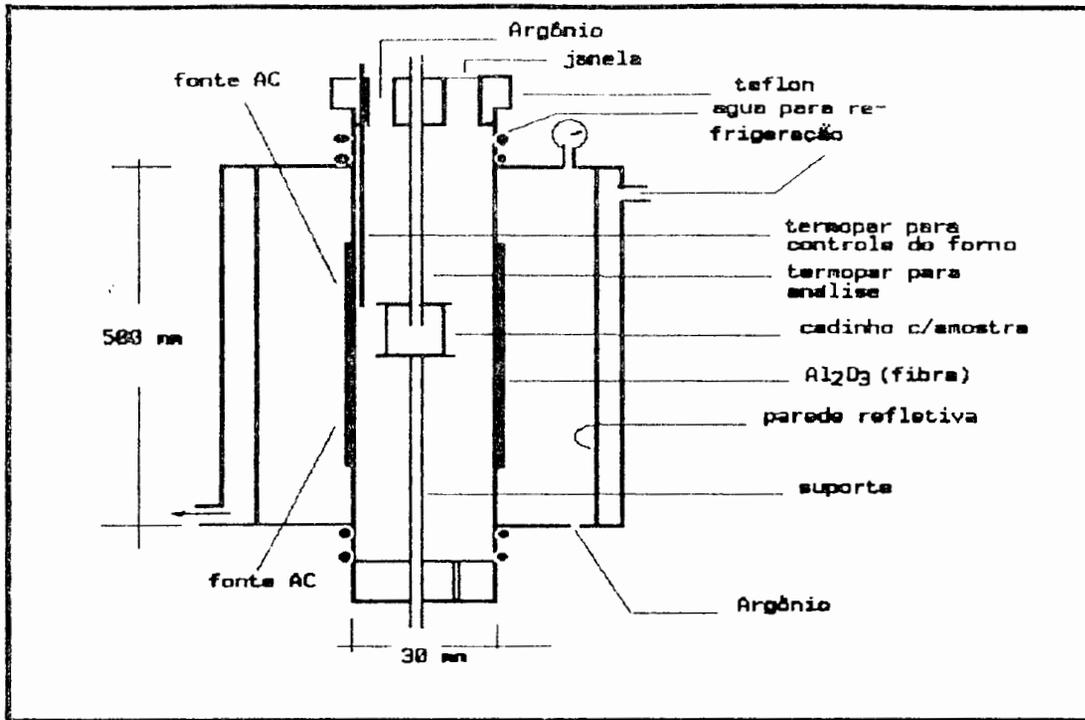


Fig. 14 - Montagem experimental (Sweedish Institute).

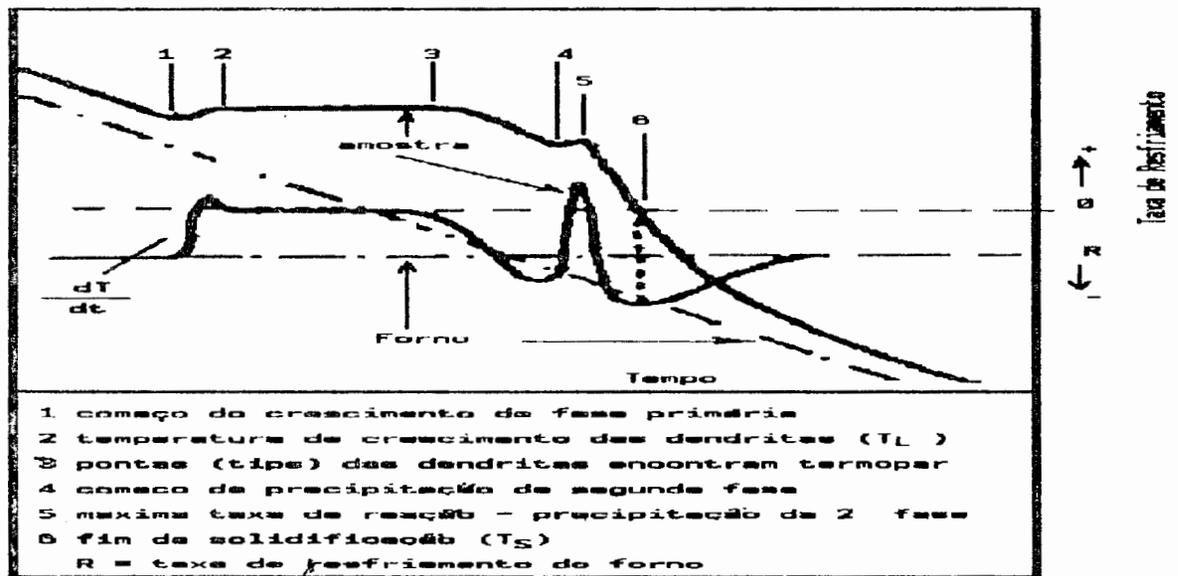
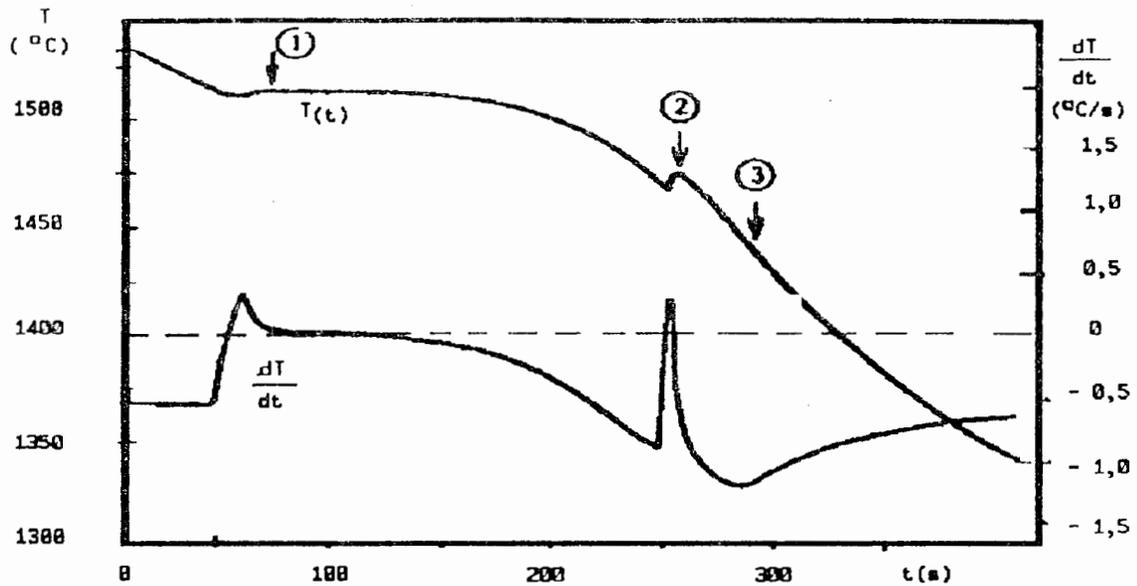


Fig. 15 - Taxa de resfriamento do forno, da amostra e primeira derivada (amostra).



|                                       | Taxa de Solidificação, R (°C/s) |      |      |
|---------------------------------------|---------------------------------|------|------|
|                                       | 2,8                             | 8,5  | 8,1  |
| Temp. liquidus - ferrita primária (1) | 1514                            | 1515 | 1514 |
| Temp. de formação - austenita (2)     | 1471                            | 1475 | 1477 |
| Temp. de Solidificação                | 1448                            | 1448 | 1488 |
| Faixa de Solidificação                | 75                              | 75   | 55   |
| Tempo de Solidificação                | 185                             | 230  | 788  |

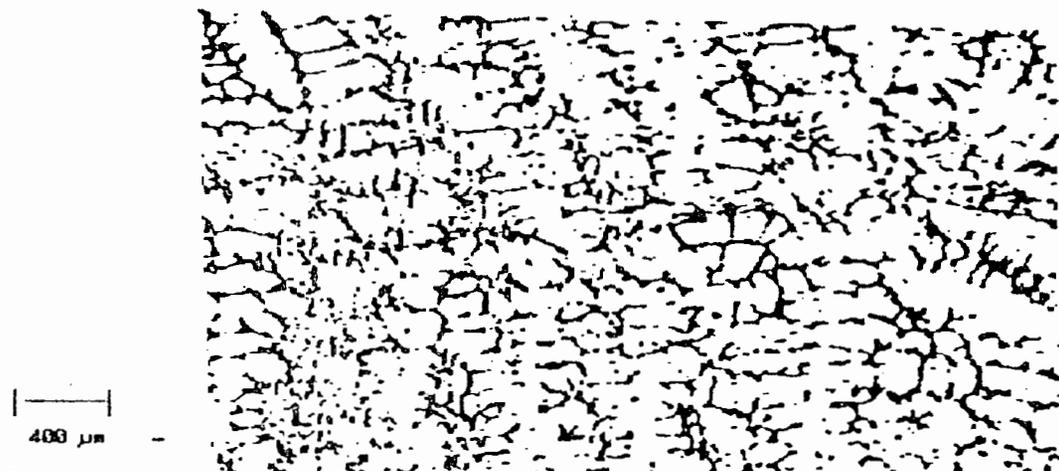


Fig. 16 - Curva de resfriamento  $T(t)$ , primeira derivada  $dT/dt$ , taxa de resfriamento do forno e demais dados associados à um aço comercial.

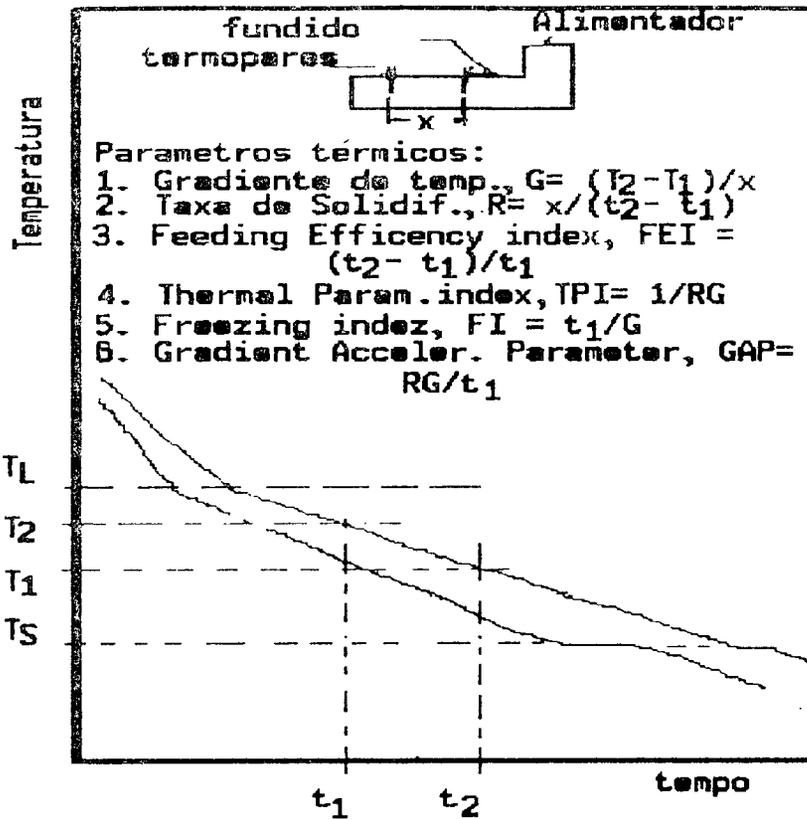


Fig. 17 - Curvas de resfriamento obtidas pelos termopares posicionados nos pontos 1 e 2.

### 3.3 - Pillai e Panathanathan<sup>9</sup> (1978)

Através da Análise Térmica, estes autores tentam introduzir novos conceitos de solidificação e correlacioná-los com a qualidade dos produtos obtidos. Estes parâmetros são obtidos a partir da medição de temperatura simultânea (fig. 17) em dois pontos diferentes (1 e 2) da amostra, o que resulta em duas curvas de resfriamento independentes mas que podem ser relacionadas. Os parâmetros analisados são:

$$1. \text{ Gradiente Térmico} = G = \frac{T_2 - T_1}{x} \quad (25)$$

$$2. \text{ Taxa de Solidificação } = R_1 = \frac{x}{t_2 - t_1} \quad (26)$$

$$3. \text{ "Feeding Efficiency Parameter" } = FEP = \frac{t_2 - t_1}{t_1} \quad (27)$$

$$4. \text{ "Thermal Parameter Index" } = TPI = \frac{t_1}{R_1 - G_1} \quad (28)$$

$$5. \text{ "Freezing Index" } = FI = \frac{t_1}{G_1} \quad (29)$$

$$6. \text{ "Gradient Acceleration Parameter" } = GAP = \frac{R_1 G_1}{t_1} \quad (30)$$

Segundo os autores, a melhor correlação com a tensão de ruptura foi conseguida com o parâmetro "gradient acceleration parameter" (c.c. = 0,63).

### 3.4 - Lampic e Orths<sup>10</sup> (1979)

O modelo de Lampic e Orths segue os seguintes passos:

a) Dados da curva de resfriamento T :

$$P = T - T_o \quad (31)$$

b) Extrapolação da curva de referência  $T_o$ , sem transformação de fase, a partir dos primeiros pontos da curva T, antes da temperatura liquidus.

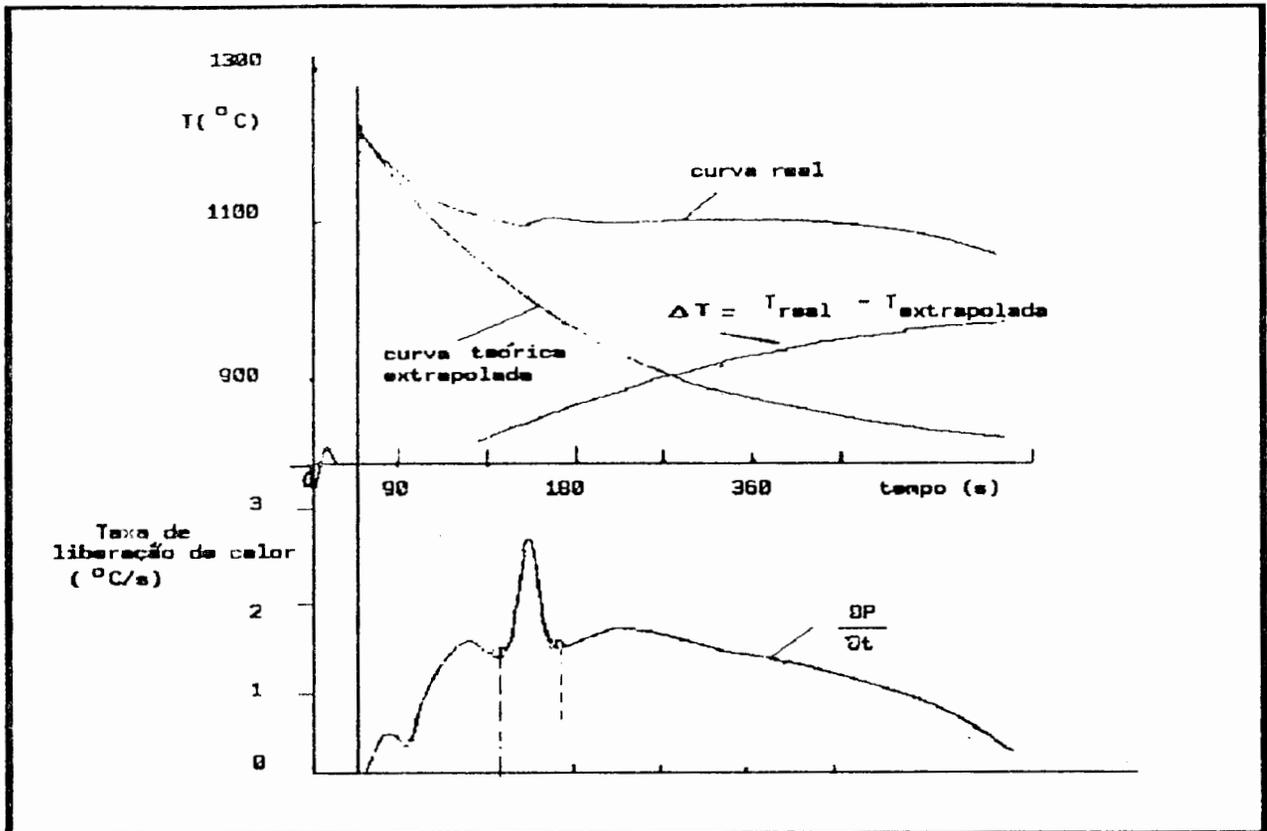


Fig. 18 - Curva de resfriamento, primeira derivada, diferença entre a curva de resfriamento real e a curva teórica (extrapolada a partir de alguns pontos experimentais no início da curva - antes da primeira transformação de fase).

$$T_o = (T_o, t) \quad (32)$$

c) Cálculo da diferença entre as curvas (a) e (b):

$$P = T - T_o \quad (33)$$

d) Diferenciação da curva P ( velocidade de formação das fases):

$$\frac{\partial P}{\partial t} = \partial \frac{(T - T_o)}{\partial t} \quad (34)$$

e) Integração das áreas (correspondente à diferença entre as curvas T e T<sub>o</sub> :

f) Segunda derivada da curva P :

$$\frac{\partial^2 P}{\partial t^2} = \frac{\partial^2 T}{\partial t^2} = \frac{\partial^2 (T - T_o)}{\partial t^2} \quad (35)$$

Como pode ser observado, o modelo usado por Lampic e Orths<sup>10</sup> (fig. 18) é uma variante do modelo de Wlodawer e Rabus<sup>7</sup>; segundo Lampic e Orths, calcular a diferença entre a curva real e a teórica (corpo neutro), e depois realizar a diferenciação, implica numa melhor sensibilidade - ou seja, as inflexões da curva primeira derivada são mais "claras" do que no modelo de Wlodawer e Rabus.

É importante salientar que o modelo usado para a curva de referência ( corpo neutro) em ambos modelos é o Newtoniano, por razões de simplificação de cálculos.

### 3.5 - K. Ableidinger<sup>11</sup>

Esta empresa (K.Ableidinger & Cia. Ltda.) desenvolveu um equipamento a partir do trabalho de Rabus<sup>7</sup> ; alguns minutos após a solidificação é possível obter as seguintes informações para os ferros fundidos :

- análise química (%CE, %C, %Si)
- tendência à contração

- forma da grafita
- detalhes estruturais
- efeitos de inoculantes
- detalhes da dureza nas bordas das peças
- resistência à tração

O princípio básico do “calorímetro tecnológico” é: cada objeto fundido cede calor durante o processo de solidificação; mediante artifícios matemáticos é possível determinar este calor a partir da curva de resfriamento. Desta maneira, é possível calcular para o ferro fundido cinzento, além dos parâmetros acima mencionados :

- a quantidade de dendritas, de eutético, de grafita e de cementita
- a segregação de fosfetos
- a formação de perlita

Assim sendo, a partir destes artifícios matemáticos, cada peça torna-se ela própria um ‘calorímetro’, técnica esta que pode ser aplicada para qualquer metal ou liga metálica, inclusive não ferrosos. Analisando a curva de resfriamento, a partir destes artifícios matemáticos, choques térmicos tornam-se extremamente claros, mensuráveis e passíveis de associação com as estruturas formadas. Por exemplo, é possível determinar quantitativamente se a formação de grafita ocorre vigorosa ou lentamente, ou ainda, parcialmente. Todas essas curvas são plotadas e avaliadas pelo equipamento, denominado SIC-Q.

As operações matemáticas são realizadas a partir de sinais digitalizados, mas não é necessário que o operador tenha grandes conhecimentos de matemática superior. Nestes experimentos são utilizados termopares Ni-NiCr para captação dos sinais. As curvas que interessam são as seguintes :

- curva convencional “temperatura x tempo”

- primeira derivada da curva “  $T(t)$  ”

A partir destas curvas é possível obter, entre outras informações :

- as temperaturas mais importantes (de vazamento, liquidus, solidus, etc...)

- análise química (% CE, % C, % Si)

- espessura da zona chill (como uma indicação de módulo crítico. Por exemplo,  $M_c=2$  ; nesse caso, todas seções do fundido com módulo maior de 2 solidificam como ferro fundido branco)

- superesfriamento

- calor total de solidificação

- máximo valor da segunda derivada da curva de esfriamento

- resistência à tração de ferro fundido com grafita esferoidizada

Conseqüentemente, importantes operações metalúrgicas podem ser quase que imediatamente avaliadas: efeito e controle de inoculantes, conseqüências devidas ao superaquecimento, etc... Assim, avaliando estes dados e as curvas plotadas ( com o auxílio de diagramas adicionais) é possível obter outros parâmetros, como por exemplo: tendência à contração e forma da grafita (esferoidal, vermicular,...).

Algumas conclusões importantes reportadas pelos autores :

a) quanto maior é o calor de solidificação ( para uma composição química constante), maior será a percentagem de grafita precipitada durante a solidificação eutética, o que diminui a resistência à tração.

b) quanto menor é a temperatura de vazamento, menor é o risco de cavitação devido à contração; o limite inferior de temperatura de vazamento é encontrado quando as primeiras microporosidades ocorrem. A temperatura de vazamento mais adequada depende de vários fatores: temperatura de equilíbrio, tempo local de solidificação, tempo de vazamento, etc...

### 3.6 - Ekpoom<sup>12</sup> (1980)

O modelo de Ekpoom pressupõe que:

a) a curva de ATD é construída via diferença de calor entre a amostra e o corpo neutro, ao invés de operar diretamente com as curvas de temperatura, uma vez que  $hA/Vc_p\rho$  varia ao longo do processo de solidificação, o que não é levado em conta na maioria dos modelos empregados.

b) o calor liberado pelo corpo neutro (sem transformação de fase) é dado por :

$$q = -V\rho c_p \frac{dT}{dt} \quad (36)$$

c) devido ao fato de ocorrer mudança de fase isotérmica, o calor liberado pela amostra será acrescido de um valor  $q_r$  :

$$q' = -V\rho c_p \frac{dT}{dt} + q_r \quad (37)$$

d) por outro lado, a perda de calor para o meio externo, considerando um fluxo newtoniano, pode ser escrita :

$$q'' = hA(T - T_o) \quad (38)$$

e) considerando  $q' = q''$  para que o processo de resfriamento possa ocorrer, vem :

$$-V\rho c_p \frac{dT}{dt} + q_r = hA(T - T_o) \quad (39a)$$

$$\frac{q_r}{V\rho} = \frac{hA}{V\rho} (T - T_o) + c_p \frac{dT}{dt} \quad (39b)$$

g) ou :

$$\frac{q_r}{V\rho} = c_p \left[ \frac{hA}{V\rho c_p} (T - T_o) + \frac{dT}{dt} \right] \quad (39c)$$

h) ou ainda :

$$\dot{q}_r = c_p \left[ \theta (T - T_o) + \frac{dT}{dt} \right] \quad (39d)$$

sendo  $\dot{q}_r = q_r/V\rho$  e  $\theta = hA/V c_p \rho$  que é chamada de "equação normalizada" (independente da massa da amostra).

i) o calor total de solidificação é, então:

$$Q = \int_0^t c_p \left[ \theta (T - T_o) + \frac{dT}{dt} \right] dt \quad (40)$$

j) como as propriedades físicas e, portanto, o parâmetro  $\theta$ , variam ao longo do processo de resfriamento, admite-se que  $\theta$  varie linearmente com o tempo. Por isso, o autor não trabalha com a curva de resfriamento diretamente, mas sim com a curva  $\ln(Y) \times t$ , como mostra a fig. 19 (ver item 2.1.2, onde são definidos uma série de parâmetros adimensionais). Desta maneira, é calculado o parâmetro  $\theta$  em cada instante de tempo e levado à equação (40) para o cálculo do calor em cada intervalo de tempo.

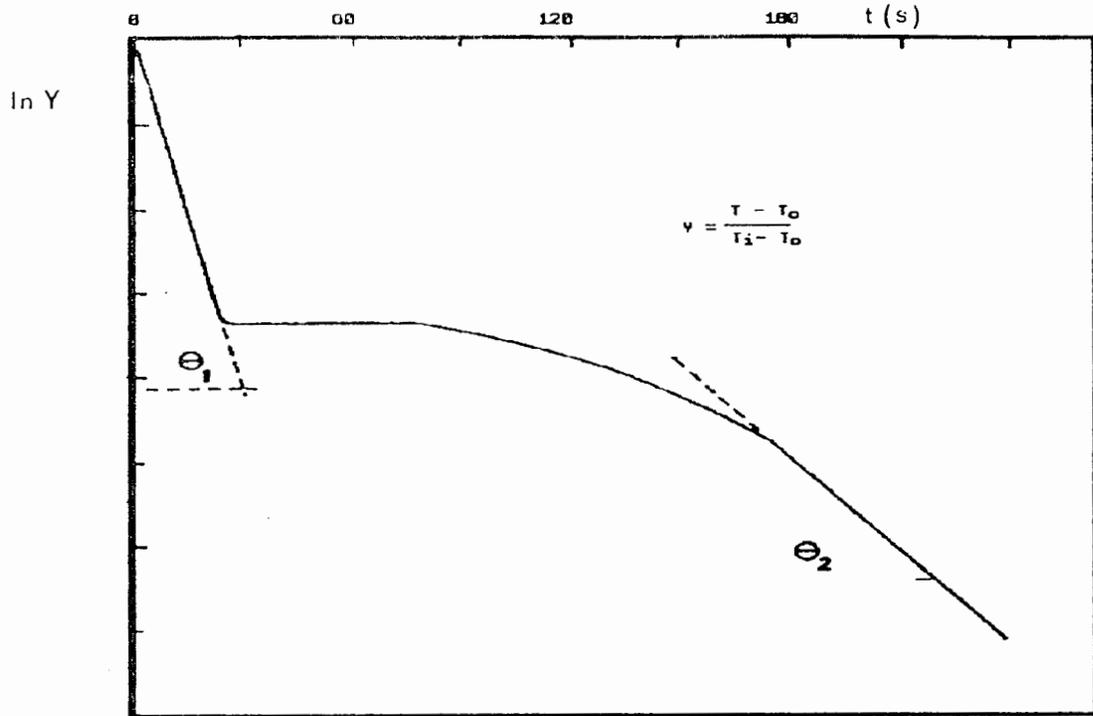


Fig. 19 - Curva da temperatura relativa (parâmetro Y) versus tempo, para avaliação do parâmetro  $\theta$  em cada instante de tempo..

### 3.7 - Honer<sup>13</sup> (1982)

Neste trabalho o autor aborda a Análise Térmica como modelo de controle de fundidos de Al-Si (ligas quase eutéticas, via “modificação” ou refinamento com Na e Ti); a fig. 20 mostra uma roda de automóvel fundida pelo processo de injeção em coquilha a baixa pressão e a fig. 21 mostra um bloco de motor modelo V8, ambos monitorados via Análise Térmica, e a fig. 22 mostra o efeito da adição de Na na curva de resfriamento, superesfriamento e microestrutura.

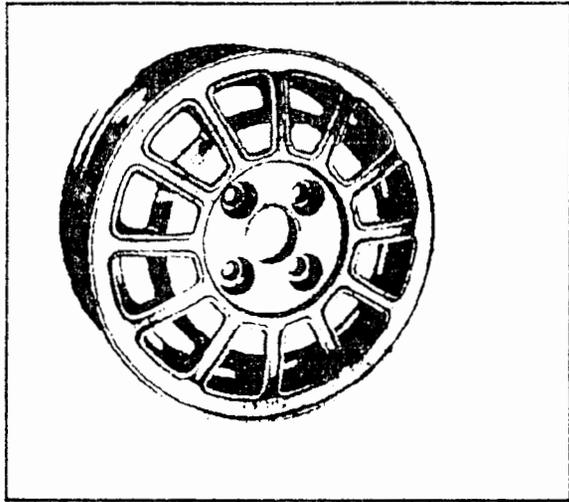


Fig. 20 - Roda de automóvel fundida pelo processo de injeção em coquilha, à baixa pressão (Al 12Si).

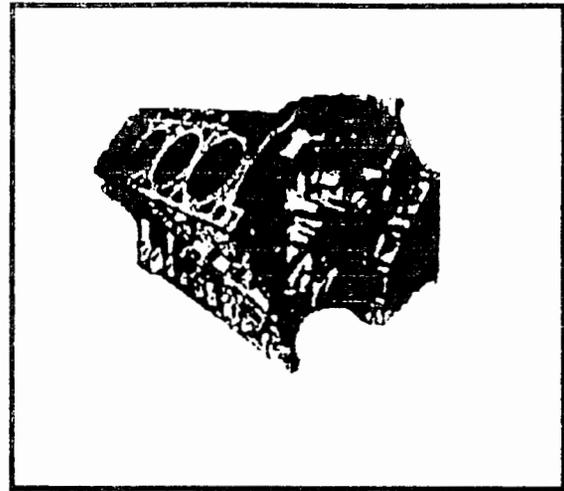


Fig. 21 - Bloco de motor V8 fundido à baixa pressão (Al Si17Cu4Mg).

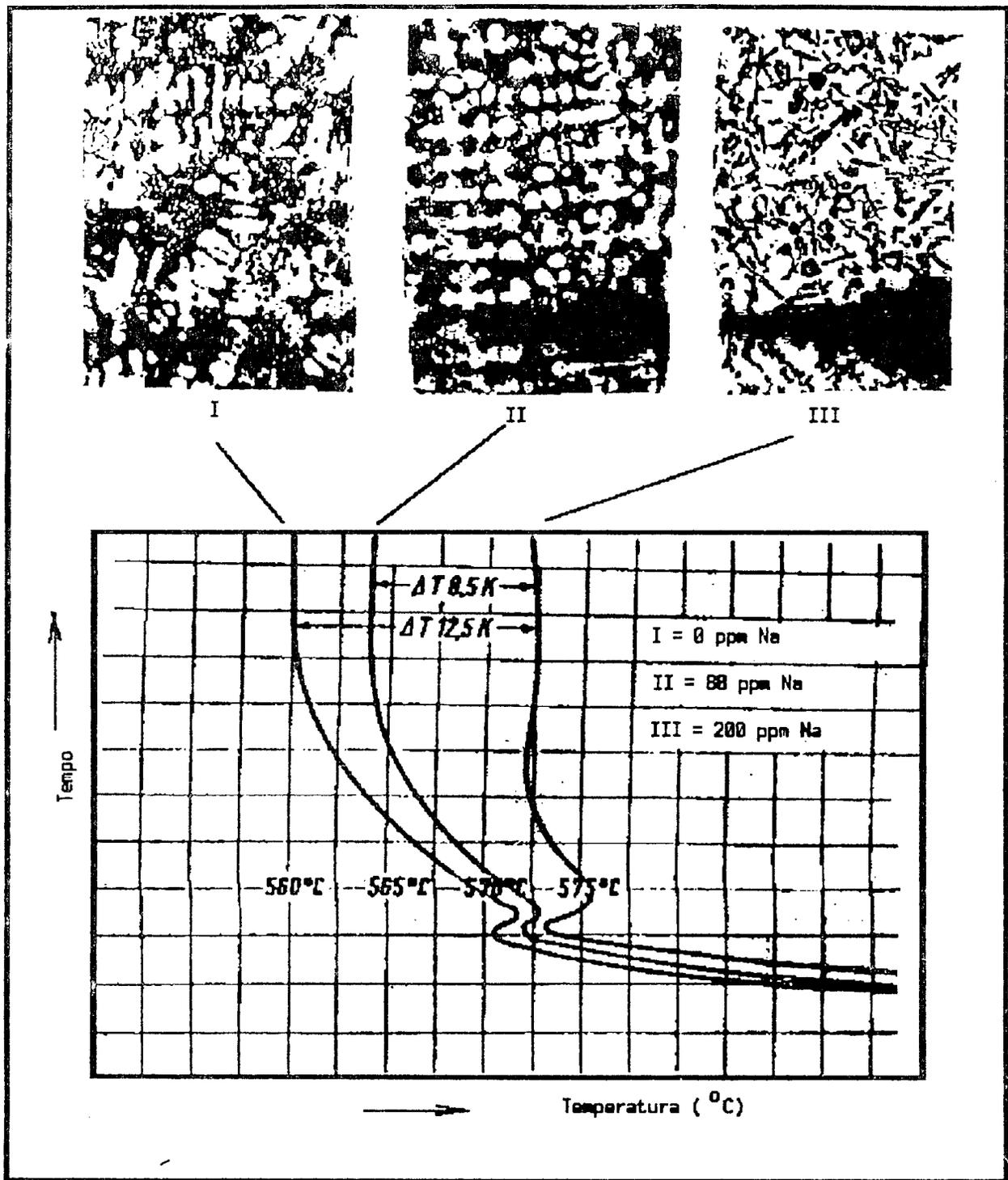


Fig. 22 - Efeito da adição de Na na curva de resfriamento e microestrutura (AlSi8Cu3).

### 3.8 - Argyropoulos<sup>14</sup> (1983)

Neste trabalho os autores salientam que medições precisas e o controle do sinal dos transdutores que emitem sinais baixos tornam-se um problema nas indústrias metalúrgicas (caso dos termopares, uma vez que o sinal gerado é da ordem de mV) e mesmo em laboratórios de pesquisa. A fig. 23 mostra, esquematicamente, o sistema de aquisição,

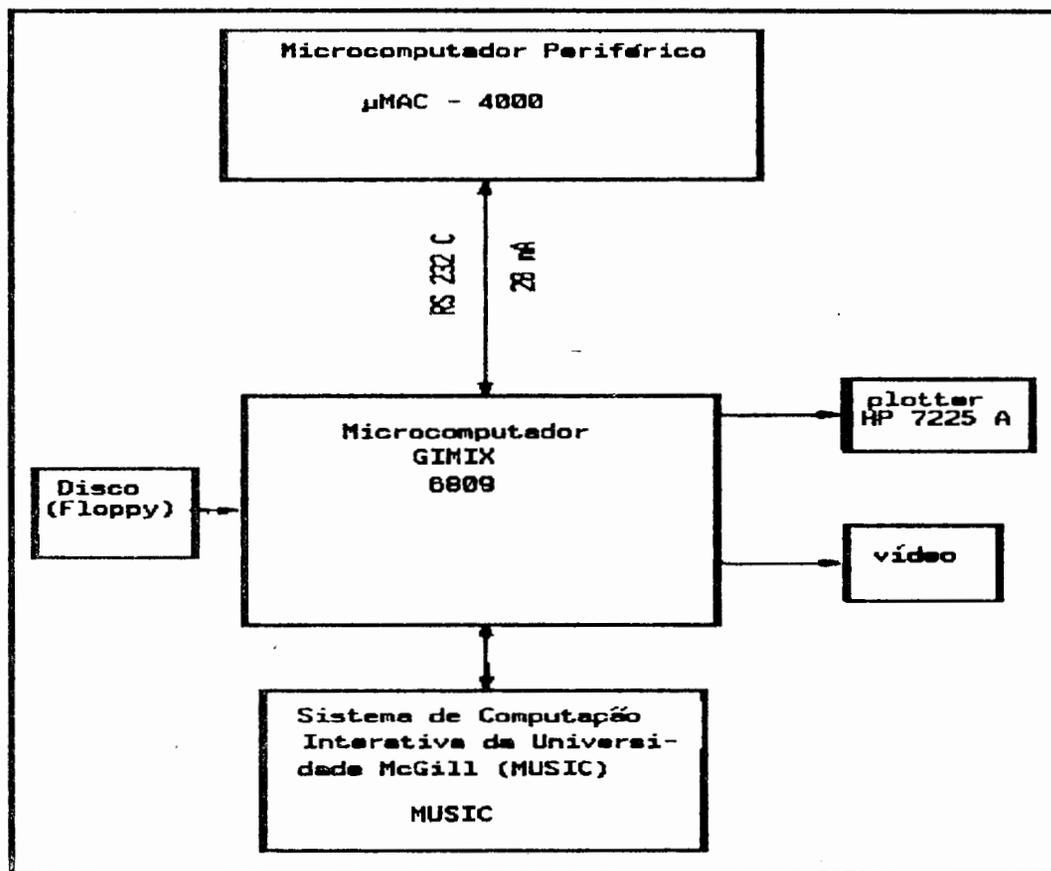


Fig. 23 - DAPC - Sistema de aquisição, processamento e controle.

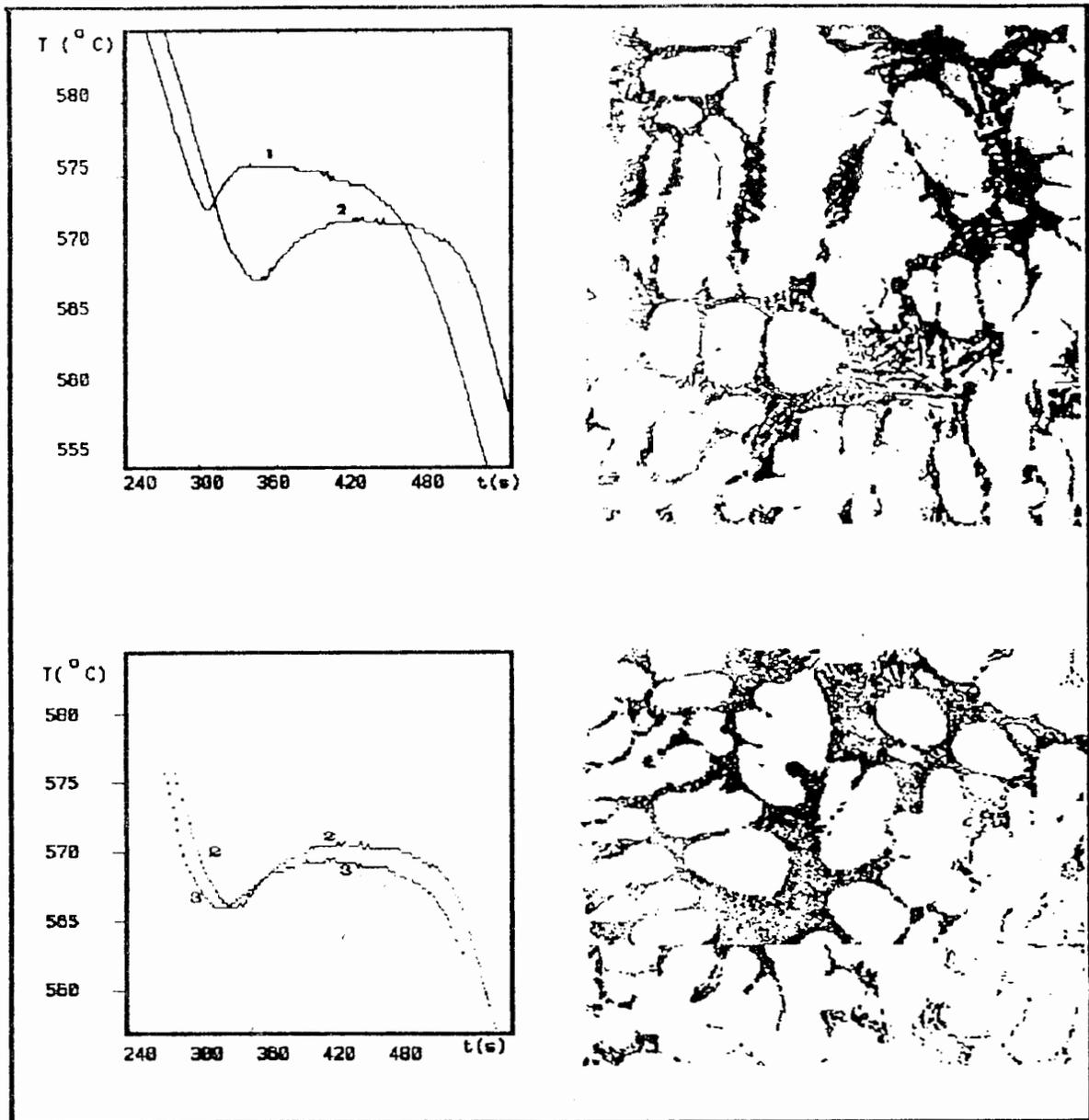


Fig. 24 - Liga AA356.2 (Al7Si0,35Mg) - Curva de resfriamento e respectiva microestrutura.

processamento e envio de sinais, segundo o sistema empregado pelos autores.

O sistema DAPC utilizado neste trabalho é constituído de um microcomputador GIMIX 6809 - 2 MHz, microprocessador de 8 bits, capacidade de 64 kB, com expansão possível para 784 kB, conectado a um vídeo convencional, um plotter e um drive, utilizando como auxiliar o

microcomputador uMAC-4000 (este é um microcomputador completo, com software de aquisição e processamento de dados, conversor A/D, etc...). O GIMIX está conectado e interfaciado com o computador geral da Universidade McGill. Segundo os autores, dependendo da escolha dos conectores, é possível utilizar modems e linhas telefônicas e, neste caso, o uMAC-4000 e o GIMIX podem estar colocados a distâncias apreciáveis (experimentos foram realizados com o uMAC-4000 localizado numa fundição a 15 km do GIMIX).

A fig. 24 mostra alguns dos resultados obtidos com ligas AA356.2, usando Sr como modificador.

Neste trabalho foram usadas amostras de 400g, fundidas a 740 °C e vazadas num cilindro de aço, com um termopar tipo K adaptado, cujo sinal era levado ao microcomputador "periférico satélite", localizado a 75 m do computador GIMIX 6809.

Algumas conclusões importantes deste trabalho e que estão associadas às facilidades oferecidas pelo sistema:

- digitalização do sinal muito próximo ao local onde está a fonte de sinais a serem adquiridos;
- a capacidade de minimizar efeitos ambientais;
- flexibilidade;
- uso fácil;

torna a aquisição de sinais em locais distantes mais fácil com apreciável custo/benefício;

### 3.9 - Tuttle<sup>15</sup> (1983)

Neste trabalho o autor enfatiza que o termo superesfriamento estaria sendo usado de maneira imprópria e define superesfriamento e outros parâmetros associados à curva de resfriamento, mostrados nas figs.25 e 26.

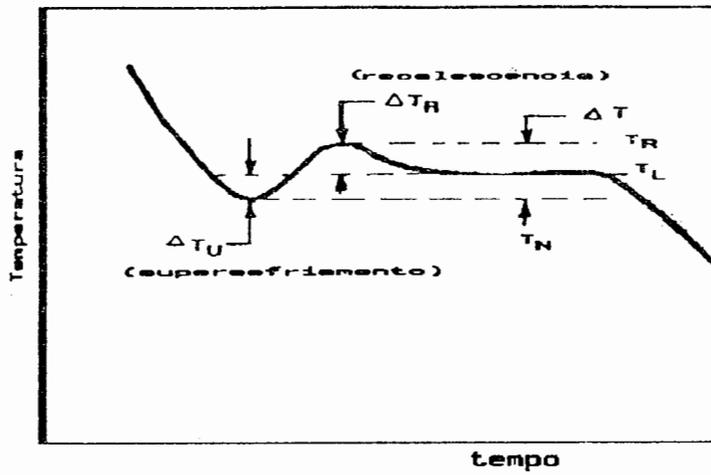


Fig. 25 - Detalhe de curva de resfriamento genérica, mostrando diversos parâmetros (segundo Tuttle).

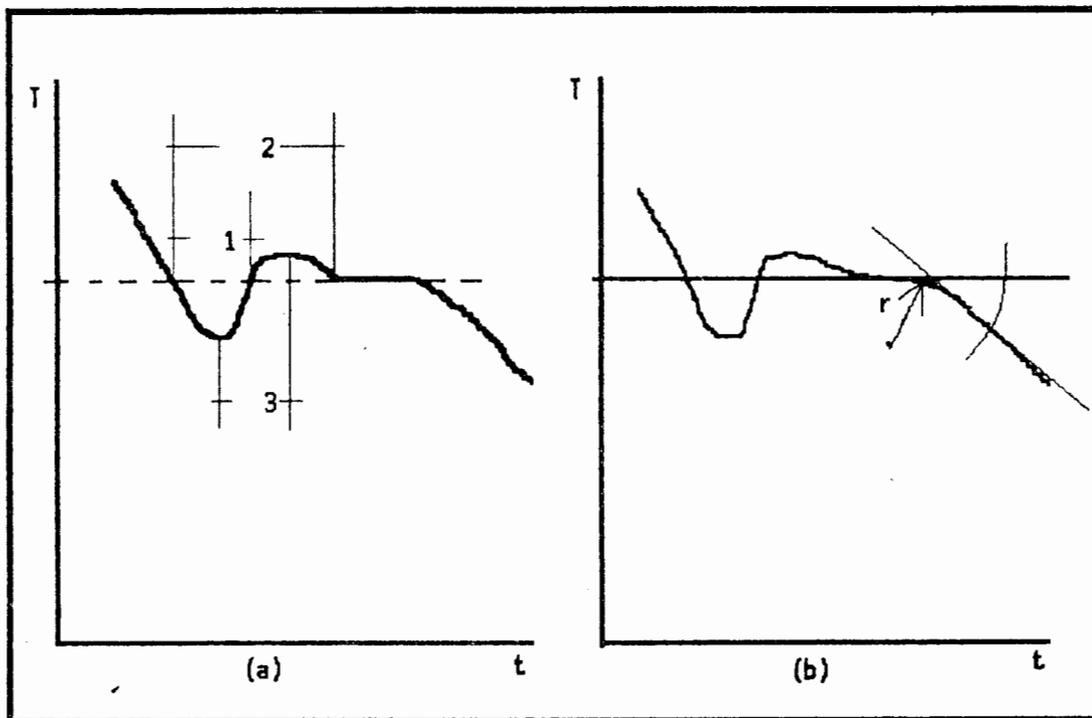


Fig. 26 - Parâmetros associados à curva de resfriamento.

Segundo o autor, superesfriamento ( $\Delta T_u$ ) é a temperatura abaixo da temperatura de transformação de equilíbrio para a qual o material resfria, antes de começar o processo de nucleação\*.

A temperatura de recalescência ( $\Delta T_R$ ) é a temperatura acima da temperatura de transformação de equilíbrio, que é atingida pela amostra no início da transformação como resultado da liberação de calor latente. Segundo Tuttle<sup>15</sup>, muitos pesquisadores têm feito confusão e chamado de superesfriamento à soma do superesfriamento e da recalescência.

A maioria dos autores costuma associar o tamanho de grão ao valor do superesfriamento; alguns autores relacionam o tempo de superesfriamento com o tamanho de grão; novamente, segundo Tuttle, ocorre não existir unanimidade de procedimento quanto à definição deste parâmetro.  $\theta_2$  e  $\theta_3$ , tempos marcados na fig. 26a, são os mais utilizados. Tuttle também enfatiza que existe considerável desacordo com relação a qual parâmetro deve ser correlacionado com o tamanho de grão (se o valor do superesfriamento, tempo de superesfriamento, ângulo de curvatura  $\phi$ , etc...), mas que parece haver unanimidade com relação ao parâmetro que melhor avalia as “modificações” nas ligas Al-Si eutéticas: a diminuição do patamar eutético de temperatura, como mostra a fig.27.

O autor salienta ainda que as dificuldades de introduzir a Análise Térmica como ferramenta comum na indústria da fundição prende-se a dois fatores: a) interpretação da curva de resfriamento (o maior problema dos equipamentos comerciais é que fornecem uma quantidade bastante limitada de dados, além de servirem para algumas poucas ligas); b) número muito pequeno de moldes e sistemas de registro (equipamentos comerciais). Mesmo que exista uma maior concordância com relação aos parâmetros a serem

*\* não parece ser uma definição completamente apropriada; provavelmente, seria melhor definir o superesfriamento como a “diferença de temperatura” entre a temperatura de equilíbrio da transformação (do diagrama de equilíbrio) e a temperatura imediatamente antes do início da nucleação.*

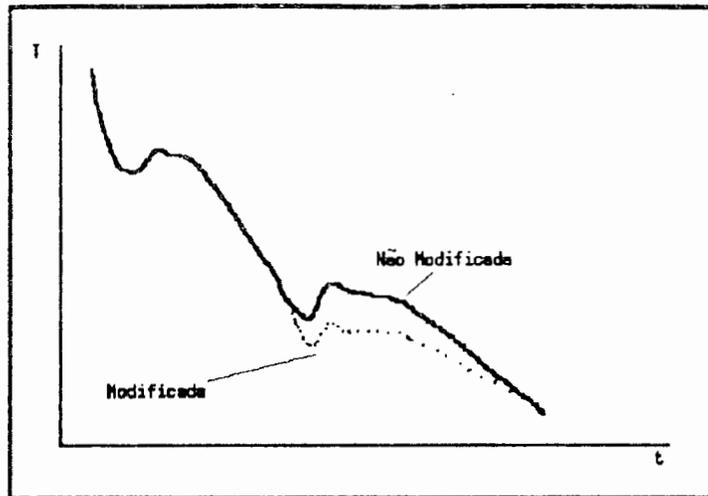


Fig. 27 - Efeito da modificação estrutural na curva de resfriamento.

analisados, da mesma forma que um raio-X precisa ser analisado por um técnico treinado, é necessário também um técnico treinado para avaliar os resultados da análise térmica (apesar de alguns fabricantes sugerirem o contrário).

### 3.10 - Levy e Kirby<sup>16</sup>

Os autores salientam que um sistema para determinação de refino de grão “on line” é de grande utilidade pois os testes mecânicos e metalográficos possuem grandes inconvenientes; os experimentos desenvolvidos pelos autores objetivaram produzir dados experimentais adicionais para 6 tipos diferentes de ligas :duas para produção de laminados (MD230 e 8111), duas para aplicações industriais em latas (2104 e 5182) e duas ligas aeronáuticas (7075 e 7050), ligas estas cuja composição química está apresentada na tabela 4.

Levy e Kirby<sup>16</sup> tentaram usar um equipamento desenvolvido pela empresa Metallurgical Products and Technology (MP&T) para Análise Térmica; uma das partes deste equipamento consiste num “copinho” que possui um termopar adaptado (segundo o fabricante, a precisão do termopar é 0,4 °C), que permite medições com boa precisão, além de baixo custo (menos de 1 dólar, na ocasião da publicação deste trabalho). Este termopar é conectado a um microprocessador que realiza a análise das curvas. Este sistema de aquisição/análise de dados, entretanto, não foi utilizado neste trabalho devido a uma série de limitações que o equipamento apresenta (faixa de temperatura de uso muito limitada, por exemplo). Assim, os autores usaram um sistema de aquisição/digitalização de dados, baseado no microcomputador HP-85 (Hewlett-Packard); este microcomputador foi conectado a um voltímetro digital (HP - modelo 3456A) e a um scanner para termopares - 20 canais (modelo 3495A - HP); três canais, somente, foram usados : 1 para temperatura ambiente, 1 para o teste propriamente dito e 1 para calibração.

Os pontos experimentais obtidos foram ajustados por interpolação linear (conversão de mV para °C - norma NB5 MN-125); a taxa de resfriamento também foi determinada e graficada, para localizar o menor valor de temperatura associada ao superesfriamento, bem como o “patamar horizontal” de temperatura associado a este superesfriamento. Alguns dos testes realizados estão mostrados na fig. 28, para a liga 5182. Para outras ligas (MD230, 8111,

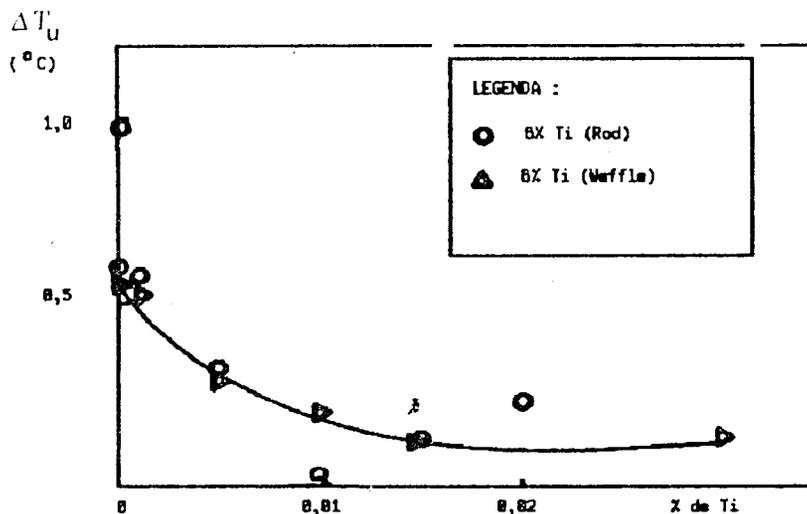


Fig. 28 - Relação entre superesfriamento e % Ti.

| Composição das Ligas Usadas |     |     |      |      |      |     |      |     |
|-----------------------------|-----|-----|------|------|------|-----|------|-----|
| Liga                        | Si  | Fe  | Cu   | Mn   | Mg   | Cr  | Zn   | Zr  |
| MD230                       | .02 | .38 |      |      |      |     |      |     |
| 8111                        | .58 | .65 |      |      |      |     |      |     |
| 3184                        | .22 | .46 | .17  | 1.12 | .96  |     |      |     |
| 5182                        | .05 | .34 |      | .35  | 4.65 |     |      |     |
| 7075                        | .11 | .25 | 1.88 |      | 2.63 | .18 | 5.79 |     |
| 70750                       | .07 | .13 | 2.31 |      | 2.42 |     | 6.18 | .12 |

Tabela 3 - Composição química das ligas usadas.

3104, 7075, 7050) estudadas, os autores constataram que somente as ligas 7075 e 7050 (composição mostrada na tabela 3) mostraram uma boa correlação entre tamanho de grão e valor do superesfriamento.

### 3.11 - Closset, Pirie e Gruzleski<sup>17</sup> (1984)

Neste trabalho os autores descrevem duas técnicas não destrutivas, para avaliar quantitativamente a microestrutura de ligas Al-Si hipoeutéticas (ligas A356.0 e 357.0). As propriedades mecânicas são afetadas por quatro fatores preponderantes : porosidade, ED (espaçamento dendrítico), tamanho de grão e microestrutura do eutético. Segundo os autores, o tamanho de grão e modificação estrutural dependem não apenas da composição química mas também de fatores como taxa de resfriamento e tempo após a adição ter sido realizada. Também é apontado que o *P*, em níveis maiores que 5ppm produz um efeito de inibição na ação dos modificadores como o *Na* e *Sr*, adicionado na forma de liga-mãe, possui um tempo de

incubação de uma a duas horas, com o grau de modificação aumentando com o tempo. Assim, a análise química não necessariamente reflete as mudanças do tamanho de grão ou microestrutura eutética, tornando-se necessária a Análise Térmica, caso se queira ensaios não destrutivos. A tabela 4 mostra alguns parâmetros relativos à curva de resfriamento, em função da % de Ti adicionado (liga A356).

| Curva<br>n.º | Mg<br>(%) | Sr<br>(%) | T <sub>N</sub><br>(°C) | T <sub>E</sub><br>(°C) | T <sub>N</sub> - T <sub>E</sub><br>(°C) |
|--------------|-----------|-----------|------------------------|------------------------|---|
| 1            | 0,35      | 0         | 573,7                  | 578,5                  | 2,8                                     |
|              | 0,45      | 0         | 573,1                  | 575,4                  | 2,3                                     |
| 2            | 0,45      | 0,0048    | 565,4                  | 569,9                  | 4,5                                     |
|              | 0,45      | 0,0096    | 566,2                  | 569,7                  | 3,5                                     |
| 3            | 0,45      | 0,0139    | 566,5                  | 569,7                  | 3,2                                     |
|              | 0,45      | 0,0188    | 567,7                  | 569,9                  | 2,2                                     |
| 4            | 0,45      | 0,0407    | 569,4                  | 571,1                  | 1,7                                     |
|              | 0,45      | 0,0651    | 569,9                  | 571,1                  | 1,2                                     |

Tabela 4 - Composição química das ligas usadas.

Os resultados permitem afirmar que :

$\Delta T_u < 1,5^\circ\text{C}$  : Não há refino; grão  $> 2.000 \mu\text{m}$

$0,5^\circ\text{C} < \Delta T_u < 1,5^\circ\text{C}$  : refino pobre; grão entre 500 e 2.000  $\mu\text{m}$

$\Delta T_u > 0,5^\circ\text{C}$  : Bom refino; grão 500  $\mu\text{m}$

A fig. 29 mostra curvas de resfriamento e respectivas microestruturas para diferentes

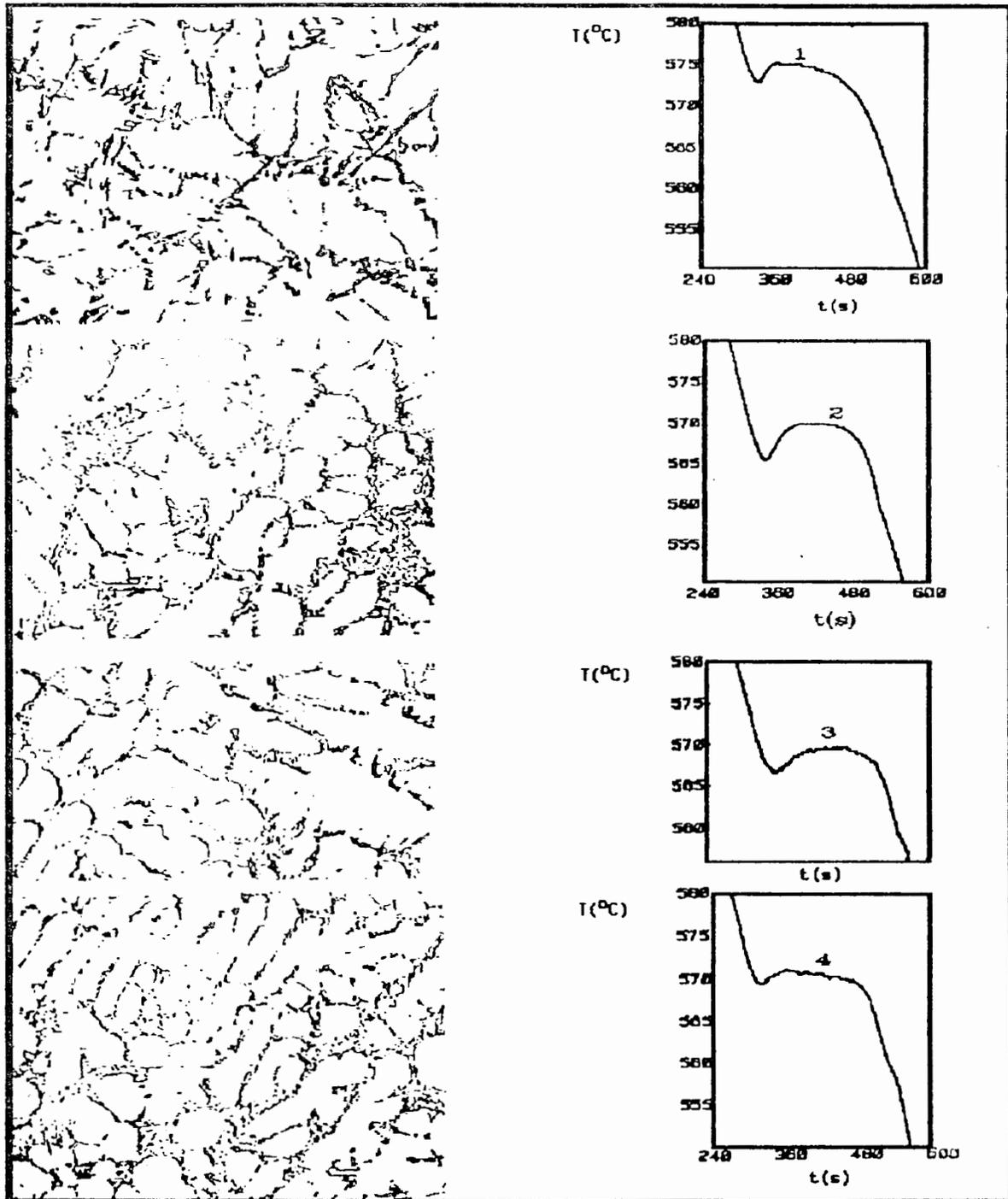


Fig.29 - Liga A356 ( 0,45%<sup>3</sup> Mg). Análise Térmica próxima ao patamar eutético e microestruturas correspondentes..(a) curva 1 : 0% Sr - estrutura acicular: (b) curva 2 : 0,045% Sr - lamelar: (c) curva 3 : 0,0139% Sr - fibrosa; (d) - Curva 4 : 0,047 % Sr - lamelar e fibrosa.

percentagens de *Sr*.

