



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

sid.inpe.br/mtc-m21b/2017/02.02.15.12-TDI

**DESENVOLVIMENTO DE UM TUBO DE QUEDA  
LIVRE PARA O MODELAMENTO E OTIMIZAÇÃO DO  
PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO DE LIGAS  
EUTÉTICAS DE BISMUTO-ESTANHO EM AMBIENTE  
DE MICROGRAVIDADE**

Edson Fernando Fumachi

Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Chen Ying An, e Rafael Cardoso Toledo, aprovada em 21 de fevereiro de 2017.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34P/3NAA9GL>>

INPE  
São José dos Campos  
2017

## **PUBLICADO POR:**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE

Gabinete do Diretor (GB)

Serviço de Informação e Documentação (SID)

Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970

São José dos Campos - SP - Brasil

Tel.:(012) 3208-6923/6921

Fax: (012) 3208-6919

E-mail: pubtc@inpe.br

## **COMISSÃO DO CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELECTUAL DO INPE (DE/DIR-544):**

### **Presidente:**

Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação (CPG)

### **Membros:**

Dr. Plínio Carlos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST)

Dr. André de Castro Milone - Coordenação de Ciências Espaciais e Atmosféricas (CEA)

Dra. Carina de Barros Melo - Coordenação de Laboratórios Associados (CTE)

Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação de Engenharia e Tecnologia Espacial (ETE)

Dr. Hermann Johann Heinrich Kux - Coordenação de Observação da Terra (OBT)

Dr. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)

Silvia Castro Marcelino - Serviço de Informação e Documentação (SID)

### **BIBLIOTECA DIGITAL:**

Dr. Gerald Jean Francis Banon

Clayton Martins Pereira - Serviço de Informação e Documentação (SID)

### **REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:**

Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Serviço de Informação e Documentação (SID)

Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID)

### **EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:**

Marcelo de Castro Pazos - Serviço de Informação e Documentação (SID)

André Luis Dias Fernandes - Serviço de Informação e Documentação (SID)



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

sid.inpe.br/mtc-m21b/2017/02.02.15.12-TDI

**DESENVOLVIMENTO DE UM TUBO DE QUEDA  
LIVRE PARA O MODELAMENTO E OTIMIZAÇÃO DO  
PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO DE LIGAS  
EUTÉTICAS DE BISMUTO-ESTANHO EM AMBIENTE  
DE MICROGRAVIDADE**

Edson Fernando Fumachi

Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Chen Ying An, e Rafael Cardoso Toledo, aprovada em 21 de fevereiro de 2017.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34P/3NAA9GL>>

INPE  
São José dos Campos  
2017

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

---

Fumachi, Edson Fernando.

F96d      Desenvolvimento de um tubo de queda livre para o modelamento e otimização do processo de solidificação de ligas eutéicas de bismuto-estanho em ambiente de microgravidade / Edson Fernando Fumachi. – São José dos Campos : INPE, 2017.

xxviii + 123 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m21b/2017/02.02.15.12-TDI)

Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2017.

Orientadores : Drs. Chen Ying An, e Rafael Cardoso Toledo.

1. Tubo de queda livre. 2. Microgravidade. 3. Ligas eutéicas. 4. Transferência de calor. 5. Solidificação. I.Título.

CDU 629-7:536.421.4

---



Esta obra foi licenciada sob uma Licença [Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

Aluno (a): **Edson Fernando Fumachi**  
"DESENVOLVIMENTO DE UM TUBO DE QUEDA LIVRE PARA O MODELAMENTO E OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO DE LIGAS EUTÉTICAS DE BISMUTO-ESTANHO EM AMBIENTE DE MICROGRAVIDADE".

Aprovado (a) pela Banca Examinadora  
em cumprimento ao requisito exigido para  
obtenção do Título de **Doutor(a)** em  
**ETE/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores**

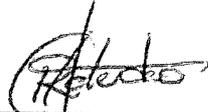
Dr. Chen Ying An



---

*Presidente / Orientador(a) / INPE / SJCampos - SP*

Dr. Rafael Cardoso Toledo



---

*Orientador(a) / INPE / São José dos Campos - SP*

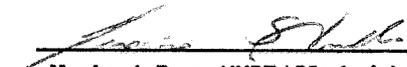
Dr. Irajá Newton Bandeira



---

*Membro da Banca / INPE / São José dos Campos - SP*

Dr. Jeronimo dos Santos Travelho



---

*Membro da Banca / INPE / São José dos Campos - SP*

Dra. Danieli Aparecida Pereira Reis



---

*Convidado(a) / UNIFESP / São José dos Campos - SP*

Dra. Viviane Ribeiro de Siqueira



---

*Convidado(a) / FATEC / São José dos Campos - SP*

**Este trabalho foi aprovado por:**

maioria simples

unanimidade

**São José dos Campos, 21 de fevereiro de 2017**



*“Não existem limites para uma criança!”*  
PRÓPRIO AUTOR



*A minha mãe Celeste,  
meus avós Cida e Fernando,  
à minha esposa Gabriela,  
minha filha Clarice,  
e aos meus amigos Alvaro e Inácio.*



## AGRADECIMENTOS

Ao Universo.

Aos meus orientadores, Dr. Chen Ying An e Dr. Rafael Cardoso Toledo, pelo apoio e dedicação oferecidos para a realização deste trabalho, por suas orientações, pela disponibilidade e, acima de tudo, pela amizade que compartilhamos durante esse tempo.

Ao Dr. Jerônimo dos Santos Travelho (JEFF), pela imensa contribuição intelectual e amizade durante a minha caminhada no curso de Doutorado no INPE, com as disciplinas, com discussões teóricas e técnicas e pelas palavras nos momentos difíceis.

Ao Dr. Irajá Newton Bandeira pela experiência, paciência, disponibilidade no desenvolvimento do projeto do tubo de queda e pelas palavras de incentivo

À Dra. Danieli Aparecida Pereira Reis pela enorme contribuição tanto acadêmica quanto nas sugestões para a escrita e diagramação da tese.

À Dra. Viviane Ribeiro de Siqueira pela contribuição científica sugerida para melhorias da tese.

Aos integrantes da banca pela disponibilidade e compromisso com este trabalho e comigo.

Ao Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS) e ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), por terem proporcionado todo o suporte e infraestrutura necessários para a concretização deste trabalho.

Aos Srs. Jognes Panasiewicz e Rodolfo Roithmeier da Silva, e ao MSc. Manuel Francisco Ribeiro pela ajuda, dedicação e competência nas oficinas mecânica e eletrônica, respectivamente, para a fabricação dos componentes mecânicos e sugestões valiosas para alterações no projeto e montagem dos componentes eletrônicos.

À Sra. Maria Lúcia Brison pela atenção e inestimável habilidade no trabalho com as imagens de MEV deste trabalho.

À minha esposa Gabriela Ribeiro Tomaz pela paciência, companheirismo e dedicação nessa etapa importante da minha vida e pelas correções ortográficas e gramaticais dessa tese.

Aos professores do LAS/INPE pelo conhecimento compartilhados.

A todos os funcionários, estagiários e bolsistas do INPE que sempre foram solícitos nos momentos que precisei.

A todos os amigos do INPE.

A todos meu muito obrigado!

## RESUMO

O ambiente espacial, mais especificamente o ambiente de microgravidade, proporciona condições únicas de pesquisa, para o campo da ciência e tecnologia, nos mais variados ramos e áreas - tais como a medicina, farmácia, biologia, química, física e engenharias. Na área das engenharias e da física, a transferência de calor está fortemente presente e, em ambiente de microgravidade, alguns desses fenômenos ficam reduzidos ou até mesmo deixam de existir (como correntes convectivas, pressão hidrostática, etc.), impactando diretamente nas microestruturas dos materiais, que podem assumir características distintas de outros que sofreram algum processo sob a ação da gravidade terrestre. O tubo de queda livre, sendo um equipamento de custo financeiro reduzido quando comparado com outras formas de acesso a microgravidade, foi utilizado para solidificação de materiais em ambiente laboratorial. O objetivo principal desse trabalho é a otimização dos parâmetros de solidificação da liga eutética de bismuto-estanho (BiSn) em ambiente de microgravidade, e, é também proposto um modelo matemático, baseado em um mecanismo de convecção e de radiação, para a transferência de calor entre as gotículas e o ambiente. Para a determinação da velocidade inicial das gotas foi projetado e construído um tubo de queda livre de quartzo transparente, possibilitando a observação da formação e ejeção das gotículas. A liga eutética de bismuto-estanho foi escolhida para os ensaios deste estudo pois possui baixo ponto de fusão ( $139^{\circ}\text{C}$ ), podendo ser utilizada na indústria como elemento fusível, na confecção de moldes e por ser um possível substituto da solda branca (liga a base de chumbo), causando menos riscos para a saúde e meio ambiente.

Palavras-chave: Tubo de queda livre. Microgravidade. Ligas eutéticas. Transferência de calor. Solidificação.



# **DROP TUBE DEVELOPMENT TO MODELLING AND OPTIMIZATION OF TIN-BISMUTH EUTECTIC ALLOY SOLIDIFICATION PROCESS IN MICROGRAVITY ENVIRONMENT**

## **ABSTRACT**

Space environment, more specifically the microgravity environment, provides unique research conditions for the field of science and technology in a wide variety of fields and applications - such as medicine, pharmacy, biology, chemistry, physics and engineering. For engineering and physics process, heat transfer plays an important role, and in a microgravity environment, some of these phenomena are reduced or even cease to exist (convective currents, hydrostatic pressure, etc.), impacting directly in the materials microstructures, which may assume distinct characteristics from others which had been processed under the action of Earth's gravity. The drop tube, a low cost apparatus if compared to other ways to access the microgravity, was used for solidification of alloys at laboratory environment. The main objective of this work is the optimization of the solidification parameters of the eutectic tin-bismuth alloy (BiSn) in a microgravity conditions, and also was proposed a mathematical model, based on a combined convection and radiation mechanism, for the heat transfer of between the droplets and the gas environment. To the determination of the initial velocity of the droplets, a transparent quartz drop tube was designed and built, allowing the observation of the formation and ejection of the droplets. The eutectic tin-bismuth alloy was chosen for this study because of low melting temperature (139°C), and this material can be used in industry as fuse element, manufacture of molds and as lead free solder alloy.

Keywords: Drop tube. Microgravity. Eutectic alloys. Heat transfer. Solidification.



## LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
2.1 Perfil de voo do foguete de sondagem . . . . .	6
2.2 Veículos lançadores . . . . .	7
2.3 Satélite de Reentrada Atmosférica sendo testado . . . . .	8
2.4 Imagens de torre e tubo de queda livre . . . . .	9
2.5 Cristal semicondutor de germânio dopado com gálio . . . . .	12
2.6 Combustão em gravidade terrestre e em microgravidade . . . . .	13
2.7 Representação de uma gota sobre a a parede do molde . . . . .	16
2.8 Representação dos tipos de interfaces . . . . .	18
2.9 Energia livre superficial em função das posições disponíveis na superfície	19
2.10 Diagrama binário e esquema de uma liga eutética simples . . . . .	20
2.11 Representação de uma barra cilíndrica . . . . .	22
2.12 Refrigeração de superfície por meio de um ventilador . . . . .	23
2.13 Camada limite hidrodinâmica . . . . .	24
2.14 Camada limite térmica . . . . .	25
2.15 Diagrama de fases do sistema Bismuto-Estanho . . . . .	28
2.16 Imagens MEV da liga de bismuto-estanho eutética solidificada em 1g. . .	29
2.17 Imagens MEV da liga de bismuto-estanho eutética solidificada em mi- crogravidade. . . . .	30
3.1 Representação da queda da amostra no <i>drop tube</i> . . . . .	31
3.2 Forças atuantes e balanço de energia em uma esfera durante a solidifica- ção em <i>drop tube</i> . . . . .	33
3.3 Perfil das amostras em função do tipo de formação das gotas . . . . .	43
3.4 Formas de formação das amostras - Gotejamento e jato . . . . .	45
3.5 Representação da Lei de Tate . . . . .	46
3.6 Perfil do escoamento . . . . .	48
3.7 Perfil do escoamento com perturbações . . . . .	49
4.1 Tubo de queda livre do laboratório . . . . .	51
4.2 Representação do sistema do tubo de queda . . . . .	52
4.3 Representação do sistema do forno do tubo de queda . . . . .	53
4.4 Dispositivo para pulverizar as amostras . . . . .	54
4.5 Imagem CAD do projeto do tubo de queda de quartzo . . . . .	55
4.6 Projeto da parte superior do tubo . . . . .	56
4.7 Projeto da parte inferior do tubo de queda livre . . . . .	56
4.8 Parte superior com escala milimetrada . . . . .	57

4.9	Detalhe da parte interna do topo do tubo de queda. . . . .	58
4.10	Diagrama das linhas de gás e elétrica do tubo de queda de quartzo . . .	59
4.11	Processo de preparação da carga . . . . .	63
4.12	Processo de furação da ampola . . . . .	64
4.13	Amostras no coletor do <i>drop tube</i> após a queda em microgravidade. . . .	65
4.14	Processo de polimento das amostras . . . . .	66
4.15	Amostra após análise microestrutural selada . . . . .	67
4.16	Perfil de temperatura em função do comprimento do tubo de quartzo . .	68
5.1	Tempo de solidificação em função do diâmetro da gotícula e o gás da atmosfera . . . . .	75
5.2	Determinação da velocidade inicial das gotículas através do software que acompanha a câmera . . . . .	77
5.3	Esquema representativo para o posicionamento da câmera em relação a trajetória média das gotículas . . . . .	78
5.4	Posicionamento da câmera . . . . .	79
5.5	Gotículas obtidas em função do diâmetro do furo da ampola: a) $100\mu m$ , b) $200\mu m$ , c) $300\mu m$ e d) $500\mu m$ . . . . .	81
5.6	Perfil de velocidade das gotículas em função do tempo e do diâmetro do furo ( $\phi_F = 100\mu m$ ). . . . .	82
5.7	Perfil de velocidade das gotículas em função do tempo e do diâmetro do furo ( $\phi_F = 200\mu m$ ). . . . .	82
5.8	Perfil das amostras em função do tipo de formação das gotas . . . . .	83
5.9	Fração solidificada das gotículas ( $\phi_F = 100\mu m$ ). . . . .	84
5.10	Fração solidificada das gotículas ( $\phi_F = 200\mu m$ ). . . . .	85
5.11	Histograma obtido através de análise granulométrica ( $\phi_F = 100\mu m$ ) . . .	87
5.12	Histograma obtido através de análise granulométrica ( $\phi_F = 200\mu m$ ) . . .	88
5.13	Histograma obtido através de análise granulométrica ( $\phi_F = 200\mu m$ ) . . .	88
5.14	Perfil da velocidade das gotículas em função do tempo de queda ( $\phi_F = 100\mu m$ ) . . . . .	91
5.15	Perfil da velocidade das gotículas em função do tempo de queda ( $\phi_F = 200\mu m$ ) . . . . .	92
5.16	Fração solidificada das gotículas em função do tempo de queda ( $\phi_F = 100\mu m$ ) . . . . .	93
5.17	Fração solidificada das gotículas em função do tempo de queda ( $\phi_F = 200\mu m$ ) . . . . .	93
5.18	Histograma obtido após análise granulométrica das amostras para ampola com $\phi_F = 200\mu m$ . . . . .	94

5.19	Perfil da velocidade das gotículas em função do tempo de queda e diâmetro para ampola com $\phi_F = 100\mu m$ . . . . .	95
5.20	Perfil da velocidade das gotículas em função do tempo de queda e diâmetro para ampola com $\phi_F = 200\mu m$ . . . . .	96
5.21	Fração solidificada das gotículas em função do tempo de queda e diâmetro para ampola com $\phi_F = 100\mu m$ . . . . .	97
5.22	Fração solidificada das gotículas em função do tempo de queda e diâmetro para ampola com $\phi_F = 200\mu m$ . . . . .	97
5.23	Histograma obtido após análise granulométrica das amostras para ampola com $\phi_F = 100\mu m$ . . . . .	98
5.24	Histograma obtido após análise granulométrica das amostras para ampola com $\phi_F = 200\mu m$ . . . . .	99
5.25	Histograma obtido em função dos gases ( $\phi_F = 200\mu m$ ) . . . . .	100
5.26	Histograma obtido em função dos gases ( $\phi_F = 100\mu m$ ). . . . .	101
5.27	Imagem MEV da superfície das gotículas solidificadas em microgravidade	103
5.28	Imagens obtidas por MEV da liga eutética BiSn das gotículas coletadas no <i>drop tube</i> . . . . .	104
5.29	Imagens de MEV da liga eutética BiSn da amostra solidificada em 1g. . .	105
B.1	Mudanças propostas no sistema de disparo. . . . .	121
B.2	Gotícula obtida com o sistema modificado de disparo. . . . .	123



## LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
2.1 Propriedades da liga eutética de BiSn . . . . .	29
3.1 Cálculo do número de Biot em função do diâmetro das esferas . . . . .	33
3.2 Ordem de grandeza do ambiente de microgravidade em um tubo de queda livre em função do diâmetro das gotículas. . . . .	42
3.3 Velocidades terminais calculadas teoricamente para diferentes diâmetros de esferas ( $C_{D_{esfera}} = 0,45$ ) . . . . .	43
3.4 Fator de correção e diâmetros máximo que uma gotícula pode obter em função do diâmetro do furo da ampola . . . . .	47
5.1 Tempo de solidificação das gotículas em função do diâmetro em ambiente composto por gás nitrogênio . . . . .	71
5.2 Tempo de solidificação das gotículas em função do diâmetro em ambiente composto por gás nitrogênio (TESE-T) . . . . .	72
5.3 Posição das gotículas ao longo do tubo em função do diâmetro em ambiente de nitrogênio no instante em que acontece a solidificação total (TESE-T) . . . . .	72
5.4 Tempo de solidificação teórico das gotículas em função do diâmetro em ambiente composto por gás nitrogênio (TESE-F) . . . . .	73
5.5 Posição das gotículas ao longo do tubo em função do diâmetro em ambiente de nitrogênio no instante em que acontece a solidificação total (TESE-T) . . . . .	73
5.6 Tempo de solidificação teórico das gotículas em função do diâmetro em ambiente composto por gás Argônio, Hélio e Nitrogênio . . . . .	74
5.7 Velocidade inicial média em função dos diâmetros do furo da ampola ( $\phi_F$ )	80
5.8 Velocidades ( $m/s$ ) calculadas à partir das filmagens para a ampola com $\phi_F = 200\mu m$ . . . . .	86
5.9 Período médio de formação das gotículas ( $s$ ) medidos através de cronômetro para a ampola com $\phi_F = 100\mu m$ . . . . .	86
5.10 Condutividade térmica dos gases em relação ao ar . . . . .	89
5.11 Velocidades ( $m/s$ ) calculadas à partir das filmagens para a ampola com $\phi_F = 200\mu m$ num ambiente de Argônio. . . . .	90
5.12 Velocidades ( $m/s$ ) calculadas à partir das filmagens para a ampola com $\phi_F = 200\mu m$ num ambiente de Hélio . . . . .	95

5.13	Análise de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDX) da liga eutética BiSn . . . . .	106
A.1	Propriedades do gás Argônio . . . . .	119
A.2	Propriedades do gás Hélio . . . . .	119
A.3	Propriedades do gás Nitrogênio . . . . .	120

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AEB	– Agência Espacial Brasileira
AO	– Anúncio de Oportunidade
BiSn	– Bismuto-Estanho
CLA	– Centro de Lançamento de Alcântara
DLR	– Agência Espacial Alemã
EDX	– Espectroscopia de Raios X por Dispersão de Energia
ESA	– <i>European Space Agency</i>
FAB	– Força Aérea Brasileira
IAE	– Instituto de Aeronáutica e Espaço
INPE	– Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
ISS	– <i>International Space Station</i>
ITA	– Instituto Tecnológico da Aeronáutica
LAS	– Laboratório Associado de Sensores e Materiais
MEV	– Microscopia Eletrônica de Varredura
NASA	– <i>National Aeronautics and Space Administration</i>
PVC	– Policloreto de Polivinila
QUT	– <i>Queensland University of Technology</i>
SARA	– Satélite de Reentrada Atmosférica
TECMAT	– Tecnologia de Materiais
VS	– Veículo de Sondagem
VSB	– Veículo de Sondagem <i>booster</i>
ZARM	– Centro de Tecnologia Espacial Aplicada e Microgravidade



## LISTA DE SÍMBOLOS

### *Letras Latinas*

$a$	–	aceleração
	–	distância
$A$	–	seção transversal
	–	área da esfera
	–	elemento químico genérico
	–	parâmetro de ajuste
$B$	–	elemento químico genérico
	–	parâmetro de ajuste
Biot	–	número de Biot
$C_a$	–	número de átomos na superfície do molde por unidade de volume
$C_D$	–	coeficiente de arrasto
$c_p$	–	calor específico
$D$	–	diâmetro
	–	coeficiente de difusão
$E$	–	energia
	–	poder emissivo
$F$	–	força
$f$	–	fração
$f_F$	–	fator de forma
$fps_{camera}$	–	<i>frames per second</i>
$F_D$	–	força de arrasto
$F_E$	–	empuxo
$g$	–	aceleração da gravidade ( $g = 9,8 \text{ m/s}^2$ )
$G$	–	energia livre de Gibbs
$G_\mu$	–	microgravidade
$h$	–	altura
	–	coeficiente de transferência térmica
$H$	–	entalpia
$k$	–	condutividade térmica
	–	constante de Boltzmann
$L$	–	calor latente
	–	comprimento
$L_c$	–	comprimento característico: razão entre volume e área superficial
$m$	–	massa

$M$	–	medidor
$n_{quadros}$	–	número de quadros (imagens) obtidas pela câmera
$N$	–	número de átomos em uma camada completa da superfície
$N_A$	–	número de átomos da superfície
$Nu$	–	número de Nusselt
$P$	–	pressão
	–	força peso
$Pr$	–	número de Prandtl
$Q$	–	quantidade de calor
$\dot{q}$	–	taxa de transferência de calor
$r$	–	raio
$R$	–	constante universal dos gases
	–	resistência elétrica
$Re$	–	número de Reynolds
$S$	–	entropia
	–	função dependente do ângulo
$t$	–	tempo
$T$	–	temperatura
	–	termopar
$v$	–	velocidade
$V$	–	volume
	–	válvula
$w$	–	parâmetro de ajuste
$z$	–	posição vertical

### *Letras Gregas*

$\alpha$	–	fase/solução sólida
	–	razão entre entropia de fusão e a constante universal dos gases
$\beta$	–	fase/solução sólida
$\gamma$	–	tensão superficial
$\delta$	–	camada limite
$\Delta$	–	variação
$\epsilon$	–	emissividade
$\phi$	–	esfericidade
	–	diâmetro
$\mu$	–	viscosidade dinâmica

$\nu$	–	viscosidade cinemática
$\partial$	–	derivada parcial
$\pi$	–	constante matemática ( $\pi = 3,14\dots$ )
$\psi$	–	função para o fator de correção
$\theta$	–	ângulo de molhamento
$\rho$	–	densidade
$\sigma$	–	energia superficial
	–	constante de Stefan-Boltzmann ( $5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$ )

### *Sub Índice*

0	–	inicial
1	–	região
2	–	região
<i>ap</i>	–	aparente
<i>C</i>	–	crítico
<i>f</i>	–	fluido
<i>F</i>	–	fusão
	–	furo
<i>L</i>	–	fase líquida
<i>LM</i>	–	interface líquido/molde
<i>LS</i>	–	interface líquido/sólido
<i>M</i>	–	molde
<i>R</i>	–	superresfriamento
<i>S</i>	–	fase sólida
	–	superfície
<i>SL</i>	–	interface sólido/líquido
<i>SM</i>	–	interface sólido/molde
<i>T</i>	–	térmica
<i>V</i>	–	volume



## SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
<b>1 INTRODUÇÃO</b> . . . . .	<b>1</b>
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> . . . . .	<b>5</b>
2.1 Meios de acesso à microgravidade no Brasil . . . . .	5
2.1.1 Foguetes de sondagem . . . . .	5
2.1.2 Satélite de Reentrada Orbital - SARA . . . . .	8
2.1.3 Tubos e torres de queda livre . . . . .	8
2.1.4 Ciência em Microgravidade . . . . .	10
2.1.4.1 Ciência dos Materiais . . . . .	10
2.2 Solidificação . . . . .	13
2.2.1 Nucleação homogênea . . . . .	14
2.2.2 Nucleação heterogênea . . . . .	16
2.2.3 Ligas eutéticas . . . . .	20
2.3 Transferência de calor . . . . .	21
2.3.1 Condução . . . . .	21
2.3.2 Convecção . . . . .	23
2.3.3 Radiação . . . . .	26
2.4 Sistema Bismuto-Estanho . . . . .	27
<b>3 ANÁLISE TEÓRICA</b> . . . . .	<b>31</b>
3.1 Modelo de transferência de calor . . . . .	31
3.2 Ordem de grandeza da microgravidade . . . . .	40
3.3 Velocidade terminal . . . . .	42
3.4 Formação das amostras . . . . .	43
3.5 Gotejamento . . . . .	45
3.6 Jatos . . . . .	48
<b>4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL</b> . . . . .	<b>51</b>
4.1 Tubos de queda livre do LAS/INPE . . . . .	51
4.1.1 Tubo de queda livre de inox . . . . .	51
4.1.2 Tubo de queda livre dedicado a filmagem . . . . .	54
4.1.3 Disparo . . . . .	60
4.2 Preparação da liga . . . . .	61

4.3	Preparação das amostras para os experimentos . . . . .	64
4.4	Fabricação das ampolas do tubo de queda . . . . .	64
4.5	Obtenção das amostras . . . . .	65
4.6	Preparação das amostras para análises microestruturais . . . . .	66
4.7	Perfil de temperatura . . . . .	67
4.8	Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV . . . . .	68
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES . . . . .</b>	<b>71</b>
5.1	Comparação entre os modelos . . . . .	71
5.2	Velocidade inicial das gotículas e diâmetro dos furos das ampolas . . . . .	75
5.3	Pressão de disparo e pressão atmosférica . . . . .	85
5.4	Influência dos gases . . . . .	89
5.4.1	Argônio . . . . .	90
5.4.2	Hélio . . . . .	94
5.5	Análises Microestruturais . . . . .	102
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES . . . . .</b>	<b>107</b>
6.1	Trabalhos Futuros . . . . .	108
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS . . . . .</b>	<b>109</b>
	<b>APÊNDICE A - PROPRIEDADES DOS GASES . . . . .</b>	<b>119</b>
	<b>APÊNDICE B - EXPERIMENTOS ADICIONAIS . . . . .</b>	<b>121</b>

# 1 INTRODUÇÃO

Estudar, desenvolver, aprimorar materiais e técnicas são os objetivos fundamentais da ciência e tecnologia dos materiais e os estudos feitos nessa área são, em sua maioria, desenvolvidos no ambiente terrestre para aplicações que vão das profundezas dos oceanos até elevadas altitudes (TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Com a corrida espacial e o lançamento do homem ao espaço, uma nova área de pesquisa foi criada e entrou em foco: a pesquisa de materiais em ambiente com gravidade restrita, a microgravidade. Nesse ambiente, a gravidade terrestre ( $1 g$ ) continua agindo mas a sensação experimentada pelos equipamentos, e também pelos tripulantes, é de ausência da gravidade (HAMACHER et al., 1987; ESA, 2015).

O ambiente espacial oferece condições especiais e únicas para o desenvolvimento de tecnologia, através da microgravidade e do vácuo, bem como o estudo e o entendimento dos fenômenos físicos que outrora eram parcialmente entendidos. Não só o ramo da física mas também o da química e biologia, bem como o da engenharia, puderam explorar e avançar significativamente seus conhecimentos e suas tecnologias (HAMACHER et al., 1987; TOLEDO, 2013).

Os objetos que situam-se nesse ambiente estão submetidos a altas variações de temperaturas pois, quando expostos aos raios solares, os materiais constituintes absorvem parte dessa energia, que é transformada em energia térmica, chegando a temperaturas elevadas, e, quando estão na região de sombra, os materiais emitem parte de sua energia, chegando a temperaturas extremamente baixas. Esse gradiente de temperatura implica diretamente no funcionamento dos equipamentos, dessa forma, a transferência de calor em ambiente de microgravidade é uma das áreas fundamentais de estudo (HAMACHER et al., 1987; ESA, 2015; FREITAS, 2016).

Existem três mecanismos de transferência de calor: condução, convecção e radiação. Em ambiente de microgravidade, a convecção térmica não age de modo significativo quando comparado ao ambiente terrestre e isso implica em uma mudança das propriedades dos fluídos, tal como a densidade (HAMACHER et al., 1987; ESA, 2015).

Uma das áreas que é influenciada diretamente com o estudo de transferência de calor e massa é a solidificação, que envolve basicamente a mudança de estado de um material do líquido para o sólido. Esse processo depende de muitas variáveis, tais como a convecção térmica, o gradiente de temperatura no resfriamento, composição química do material, a troca de calor entre o material a ser solidificado e o recipiente

(molde) em que está inserido (GARCIA, 2007; FREITAS, 2016).

Em ambiente terrestre, a microestrutura do material sofre diretamente com o transporte de calor e de massa, pois existirá a distribuição do soluto e do solvente diferentes em cada região do material solidificado, ou seja, haverá a redistribuição do soluto, que implicará diretamente no arranjo microestrutural do material, permitindo a existência de defeitos e outras heterogeneidades que diretamente influenciarão nas propriedades mecânicas, térmicas, elétricas, químicas, etc, do material solidificado. O processo de solidificação, embora seja um processo complexo, permite atribuir ao material solidificado características desejadas que não são encontrados nos materiais *in natura* (PADILHA, 1997; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

Em ambiente de microgravidade, a convecção térmica não atua significativamente em um fluido, assim, a influência do molde não ocorre pois o mesmo não é necessário para que um material solidifique-se (FAVIER et al., 1987). Dessa forma, algumas das variáveis podem ser descartadas durante o processo de solidificação de um material e sua influencia é fundamental para o estudo e entendimento da formação das microestruturas do material solidificado e as implicações que essas mudanças ocasionarão nas propriedades finais do mesmo.

A indústria eletrônica necessita, cada vez mais, de componentes extremamente otimizados visando a evolução, poder de processamento, espaço físico e durabilidade de seus equipamentos (FRENZEL, 2015). Esses componentes são, muitas vezes, fixados em placas através de soldas que, geralmente, são feitas através da união de diferentes elementos químicos de natureza metálica presentes na natureza e, em diferentes proporções, conferem características únicas a mesma - como o baixo ponto de fusão. Esses compostos de elementos químicos de natureza metálica podem ser chamados de ligas metálicas (LASTRES; (BRAZIL), 1988).

Esse trabalho faz parte de uma das linhas de pesquisa desenvolvidas pelo grupo Tecnologia de Materiais (TECMAT), do Laboratório Associado de Materiais e Sensores (LAS) que pertence ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), e atualmente, essas linhas são financiadas por agências de fomento e pela Agência Espacial Brasileira (AEB), no caso de estudos de microgravidade que requerem voos suborbitais. Vários projetos para estudos em microgravidade do grupo foram submetidos e aceitos através dos Anúncios de Oportunidades (AO) da AEB. No entanto, devido às limitações características dos projetos por parte da plataforma, os que foram enviados ficaram quase que exclusivamente no estudo da solidificação de ligas de baixo ponto de fusão em ambiente de microgravidade, que contemplam as ligas de PbTe

( $T_F = 410^\circ\text{C}$ ), PbSn ( $T_F = 183^\circ\text{C}$ ), BiCd ( $T_F = 144^\circ\text{C}$ ) e BiSn ( $T_F = 139^\circ\text{C}$ ) (TOLEDO et al., 2010; AN et al., 2011; AN et al., 2012; TOLEDO, 2013; POLI, 2014; TOLEDO et al., 2014; FREITAS, 2016)

Existe um grande interesse em estudar as ligas eutéticas de bismuto-estanho por serem possíveis substitutas das ligas que possuem o elemento chumbo em sua composição, devido aos impactos negativos do elemento sobre a natureza e a saúde humana. Essas ligas são de grande interesse das empresas de tecnologia e indústrias para a fabricação de moldes (devido a fluidicidade proporcionada pelo estanho), elementos fusíveis, entre outros (FELTON et al., 1994; HARRIS, 1995; MEI et al., 1996). Assim, essa liga foi a escolhida para o desenvolvimento desse trabalho.

Embora os AOs aconteçam com uma certa frequência o tempo entre os lançamentos é de aproximadamente três anos. Ainda existe o revés de algum imprevisto, acidentes que possam inviabilizar o lançamento, destruição do veículo ou, ainda, alguma não conformidade implicando em um tempo disponível de microgravidade reduzido, ou ausente. Os AO ainda são operações com custo elevado e com pouco material à bordo (50kg para o conjunto total, aproximadamente (AEB, 2013)), para análises posteriores.