### 3.12 - Vorren<sup>18</sup> (1984)

Este trabalho mostra a influência da taxa de solidificação e % de ferro existente na formação de partículas enriquecidas com ferro; ligas com composição básica  $AlSi0,3Mg$  com *Fe* variando de 0,15; 0,20; 0,30; 0,40; 0,60 e 0,80% foram utilizadas. As peças fundidas têm o formato mostrado na fig. 33, onde também pode ser visualizado o local de onde foram retirados os corpos de prova para ensaios mecânicos e metalográficos. Testes de Charpy foram realizados para avaliar o efeito do *Fe* na tenacidade; observa-se que a tenacidade decresce com a diminuição do teor de *Fe*. A adição de *Mn* e *Cr* mostrou não ter influência na tenacidade.

Os resultados também mostraram que, para as ligas  $Al12Si$  e  $Al7Si$  contendo diferentes níveis de *Fe*, *Mg* e *Ti*, a adição de *Mg* aumenta a tensão de ruptura e resistência à fadiga, mas reduz fortemente a ductilidade. Também foi estudada a influência da taxa de solidificação no *EDS* (espaçamento dendrítico secundário) e nas propriedades mecânicas em ligas  $Al10Si$ ,  $Al12Si$  e  $Al7Si0,3Mg$ , tanto experimentalmente como via modelos matemáticos. O acréscimo da taxa de solidificação\* mostrou melhorar as propriedades mecânicas (corpos de prova para tração foram retirados da região central da peça mostrada na fig. 30 - mesmo procedimento dos corpos de prova para ensaio Charpy). A fig. 34 (a) e (b) mostra como varia o *EDS* com o tempo local de solidificação e com a taxa de solidificação.

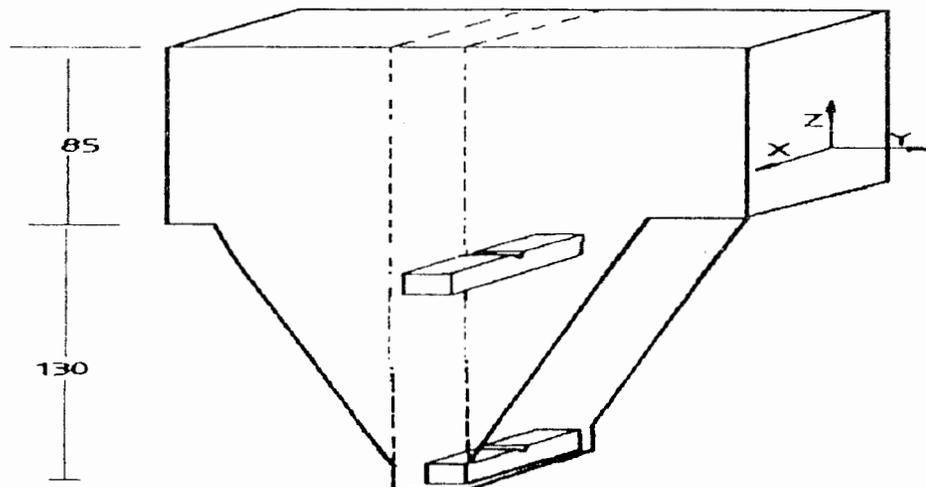


Fig. 30 - Geometria da peça - liga AlSi0,3Mg ; os corpos de prova foram retirados da região central, conforme mostra a figura.

Vorren<sup>18</sup> utilizou a expressão desenvolvida por Feurer e Wunderlin<sup>18</sup> para a determinação do espaçamento dendrítico secundário :

$$EDS = B (M t_{SL})^n \quad (41)$$

onde: B = constante, M = "coarsening parameter",  $t_{SL}$  = tempo local de solidificação e n = expoente. Utilizando os valores obtidos por Feurer e Wunderlin para os parâmetros B, M e n, Vorren obteve os resultados mostrados nas figs. 31 (a) e (b).

Os resultados obtidos através do modelo matemático foram então comparados com resultados obtidos via metalografia e microscópio eletrônico; a fig. 32 mostra o resultado de alguns testes mecânicos (redução em área), quando relacionados com o parâmetro EDS.

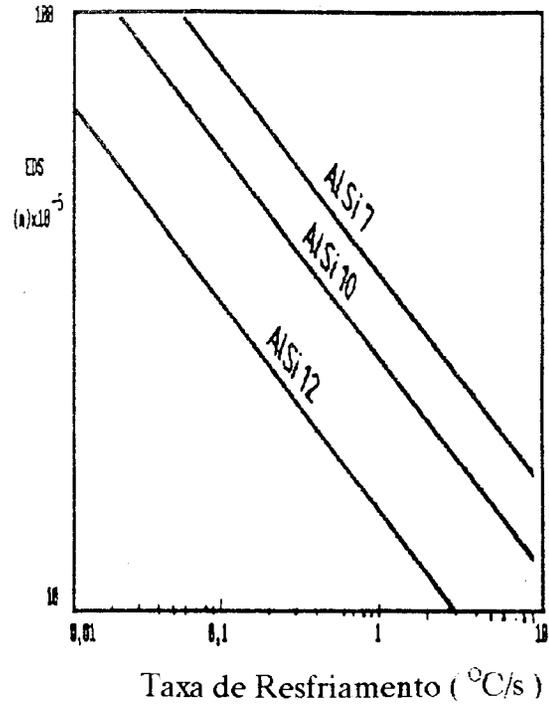
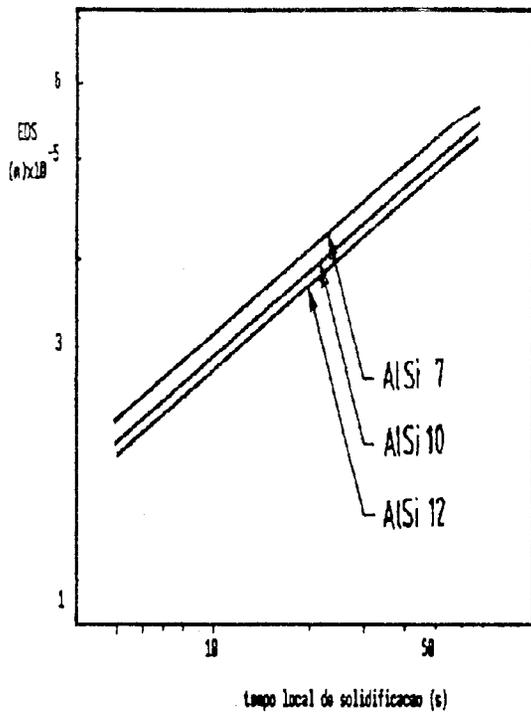


Fig. 31 (a) - Espaçamento dendrítico secundário versus tempo local de solidificação para diversas ligas AlSi; (b) espaçamento dendrítico secundário versus taxa de solidificação, para diversas ligas de AlSi.

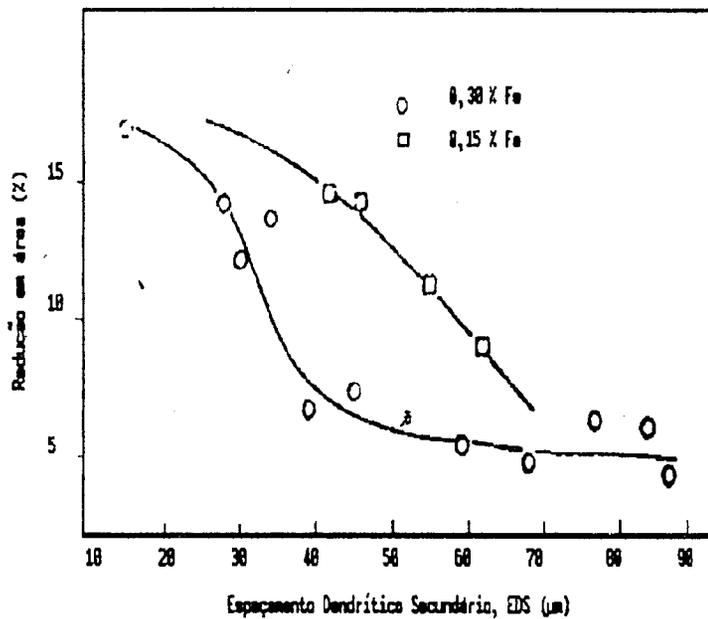


Fig. 32 - Redução em área (%) - teste de tração versus espaçamento dendrítico secundário para duas ligas Al7Si0,3Mg' contendo 0,15 e 0,30 % de Fe, respectivamente.

### 3.13 - Gunther e Jurgens<sup>19</sup> (1984)

O objetivo deste trabalho foi determinar experimentalmente, o parâmetro associado à curva de resfriamento que estabelece a melhor correlação com o tamanho de grão, para controle de propriedades mecânicas em fundições; os parâmetros estudados estão mostrados nas figs. 33 e 34.

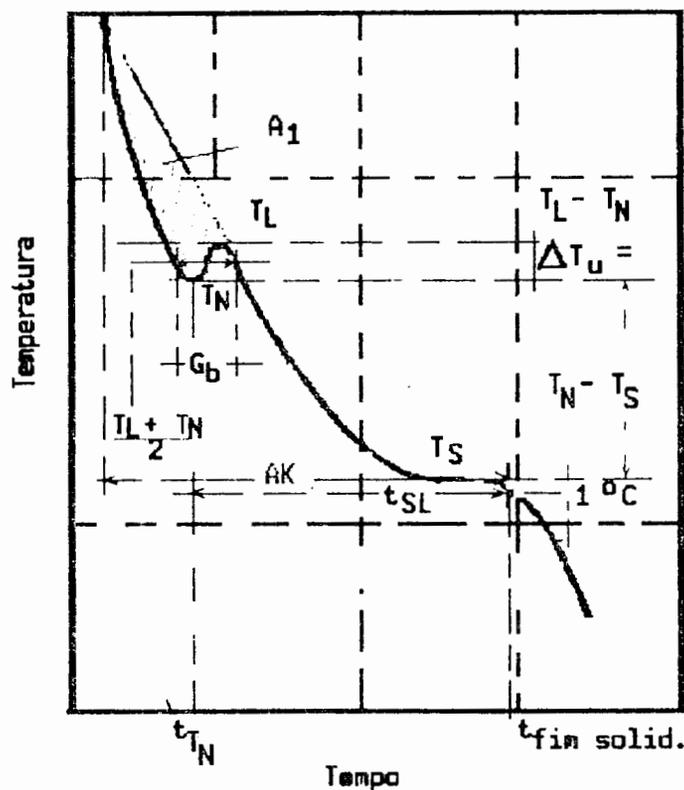


Fig. 33 - Curva de resfriamento (genérica ) alguns parâmetros associados.

$T_1$  = temperatura de início de resfriamento instante  $t=0$

$T_N$  = temperatura mínima associada ao superesfriamento

$T_S$  = temperatura solidus;  $t_{SL}$  = tempo local de solidificação ( $t_{\text{fim solidif.}} - t_{TN}$ .)

$T_L$  = temperatura liquidus ;  $\Delta K$  = diferença de tempo =  $t_{\text{fim solidif.}} - t_{\text{in ensaio.}}$

$A_1$  = área associada à diferença entre a curva de resfriamento real e curva teórica extrapolada a partir dos pontos experimentais após o superesfriamento

$A_2$  = área associada ao superesfriamento

$G_b$  = tempo associado à temperatura  $(T_N + T_L)/2$

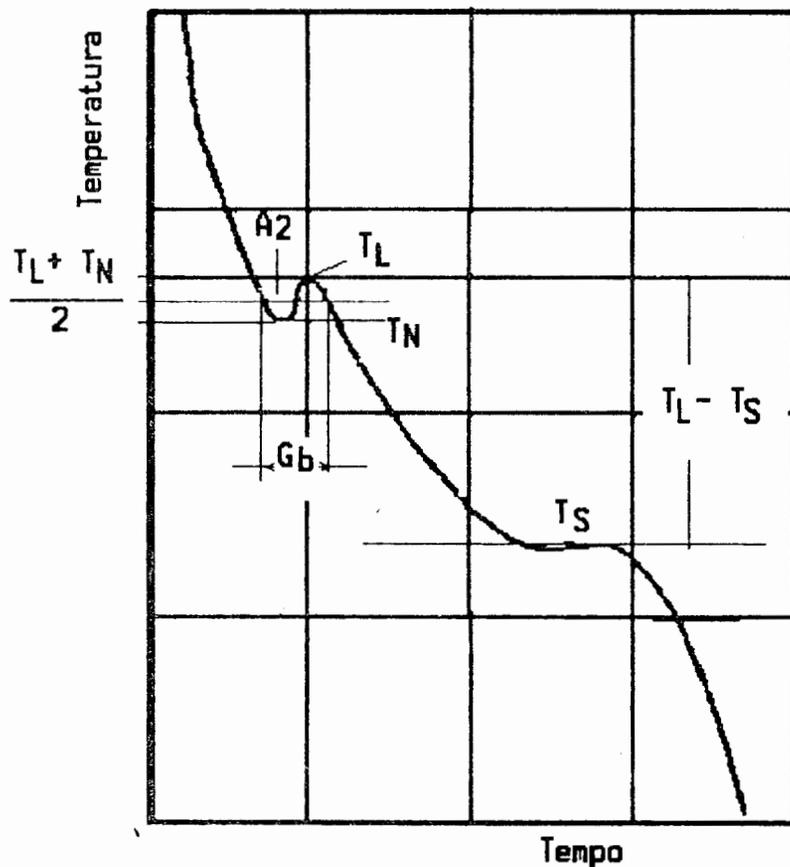


Fig. 34 - Curva de resfriamento (genérica) e alguns parâmetros associados.

Outros parâmetros também foram estudados, e a relação completa destes parâmetros, com a correlação correspondente obtida, estão mostradas na tabela 5.  $G_b$  é o parâmetro que resultou na melhor correlação.

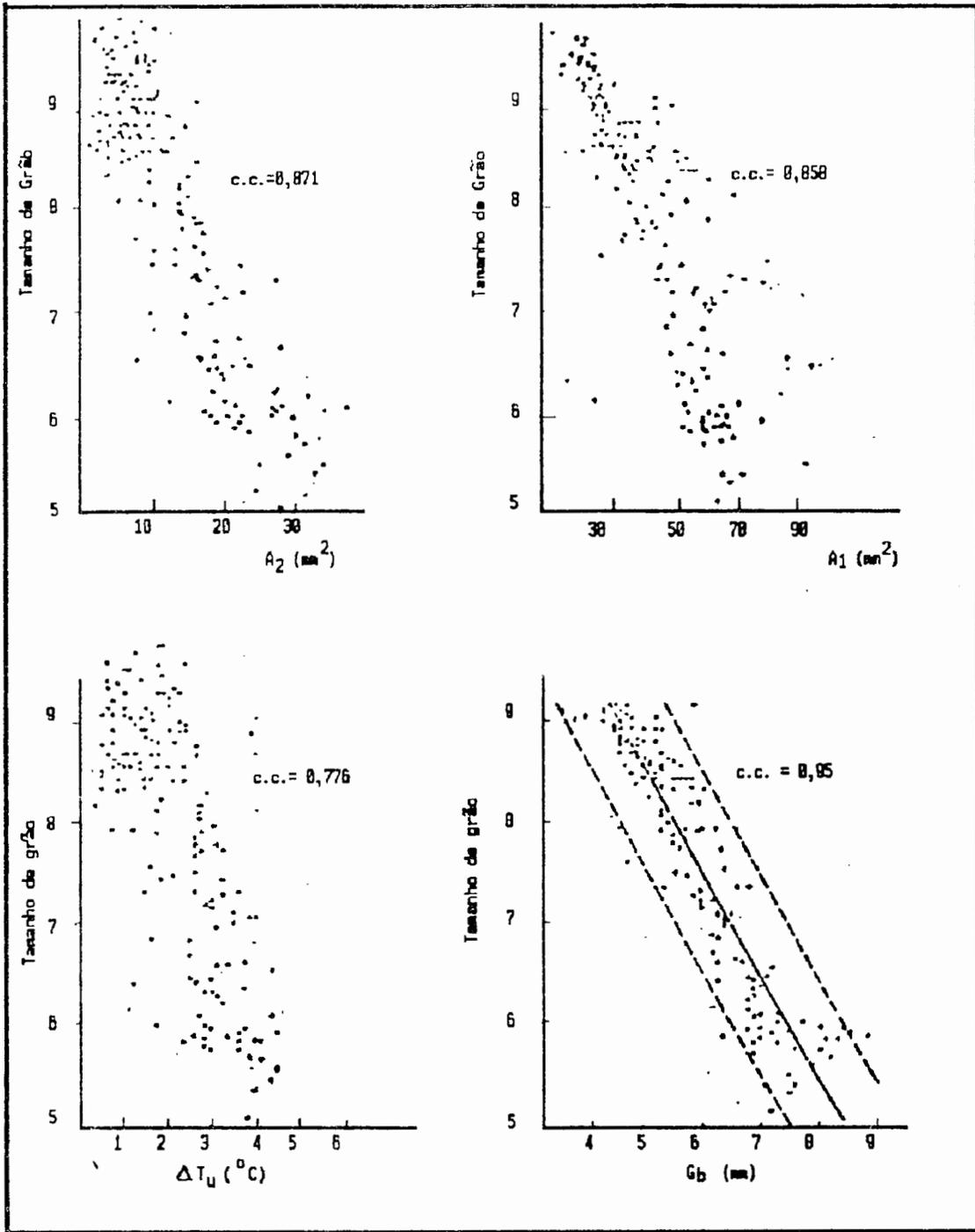


Fig 35 - Diversos parâmetros associados ao superesfriamento versus tamanho de grão e o coeficiente de correlação para cada caso .

| Parâmetro    | Coef. Correlação |
|--------------|------------------|
| $G_b$        | 0,966            |
| $A_2$        | 0,871            |
| $A_1$        | 0,858            |
| $\Delta T_u$ | 0,776            |
| $T_N$        | 0,684            |
| $T_N - T_S$  | 0,553            |
| $T_L$        | 0,469            |
| $A_K$        | 0,465            |
| $T_S$        | 0,440            |
| $T_1$        | 0,412            |
| $T_L - T_S$  | 0,238            |

Tab.5 - Parâmetros relativos à curva de resfriamento e respectivos coeficientes de correlação.

Neste trabalho o autor também salienta a importância de tentar extrapolar os resultados obtidos num determinado ponto, para outros pontos da peça, bem como de, a partir de medições realizadas em modelos reduzidos, tentar extrapolar os resultados para corpos de maiores dimensões. Ou seja, se for obtido para um modelo de laboratório uma taxa de resfriamento (ou  $\Delta T_u$ , ou  $G_b$ , ou outro parâmetro de controle), e, conseqüentemente um certo tamanho de grão, espera-se que, se uma peça maior tiver a mesma taxa de resfriamento (ou outros parâmetros de controle), tenha também o mesmo tamanho de grão e conseqüentemente mesmas propriedades mecânicas.

### 3.14 - Charbonier<sup>14</sup> (1984)

O autor desenvolveu este trabalho usando o Thermatest 2000, instrumento desenvolvido pela Aluminum Pechiney (década de 70) para a Análise Térmica (fig. 36).

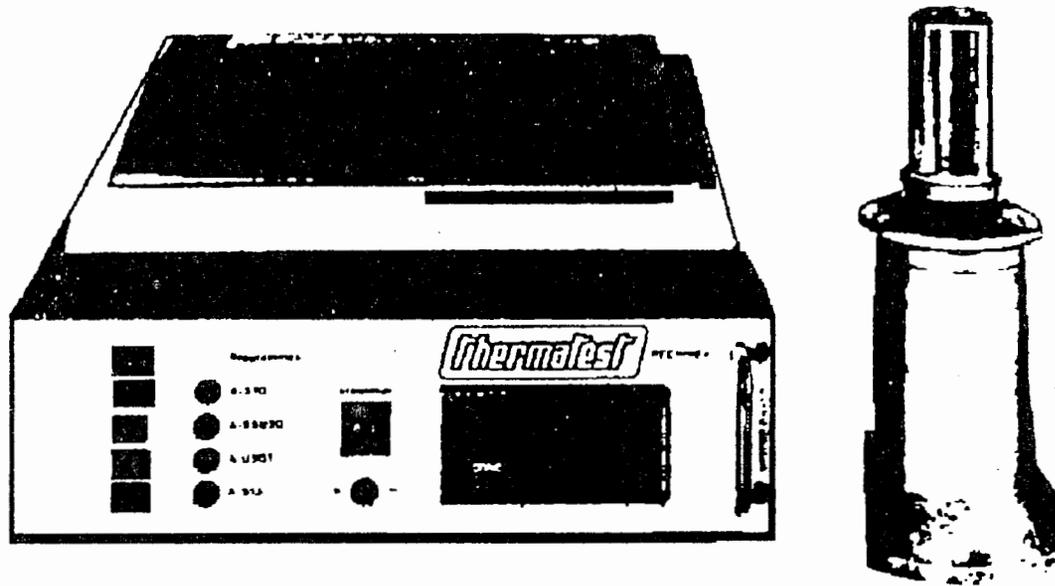


Fig 36 - Thermatest 2000 - equipamento desenvolvido pela Aluminum Pechiney para Análise Térmica.

Segundo o autor, ligas *Al-Si* hipoeutéticas, principalmente relacionadas com a família 356 e 359, bem como as ligas *AlSi11Mg* do tipo usadas em rodas de automóvel, apresentam uma curva característica do tipo mostrada na fig. 37. é possível observar nesta curva. duas regiões essenciais : 1) solidificação de dendritas proeutéticas de *Al* ; 2) solidificação de *AlSi* eutético.

Neste trabalho os autores também pesquisaram alguns parâmetros associados à curva de resfriamento e a melhor estimativa do tamanho de grão foi conseguida com o parâmetro

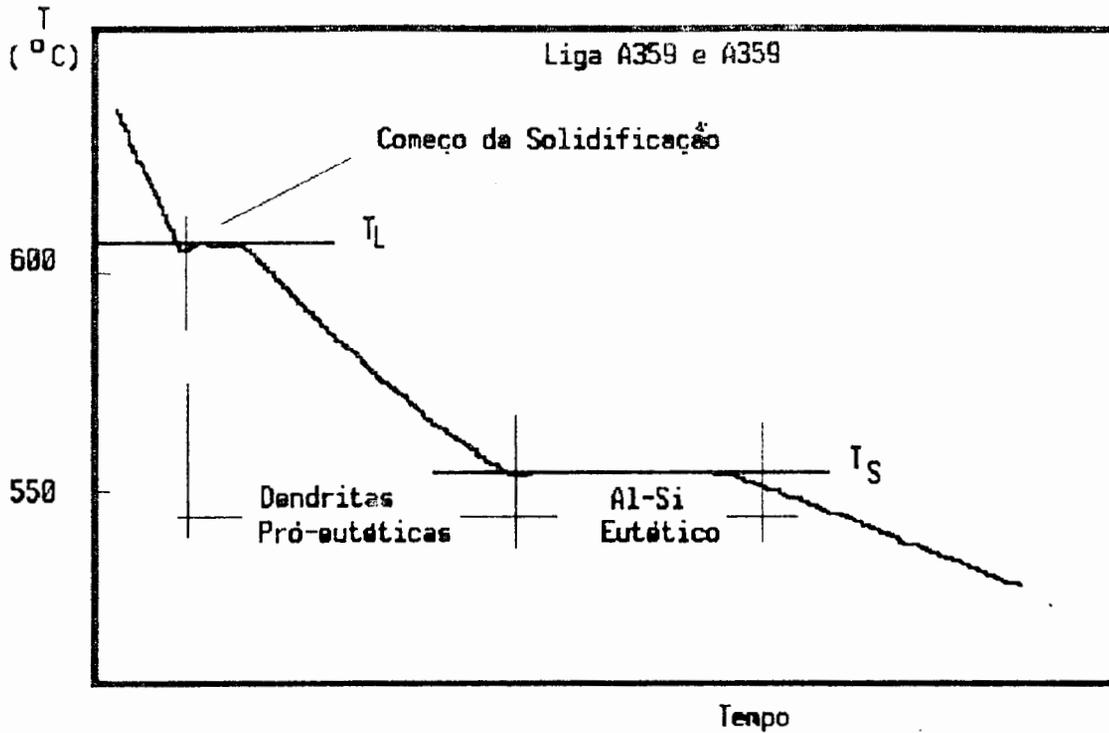


Fig. 37 - Curva de resfriamento característica de ligas 356 e 359.

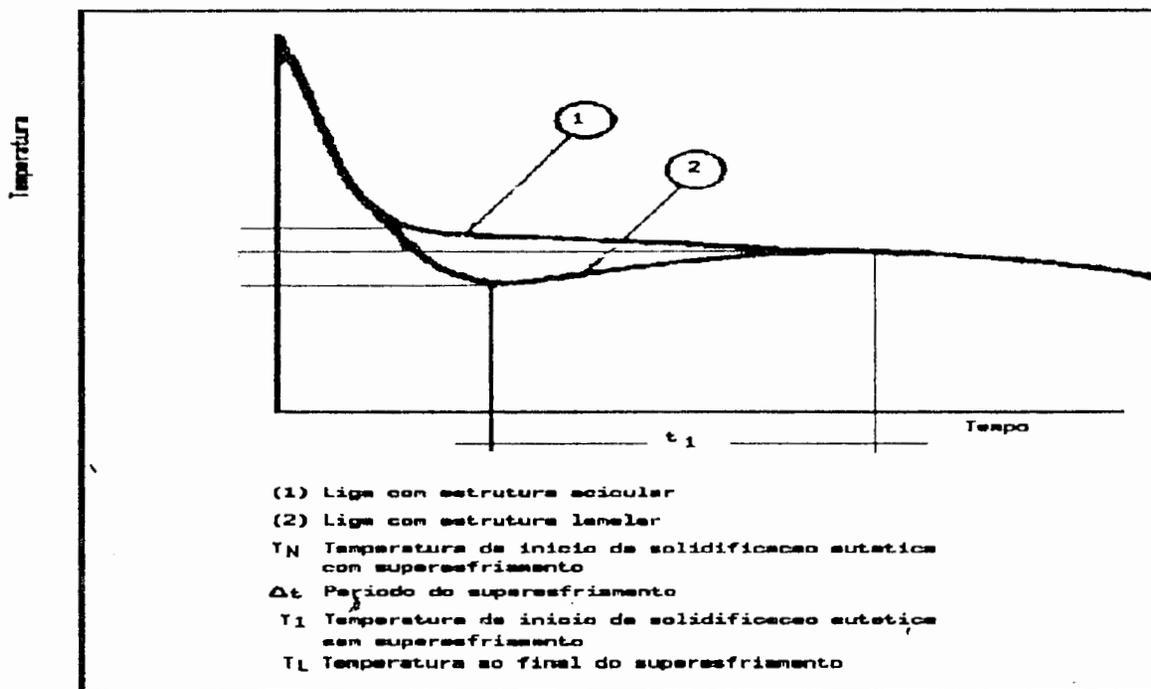


Fig. 38 - Curva de resfriamento genérica, na região do eutético (ligas hipoeutéticas).

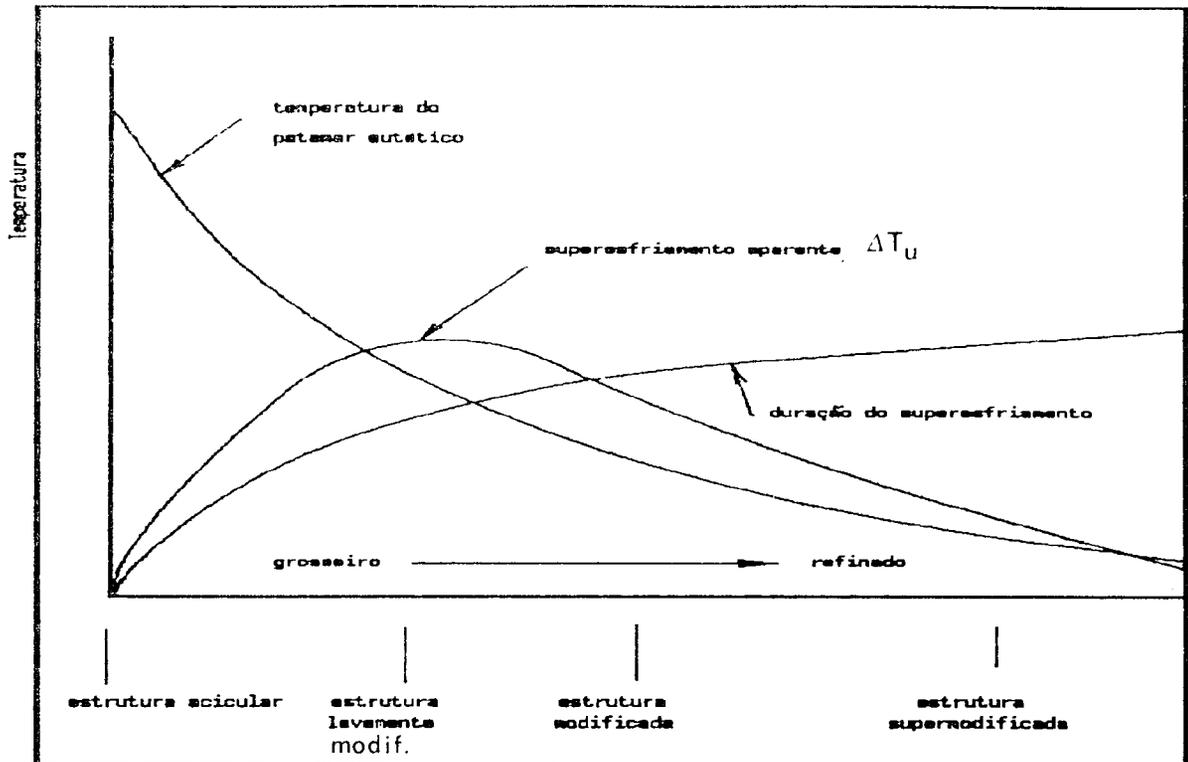


Fig. 39 - Relação entre diversos parâmetros associados ao superesfriamento e à estrutura metalográfica correspondente.

“superesfriamento aparente”, mostrado na fig. 39. A fig. 38 mostra como varia o superesfriamento com a estrutura obtida.

### 3.15 - Louvo<sup>21</sup> (1984)

Neste trabalho o autor enfatiza que a DERTA - Análise Térmica Derivativa Computadorizada, abriu novos horizontes na pesquisa sobre solidificação e o Controle de Qualidade; o autor salienta, ainda, as vantagens do método quando aplicado, por exemplo, à

solidificação unidirecional. O sistema de aquisição/processamento de dados empregado por Louvo está esquematizado na fig. 40.

O equipamento utilizado para medição e memorização dos sinais provenientes dos termopares foi o "data logger" 3054 DL (Hewlett-Packard); o menor intervalo de tempo entre

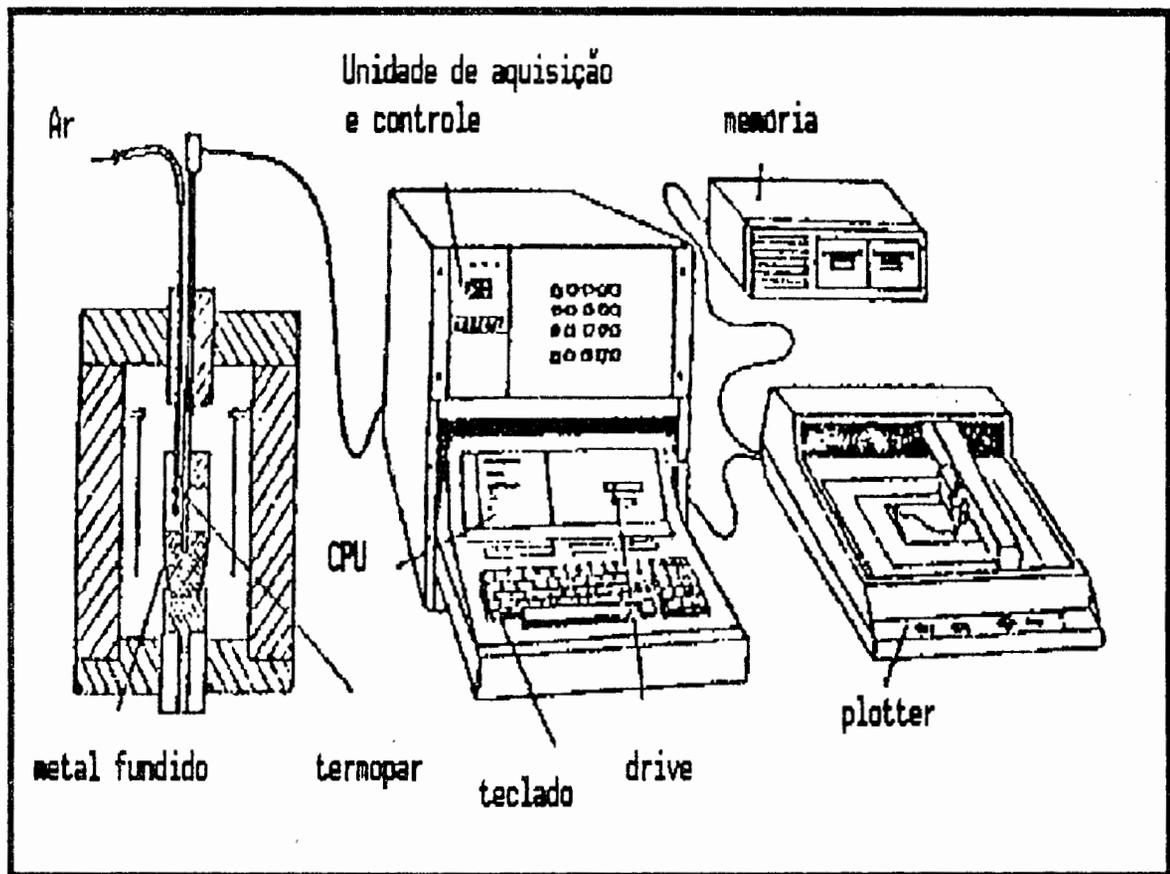


Fig 40 - Sistema para aquisição e processamento de dados desenvolvido por Louvo.

um ponto e outro, quando somente 1 canal é usado (de um total de 39) é de 30 ms e a maior resolução é de  $1 \mu V$ . Esta velocidade de aquisição é importante quando, por exemplo, tratamentos térmicos do tipo têmpera são realizados. O data logger consiste em um sistema de aquisição/controlado - unidade HP 3497A e de um microcomputador HP 85A; quando diversas

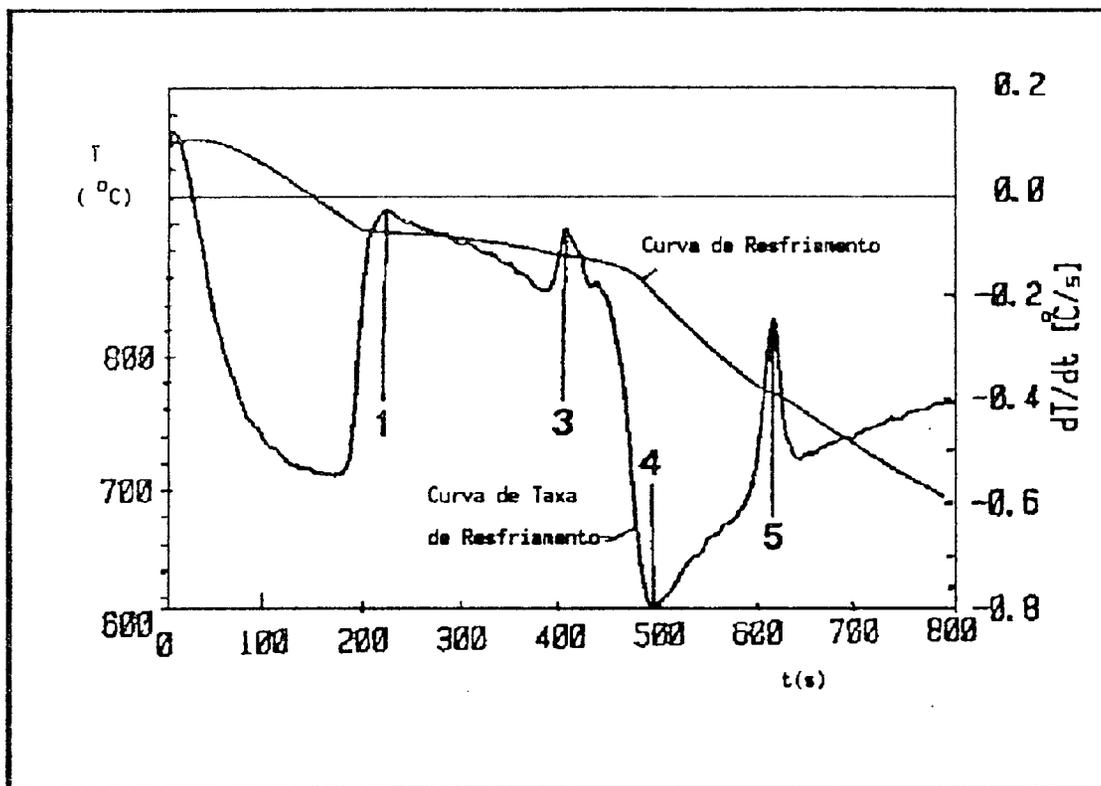


Fig. 41 - Curva de resfriamento e primeira derivada obtida com o equipamento mostrado na fig. 40; os pontos 1,2,3,4 e 5 mostram que a derivada identifica pontos que na curva normal de resfriamento são difíceis de identificar.

curvas são adquiridas simultaneamente foi usado simultaneamente um microcomputador HP série 200 (modelo 16, 26 ou 36). O software usado na aquisição/processamento de dados é o CAR (Computer-Aided Research); este software converte mV em °C, calcula a primeira e a segunda derivadas, determina as temperaturas em que as transformações de fase ocorrem, além de uma série de outros parâmetros. O trabalho do autor voltou-se, principalmente, ao estudo de bronzes; a fig. 41 mostra uma curva de resfriamento e a correspondente primeira derivada.

As principais conclusões do autor são:

- 1) DERTA é uma técnica que torna possível a análise automática de curvas de

resfriamento com boa precisão.

2) quando usando a técnica da solidificação unidirecional, a técnica DERTA torna possível o controle de qualidade do fundido

## Capítulo 4

# O Superesfriamento , Espaçamento Dendrítico e Tamanho de Grão

### 4.1 - O superesfriamento

Superesfriamento, tamanho de grão, e espaçamento dendrítico ( principalmente , o secundário - EDS ) são os parâmetros mais comumente associados às propriedades mecânicas dos fundidos; porisso, serão feitas a seguir algumas considerações sobre estes parâmetros, começando pelo superesfriamento. Segundo Laxmanan<sup>23</sup>, solidificação dendrítica ocorre em metais puros e ligas, metálicos ou não-metálicos. Nos metais puros, o crescimento dendrítico é puramente um problema associado ao fluxo térmico e crescimento estacionário (steady state growth) pode ou não ocorrer num líquido superesfriado. Assim, o calor pode ser extraído através do sólido e do líquido e os gradientes térmicos à frente da ponta ( “tip” ) da dendrita, no líquido, pode ser negativo. A interface sólido-líquido agora é a região de mais elevada temperatura do sistema. Neste caso, o crescimento dendrítico num metal puro superesfriado normalmente é chamado “crescimento livre” (free growth ou unconstrained growth). No

crescimento dendrítico livre, a taxa de avanço dos pontos que crescem é determinado somente pela temperatura (e composição química, no caso de ligas). A forma das dendritas é influenciada pelas condições locais de crescimento.

Dendritas produzidas por ligas constituem um problema mais complexo, principalmente porque as dendritas podem crescer num líquido com elevado superesfriamento, o que pode ser visualizado como uma situação de crescimento forçado (constrained), ou podem crescer com um gradiente positivo no líquido, com o calor sendo retirado inteiramente através do sólido. O crescimento dendrítico forçado (constrained growth) ocorre em inúmeros processos industriais, como: solidificação direcionada de monocristais, lâminas de turbinas, eletro-slag, fundição contínua, etc... Normalmente, a prática de uma fundição de qualidade está associada à solidificação que ocorre na presença de elevados gradientes térmicos.

Numa liga, de acordo com Laxmanan<sup>23</sup>, o crescimento dendrítico com um gradiente térmico imposto tende a produzir uma estrutura de plaquetas chamada “cellular dendritic”, com gradientes elevados. O crescimento dendrítico livre leva à formação de dendritas chamadas “branched rod”, tanto em ligas como em metais puros. A fig. 42 mostra os parâmetros mais importantes que governam a formação da estrutura.

Laxmanan desenvolveu um modelo para o crescimento dendrítico “imposto”, baseado no modelo tradicional de Burden e Hunt<sup>24</sup>. Um dos aspectos mais importantes abordados por Laxmanan, em relação ao presente trabalho, diz respeito ao superesfriamento nas pontas das dendritas. Durante o crescimento dendrítico imposto através de um gradiente  $G_L$ , as pontas das dendritas tornam-se superesfriadas, devido às mudanças de composição que ocorrem durante o resfriamento. O soluto é rejeitado para o líquido (assumindo  $k < 1$ ) e, de um modo geral, a composição do líquido em equilíbrio com os tops da dendrita,  $C_L$ , difere de  $C_0$ , a composição inicial da liga.

Supondo que as composições do sólido e do líquido na interface sólido-líquido estão relacionadas com a temperatura pelo diagrama de fase, a temperatura da ponta da dendrita  $T_t$  deve ser menor do que  $T_L$ , a temperatura liquidus de equilíbrio inicial da liga.

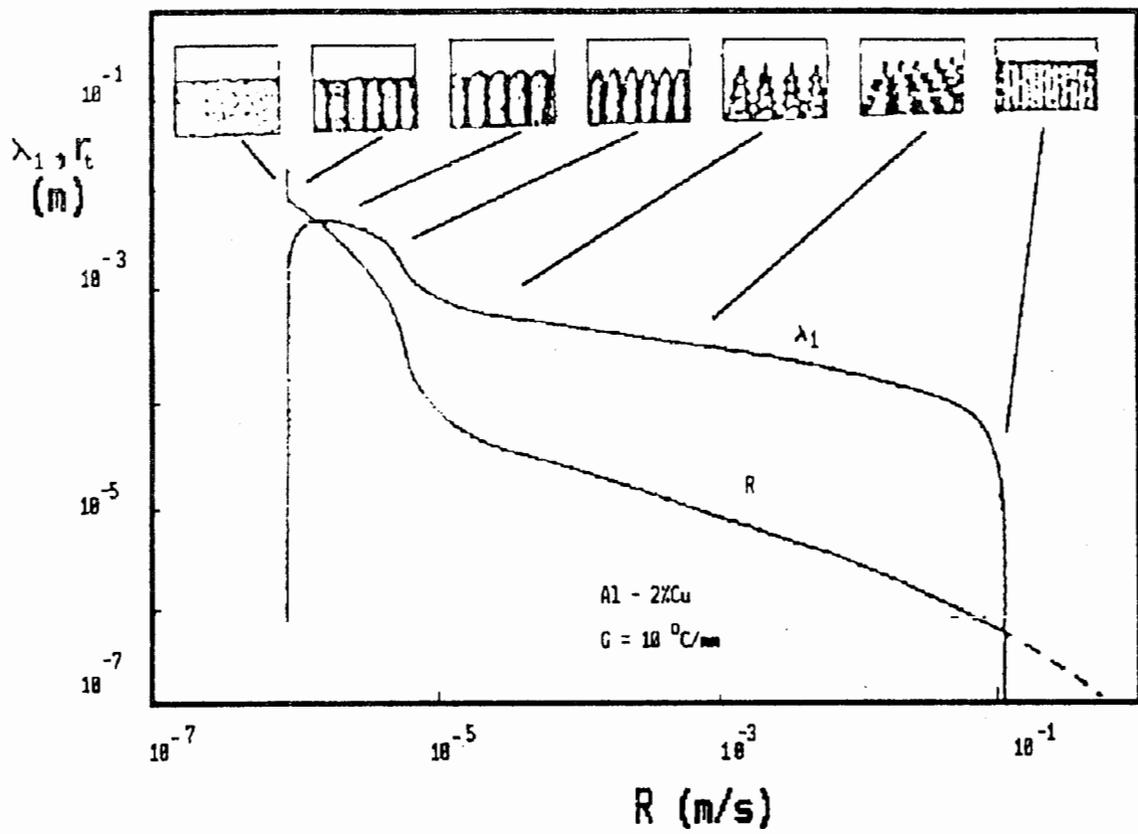
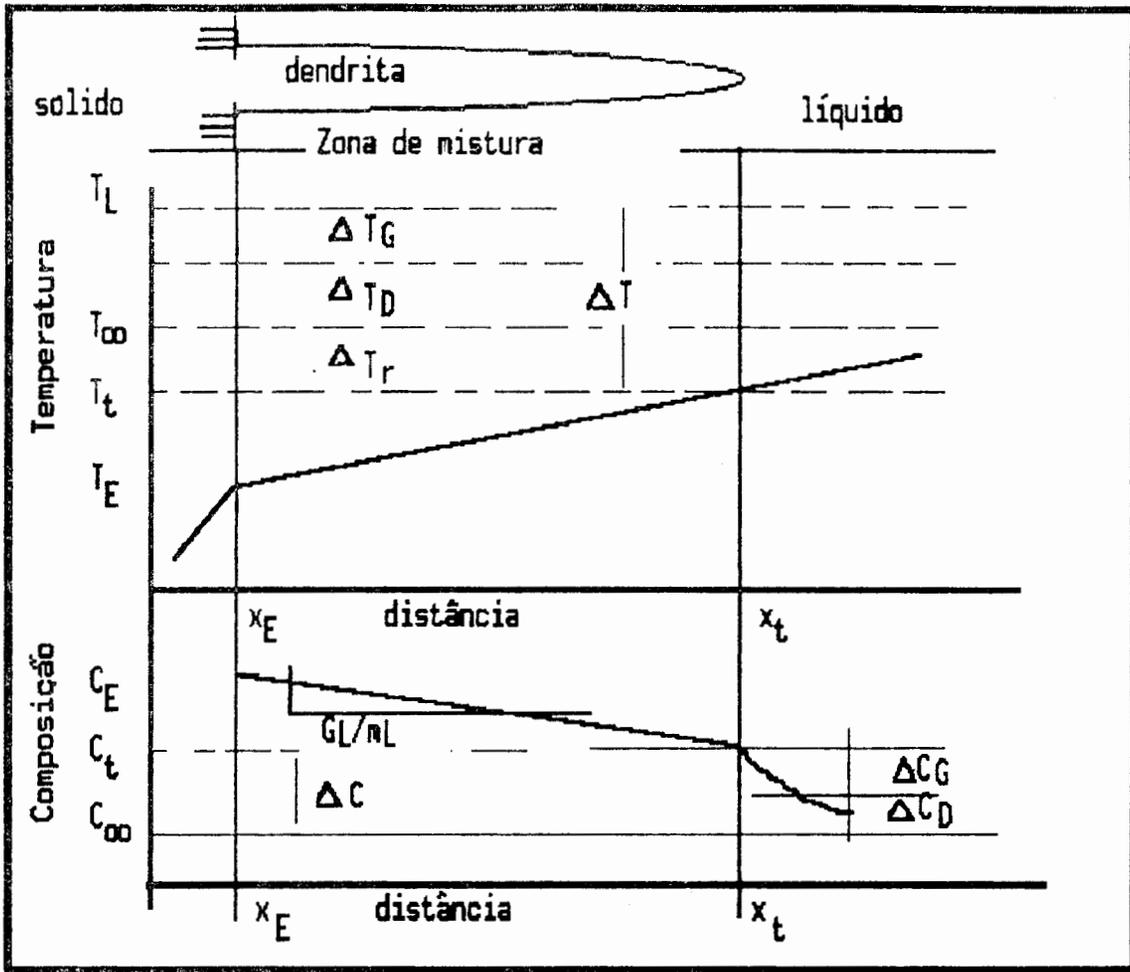


Fig. 42 - Raio da ponta da dendrita ( $r_t$ ) e espaçamento dendrítico primário ( $\lambda_1$ ) como função da Taxa de Solidificação,  $R$  para Al 2%Cu;  $G = 10^\circ\text{C/mm}$ . O diagrama mostra o tipo de morfologia esperado em diferentes regimes térmicos.

A Fig.43 mostra esquematicamente o modelo de solidificação proposto para crescimento dendrítico na presença de um gradiente térmico imposto: os tips das dendritas estão localizados na posição  $x = x_t$  e a temperatura das pontas (tips),  $T_t$ , é menor do que a temperatura liquidus de equilíbrio  $T_L$ . O superesfriamento total no tip é  $\Delta T = T_L - T_t$ ; pode-se observar que a composição do líquido em equilíbrio com os tips das dendritas é  $C_t > C_0$ . A composição Fig.



43 - Modelo básico de solidificação para o crescimento dendrítico, para uma liga binária, com um gradiente térmico imposto no líquido.

do sólido que se forma nas pontas das dendritas é  $kC_t < kC_\infty$ . A Fig. 44 mostra que o superesfriamento total na ponta da dendrita (tip) é composto por quatro superesfriamentos distintos:

$$\Delta T = \Delta T_G + \Delta T_D + \Delta T_r + \Delta T_k \quad (42)$$

onde  $\Delta T_G$  é devido a segregação/composição química,  $\Delta T_D$  está relacionado a difusão,  $\Delta T_r$  ao raio de curvatura da ponta da dendrita e  $\Delta T_k$  é o superesfriamento cinético. Bower<sup>25</sup> et al, Sharp e Flemings consideram somente a componente  $\Delta T_G$  nos cálculos de

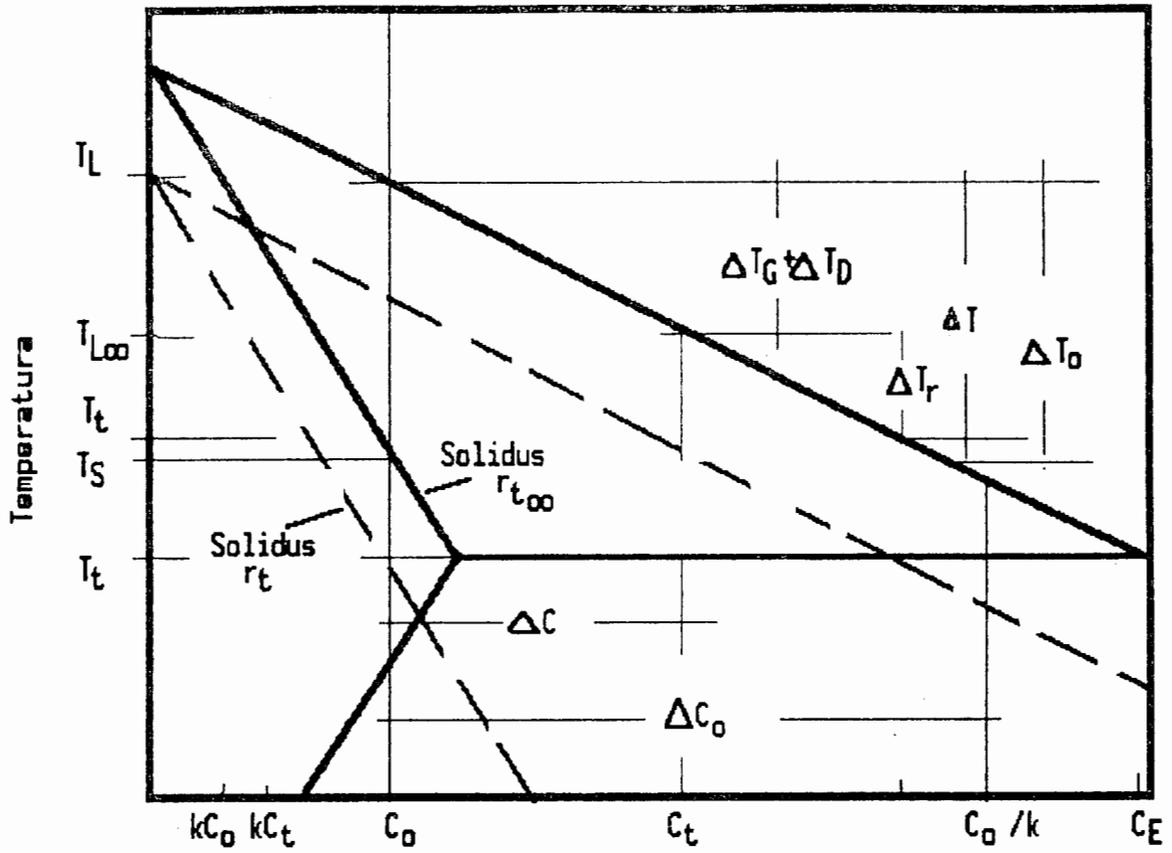


Fig. 44 - Diagrama de fases e componentes do superesfriamento (segundo Laxmanan).

superesfriamento, desprezando os outros termos. Assim,

$$\Delta T_G = \frac{DLGL}{R} \quad (43)$$

Segundo Laxmanan, os resultados obtidos por este modelo para baixos valores de R tem levado a conclusões errôneas. A expressão usada para o cálculo do superesfriamento total no líquido dependerá das simplificações adotadas pelo modelo adotado e não é nossa intenção esgotar o assunto, mas sim mostrar alguns dos modelos mais comumente usados.

No modelo de Burden e Hunt<sup>23</sup> a equação básica proposta para o superesfriamento é

dada por :

$$\Delta T = \frac{D_L G_L}{R} - \frac{R m_L C_o (k-1) r_t}{D_L} + \frac{2 T_L}{\rho H r_t} \quad (44)$$

Neste modelo o superesfriamento cinético é desprezado. A fig. 44 mostra o diagrama de fases para uma liga binária, e os diversos componentes do superesfriamento.  $\Delta T_D$  é diretamente proporcional ao raio de curvatura da ponta da dendrita,  $r_t$ , enquanto  $\Delta T_r$  é inversamente proporcional a  $r_t$ ; assim, para valores constantes de  $R$  e  $G_L$ , o superesfriamento total da ponta da dendrita tende a um valor máximo, a medida que o raio de curvatura cresce. O superesfriamento mínimo corresponde ao valor de  $r_t$  para o qual  $\Delta T_r = \Delta T_D$ .

Quando o superesfriamento é lido diretamente de uma curva de resfriamento, como mostra a fig. 45, o que se lê na realidade é uma parcela do superesfriamento (parcela esta que tem gerado muita discussão e para a qual os pesquisadores, de um modo geral, não chegaram ainda a um consenso ).

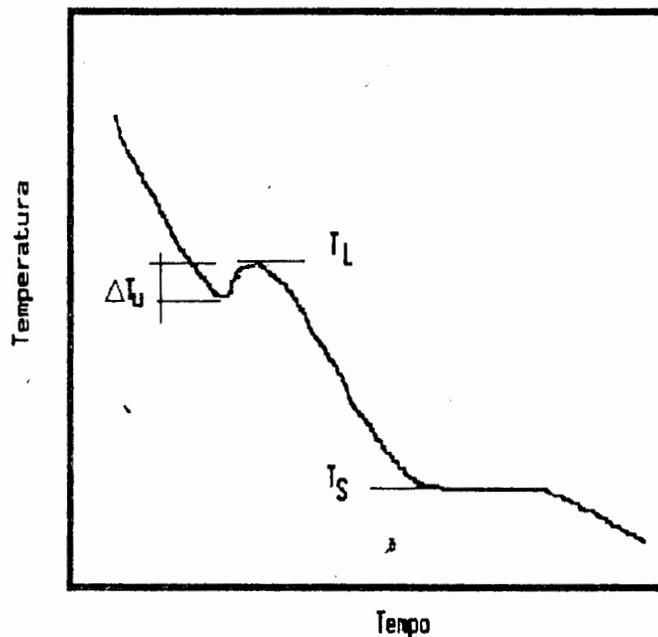


Fig. 45 - Curva de resfriamento genérica de liga binária, mostrando o superesfriamento.

## 4.2 - O espaçamento dendrítico

Segundo Flemings<sup>25</sup>, uma maneira conveniente de medir os efeitos das condições de solidificação na estrutura dendrítica é através do “espaçamento dendrítico”; a Fig. 46 mostra uma representação esquemática de crescimento dendrítico, onde podem ser diferenciados os espaçamentos primários, secundários e terciários; Kotler<sup>26</sup> enfatiza que o gradiente térmico e a velocidade de solidificação são variáveis importantes que afetam diferentemente o espaçamento dendrítico; num sistema onde a extração de calor seja forçada,  $G_L$  e  $R$  são dependentes um do outro.

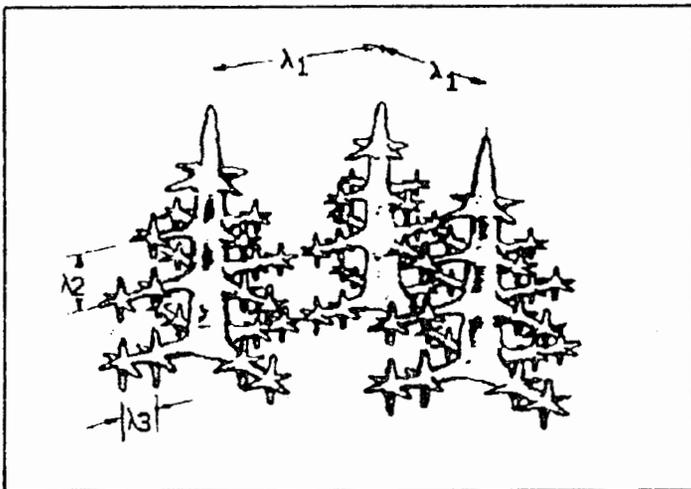


Fig. 46 - Representação esquemática (segundo Kotler) de crescimento dendrítico; pode-se notar que os espaçamentos dendríticos primários não são idênticos. Assim, o número de braços primários por unidade de área é uma melhor medida de espaçamento dendrítico.