O grupo TECMAT, por desenvolver pesquisas em microgravidade desde a década de 80, possui em seu laboratório, localizado no LAS/INPE, um tubo de queda livre. Esse tubo permite simular os efeitos da microgravidade na superfície terrestre e possibilita, assim, os estudos de solidificação de materiais como uma alternativa de baixo custo para os projetos que são encaminhados através dos AOs (TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Esse equipamento é composto por um forno na parte superior para realizar a fusão da liga, de um tubo pressurizado com algum gás inerte a liga, um coletor para aparar as amostras, um sistema de disparo para gerar as amostras que serão solidificadas durante a queda e um sistema que faz vácuo através de uma bomba mecânica (TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Até o momento não havia um procedimento de determinação de parâmetros ótimos para a realização dos experimentos. Dessa forma, todos eles tinham seus parâmetros ajustados de modo empírico, ou seja, realizavam-os inúmeras vezes até atingirem a condição ideal de operação e obtenção de amostras úteis para análises. Uma vez determinadas essas condições, o processo poderia ser reprodutível, mas apenas para aquela liga. Outros estudos, com outras ligas ou apenas uma composição diferente

daquela em que foi estabelecida nos padrões de operação, implicavam, novamente, na execução de novos procedimentos empíricos a fim de determinar as condições ideais de operação.

Notadamente, esse processo é demorado e custoso por exigir a realização de vários experimentos até que se consiga determinar parâmetros que possam ser reproduzidos posteriormente, levando ao desperdício de materiais (liga e gás utilizados) e desperdício de tempo.

Em seus trabalhos recentes com a liga de bismuto-estanho eutética, o grupo obteve amostras com diâmetros entre 50 e  $750\mu m$  (FREITAS, 2016) e essas amostras, com pequenos diâmetros, apenas permitiram uma análise superficial pois analisar seu interior é praticamente inviável. No entanto, as amostras com diâmetros maiores permitem análises de seu interior e para obtê-las são necessários vários experimentos denominados "quedas".

Tendo em vista este cenário e sua importância científica e tecnológica, o objetivo principal desse trabalho é otimizar os parâmetros de solidificação em tubos de queda livre, a fim de obter o maior número de amostras esféricas (gotículas), com o maior diâmetro possível em ambiente de microgravidade por experimento realizado.

Para essa otimização, será proposta a utilização de gases inertes a liga de bismuto-estanho - tais como nitrogênio, argônio e hélio - por suas condutividades térmicas serem distintas.

O desenvolvimento de um modelo matemático baseado em um mecanismo convecção-radiação para determinar a transferência de calor durante a queda é fundamental no processo de otimização e será considerado um dos objetivos secundários desse trabalho.

No entanto, verificar em tempo real as condições da queda mostra-se fundamental para o entendimento da dinâmica processual. Para que isto seja feito com sucesso, tornou-se um dos objetivos secundários do trabalho a projeção, o desenvolvimento e a construção um tubo de queda livre, com dimensões reduzidas quando comparadas ao existente no departamento, com paredes que permitam a visualização do experimento (paredes de quartzo).

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Meios de acesso à microgravidade no Brasil

Fisicamente, imponderabilidade está relacionada a ausência de peso que um objeto pode experimentar e, segundo o princípio da equivalência de Einstein, é semelhante ao estado de um objeto em queda livre. A ele definimos o termo "microgravidade", ou seja, a aceleração resultante experimentada por um objeto em queda livre contínua, em órbita terrestre, se equipara a escala de grandeza na ordem de  $10^{-6}$  g, (AEB, 2008; FREITAS, 2016; LAS, 2017a).

Existem várias meios para a realização de experimentos em microgravidade, sendo o mais conhecido a Estação Espacial Internacional, ISS (*International Space Station*), que possibilita um ambiente de longa duração de microgravidade. A utilização da ISS nos experimentos requer altos investimentos financeiros, dessa forma, foram desenvolvidos outros meios de acesso a essas condições peculiares através de tubos e torres de queda livre, voos parabólicos, foguetes de sondagem, balões de grande altitude e satélites de reentrada (NAUMANN; HERRING, 1980; HAMACHER et al., 1987; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016; AEB, 2017b).

Alguns experimentos brasileiros já foram despachados à ISS através do Programa Microgravidade e do astronauta Marcos Pontes, enviado ao espaço pela Soyuz TMA-7 e permanecendo por 8 dias a bordo da estação (AN et al., 2011), porém a diminuição de recursos financeiros oriundos da esfera federal impactou diretamente na continuidade do Brasil no programa espacial internacional (GATTO, 2012; AEB, 2017c).

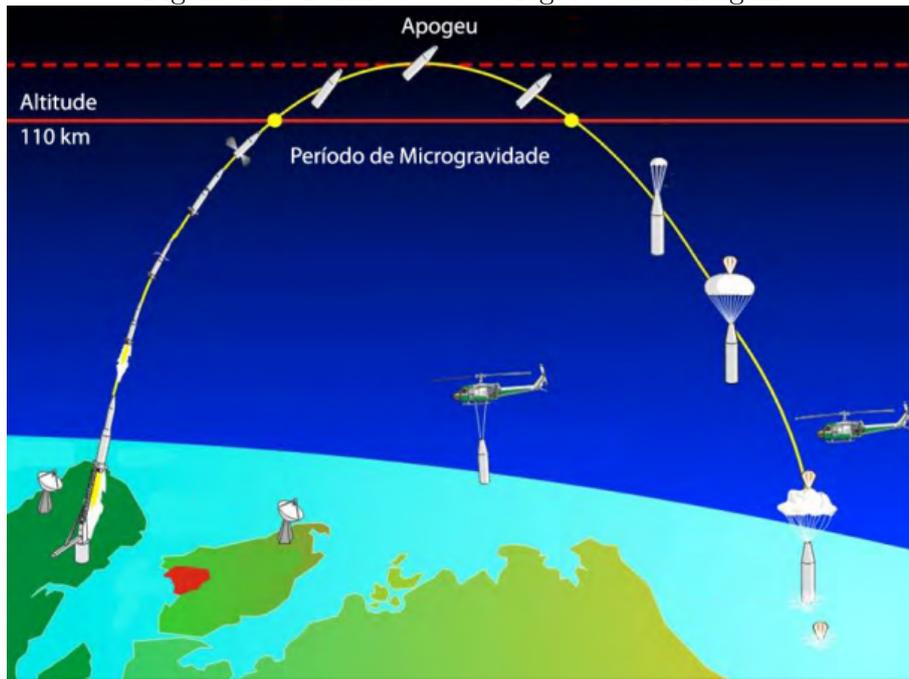
#### 2.1.1 Foguetes de sondagem

Os foguetes de sondagem são veículos usados para realizar experimentos em voos suborbitais e podem ser divididos em duas partes: carga útil, onde encontram-se todos os equipamentos para a realização de experimentos e o sistema de recuperação através de paraquedas, e o motor, onde fica o combustível necessário para executar a decolagem do foguete (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016; AEB, 2017d).

Na Figura 2.1 é mostrado o perfil de voo de um foguete de sondagem (VSB-30) que durante a subida é estabilizado por um sistema denominado iô-iô, controlador de rotação. Depois da separação do motor, atinge-se a fase de inércia e, numa altitude de aproximadamente 100 km, a aceleração residual é menor que  $10^{-4}$  g. A duração da microgravidade é de aproximadamente 7 minutos e na reentrada da atmosfera, a aceleração aumenta gradualmente até a altitude aproximada de 5 km, quando os

paraquedas são acionados para o retorno da carga útil. A aceleração máxima que esse foguete de sondagem pode atingir é de aproximadamente 12  $g$  durante a decolagem e de 3  $g$  durante a fase de reentrada (HAMACHER et al., 1987; AEB, 2013; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

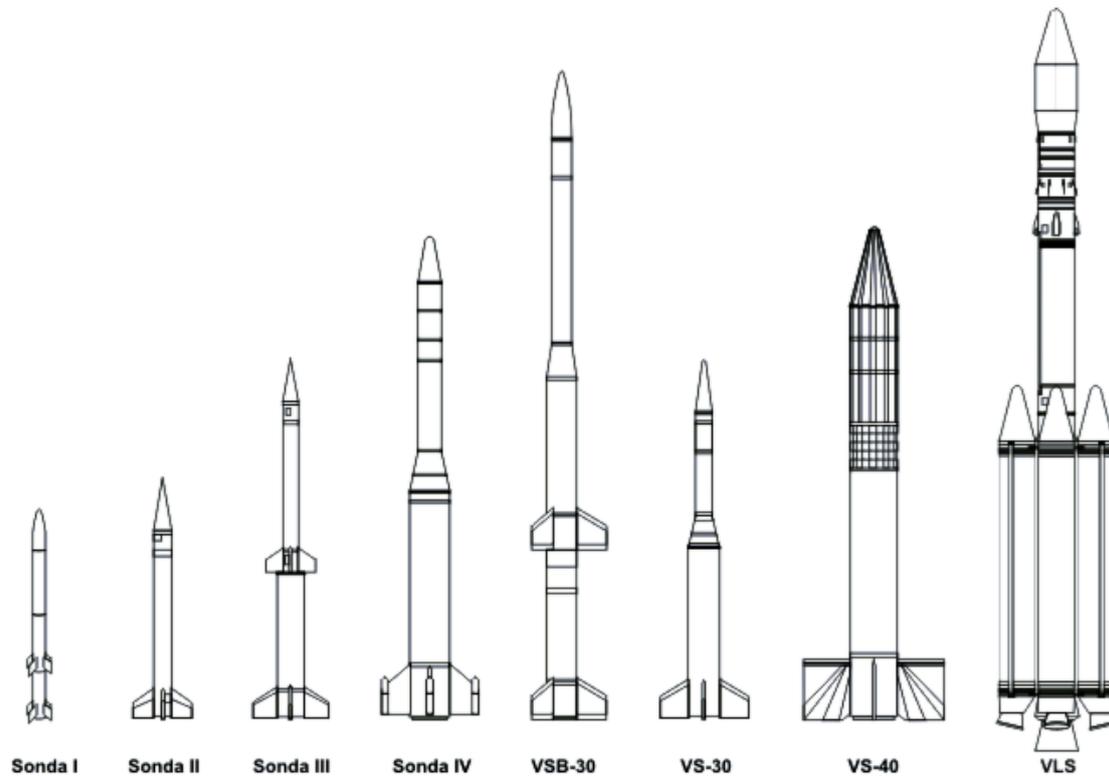
Figura 2.1 - Perfil de voo do foguete de sondagem



Fonte: Adaptado de Correa et al. (2005).

O Brasil iniciou esses projetos em 1965 quando, no Centro de Lançamento da Barreira do Inferno - CLBI, o foguete Sonda I foi enviado ao espaço (AEB, 2017d). A Figura 2.2 mostra os veículos lançadores desenvolvidos exclusivamente pelo Brasil ou em parcerias com a Agência Espacial Alemã - DLR.

Figura 2.2 - Veículos lançadores



Fonte: AEB (2017d)

Através dos chamados Anúncios de Oportunidade - AO, em 2002, foi lançado o primeiro foguete de sondagem brasileiro para experimentos em microgravidade, denominado VS-30 (Operação Cumã I), que foi financiado pela Agência Espacial Brasileira - AEB, sendo fabricado e montado pelo Instituto de Aeronáutica e Espaço - IAE. Porém, devido a uma falha na abertura do paraquedas, a carga útil composta de oito experimentos foi perdida no mar (AN et al., 2011; AEB, 2017a).

Um segundo voo foi realizado em 2007 utilizando um outro modelo de foguete, o VSB-30, que não obteve êxito na recuperação da carga útil. Em 2010, novamente com o VSB-30, foi realizado um voo parabólico bem sucedido e a carga útil foi recuperada por helicópteros da Força Aérea Brasileira - FAB (AN et al., 2011; AN et al., 2012). No final de 2016, o mesmo foguete, na operação Rio-Verde, realizou um voo atípico onde não se obteve período de microgravidade por conta de falhas que até o presente momento não foram esclarecidas.

### 2.1.2 Satélite de Reentrada Orbital - SARA

O Satélite de Reentrada Atmosférica - SARA (Figura 2.3) foi planejado pelo Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE), sendo destinado a projetos em microgravidade com permanência de até 10 dias em órbitas de 300 km de altura, aproximadamente. Esse satélite seria lançado através de um foguete, o VS-40M V03, no Centro de Lançamento de Alcântara - CLA, no Maranhão. Por conta de falhas no lançamento, houve a destruição do SARA e a Operação São Lourenço não foi bem sucedida (AEB, 2012; AEB, 2015a).

Figura 2.3 - Satélite de Reentrada Atmosférica sendo testado



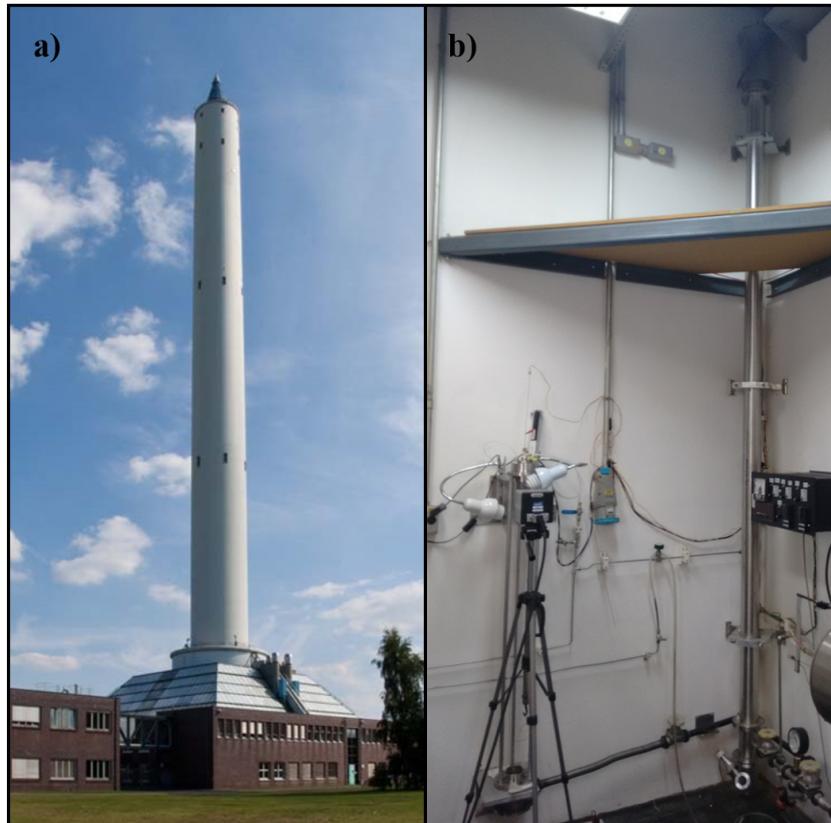
Fonte: AEB (2015b)

### 2.1.3 Tubos e torres de queda livre

As torres e tubos de queda livre são meios de acesso à microgravidade em ambiente terrestre, permitindo, assim, a simulação desta através de experimentos em queda a partir de uma determinada altura (NAUMANN; HERRING, 1980; HAMACHER et al., 1987; KAMPEN et al., 2006; XINGHONG, 2007; LUO; CHEN, 2008; KHATIBI et al., 2011;

TOLEDO, 2013; POLI, 2014; LIANG et al., 2015; FREITAS, 2016). É possível, através da Figura 2.4 verificar as diferenças entre as torres e os tubos de queda livre.

Figura 2.4 - Imagens de torre e tubo de queda livre



a) Torre de queda livre na Alemanha com 146 m de altura; b) Tubo de queda livre pertencente ao LAS/INPE com 3,5 metros de altura.

Devido às dimensões, os tubos de queda são mantidos em vácuo, ou sob uma atmosfera controlada, e apenas as amostras, que são os objetos de estudo, ficam sujeitas à queda livre. Já nas torres de queda, as mesmas podem ter um sistema de vácuo, mas, geralmente, elas possuem cápsulas que comportam os equipamentos e as amostras, então ambos caem em queda livre até serem frenadas ao fim da torre (NAUMANN; HERRING, 1980; HAMACHER et al., 1987; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

A *Queensland University of Technology* - QUT, localizada em Brisbane, Austrália, possui uma torre de 20 m de comprimento, proporcionando um tempo de queda de aproximadamente 2,1 s, e é utilizada para inúmeros projetos e estudos da área de combustão - com aplicações nas áreas de medicina, na área espacial e na área de

materiais com a produção de nanotubos de carbono (QUT, 2017).

Os Estados Unidos é o país com o maior número de torres de queda livre no mundo. O Centro de Voos Espaciais Marshall (*Marshall Space Flight Center*) possui uma torre com aproximadamente 105 m de altura, que proporciona quedas livres de aproximadamente 4,6 s; o *Glenn Research Center*, centro de pesquisa da Administração Nacional da Aeronáutica e Espaço (NASA), possui duas torres: uma com 24 m de altura e queda de 2,2 s e a outra com 132 m de comprimento proporcionando 5,2 s de queda (HAMACHER et al., 1987; ER, 1999; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016). Outra torre existente, a (*Dryden Drop Tower*), localizada na *Portland State University*, permite um tempo de queda de aproximadamente 2,1 s (DDT, 1999).

Na Europa, a maior torre é a ZARM (*Zentrum für angewandte Raumfahrttechnologie und Mikrogravitation*), localizada na universidade de Bremen, Alemanha, e possui, aproximadamente, 146 m de altura com espaço para uma queda de aproximadamente 120 m. É possível, através dessa torre, realizar experimentos durante um intervalo de tempo de até 9,48 s (TOLEDO, 2013; ESA, 2015; FREITAS, 2016).

No Brasil, o laboratório do LAS/INPE, possui um tubo de queda livre de 3,5 m de altura e 100 mm de diâmetro, proporcionando quedas de aproximadamente 0,85 s. As pesquisas feitas pelo grupo são sobre solidificação de ligas com baixo ponto de fusão em ambiente de microgravidade (AN et al., 2007; TOLEDO, 2009; TOLEDO et al., 2014; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

## 2.1.4 Ciência em Microgravidade

A microgravidade torna-se uma ferramenta fundamental para o entendimento de questões básicas do conhecimento humano, sendo possível, dessa forma, otimizar processos físicos, químicos e biológicos, fundamentais para a ciência, engenharia e medicina, e atrai, também, pesquisadores industriais por conta do ambiente espacial impar, que, acredita-se, é menos propício a infortúnios no decorrer da pesquisa (NAUMANN; HERRING, 1980; FAVIER et al., 1987; HAMACHER et al., 1987; AN et al., 2011; TOLEDO et al., 2012; TOLEDO, 2013; ESA, 2015; FREITAS, 2016).

### 2.1.4.1 Ciência dos Materiais

Essa área da ciência é fortemente influenciada pelo ambiente de microgravidade, pois alguns fenômenos físicos, como convecção, sedimentação e pressão hidrostática, presenciados em gravidade terrestre deixam de atuar. Outros fatores, como gradiente de temperatura e correntes de convecção, podem intervir na microestrutura de

uma liga, portanto a verificação da concordância dos resultados experimentais com modelos desenvolvidos é extremamente difícil (ESA, 2015; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016; LAS, 2017b).

Em microgravidade a convecção é reduzida, embora ainda exista a convecção de Marangoni devido a tensão superficial do fluido. É possível induzir convecção controlada, se necessário, usando movimentos de rotação ou campos magnéticos alternados. Os pesquisadores da área de materiais podem estudar e compreender a solidificação e dar ênfase ao processo quando o mesmo ocorre na gravidade terrestre (FAVIER et al., 1987; FREITAS, 2016; LAS, 2017b).

Para produzir um produto de alta qualidade e de modo confiável é necessário conhecer muitas das propriedades termofísicas dos materiais que o constituem, como ponto de fusão, coeficiente de expansão térmica, viscosidade e tensão superficial. Quando próximas à temperatura de fusão, as propriedades dos materiais são de extrema importância: a viscosidade determina o modo como o metal, no estado líquido, escoar para o molde e a tensão superficial permite analisar se as bolhas de gás presentes podem deixar o metal antes de sua completa solidificação. Embora essas informações sejam cruciais, as medições precisas de suas propriedades só podem ser realizadas em um ambiente de microgravidade, pois esses materiais em desenvolvimento são altamente reativos quando estão na fase líquida (TOLEDO, 2013; ESA, 2015; FREITAS, 2016).

A indústria eletrônica tem interesse na alta eficiência de seus componentes semicondutores. Esses componentes estão presentes no nosso dia-a-dia através de diodos, transistores, microprocessadores e nanocircuitos (CALLISTER, 2007; FREITAS, 2016). Vários problemas estão relacionados com a manufatura desses dispositivos, pois as diferenças na concentração dos componentes, dopantes, impurezas ou, até mesmo, a solidificação podem alterar as propriedades elétricas finais desse dispositivo. A convecção é uma variável importante nesse processo por impactar diretamente nas propriedades elétricas, devido a não uniformidade criada na microestrutura durante a solidificação. Existem vários métodos que são continuamente estudados/aplicados em laboratórios para reduzir, ou minimizar, a convecção (AEB, 2008; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

A Figura 2.5 mostra a seção de um cristal semiconductor de germânio dopado com gálio solidificado em ambiente de microgravidade através de um foguete de sondagem. É possível verificar (imagem à esquerda) o cristal solidificado sobre a influência da gravidade pelas variações na concentração de gálio e pelas estrias aleatórias. Já

na parte direita da imagem, o cristal foi crescido em ambiente de microgravidade: a ausência de convecção nesse ambiente permite uma mistura homogênea durante o processo de solidificação do líquido. Os riscos na região de  $\mu g$  são utilizados para marcar a velocidade do crescimento (HURLE et al., 1987; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

Figura 2.5 - Cristal semiconductor de germânio dopado com gálio



Esquerda: parte com estrias, crescido sob aceleração durante a decolagem do foguete; Direita: parte sem estrias, crescido em microgravidade.

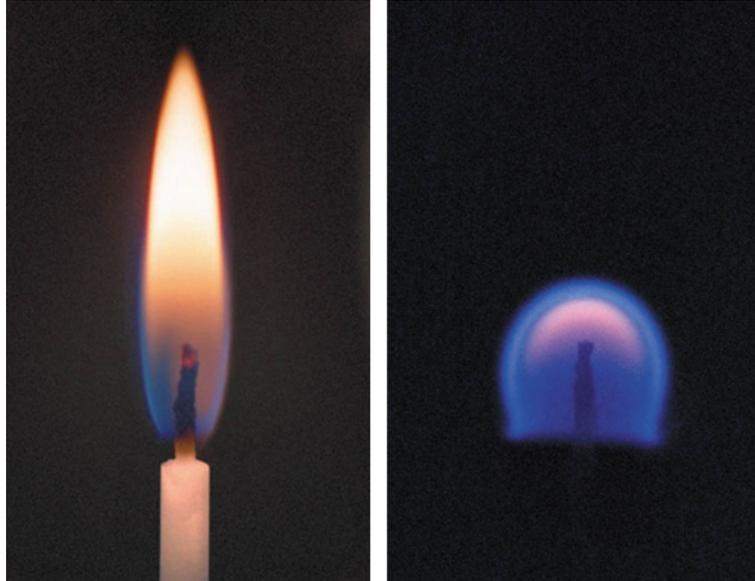
Fonte: Toledo (2013)

Outras áreas, de grande interesse pelas agências espaciais, órgãos militares, indústria farmacêutica, medicina, entre outras, englobam a área de estudo sobre combustão (FACHINI, 2007) e biotecnologia (SACKSTEDER, 1990; KING; ROSS, 1998; ESA, 2015; FREITAS, 2016).

Um exemplo clássico para mostrar o processo de combustão em microgravidade e em gravidade terrestre é o de uma chama de uma vela (Figura 2.6). Em microgravidade não existem correntes convectivas que transportam os produtos formados para a parte superior da vela que, por ser mais quente e conseqüentemente menos denso, tenderiam a subir; os componentes mais frios também não se depositariam na base da chama e, por não haver essas correntes convectivas, o formato da chama é aproximadamente esférico. Ainda no ambiente de microgravidade, a combustão ocorre de forma mais lenta, pois o transporte dos seus componentes básicos acontece de modo difusional (NAUMANN; HERRING, 1980; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016). Entender os mecanismos envolvidos na combustão em ambiente de microgravidade é importante no desenvolvimento de motores de foguetes, no desenvolvimento de motores de combustão limpa e de sistemas de injeção mais eficientes (SACKSTEDER, 1990;

ESA, 2015; FREITAS, 2016).

Figura 2.6 - Combustão em gravidade terrestre e em microgravidade



Esquerda: Chama em gravidade terrestre; Direita: chama em microgravidade.

Fonte: ESA (2015)

A biotecnologia, outra área de grande interesse dos pesquisadores de universidades e das indústrias farmacêuticas, tem, como objetivos principais, o estudo da influência da microgravidade nos processos de purificação de materiais biológicos para a realização de diagnósticos e tratamentos de doenças, o desenvolvimento de novos agentes farmacêuticos através da cristalização de cristais de proteínas simples e complexas e o entendimento dos efeitos de certos processos biológicos, que vão desde o comportamento das células até as reações macroscópicas dos organismos, quando expostos ao ambiente de microgravidade. Para isso, plantas, bactérias, animais racionais e irracionais vem sendo estudados (NATIONAL RESEARCH COUNCIL (U.S.), 1984; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

## 2.2 Solidificação

Existe uma etapa básica em quase todo processamento de metais que é fundamental: um metal líquido é resfriado para tornar-se sólido, processo chamado de solidificação e, para que ocorra, é necessário que exista a formação de grãos e o crescimento desses grãos para formação do sólido, que podem ser denominados nucleação e crescimento (CHALMERS, 1964; FLEMINGS, 1974; CAMPOS FILHO; DAVIES, 1978; GARCIA, 2007;

STEFANESCU, 2015; FREITAS, 2016).

Durante a mudança da fase da líquida para a fase sólida existem energias livres relacionadas e a temperatura nesse processo é chamada de temperatura de fusão  $T_F$ . Nele, ainda, ocorre que a energia livre da fase sólida (S) é igual à energia livre da fase líquida (L), ou seja,  $G_L = G_S$  (CAMPOS FILHO; DAVIES, 1978; GARCIA, 2007; TOLEDO, 2013). Sabendo que  $\Delta G = \Delta H - T\Delta S$ , no caso de equilíbrio, ou seja,  $\Delta G = 0$ , é possível escrever:

$$\begin{aligned}\Delta G &= \Delta H - T_F\Delta S & (2.1) \\ 0 &= \Delta H - T_F\Delta S \\ \Delta S &= \frac{\Delta H}{T_F}\end{aligned}$$

Sabe-se que  $\Delta H$  é a energia necessária para uma substância mudar de fase, ou seja, o calor latente ( $L$ ). Assim:

$$\Delta S = \frac{L}{T_F} \quad (2.2)$$

No entanto, em situações reais, a mudança de fase do estado líquido para o estado sólido pode ocorrer através de porções chamadas de núcleo do material, cuja temperatura ( $T_R$ ) é inferior à  $T_F$ , e a esse fenômeno chamamos de superresfriamento. Esse processo, onde partículas sólidas estão presentes no material, que está majoritariamente na fase líquida, é chamado de nucleação e pode ocorrer de forma homogênea e heterogênea (CAMPOS FILHO; DAVIES, 1978; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

### 2.2.1 Nucleação homogênea

Uma das formas de formação do núcleo sólido à partir da fase líquida é através da nucleação homogênea. Uma vez formado o núcleo, o crescimento deste (esférico de raio  $r$ ) ocorre quando a variação total da energia livre obedecer a relação seguinte (STEFANESCU, 2015):

$$\Delta G = \frac{4}{3}\pi r^3 L \frac{\Delta T_R}{T_F} + 4\pi r^2 \sigma_{SL} \quad (2.3)$$

onde  $L$  é o calor latente,  $\Delta T_R$  é o superresfriamento e  $\sigma_{SL}$  é a energia superficial sólido/líquido.

O núcleo, está num estado instável, podendo dissolver-se ou crescer. Se essa partícula possuir um raio  $r > r_C$ , onde  $r_C$  é o raio crítico, o núcleo cresce, caso contrário,  $r < r_C$  o núcleo se dissolve no material líquido. Uma forma de determinar esse raio crítico é fazendo segundo (STEFANESCU, 2015):

$$\frac{\partial \Delta G}{\partial r} = 0 \quad (2.4)$$

E o raio crítico torna-se:

$$r_C = \frac{2\sigma_{SL}T_F}{L\Delta T_R} \quad (2.5)$$

Combinando as Equações 2.3 com a Equação 2.5 é possível definir a variação de energia livre crítica,  $\Delta G_C$ , com a formação de um núcleo sólido:

$$\Delta G_C = \frac{16\pi T_F^2 \sigma_{SL}^3}{3(L\Delta T_R)^2} \quad (2.6)$$

Uma vez que o núcleo é formado e possui um  $r > r_c$ , a energia livre do núcleo diminui e torna-se cada vez mais estável. A taxa de nucleação  $I$  pode ser escrita como (TURBBULL; FISHER, 1949; FLEMINGS, 1974; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016):

$$I = \left(\frac{D}{a^2}\right) \left(\frac{4\pi r_C^2}{a^2}\right) C_L \exp\left(-\frac{16\pi\sigma_{SL}^3 T_F^2}{3(L\Delta T_R)^2 kT}\right) \quad (2.7)$$

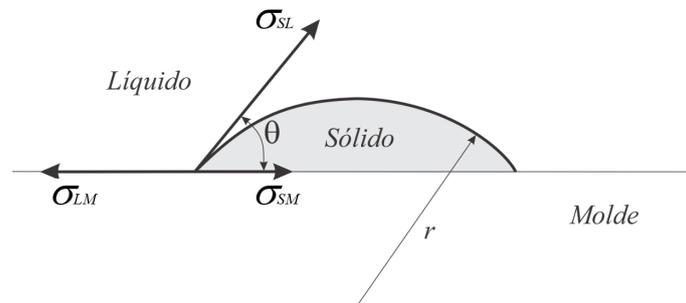
Onde  $I$  é a taxa de nucleação (núcleos/ $m^3s$ ),  $D$  é o coeficiente de difusão do líquido ( $m^2/s$ ),  $a$  é a distância que um átomo do líquido deve superar para agregar-se ao núcleo sólido (m),  $C_L$  é o número de átomos/ $m^3$  no líquido,  $k$  é a constante de Boltzmann e  $T$  é a temperatura de nucleação ( $T_F - \Delta T_R$ ).

### 2.2.2 Nucleação heterogênea

Na maior parte dos processos de solidificação reais ocorre a nucleação homogênea. Fatores diversos, como a presença de impurezas no material, a presença de paredes do molde, fatores químicos de modo geral e fatores externos durante o processo, contribuem, significativamente, para a formação de um núcleo sólido à partir da fase líquida, pois esses fatores diminuem a energia superficial necessária para formar um núcleo (FLEMINGS, 1974; CAMPOS FILHO; DAVIES, 1978; GARCIA, 2007; TOLEDO, 2013; STEFANESCU, 2015; FREITAS, 2016).

A Figura 2.7 mostra a formação de uma calota esférica, com raio  $r$  e um ângulo  $\theta$ , sobre a superfície de um molde. Nesse esquema, existem três energias diferentes para serem analisadas:  $\sigma_{SL}$  é a energia superficial entre o sólido e o líquido,  $\sigma_{SM}$  é a energia entre o molde e o sólido e  $\sigma_{LM}$  é a energia entre o líquido e o molde (TOLEDO, 2013; STEFANESCU, 2015; FREITAS, 2016).

Figura 2.7 - Representação de uma gota sobre a a parede do molde



Fonte: Adaptado de Stefanescu (2015)

O ângulo de contato é determinado pelo balanço de energia superficial:

$$\sigma_{LM} = \sigma_{SM} + \sigma_{SL} \cos \theta \quad (2.8)$$

O volume da calota esférica pode ser escrito por:

$$V = \frac{\pi r^3}{3} (2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta) \quad (2.9)$$

A área de contato entre o sólido e o líquido é:

$$S_{SL} = 2\pi r^2(1 - \cos \theta) \quad (2.10)$$

E a área de contato entre o sólido e o molde é:

$$S_{SM} = \pi(r \sin \theta)^2 \quad (2.11)$$

A formação da calota esférica envolve a formação de uma nova camada superficial,  $S_{SL}$ , através da variação de energia de  $\sigma_{LM}$  para  $\sigma_{SM}$  na área de contato  $S_{SM}$ . Assim, a energia livre de formação é:

$$\Delta G = S_{SL}\sigma_{SL} + S_{SM}(\sigma_{SM} - \sigma_{LM}) + V\Delta G_V \quad (2.12)$$

Sendo  $\Delta G_V = L \frac{\Delta T_R}{T_F}$  a variação de energia por unidade de volume.