Materiais transparentes têm mostrado que as dendritas colunares podem ajustar seus espaçamentos primários durante o processo de crescimento; se o espaçamento é muito próximo, um ou outro dos braços primários fica para trás e é automaticamente engolfado (crescimento competitivo); se o espaçamento é muito grande, um braço terciário que cresce a partir de um secundário pode ser alcançado pela ponta (tip) de um braço primário e transformar-se num deles. Segundo Flemings, a força motriz (“driving force”) que atua no caso

é o superresfriamento constitucional que ocorre na região entre dois braços de dendritas primárias.

Uma série de ligas exibem um comportamento experimental que mostra a dependência do espaçamento dendrítico com a taxa de resfriamento, durante o processo de solidificação. Segundo Flemings, as expressões matemáticas entre espaçamento dendrítico e variáveis térmicas possuem a forma:

$$E.D. = b (G.R)^p \quad (45)$$

onde  $p$  assume valores entre  $1/3$  e  $1/2$  para espaçamentos secundários e próximos de  $1/2$  para espaçamentos primários. A figura 47 mostra a relação entre espaçamento secundário e gradiente térmico, obtidos por Kotler<sup>26</sup> para ligas  $Pb - Sb$ .

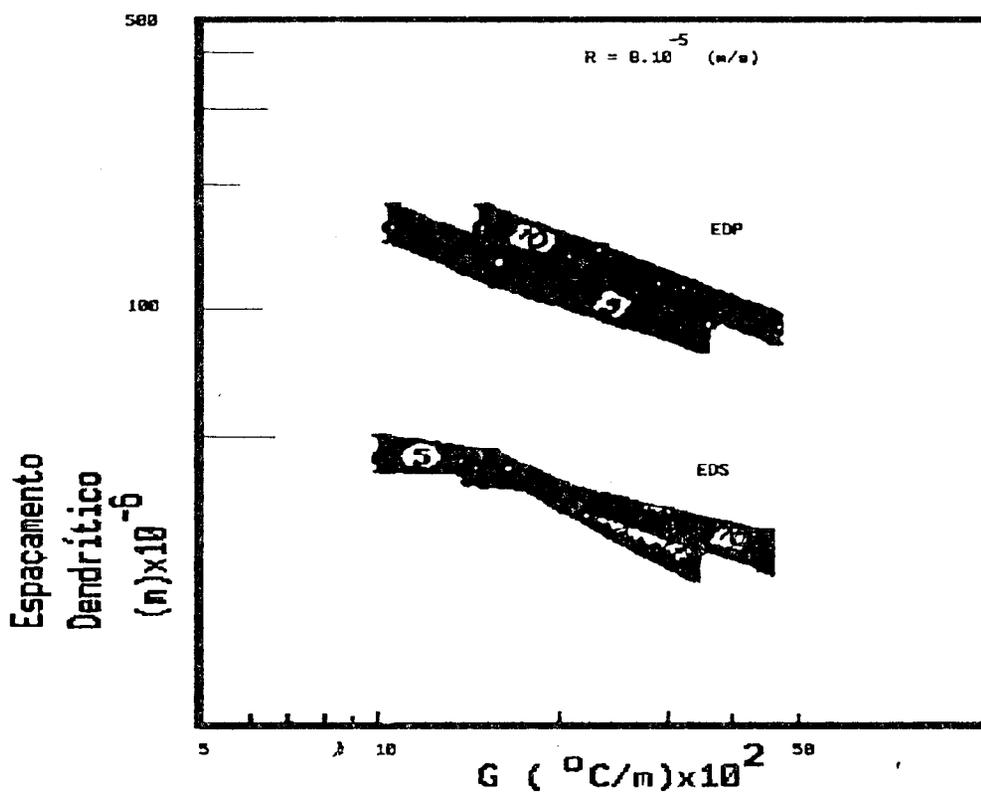


Fig. 47 Espaçamento dendrítico (primário e secundário) versus gradiente térmico (ligas Pb- 5 e 10% Sb).

Garcia<sup>22</sup> descreve uma série de modelos de crescimento dendrítico; segundo o autor, uma série de investigações experimentais mostrou a dependência dos espaçamentos interdendríticos (de primeira e segunda ordem ) da taxa de resfriamento; outra maneira de explicitar esta dependência consiste em relacionar o espaçamento interdendrítico com o tempo local de solidificação. Assim, temos:

$$t_{SL} = \frac{\Delta T}{\dot{T}} \quad (46)$$

sendo  $\Delta T$  o intervalo de solidificação para condições fora do equilíbrio e  $\dot{T}$  é a taxa de resfriamento. O modelo de Feurer, descrito por Garcia<sup>22</sup>, que relaciona o espaçamento dendrítico secundário com o tempo local de solidificação, para ligas Al 7Si pode ser escrito:

$$EDS = 4,36 (\bar{M} t_{SL})^{0,33} \quad (47)$$

onde  $\bar{M} = 18.10^6 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  ( para ligas al7Si).

Kotler desenvolveu o dispositivo experimental mostrado na Fig. 48 para avaliar independentemente a influência do gradiente térmico e da taxa de solidificação, para ligas Pb-Sn e os resultados estão mostrados nas figuras 49 (a) e (b); este sistema incorpora uma fonte de calor e um sistema de extração de calor, que permanece a uma distância fixa da interface sólido/líquido.

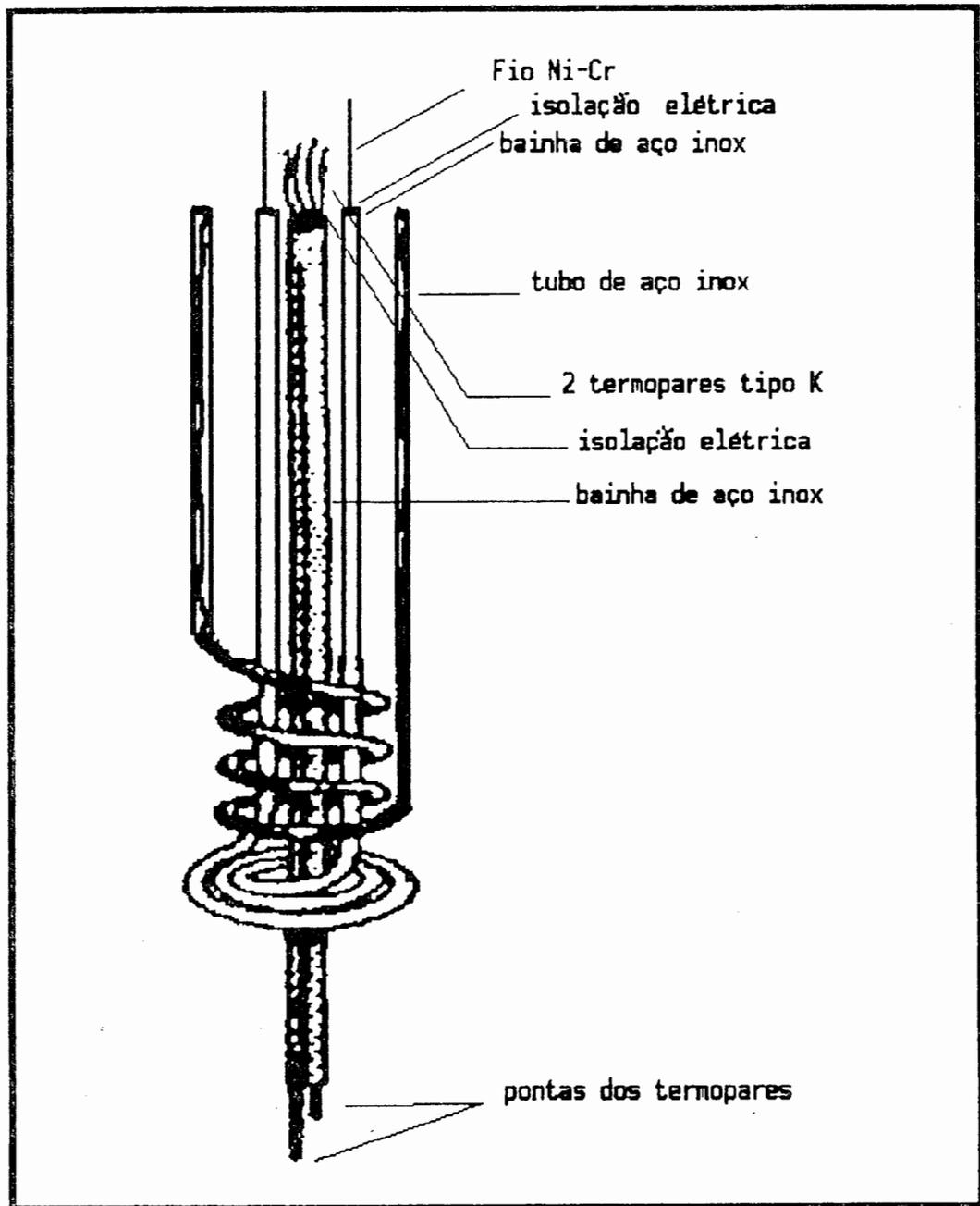


Fig. 48 - Representação esquemática do dispositivo desenvolvido por Kotler.

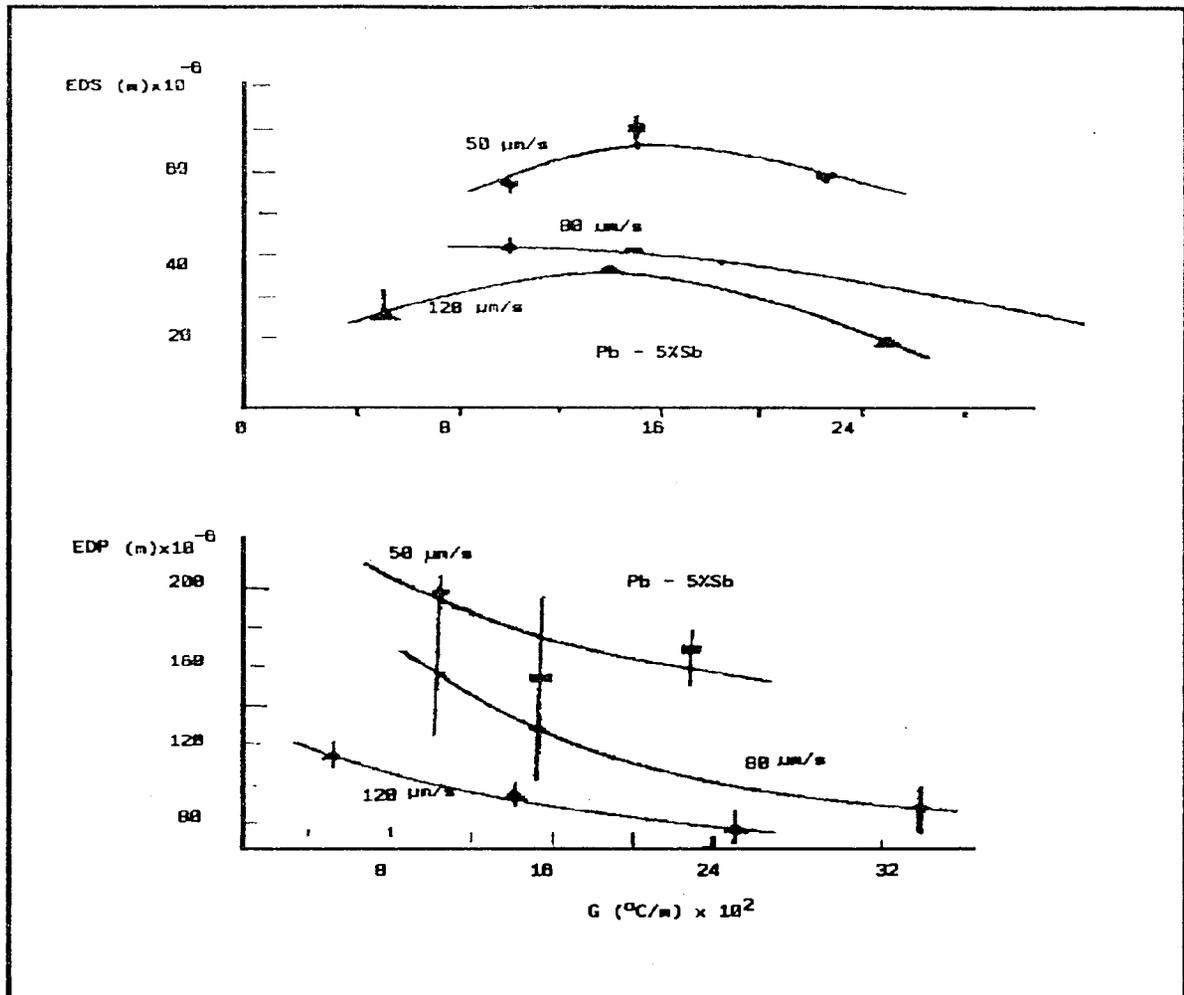


Fig. 49 - Efeito da composição (5 a 10 % Sb em Pb) e gradiente de temperatura no líquido ( $G_L$ ) no espaçamento dendrítico.

Neste sistema foi empregada uma fonte de calor de 200 W ( fio de Ni-Cr isolado eletricamente de uma bainha de aço inox ); um termopar diferencial, tipo K ( $\phi = 0,25$  mm) é colocado dentro de um sistema de aquecimento e as junções do termopar são localizadas a 5 mm uma da outra ( de modo a permitir a determinação do gradiente de temperatura  $G = \Delta T/\Delta x$ , sendo  $\Delta T$  medida diretamente pelo termopar e  $\Delta x = 5\text{mm}$  ), imediatamente abaixo do sistema de aquecimento ( que na parte inferior tem a forma de uma “bobina”).

O experimento é realizado da seguinte maneira : a carga do material a ser fundido é

colocada dentro de um longo tubo de quartzo, e, então, colocado dentro de um segundo cilindro de Invar. A carga é fundida dentro de um forno tubular, mas uma das extremidades do cilindro é colocada dentro d'água, de modo que parte da carga solidifica; a potência do forno é controlada de modo que permaneçam sólidos cerca de 5 cm da amostra.

Neste momento é introduzido o sistema de aquecimento de Kotler, que passa a fornecer calor ao sistema (além do forno externo); ajustando a potência deste dispositivo é possível variar o gradiente térmico na amostra (pelo controle de  $\Delta T$  lido nos termopares, já que  $\Delta x$  permanece constante). A velocidade de avanço da interface (taxa de solidificação) foi considerada como sendo a velocidade de movimentação do cilindro de Invar, que gradativamente vai sendo retirado de dentro do forno vertical.

### 4.3 - Tamanho de Grão

Segundo Reed-Hill<sup>27</sup>, os metais policristalinos quase sempre apresentam uma forte dependência entre tamanho de grão, dureza e resistência à tração; quanto menor o tamanho do grão, maior a dureza ou tensão de deformação plástica. A fig. 51 apresenta resultados de ensaios de tração para amostras de Ti, à temperatura ambiente. Lewis<sup>28</sup> enfatiza que segundo o modelo clássico de nucleação e crescimento, grãos equiaxiais crescem até que interagem com seus vizinhos e produzem contornos de grão; é nestes contornos de grão que a solidificação final acontece e onde fases eutéticas, porosidades e inclusões, residem na estrutura final. Assim, todos os elementos que diminuem a resistência mecânica podem ser encontrados nesta região. Aumentando, porém, o número de sítios de nucleação, os grãos serão de menor tamanho e haverá uma distribuição mais uniforme de constituintes que dificultam o colapso da estrutura. O resultado é um aumento nas propriedades mecânicas.

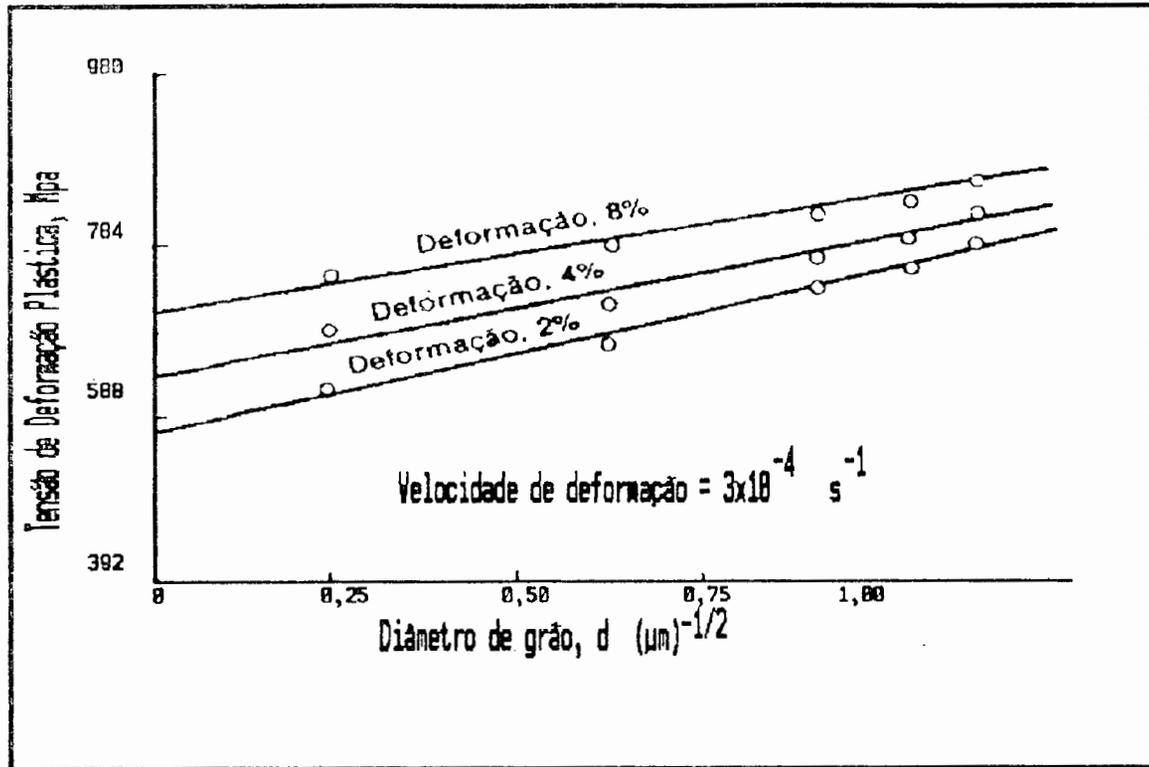


Fig. 51 - Tensão de deformação plástica em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro do grão (segundo Reed-Hill<sup>27</sup>).

O tamanho de grão pode ser avaliado por diversos métodos; no método ASTM, para aços, a fotomicrografia de uma dada amostra policristalina com aumento de 100 vezes é comparada com uma série de micrografias padronizadas ou polígonos idealizados, resultando em grãos que variam de 1 a 8. Este padrão, entretanto, não serve para ligas de Al, que podem produzir grãos muito diferentes dos aços, como no caso do presente trabalho. Uma outra técnica (método planimétrico de Jefferies<sup>29</sup>), é contado o número de grãos por unidade de área (um círculo é desenhado em uma fotomicrografia). No método de interceptação de Heyn<sup>29</sup>, ao invés de investigar o número de grãos por unidade de área, são contados os grãos interceptados por uma linha teórica na superfície da amostra. Este último método foi o empregado para avaliação do tamanho de grão no presente trabalho.

Nem sempre as micrografias obtidas permitem uma fácil identificação dos parâmetros interdendríticos: segundo Spear<sup>30</sup>, o espaçamento dendrítico secundário (EDP) é difícil de medir na maioria dos fundidos comerciais de Al; normalmente, o tamanho de grão é tão pequeno que não consegue desenvolver espaçamentos secundários facilmente mensuráveis. Spear salienta que diversos parâmetros podem ser associados ao fundido, como por exemplo: espaçamento dendrítico primário (EDP), intervalo da célula dendrítica (ICD) e tamanho da célula dendrítica (TCD), como mostra a fig. 52.

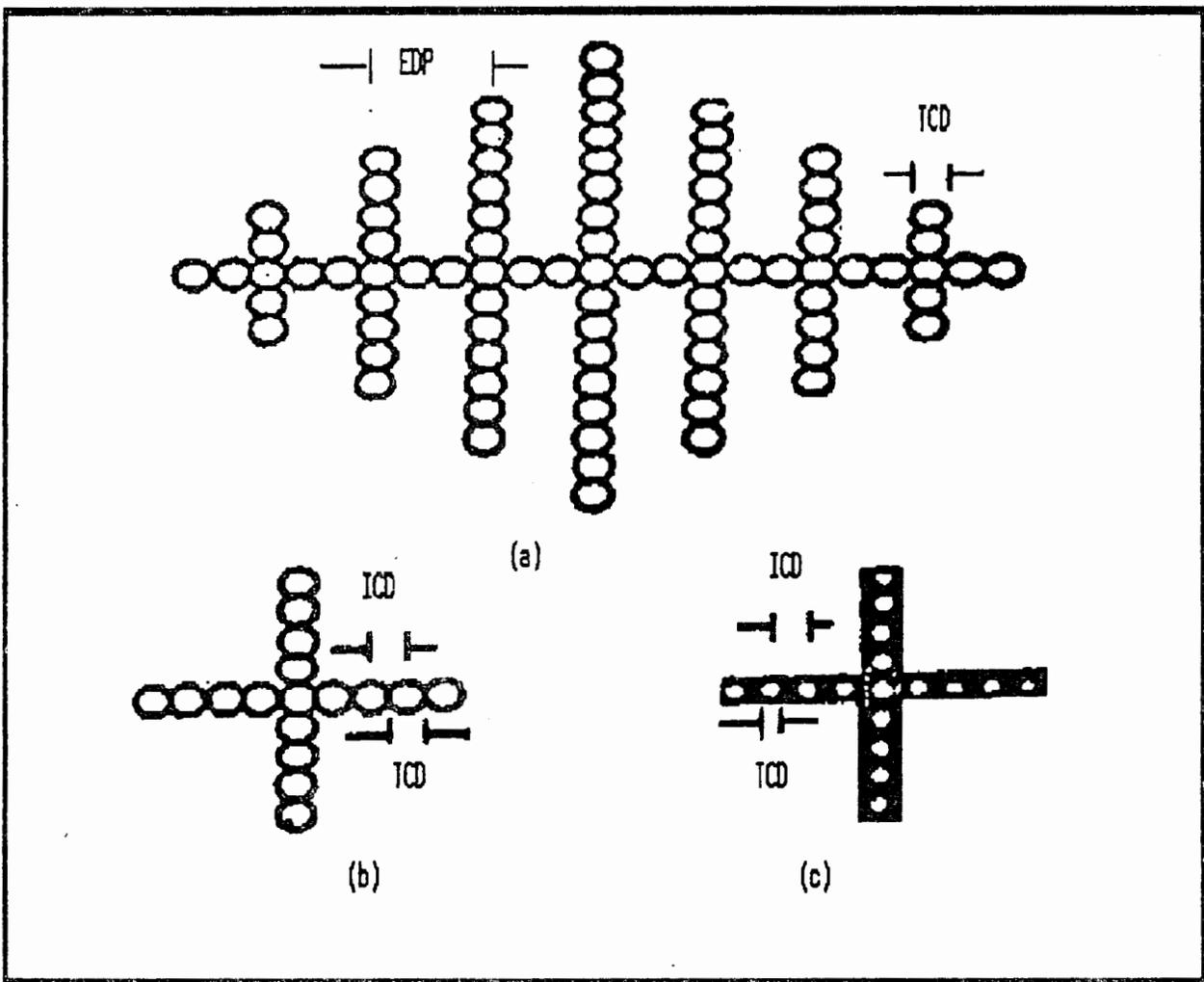
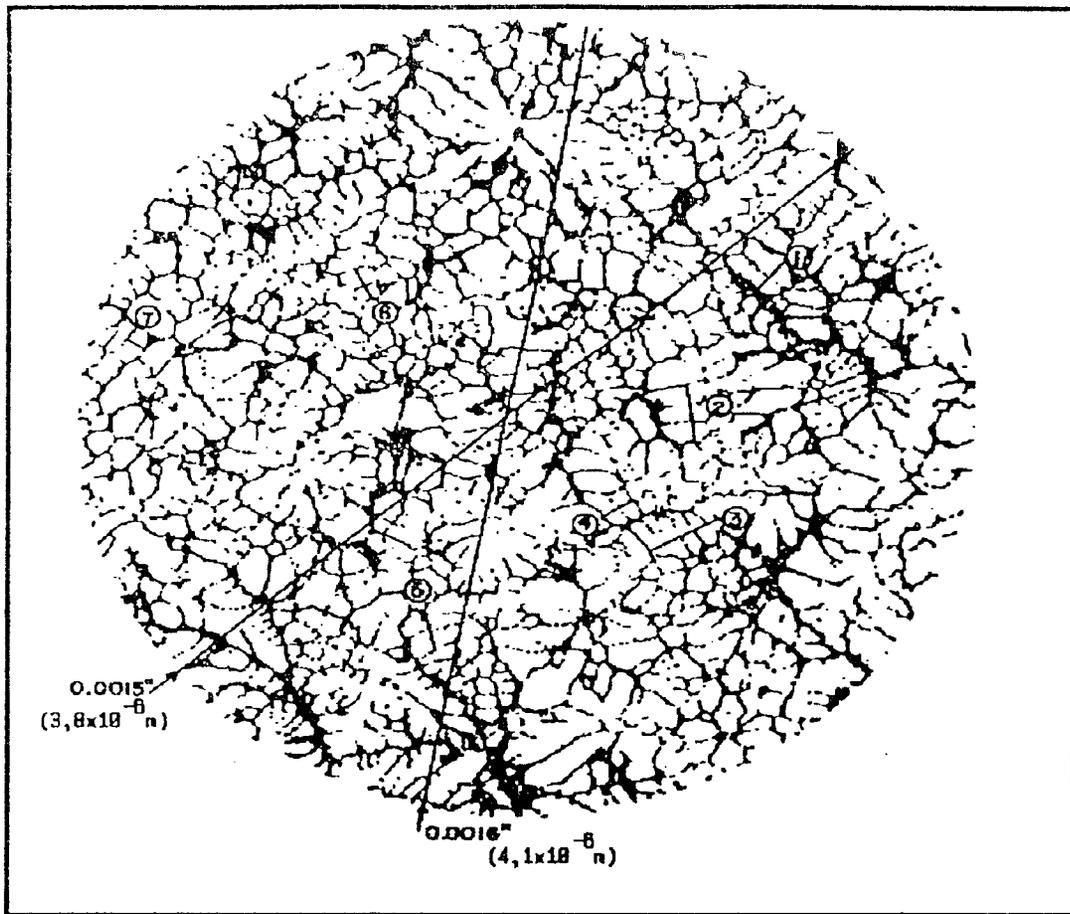


Fig. 52 - Parâmetros dendríticos, segundo Spear<sup>30</sup>.

Conforme foi salientado anteriormente, o parâmetro EDP é difícil de medir na maioria dos fundidos comerciais de Al; desta maneira, sobra a escolha entre os parâmetros ICD e TCD. A fig. 52 mostra que estes parâmetros, em ligas com pequena quantidade de material interdendrítico, são praticamente iguais, porém, à medida que aumenta o espaçamento interdendrítico, a diferença entre estes dois parâmetros se acentua. Nestas condições, o parâmetro TCD é o mais aconselhável de ser utilizado (mais fácil e medida mais precisa). O método mais preciso para determinação do parâmetro TCD é através da medição de células individuais; o espécime é observado até que o observador estabeleça uma imagem conceitual da estrutura celular. Então, as células são medidas individualmente ou em pequenos grupos ao longo de uma linha traçada.

A fig. 53 mostra a microestrutura de uma liga A356, salientando a medição de diversas células e de pequenos grupos de células; pode ser observado que os valores são efetivamente consistentes. Um método mais rápido usa a interceptação de linha; neste caso, o observador também deve escolher um campo de leitura representativo. Então, o campo de visualização é cortado por uma linha e é contado o número de células interceptado ao longo de uma certa distância conhecida, que faz parte da linha desenhada. Desta forma obtém-se o número de linhas por mm, que permite a determinação da célula unitária. No exemplo da fig. 53, a medição individual resultou num valor aproximado de  $3,8 \times 10^{-6}$  m (0,0015"); o método da interceptação forneceu um valor médio de  $3,8 \times 10^{-6}$  m (0,015") para uma das linhas e  $4,1 \times 10^{-6}$  m (0,0016") para a outra. Geralmente, os resultados obtidos pelos dois métodos é bastante próximo, sendo que o método da interceptação da linha resulta em valores ligeiramente maiores.

A taxa de resfriamento e a composição da liga são os fatores que mais afetam o refinamento dendrítico celular; a relação entre a taxa de resfriamento e ICD foi avaliada por Spear<sup>30</sup> para cinco ligas básicas de Al, usando pequenas amostras com várias taxas de solidificação. As amostras foram fundidas num cadinho de ferro com 5 cm de altura; um termopar foi posicionado ao longo do eixo central, aproximadamente a 2 cm do fundo do cadinho, para registrar a história térmica de cada espécime. Cada espécime teve retirada uma



Determinação do parâmetro dendrítico TCD.

amostra, de um ponto próximo ao termopar. Os ensaios para determinação de outros parâmetros de interesse foram realizados com moldes do tipo "plate castings" (moldes de gesso), resfriados numa das extremidades. Termopares foram colocados a uma distância de 2,5 cm entre si, para determinação da taxa de solidificação em vários pontos. Os resultados obtidos permitiram estabelecer uma relação entre "taxa de solidificação" e o parâmetro TCD do tipo :

$$y = 0,0058 (0,55 x)^{-0,337} \quad (49)$$

ou, aproximadamente:

$$y = 0,05 (0,55 x)^{-1/3} \quad (50)$$

onde  $y$  = tamanho da célula dendrítica (mm) e  $x$  = taxa de solidificação\* ( $^{\circ}$  C/s)

*\* Parece que o autor deveria ter escrito "taxa de resfriamento" ao invés de "taxa de solidificação"*

Ainda segundo Spear, o parâmetro TCD é importante na avaliação da qualidade dos fundidos, pois torna-se possível estabelecer um valor numérico associado ao refinamento estrutural. O parâmetro TCD está associado à porosidade e à quantidade de constituintes intermetálicos; à medida que o parâmetro TCD diminui, a porosidade e os constituintes decrescem também e tendem a ficar melhor distribuídos; a influência do parâmetro TCD também pode ser avaliada em termos das propriedades mecânicas. A fig. 54 (a) mostra a relação entre o parâmetro TCD e a tensão de escoamento e a fig. 54 (b) mostra a relação entre TCD e alongação, para uma liga A356.

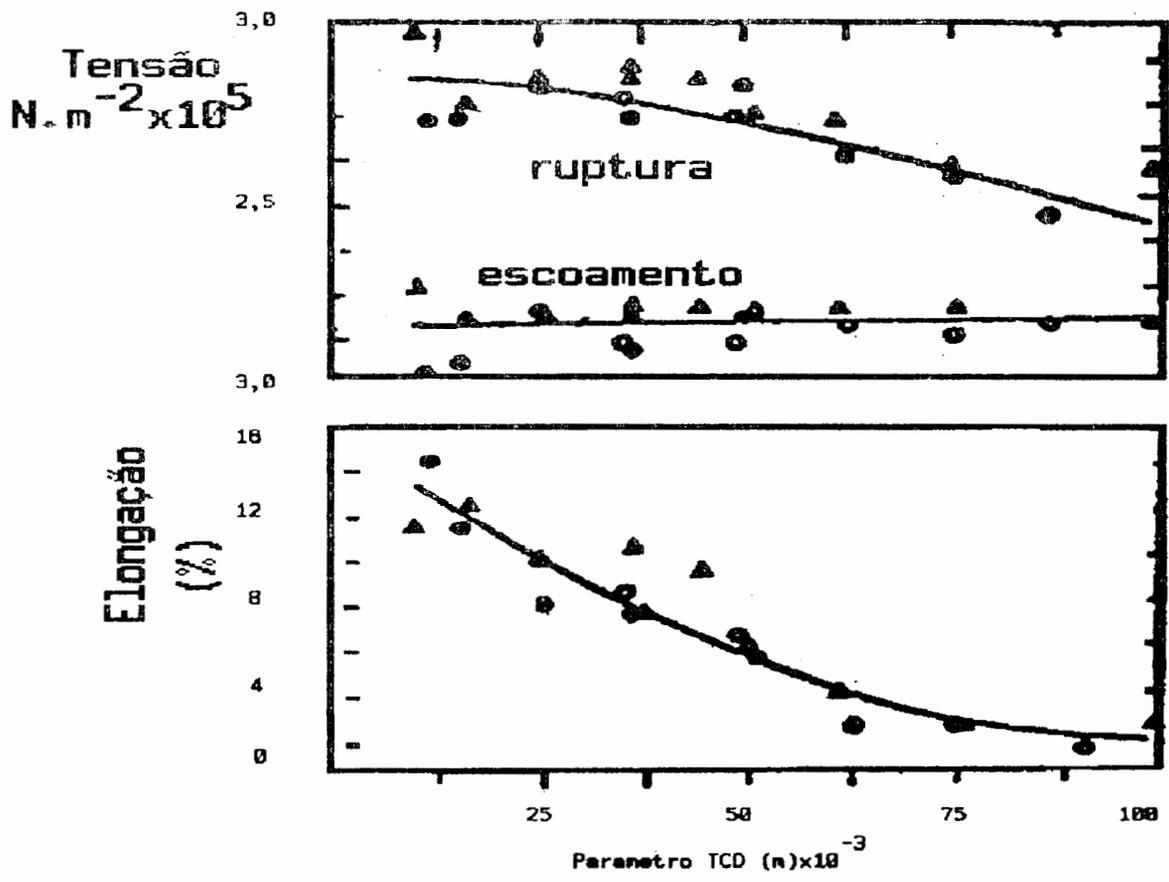


Fig. 55 - (a) - Relação entre tensão de escoamento e ruptura com TCD.

(b) - Relação entre elongação e TCD.

## Capítulo 5

### Equipamento , material utilizado e procedimento experimental

#### 5.1 - Equipamento e material utilizado

##### 5.1.1. - Ensaio de fundição convencional

As ligas utilizadas ( $Al7Si$  e  $Al12,6Si$ ) foram preparadas no Lab. de Fundição do DEMET/UFRGS, na forma de barras, que foram ,então, cortadas em partes menores, uma vez que o cadinho utilizado para refundir o material no laboratório possui aproximadamente 10 cm de diâmetro e 9 cm de altura ( pintura interna de bentonita ); este cadinho teve que ser cortado ( altura original de aproximadamente 15 cm ) para poder ser introduzido no forno horizontal - Veb Eletro mod. M12, que possui uma câmara de aproximadamente 30 cm x 20 cm x 11 cm, não permitindo cadinhos de maior altura do que os utilizados.

Os ensaios foram realizados em 4 tipos básicos de moldes : (a) óxido de Zr + sílica gel (

diâmetro = 12 mm e altura 85mm - a parede externa tem espessura variável); (b) idem, com camada externa de estuco (mesma dimensão interna); (c) grafite (diâmetro 3 cm e altura 6 cm); (d) moldes metálicos (pintura interna à base de bentonita - dimensões na fig. 57). A fig. 56 mostra alguns dos moldes empregados; os moldes de bentonita e chamote + bentonita foram confeccionados com espessura e diâmetro variável, para permitir taxas de resfriamento diferentes.

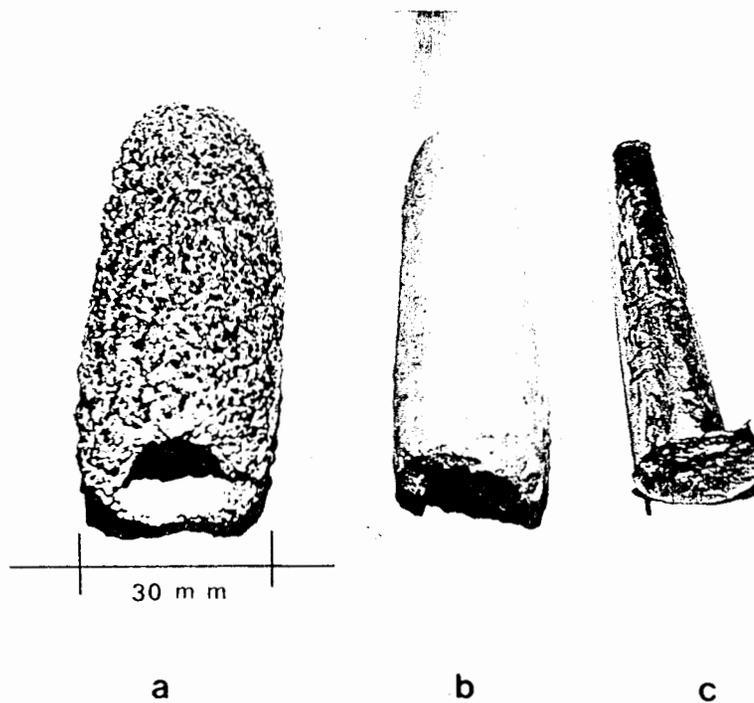


Fig. 56 - Moldes confeccionados com (a) óxido de Zr + sílica gel + camada externa de estuco, (b) óxido de Zr + sílica gel, (c) corpo de prova obtido com molde (a).

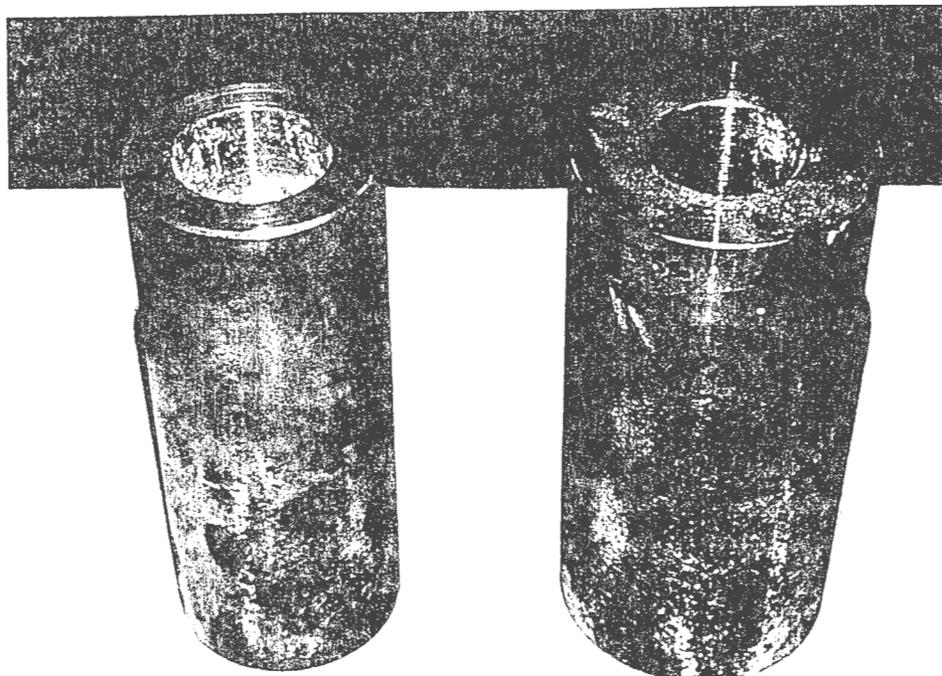


Fig. 57 - Moldes metálicos ( pintura interna - tinta à base de bentonita ).

### 5.1.2 - Ensaios para avaliar a cinza como nucleante

Foi desenvolvido, especialmente para os ensaios realizados com a finalidade de avaliar o desempenho da cinza como nucleante, um forno vertical, com potência 1 kw, adaptado a um sistema de tal maneira que o cadinho fica fixo e o forno é retirado, minimizando, desta forma, o efeito da vibração na nucleação; além disso, o forno possui na sua parte superior um dispositivo que permite a adaptação de uma furadeira, que, com o auxílio de um eixo especial, permite a agitação do metal líquido. Dois termopares tipo K ( diâmetro externo da bainha 1,5 mm ) estrategicamente colocados, medem a temperatura do forno e do metal líquido,

respectivamente.

### **5.1.3. - Metalografia**

As macrografias foram obtidas mediante polimento convencional em lixas (até n° 600 ) e posteriormente ataque com uma solução de HCl (50%) + HNO<sub>3</sub> (50%) e algumas gotas de HF); as micrografias foram obtidas mediante polimento eletrolítico ( equipamento Disa - mod. Eletropol) com butilcelussolve.

### **5.1.4 - Ensaio Mecânicos**

Os ensaios mecânicos foram realizados numa máquina universal de ensaios marca VEB, modelo ZD-10, na escala de 9.800 N (1000 kgf )- precisão de 98 N (10 kgf); os corpos de prova foram confeccionados segundo a norma ABNT NBR 7549 - alguns destes corpos de prova ensaiados estão mostrados nas figs. 58 e 59.

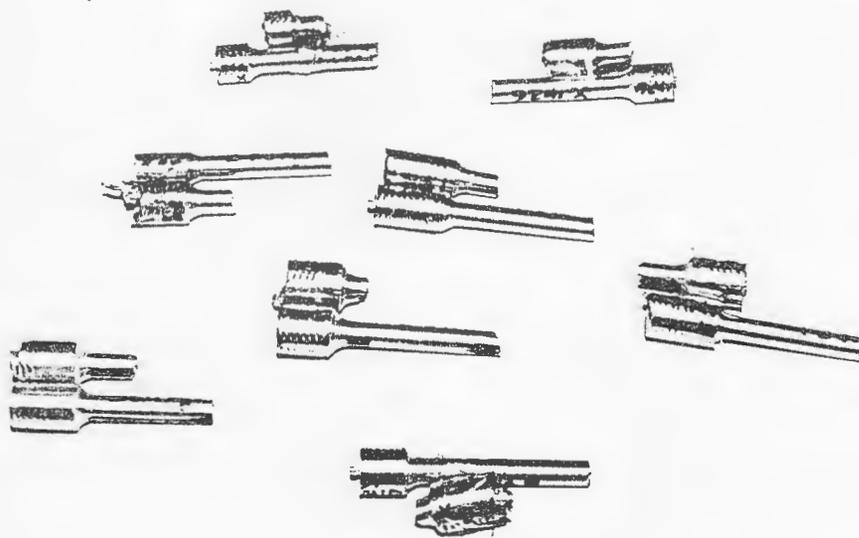


Fig. 58 - Alguns corpos de prova ensaiados.

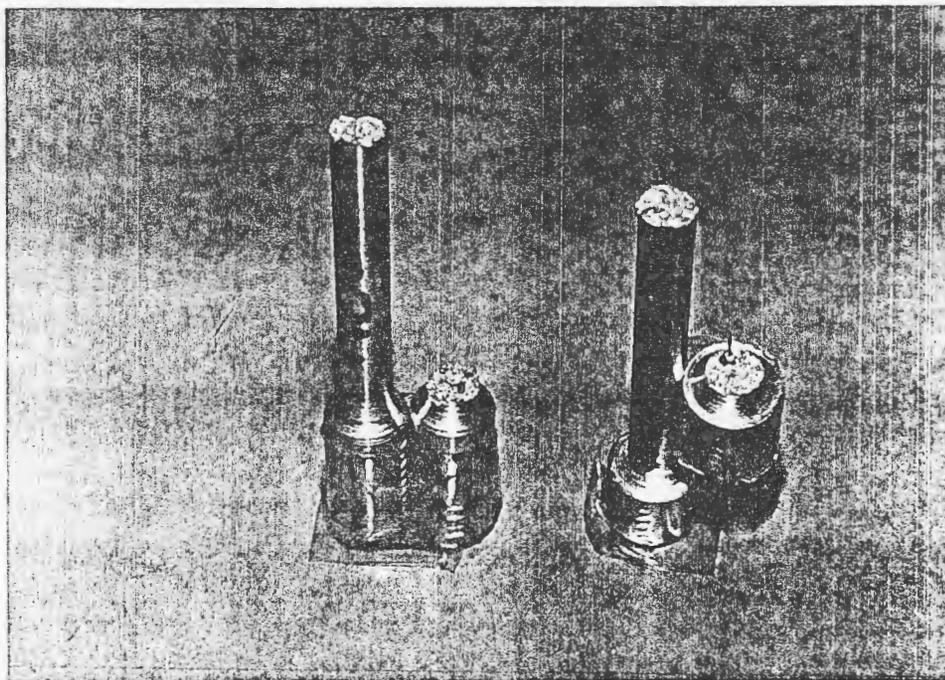


Fig. 59 - Visualização da ponta do termopar - responsável pela ruptura do corpo de prova fora do comprimento útil.

### **5.1.5 - Aquisição e processamento de dados**

O primeiro sistema de aquisição/processamento de dados baseou-se num conversor A/D, 0 - 9V, 8 bits, acoplado a um microcomputador sem disco rígido, 2 drives de 5 1/4" (360 Kb), 512 Kb de memória RAM, clock de 4,77 MHz, vídeo CGA 640x200, e uma impressora matricial paralela, semi-gráfica, 80 colunas, 9 agulhas. Para operar com esse conversor A/D foi necessário projetar e montar um amplificador para termopares (8 canais), uma vez que o sinal gerado pelos termopares é da ordem dos mV e o fundo de escala do conversor é 9 V.

O segundo sistema de aquisição/processamento baseou-se num conversor A/D de 12 bits, sensibilidade  $10 \mu\text{V}$  na escala de 40 mV, com 4 fundos de escala possíveis: 40 mV, 80 mV, 400 mV e 4V; este conversor foi conectado a um microcomputador do tipo PC X-T, clock de 8 MHz, com co-processador aritmético, vídeo colorido- 16 cores, placa EGA (640x350), winchester de 30 Mb, plotter A4, impressora 80/132 colunas - 24 agulhas, conversor D/A - 4 canais de saída (- 5V a + 5V).

### **5.1.6 - Ensaio com sistema de produção de fundidos à baixa pressão**

Foi montado um protótipo de uma máquina para produção de fundidos à baixa pressão, na qual o material é injetado numa matriz mediante a aplicação de uma pressão de  $2 \cdot 10^5 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$  (2 atm) na câmara onde se encontra o cadinho com o metal líquido que sobre, por um canal até a matriz. Para evitar escape de material ou acidentes, aplica-se à matriz uma força da ordem de 5.000 N (aproximadamente 500 kgf), mediante a ação de um sistema hidráulico acoplado à máquina.

### **5.1.6 - Sensores de Temperatura**

Todos os sensores de temperatura empregados no presente trabalho foram confeccionados a partir de um único lote de material; para viabilizar este procedimento foram adquiridos 50 m de fios de termopar com bainha de aço inox, com bainha externa de 1,5 mm. Os cabos de compensação também foram montados a partir de um único lote de material.

### **5.1.7 - Calibração dos sistemas de aquisição de dados**

Os dois sistemas de aquisição/processamento foram calibrados periodicamente com uma fonte CC baseada numa pilha e potenciômetros de ajuste grosso e fino, especialmente construída para esta finalidade. O sinal da fonte era lido simultaneamente por 3 multímetros digitais 4 1/2 dígitos (sensibilidade 0,01 mV, precisão  $0,02\% + 1$  dígito) : ECB mod. 220, CIE mod. 7905A e HC mod. 9020. Também foram realizadas calibrações lendo simultaneamente o sinal registrado pelos sistemas de aquisição/processamento e o sinal lido por um registrador potenciométrico Goerz, mod. SE 790, sensibilidade 0,05 mV e imprecisão de  $+ 0,2\%$  do fundo de escala, bem como foi usado um gerador de funções Insteak, mod IT 100K, para avaliar o desempenho dos sistemas frente a sinais periódicos, com diversas frequências.

## **5.2 - Procedimento Experimental**

### **5.2.1 - Ensaios convencionais de fundição**

A fig. 60 mostra um diagrama do procedimento seguido para a realização dos ensaios chamados “convencionais”; o cadinho é retirado do forno ( $\sim 750^\circ\text{C}$  na maioria dos ensaios) e o metal líquido é vazado no molde, onde encontra-se já posicionado o termopar -

(normalmente, a junta de medida ficava posicionada no centro da amostra a 1 cm de profundidade, como mostra a fig. 60 ). Devido à abertura da porta do forno e ao calor liberado durante o resfriamento da amostra, foram utilizados fios de compensação ( ~ 2 m ) nos terminais dos termopares - o sinal é, então, levado via cabos blindados aos terminais do conversor A/D, que por sua vez estava colocado dentro de uma caixa metálica, para minimizar ruídos.

Periodicamente, o sistema de aquisição/processamento era aferido; diversos procedimentos foram seguidos :

(a) - aferição com auxílio de fonte CC, confeccionada especialmente para esta finalidade. Diversos níveis de sinal foram injetados, um de cada vez, nos conversores A/D, com leitura simultânea (ligação em paralelo ) através dos 3 multímetros digitais.

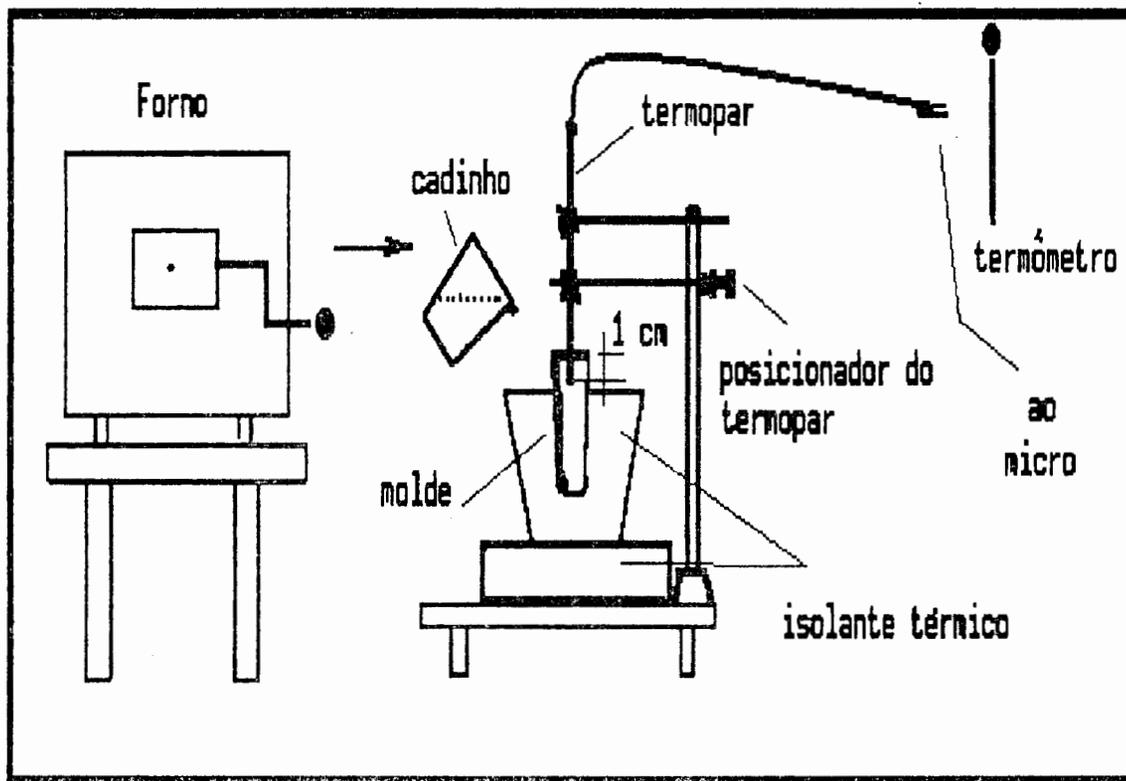


Fig. 60 - Diagrama da montagem e equipamento usado .

(b) - comparação da curva obtida pelo sistema de aquisição/processamento com a curva obtida num registrador potenciométrico convencional.

(c) - aferição com metais puros, principalmente Al, para avaliação da temperatura de fusão.

(d) - aferição com gerador de funções para testar se os sistemas respondiam com a velocidade e precisão necessárias (senóides de 1 a 10 Hz).

Na tentativa de minimizar os ruídos que são captados pelo termopar foi utilizada uma série de dispositivos, que vão desde uma “gaiola de Faraday” improvisada ( estrutura metálica com tela fina ) até o uso de cabos blindados, com as conexões colocadas dentro de uma caixa blindada. Foram utilizados diversos tipos de moldes, com diferentes espessuras de parede, bem como mantas adicionais de amianto e mesmo sistema de ventilação forçada, para conseguir diferentes taxas de resfriamento. Na maioria dos ensaios foi utilizado 0,2 s como o intervalo de aquisição entre um ponto e outro, com exceção dos ensaios envolvendo principalmente os moldes metálicos, onde as taxas de resfriamento são maiores - nestes casos foi usado o intervalo de 0,1 s.

### **5.2.2 - Ensaios com o sistema de fundição à baixa pressão.**

Foram realizados poucos ensaios com este tipo de sistema; estes ensaios foram realizados com o intuito de testar o funcionamento do sistema apenas, já que não era objetivo usá-lo exaustivamente, mas sim no futuro utilizá-lo conjuntamente com o sistema de aquisição/processamento de dados via microcomputador (usando matrizes convenientes será possível produzir peças de interesse industrial com qualidade garantida ). Uma linha de produção de fundidos com injeção de material à baixa pressão poderia obedecer a sequência de passos mostrada na fig. 61.

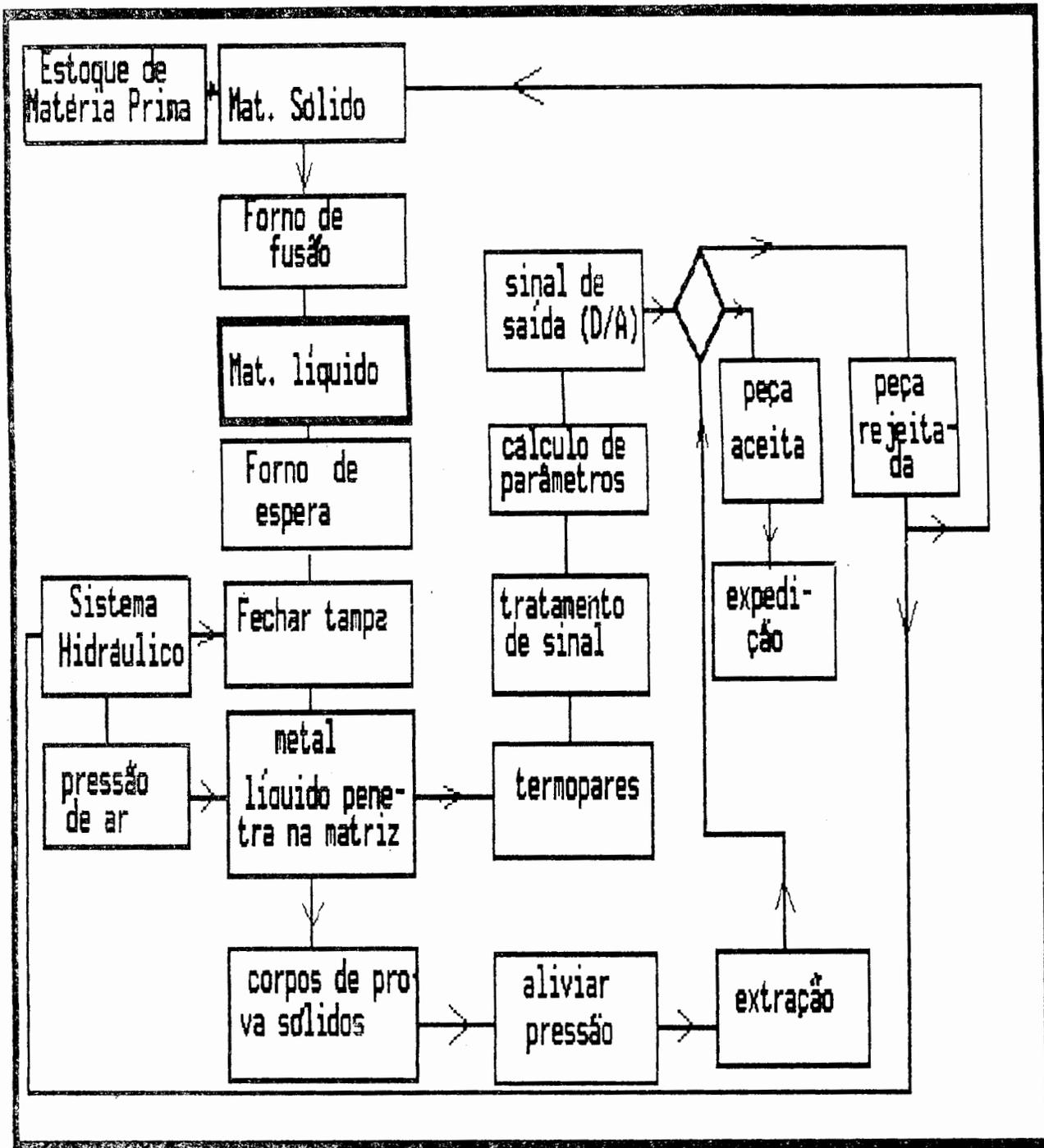


Fig. 61 - Sequência de passos de uma linha de fundição à baixa pressão.

Nos ensaios realizados com este sistema de produção de fundidos à baixa pressão, entretanto, não se chegou a realizar nenhum teste com o sistema de aquisição/processamento, de modo que, a parte do diagrama mostrado na fig. 61 que diz respeito aos estágios de aquisição, processamento, sinal de saída via conversor D/A, etc..., não chegou a ser concretizada, e, como foi salientado anteriormente, não era objetivo do presente trabalho.

A sequência de passos que foi seguida para a elaboração dos ensaios realizados é a seguinte:

- a) aquecimento da liga (amostra) em forno de resistência elétrica;
- b) retirada do cadinho com o metal fundente e adaptação do mesmo no “forno de espera” da máquina;
- c) adaptação da tampa e sistema com canal para fluxo de metal líquido do cadinho para a matriz;
- d) adaptação da matriz ;
- e) acionamento do sistema hidráulico para aplicação de força, de modo a evitar a possibilidade de movimento de componentes do sistema, quando da aplicação da pressão para ascensão do metal líquido pelo canal de alimentação em direção a matriz;
- f) acionamento das válvulas do sistema de pressão;
- g) realização do ensaio propriamente dito;
- h) alívio da pressão, fim da aquisição, retirada da matriz e dos corpos de prova, processamento dos dados;
- i) análise dos resultados ;
- j) aceitação ou rejeição da amostra;
- k) continuidade do processo de produção.

### 5.2.3 - Ensaio realizados para testar a cinza como nucleante

Estes ensaios foram realizados normalmente com moldes de chamote + bentonita servindo de cadinho: ou seja, o material foi fundido diretamente dentro dos moldes, num forno vertical especialmente projetado para esta finalidade. A cinza era adicionada por uma abertura na tampa do forno; após a adição da cinza, ajustava-se o dispositivo encarregado de agitar o banho : uma furadeira com um eixo adaptado ( como pode ser visto na fig. 62 ), presa a um suporte com movimento vertical para ajuste de posição da extremidade do eixo acoplado à furadeira, conseguia movimentação praticamente da totalidade do material dentro do molde.