De modo análogo, podemos escrever a variação crítica da energia livre para a nucleação heterogênea como:

$$\Delta G_C = \frac{16\pi\sigma^3_{SL}T_F^2}{3(L\Delta T_R)^2} \left[ \frac{1}{4}(2 - 3\cos\theta + \cos^3\theta) \right] \quad (2.13)$$

onde  $S(\theta)$  é uma função que depende do ângulo de contato.

$$S(\theta) = \frac{1}{4} (2 - 3\cos\theta + \cos^3\theta) \quad (2.14)$$

O fator  $S(\theta)$  varia entre  $0 \leq S(\theta) \leq 1$ , chegando a conclusão de que, no limite, a nucleação heterogênea torna-se homogênea. O ângulo de molhamento influencia diretamente na taxa de nucleação, pois pode ser entendido com um fator de redução em função do ângulo de contato (CHALMERS, 1964; FLEMINGS, 1974; GARCIA, 2007; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016). Logo:

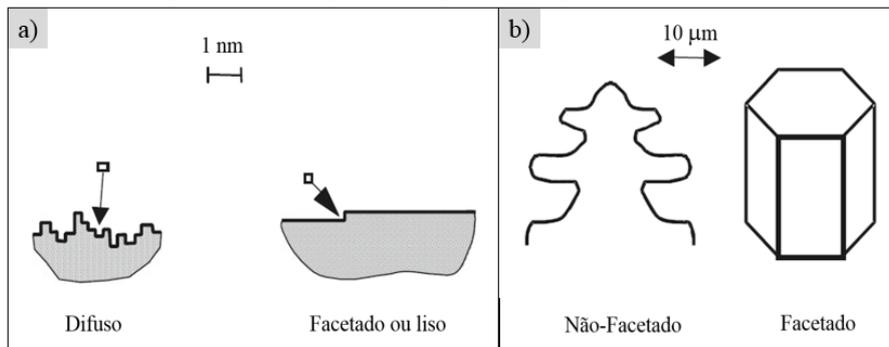
$$I = \left(\frac{D}{a^2}\right) \left(\frac{2\pi r_C^2(1 - \cos\theta)}{a^2}\right) C_a \exp \left[ \left(-\frac{16\pi\sigma_{SL}^3 T_F^2}{3(L\Delta T_R)^2 kT}\right) S(\theta) \right] \quad (2.15)$$

onde  $C_a$  é o número de átomos presentes na superfície do molde por unidade de volume.

Uma vez formado o núcleo sólido estável o processo de crescimento se inicia. Átomos presentes na fase líquida podem se unir com os átomos da fase sólida e aumentar o núcleo ou, ainda, mesmo que os átomos da fase sólida estejam mais estáveis, alguns átomos na interface sólido/líquido podem migrar da fase sólida para a fase líquida (CHALMERS, 1964; CAMPOS FILHO; DAVIES, 1978; GARCIA, 2007; TOLEDO, 2013; STEFANESCU, 2015; FREITAS, 2016).

O crescimento depende, também, do tipo de interface sólido-líquido presente durante a solidificação. As interfaces definidas são *facetadas* e *difusas* (CHALMERS, 1964; CAMPOS FILHO; DAVIES, 1978; GARCIA, 2007; STEFANESCU, 2015; FREITAS, 2016). A Figura 2.8 mostra uma representação nas escalas existentes de interface atômica e micrométrica.

Figura 2.8 - Representação dos tipos de interfaces



a) Escala atômica e b) escala micrométrica

Fonte: Adaptado de Stefanescu (2015)

A incorporação de novos átomos no núcleo sólido acontece de forma contínua, ou *crescimento contínuo*, quando a interface é do tipo difusa, e de forma lateral, ou *crescimento lateral*, quando a interface é do tipo facetada (CHALMERS, 1964; FLEMINGS, 1974; GARCIA, 2007; TOLEDO, 2013; STEFANESCU, 2015; FREITAS, 2016).

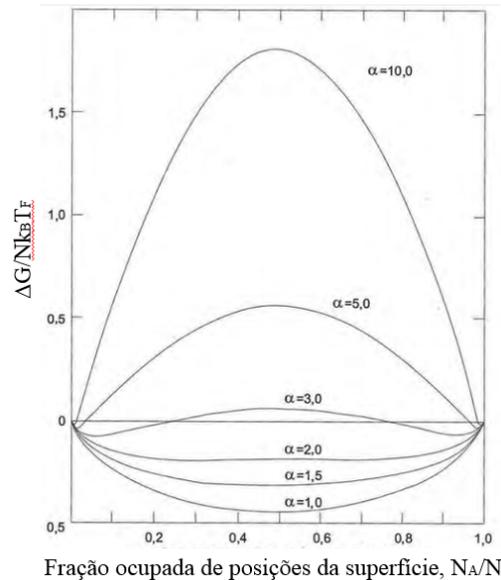
A variação da energia livre disponível determina o tipo de interface que assumirá, dependendo da razão  $\alpha$  entre a entropia de fusão  $\Delta S_F$  e a constante universal dos gases  $R$ , conforme proposto por Jackson (1958). Para uma interface facetada, é possível escrever (GARCIA, 2007; TOLEDO, 2013; STEFANESCU, 2015; FREITAS, 2016):

$$\frac{\Delta G}{Nk_B T_F} = \alpha N_A \frac{N - N_A}{N^2} - \ln \frac{N}{N - N_A} - \frac{N_A}{N} \ln \frac{N - N_A}{N} \quad (2.16)$$

sendo  $N$  o número de átomos presentes em uma camada completa da superfície e  $N_A$  o número de átomos na superfície.

A Figura 2.9 mostra a variação de energia livre na superfície em função da fração das posições ocupadas. É possível verificar que  $\alpha \leq 2$  implica na menor variação de energia livre e ocorre quando metade das posições disponíveis na superfície são preenchidas. Para valores  $\alpha = 3$ , é possível verificar que existem duas regiões onde ocorrem a minimização da energia livre: a primeira quando aproximadamente 5% das posições disponíveis são preenchidas e a segunda quando 95% das posições disponíveis estão preenchidas. A medida que  $\alpha$  vai aumentando, a interface vai migrando de facetada para difusa, ou um conjugado entre facetado-difuso (TOLEDO, 2013; STEFANESCU, 2015; FREITAS, 2016).

Figura 2.9 - Energia livre superficial em função das posições disponíveis na superfície



Fonte: Adaptado de Stefanescu (2015)

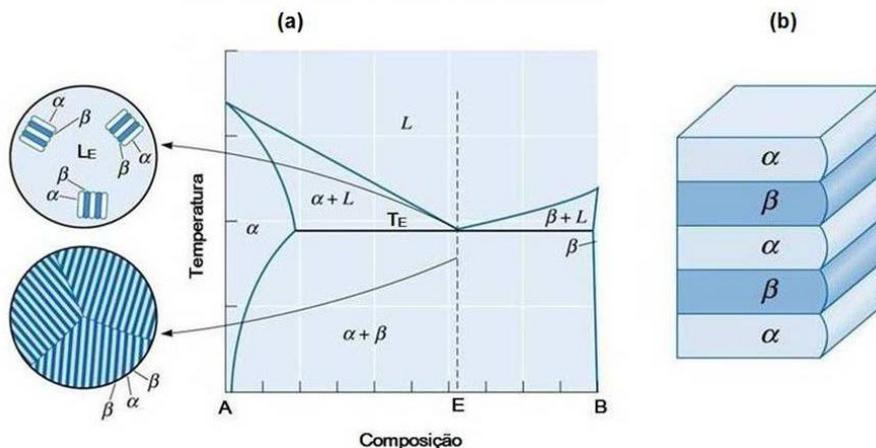
### 2.2.3 Ligas eutéticas

A teoria da solidificação pode ser aplicada no estudo envolvendo a solidificação de ligas eutéticas, como a liga escolhida neste trabalho ( $Bi_{57}Sn_{43}\%$ p.). A solidificação de um líquido eutético é o processo de crescimento de duas fases sólidas, ( $\alpha$  e  $\beta$ ), e a principal característica desse tipo de liga é o ponto de fusão total ser menor que o ponto de fusão de seus elementos constituintes puros,  $A$  e  $B$  (GARCIA, 2007; CALLISTER, 2007; TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016). Uma reação eutética pode ser escrita como:



A Figura 2.10 mostra (a) um diagrama binário de uma liga eutética simples, onde pode acontecer a solubilidade completa, no estado líquido, e parcial, no estado sólido. O ponto eutético é aquele formado pelo encontro das linhas *liquidus* e, abaixo delas, estão as linhas *solidus*, unidas por uma linha horizontal de temperatura eutética. É possível verificar, ainda, que existem três fases distintas,  $\alpha$ ,  $\beta$  e líquida, sendo que, a fase  $\alpha$  é uma solução sólida rica em  $A$  e  $\beta$  é solução sólida rica em  $B$  (CALLISTER, 2007; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

Figura 2.10 - Diagrama binário e esquema de uma liga eutética simples



a) Diagrama de fases de um eutético binário e b) Representação da interface eutética.

Fonte: Adaptado de Callister (2007)

A presença de mais de uma fase pode originar vários tipos de microestruturas após a

solidificação. Baseado em trabalhos de [Hunt e Jackson \(1966\)](#), sobre a cinética interfacial das fases constituintes, foi proposto um critério para definir, em três categorias, os sistemas eutéticos ([CAMPOS FILHO; DAVIES, 1978](#); [GARCIA, 2007](#); [TOLEDO, 2013](#); [STEFANESCU, 2015](#); [FREITAS, 2016](#)):

- Regulares: formados pelos eutéticos em que as fases apresentam baixa entropia de fusão. Tem morfologia do tipo Difusa/Difusa, apresentando dois tipos de microestruturas (lamelares ou fibrosas);
- Irregulares: formados pelos eutéticos onde ambas as fases crescem com interfaces facetadas. Sua morfologia é do tipo Difusa/Facetada ou Facetada/Facetada e apresenta microestruturas aleatórias das duas fases;
- Regulares Complexas: os eutéticos que compõem esse grupo são formados por duas fases, onde uma delas possui uma entropia de fusão elevada e a outra possui baixa entropia de fusão. A morfologia é do tipo Difusa/Facetada com duas regiões distintas sendo uma com orientação aleatória e a outra com orientação repetitiva.

## 2.3 Transferência de calor

Como visto na Seção 2.2 - Solidificação, a energia térmica é uma variável importante, porém não deve ser o único parâmetro de análise para a determinação da microestrutura durante o processo. A velocidade (taxa) na qual essa transferência de calor ocorre e a forma (mecanismo), que pode ocorrer de forma direta ou através de algum tipo de troca de calor, também são importantes.

A taxa de transferência de calor pode ocorrer de duas formas e podem ser denominadas taxa de transferência de calor em regime permanente e regime transiente. No regime transiente, a temperatura de um corpo varia em função do tempo, já no regime permanente, a variação da temperatura dentro do corpo não acontece, ou seja, permanece constante ([INCROPERA et al., 2008](#); [ÇENGEL, 2010](#)).

No que diz respeito a forma, existem três mecanismos de transferência de calor: condução, convecção e radiação.

### 2.3.1 Condução

A condução térmica é uma forma de transmissão de energia baseada na atividade atômica de um meio, por conta de uma diferença de temperatura e transferência de

calor, e é regida pela *Lei de Fourier* (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).

A lei de Fourier é fenomenológica e pode ser expressa por:

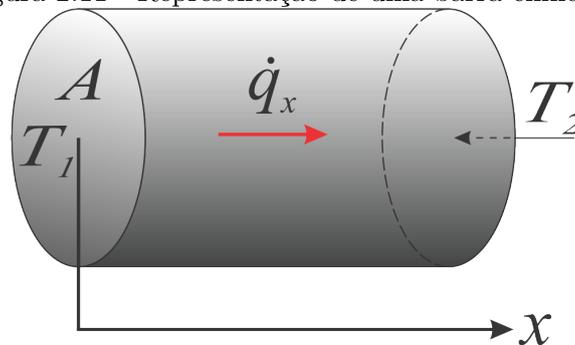
$$\dot{q} \propto A \frac{\Delta T}{\Delta x} \quad (2.18)$$

Essa proporcionalidade da relação pode ser substituída por uma igualdade com base em experimentos observados, pois objetos confeccionados de diferentes materiais apresentaram resultados diferentes. Essa característica pode ser definida como condutividade térmica do material  $k$  (INCROPERA et al., 2008). Assim, a lei de Fourier pode ser reescrita:

$$\dot{q} = kA \frac{\Delta T}{\Delta x} \quad (2.19)$$

A Figura 2.11 mostra uma barra cilíndrica isolada termicamente ao longo do eixo  $x$  possuindo valores de temperatura diferentes em cada extremidade.

Figura 2.11 - Representação de uma barra cilíndrica



Fonte: Adaptado de Incropera et al. (2008)

Com base em experiências anteriores, variando a área da seção da barra, a diferença de temperatura e a distância entre as extremidades, chega-se a seguinte relação de igualdade:

$$\dot{q} = -k A \frac{dT}{dx} \quad (2.20)$$

onde  $\dot{q}$  é a taxa de transferência de calor por condução,  $k$  a condutividade térmica,  $A$  é a área da seção por onde a energia térmica flui e  $\frac{dT}{dx}$  é o gradiente de temperatura na seção.

A razão de ter aparecido um sinal negativo na equação é que a direção do aumento da distância  $x$  deve ser a direção do fluxo de calor positivo. Como o calor flui do ponto de temperatura mais alto para o mais baixo, o fluxo só será positivo quando o gradiente de temperatura for negativo (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).

### 2.3.2 Convecção

A convecção pode ser definida por um processo no qual a energia é transferida de regiões com temperaturas elevadas para regiões de menor temperatura através de uma combinação entre condução de calor, movimento de mistura e armazenamento de energia (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010). Para a convecção térmica, existem duas formas que requerem abordagens distintas durante o estudo: convecção natural e convecção forçada.

A Figura 2.12 mostra a representação de uma placa sendo refrigerada com o auxílio de um agente externo, no caso, um ventilador. A velocidade do fluido próximo a placa é baixa por conta das forças viscosas e, nessa região, o calor é transferido por condução sendo as partículas presentes responsáveis pelo armazenamento da energia. Na medida em que essas partículas carregadas passam para a região onde o fluido possui velocidades maiores, elas acabam sendo levadas e transferem, assim, sua energia para as regiões onde a temperatura é menor. Neste caso, o fenômeno envolvido é chamado de convecção forçada, pois o movimento de mistura foi induzido por um agente externo (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).

Figura 2.12 - Refrigeração de superfície por meio de um ventilador



Fonte: Adaptado de Incropera et al. (2008)

Ao retirar o agente externo, a região próxima a placa continua recebendo o calor

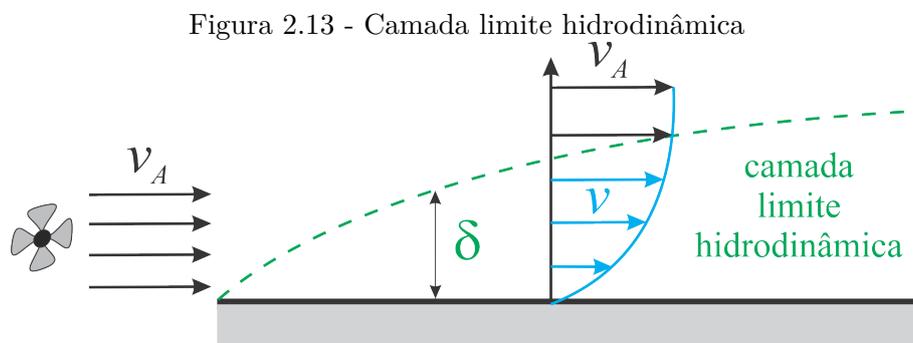
através da condução térmica, implicando, assim, na diminuição da densidade do fluido em relação ao que se situa mais distante da placa e essa alteração na densidade causa um deslocamento do mesmo na direção vertical, de modo ascendente. Por conservação de massa, a região será preenchida por uma porção do fluido com densidade maior, ou seja, mais fria. Neste caso a convecção é chamada natural (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).