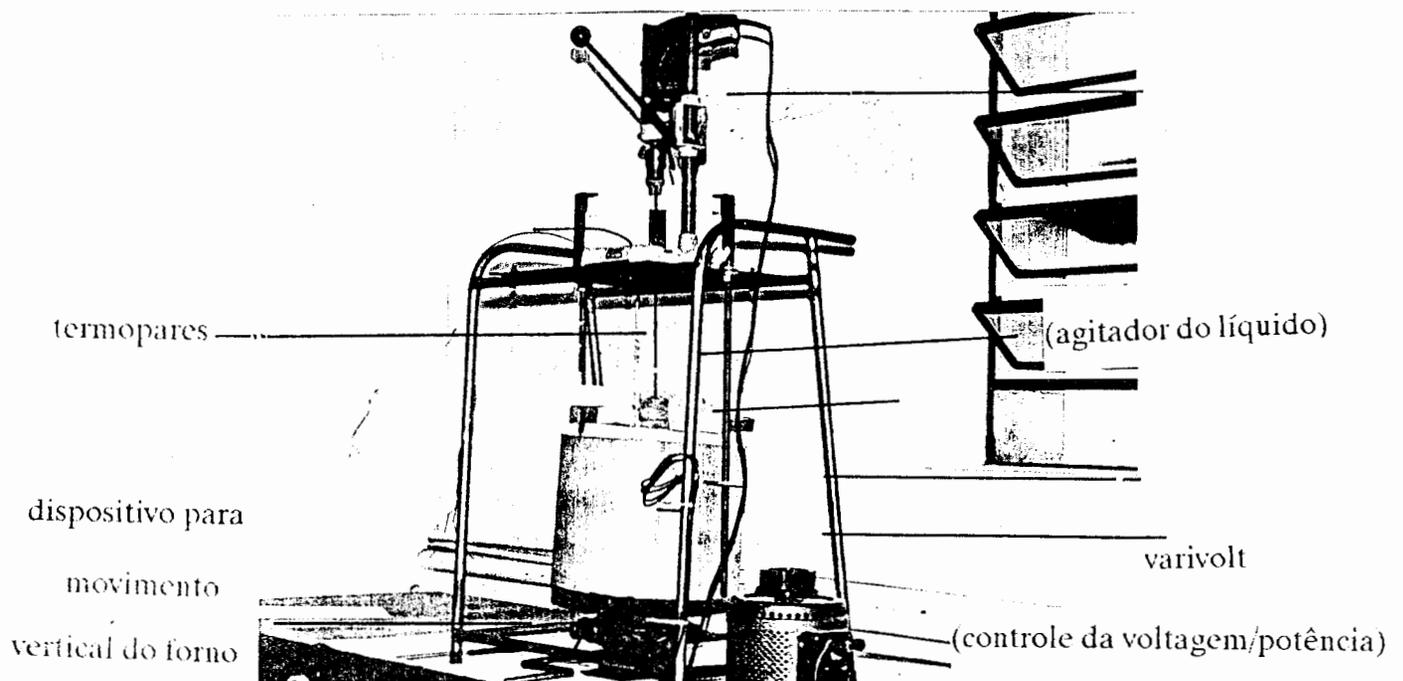


Fig. 62 - Forno construído especialmente para permitir seu próprio movimento vertical, podendo a amostra permanecer parada, além de permitir a agitação do banho.

Passados alguns minutos, retirava-se rapidamente o sistema de agitação do metal líquido, desligava-se o forno que era, então, retirado ( que possuía um sistema mecânico acoplado - do tipo macaco de automóvel), permanecendo o cadinho na sua posição original, minimizando, desta maneira, o efeito de vibrações . Taxas de resfriamento variáveis eram conseguidas posicionando o forno ligado após sua retirada, com a tampa aberta, a uma certa temperatura.

## Capítulo 6

### Resultados experimentais e discussão dos resultados

#### 6.1- Sistema de Aquisição a partir de Conversor A/D 8 bits

O primeiro sistema desenvolvido para aquisição/processamento de dados baseou-se num conversor A/D , 8 bits, acoplado a um microcomputador PC ,clock de 4,77 MHz (fig. 63), conforme está discriminado no ítem 5.1.5. O tipo de curva a ser obtido está mostrado na fig. 64, obtida com um registrador potenciométrico convencional.

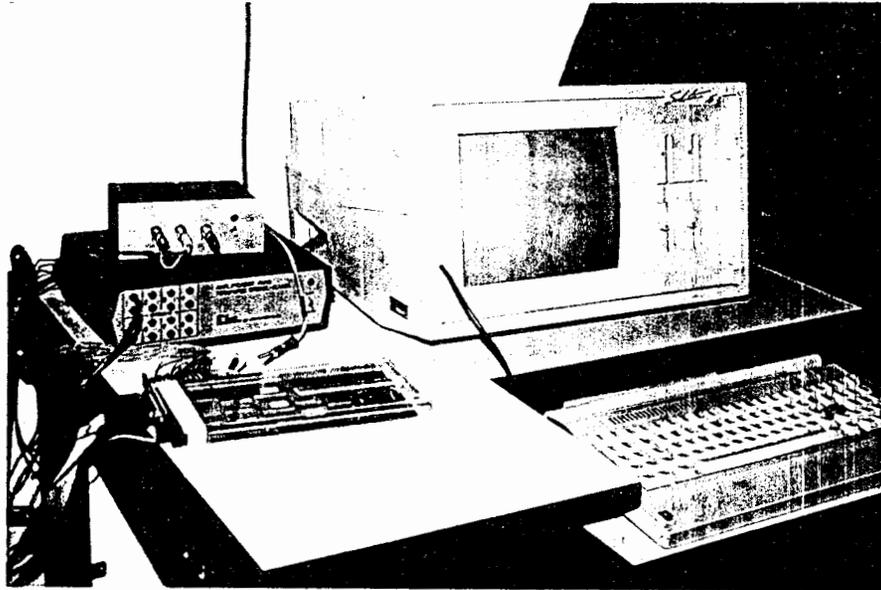


Fig. 63 - Microcomputador PC, clock de 4,77 MHz, sem disco rígido, 512Kb RAM, amplificador para 8 termopares e impressora 80 colunas/9 agulhas.

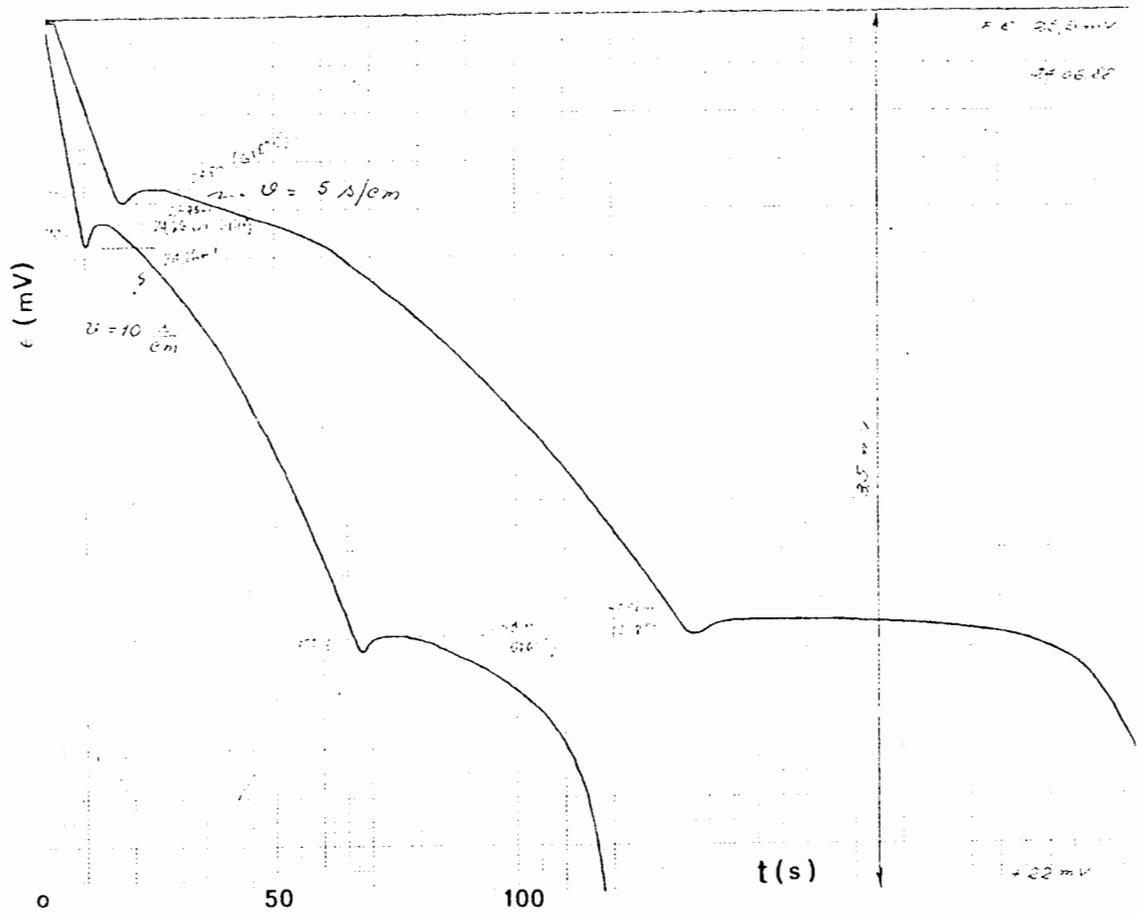


Fig. 64 - Curva de resfriamento obtida com registrador potenciométrico - zero deslocado, para uma idéia mais concreta do tipo de registro que deveria ser obtido para o caso da liga em estudo (Al7Si).

O conversor 8 bits tem uma resolução de  $1/2^8$ , ou seja, 1 em 256 partes. Este sistema funcionou mas logo ficou evidente que o ruído presente conjuntamente com o sinal era bastante significativo, como pode ser visto na Fig. 65 (a); a figs. 65 (b) e (c) mostram detalhes da curva 65 (a) na região do superesfriamento.

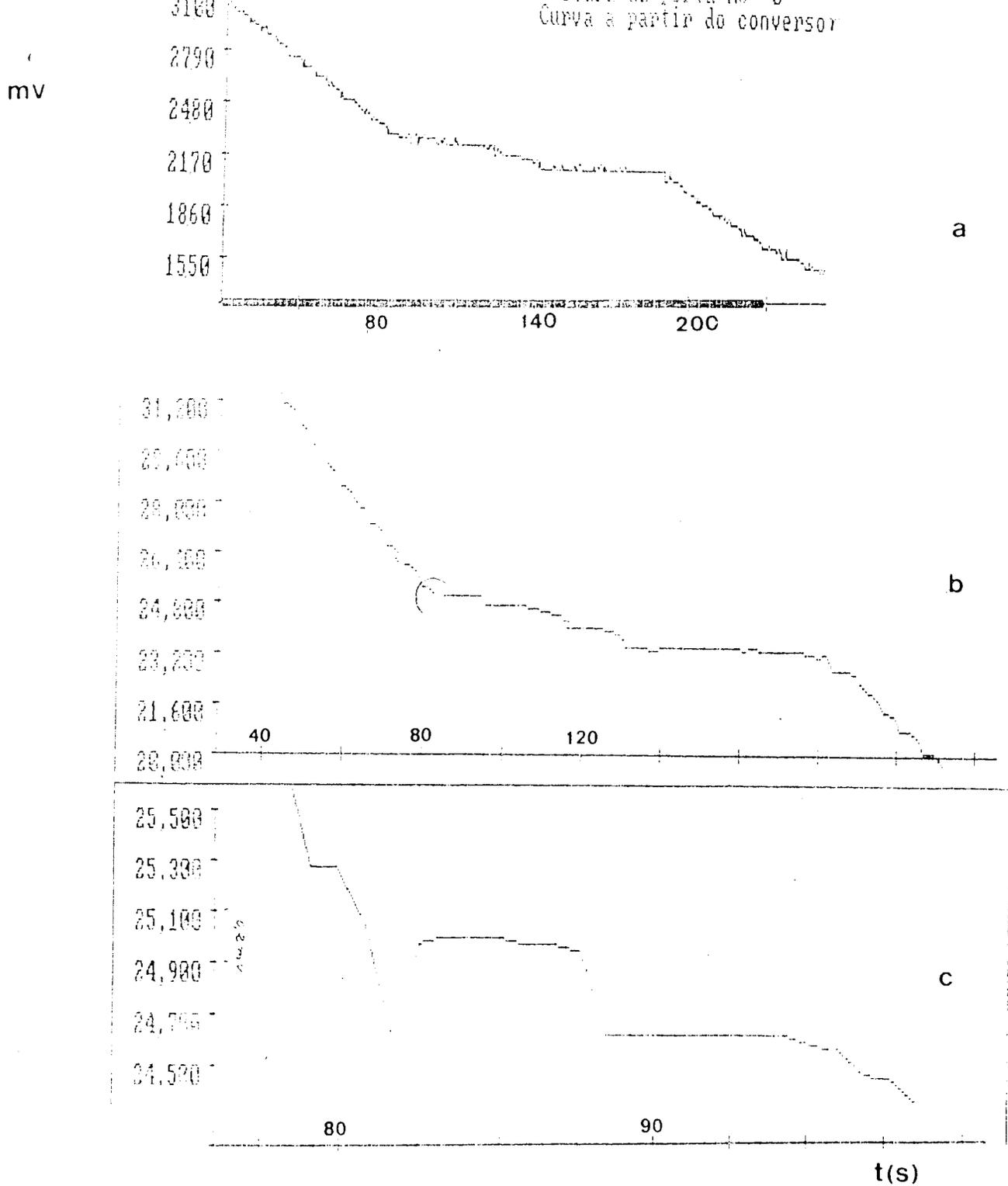


Fig. 65 (a) - Curva de resfriamento obtida com conversor de 8 bits, microcomputador tipo PC, clock de 4,77 MHz, 2 drives de 5 1/4" - 360 Kb, impressora 80 colunas - 9 agulhas ; (b) - Mesma curva da fig. 65 (a) com filtragem via software - detalhe na região das temperaturas liquidus e solidus ; (c) - Mesma curva da fig. 65 (a) - detalhe na região do superresfriamento, com filtragem via software.

O passo seguinte foi dado no sentido de tentar eliminar ou minimizar o ruído presente ; assim sendo, realizou-se uma filtragem via software - uma curva de resfriamento filtrada - resfriamento de termopar tipo K ao ar parado - pode ser vista na Fig. 66 . As figuras 67, 68 e 69 mostram os pontos experimentais referentes ao resfriamento de liga Al7Si, sem o uso de polinômios interpoladores.

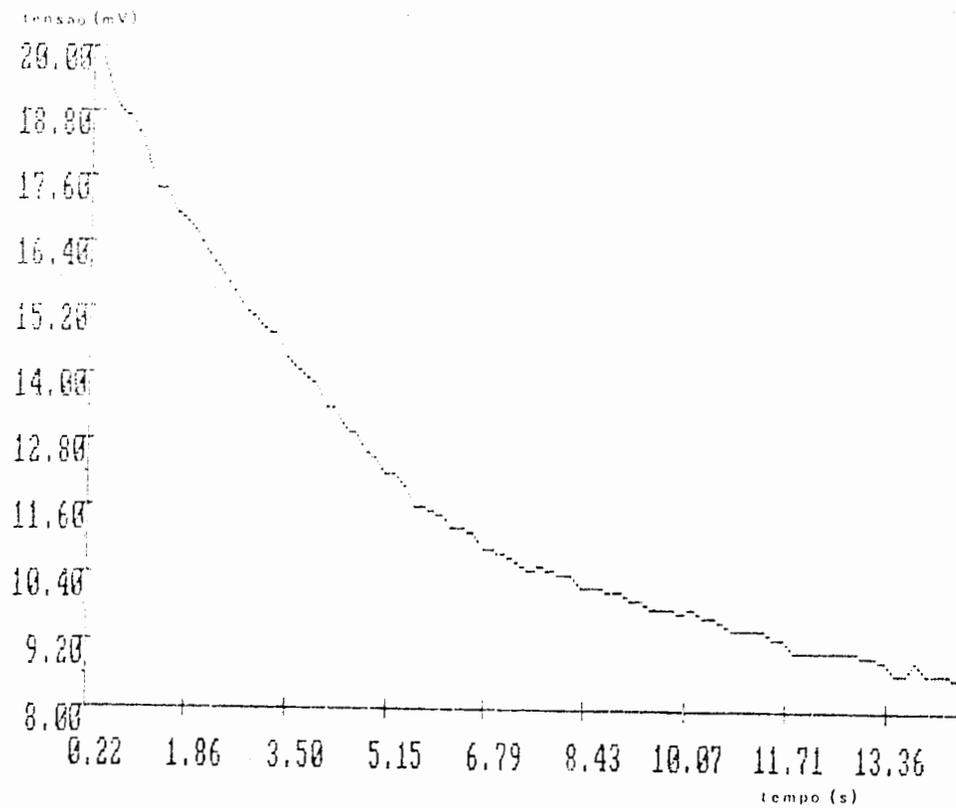


Fig. 66 - Curva de resfriamento de termopar tipo K ao ar parado - mesmo equipamento da fig. anterior, com filtragem via software.

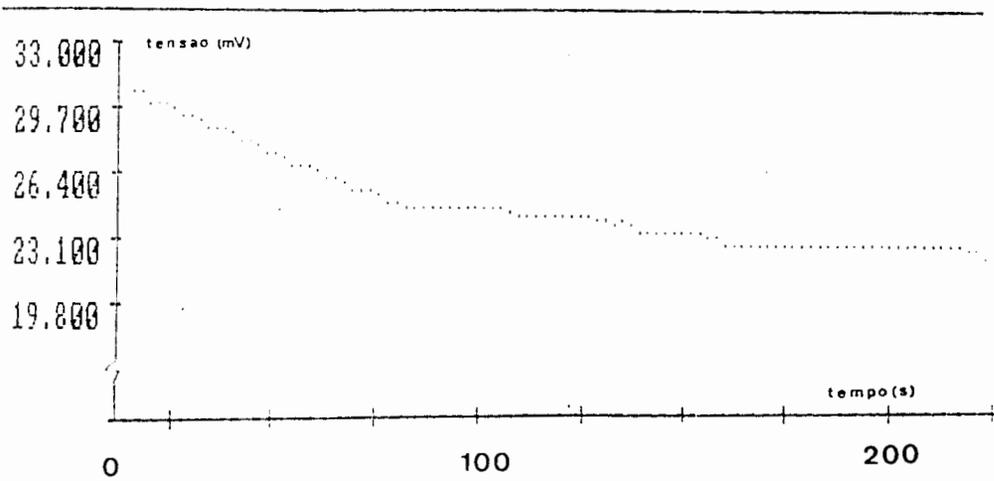


Fig. 67 - Pontos experimentais - sem polinômios interpoladores - relativos a uma curva de resfriamento (Al7Si) obtidos com o equipamento da fig. 65.

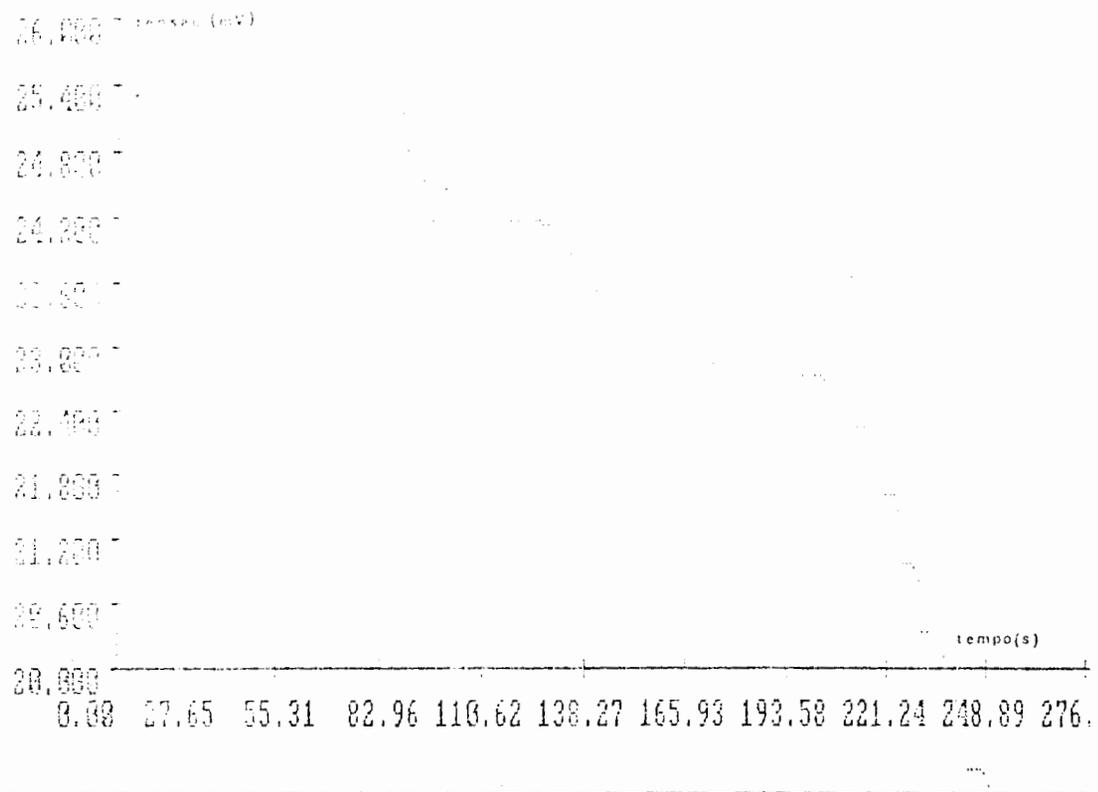


Fig. 68 - Pontos experimentais de curva de resfriamento - sem polinômios interpoladores - (liga Al7Si), com o mesmo equipamento da fig. 65.

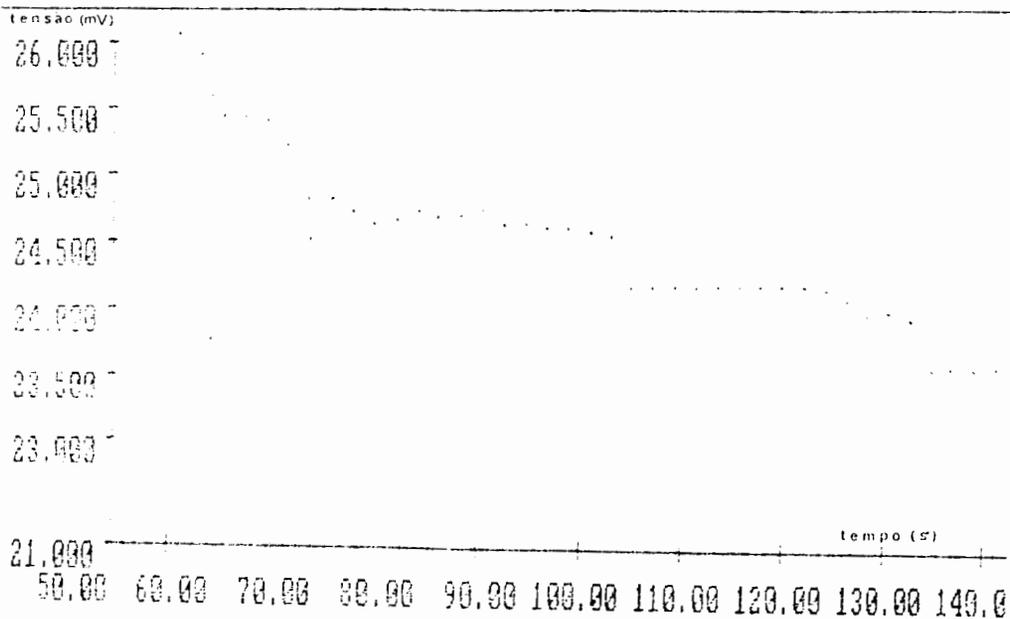


Fig. 69 - Pontos experimentais de curva de resfriamento - sem polinômios interpoladores - (liga Al7Si), com o mesmo equipamento da fig. 65 ; detalhe na região das temperaturas liquidus e solidus.

Para avaliar melhor o desempenho do sistema, foram injetados três tipos de sinal: um proveniente de um gerador de sinais (senoidal) como mostra a Fig. 70; um segundo sinal proveniente de uma pilha seca, como mostra a fig. 71 e o sinal referente a um termopar fino (tipo K, bainha externa de 1,5 mm), como mostra a fig. 72.

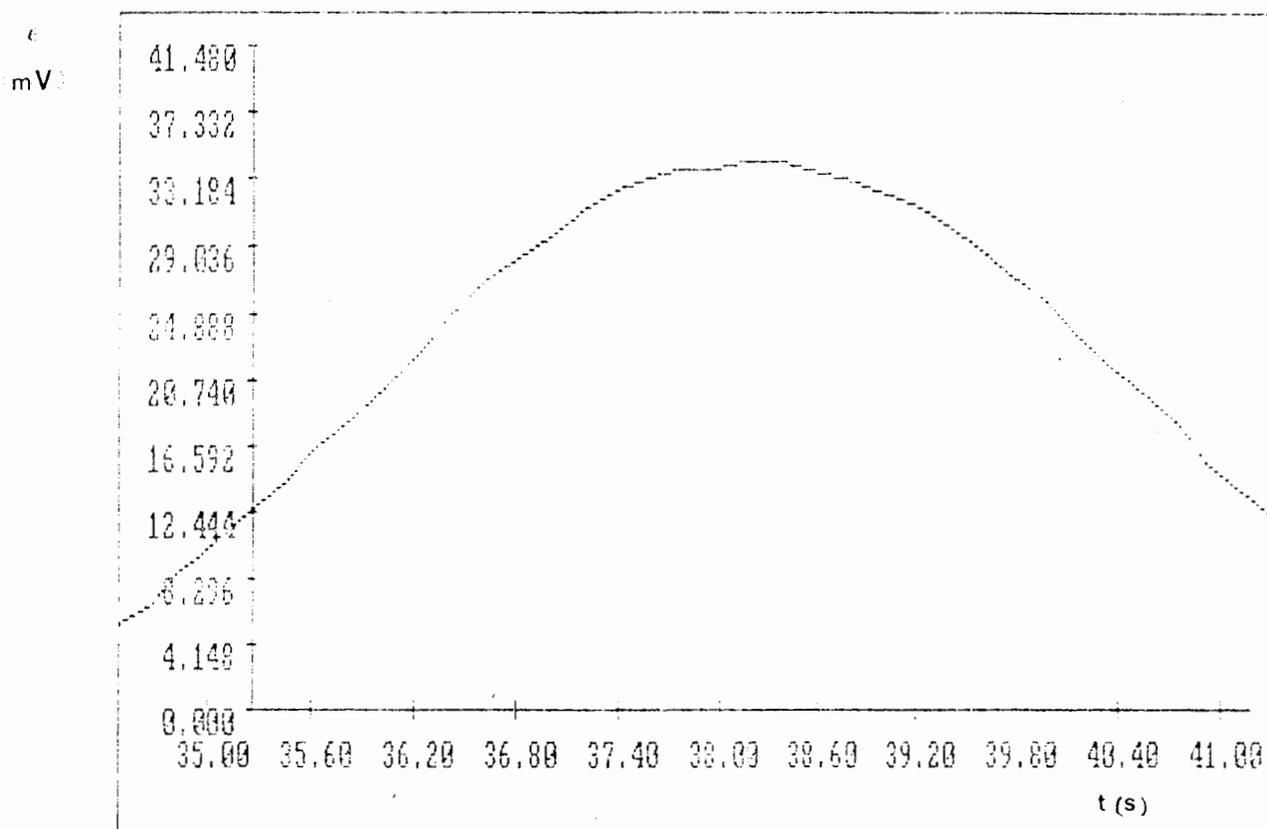


Fig. 70 - Detalhe de senóide aplicada na entrada do conversor 8 bits, microcomputador PC (clock 4,77 MHz, etc...); como pode ser observado, os intervalos maiores na escala de mV representam um sinal da ordem de 4mV. Cada degrau (step) da curva senoidal representa cerca de 1/10 deste sinal, ou seja 0,4 mV, que no caso de termopar tipo K representa um sinal em torno de 10°C.

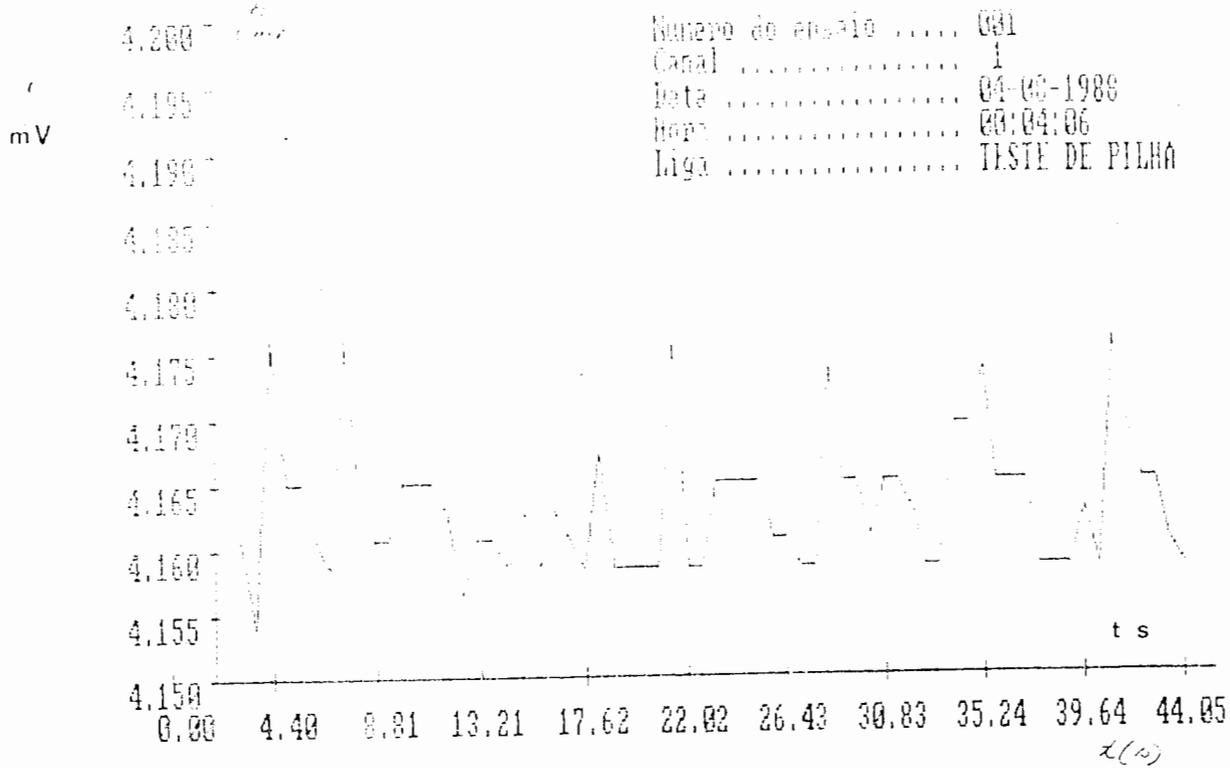


Fig. 71 - Detalhe de sinal (mesmo equipamento da fig. anterior) extraído de fonte CC (pilha seca + potenciômetros de ajuste grosso e fino ); pode ser observado que o ruído é da ordem de 0,2 mV ( num total de 4 mV).

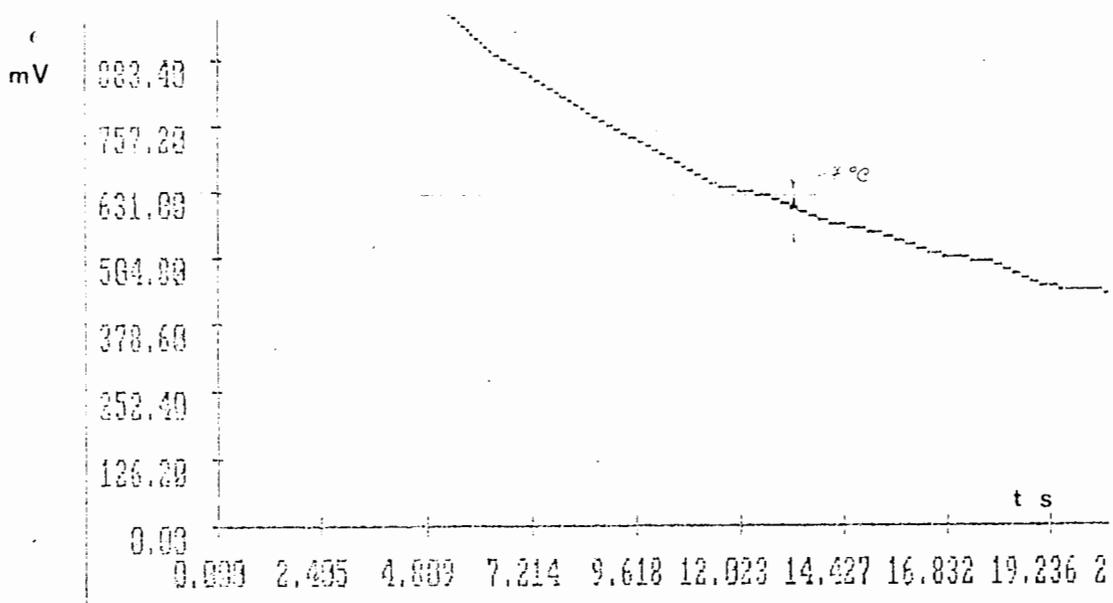


Fig. 72 - Curva de resfriamento de termopar tipo K, com bainha de aço inox, resfriado ao ar parado - mesmo equipamento da fig. anterior ; é possível constatar que os degraus (“steps”) resultantes da digitalização são da ordem de 7 °C, demonstrando que este sistema não tem a sensibilidade para medir fenômenos do tipo superesfriamento em ligas Al7Si.

Como pode ser observado na fig.70, o intervalo maior na escala de mV representa um sinal da ordem de 4 mV; cada "step" do sinal é da ordem de 1/10 deste sinal, ou seja, da ordem de 0,4 mV, que significaria cerca de  $10^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}$ , caso se tratasse de uma curva de aquecimento/resfriamento. Portanto, mesmo usando o "zoom" não seria possível visualizar a existência do superesfriamento. Com relação ao sinal proveniente de uma pilha seca (fig. 71) para avaliar o desempenho do sistema em relação a um sinal deste tipo, pode ser facilmente visualizado que o nível de ruído não é desprezível frente ao valor total do sinal (aproximadamente 0,20 mV pico a pico num total de  $\sim 4\text{mV}$ , o que resulta em torno de 5% do sinal total).

A fig. 72, correspondente ao resfriamento ao ar parado de um termopar fino mostra que os degraus ("steps") decorrentes da digitalização são muito grandes (cerca de  $7 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ), demonstrando que o sistema não possui a sensibilidade necessária para medir fenômenos do tipo superesfriamento, em ligas como Al7Si.

## 6.2 - Software para sistema de aquisição/ processamento com conversor 12 bits

### 6.2.1. - Tratamento do sinal - conversão de mV em °C.

No item 5.1.5 foi descrito o sistema de aquisição/processamento baseado no conversor A/D ECI. A rotina de aquisição de dados fornecida pelo fabricante ( mV x s ) do conversor A/D, bem como a tabela de conversão de mV a °C baseou-se em funções lineares; tendo em vista a precisão requerida, tanto na aquisição como na conversão, foram desenvolvidos polinômios de segundo e quarto grau, dependendo da faixa de temperatura, uma vez que a relação f.e.m. (mV) versus temperatura não é perfeitamente linear para o tipo de termopar utilizado ( tipo K ). A tab.6 mostra os polinômios desenvolvidos e suas respectivas faixas de temperatura. Estes polinômios foram gerados a partir do método de Newton para diferenças divididas.

A fig. 73 mostra uma das primeiras curvas obtidas em este sistema (mV x s); devido à escala usada, que engloba praticamente toda a faixa de temperatura associada ao fenômeno de resfriamento, parece que não existe ruído. Entretanto, fazendo um “zoom” na região de superesfriamento, é possível avaliar o ruído presente ( Fig. 74 e 75 ). Apesar do ruído presente, é possível quantificar o superesfriamento com precisão razoável.

Polinômio :  $T = Ax^4 + Bx^3 + Cx^2 + Dx + E$ , onde T= temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ ) e x = f.e.m. (mV)

a)  $0 < x < 1,611$

$$T = 0,37275x^4 - 0,81669x^3 - 0,258669x^2 + 25,3022x$$

b)  $1,611 < x < 3,266$

$$T = -0,1722957313x^4 + 1,7083988198x^3 - 6,3241319656x^2 + 34,5043945313x - 5,156425476$$

c)  $3,266 < x < 4,095$

$$T = 0,070222199x^2 + 23,60885548401x + 2,1454148293$$

d)  $4,095 < x < 4,919$

$$T = 0,1429816484x^2 + 22,9829978943x + 3,486966661$$

e)  $4,919 < x < 6,539$

$$T = 0,000993358x^4 - 0,0004413025x^3 + 0,1384777725x^2 + 23,07222160339x + 3,1514465809$$

f)  $6,539 < x < 8,137$

$$T = 0,000561824x^4 - 0,067117892x^3 + 1,4593372345x^2 + 14,4091930389x + 22,0424880981$$

g)  $8,137 < x < 8,938$

$$T = 0,778655781x^2 + 26,2983551025x - 8,8341779709$$

h)  $8,938 < x < 9,745$

$$T = -0,0761402994x^2 + 26,20567321x - 8,1436090469$$

i)  $9,745 < x < 11,381$

$$T = -0,2185521871x^4 + 9,234703064x^3 - 146,2895050049x^2 + 1054,1528320313x - 2715,4604492188$$

Tabela 6 - Polinômios para conversão de mV para  $^{\circ}\text{C}$  e respectivas faixas de uso.

j)  $11.381 < x < 13.039$

$$T = 0,0668587759x^4 - 3,207952261x^3 + 57,55071585x^2 - 433,3552246094x + 1364,92388125$$

$13.039 < x < 14.712$

$$T = 0,097353838x^4 + 5,3761558533x^3 - 111,312828064x^2 + 1048,0654296875x - 3524,8139648438$$

$14.712 < x < 16.393$

$$T = 0,2215684056x^4 - 13,703839394x^3 + 317,65355x^2 - 3246,8901367188x + 12631,29296875$$

$16.393 < x < 18.088$

$$T = 0,03052297226x^4 - 2,183918446x^3 + 58,4565467834x^2 - 671,17346191141x + 3105,6047363281$$

$18.088 < x < 19.788$

$$T = 0,000227583x^4 - 0,017253147x^3 + 0,489455309x^2 + 17,3478298187x + 43,6373671$$

$19.788 < x < 21.493$

$$T = -0,0293687284x^4 + 2,3994674683x^3 - 73,501647942001x^2 + 1023,9763793945x - 5090,6337890625$$

$21.493 < x < 23.198$

$$T = 0,0887839943x^4 + 7,96086835868x^3 - 267,5976257324x^2 + 4020,0122070313x - 22360,265625$$

$23.198 < x < 24.902$

$$T = 0,0001696189x^4 - 0,0163655113x^3 + 0,59196966889x^2 + 13,960031509x + 72,7723464966$$

$24.902 < x < 26.599$

$$T = 0,1516138762x^4 - 15,59092044838x^3 + 601,12884521488x^2 - 10275,857421875x +$$

66177.125

$26.599 < x < 28.288$

$$T = 0.030713845x^4 + 3.3981032372x^3 - 140.9039154053x^2 + 2618.9475097656x - 17905.4296875$$

$28.288 < x < 29.965$

$$T = 0.0963233337x^4 - 11.2490606308x^3 + 492.6233520508x^2 - 9563.82128906025x + 69977.1953125$$

$29.965 < x < 31.629$

$$T = 0.00073611458x^4 + 0.035492532x^3 + 0.9799079895x^2 - 51.2626266479x + 1014.751209866328$$

$31.629 < x < 33.277$

$$T = -0.1406549513x^4 + 18.259223938x^3 - 888.7083740234x^2 + 19245.09375x - 155867.578125$$

### Curva de Resfriamento

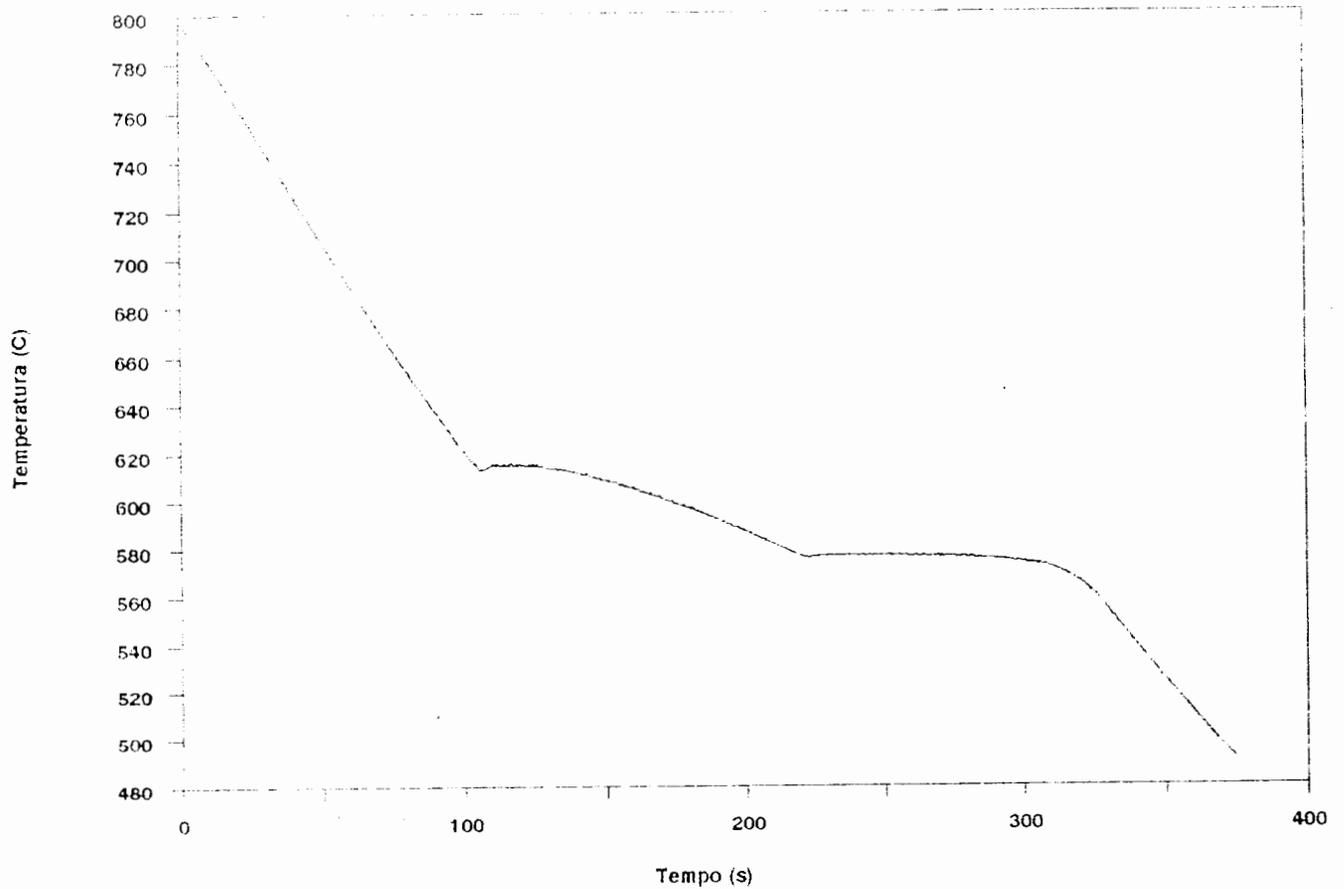


Fig. 73 - Curva de resfriamento - liga Al7Si ; experiências preliminares utilizando o conversor A/D de 12 bits, conversão de mV para °C usando os polinômios mostrados na tabela 6. Devido à escala utilizada, que engloba praticamente toda a faixa de temperatura do evento, parece não haver ruído.

### Curva de Resfriamento

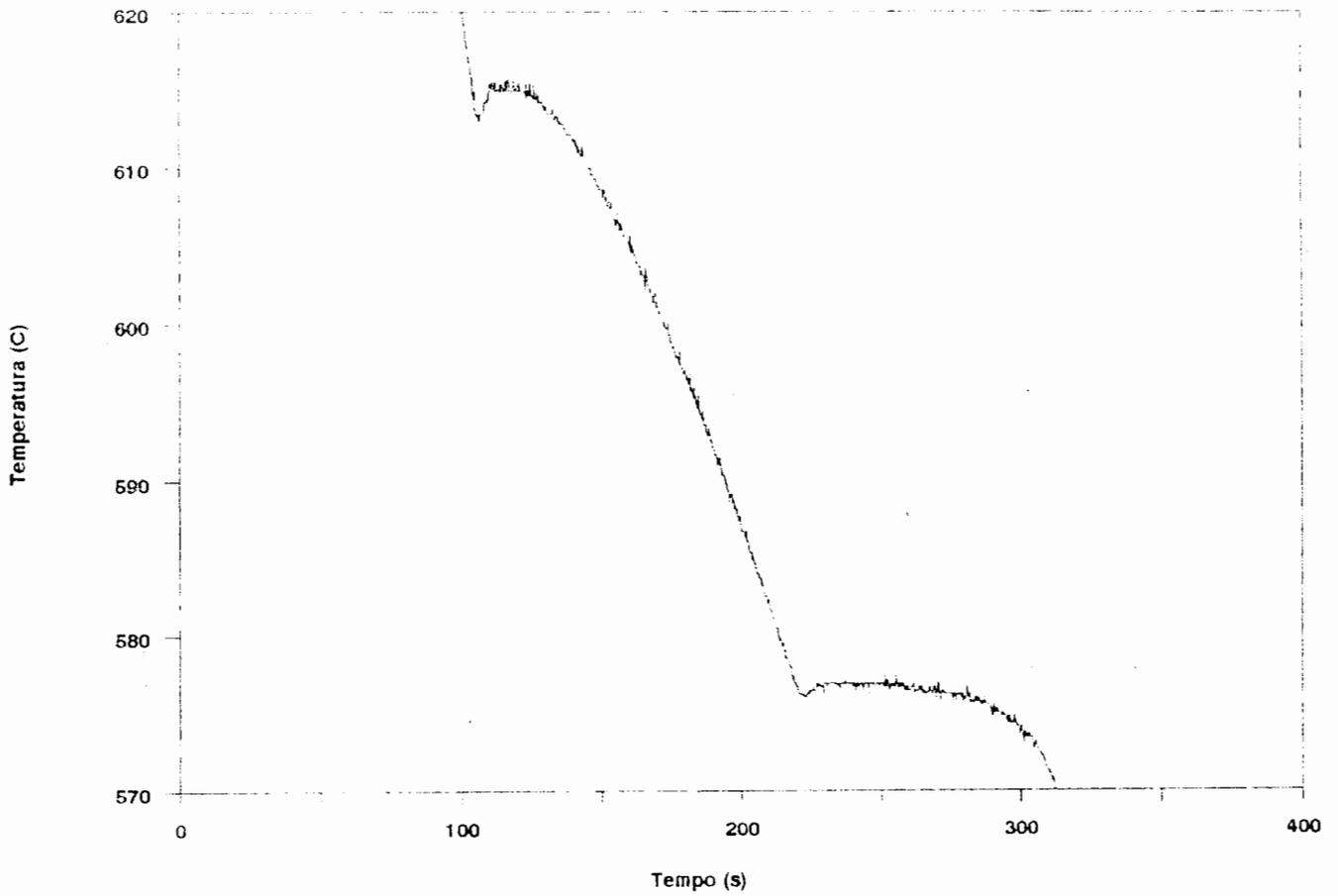


Fig. 74 - Zoom na região do superresfriamento da fig. anterior- sem filtragem ; verifica-se que um nível de ruído apreciável, mas que ainda assim permite a avaliação do valor do superresfriamento.

### Curva de Resfriamento

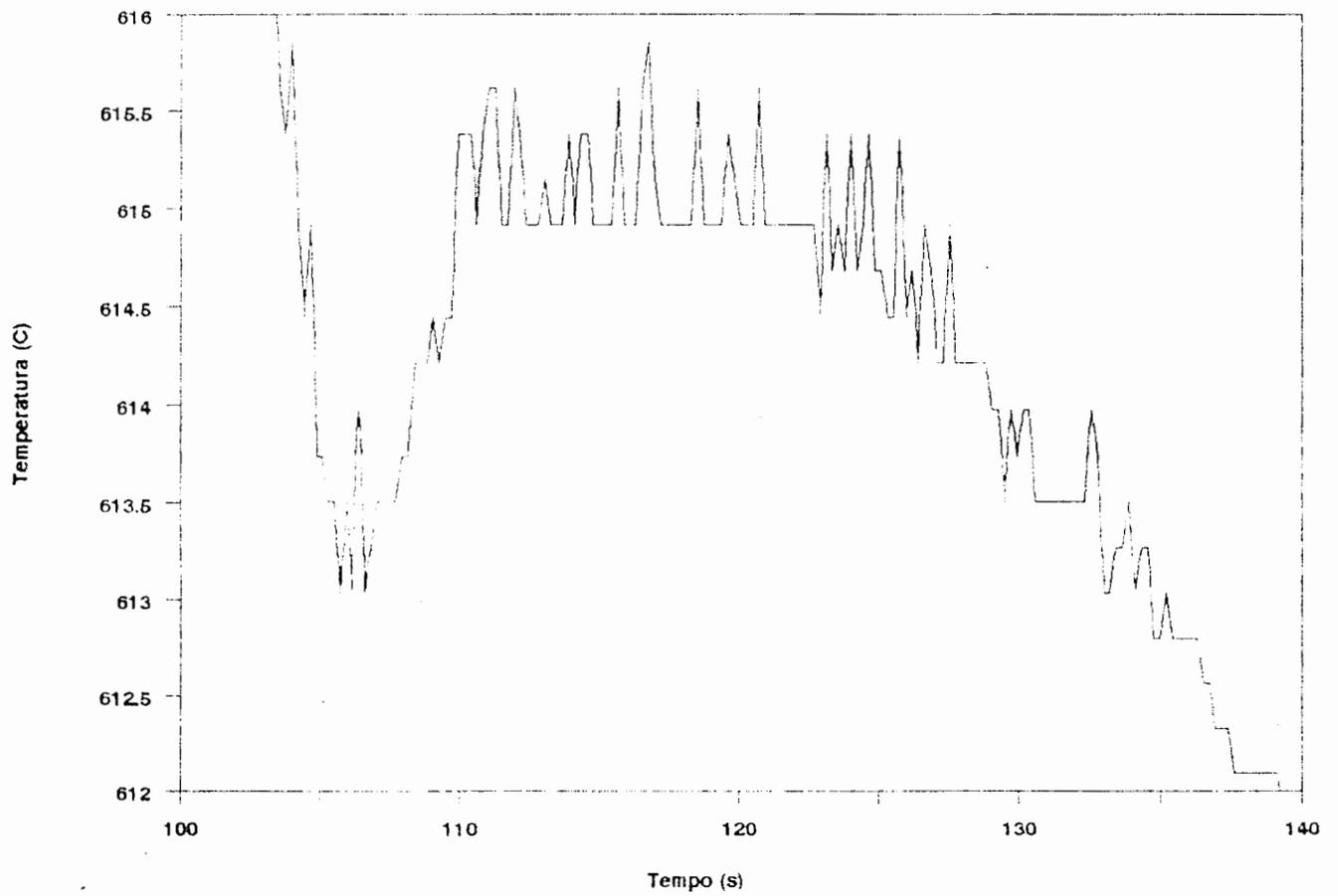


Fig. 75 - Zoom na região do superresfriamento da fig. anterior - sem filtragem; no caso o ruído tem um valor de pico a pico da ordem de 0,5 °C.

A fig. 76 mostra uma curva de resfriamento de liga Al7Si obtida com o conversor de 12 bits, microcomputador PC 8MHz,,etc..., ainda sem a compensação da temperatura ambiente; a fig. 77 mostra a mesma curva na região do superesfriamento e, pode-se observar novamente a presença significativa dos ruídos. A fig. 78 mostra a curva de resfriamento de Al puro, sem a compensação da temperatura ambiente - mesmo equipamento da fig. 76 - os ruídos não podem ser visualizados devido à escala utilizada que abrange praticamente todo o campo de temperaturas envolvido no fenômeno, e a fig. 79 mostra detalhes da curva da fig. 78, na região do superesfriamento, onde novamente pode-se constatar a presença de ruídos.

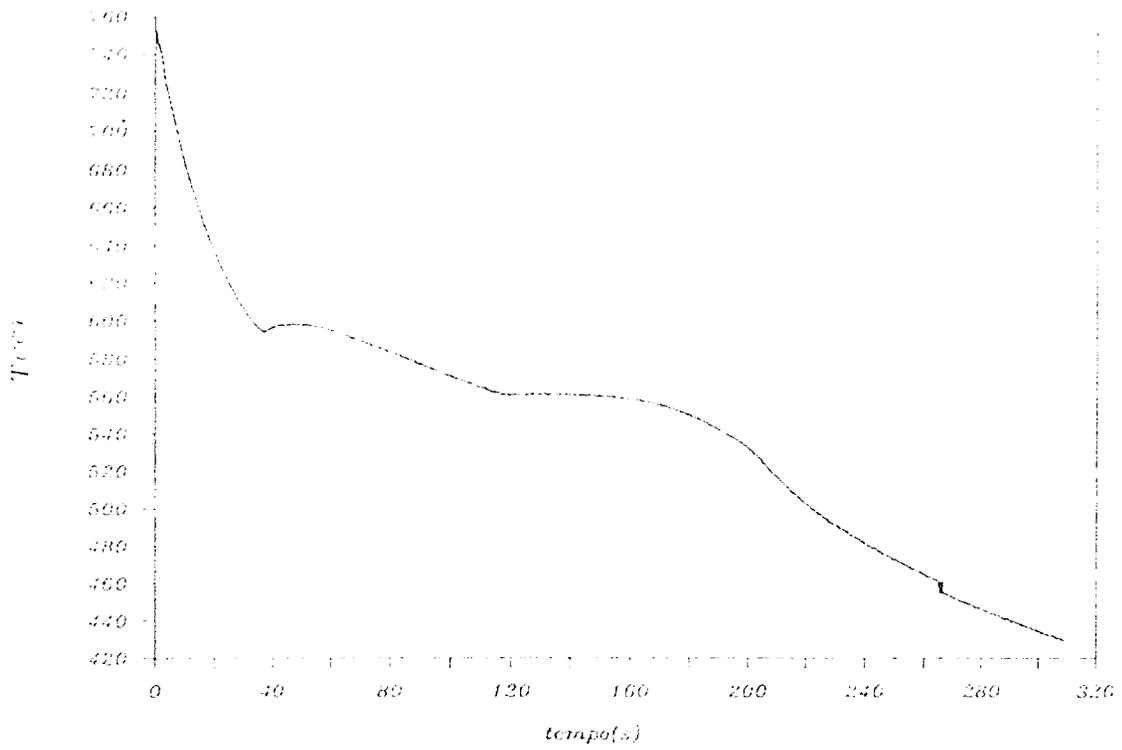


Fig. 76 - Curva de resfriamento de liga Al7Si , sem filtragem, sem compensação da temperatura ambiente; microcomputador PC X-T 8 MHz, conversor A/D 12 bits, impressora do tipo 24 agulhas.

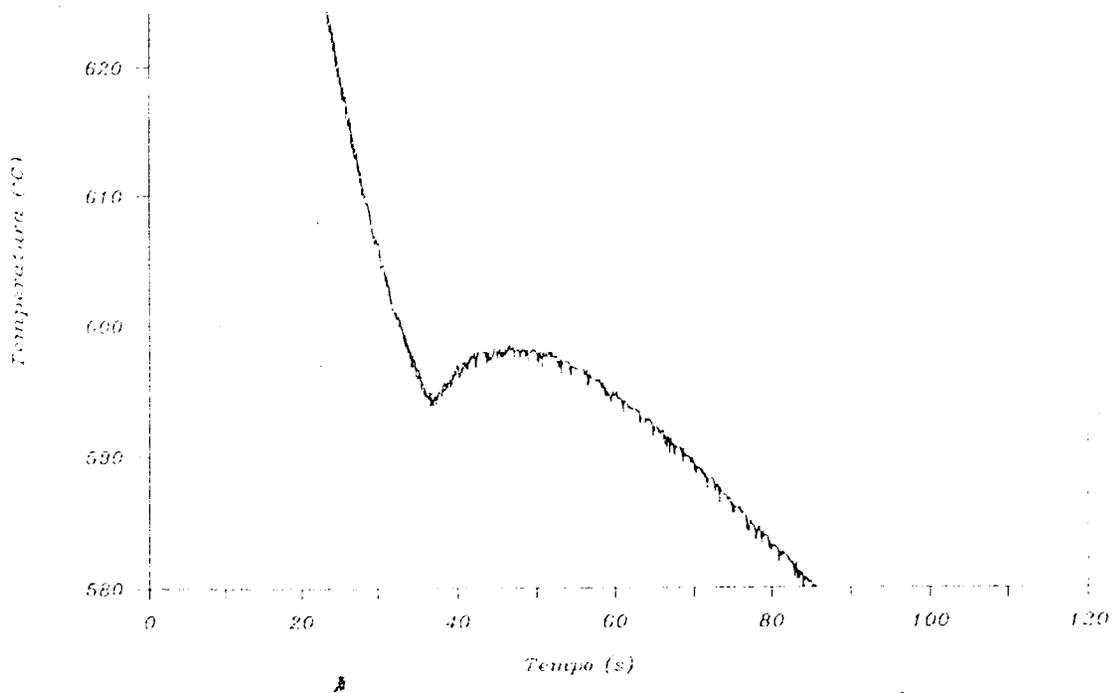


Fig. 77 - Detalhe da curva da fig. anterior, na região do superesfriamento, sem filtragem.

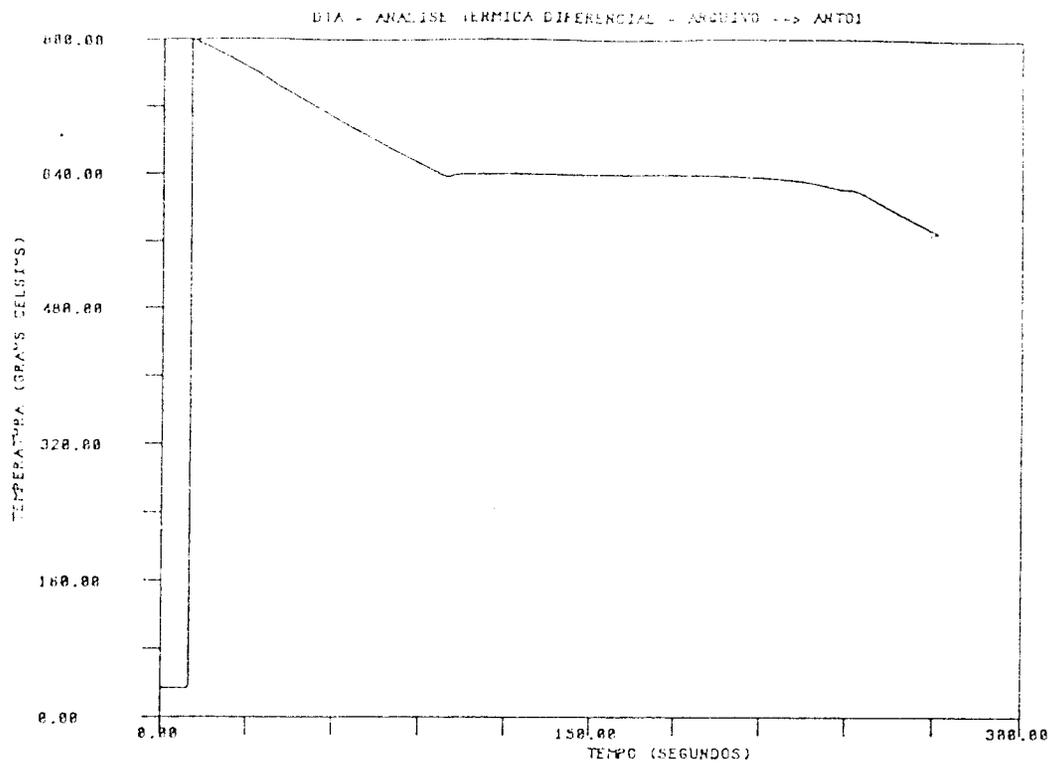


Fig. 78 - Curva de resfriamento de Al puro, sem filtragem, mesmo equipamento da fig. anterior; não é possível visualizar o ruído devido ao fato da escala de temperatura abranger praticamente todo o fenômeno, não permitindo um maior detalhamento.

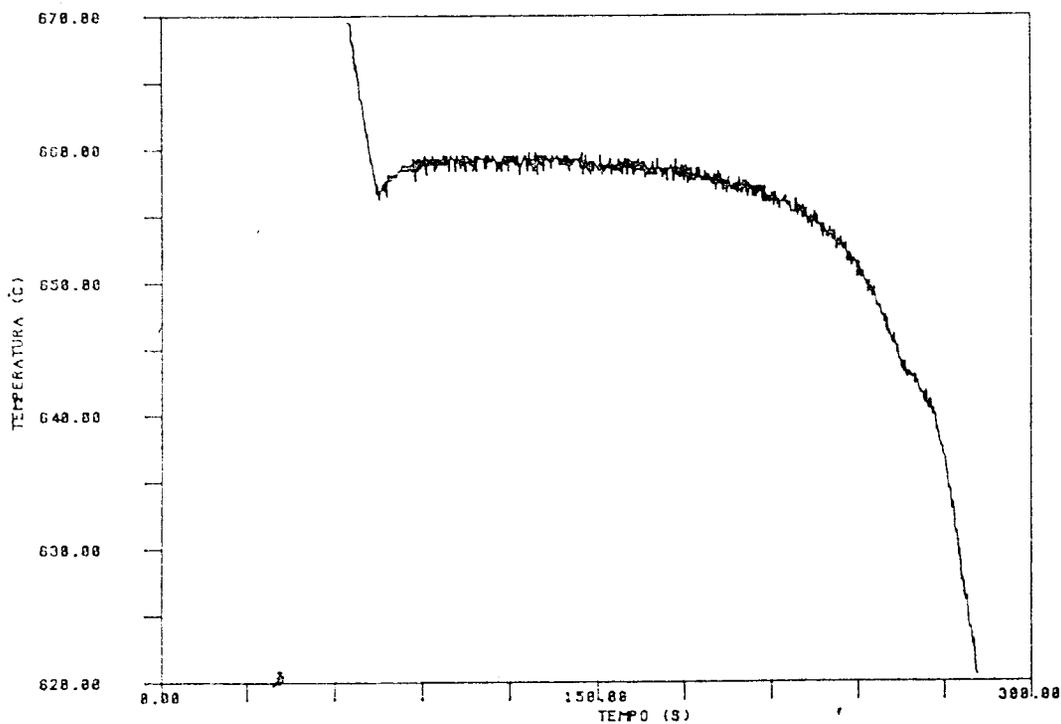


Fig. 79 - Detalhe da curva da figura anterior, na região do superesfriamento, sem filtragem.

A fig. 80 mostra uma curva de aquecimento/resfriamento de Al puro - mesmo equipamento da fig. 80 (microcomputador PC X-T, clock 8MHz- disco rígido 30 Mb, co-processador aritmético, etc...) sem filtragem e a fig. 81 mostra curvas superpostas de aquecimento/resfriamento de diversos termopares tipo K; a superposição das curvas foi possível porque os dados dos ensaios foram transferidos para o software Lotus 1-2-3.

A fig. 82 mostra uma curva de aquecimento/resfriamento de termopar - sistema de aquisição baseado no conversor 12 bits, sem a conversão dos mV em °C; a fig. 83 mostra curva semelhante à da fig. anterior, agora com escala direta em temperatura (mediante o uso dos polinômios interpoladores).

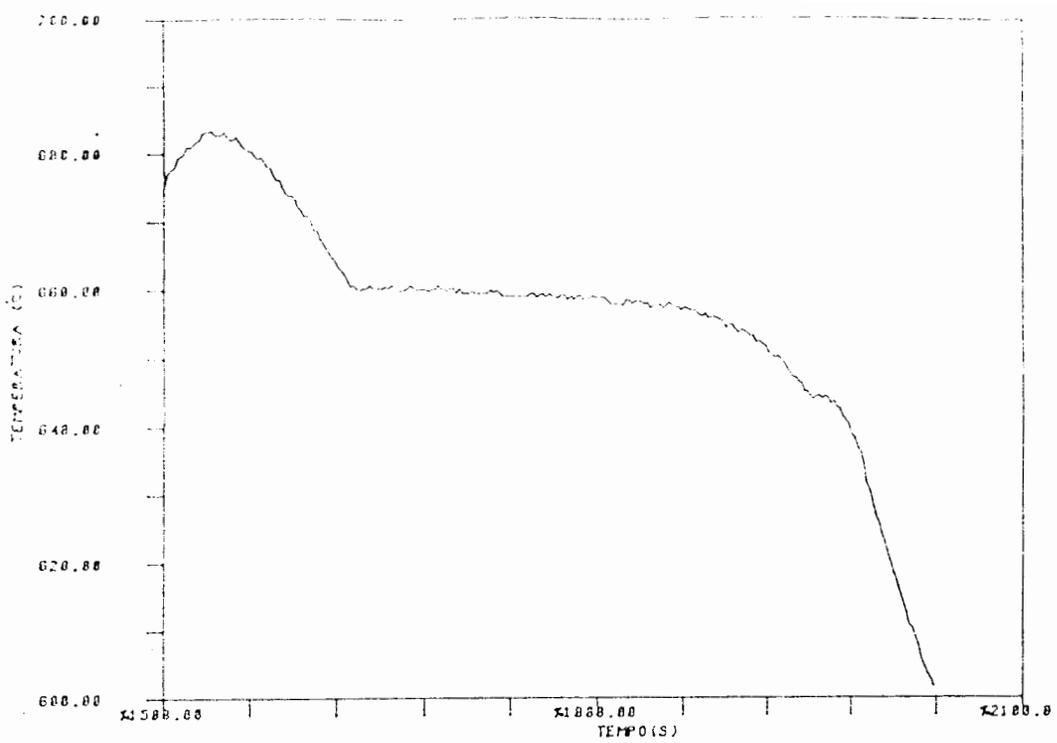


Fig. 80 - Curva de aquecimento/resfriamento de Al puro, sem filtragem (sistema de aquisição baseado no microcomputador PC X-T 8 MHz e conversor A/D de 12 bits) - curva com compensação de temperatura ambiente.

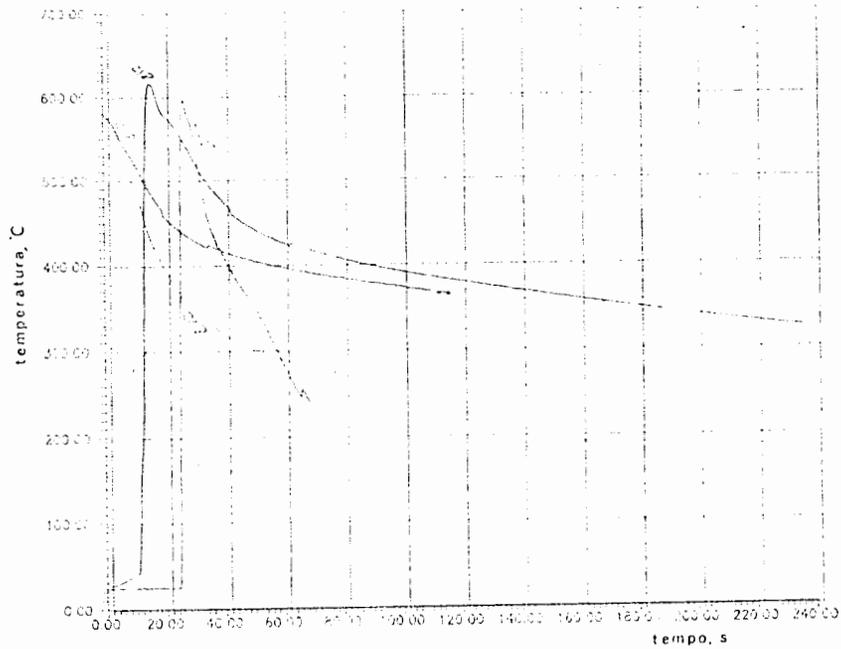


Fig. 81 - Curvas de aquecimento/resfriamento de termopares diversos - mesmo equipamento da fig. anterior; a superposição foi possível porque os pontos são adquiridos no mesmo formato que o utilizado pelo software Lotus 1-2-3.

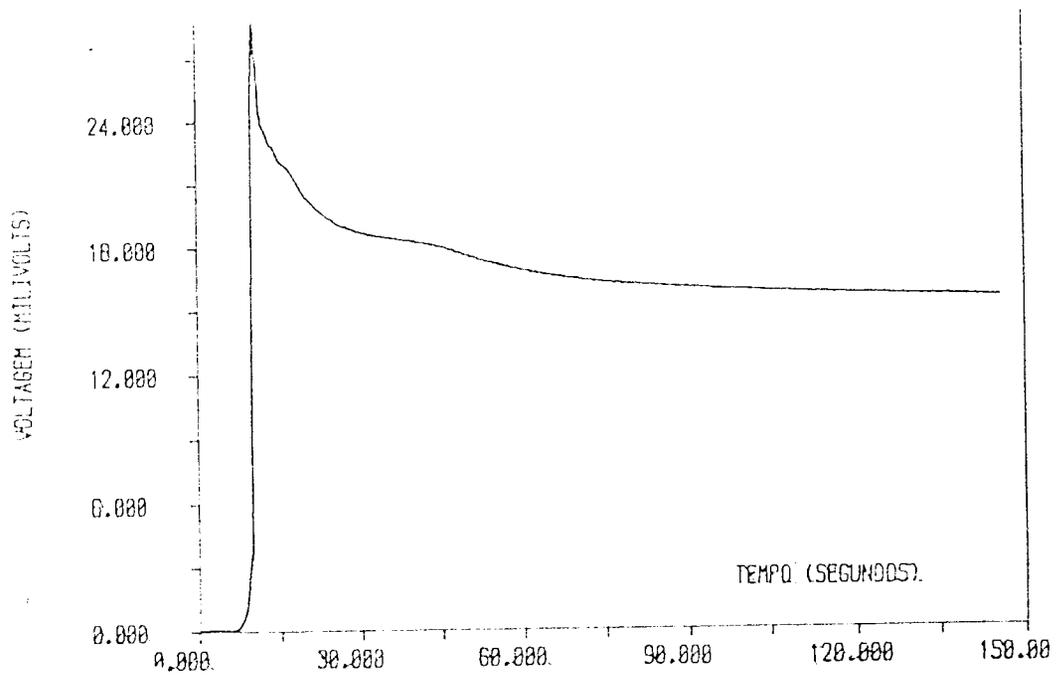


Fig. 82 - Curva de aquecimento e resfriamento de termopar K - sistema de aquisição baseado no conversor de 12 bits; escala em mV, ou seja, sem o uso dos polinômios interpoladores para conversão em °C.

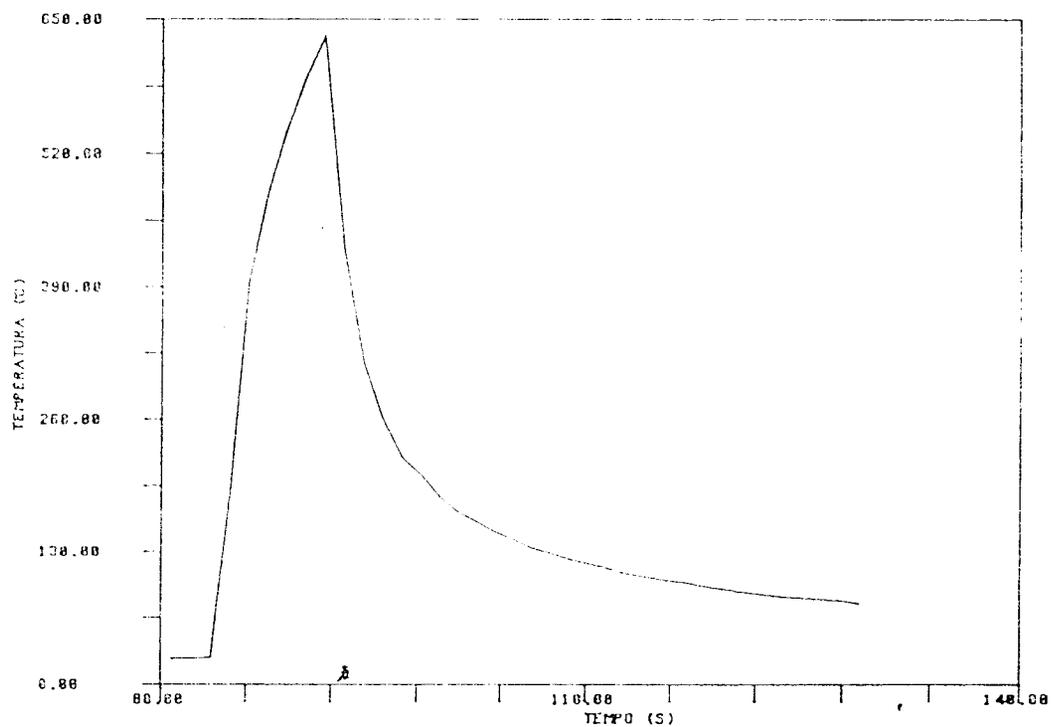


Fig. 83 - Mesmo tipo de curva da fig. anterior, agora com o uso de polinômios interpoladores para transformar mV em °C.

## 6.2.2 - Filtragem

O superesfriamento, para ligas Al-Si-Mg, pode ser menor que  $1^{\circ}\text{C}$ , em certas situações. Como as transformações de fase ocorrem em temperaturas próximas de  $600^{\circ}\text{C}$ , a sensibilidade do sistema de aquisição torna-se um parâmetro crítico; os ruídos presentes conjuntamente com o sinal podem inviabilizar uma leitura mais precisa deste mesmo sinal e, desta maneira, a operação de filtragem ( eliminação do ruído por interpolação ) passa a ser muito significativa porque necessita ser realizada com cuidado para não eliminar também parte do sinal que está sendo medido (daí a escolha de filtragem via software, com diversas possibilidades, ao invés de filtro eletrônico).

Desta maneira, vários métodos de filtragem ( por interpolação ) foram testados : polinômios de terceiro, sexto e décimo grau; interpolação logarítmica e exponencial; interpolação de Akima. filtro recursivo passa-baixa e splines cúbicos. Algumas destas filtragens estão mostradas nas Figuras 84, 85, 86, 87 , 88, 89 e 90 (obtidas com o equipamento baseado no conversor de 12 bits), onde é ressaltada a ação da filtragem na região de superesfriamento.

Verifica-se que, somente o filtro recursivo passa baixa com constante de tempo 0,7 s apresenta um desempenho adequado; os demais processos (dentro das características em que foram usados - talvez no caso de polinômios do  $6^{\circ}$  grau, por exemplo, se tivéssemos usado um polinômio para cada faixa de temperatura, poderíamos ter conseguido um resultado melhor, o que significaria, entretanto, em aumentar severamente as dificuldades de execução da operação de filtragem ), não apresentaram um desempenho satisfatório. Em alguns casos é possível constatar que o superesfriamento é simplesmente eliminado, o que certamente não interessa ao presente trabalho.

Pontos Lidos - Arquivo: MAR281  
Polinômio de Grau 3

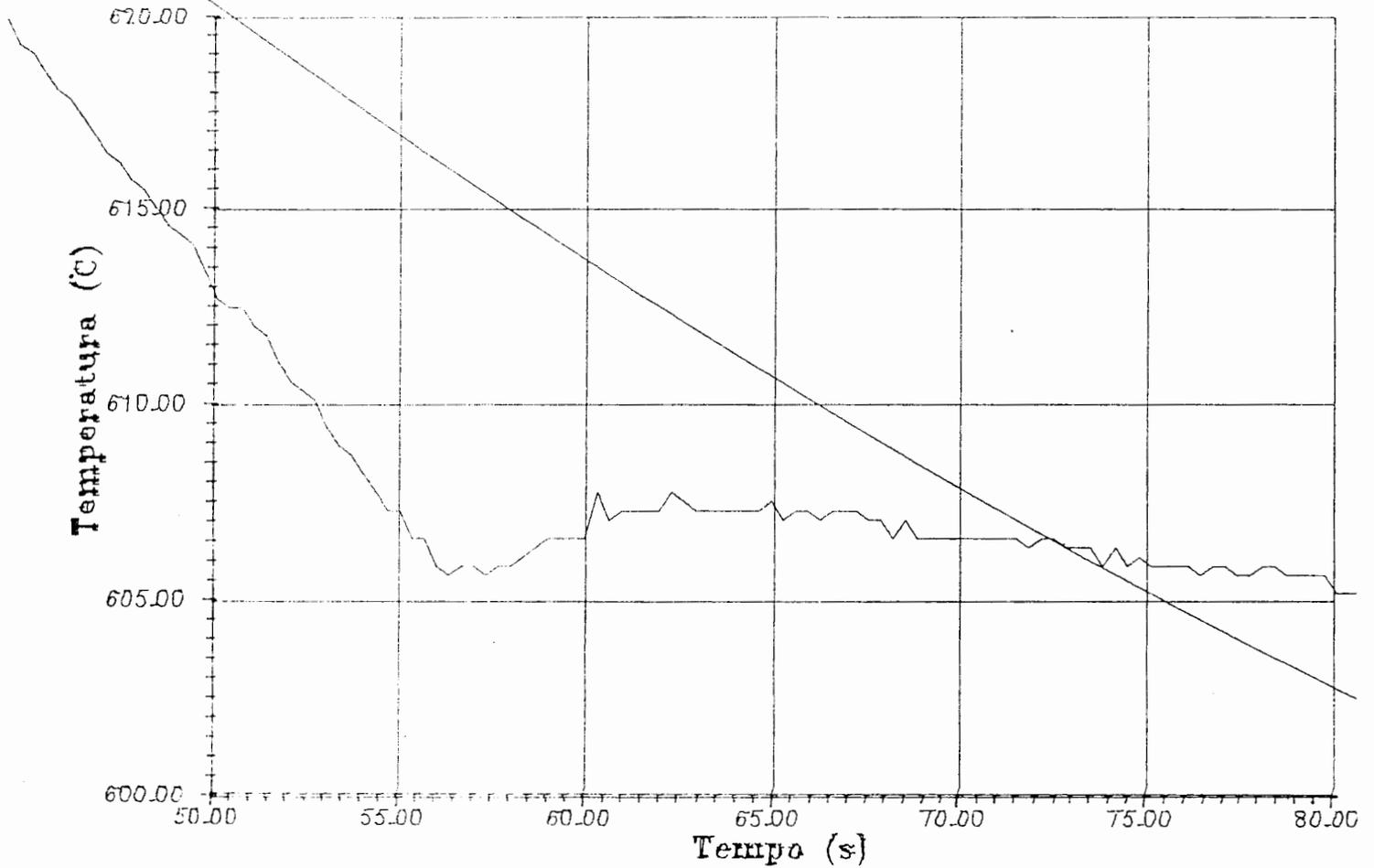


Fig. 84 - Filtragem com polinômio de 3<sup>o</sup> grau (detalhe na região do superesfriamento - liga Al7Si); equipamento baseado no conversor de 12 bits.

Pontos Lidos - Arquivo: MAR281  
Polinômio de Grau 6

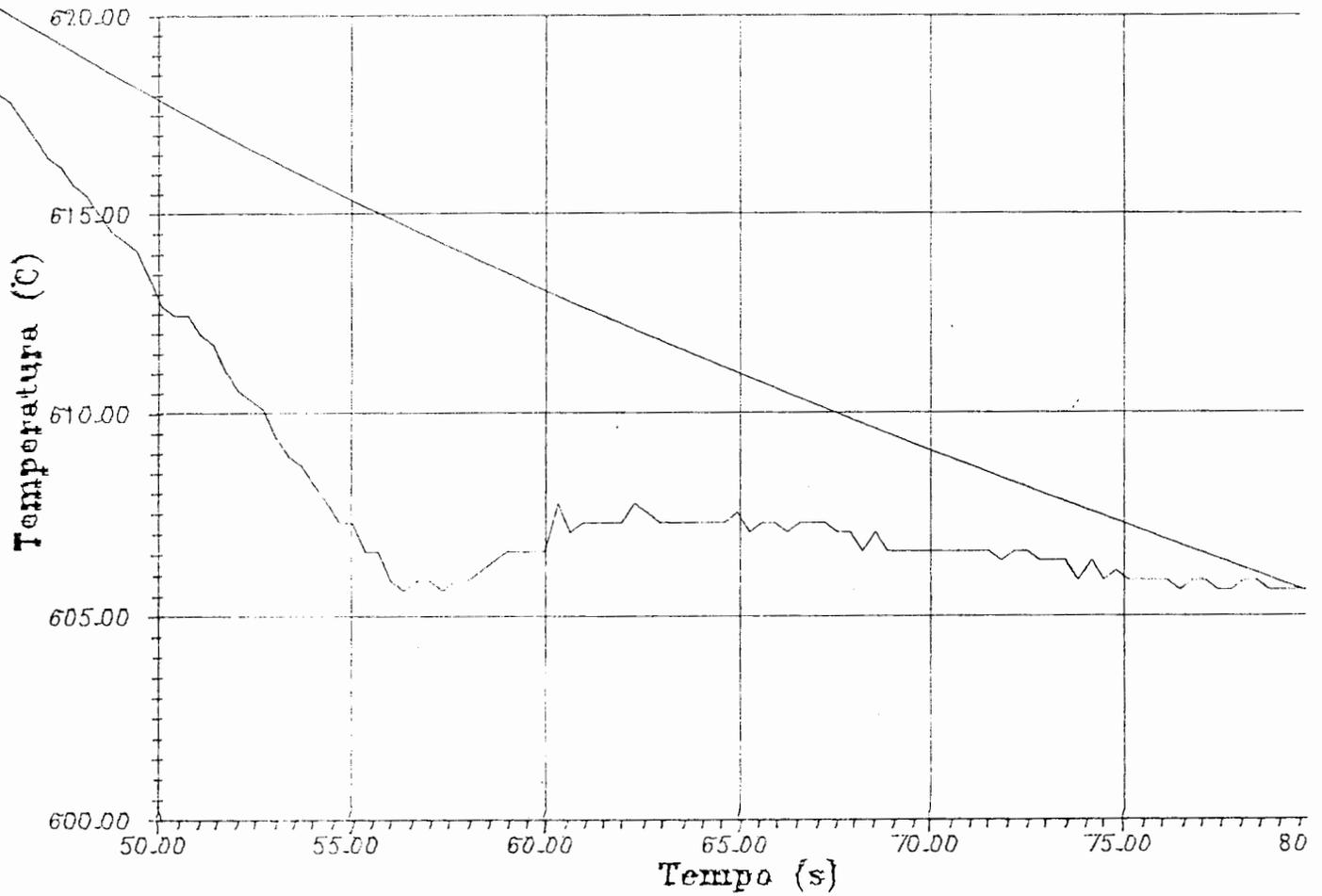


Fig. 85 - Filtragem com polinômio do 6<sup>o</sup> grau (detalhe da curva na região do superesfriamento - liga Al7Si); mesmo equipamento da fig. anterior.

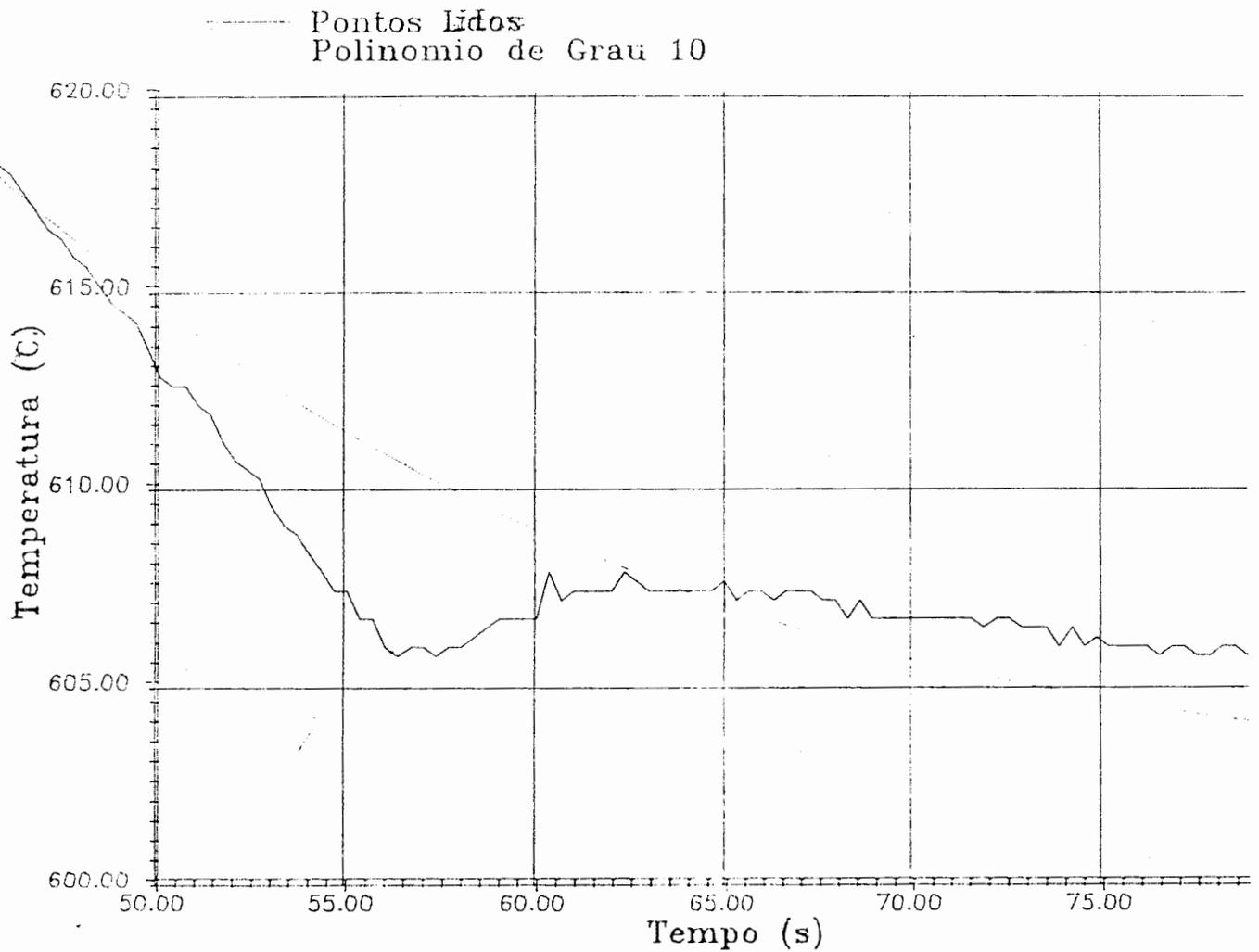


Fig. 86 - Filtragem com polinômio do 10<sup>o</sup> grau (detalhe da curva na região do superesfriamento - liga Al7Si) - mesmo equipamento da fig. anterior.

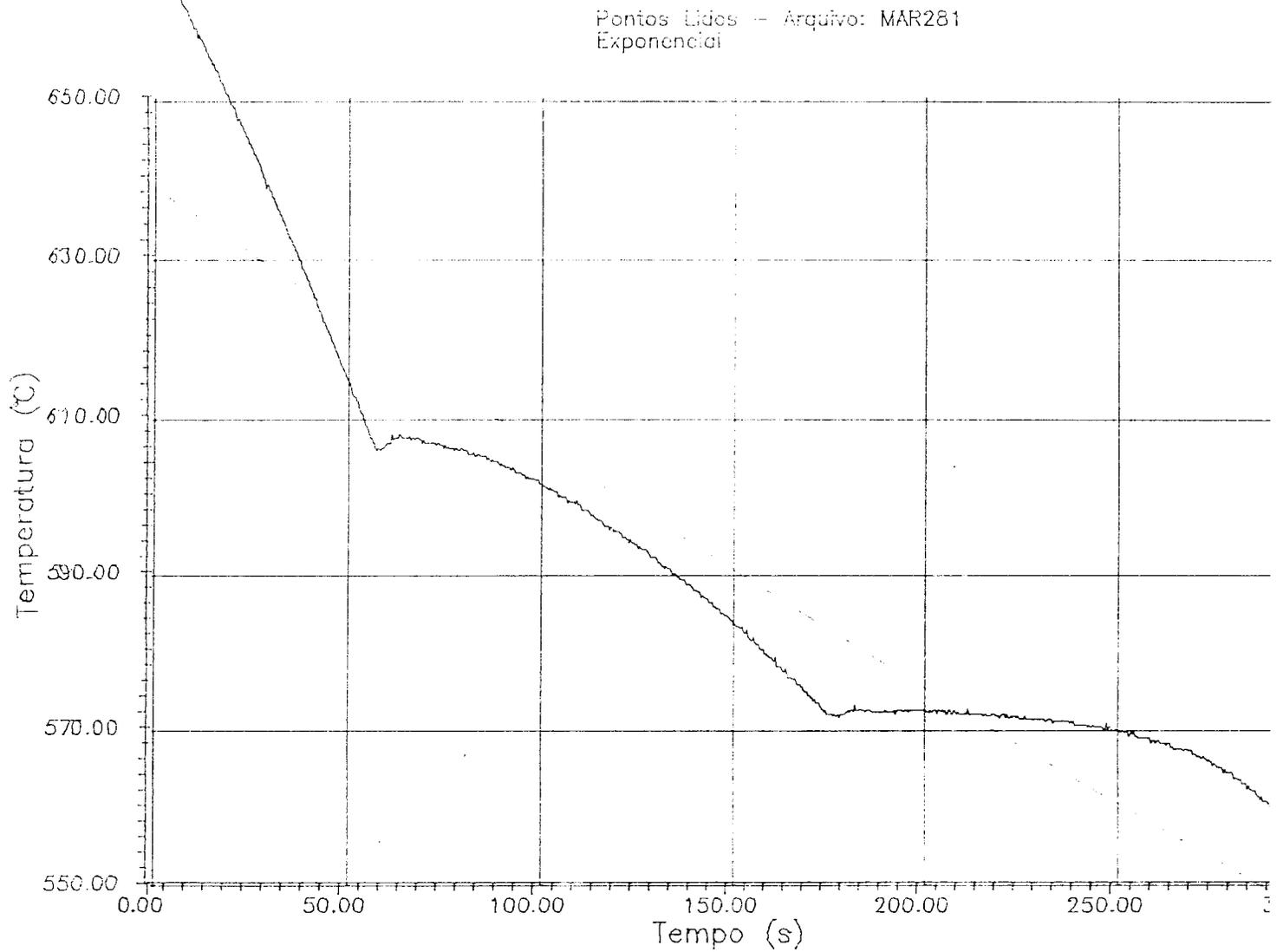


Fig. 87 - Filtragem com interpolação exponencial ( detalhe da curva, de resfriamento na região das temperaturas liquidus e solidus ); liga Al7Si - mesmo equipamento da fig. anterior.

Pontos Lidos - Arquivo: MAR281  
Logaritmo

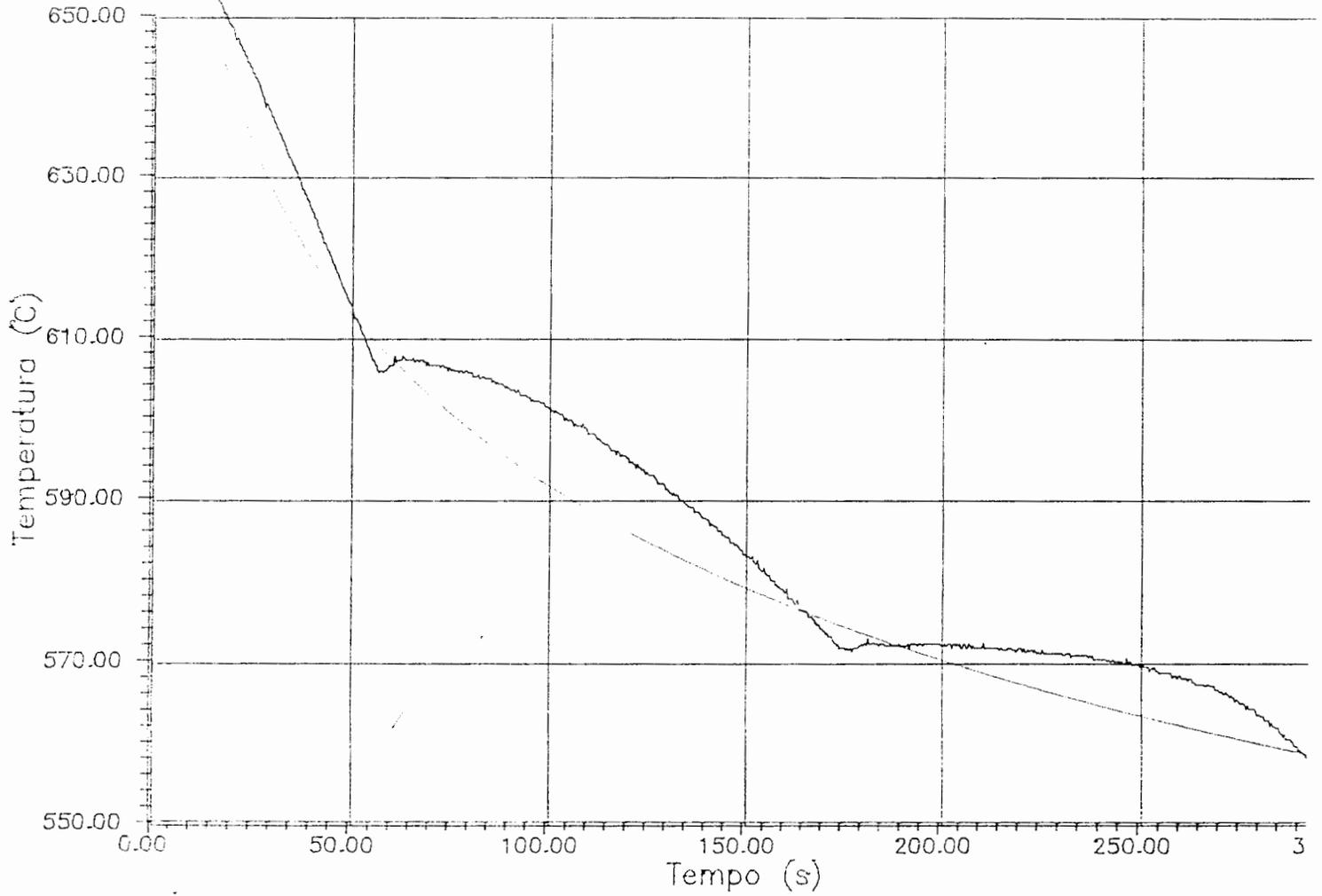


Fig. 88 - Filtragem com interpolação logaritmica ( detalhe da curva na região das temperaturas liquidus e solidus ); mesmo equipamento da fig. anterior - liga Al7Si.

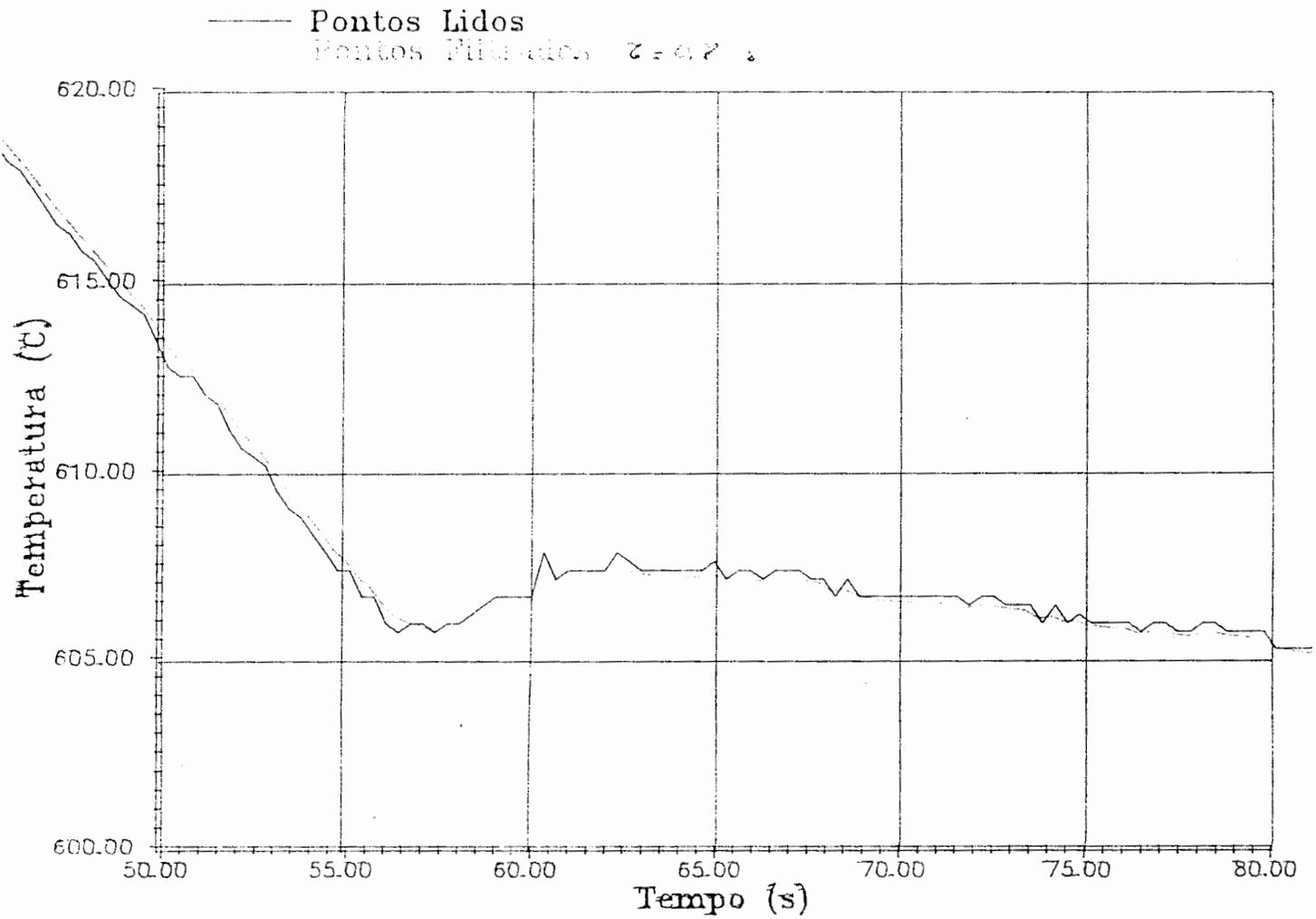


Fig. 89 - Filtro recursivo passá baixa, constante de tempo 0,7s (detalhe da curva na região do superesfriamento - liga Al7Si); mesmo equipamento da fig. anterior..

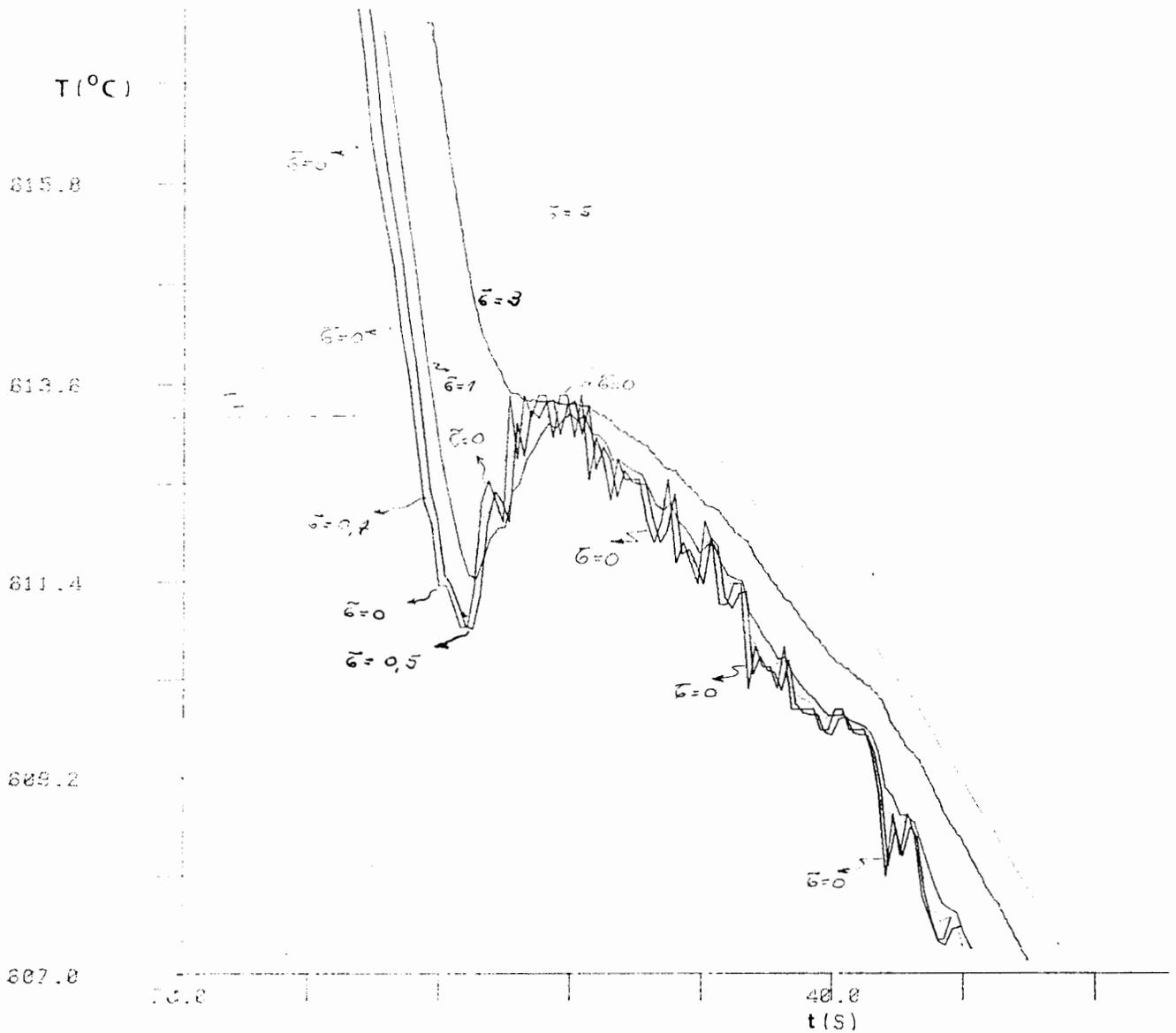


Fig. 90 - Filtro recursivo passa baixa - influência da constante de tempo. Observa-se que, para constante de tempo 1, 3 e 5s, a filtragem é muito severa e uma parte do superesfriamento é suprimida; para valores menores que 0,7s a filtragem é insuficiente (quáse reproduzindo a curva original com ruídos. O valor mais apropriado é 0,7s. Mesmo equipamento da fig. anterior.

A fig. 91 mostra diversas curvas na região do superesfriamento (Al7Si), sem filtragem - a superposição foi conseguida mediante o uso do software Lotus 1-2-3; a fig. 92 (a) mostra uma curva de resfriamento de liga Al7Si (equipamento baseado no conversor A/D de 12 bits), sem filtragem e as figs. 92 (b), (c), (d) e (e) mostram a mesma curva filtrada via “filtro recursivo passa baixa”, com diferentes “constantes de tempo” .



Fig. 91 - Superposição de diversas curvas (região do resfriamento - liga Al12Si), mediante uso da interface com o Louts 1-2-3.

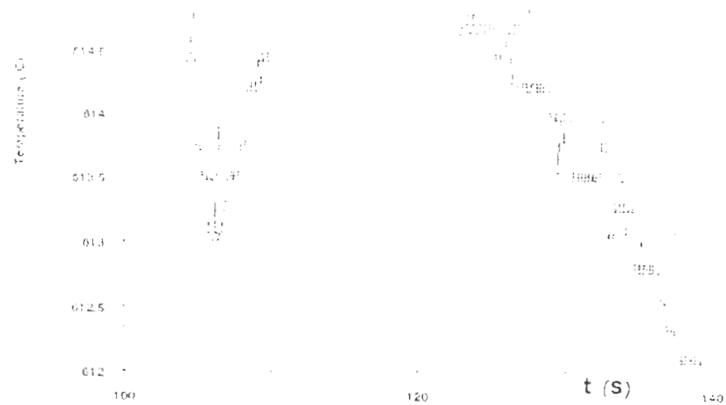


Fig. 92 (a) - Curva de resfriamento - sem filtragem, liga Al7Si na região do superresfriamento; equipamento baseado no conversor de 12 bits.

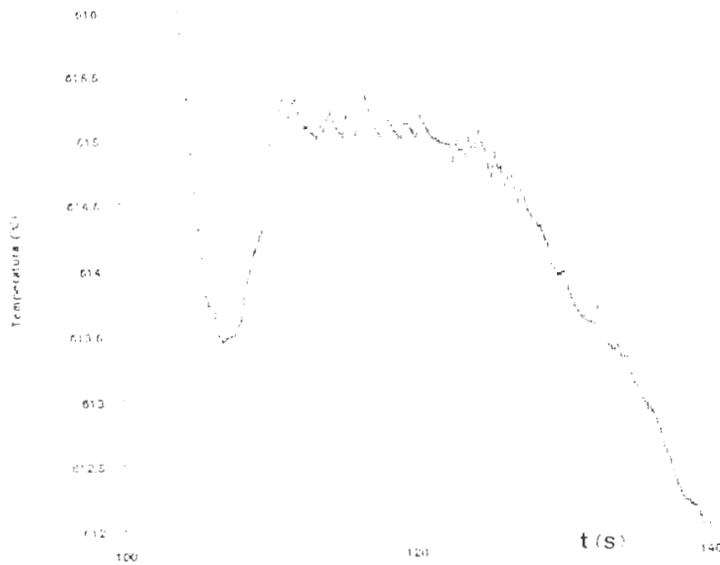


Fig. 92 (b) - Mesma figura anterior - filtro recursivo passa baixa,  $\tau = 0,7$  s.

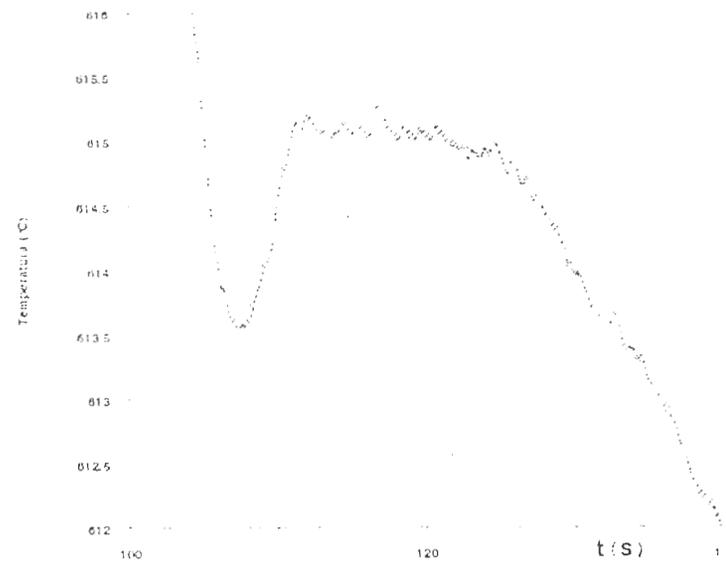


Fig. 92 (c) - Mesma fig. anterior,  $\tau = 1$  s.

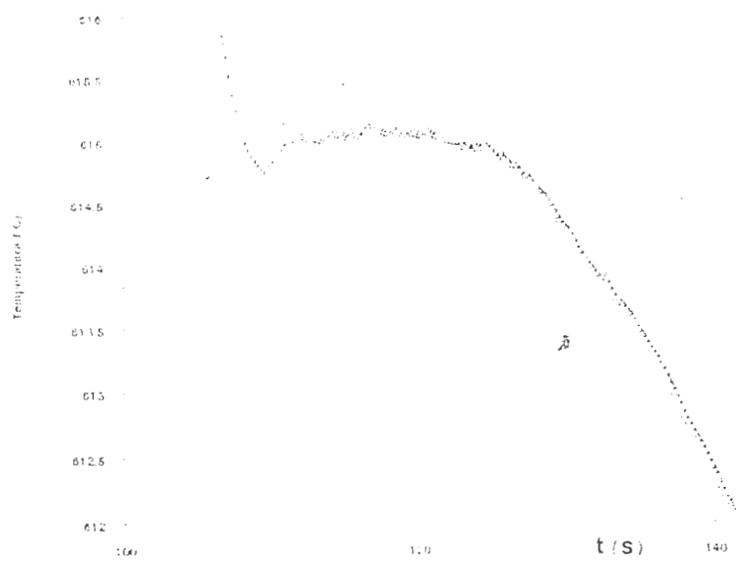


Fig. 92 (d) - Mesma fig. anterior,  $\tau = 3$  s.

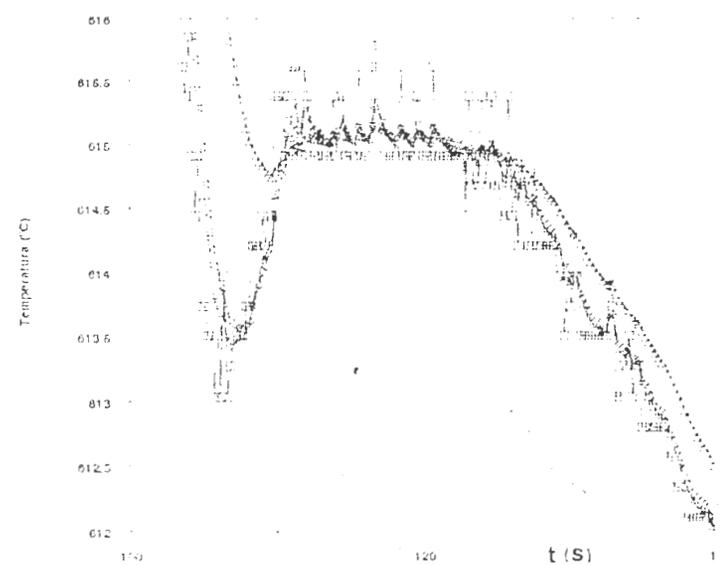


Fig. 92 (e) - Mesma fig. anterior; superposição das diversas curvas mostradas nas figuras (a), (b), (c), (d) e (e).

### 6.2.3 - Primeira Derivada da Curva de Resfriamento

A primeira derivada da curva de resfriamento foi determinada pelo método "Forward Differences", com intervalos de tempo normalmente da ordem de 0,1 s; devido ao fato de se operar com intervalos de tempo relativamente pequenos ( o ensaio dura alguns minutos e são coletados cerca de 2.000 pontos, de um modo geral), não considerou-se necessário utilizar um método iterativo mais complexo. A Fig. 93 mostra a primeira derivada de uma curva de resfriamento de liga Al-Si-Mg obtida por Argyropoulos<sup>14</sup> e a fig. 94 (a) mostra a primeira derivada, sem filtragem, de uma curva de resfriamento de liga Al7Si obtida com o sistema de aquisição baseado no conversor de 12 bits . As figs. 94 (b) e (c) mostram a mesma curva com filtragem ( $\tau = 0,7\text{ s}$  e  $\tau = 1\text{ s}$ , respectivamente ).

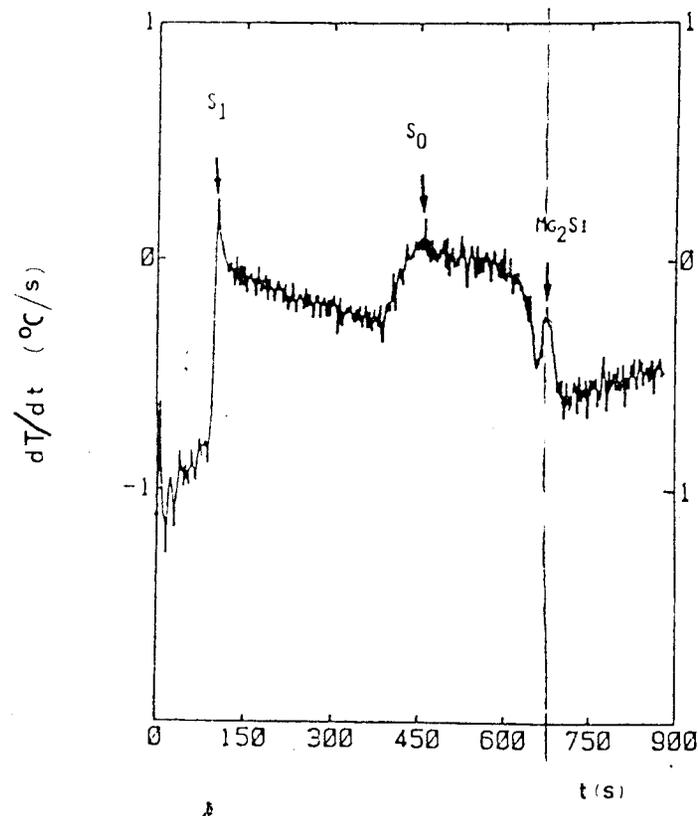


Fig. 93 - Primeira derivada de curva de resfriamento Al7SiMg, obtida por Argyropoulos<sup>14</sup>.

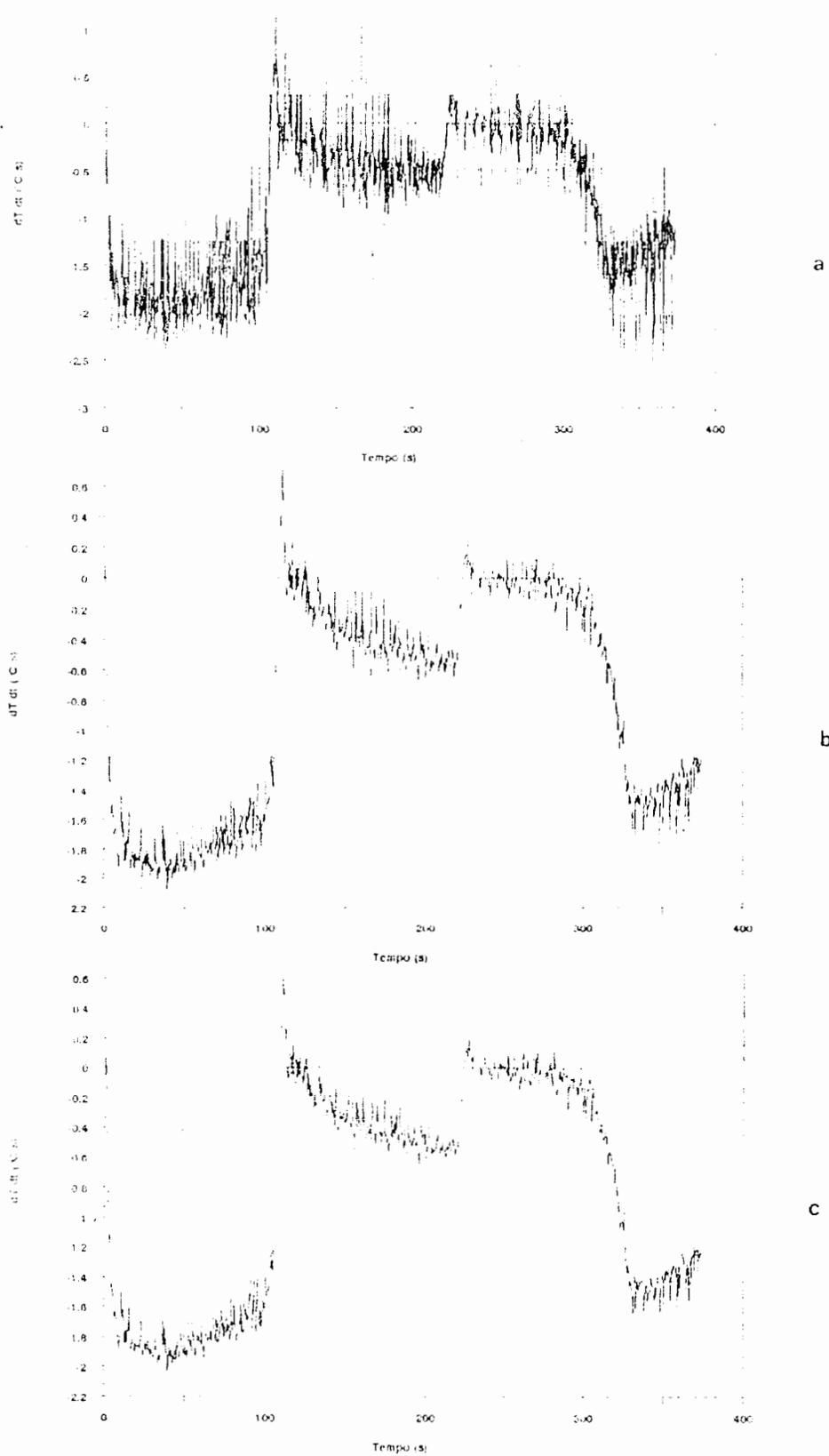


Fig. 94 (a) - Primeira derivada de curva de resfriamento de liga Al7Si, sem filtragem ( equipamento baseado no conversor de 12 bits ); (b) - Mesma curva , com filtragem (constante de tempo 0,7s); (c) - Mesma curva, com filtragem ( $\tau = 1$  s).

#### **6.2.4 - Integração da diferença entre a curva real e a extrapolada ( para determinação da % das fases presentes)**

Para a determinação do calor associado as transformações de fase e, conseqüentemente obter a percentagem das fases presentes, é necessário comparar a curva de resfriamento real com a curva teórica, correspondente a um corpo neutro. A diferença e, então, integrada para a determinação de calores e fases presentes.