O calor transferido por convecção por unidade de tempo, entre uma superfície e um fluido, pode ser calculado através da relação proposta por Isaac Newton, também conhecida como *Lei do Resfriamento de Newton* (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010):

$$\dot{q} = h A \Delta T \quad (2.21)$$

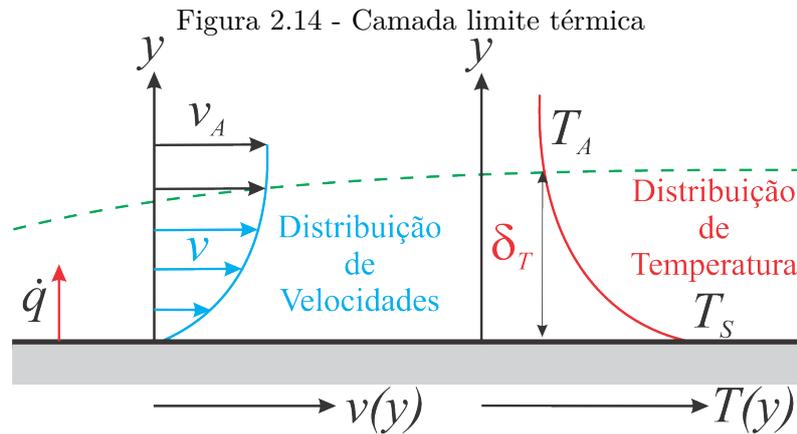
onde  $\dot{q}$  é o fluxo de calor transferido por convecção,  $A$  é a área de transferência de calor,  $\Delta T$  é a variação de temperatura e  $h$  é o coeficiente de transferência de calor por convecção ou coeficiente de película, que se trata de uma função complexa envolvendo o escoamento, propriedades físicas do fluido e geometria do sistema (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).

No que diz respeito ao escoamento, na medida em que ocorre o movimento do fluido sobre uma superfície é formada uma região denominada *camada limite hidrodinâmica* (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010), onde as partículas possuem um perfil de velocidades que variam conforme se afastam da área, como pode ser visto na Figura 2.13.



Fonte: Adaptado de Incropera et al. (2008)

Se esse plano possuir uma temperatura maior que a temperatura do fluido escoando é formada uma região onde as propriedades físicas (densidade, por exemplo) do fluido variam significativamente e pode ser chamada de *camada limite térmica* (Figura 2.14) (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).



Fonte: Adaptado de Incropera et al. (2008)

A convecção pode ser definida como uma ação combinada entre a condução de calor na camada limite hidrodinâmica, o mesmo fenômeno na camada limite térmica e o movimento de mistura (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010). Com elevados gradientes térmicos o fenômeno da convecção se reduz ao mecanismo de condução, ou seja, a camada limite térmica pode ser considerada como uma parede com espessura ( $\delta_T$ ) e condutividade térmica  $k$ .

$$\dot{q} = \frac{kA(T_s - T_\infty)}{\delta_T} \quad (2.22)$$

substituindo a relação acima na Equação 2.21, tem-se:

$$\dot{q} = \frac{kA(T_s - T_\infty)}{\delta_t} \quad (2.23)$$

$$hA(T_s - T_\infty) = \frac{kA(T_s - T_\infty)}{\delta_t}$$

$$h = \frac{k}{\delta_t} \quad (2.24)$$

A Equação 2.24 mostra que o coeficiente de película é inversamente proporcional a espessura da camada limite térmica. Assim, com o aumento da velocidade do escoamento sobre a superfície a camada limite térmica reduz, implicando no aumento da taxa de transferência de calor por convecção (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).

### 2.3.3 Radiação

A Radiação Térmica é o processo pelo qual o calor é transferido de um corpo, temperatura não nula, sem a necessidade de um meio material, ocorrendo perfeitamente no vácuo, pois se propaga através de ondas eletromagnéticas. Assim, a radiação térmica é um fenômeno ondulatório conhecidos como espectro eletromagnético e se assemelha às ondas de rádio, radiações luminosas, raio-X, etc, diferindo apenas no comprimento de onda (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).

A radiação emitida por uma superfície de área  $A$ , juntamente com sua taxa, é conhecida como poder emissivo,  $E$ , e é limitada superiormente pela *lei de Stefan-Boltzmann* (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).

$$E = \sigma T_S^4 \quad (2.25)$$

onde  $T_S$  é a temperatura absoluta da superfície e  $\sigma$  é a constante de Stefan-Boltzmann.

Uma superfície ideal é chamada de *corpo negro* e, para superfícies reais, o fluxo térmico emitido é menor e são chamadas de *cinzentas*. O termo  $0 \leq \epsilon \leq 1$  (emissividade) é introduzido na equação para relacionar a radiação de uma superfície cinzenta com a superfície de um corpo negro (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010). A lei de Stefan-Boltzmann pode ser escrita:

$$E = \epsilon\sigma T_S^4 \quad (2.26)$$

Quando duas superfícies trocam calor por radiação, essa troca é proporcional à diferença de  $T^4$  (ÇENGEL, 2010; INCROPERA et al., 2008). Assim:

$$q = \epsilon\sigma A(T_1^4 - T_2^4) \quad (2.27)$$

Além disso, deve ser considerado que parte da radiação que deixa uma superfície, atinge a outra superfície. Uma vez que a radiação eletromagnética se propaga, segundo linhas retas, há perdas para o ambiente e, para corrigir a transferência, é utilizado um *fator de forma*,  $f_F$  (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010).

$$\dot{q} = \epsilon f_F \sigma A(T_1^4 - T_2^4) \quad (2.28)$$

Neste trabalho será considerado o fator de forma  $f_F = 1$ , pois as amostras a serem analisadas estão emitindo radiação por toda a superfície.

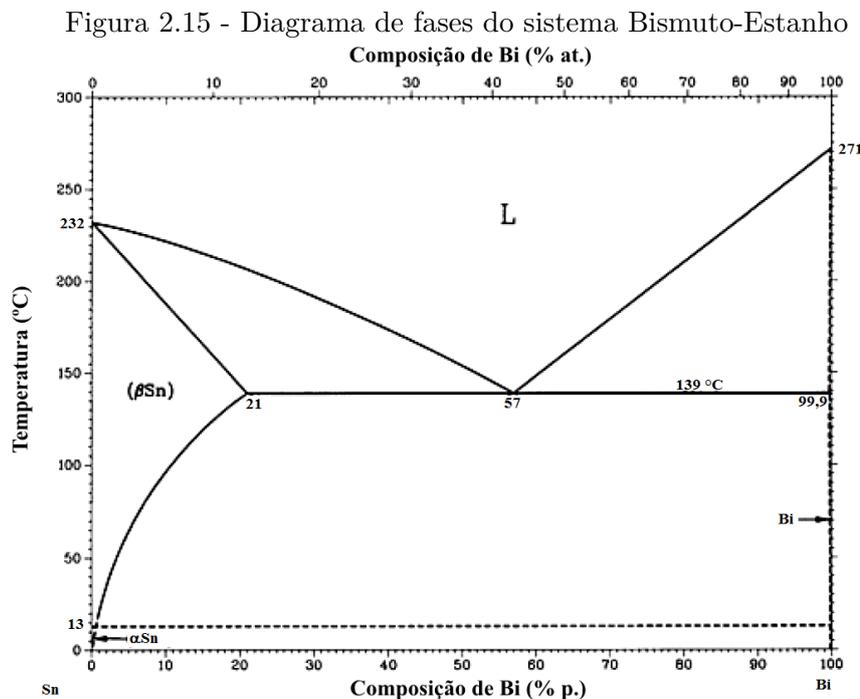
## 2.4 Sistema Bismuto-Estanho

O BiSn é um sistema eutético binário típico que, por conta de sua importância industrial como um possível substituto da liga de solda de PbSn, tem sua estrutura de solidificação e propriedades investigadas por diversos métodos ao longo dos anos, devido aos problemas ocasionados pelo Pb. Essas ligas podem ser utilizadas em equipamentos sensíveis ao calor e que requerem um baixo ponto de fusão, para evitar, assim, a degradação térmica dos componentes e podem, ainda, ser aplicados na fabricação de rolamentos, reatores, carcaças e proteções radioativas (LOVE, 1953; SEEDS, 1969; FELTON et al., 1994; MEI et al., 1996; GUPTA et al., 2008; FIORUCCI et al., 2012; HEILES et al., 2012; TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Nas ligas de solda de BiSn, o estanho representa o elemento que dá fluidez à liga, ou seja, facilidade de preencher o vazio das juntas a serem soldadas, e molhabilidade, a habilidade de um líquido em manter contato com a superfície sólida, resultante de interações intermoleculares quando os dois são colocados juntos. O grau de molhabilidade é determinado por um equilíbrio de forças de aderência e de coesão e pode ser determinada à partir de um ângulo de contato, sendo que um menor ângulo implica em maior molhabilidade e, assim, maior é a capacidade de entrar em contato com

os metais-base e formar, com eles, ligas metálicas. O bismuto serve como fundente, ou seja, reduz o ponto de fusão da liga (FIORUCCI et al., 2012; FREITAS, 2016).

A Figura 2.16 mostra o diagrama de equilíbrio de fases do sistema BiSn. Nesse trabalho será utilizado a liga eutética do sistema BiSn, com composição de  $Bi_{57}Sn_{43}\%$ p., que possui ponto de fusão de 139°C. Essa é uma das ligas utilizadas pelo grupo TEC-MAT, atualmente, em suas pesquisas sobre a influência da gravidade na solidificação de ligas eutéticas, com experimentos que abrangem tanto a macrogravidade (centrífugas) e microgravidade (tubos de queda livre e foguetes de sondagem), quanto os experimentos em gravidade terrestre (técnica de Bridgman) (TOLEDO et al., 2010; AN et al., 2011; FREITAS, 2011; TOLEDO et al., 2012; TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).



Fonte: Adaptado de Okamoto (1992)

A Tabela 2.1 mostra os valores das propriedades da liga de bismuto-estanho na composição eutética,  $Bi_{57}Sn_{43}\%$ p.. As propriedades listadas serão utilizadas, posteriormente, para os cálculos envolvendo taxa de transferência de calor através do modelo 3.1.

Quando solidificadas em condições de gravidade terrestre, a liga  $Bi_{57}Sn_{43}\%$ p., apre-

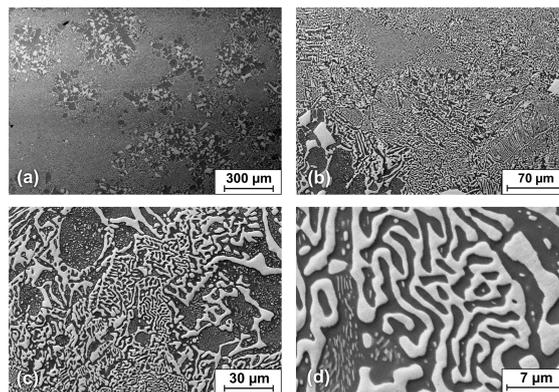
Tabela 2.1 - Propriedades da liga eutética de BiSn

Parâmetro	Símbolo	Valor	Unidade
Massa específica	$\rho_s$	8730	$kg.m^{-3}$
Calor específico	$c_{p_s}$	167	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
Entalpia	$\Delta H$	44800	$J.kg^{-1}$
Tensão superficial	$\gamma$	439	$N.m^{-1}$
Temperatura de fusão	$T_F$	412	$K$

Fonte: Adaptado de (PLEVACHUK et al., 2010)

senta uma microestrutura conforme a Figura 2.16 obtida por Freitas (2016).

Figura 2.16 - Imagens MEV da liga de bismuto-estanho eutética solidificada em 1g.

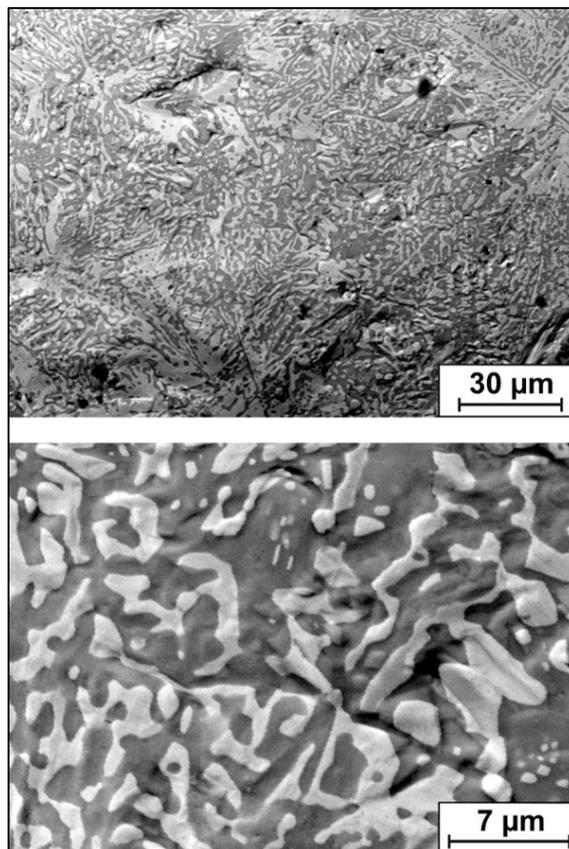


Fase clara: rica em bismuto; fase escura: rica em estanho

Fonte: Freitas (2016)

Como visto na Seção 2.1.4.1, o ambiente de microgravidade influencia nas propriedades e na microestrutura durante a solidificação, o que pode ser verificado na Figura 2.17:

Figura 2.17 - Imagens MEV da liga de bismuto-estanho eutética solidificada em microgravidade.



Fase clara: rica em bismuto; fase escura: rica em estanho

Fonte: Adaptado de Freitas (2016)

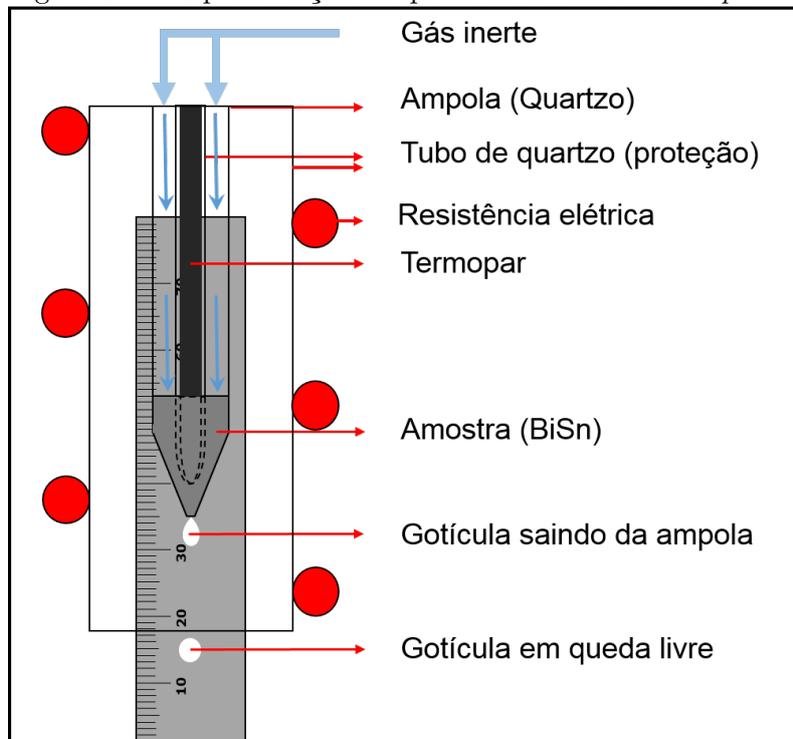
### 3 ANÁLISE TEÓRICA

#### 3.1 Modelo de transferência de calor

Neste trabalho foi desenvolvido um modelo de transferência de calor para a liga eutética de BiSn, baseado no modelo desenvolvido por Toledo (2013), Toledo et al. (2014) para a liga eutética PbSn, durante a solidificação em *drop tube* (FREITAS, 2016). Neste trabalho foi inserido no modelo existente, a transferência de calor por radiação e as propriedades termodinâmicas dos gases variáveis, em função do perfil de temperatura do tubo.

A Figura 4.8 mostra uma representação de como as gotículas são obtidas em tubos de queda livre. A liga estudada está inserida dentro de uma ampola de quartzo, que é colocada em um ambiente pressurizado, e, na parte superior da ampola, existe a conexão direta com a linha de gás por onde é efetuado o disparo. Todo o conjunto está envolvido por uma resistência elétrica necessária para a fusão da liga dentro da ampola. A escala milimetrada auxilia durante as filmagens na determinação da velocidade inicial das gotículas (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

Figura 3.1 - Representação da queda da amostra no *drop tube*.