O método empregado foi de "Quadratura de Gauss", com Polinômios de Legendre"; esta integração é realizada de 4 em 4 pontos, somando-se ao final as integrações parciais. Este procedimento foi testado para diversos tipos de funções teóricas, em intervalos bem específicos ( $x^2$ ,  $e^x$ ,  $\sin x$ , etc..) antes de ser aplicado a dados experimentais e mostrou erros menores que  $10^{-8}$ .

#### **6.2.5 - Cálculo do Superesfriamento**

Para a determinação dos valores de temperatura máxima e mínima do superesfriamento utiliza-se a primeira derivada da curva de resfriamento, uma vez que esta derivada tende a zero nestes pontos de máxima e mínima (fig. 96 ); não havendo recalescência, o valor máximo da temperatura associada ao resfriamento é a própria temperatura liquidus. O software desenvolvido determina, a partir das temperaturas, os valores de tempo associados a estas temperaturas, como indica a Fig.97.

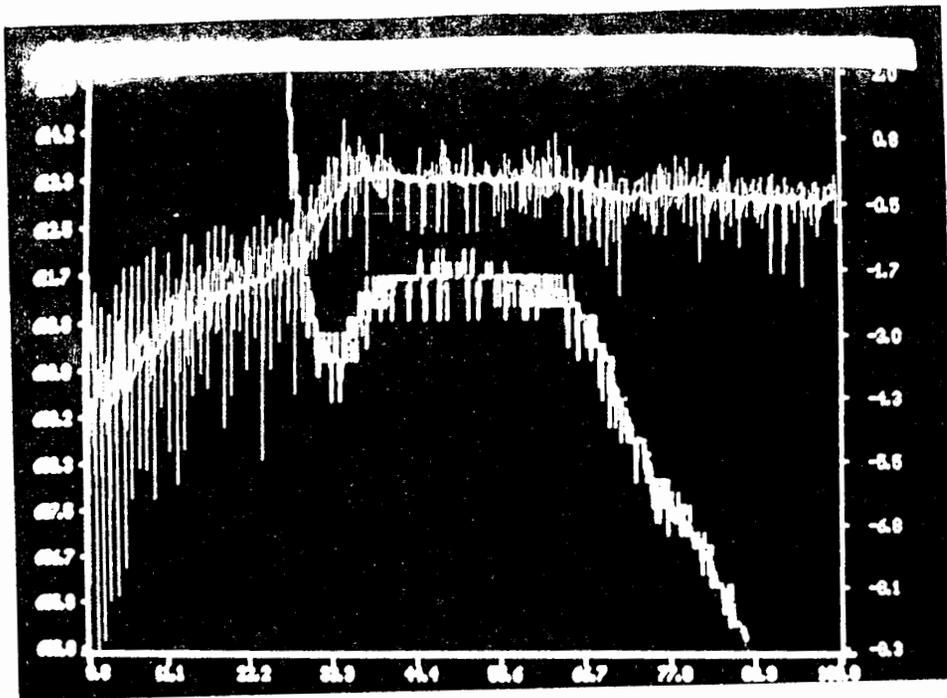


Fig. 96 - Curva de resfriamento e respectiva primeira derivada na região do superesfriamento - liga Al7Si ( equipamento baseado no conversor de 12 bits ) - conforme visualizado diretamente na tela do microcomputador.

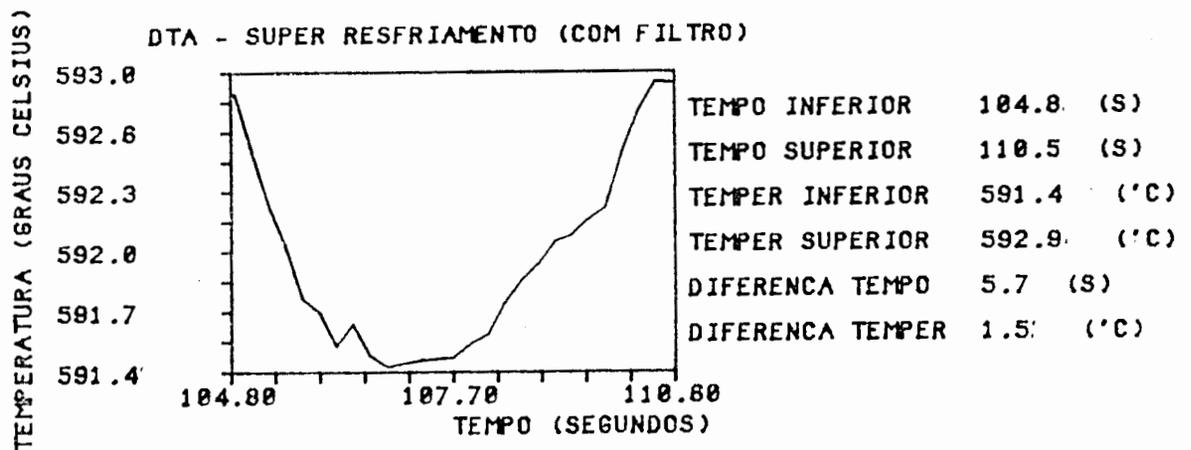


Fig. 97 - Resultado da análise da recalescência de liga Al7Si (determinação de temperaturas e tempos associados ao superesfriamento) de uma curva de resfriamento através do software desenvolvido para o sistema baseado no conversor A/D de 12 bits.

### 6.2.6 - Extrapolação de curva correspondente a um corpo neutro ( sem transformação de fase)

A função que descreve o comportamento de um corpo neutro (curva teórica, correspondente a um corpo sem transformação de fase), seguiu o modelo proposto por Marineck<sup>2</sup>, ou seja, a partir de pontos experimentais da curva de resfriamento, antes da temperatura cair até a temperatura liquidus ( trecho AB da Fig. 97a), é extrapolada uma curva que segue um modelo exponencial. A exponencial que melhor se ajusta aos pontos experimentais foi determinada pelo método dos "mínimos quadrados".

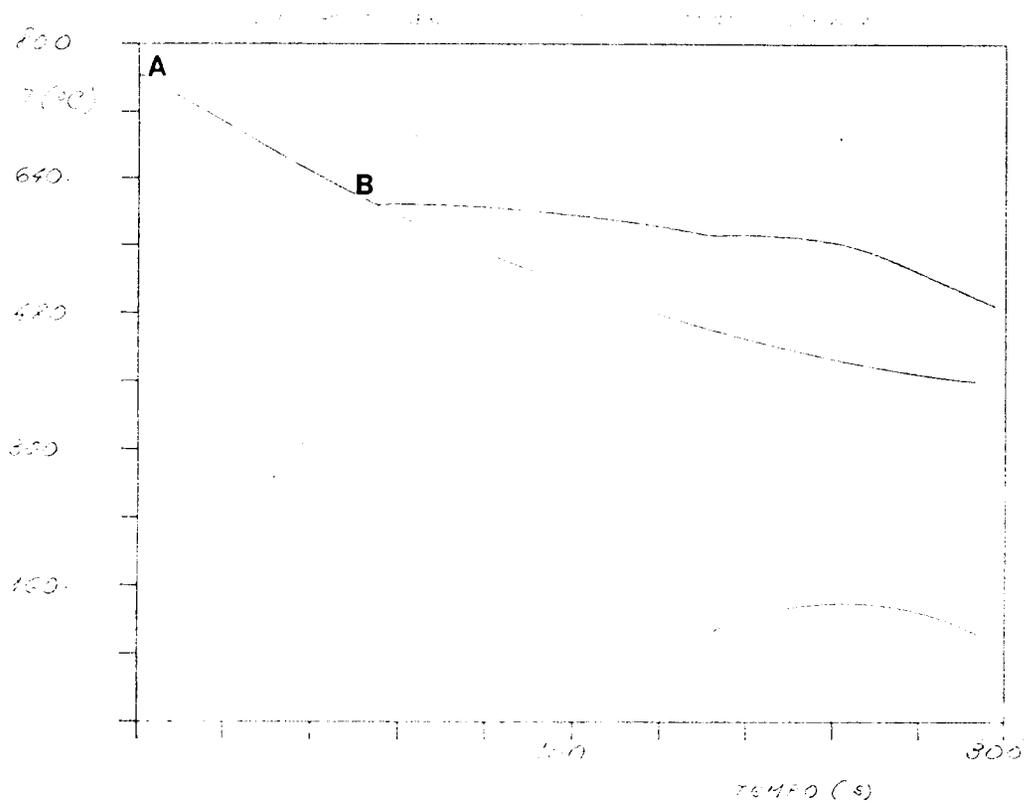


Fig.97a - Curva real (a)- obtida com equipamento baseado no conversor de 12 bits, curva exponencial extrapolada (b) e diferença entre ambas (c).

### **6.2.7 - Taxa de resfriamento ( do líquido)**

A taxa de resfriamento do metal líquido é determinada a partir do valor médio da primeira derivada em relação ao tempo da curva de resfriamento, antes da temperatura cair ao valor da temperatura liquidus.

### **6.2.8 - Composição química**

A composição química da liga binária é determinada a partir das temperaturas liquidus e solidus (fig. 98 ) e do intervalo de temperatura existente entre elas; estes dados são comparados com os dados associados ao diagrama de equilíbrio da liga, previamente armazenados na memória do microcomputador.

### **6.2.9 - Cálculo de $T_L$ , $T_S$ e $T_N$**

As temperaturas  $T_L$  ,  $T_S$  e  $T_N$  são determinadas a partir da primeira derivada filtrada da curva de resfriamento, no momento em que esta primeira derivada tende a zero;  $T_N$  corresponde ao menor valor de temperatura associado ao superresfriamento (fig. 98).

### **6.2.10 - Cálculo de $t_{SL}$**

O parâmetro  $t_{SL}$  corresponde à diferença de tempo entre o final e o início da solidificação; o início da solidificação corresponde à temperatura  $T_N$  cujo processo de determinação está descrito no ítem anterior e o final da solidificação é determinado pelo

método sugerido na fig. 98, ou seja, como final difícil determinar a curva o momento exato em que termina o “patamar” de temperatura, assume-se o instante de tempo em que a temperatura atinge  $1^{\circ}\text{C}$  abaixo da temperatura desta patamar.

Fig. 6.2.11 - Cálculo de  $G_b$

O parâmetro  $G_b$  é determinado a partir do valor médio de  $T_L$  e  $T_N$  ( que por sua vez são determinados através da primeira derivada da curva de resfriamento, conforme salientado no ítem 6.2.3 ).

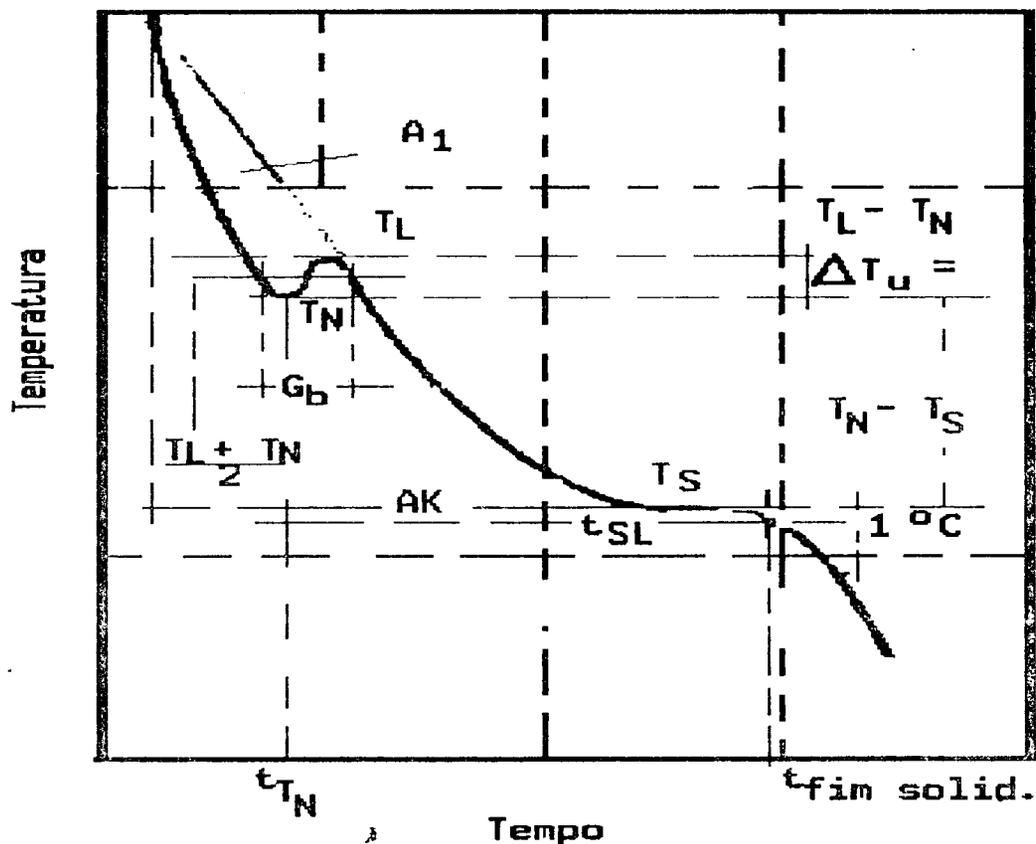


Fig. 98 - Parâmetros associados à curva de resfriamento.

### **6.2.12 - Cálculo do espaçamento interdendrítico**

O espaçamento dendrítico secundário foi determinado através do tempo local de solidificação, a partir dos modelos teóricos descritos na equação 47; não foi possível comparar estes resultados com as medidas diretas via metalografia, porque no caso das ligas usadas, os resultados obtidos não permitiram uma leitura clara (ver fig. 136) deste parâmetro diretamente na metalografia.

## **6.3 - Evolução do software para análise térmica**

Entre a versão inicialmente elaborada, para uso com o sistema baseado no conversor mais simples ( 8 bits ) e a versão mais recente, existe uma imensa evolução; o sistema ora em utilização, denominado SAD, permite ao usuário definir o número de entradas a serem lidas, bem como o tipo de sinal que será lido ( tipo de termopar, Pt100,...). Desta maneira, tem-se a possibilidade de operar com 8 entradas analógicas diferenciais ou 16 entradas analógicas não diferenciais; as escalas de tensão possíveis são :  $\pm 40$  mV ,  $\pm 80$  mV,  $\pm 400$  mV e  $\pm 4$  V. Medições possíveis: tensões diferenciais, termopares, sensores de platina tipo Pt 100, strain gages, etc...

### **6.3.1 - O software "LEDADOS 1"**

Este sistema de aquisição baseou-se em um conversor A/D de 8 bits e microcomputador tipo PC, clock de 4,77 MHz, sem disco rígido ( 2 drives de 5 1/4 " ). Como o conversor A/D tem somente uma escala, 0 a 9<sup>ª</sup> V, tornava-se necessário amplificar o sinal gerado pelos termopares e neste sentido foi construído um amplificador de oito canais. Este software não possuía a escolha de tempo entre os pontos consecutivos do ensaio - neste caso, a aquisição era

realizada automaticamente, na ordem de 3 pontos por segundo, por canal, até 8 canais. Os ensaios não podem ser visualizados simultaneamente na tela do microcomputador ( apenas um de cada vez ).

### **6.3.2 - O software "ADQUIRE"**

O sistema de aquisições/processamento baseado no conversor de 8 bits não apresentou a sensibilidade necessária para medir fenômenos do tipo superesfriamento, por exemplo; assim, passou-se a utilizar um novo sistema, baseado num conversor A/D de 12 bits e num microcomputador PC X-T ( clock de 8 MHz, winchesters de 30 Mb, co-processador aritmético, vídeo colorido, plotter A-4, etc...); uma das escalas deste conversor é 40 mV - sensibilidade de 10  $\mu$ V. O primeiro software a ser elaborado, baseado neste novo equipamento foi o "ADQUIRE"; a linguagem utilizada neste software foi o QuickBasic 4.5, devido à facilidade de utilização e por se tratar de uma linguagem largamente difundida e conhecida.

Um dos problemas relacionados ao equipamento e à linguagem está associado ao limite imposto pela memória principal ( 640 Kb ) do microcomputador utilizado, que é o máximo que o sistema operacional DOS endereça; este software foi elaborado para leitura de apenas 1 canal. Neste software existe a escolha do intervalo de tempo entre os pontos de aquisição.

### **6.3.3 - O software "ADQ 003"**

Para suprir as necessidades de se obter simultaneamente a curva de resfriamento em diversos pontos do corpo de prova, desenvolveu-se o ADQ 003, um software semelhante ao ADQUIRE, porém com três canais. Neste software, a gravação dos dados é feita em três arquivos diferentes, não podendo, o usuário, visualizar os três ensaios simultaneamente na tela

nem tampouco cruzar dados de diferentes curvas. Além disso, a velocidade de aquisição fica dividida por três. Neste software foi retirada a escolha do intervalo de tempo entre dois pontos consecutivos do ensaio, sendo realizada, neste caso, a aquisição de três pontos por segundo, por canal.

#### **6.3.4 - O software "GRAFINT 6"**

Os software até agora descritos permitem apenas a aquisição dos dados e visualização da curva de resfriamento (com opção de "zoom"); este novo software, o GRAFINT 6, permitiu a possibilidade de execução de uma série de cálculos, dentre os quais podem ser salientados: filtragem do ruído, determinação de  $T_L$  e  $T_S$ , determinação de composição química (para ensaios suficientemente lentos), determinação da taxa de resfriamento, determinação do tempo e valor do superesfriamento, curva exponencial extrapolada a partir de pontos experimentais, cálculo da diferença entre curva real e extrapolada, e cálculo da primeira derivada no tempo da curva de resfriamento. Este software foi desenvolvido para apenas um canal.

As figuras que seguem mostram a sequência de fatos seguida para carregar um arquivo (ensaio já realizado) e visualizar detalhes do mesmo.

Menu Principal

Efetuar Aquisicao  
Menu Graficos  
Parar

<< ESPACO >> Seleciona  
<< ENTER >> Escuta

Fig. 99 - Escolha da operação a ser executada ( aquisição, visualização de um arquivo ou simplesmente para o uso do software ).

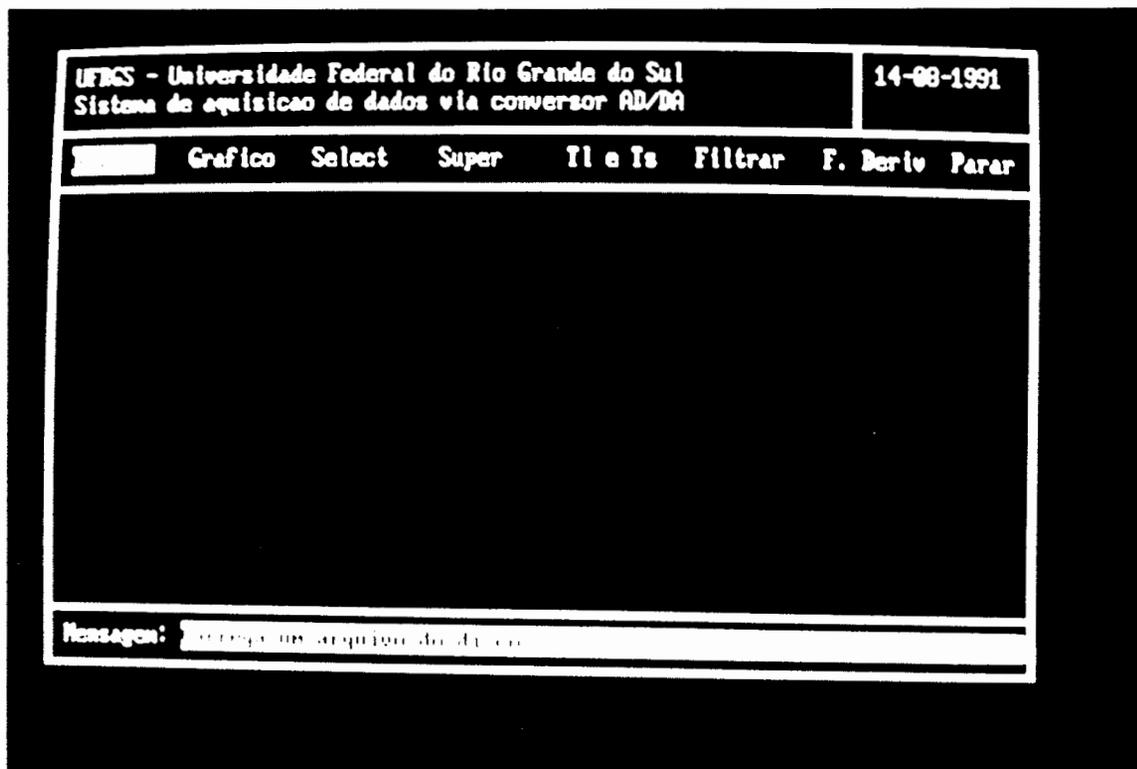


Fig. 100 - Escolha de uma das opções ( arquivo, gráfico, superesfriamento, etc...).

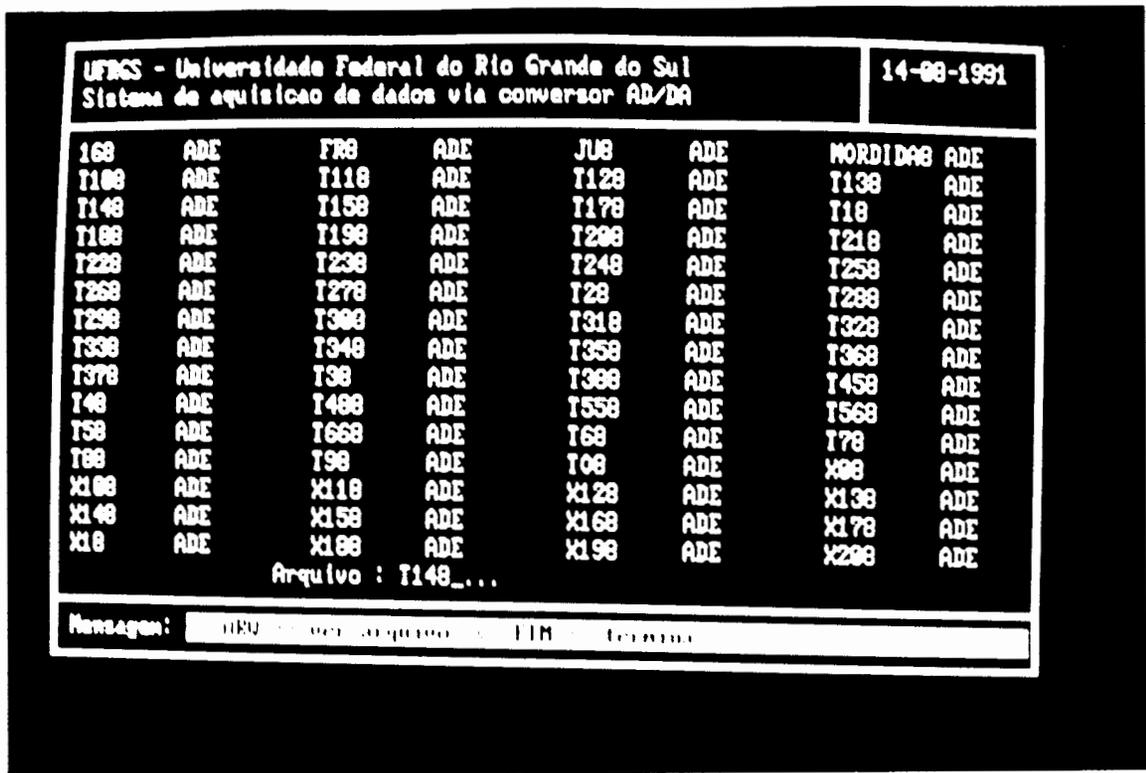


Fig. 101 - Listagem dos arquivos existentes; digita-se, ao final da relação, o arquivo de interesse.

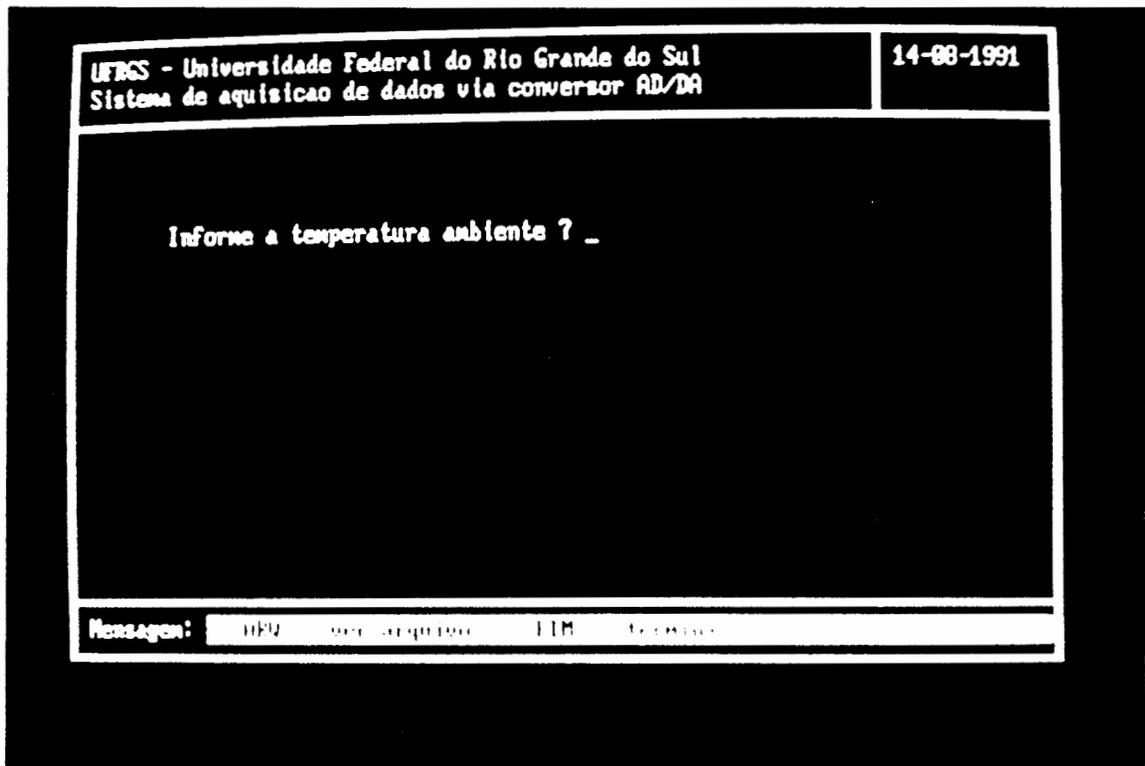


Fig. 102 - Uma vez carregado o arquivo, o programa solicita o valor da temperatura ambiente, para correção das temperaturas indicadas pelo termopar.

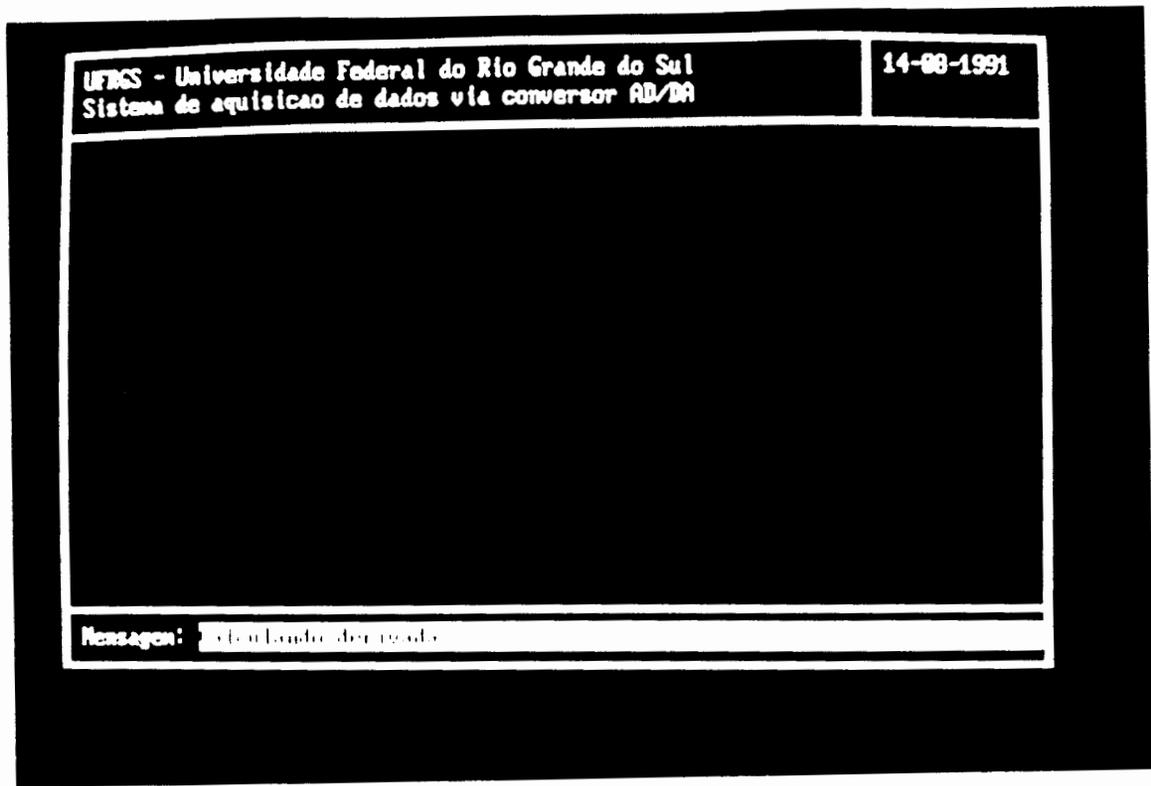


Fig. 103 - O programa executa, automaticamente, uma série de cálculos (primeira derivada, curva extrapolada,...); na mensagem que aparece pode-se ler “calculando derivada”.

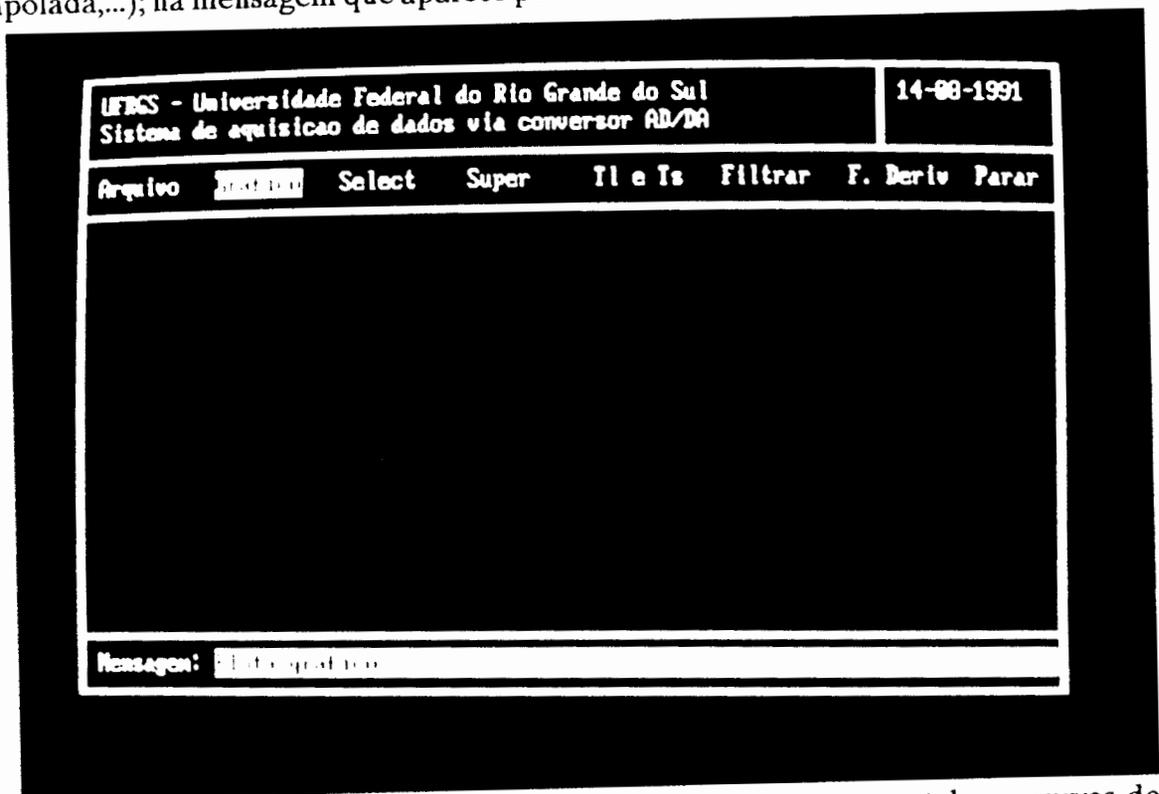


fig. 104 - Selecionando a função gráfico - aparecerão, automaticamente na tela, as curvas de temperatura versus tempo, a curva extrapolada ( correspondente a um corpo neutro ) e a diferença entre as duas.

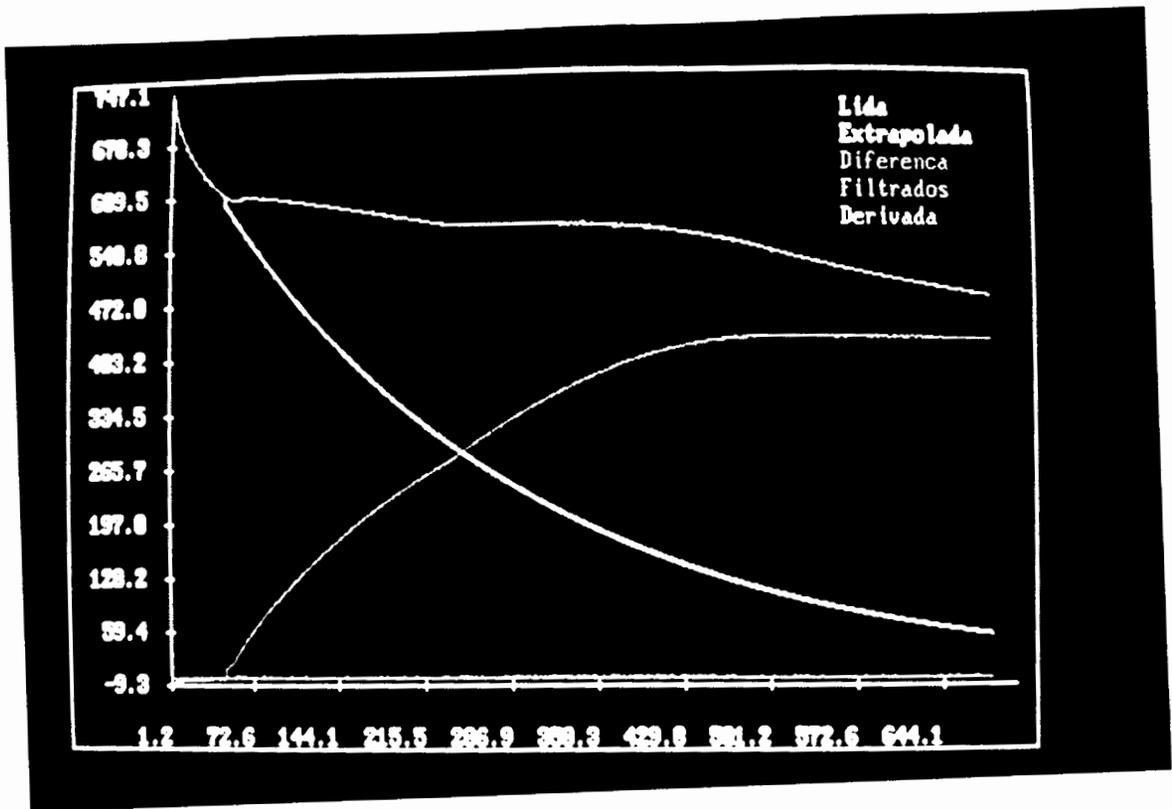


Fig. 105 - Curva real ( e filtrada - que não pode ser distinguida devido à escala utilizada), extrapolada e diferença entre ambas.

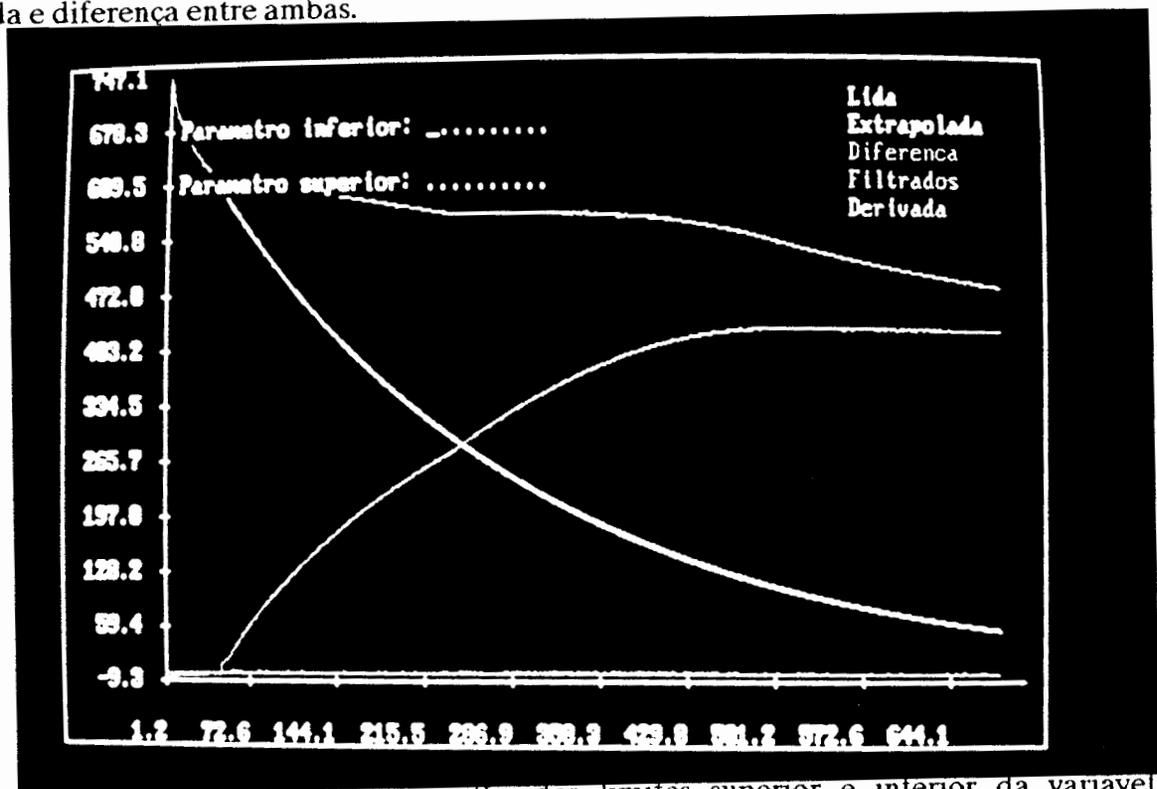


Fig. 106 - Aplicação do "zoom" - escolha dos limites superior e inferior da variavel temperatura.



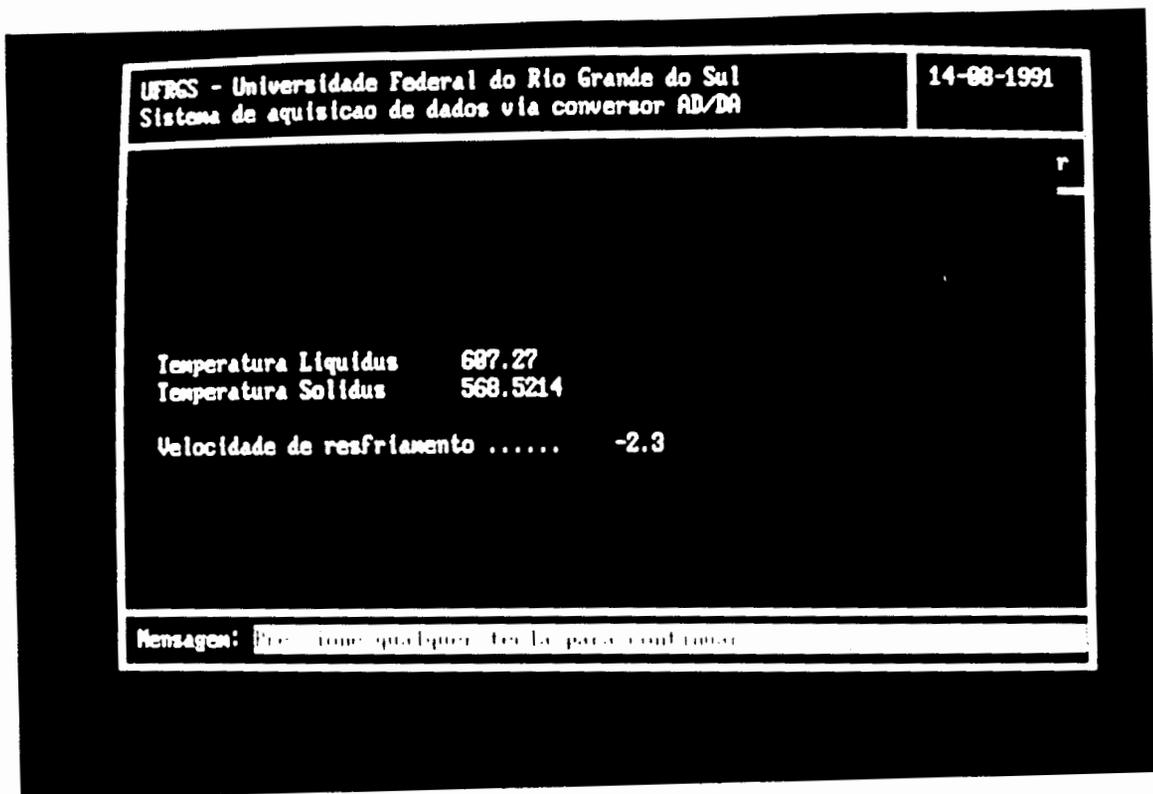


Fig. 109 - Determinação das temperaturas liquidus e solidus (automaticamente é calculada a taxa de resfriamento ).

### 6.3.5 - O software "ADQ 1990"

Neste software, foi feita a junção do ADQUIRE, ADQ 003 e GRAFINT 6 . Além da vantagem de poder efetuar aquisições em três canais simultaneamente, foi implementada uma rotina para visualização de até cinco gráficos diferentes ao mesmo tempo; esta rotina transforma os valores lidos ( de mV para  $^{\circ}\text{C}$  ) paralelamente ao ensaio, isto é, à medida que o ensaio transcorre é possível acompanhar o que está ocorrendo com a temperatura ao longo do tempo. Este software possui, também, a possibilidade do cálculo da primeira e segunda derivadas no tempo, bem como a filtragem da curva de resfriamento (segundo várias técnicas).

### 6.3.6 - O software "ADQ 1991"

Este software significa um avanço e melhoria do ADQ 1990; foram implementados diversos cálculos que ainda não estavam presentes nos programas anteriores, como o do parâmetro  $t_{SL}$  (tempo local de solidificação), EDS ( $\lambda_2$ ) e  $T_N$  (temp. de nucleação), entre outros.

Além destes cálculos, foram implementadas melhorias nos menus de apresentação, maior rapidez na velocidade de aquisição, além de um módulo de transferência de arquivos para o Lotus 1-2-3 e Grapher, para que os gráficos pudessem ser plotados em impressoras também, ao invés de apenas poder ser usado o plotter.

### 6.3.7 - O software "SAD"

Tendo em vista que uma série de resultados associados ao ensaio são apresentados na forma de gráficos, o SAD gera arquivos a serem gravados em disco contendo os valores dos pontos dos gráficos de maneira que o usuário possa analisar os gráficos também com outros softwares, como o Lotus 1-2-3 e Grapher. Além de permitir a visualização de uma série de gráficos (curva de resfriamento, primeira derivada, etc...), este software também oferece os recursos de "zoom".

Este software foi escrito em linguagem "C" (os anteriores foram desenvolvidos em QuickBasic 4.5); todos os menus e lay-outs do programa apresentam considerável velocidade pois todas as rotinas de escrita na tela usam diretamente a RAM do microcomputador. Tal velocidade proporciona não só uma apresentação mais agradável, bem como efetua a aquisição dos dados de modo a que o sistema tenha a maior otimização possível, além do fato do uso da RAM proporcionar uma rapidez muito grande para display.

A fig. 110 mostra a tela de abertura do SAD.

Fig. 110 - Tela de entrada do SAD.

A fig. 111 mostra o Menu Principal do SAD; procurou-se fazer uma interface com o usuário de tal maneira que o sistema fosse simples de ser operado. Em qualquer momento do procedimento, o software mostra na base da tela uma mensagem com alguma instrução ou descrição da função de cada opção e na parte superior direita da tela existe um quadro que indica o módulo em que se encontra a execução deste programa.

A fig. 112 mostra a tela inicial do módulo de aquisição de dados; aqui são fornecidas as informações necessárias para o sistema efetuar a aquisição dos dados de um ensaio e a fig. 113 mostra a tela do SAD no momento da aquisição. Procurou-se colocar na tela o máximo de informações possíveis para o usuário, sem que fosse perdida a legibilidade relativa à leitura de dados. Dentro desta informações está contido um status correspondente à situação em que se encontra a leitura de dados no momento. Este status, conforme o seu valor, significa: 0 = operação realizada com sucesso; 1 = entrada com programação incorreta; 2 = overflow na medida; 3 = underflow na medida; 4 = dados de entrada fora dos limites; 5 = time-out na medida.



Fig. 111 - Menu principal do SAD.

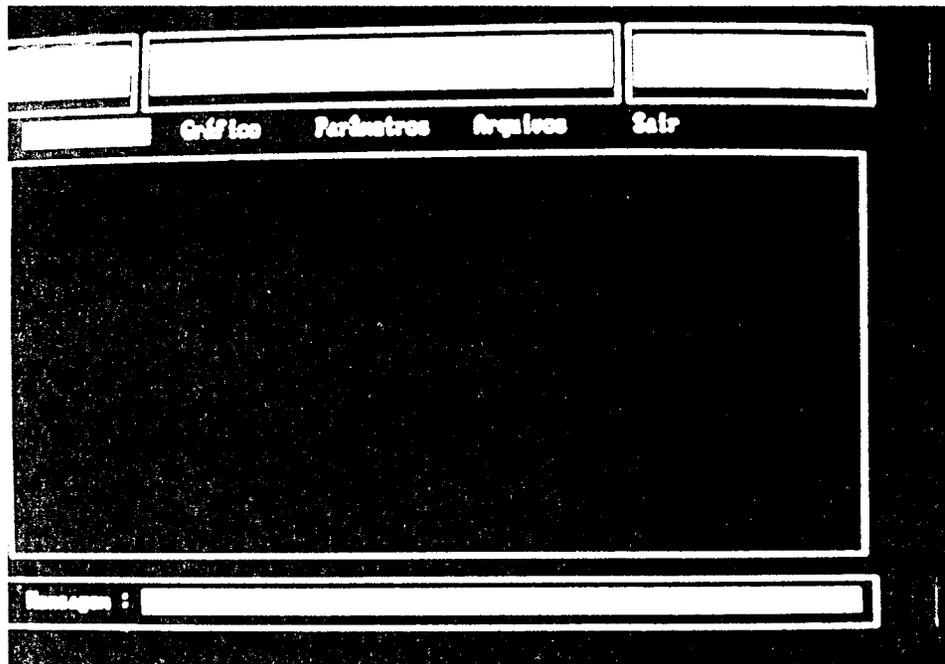


Fig. 112 - Tela inicial do módulo de aquisição.

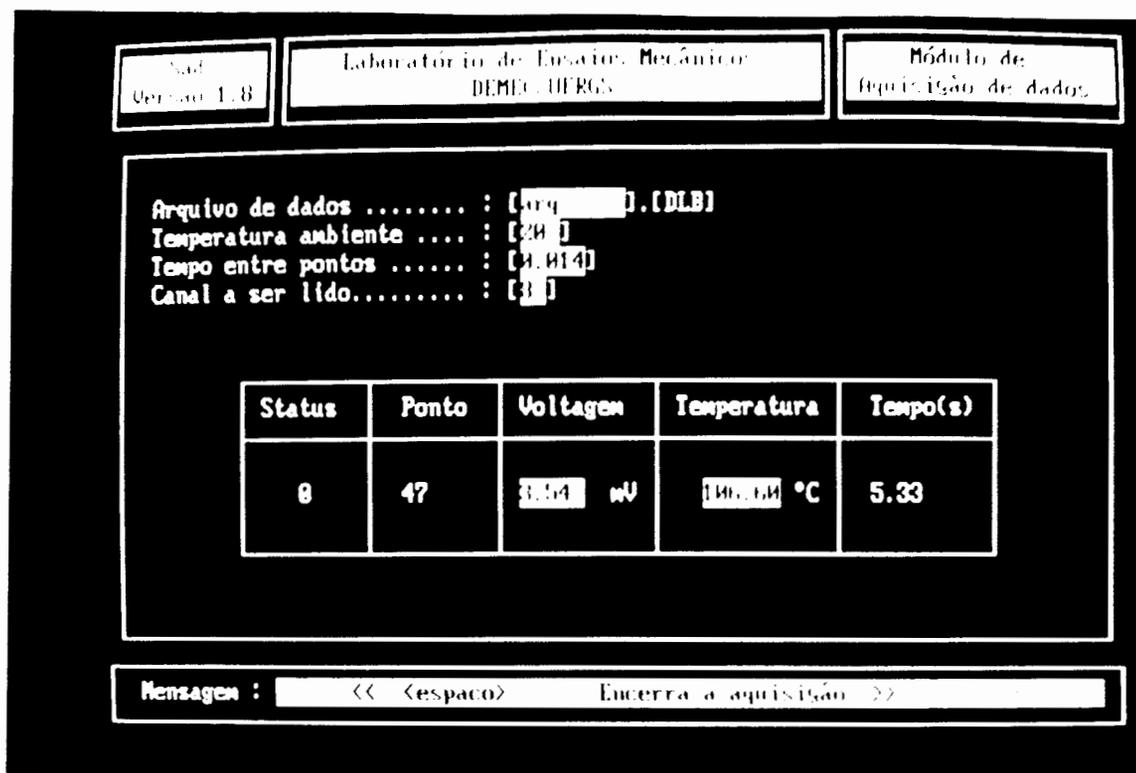


Fig. 113 - Tela no momento da aquisição.

É importante ressaltar que, para o SAD foi reescrita toda a interface com a placa; as versões anteriores utilizavam a interface fornecida pelo fabricante ( constatou-se, porém, que esta interface apresentava uma série de deficiências ).

Ao final do ensaio, o sistema solicita que o usuário informe se os dados devem ou não ser salvos em disco, como ilustra a fig. 114. Realizada a aquisição e armazenados os dados, o SAD volta ao menu principal, onde é escolhida a opção "Arquivos" ( fig. 115 ); a fig. 116 mostra o arquivo escolhido ( no caso o arquivo tem o nome "Arq2" ) e a fig. 117 mostra a curva de resfriamento correspondente ao ensaio Arq2.

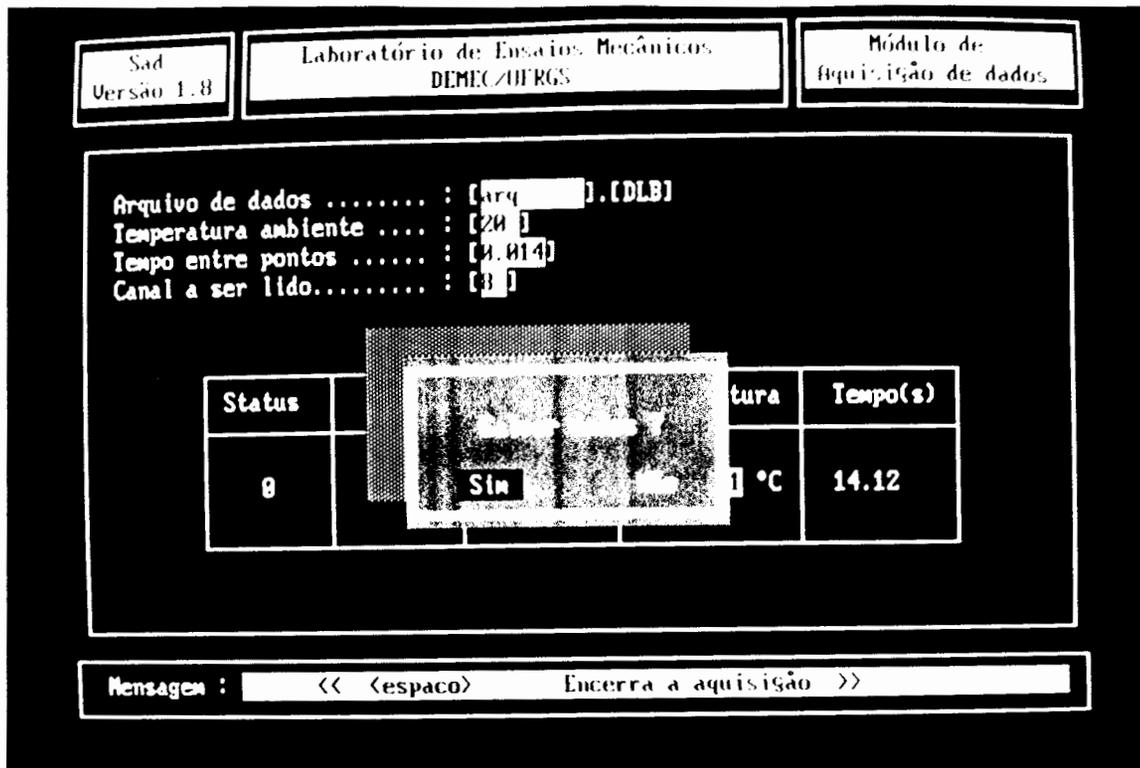


Fig. 114 - Opção de salvar ou não o ensaio.

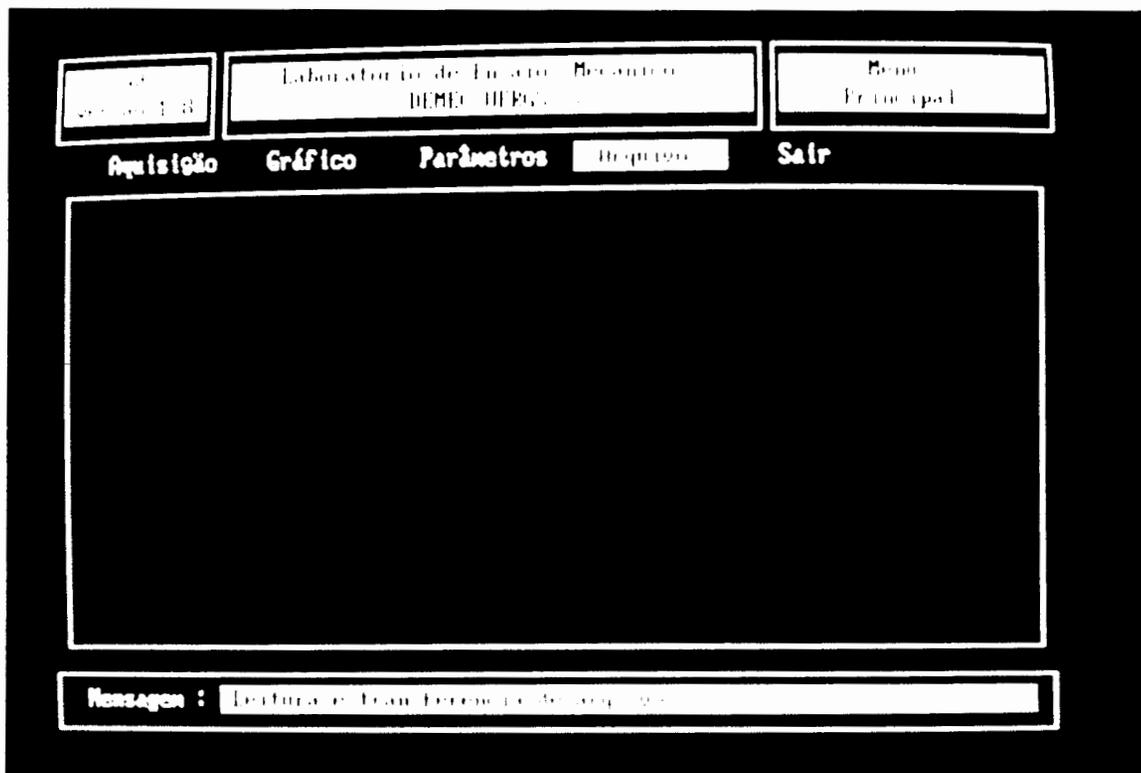


Fig. 115 - Menu principal - escolha da opção "Arquivos".

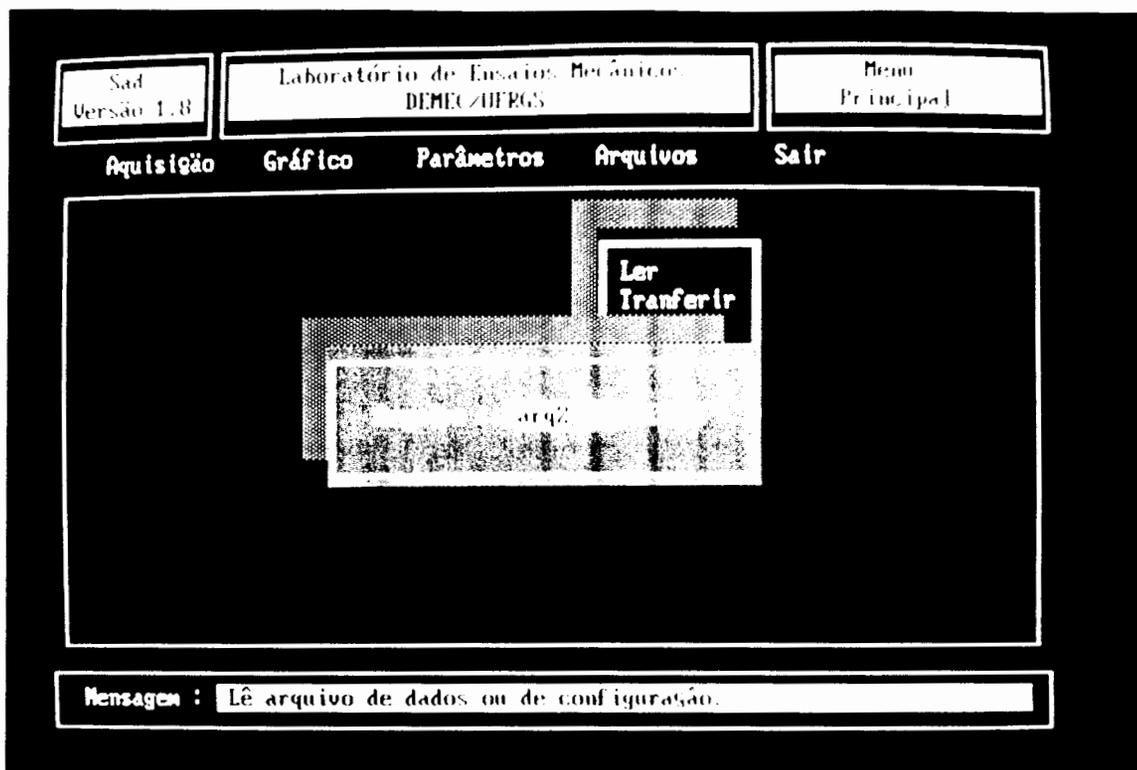


Fig. 116 - Escolha do arquivo.