Fonte: Produção do autor

O modelo de transferência de calor das gotículas solidificadas em queda livre considera:

- a queda livre ocorre sob ação da aceleração gravitacional;
- a dissipação de calor ocorre através de um mecanismo combinado entre convecção e radiação;
- as amostras são pequenas esferas;
- o gradiente de temperatura no interior das amostras não será considerado;
- o gradiente de temperatura no interior do tubo ao longo do eixo vertical (eixo  $z$ )

O gradiente de temperatura no interior das gotículas foi desconsiderado, pois, de acordo com o número de Biot que define o regime de transferência de calor por condução a ser utilizado nos problemas, podendo ser considerado como estacionário ( $Biot < 0, 1$ ), a esfera estará sobre a mesma temperatura entre sua superfície e o centro (temperatura constante). Caso  $Biot > 0, 1$ , existe um perfil de temperatura diferenciado e, para esses casos, o problema de transferência de calor no corpo é considerado em regime transiente. O número de Biot pode ser escrito como (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010);

$$Biot = \frac{hL_c}{k} \quad (3.1)$$

onde  $h$  é o coeficiente convectivo de transferência térmica,  $L_c$  é o comprimento característico, podendo ser definido pela razão entre o volume e a área superficial do objeto de estudo, e  $k$  é a condutividade térmica do objeto.

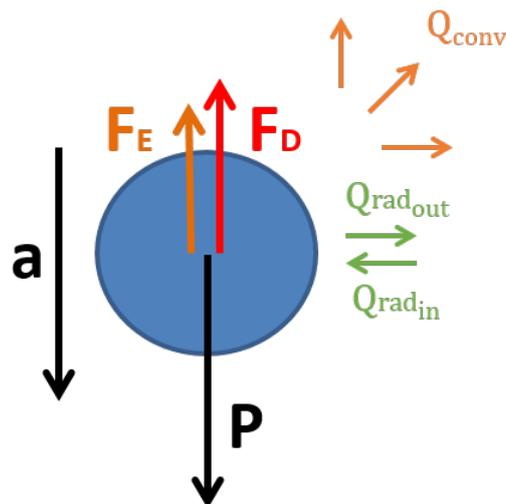
A Tabela 3.1 apresenta os resultados dos cálculos para o número de Biot, aplicado no problema de estudo desse trabalho, para diferentes diâmetros de gotículas. Os resultados mostram que pode ser realizada uma abordagem estacionária para a transferência de calor por condução na gotícula.

Tabela 3.1 - Cálculo do número de Biot em função do diâmetro das esferas

Diâmetro [m]	Número de Biot
$1 \cdot 10^{-4}$	0,001
$3 \cdot 10^{-4}$	0,003
$5 \cdot 10^{-4}$	0,006
$9 \cdot 10^{-4}$	0,010
$18 \cdot 10^{-4}$	0,020

A Figura 3.2 mostra o diagrama de forças e o balanço de energia em uma gotícula na situação estudada.

Figura 3.2 - Forças atuantes e balanço de energia em uma esfera durante a solidificação em *drop tube*.



Fonte: Produção do autor.

O somatório de todas as forças atuantes em um corpo ( $F$ ) é proporcional a massa desse corpo e à aceleração resultante (Equação 3.2). Pode-se considerar três forças atuantes no corpo: a força peso do material ( $P$ ), a força de arrasto do gás ( $F_D$ ) e a força do empuxo ( $F_E$ ) (HALLIDAY, 1994; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

$$\sum F = ma \quad (3.2)$$

A força resultante ( $F$ ) pode ser escrita como:

$$F = P - F_D - F_E \quad (3.3)$$

ou, ainda:

$$F = ma = m \frac{dv}{dt} \quad (3.4)$$

onde  $m$  é a massa da amostra e  $a$  é a aceleração resultante do sistema.

Por conveniência, as equações serão escritas em função dos parâmetros do sistema, ou seja, das propriedades dos gases e da liga estudada (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

O volume da esfera pode ser escrito pela Equação 3.5 que, ao substituir a equação do volume na equação da densidade, obtém-se:

$$V = \frac{4}{3} \pi r^3 = \frac{4}{3} \pi \frac{D^3}{8} = \frac{\pi D^3}{6} \quad (3.5)$$

$$\begin{aligned} m &= \rho_s V \\ m &= \frac{\pi \rho_s D^3}{6} \end{aligned} \quad (3.6)$$

onde  $V$  é o volume da amostra,  $r$  e  $D$  representam o raio e o diâmetro da esfera, respectivamente, e  $\rho_s$  é a densidade da amostra. Escrevendo a aceleração em termos de velocidade (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016):

$$F = \frac{\pi \rho_s D^3}{6} \frac{dv}{dt} \quad (3.7)$$

onde  $v$  é a velocidade da esfera e  $t$  é o tempo de queda.

O termo peso ( $P$ ) da Equação 3.3 pode ser escrito como:

$$P = m_s g \quad (3.8)$$

onde  $g$  é a aceleração da gravidade.

De modo análogo à Equação 3.4, o termo  $m_s$  da Equação 3.6 pode ser substituído na Equação 3.8 (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

$$P = \frac{\pi \rho_s D^3}{6} g \quad (3.9)$$

A força de arrasto ( $F_D$ ) pode ser escrita como a Equação 3.10 (HALLIDAY, 1994; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

$$F_D = \frac{1}{2} \rho_f v^2 A C_D \quad (3.10)$$

onde  $\rho_f$  é a densidade do fluido,  $v$  a velocidade,  $C_D$  é o coeficiente de arrasto e  $A$  é a área da seção transversal da esfera, dada pela Equação 3.11.

$$A = \pi r^2 = \frac{\pi D^2}{4} \quad (3.11)$$

Substituindo a Equação 3.11, na 3.10, tem-se:

$$F_D = \frac{\pi}{8} \rho_f v^2 D^2 C_D \quad (3.12)$$

A Força de empuxo ( $F_E$ ) pode ser escrita como:

$$F_E = \rho_f g V \quad (3.13)$$

Substituindo a Equação 3.5 na equação acima,

$$F_E = \rho_f g \frac{\pi D^3}{6} \quad (3.14)$$

Substituindo as Equações 3.7, 3.9, 3.12 e 3.14, na Equação 3.3 e escrevendo em

termos de velocidade:

$$\begin{aligned}
F &= P - F_D - F_E \\
\left[ \frac{\pi \rho_s D^3}{6} \frac{dv}{dt} \right] &= \left[ \frac{\pi \rho_s D^3}{6} g \right] - \left[ \frac{\pi}{8} \rho_f v^2 D^2 C_D \right] - \left[ \frac{\pi D^3}{6} \rho_f g \right] \\
\left( \frac{\pi \rho_s D^3}{6} \right) \frac{dv}{dt} &= \left( \frac{\pi \rho_s D^3}{6} \right) \left[ g - \frac{6}{8} \frac{\rho_f}{\rho_s} v^2 \frac{D^2}{D^3} C_D - \frac{\rho_f}{\rho_s} g \right] \\
dv &= \left[ g - \frac{3}{4} \frac{\rho_f}{\rho_s} \frac{v^2 C_D}{D} - \frac{\rho_f}{\rho_s} g \right] dt \tag{3.15}
\end{aligned}$$

O coeficiente aerodinâmico  $C_D$ , ou de arrasto, é um coeficiente dependente da forma do objeto e do tipo de escoamento do fluido (laminar ou turbulento) (FOX; MACDONALD, 1988; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016), pode ser determinado por um número adimensional, número de Reynolds ( $Re$ ) (ROTT, 1990; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016), e pode ser escrito por:

$$Re = \frac{\rho_f v D}{\mu_f} = \frac{v D}{\nu_f} \tag{3.16}$$

sendo  $\mu_f$ , a viscosidade dinâmica, e  $\nu_f$ , a viscosidade cinemática do fluido.

O número de Reynolds pode ser entendido como a razão entre as forças inerciais e as forças viscosas. Valores relativamente grandes caracterizam escoamentos turbulentos e valores relativamente pequenos indicam escoamentos laminares (FOX; MACDONALD, 1988; INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016). A Equação 3.16 pode ser escrita em termos da velocidade e elevada à potência dois, resultando:

$$v^2 = \frac{Re^2 \nu_f^2}{D^2} \tag{3.17}$$

e substituindo a Equação 3.17 na 3.15:

$$dv = \left[ g - \frac{3}{4} \frac{\rho_f}{\rho_s} \frac{\nu_f^2 C_D Re^2}{D^3} - \frac{\rho_f}{\rho_s} g \right] dt \tag{3.18}$$

O número de Reynolds também pode ser aplicado no estudo de um escoamento sobre esferas através da relação proposta por Morrison (2013) para calcular o coeficiente aerodinâmico  $C_D$ . Essa equação é válida para um intervalo igual a  $(0,01 < Re < 10^7)$  (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016):

$$C_D = \frac{24}{Re} + \frac{2,6 \left(\frac{Re}{5,0}\right)}{1 + \left(\frac{Re}{5,0}\right)^{1,52}} + \frac{0,411 \left(\frac{Re}{263000}\right)^{-7,94}}{1 + \left(\frac{Re}{263000}\right)^{-8,00}} + \left(\frac{Re^{0,80}}{461000}\right) \quad (3.19)$$

Multiplicando a Equação 3.19 por  $Re^2$ , tem-se:

$$C_D Re^2 = 24Re + \frac{0,52 Re^3}{1 + \left(\frac{Re}{5,0}\right)^{1,52}} + \frac{0,19 Re^{2,06}}{1 + \left(\frac{Re}{263000}\right)^{8,00}} + \frac{Re^{2,80}}{461000} \quad (3.20)$$

A fim de obter a velocidade da gotícula em função do tempo de queda, pode-se substituir a Equação 3.20 na 3.18 e resolvê-la numericamente. No entanto, esse cálculo necessita de um valor para a velocidade inicial das gotículas ( $v_0$ ), que pode ser obtido experimentalmente por métodos empíricos (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016). Não havendo uma forma eficaz e precisa para sua obtenção, o desenvolvimento de um equipamento e uma metodologia, que foram propostos neste trabalho, são de extrema importância.

Uma vez determinada a velocidade das gotículas em função do tempo, é possível calcular a transferência de calor entre as gotículas e o ambiente, por estas estarem a uma temperatura superior àquele. De acordo com a Lei do Resfriamento de Newton (BIRD et al., 2004; INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010):

$$\dot{q}_{conv} = h A (T_s - T_f) \quad (3.21)$$

sendo  $\dot{q}_{conv}$ , a taxa de transferência de calor por convecção,  $h$ , o coeficiente de transferência de calor,  $A$ , a área de interface da superfície pela qual o calor será transferido,  $T_s$ , a temperatura da superfície, e  $T_f$ , a temperatura do fluido. A área ( $A$ ) é a área da esfera, dada por:

$$A = \pi D^2 \quad (3.22)$$

Embora o coeficiente de transferência de calor ( $h$ ) seja uma relação complexa, ele pode ser definido pelo número de Nusselt ( $Nu$ ) que, por sua vez, pode ser escrito como uma função do número de Prandtl ( $Pr$ ) e de Reynolds ( $Re$ ) (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

O número de Nusselt é um valor bastante utilizado para a determinação do coeficiente de transferência de calor por convecção (Equação 3.23) (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

$$\begin{aligned} Nu &= \frac{h D}{k_f} \\ h &= \frac{Nu k_f}{D} \end{aligned} \quad (3.23)$$

sendo que  $D$  é o diâmetro da gota e  $k_f$  é a condutividade térmica do fluido.

Expressando o número de Nusselt em função dos números adimensionais de Prandtl e de Reynolds (Equação 3.24) (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010):

$$Nu = 2 + Pr^{0,4} (0,4 Re^{\frac{1}{2}} + 0,06 Re^{\frac{2}{3}}) \quad (3.24)$$

sendo,

$$Pr = \frac{c_{p_f} \mu_f}{k_f} \quad (3.25)$$

onde  $c_{p_f}$  é o calor específico do fluido e  $\mu_f$  é a viscosidade dinâmica do fluido.

O número de Prandtl é adimensional e relaciona a difusividade de momento com a difusividade térmica na camada limite. Esse número pode ser considerado um número que mostra a eficiência destas transferências nas camadas limites de velocidade e térmica (INCROPERA et al., 2008; ÇENGEL, 2010)

A parte convectiva do modelo foi estabelecida. A parte radiativa, que é outra forma

de transferência de calor atuando na esfera, pode ser escrita através da relação:

$$\dot{q}_{rad} = \sigma \epsilon A(T_f^4 - T_s^4) \quad (3.26)$$

onde  $\dot{q}_{rad}$  é a taxa de transferência de calor por radiação,  $\sigma$  é a constante de Stefan-Boltzmann,  $\epsilon$  é a emissividade da amostra,  $T_f$  é a temperatura do fluido e  $T_s$  é a temperatura da superfície da gota.

Combinando o termo convectivo e o termo radiativo é possível escrever a transferência de calor atuando na esfera:

$$\begin{aligned} \dot{q} &= \dot{q}_{rad} - \dot{q}_{conv} \\ \dot{q} &= \sigma \epsilon A(T_f^4 - T_s^4) - h A(T_s - T_f) \end{aligned} \quad (3.27)$$

É possível escrever a Equação 3.27 em função dos números de Reynolds, Prandtl e Nusselt:

$$\begin{aligned} \dot{q} &= \sigma \epsilon A(T_f^4 - T_s^4) - h A(T_s - T_f) = \sigma \epsilon \pi D^2(T_f^4 - T_s^4) - h \pi D^2(T_s - T_f) \\ \dot{q} &= \sigma \epsilon \pi D^2(T_f^4 - T_s^4) - \frac{Nu k_f}{D} \pi D^2(T_s - T_f) \\ &= \sigma \epsilon \pi D^2(T_f^4 - T_s^4) - \pi k_f D(T_s - T_f) Nu \\ \dot{q} &= \sigma \epsilon A(T_f^4 - T_s^4) - \\ &\quad - \pi k_f D(T_s - T_f) \left[ 2 + Pr^{0,4} (0,4 Re^{\frac{1}{2}} + 0,06 Re^{\frac{2}{3}}) \right] \\ \dot{q} = \frac{dq}{dt} &= \sigma \epsilon \pi D^2(T_f^4 - T_s^4) - \\ &\quad - \pi k_f D(T_s - T_f) \left\{ 2 + \left( \frac{c_{p_f} \mu_f}{k_f} \right)^{0,4} \left[ 0,4 \left( \frac{D}{\nu_f} \right)^{\frac{1}{2}} v^{\frac{1}{2}} + 0,06 \left( \frac{D}{\nu_f} \right)^{\frac{2}{3}} v^{\frac{2}{3}} \right] \right\} \end{aligned} \quad (3.28)$$

Sabendo que a Equação 3.28 é uma equação diferencial de primeira ordem pode-se, através do método de Euler, fazer a seguinte aproximação:

$$\Delta q = \frac{dq}{dt} \Delta t \quad (3.29)$$

Durante o processo de queda ocorre a solidificação da gotícula, ou seja, ocorre a mudança de fase e pode ser escrito uma função para a quantidade de calor em função da fração solidificada (FREITAS, 2016). Segue:

$$Q = \dot{m} \Delta H = m f_S \Delta H = \frac{\pi \rho_s D^3}{6} f_S \Delta H \quad (3.30)$$

sendo  $Q$ , a quantidade calor,  $\dot{m}$ , a massa solidificada em função do tempo,  $f_S$ , a fração solidificada,  $\Delta H$ , a entalpia,  $m$ , a massa, e  $\rho_s$ , a densidade da amostra. Reescrevendo a Equação 3.30:

$$f_S = \frac{6 Q}{\pi \rho_s D^3 \Delta H} \quad (3.31)$$

Através da aproximação 3.29, pode-se reescrever a Equação 3.31:

$$\begin{aligned} f_S &= \frac{6}{\pi \rho_s D^3 \Delta H} \Delta q \\ &= \frac{6}{\pi \rho_s D^3 \Delta H} \frac{dq}{dt} \Delta t \end{aligned} \quad (3.32)$$

Assim, substituindo a Equação 3.28 na Equação 3.32, pode-se resolve-la numericamente obtendo a fração solidificada da esfera em função do tempo de queda.

### 3.2 Ordem de grandeza da microgravidade

Tratando-se de um experimento realizado em um ambiente de microgravidade, será utilizado um número para determinar a ordem de grandeza na qual as esferas estarão submetidas. A relação segue:

$$G_\mu = \frac{|g - a|}{g} \quad (3.33)$$

onde  $g$  é a aceleração gravitacional na superfície da Terra, possuindo o valor apro-

ximado igual a  $9,81m/s^2$ , e  $a$  é o valor da aceleração da esfera.

Considerando um corpo na superfície da Terra, em repouso, nosso diagrama (Equação 3.3) reduz-se apenas a:

$$\begin{aligned}F &= P - N \\ma &= 0 \\a &= 0\end{aligned}$$

substituindo na relação 3.33, tem-se  $G_\mu = 1g$ .