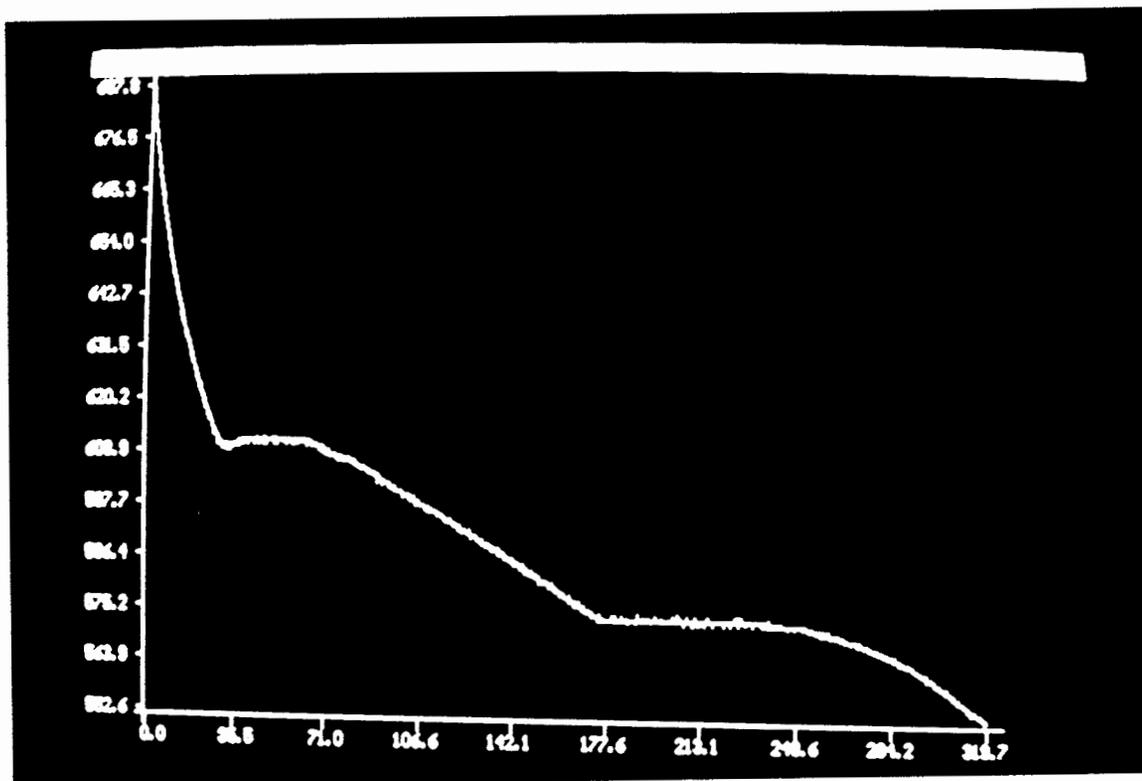


Fig. 117 - Curva de resfriamento referente ao ensaio Arq2.

A fig. 118 mostra detalhes da curva de resfriamento na região do superesfriamento ( a partir da opção F2 que aparece no alto da tela onde aparece a curva de resfriamento ) e a fig. 119 mostra a escolha da constante de tempo para a filtragem da curva de resfriamento via “filtro recursivo passa baixa”.

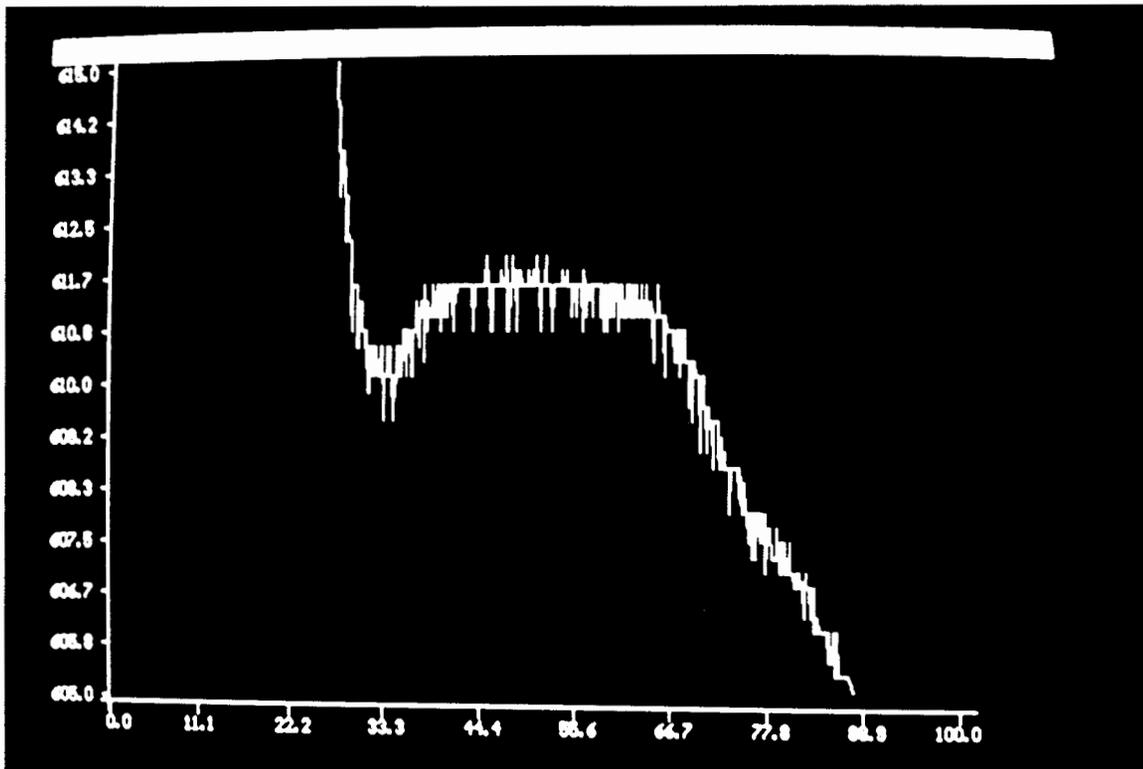


Fig. 118 - “Zoom” na região de superesfriamento.

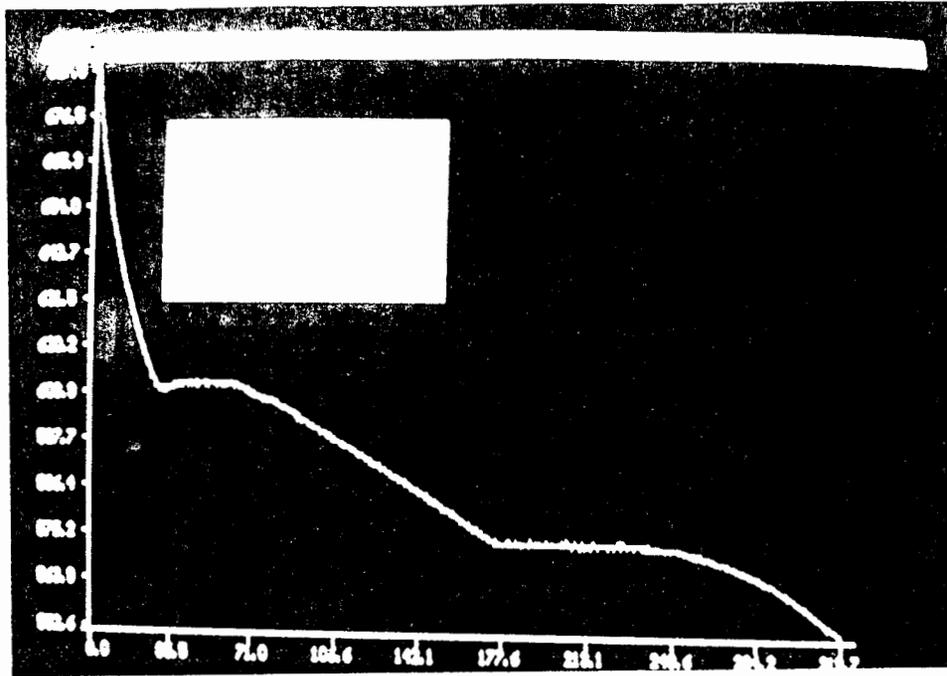


Fig. 119 - Escolha da constante de tempo para filtragem da curva de resfriamento.

A fig. 120 mostra a opção para cálculo da primeira derivada, filtragem da primeira derivada, etc..., e a fig. 121 mostra a escolha das constantes de tempo para estas operações.

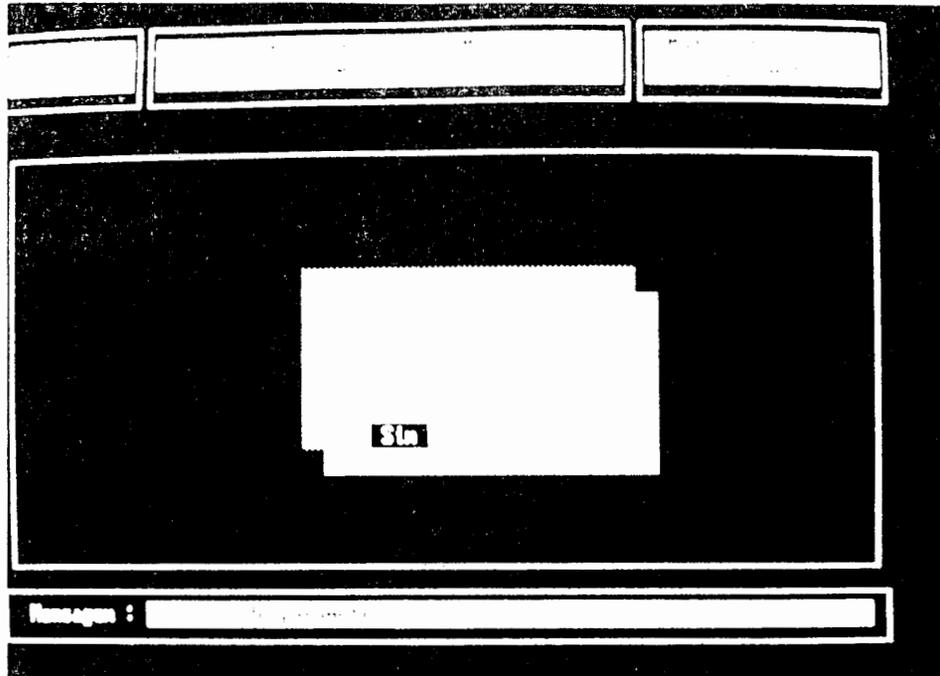


Fig. 120 - Opção de operações matemáticas a serem efetuadas com a curva de resfriamento.

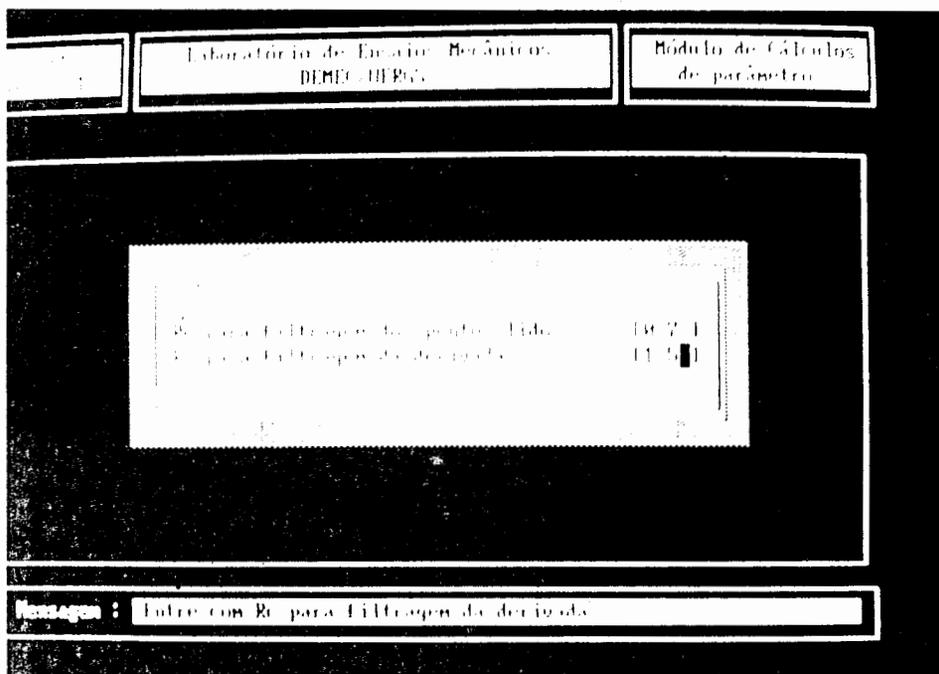


Fig. 121 - Escolha das constantes de tempo para filtragem.

A fig. 122 mostra a curva de resfriamento (amarela), a curva de resfriamento filtrada (vermelha), a primeira derivada (verde) e a primeira derivada filtrada (azul claro); nota-se claramente que as inflexões mais importantes da curva de resfriamento coincidem com mudanças significativas no comportamento da primeira derivada; a fig. 123 mostra detalhes destas curvas na região do superesfriamento.

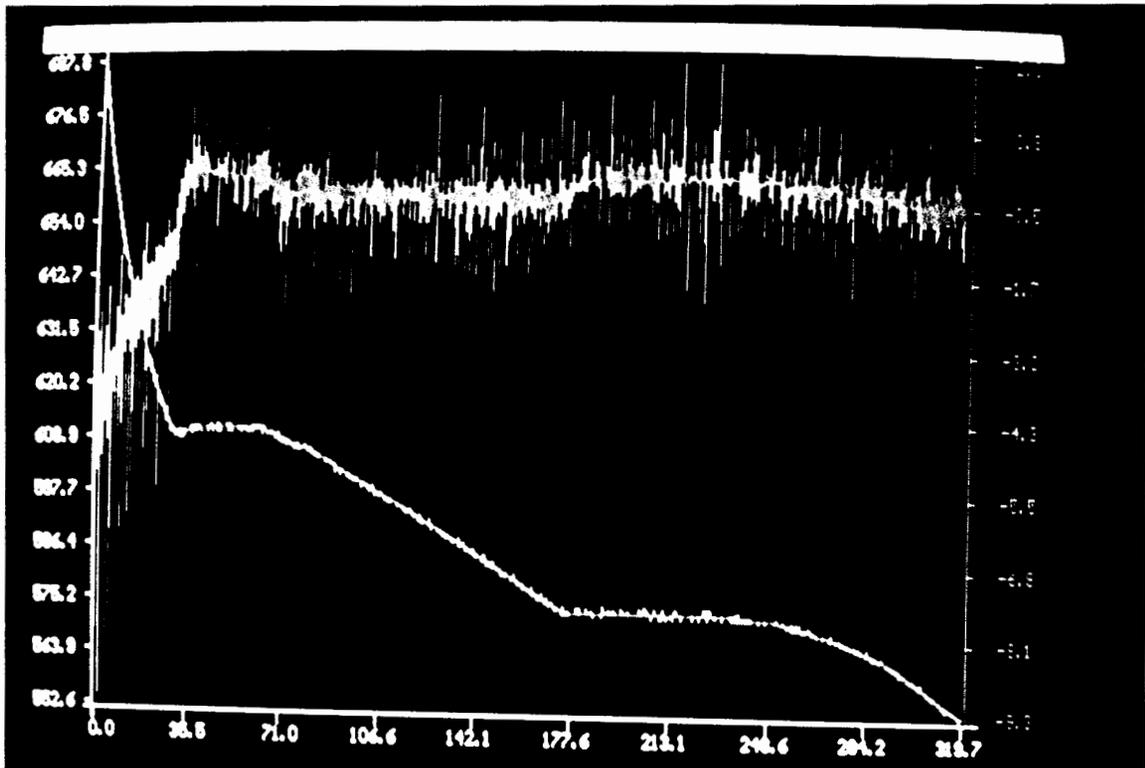


Fig. 122 - Curva de resfriamento, curva de resfriamento filtrada, primeira derivada e primeira derivada filtrada.

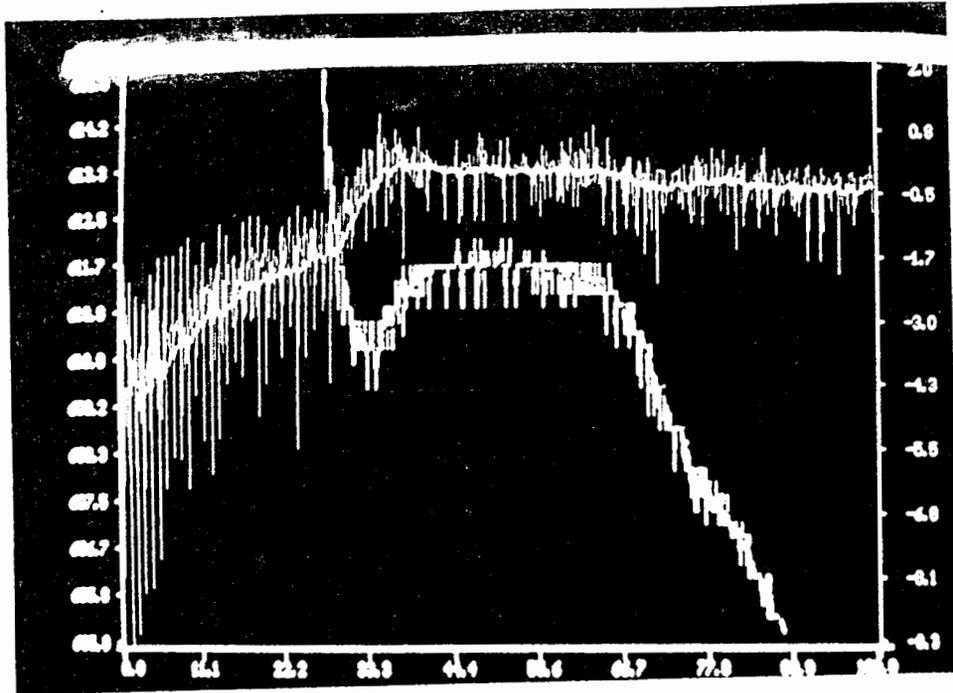


Fig. 123 - Detalhes das curvas anteriores na região do superesfriamento.

A fig. 124 mostra novamente o menu principal, agora indicando que a opção a ser escolhida é o cálculo de parâmetros associados à curva de resfriamento; a fig. 125 mostra a opção de calcular ou não estes parâmetros.

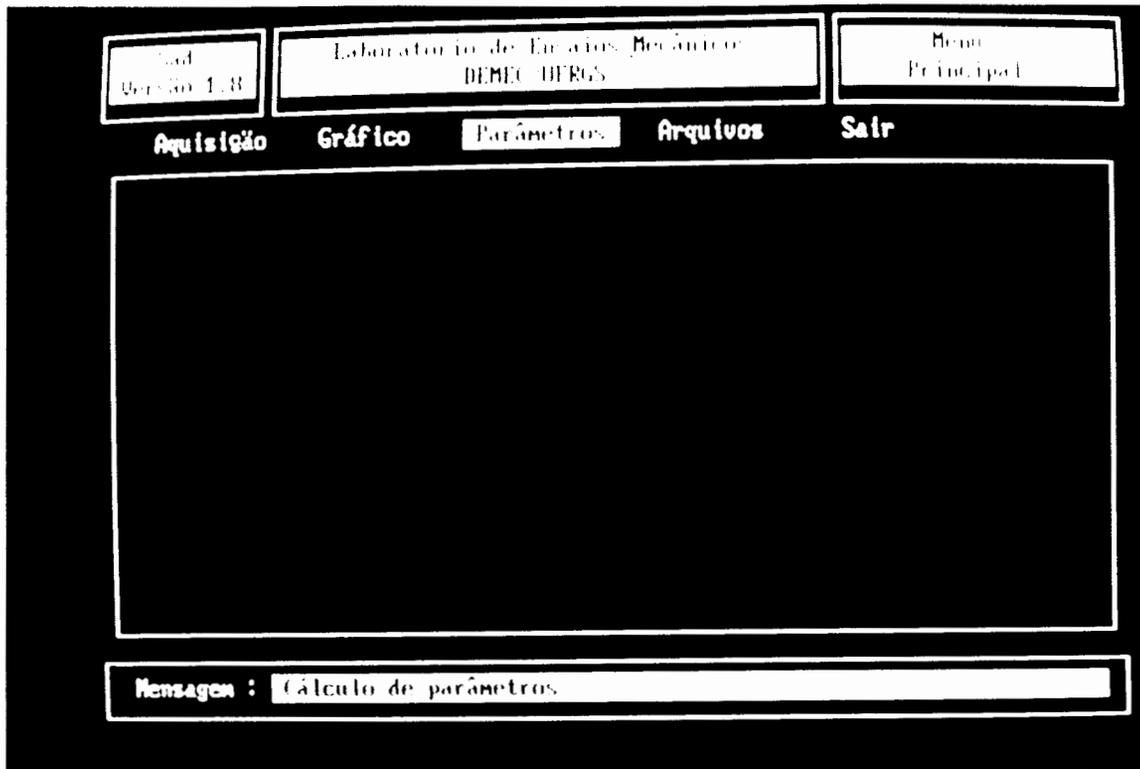


Fig. 124 - Escolha da opção "parâmetros".

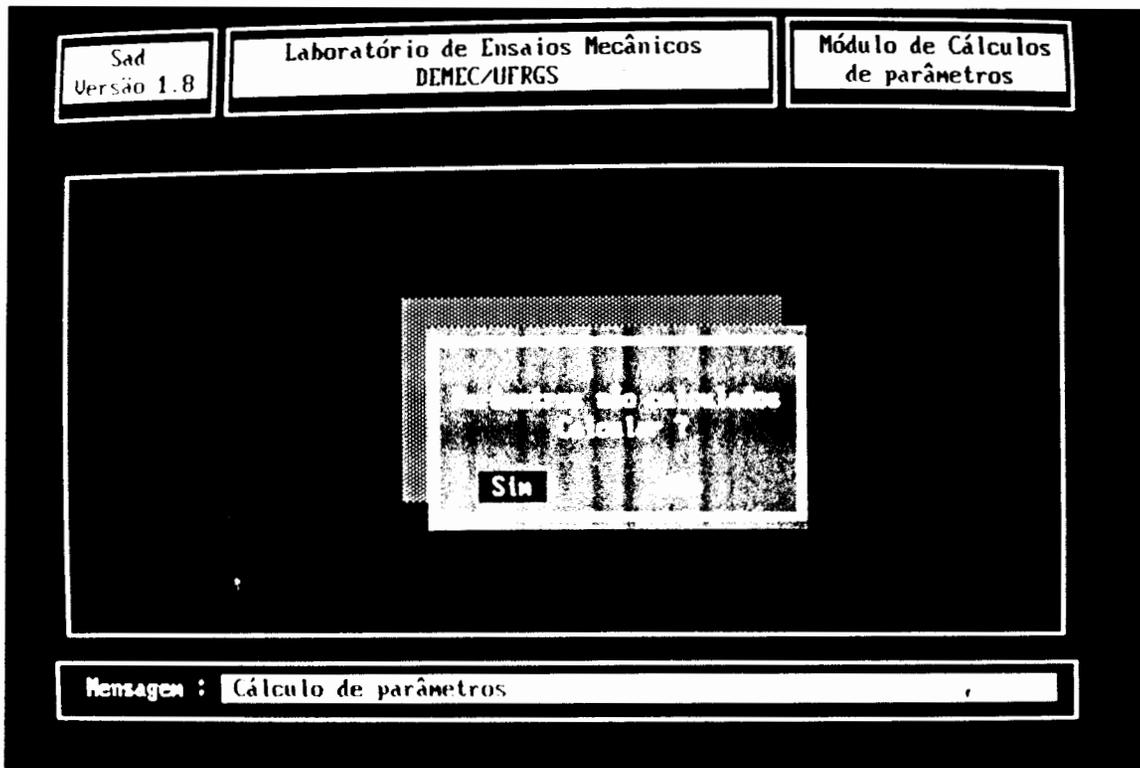


Fig. 125 - Opção do cálculo dos parâmetros.

A fig. 126 mostra os passos seguidos pelo software para cálculo dos parâmetros e a fig. 127 mostra os resultados definitivos. Um ruído pode ser confundido com o superesfriamento se este for pequeno; assim, uma série de procedimentos é seguida e por isso são necessários diversos passos até o resultado final.

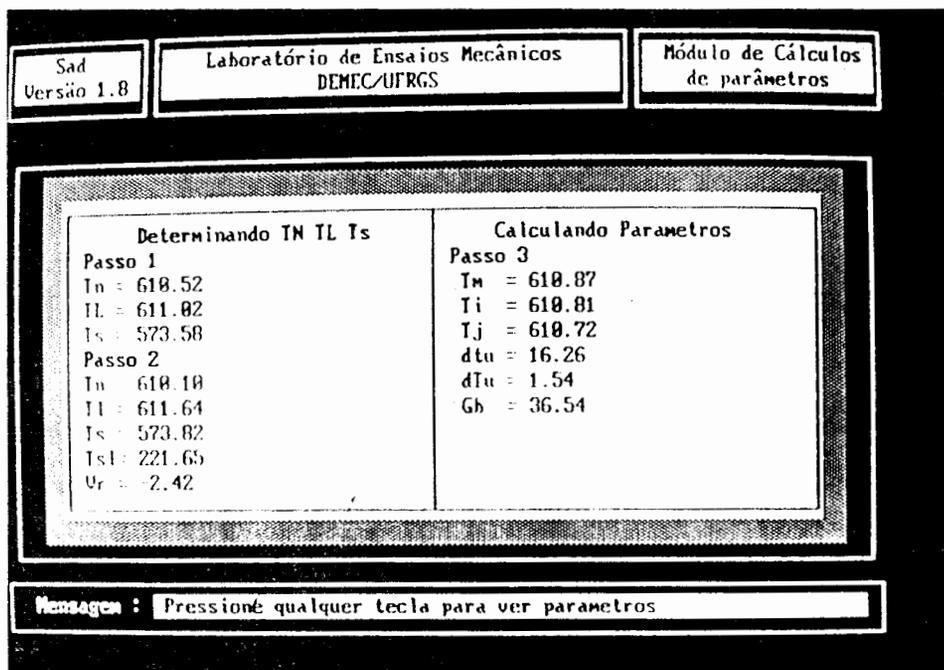


Fig. 126 - Passos intermediários no cálculo dos parâmetros.

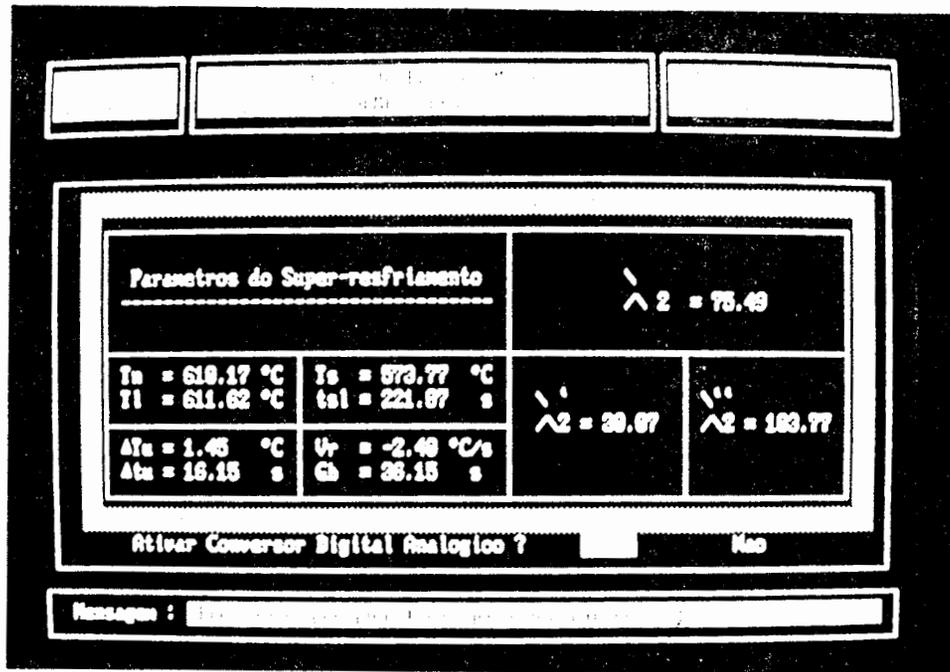


Fig. 127 - Resultado final dos parâmetros.

Finalmente, a fig. 128 mostra a opção do uso do conversor D/A, simulando um “controle on line”, onde a peça é aceita ou rejeitada a partir do cálculo de um parâmetro associado à curva de resfriamento; no caso, assumiu-se que se o superesfriamento for maior do que  $1,5 \text{ } ^\circ\text{C}$ , acenderá um dos leds ( verde ) do painel; caso o valor seja maior, acenderá o outro led (vermelho), como mostram as figs. 129 e 130. A fig. 131 mostra a opção de encerramento do programa.

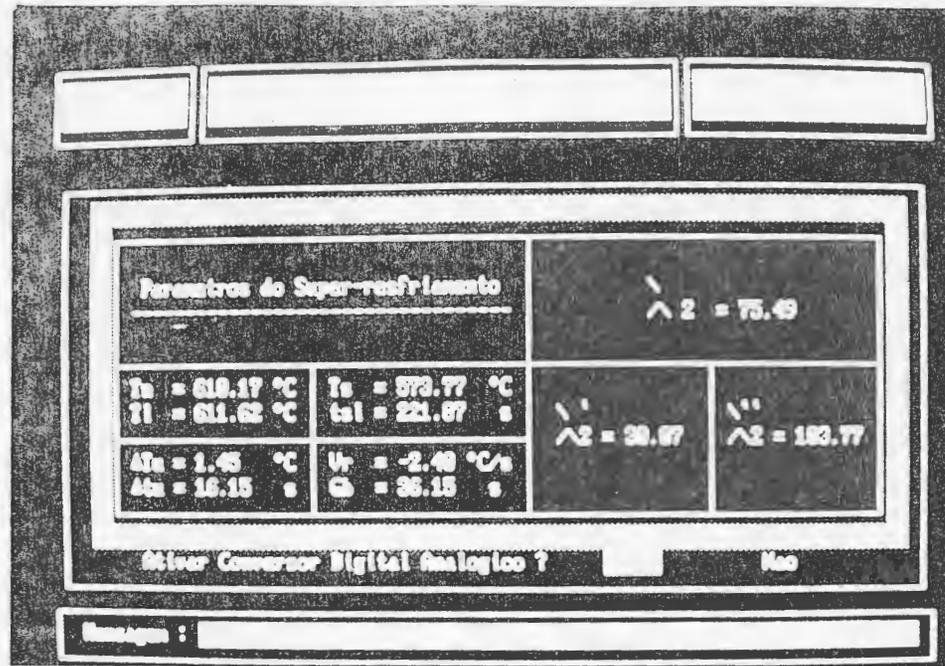


Fig. 128 - Opção de uso do conversor D/A.

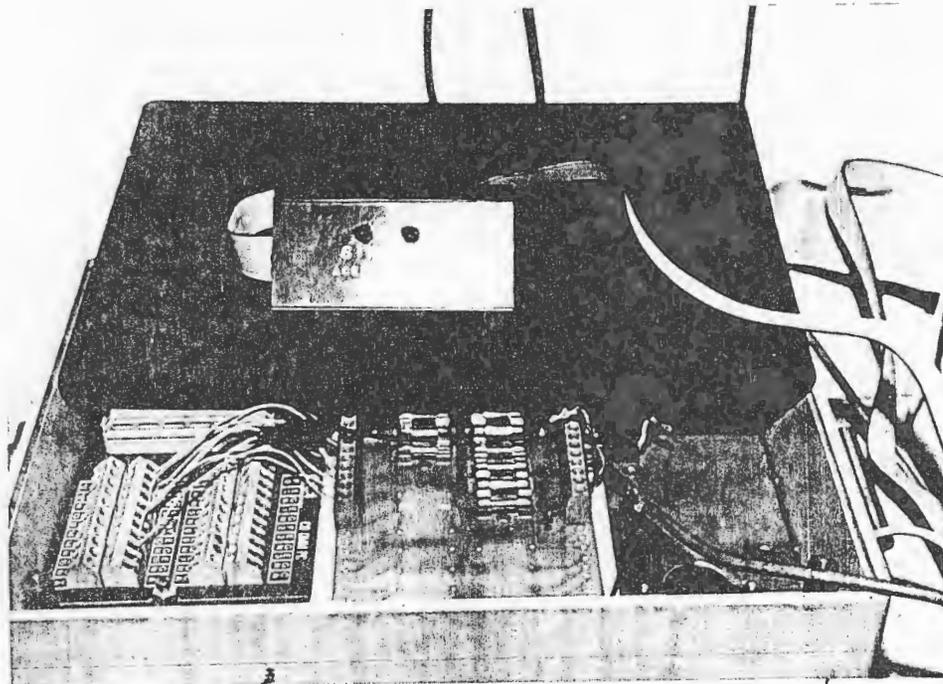


Fig. 129 - Indicação no painel de aceitação ou rejeição da peça.



Fig. 130 - Detalhe da figura anterior.

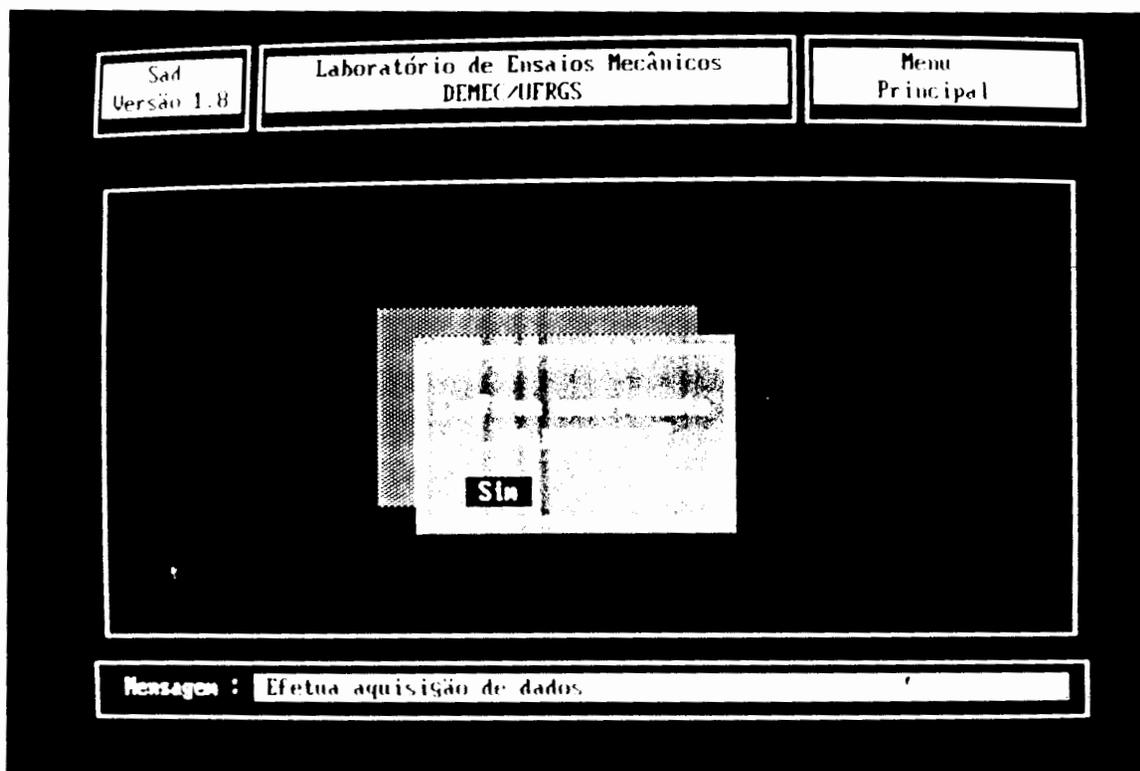


Fig. 131 - Opção de encerrar o programa.

## 6.4 -Aplicação do software desenvolvido à solidificação de ligas AlSi

A fig. 132 mostra a variação do superesfriamento  $\Delta T_u$  (definido na fig.36) com a taxa de resfriamento); pode-se notar que existe uma dispersão apreciável dos pontos experimentais, o que era esperado (e citado pela maioria dos autores); esta dispersão significativa pode ser comprovada no trabalho de Gunther e Jurgens<sup>19</sup> ( fig. 35 ). A fig. 133 mostra a variação da temperatura liquidus,  $T_L$ , e da temperatura solidus,  $T_s$ , versus a taxa de resfriamento. Todos os experimentos foram realizados com a temperatura de vazamento em torno de 750 °C. A fig. 134 mostra a diferença entre as temperaturas liquidus e solidus,  $T_L - T_s$ , versus a taxa de resfriamento.

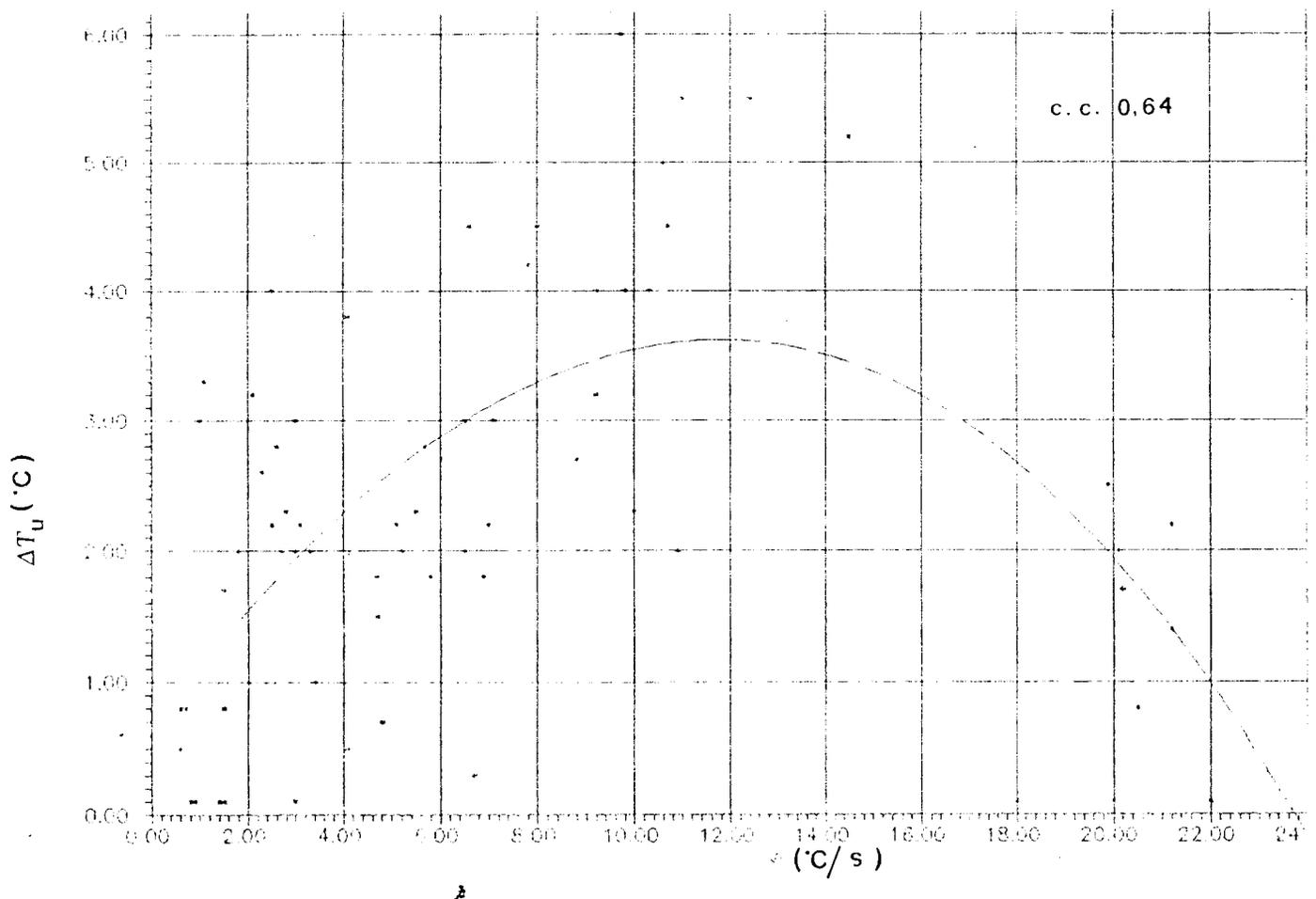


Fig. 132 - Superesfriamento versus taxa de resfriamento, liga Al7Si.

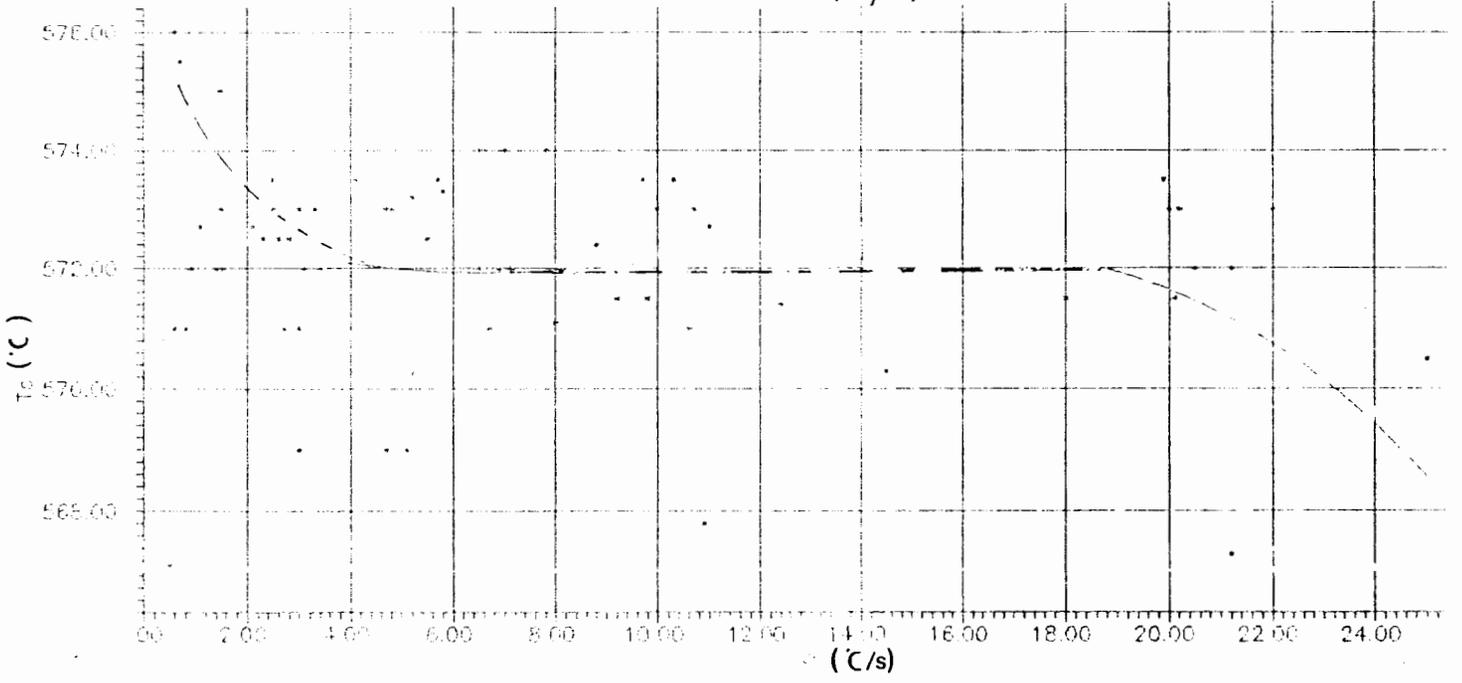
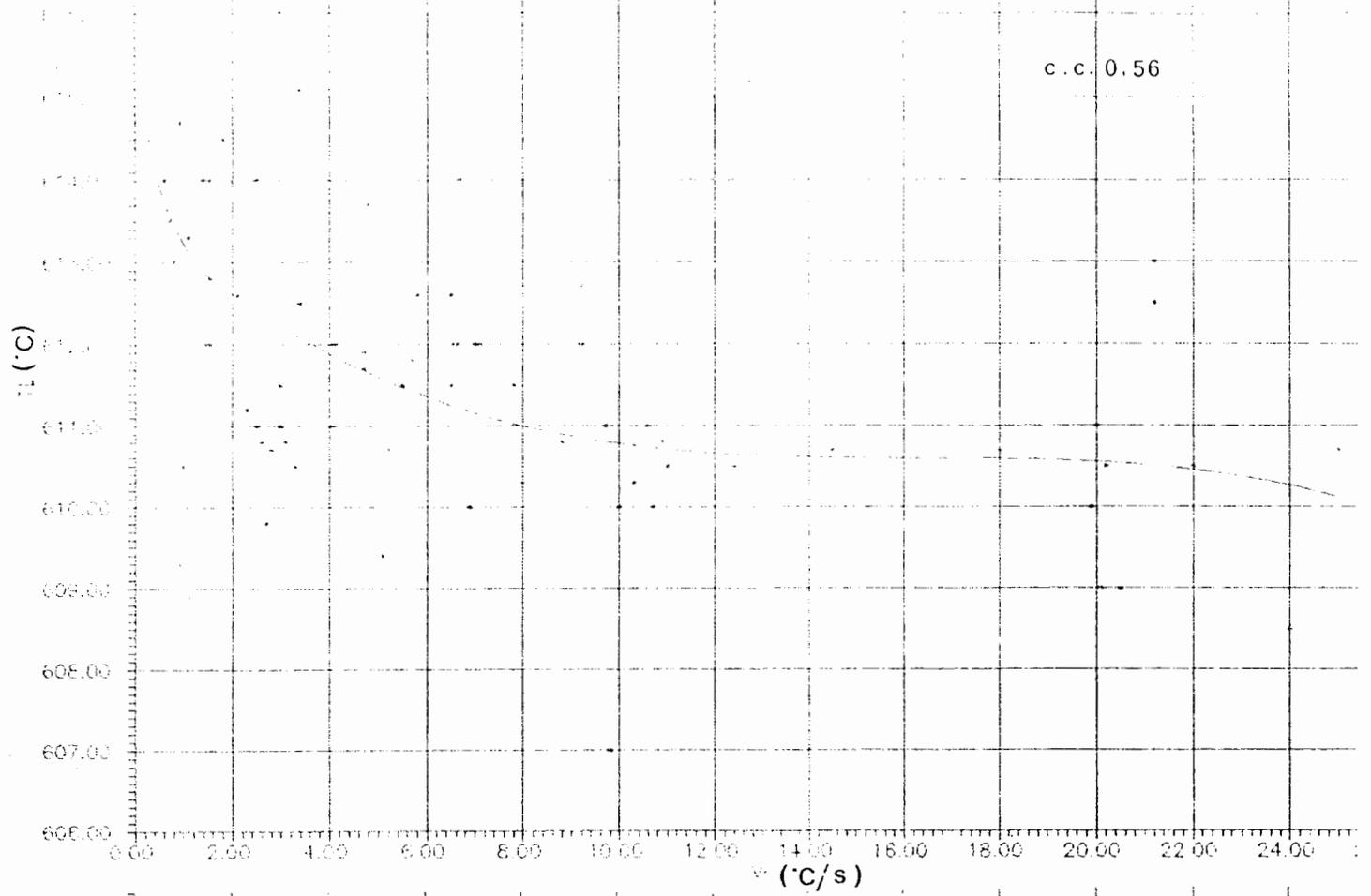


Fig. 133 - Temperatura liquidus e temperatura solidus versus taxa de resfriamento, liga Al<sub>7</sub>Si.

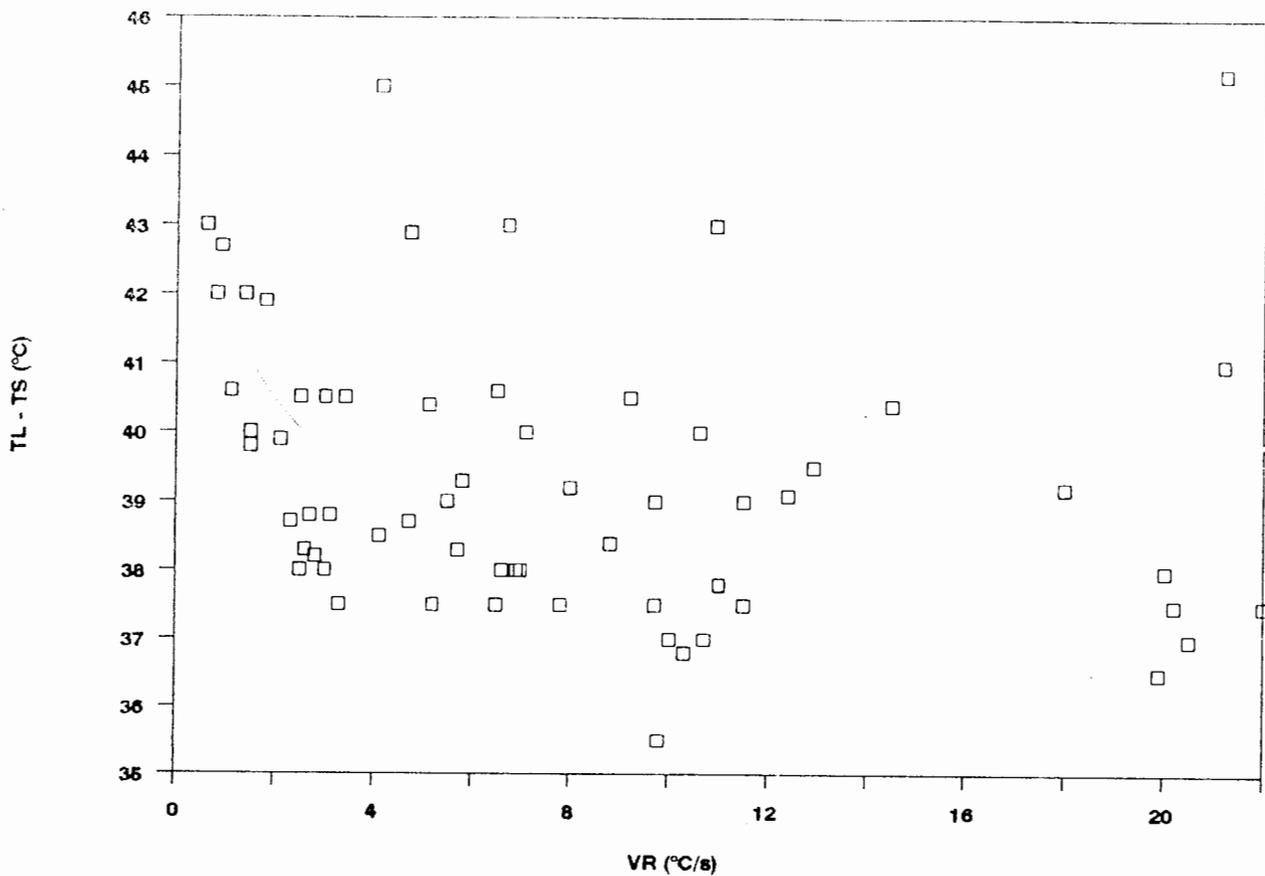


Fig. 134 - Diferença entre temperaturas liquidus e solidus,  $T_L - T_S$ , versus taxa de resfriamento, liga Al7Si.

A fig. 134a mostra o tempo de superesfriamento, o parâmetro  $G_b$  (parâmetro que resultou na melhor correlação com o tamanho de grão no trabalho de Gunther e Jurgens<sup>19</sup>) e o tempo local de solidificação,  $t_{SL}$  (que no presente trabalho resultou na melhor correlação com a taxa de resfriamento (e, consequentemente, com o tamanho de grão) versus a taxa de resfriamento, para liga Al7Si. A tabela 7 mostra um quadro geral dos parâmetros avaliados com os respectivos coeficientes de correlação.

| Parâmetro    | Coef. Correlação |
|--------------|------------------|
| $\Delta T_u$ | 0,64             |
| $\Delta t_u$ | 0,62             |
| $T_L$        | 0,56             |
| $G_b$        | 0,66             |
| $t_{SL}$     | 0,91             |

Tabela 7 - Alguns parâmetros ( os que produziram as melhores correlações ) associados à curva de resfriamento e respectivo coeficiente de correlação com a taxa de resfriamento, liga Al7Si.

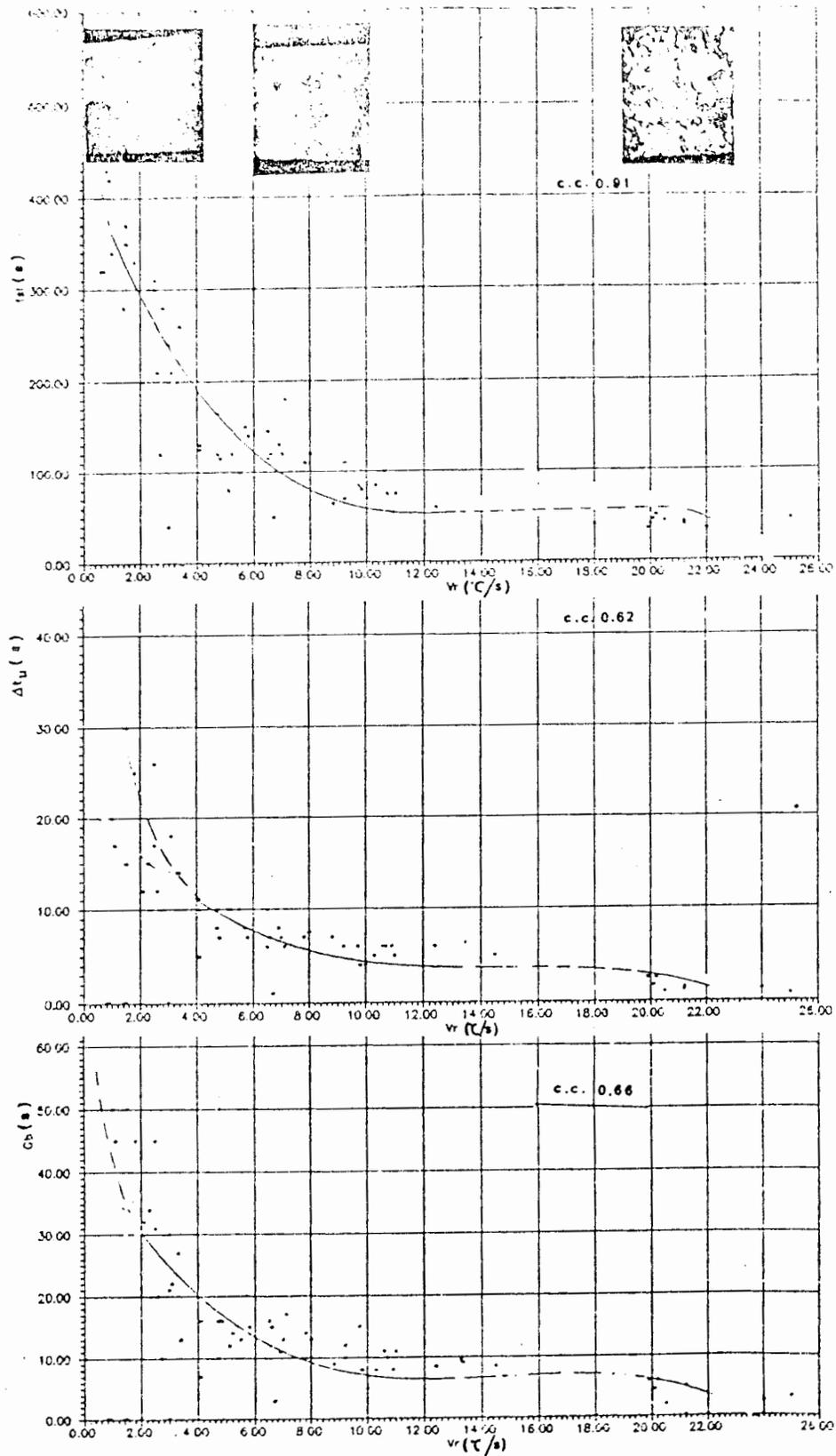


Fig. 134a - Tempo de superesfriamento, parâmetro  $G_b$  e parâmetro TSL (tempo local de solidificação) versus a taxa de solidificação, liga Al7Si.

## 6.5 - Macrografias, Micrografias e Ensaio Mecânico - liga Al7Si

A fig. 135 (a), (b), (c) e (d) mostra a macrografia de quatro corpos de prova solidificados com velocidade de resfriamento diferentes ( $6,6\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ ,  $8,2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ ,  $19\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ ,  $21\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ , respectivamente), onde é possível visualizar a influência da taxa de resfriamento no tamanho de grão. Como era esperado, a uma maior taxa de resfriamento corresponde um tamanho de grão menor.

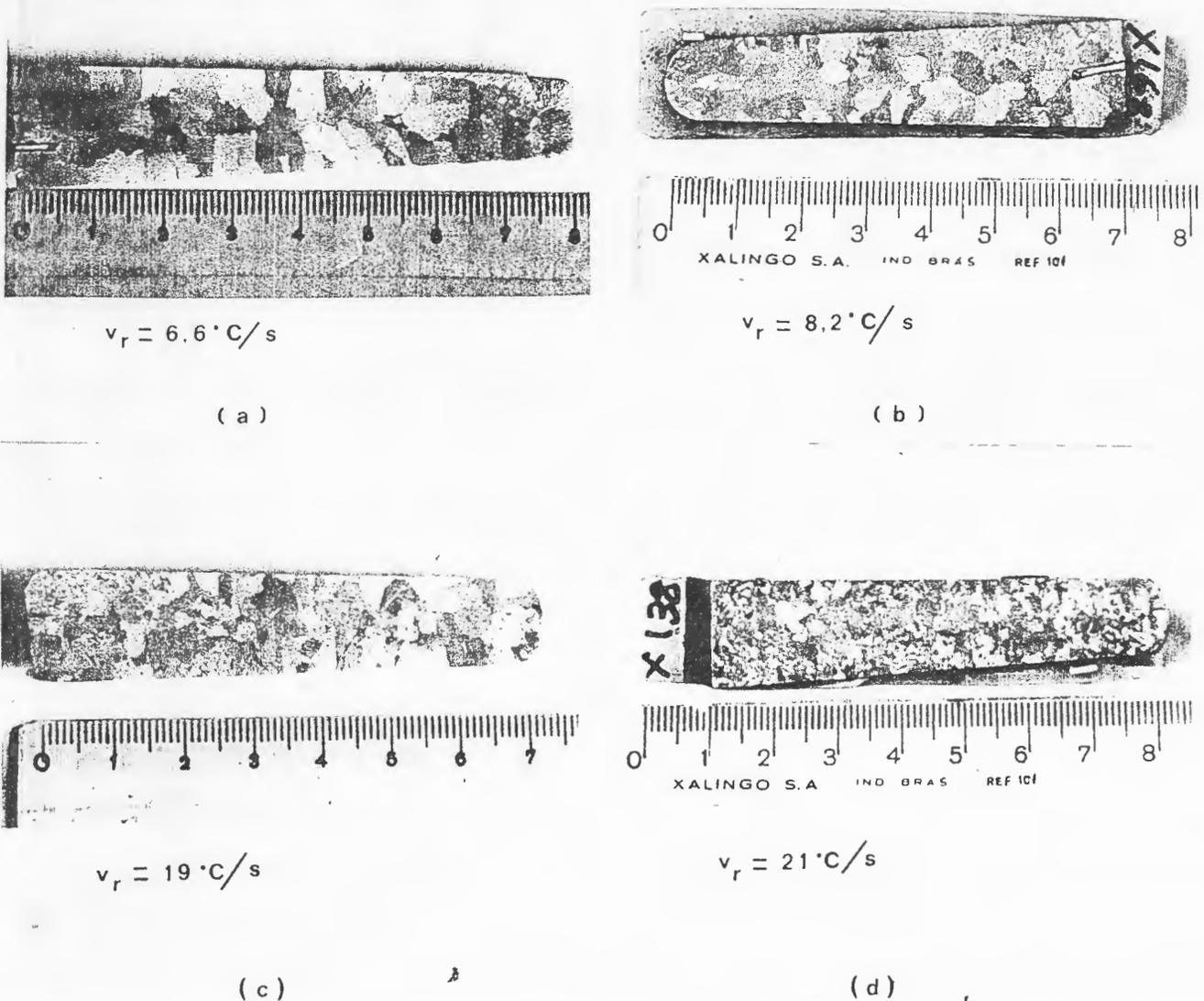
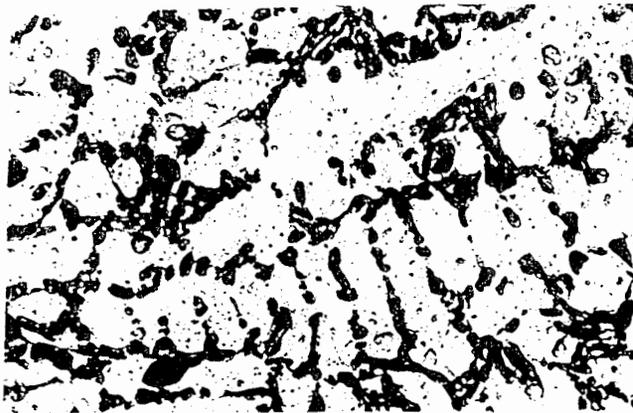


Fig. 135 - Macrografia de corpos de prova com taxas de resfriamento diferentes (Al7Si0,3Mg).

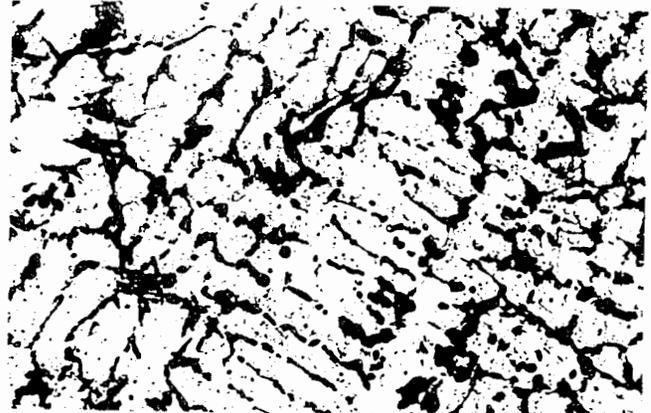
A fig. 136 mostra a micrografia ( x 100 ) de alguns corpos de prova com taxas de resfriamento diferentes ( 1 °C/s , 5,2 °C/s , 9 °C/s , 17 °C/s , respectivamente ) da mesma liga da figura anterior; a fig. 137 mostra a relação entre tamanho de grão e superesfriamento ( o tamanho de grão foi determinado pela regra de Heyn<sup>29</sup> - descrita no ítem 4.3 ) que pode ser diretamente comparada com o modelo de Charbonier<sup>20</sup> - fig. 39 ).

A fig. 138 mostra o resultado dos ensaios mecânicos - teste de tração ; como pode ser observado, no intervalo de 0 a 15 °C/s , com o aumento da taxa de resfriamento ocorre uma diminuição do grão e um conseqüente aumento da tensão de ruptura. A partir deste valor a tensão de ruptura parece estabilizar - seriam necessários testes com taxas maiores para uma conclusão mais geral.



$v_r = 1\text{ }^\circ\text{C/s}$

(a)



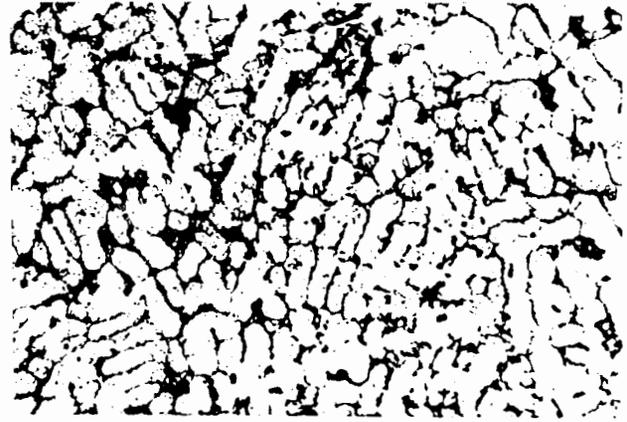
$v_r = 5.2\text{ }^\circ\text{C/s}$

(b)



$v_r = 9\text{ }^\circ\text{C/s}$

(c)



$v_r = 17\text{ }^\circ\text{C/s}$

(d)

Fig. 136 - Micrografia de corpos de prova com taxa de resfriamento diferentes (Al7Si0,3Mg).

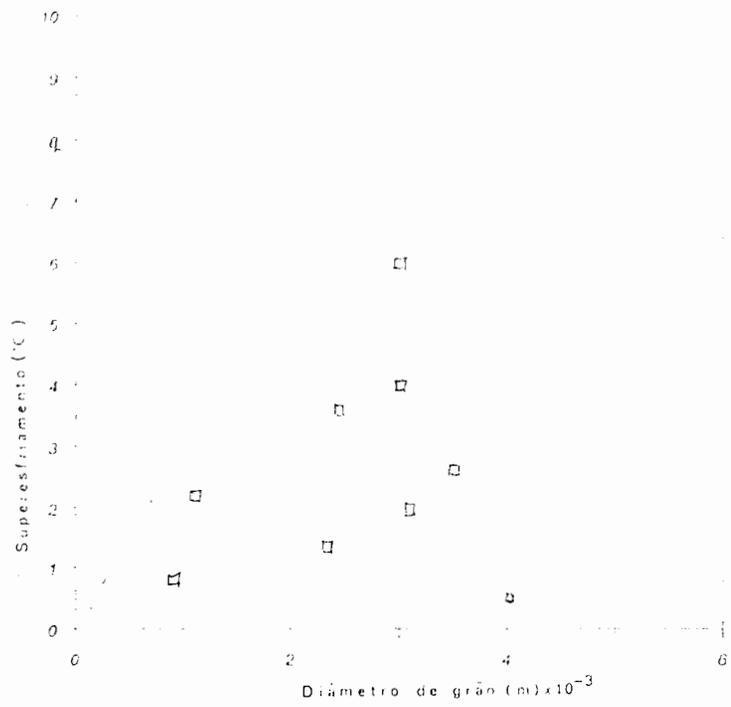


Fig. 137 - Superesfriamento versus diâmetro de grão.

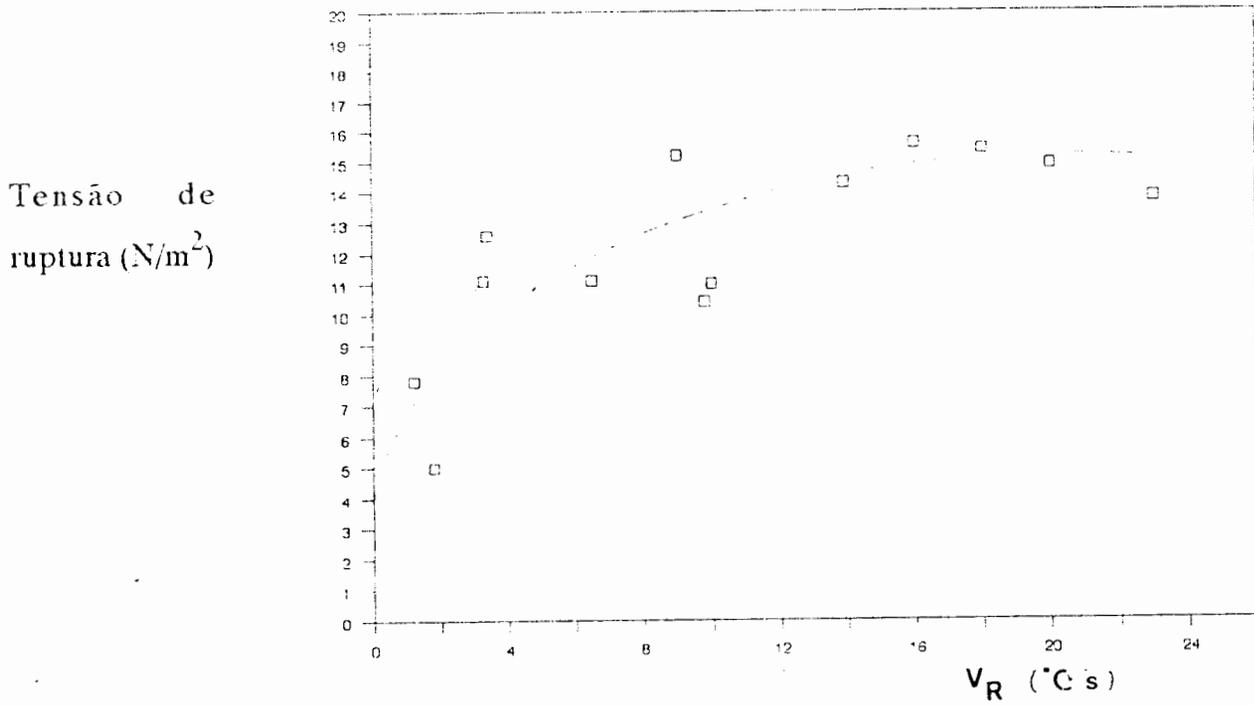


Fig. 138 - Relação entre a tensão de ruptura e a taxa de resfriamento.

## 6.6 - Parâmetros ligados àA fig. curva de resfriamento - liga Al 12,6Si

Os resultados que seguem foram obtidos a partir da fundição de liga *Al-Si* praticamente eutética ; no caso da liga em questão foram buscados apenas alguns resultados preliminares, para comparação com a liga *Al7Si*. A fig. 139 mostra o superesfriamento versus a taxa de resfriamento, a fig. 140 mostra a temperatura solidus (temperatura de equilíbrio - eutético ) versus a taxa de resfriamento, a fig. 141 mostra o tempo de superesfriamento versus a taxa de resfriamento e a fig. 142 mostra o parâmetro  $G_b$  versus a taxa de resfriamento.

Dentre os parâmetros avaliados,  $G_b$  resultou na melhor correlação ( o parâmetro tempo local de solidificação não foi avaliado - resultou na melhor correlação no caso da liga *Al7Si*). Apesar do superesfriamento ser maior no caso desta liga, e, portanto, poder ser medido com maior precisão, constata-se que a dispersão dos resultados ainda é significativa, como pode ser observado na fig. 139. Acredita-se que, entre outros aspectos, um dos fatores que contribui sensivelmente para que isso ocorra está associado ao fato de não se poder contar com atmosfera controlada .



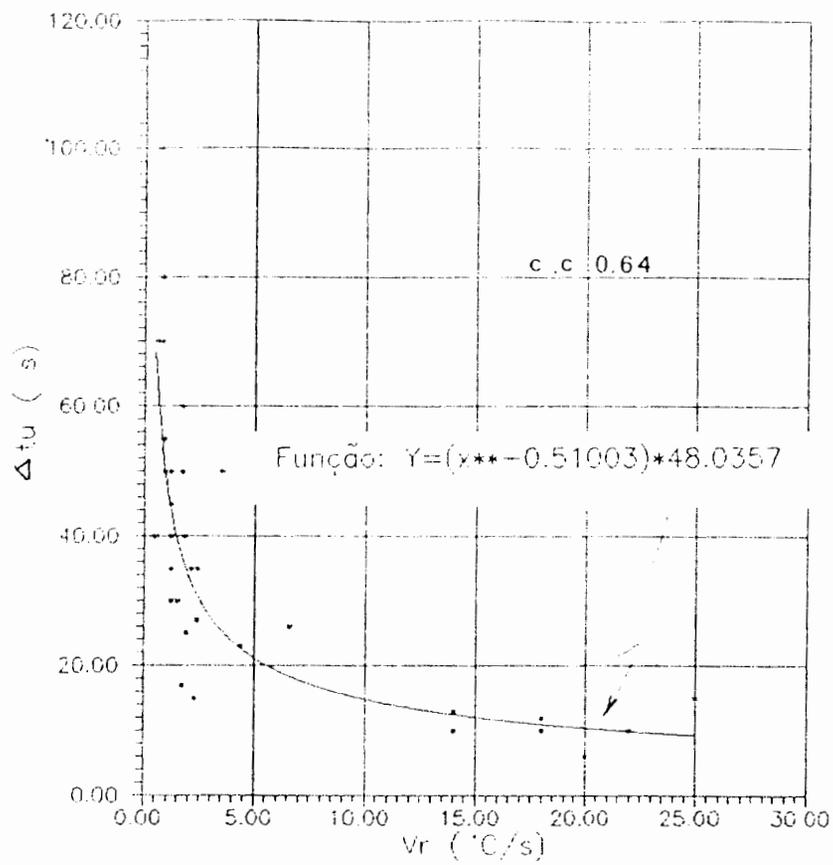


Fig. 141 - Tempo de superesfriamento versus taxa de resfriamento (liga Al 12,6 Si).

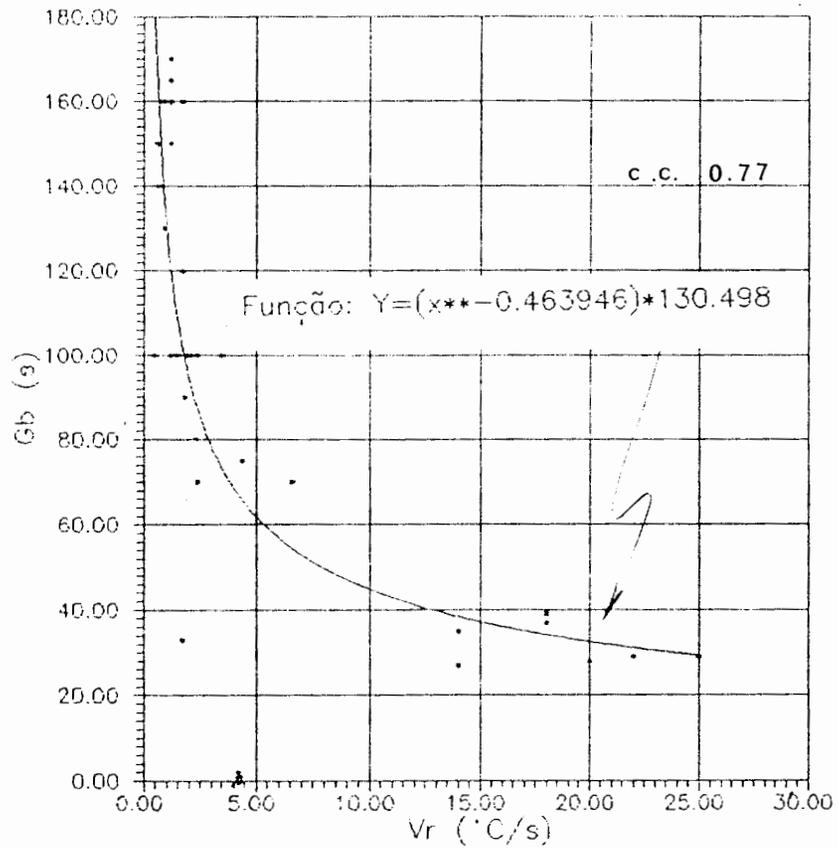


Fig. 142 - Parâmetro  $G_b$  versus taxa de resfriamento (liga Al 12,6Si).

## 6.7 - Protótipo de sistema de fundição à baixa pressão.

A fig. 143 mostra o protótipo do sistema sistema de fundição à baixa pressão desenvolvido; a fig. 144 mostra detalhes do sistema que recebe o cadinho com o metal aquecido (denominado “forno de espera” no ítem 5.2.2. A fig. 145 mostra detalhes da matriz, canal de condução do metal líquido ( pela ação do sistema de pressão - 2 atmosferas nos testes realizados ) e tampa do sistema.

Os testes realizados mostraram que o sistema de produção de fundidos à baixa pressão está funcionando perfeitamente : a fig. 146 mostra alguns dos corpos de prova obtidos com este equipamento ( foram usadas cerca de 700 g de liga Al7Si em cada ensaio ).

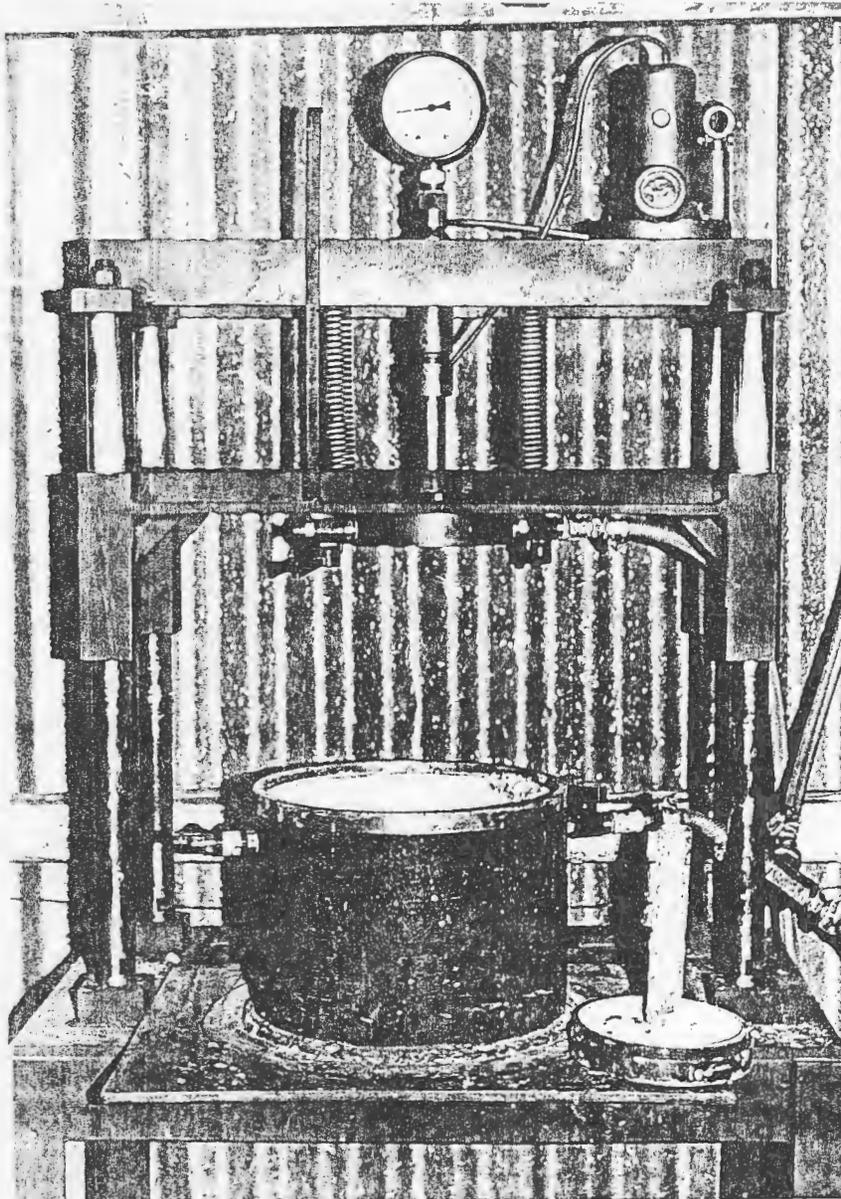


Fig. 143 - Protótipo do sistema de fundição à baixa pressão.

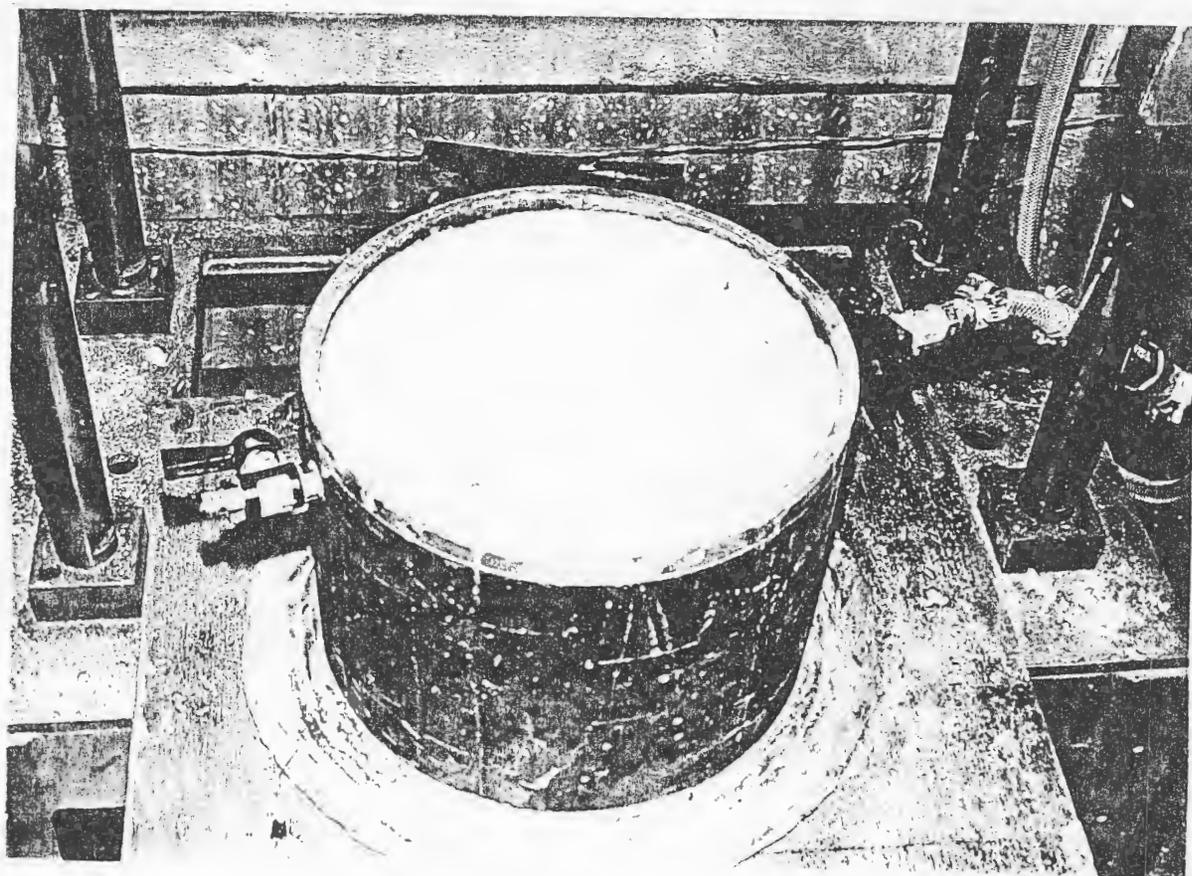


Fig. 144 - Detalhe do sistema que recebe o cadinho com o metal líquido - "forno de espera"

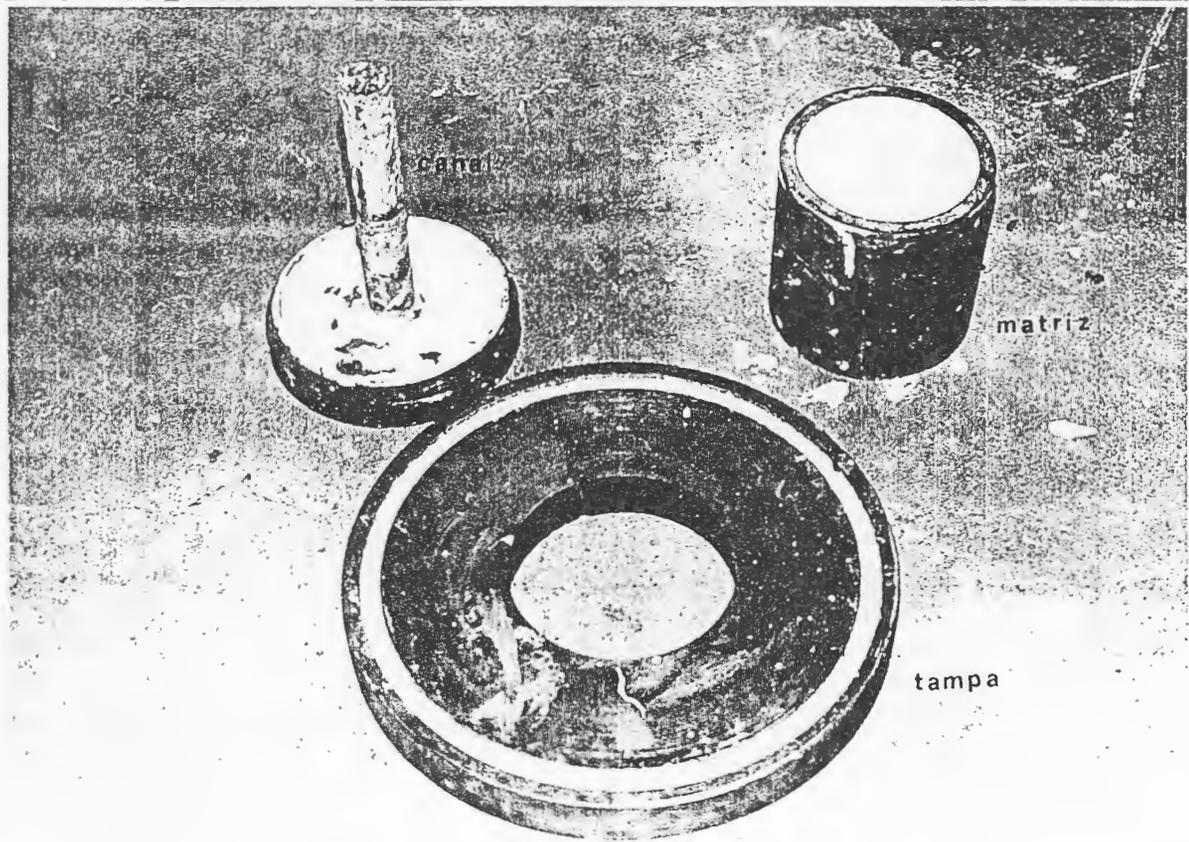


Fig. 145 - Detalhe da matriz (1), canal de condução (2) e tampa do sistema (3).

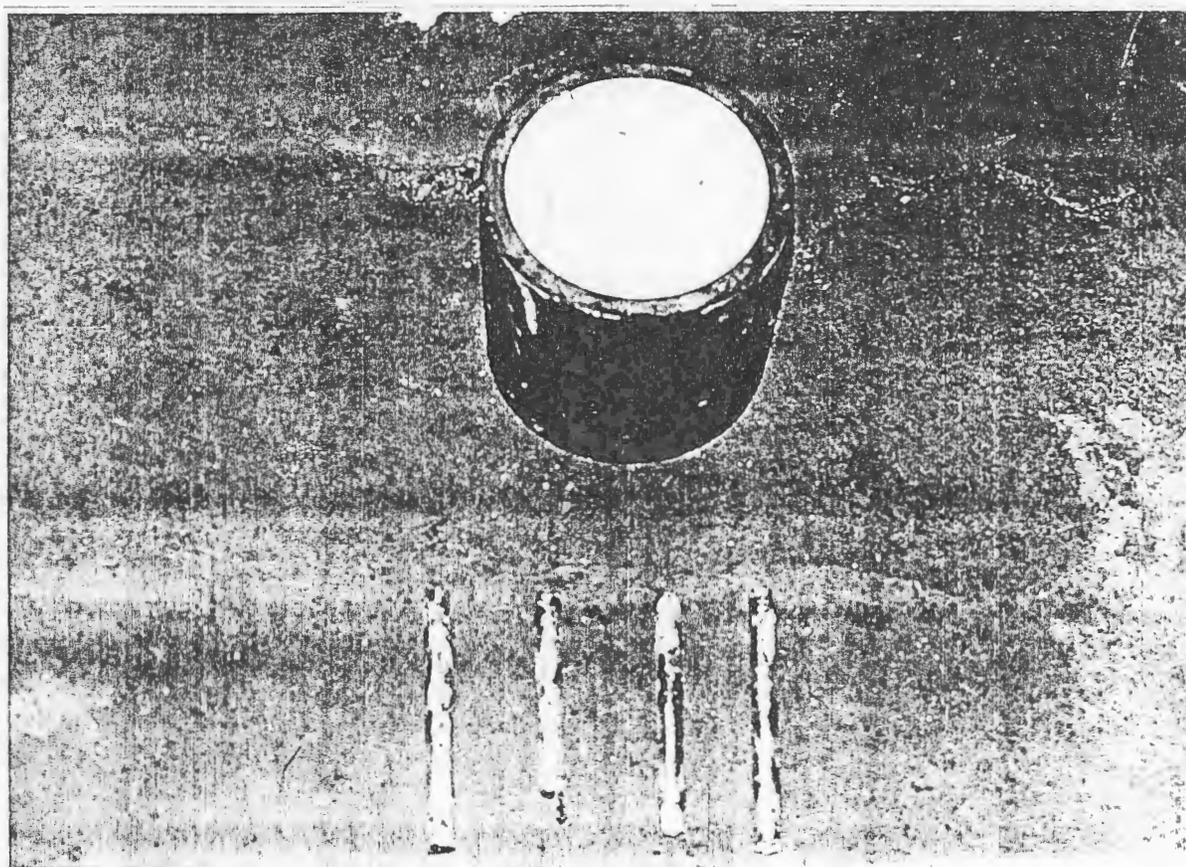


Fig. 146 - Matriz e primeiros corpos de prova obtidos com o sistema de fundição à baixa pressão.

## **6.8 - Testes realizados para avaliar a cinza como nucleante**

Apesar de haver sido empregado um dispositivo para agitar o metal líquido quando da introdução da cinza no banho, no momento em que esta agitação cessava, para movimentar o forno (nestes ensaios a amostra permanecia parada ) e iniciar o processo de solidificação, a cinza flotava, impedindo a sua distribuição em todo o volume do material líquido. Desta forma, não foi possível avaliar a cinza como nucleante, nas condições de trabalho empregadas (talvez seja possível em situações onde o resfriamento seja muito rápido e não exista tempo para que a cinza possa flotar ).

## Capítulo 7

### Conclusões

- a)- os objetivos traçados quando do início do presente trabalho foram amplamente superados;
- b)- foi projetado e construído um sistema para fundição à baixa pressão;
- c)- foi desenvolvido um sistema para aquisição e processamento de dados muito mais poderoso do que o inicialmente planejado;
- d)- comprovou-se que ocorre um aumento tensão de ruptura com o aumento da taxa de resfriamento, resultados estes de acordo com a literatura abundante disponível a respeito.
- e)- comprovou-se que o superesfriamento varia parabolicamente com a taxa de resfriamento, conforme bibliografia disponível, mas, comprovou-se, também que o superesfriamento não é o parâmetro que produz a melhor correlação com as propriedades mecânicas.
- f) - descobriu-se que o tempo local de solidificação, TSL, é o parâmetro que estabelece a melhor correlação com a taxa de resfriamento e conseqüentemente com as propriedades

mecânicas; este fato abre um precedente muito importante, pois, quase sem exceção o controle de qualidade (inclusive nos equipamentos comerciais )é feito através do valor do superesfriamento .

g) - não foi possível comparar os resultados para o espaçamento dendrítico secundário obtido via modelo matemático com resultados metalográficos, porque não foi possível determinar este parâmetro diretamente das metalografias, em função do tipo de estrutura obtido.

h) - é possível concluir que se dispõe hoje de uma ferramenta muito importante para o estudo e a incrementação do Controle de Qualidade de fundidos .

## Capítulo 8

### Sugestões de continuidade

Diversos caminhos podem dar continuidade ao presente trabalho: um deles diz respeito a continuar desenvolvendo o software existente, de modo a permitir um número maior de canais de medição por ensaio, além de permitir o cruzamento de dados de curvas diferentes, para o cálculo de parâmetros como o gradiente térmico, e a taxa de solidificação, por exemplo. Outra hipótese seria a possibilidade de não ser utilizado um microcomputador convencional, mas apenas de um sistema microprocessado, com teclado alfa-numérico, o que poderia ser de interesse direto da indústria.

Outra possibilidade seria estudar peças de interesse industrial ao invés de continuar realizando testes com cadinhos convencionais, e testar se o parâmetro “tempo local de solidificação” continuaria sendo o que estabelece a melhor correlação.

Para dar continuidade ao trabalho (envolvendo microcomputador ), entretanto, seria necessário evoluir para um sistema do tipo :

- microcomputador tipo IBM PC com microprocessador 386, winchester 80 Mb, clock de 33 MHz, co-processador 80387, vídeo colorido - placa VGA, com resolução gráfica de 1024 x

1024.

- no break
- plotter tamanho A1
- impressora laser
- mouse tipo "bus mouse"
- Sistema Operacional XENIX, acompanhado de compilador para linguagem "C"
- conversor A/D - D/A, sensibilidade  $2,5 \mu V$

O microcomputador usado atualmente é do tipo PC X-T com microprocessador 8088 da Intel; este processador tem um barramento de endereço de 20 bits e  $2^{20} = 1 \text{ Mb}$  de memória disponível. Outro problema está associado ao sistema operacional utilizado, o MS-DOS, que diminui ainda mais a memória disponível, pois este S.O. gerencia apenas 640 Kb de memória, sendo que ele próprio ocupa 30 Kb desta memória. Não é possível a expansão desta quantidade de memória, pois mesmo que haja meios de fazê-lo a nível de hardware, o DOS não gerencia uma quantidade de memória maior. A parte implementada do sistema SAD ocupa mais de 300 Kb de memória e utiliza-se de 125 kb para alocação de memória para armazenamento e processamento de pontos de um ensaio.

A falta de memória disponível afeta diretamente o número de pontos a serem coletados por ensaio, pois deseja-se aumentar para 10.000 o número de pontos para cada uma das 16 entradas do conversor A/D, e, para tal, seria necessária uma quantidade de memória muito maior do que o atual S.O. pode gerenciar.

O armazenamento de pontos experimentais é realizado da seguinte maneira : cria-se dinamicamente ponteiros para manipular um vetor um vetor de  $10.000 \times 16$  para armazenar cada um dos pontos de cada uma das entradas. Levando-se em conta que cada um dos pontos ocupa 4 bytes, e que, para cada entrada serão alocados 4 vetores ( pontos lidos, pontos filtrados, curva derivada e derivada filtrada ), temos :

$$\frac{4 \times 10.000 \times 16 \times 4}{1.024} = 2.500 \text{ kbytes}$$

O sistema operacional MD -DOS não gerencia esta memória e mesmo que o fizesse, o microcomputador PC X-T utilizado atualmente não permite uma expansão tão grande de memória. Assim, o hardware que estamos pretendendo baseia-se no S.O XENIX, que proporciona um ótimo gerenciamento da memória. É importante também salientar que o hardware deve ser suficientemente rápido e dispor de co-processador aritmético. Exemplificando, para gerar um gráfico terão que ser calculadas as curvas filtrada, primeira derivada e derivada filtrada de 160.000 pontos e que, para o cálculo dos parâmetros associados ao superesfriamento as listas precisam ser percorridas três vezes.

Um vídeo colorido com placa VGA também seria de grande importância, pois apresenta 256 tonalidades de cores e não 16 como o vídeo EGA utilizado atualmente, para diferenciação dos dados de cada entrada no gráfico, além de sua velocidade também ser superior.

## BIBLIOGRAFIA

1. MACKENZIE, R.C. *Differential Thermal Analysis*, vol. 1 e 2, Ed. Academic Press, London, 1970.
2. MARINCEK, B. ; SIGRIST, P. *Ansprechgeschwindigkeit der thermoelemente in metallschmelzen*, Z. Metallkde., 1979, Bd70, p.97.
3. KRACEK, J. *Aplyed Phys.* 1929, conforme ref. [1].
4. ABM, *Metalurgia dos Ferros Fundidos Cinzentos e Nodulares*, Publicação 1100, SP, 1977.
5. KURFMAN, V.B. *Light Alloy Grain Size Control and Supercooling Measurements*, Proc. of the 65th An. Meet., may 8-12, 1961, AFS, p.235.
6. SCHWARZ, *Arch. Eisenhuttenv.*, 5 (1931), 139, conforme ref. [157].
7. WLODAWER, R. *Scweiz. Arch. angew. Wiss. Techn.*, 37 (1971), 72/85.
8. SWEDISH INST. OF METALS, *A Guide to the Solidification of Metals*, 1977, Suécia.
9. PILLAI, R.M.; PANCHANATHAN, V. *Critical Temperature for Evaluation of Thermal Parameters* , AFS Trans., 78-14, p.221, 1978.
10. LAMPIC , M. e ORTHS, K., *Giess.-Forsch.*, 30 (1978), p.129, conforme citado em [ 2 ].
11. ABLEIDINGER, K. *Description of an Automatic Apparatus for the Metallurgical Control of Melting GCI, SGI and CS* (catálogo descritivo do equipamento ), Switzerland.
12. EKPOOM, U. *Thermal Analysis of Malleable Base White Iron for Quality Control*, PhD Thesis, 1980, Univ. of Wisconsin-maddison, USA.
13. HONER, K.E. *Die Thermische Analyse Als Kontrollverfahren fur die...*, Giesserei Forsc., 1982, p.1, Jahrgang6. Tuttle, L. *The emerging Role of Thermal Anal. in Al Foundry Process Control* , Light Metal Age, Dec., 1983.
14. ARGYROPOULOS, S.; VALIVETI, R.S., CLOSSET,R.; *A Facility for Local and Remote Acquisition and Data Process Control in Metallurgy*, J. of Metals, oct. 1983, p.30.
15. TUTTLE, L. *Principles of Thermal Analysis for Molten Metal Process Control*, Proc. of the Confer. on Ther. Anal. of Molten Al, Amer. Foundr. Soc., Dec. 1984, p. 1

16. LEVY S.A.; KIRBY, J.L. *The Use of Undercooling Measurements to Evaluate Grain Size os Wrought Al Alloys*, AIME An. Meet., 113, 1984, p.113.
17. CLOSSET, B.; PIRIE, K.; GRUZLESKI, J.E. *Comparision of Thermal Analysis and Eletrical Resistivity in Microestructure Evaluation of Al-Si Foundry Alloys*,
18. VORREN, O.; EVENSEN, J.E.; PEDERSEN, T.B. *Microstructure and Mechanical properties of Al-Si(Mg) Casting Alloys*, AFS Tr., 1984, 84-168, p.459.
19. GUNTHER, B.; JURGENS, H. *Automatisierte Durchfuehrung der Termischen Analyse zur Ermittlung*, Giesserei, 71, 1984, n24, nov
20. CHARBONIER, J. *Microprocessor Assisted Thermal Analysis Testing of Al Alloys Structures*, AFS, 1984, p.92
21. LOUVO, A. *The Development of Melt Quality Control Systems Based on Derivative Thermal Analysis and the Microcomputer*, Proc. of the Confer. on Thermal Anal. of Molten Al, Dec. 1984, p.143
22. GARCIA, A. *Transf. de Calor e Solidificação no Proc. de Lingotamento Contínuo*, Tese de Livre Docência, Unicamp, 1981
23. LAXMANAN, V. *Dendritic Solidification*, I, II e III, Acta Met., vol. 33, n6, 1985
24. BURDEN, M.H.; HUNT, J.D. *J. Cryst. Gr.* 22, 109, 1974, conforme citado em [23].
25. BOWER, T.F. et al, *Tr. Inst. Min. Eng.* 236, 624, 1966, conforme citado em [23]
26. KOTLER, G.R.; CASEY, K.W. e COLE, G.S. *Experimental Observations of Dendritic Growth*, Metall. Trans., vol.3, March 1972, p.723.
27. REED-HILL, R.E. *Princípios de Metalurgia Física*, Ed. Guanabara Dois, 2a Ed., 1982.
28. LEWIS, C. *The Use os Thermal Analysis to Determine Grain Size in A356 and its Relationship*, Int. Molt. Al Proc., Feb. 1986, Calif., USA.
29. JEFFERIES e HEYN, conforme citado em [26].
30. SPEAR, R.E.; GARDNER, G.R. *Dendrite Cell Size*, AFS, vol.43-44, 1963, p.208
31. CROSLEY, P.B.; MONDOLFO, L.F. *The Modification of Al-Si Alloys*, Modern Castings,

March, 66-13, p.89, 1966.

32. MORICE, J.; PORTALIER, R. *History of Thermal Analysis and its Application to Alloy Castings*,

33. MARINCEK, B.; SIGRIST, P. *Ansprechgeschwindigkeit der thermoelemente in metallschmelzen*, Z. Metallkde., 1979, Bd70, p.97.

34. YEN, C.M.; EVANS, W.J.; NOWICK, R.M.; COLE, G.S.; *Measuring the Quality of Al Casting Alloys with Microprocessors - Aided Thermal Analysis*, AFS Tr., 85-26, p.199, 1985.

35. FLEMINGS, M. *Solidification Processing*, Ed. McGraw-Hill, 1974.

36. GRANT, E.L.; LEAVENWORTH, R.S. *Statistical Quality Control*, 6<sup>a</sup> Ed., McGraw-Hill, 1988.

37. APELIAN, D.; CHENG, J.J.A. *Al-Si Processing Variables: Effect on Grain Refinement and Eutectic Modification*, AFS Tr., 1986, 86-147.

38. APELIAN, D.; SIGWORTH, G.K.; WHALER, K.R.; *Assesment of Grain Refinement and Modification of Al-Si Foundry Alloys by Thermal Analysis*, AFS tr., 1981, 297.

39. APELIAN, D.; CHENG, J.J.A. *Effect of Processing Variables on the Grain Refinement and Eutectic Modification of Al-Si Foundry Alloys*, Inst. Molt. Al Proc. Conference, Calif., USA, feb. 1986.

40. ARSENTEV, P.P.; POLYKOVA, K.I.; ANIKIN, Y.A. *Differential Thermal Analysis of Molten Al and its Alloys*, Soviet Non-Ferrous Met. Res., v13, n4, 1985.

41. ADKLIN, T.E. *Problem Solving Through the Use of Thermal Analysis*, Int. Molt. Al Proc., Feb. 1986, Calif. USA, p.165.

42. ARNAUD, D. *Thermal Analysis of Copper Alloys*, Moderns Castings, v.58, 1970.

43. ARGYROPOULOS, S.; CLOSSET, B.; GRUZLESKI, J.E. *Aplication of Microprocessors in Metal Casting Studies*, AFS, 1983, 83-25, jun.

44. BURR, A.A.; DEAN, K.J.; TREBILCOCK, R.J. *Measurement in Appied Physics*, Ed. Chapman and Hall, 1968.

45. BENDAT, J.J.; PIERSOL, A.G. *Ramdom Data: Analysis and Measurement procedures*, J.

Wiley & Sons, 1971.

46. CHEN, I.G.; STEFANESCU, D.M.; *Computed Aided Differential Thermal Analysis of Spheroidal and Compacted Graphite Cast Irons*, AFS, 1984, 84-30.
47. CORDOVILLA, C.G.; LOUIS, E.; *Interpretations of DTA curves for Microstructure Characterization of a Comercial Al-Zn-Mg alloy*, J. Th. Anal., 24, 1982, p.215.
48. COPPOLANI, J.; MARGERIE, J.C.; *L'Analyse Thermique des Fontes Come Controle D'Atelier*, Fonderie 243, mai 1966, p.159.
49. DOEBELIN, E.O. *Measurement Systems*, McGraw-Hill, 1983.
50. EKPOOM, U.; HEINE, R.W.; *Thermal Analysis by Differential Heat Analysis of Cast Iron*, AFS, 81-15, 1981, p.27.
51. EKPOOM, U.; HEINE, R.W. *Austenite Transportation Temperature Range in Cast Irons*, AFS, 1978, 78-149, p.281.
52. EKPOOM, U.; HEINE, R.W. *Metallurgical processing Variables Affecting the Solidification of Malleable Base White Iron*, AFS, 1981, v. 89.
53. EEGHEM, J.V.; DEVOS, G. *L'Aplication de L'Amnalysse Thermique en Fonderie de Fonte Progress et Developments Recents*, La Fonderie, 1976, p.13.
54. FREDERIKSON, H.; ROGBERG, B. *Thermal Analysis for Interpretation of Solidification Cycle*, Met. Science, dec. 1979.
55. HOLMAN, J.P. *Metodos Experimentales para Ingenieros*, McGraw-Hill, 1977.
56. HONER, K.E. *Thermal Analysis Monitors Al Modification of Grain Refinement*, Foundry M&T, Oct. 1982.
57. HEINE, R. *Liquidus and Eutectic Temperatures and Solidification of White Cast Iron*, AFS, 77-28, 1977, p.537.
58. HECHT, M. *Analyse Thermique Derivee et Copontrolre des Fontes a Graphite Spheroidal*, Fonderie 279, 1978, p.281.
59. HEINE, R.W.; Loper, C.R. *Characterization and Interpretation of Ductile Iron Curves*, AFS, 1971.

60. HEINE, R.W. *Carbon, Silicon, CE, Solidification and Thermal Analysis Relationships in Gray and Ductile Cast Irons*, AFS, 73-82, 1973.
61. HEINE, R.W. *Some Metallurgical Factors in the Prevention of Checks and other Defects on White Iron Castings*, Tr. of the Amer. Foundrymen Soc., v.76, 1968.
62. HORNBECK, R.W. *Numerical Methods*, Quantum Publishers, 1975.
63. JUNIOR, A.P. *Amplificadores Operacionais e Filtros Ativos*, McGraw-Hill, 1988.
64. JACOB, S.; FONTAINE, D. *Brulure de L'A-US GT Au cours du Traitement Thermique*, Fonderie, 294, Oct. 1970, p.326.
65. KEARNEY, A. *Thermatest Thermal Analysis system for Quality Control of Molten Al.*, Proc. of the Conference on Therm. Anal. of Molten Al, Dec. 1984, p.169.
66. KELZER, E.A. *Rapid Carbon Analysis*, J. of Metals, 1967.
67. KIRKER, W.L. *From open Hearth Samples*, J. of Metals, 1967.
68. KREITH, F. *Princípio de Transmissão de Calor*, Ed. Edgar Blucher, 1977.
69. LAPLANCHE, H. *L'Analyse Thermique des Fontes : Moyen de Controle de Leur Composition Chimique*, La Metallur., v. 103.,n11, nov. 1971.
70. LANGIER-KUBNIAROVA, A. *Standardization in Thermal Analysis*, J. Th. Anal., 29, 1984, p.913.
71. LEVY, S.A. *Use of Undercooling Measurements to Evaluate Cast Grain Size*, Aime An. Meeting, 113, 1984.
72. MUNDO ELETRONICO, *Transdutores y Medidores Eletronicos*, Ed. Marcombo, 1983.
73. MIUDUSKI, A.L. *Elementos e Técnicas Modernas de Medição Analógica e Digital*, Ed. Guanabara Dois, 1982.
74. MENAWATI, L.; HEINE, W.; LOPER, C.R. *Relationship of Gray Iron Macro and Microstructure to Cooling Curves*, AFS, vol. 78, p.363, 1970.
75. MAHN, V.G.; MAHANTY, B.C. *Schnell Bestimmung des Sauerstoffes in Flussigen stahl mit hilfe der Thermischen Analyse*, Stahl und eisen 89, 1969, n23, nov.

76. MITCHELL, L.D. *Thermal Analysis of Ferrous Foundry*, Metals Australasia, Apr. 1977, p.69.
77. McLAUGHLIN, M.J.; ANDERSON, A.; McLEAN, M. *Casting Applications*, Inst. Molt. Al Proc. Confer., Calif., USA, feb., 1986.
78. MARTIN, W.T.; SPANIER, E.H. *International Series in Pure and Applied Mathematics* - McGraw-Hill, 1965.
79. NOLGTINK, B.E. *Instrument Technology - Mechanical Measurements, vol. 1 e 2*, Ed. Butterworths, 1985.
80. NETO, A.O. *O molde na alimentação de ferros fundidos nodulares*, Rev. Maq. e Metais, abr. 1988, p.50.
81. OHRBACH, K.H.; RADHOFF, G; KETTRUP, A. *Thermal Decomposition study on Ni (II) - and Co(II)*, J. Therm. Anal. 28, 1983.
82. OZISIK, M.N. *Basic Heat Transfer*, Ed. McGraw-Hill, 1977.
83. ORTEGA, J.M.; POOLE, W.G. *An Introduction to Numerical Methods for Differential Equations*, Pitman Publ. Co., 1981.
84. PREZLUSKY, J.; PLOCHARSKI, J.; BUJWAN, W. *Application of thin Film DTA to Amorphous Selenium Layers*, J. of Th. Anal., vol 21, 1981,p.235.
85. PONTONE, D. *Extension de L'Analyse Thermique a des Fontes Hypereutetiques ou alliees*, Fonderie, 258, Aout, 1967, p.311.
86. PORTALIER, R. *Thermal Analysis Experience in Some French Light Alloy Industries*, Inst. Molt. Al Proc. Conf., Calif. USA, feb. 1986.
87. RYNTZ, E.F.; JANOWAK, J.F. *Prediction of Nodular Iron Microstructure using Thermal Analysis*, AFS, 1971, 71-96.
88. RICHARD, M. *Solidification de L'A 57G Etudee par L'Analyse Thermique*, Fonderie 370, Aout, Sept., 1977, p.279.
89. RADOMSKY, M.; KABISCH, O.; LOFFELER, H. *On the Decomposition Behaviour of Al 4,5 at % Zn-2 to 3 at% Mg Alloys during continuous heating*, J. of Mat. Sc., 14, 1979.

90. RYSAVA, N.; TRINKA, J.; NOVAK, J.; SCHULTZA, D. *DTA Study on Lead Chloride*, J. of Th. Anal., 26, 1983.
91. STEFANESCU, D.M.; LOPER, C.R.; VOIGHT, R.C.; CHEN, I.G. *Cooling Curve Structure Analysis of Compacted Vermicular Graphite Cast Irons produced by Different Melt Treatments*, AFS Tr., 82-71, p.333, 1982.
92. STEEN, H.A.H.; HELLAWELL, A. *The growth of eutetic Si Contributions to Undercooling*, Acta Met., v.23,1975.
93. SIGWORTH, G.K. *Theoretical and Practical Aspects of the Modification of Al-Si Alloys*, AFS, 1983, p.7.
94. SHISKIN, Y.L. *Theory of Differential Thermal Analysis Taking Into Account Heat Exchanges Between the Specimen and Reference Cells*, J. Ther. Anal., 27, 1983.
95. SOISSON, H.E. *Instrumentação Industrial*, Ed. Hemus, 1986.
96. TIRPAK, J.D. *Specifications for Thermal Analysis of Molten Al*, Proc. of the Confer. on Thermal Anal. of Molten Al, Amer. Foundr. Soc., Dec. 1984, p.327.
97. VASS, C. *Investigation of Thermal Analysis for use in the Premium Quality Al Foundry*, Proc. on the Therm. Anal. of Molten Al, Dec. 1984, p. 223.
98. WHALER, K.R. *Thermal Analysis and The Al Foundry Practical Applications*, Proc. of the Confer. on Thermal Anal. of Molten Al, Dec. 1984, p.189.
99. WALKER, N.G. *Thermal Analysis in the Al Casting Industry*, Proc. of The Confer. on Therm. Anal. of Molten Al, Dec. 1984, p. 155.
100. TIMOFEEV, A.L. *Structural Method of Reducing the Dynamic Errors of Analog Digital Conversion*, Optoelectr., Instrum. and Data Proc., part2, 1984.
101. SHAMSUTDINOV, U.G.; TSIBUSKAYA, E.V. *Method of Processing the experimental Data on the Filtration Process*, Chem. And Petr. Eng., 1985.
102. DENNING, D.E. *An Intrusion-Detection Model*, IEEE Tr., vol SE-13, feb., 1987.
103. OHNO, A. *Solidificação dos Metais*, LCTE, 1988.
104. SOONG, T.T. *Modelos Probabilísticos em Engenharia e Ciências*, LCTE, 1986.

105. WU, Y., et al, *Dendritic Growth of Undercooled Ni-Tin - Part I*, Metall. Tr., vol. 18A, May 1987, p.915.
106. ROHATGI, et al *Cast Metals Ceramic Part. Comp.*, Inst. Met. Rev., 1986, v31, p3.
107. HRIBOVSEK, B.J.; MARINCEK, B. *Bestmung der Gesamten...*, Z. Metallk., 1974, Bd65, p242.
108. MELLOR B.G.; CJADWICK, G.A. *Structure and Mechanical Prop. of Unidiret. Solidified Low Alloy Steels*, Mat. Sc., nov. 1988, v4, p991.
109. KANEKTAR, C.S. et al *Latent Heat Method of micro-Modelling of Eutectic Solidification*, Tr. ISII, vol. 28, 1988, p.860.
110. HARMS, J.G. *Developing of a Thermal Analysis Technique Determining Grain Refinement in Al Alloys*, M.Sc. Thesis, Univ. of Wisconsin-maddison, EUA, 1975.
111. ISA - *Measurement Uncertainty Handbook*, EUA, 1980.
112. VERHOVEN, J.D. *Fundamentals of Physical Metallurgy*, Ed. J. Willey, 1975.
113. MOHAMED, J.L.; Walsh, J. *Numerical Algorithms*, Osford Sc. Publ., 1986.
114. PUCKET, J.D. *Practical Applications for Thermnal Analysis in Die Casting Al*, Proc. of the Confer. on Therm. Anal. of Molten Al, Dec. 1984, p.207.
115. ASKAR, H.G.; ABDUL-LATIF, W. *On The Front Tracking Scheme for Phase-Change Problems*, Comun. in Ap. Numer. Meth., vol.5, 507-513, 1989.
116. ASTM - *Solidification* - divs. autores, Ed. ASTM. EUA, 1969.
117. ABNT - NBR754, *Ensaio de Tração dos Produtos Dúteis e Fundidos*, Al, Mg e suas Ligas, out., 1982.
118. ASTM - *Normas E112, E883-84, E562, E407*, 1984.
119. ARNAUD, D. *Thermal Analysis of Copper Alloys*, Modern Castings, v.58, 1970.
120. BROOMFIELD, G.H. *Signals from Temperature Measuring Thermocouples*, The Met. and Mater. Technol., May 1979, p.281.

135. FAINSTEIN, D.; BILONI, H. *Quinto Curso PanAmericano de Metalurgia*, CNEA, B.Aires, 1969.
136. FREDERIKSSON, H.; ROGBERG, B. *Thermal Analysis for Interpretation of Solidification Cycle*, Met. Sc., Dec. 1979, p.685.
137. FORTINA, G. *Analisi Termica e Caratterizzazione Strutturale Nelle Leghe di Al*, *Aluminio* v. 45, 1976.
138. HUNT, J.D.; McCARTNEY *Numerical Finite Difference Model for Steady State Cellular Array Growth*, *Acta Met.* 35, n1, 1987, p.89.
139. HUTCHINGS, H. *Interfacing and Signal Processing in C*, *Electronics and Wireless World*, p.948.
140. IERARDI, MC.F. *Modelagem Matemática e Simulação do Processo de Lingotamento Contínuo de Aços*, Tese de doutorado, Unicamp, 1989.
141. JACKSON, K.A. *The Present State of the Theory of Crystal Growth: from the Melt*, *J. Cr. Growth*, 24/25, 1974, p.130.
142. LANGIER-KUBNIAROVA, A. *Standardization in Thermal Analysis*, *J. Th. Anal.*, 29, 1984, p.913.
143. LANGER, J.S. *Instabilities in Crystal Pattern Formation in Crystal Growth - Reviews of Modern Physics*, v52, n1, jan. 1980.
144. LAANGERR, J.S.; MULLER-KRUMBAHAAR *Theory of Dendritic Growth I, II e III*, *Acta Met.*, v26, p.1681, 1978.
145. LANGER, J.S. *Mode Selection in a Dendriticlike Nonlinear System*, *Phys. Rev.*, vol. 27, n1, jan, 1983, p.499.
146. MONEDIERE, C.; OGIER, G. *La CFAO et la fonderie*, *Fonderie*, Dec. 1990, p.13.
147. MAXWELL, I.; HELLAWELL, H. *A Simple Model for Grain Refinement during Solidification*, *Acta Met.*, v23, Feb.1975, p.229.
148. MAXWELL, I; HELLAWELL, H. *An Analysis of the Peritectic Reaction with Particular Reference to Al-Ti Alloys*, *Acta Met.*, v23, Aug.1975, p.901.

149. NES, K.J.; RYUM, N. *The Interaction Between Grain Growth and Recrystallization in an Al-Zn-Mg Alloy*, Acta Met., v.23, Aug. 1975, p.979.
150. SHARAN, R. *Influenza delle aggiunte di terre rare sulla lavorabilità e sulle proprietà meccaniche delle leghe di alluminio*, La Fonderia italiana, n12, 1975, p.391.
151. ZARO, M.A.; MULLER, A. *Quality Control "on Line" of Al Alloys on Foundry Process By DTA*, Jornadas Metalurgicas y Congreso Alamet, B. Aires, Argentina, may 6, 1991.
152. ZARO, M.A. e MULLER, A. *Undercooling Measurements as a Control Tool of Grain Size, Grain Refinement and Modification*, Jornadas Met. y Congreso Alamet, B. Aires, Argentina, may 6, 1991.
153. ZARO, M.A. e MULLER, A. *Análise Térmica Diferencial Aplicada ao Controle de Qualidade de Fundidos - Propriedades Mecânicas*, 8<sup>o</sup> Semin. de Instrumentação, IBP, RJ, 1988, p. 497.
154. GITLOW, H. et al; *Tools and Methods for the Improvement of Quality*, Ed. Irwin, 1989.
155. GRANT, E.L.; LEAVENWORTH *Statistical Quality Control*, 6<sup>a</sup> Ed., McGraw-Hill, 1988.
156. CARSLAW, H.S. ; JAEGER, J.C. *Conduction of Heat in Solids*, 2<sup>a</sup> ed., Ed. Oxford Press, 1959.