Para uma queda livre, no vácuo, nossa Equação 3.3 fica:

$$\begin{aligned}F &= P \\ma &= mg \\a &= g\end{aligned}$$

substituindo na mesma relação, tem-se  $G_\mu = 0g$ , indicando, assim, a condição de microgravidade.

A Tabela 3.2 mostra os valores calculados para uma esfera em queda, em um *drop tube* preenchido com alguns gases para uma temperatura de  $140^\circ\text{C}$ . A temperatura de  $140^\circ\text{C}$  foi escolhida em função da temperatura de fusão da liga  $Bi_{57}Sn_{43}\%$ p.(139 $^\circ\text{C}$ ).

Tabela 3.2 - Ordem de grandeza do ambiente de microgravidade em um tubo de queda livre em função do diâmetro das gotículas.

Diâmetro [ $\mu m$ ]	$G_\mu$ (Ordem de grandeza $10^x$ )		
	Ar	He	$N_2$
100	-2	-2	-3
300	-3	-3	-3
500	-4	-4	-4
700	-4	-4	-4
900	-4	-4	-4
1200	-4	-5	-4

### 3.3 Velocidade terminal

A velocidade terminal de qualquer corpo em queda vertical muda consideravelmente de acordo com sua massa, forma, densidade e com as propriedades do fluido ao qual está sob escoamento.

De acordo com a Equação 3.3 ( $F = P - F_D - F_E$ ), extraída do diagrama de forças apresentado na Figura 3.2, quando as forças atingem o equilíbrio entre si, existe uma condição de não imponderabilidade, ou seja, o sistema não encontra-se em microgravidade.

Para fins de comparação e análises posteriores foram calculados os valores das velocidades terminais, para diferentes diâmetros de esferas em diferentes ambientes composto por alguns gases. Como visto anteriormente, o coeficiente aerodinâmico muda de acordo com a velocidade (Reynolds), no entanto, foi fixado um valor constante igual  $C_D = 0,45$ . Substituindo  $F = 0$  na Equação 3.3, isolando  $v$  através das relações 3.9, 3.12 e 3.14 pode-se escrever:

$$\begin{aligned}
 F &= P - F_D - F_E \\
 0 &= \left[ \frac{\pi \rho_s D^3}{6} g \right] - \left[ \frac{\pi}{8} \rho_f v^2 D^2 C_{D_{esfera}} \right] - \left[ \frac{\pi D^3}{6} \rho_f g \right] \\
 v &= \left[ \frac{4}{3} \frac{D g}{C_{D_{esfera}}} \left( \frac{\rho_s}{\rho_f} - 1 \right) \right]^{\frac{1}{2}} \tag{3.34}
 \end{aligned}$$

Tabela 3.3 - Velocidades terminais calculadas teoricamente para diferentes diâmetros de esferas ( $C_{D_{esfera}} = 0,45$ )

Diâmetro [ $\mu m$ ]	Velocidade terminal [m/s]		
	Ar	He	$N_2$
100	3,87	12,21	4,62
300	6,70	21,15	8,00
500	8,65	27,30	10,33
700	10,23	32,30	12,22
900	11,60	36,63	13,86
1200	13,40	42,30	16,00

Devido às propriedades dos gases serem diferentes, observa-se que a velocidade terminal depende diretamente da massa específica do gás. O gás argônio é o que possui a massa específica maior, implicando, assim, em uma velocidade terminal menor, e o gás hélio é o gás onde uma gotícula possui a maior velocidade terminal, pois possui a menor massa específica dentre os gases dessa tabela.

### 3.4 Formação das amostras

As amostras são formadas durante a queda, ou seja, após a saída da liga líquida da ampola, e adquirem seu formato esférico (MACDONALD, 1954; ROUSSEAU et al., 2006; TRIPATHI et al., 2014) durante a mesma, e enquanto a liga está líquida, pois, desta forma, as forças de coesão e de tensão superficial seriam as únicas agindo nos fragmentos. Caso a solidificação acontecesse na saída da ampola, os exemplares possuiriam um formato de elipsóides (Figura 3.3):

Figura 3.3 - Perfil das amostras em função do tipo de formação das gotas



Fonte: Produção do autor

Uma forma (MACDONALD, 1954) de relacionar o formato das amostras pode ser relacionando o trabalho das forças de arrasto e empuxo pelo trabalho associado à tensão superficial atuante na gota. Assim:

$$\begin{aligned}\phi &\approx \frac{T}{E_{sup}} = \frac{\sum F \Delta x}{\gamma A_s} \\ &= \frac{\sum F \Delta x}{\gamma \pi D^2}\end{aligned}\tag{3.35}$$

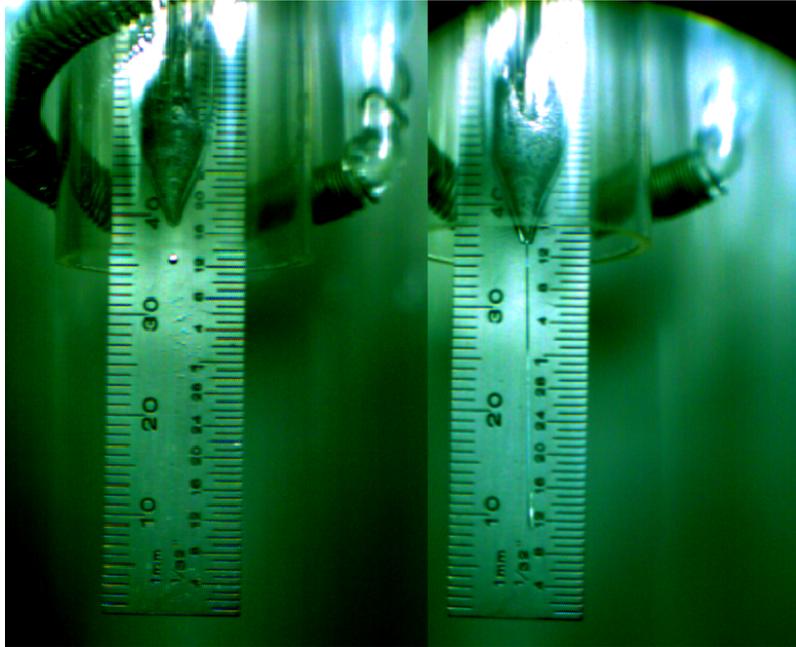
onde  $T$  é o trabalho associado às forças aerodinâmicas,  $E_{sup}$  é a tensão superficial atuando na gota,  $A_s$  é a área superficial da gota. Essa relação ( $\phi$ ) indica o quanto as forças aerodinâmicas atuam na esfericidade da gota.

Supondo que, para uma determinada posição ( $\Delta x$ ) da esfera ao longo do tubo, os valores de  $f_s$  (Equação 3.32) e  $\phi$  (Equação 3.35) sejam iguais a 0,6 e 0,1, respectivamente, significaria que 60% da esfera estaria solidificada quando o trabalho associado ao arrasto estaria na mesma ordem de grandeza da tensão superficial da amostra. A porção que solidificará primeiro é a superfície da esfera. Quando  $\phi \rightarrow 1$  a superfície da gota solidifica-se antes da força de arrasto tornar-se suficientemente grande para afetar sua esfericidade, estando, assim, na fase sólida.

A situação exposta ocorre quando a formação das gotas dá-se por gotejamento. Numa situação onde as gotículas se formam através de jatos, podem existir casos, dependendo do tamanho da gotícula, em que  $\phi \approx 1$  ou  $\phi > 1$ , acarretando em forças aerodinâmicas superiores à energia superficial, ou seja, comprometendo a esfericidade da gotícula e solidificando em formas dos tipos elipsóides e/ou pêras.

Nos ensaios realizados no tubo de queda livre foi possível verificar a existência de dois tipos de formação das esferas: o primeiro é a formação através de gotejamento e o segundo, através de jatos (Figura 3.4).

Figura 3.4 - Formas de formação das amostras - Gotejamento e jato



Esquerda: Gotejamento e Direita: Jato

Fonte: Produção do autor

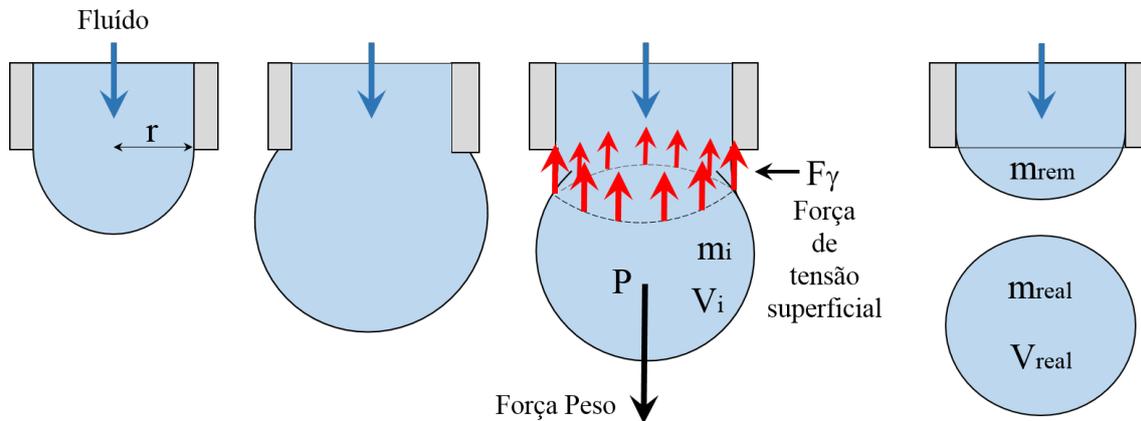
### 3.5 Gotejamento

A ciência de formação de gotas é estudada por muitos pesquisadores pois suas aplicações são inúmeras e vão desde o entendimento da física até a determinação da tensão superficial para aplicações na área de combustão, controle de poluição, tintas para impressão, lubrificantes, pesticidas entre outros (LEE et al., 2008).

O método comumente utilizado para a determinação da tensão superficial é o das massas das gotas, ou método do volume das gotas, devido à sua simplicidade e reprodutibilidade. O princípio básico desse método foi postulado por Tate, onde a massa da gota que cai é proporcional ao diâmetro do furo por onde este fluido escoou (RAYLEIGH, 1878; RAYLEIGH, 1879; GRUBELNIK; MARHL, 2005; LEE et al., 2008).

A Figura 3.5 mostra a formação da gota com seu enchimento, o equilíbrio entre a força peso e o descolamento da gota.

Figura 3.5 - Representação da Lei de Tate



Fase 1 e 2 acontecem com o preenchimento da gotícula. Fase 3, há o equilíbrio limite entre as forças de tensão superficial e a força peso atuando na gotícula. Fase 4 acontece o desprendimento da gotícula (massa real) e a massa remanescente fica na ampola.

Fonte: Adaptado de Lee et al. (2008)

A organização desse método baseia-se no equilíbrio das forças peso e as forças de tensão superficial. Assim pode ser escrito:

$$F_\gamma = P = m g \quad (3.36)$$

As forças de tensão superficial  $F_\gamma$  que agem no plano de ruptura, podem ser escritas como:

$$F_\gamma = 2 \pi r \gamma \quad (3.37)$$

A partir das expressões 3.36 e 3.37 tem-se que o peso da gota é proporcional ao raio do tubo  $r$  e a tensão superficial do líquido  $\gamma$ .

$$\gamma = \frac{m g}{2 \pi r} \quad (3.38)$$

No entanto a *Lei de Tate* não estima corretamente a tensão superficial do fluido pois uma pequena porção da massa que passou pelo orifício do tubo permaneceu depois do rompimento da gota,  $m_{rem}$ , Figura 3.5. Dessa forma, para corrigir a diferença

entre a massa final  $m_{real}$  e a massa "ideal",  $m_i$ , é usado um fator de correção  $f$  e é determinado empiricamente (LANDO; OAKLEY, 1967; LEE et al., 2008).

$$\gamma = \frac{m_i}{f} \frac{g}{2\pi r} \quad (3.39)$$

ou podendo ser ajustado (LEE et al., 2008)

$$\gamma = \frac{m_i g}{2\pi r \psi(r/V_i^{1/3})} \quad (3.40)$$

onde  $V_i$  é o volume da gotícula. Os fatores de correção para a massa das gotas obtidas  $\psi(r/V_i^{1/3})$  é o ajuste proposto por Lee et al. (2008)

$$\begin{aligned} \psi\left(\frac{r}{V^{1/3}}\right) &= 1 - 0,9121\left(\frac{r}{V^{1/3}}\right) - 2,109\left(\frac{r}{V^{1/3}}\right)^2 + 13,38\left(\frac{r}{V^{1/3}}\right)^3 - 27,29\left(\frac{r}{V^{1/3}}\right)^4 \\ &= +27,53\left(\frac{r}{V^{1/3}}\right)^5 - 13,58\left(\frac{r}{V^{1/3}}\right)^6 + 2,593\left(\frac{r}{V^{1/3}}\right)^7 \end{aligned} \quad (3.41)$$

A Tabela 3.4 mostra os diâmetros máximos que as gotículas podem obter em função do raio do orifício da ampola e em função de diferentes gases ambiente.

Tabela 3.4 - Fator de correção e diâmetros máximo que uma gotícula pode obter em função do diâmetro do furo da ampola

Diâmetro do furo [ $\mu m$ ]	$\psi\left(\frac{r}{V^{1/3}}\right)$			Diâmetro da gota [ $\mu m$ ]		
	Ar	He	N2	Ar	He	N2
100	0,622	0,622	0,622	1170	1171	1171
150	0,622	0,622	0,622	1340	1340	1340
200	0,622	0,622	0,622	1475	1475	1475
250	0,622	0,622	0,622	1590	1590	1590
300	0,622	0,622	0,622	1689	1689	1689

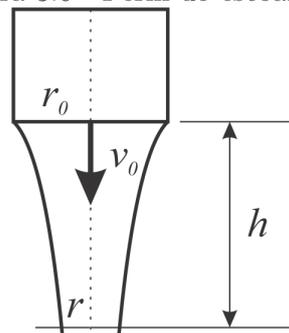
É possível verificar que, independente do gás ambiente utilizado, os diâmetros máximos que podem ser obtidos para uma gotícula são iguais, mudando à medida que o orifício, raio, da ampola aumenta.

### 3.6 Jatos

Outra maneira de formação de gotículas é através de jatos e este campo tem sido estudado desde os primórdios da hidrodinâmica (RAYLEIGH, 1878; RAYLEIGH, 1879; GRUBELNIK; MARHL, 2005).

Supondo que em uma ampola, com um orifício na extremidade inferior, preenchida com um fluido, estando sob a ação gravitacional, o fluido tende a escoar. Na saída da ampola, ele possuirá uma seção transversal maior do que a apresentada ao longo do filete, durante a queda, como pode ser visto na Figura 3.6.

Figura 3.6 - Perfil do escoamento

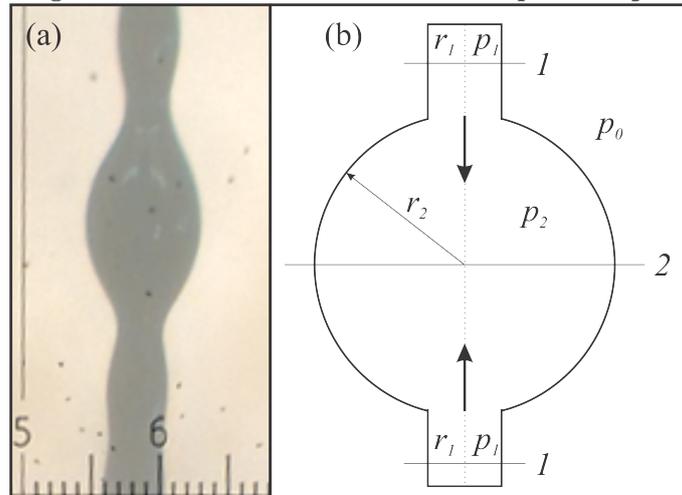


Fonte: Adaptado de (GRUBELNIK; MARHL, 2005)

Durante a queda (Figura 3.7 (a)), perturbações podem afetar a superfície desse filete, através de ondas, facilitando a quebra do mesmo e formando, assim, as gotículas.

Pode-se fazer uma separação na Figura 3.7 (a), de modo a obter uma representação em Figura 3.7 (b). Nessas regiões onde há o estreitamento do escoamento tem-se a formação de uma nova possível gotícula e a mesma será preenchida até que tome o formato esférico (menor tensão superficial possível).

Figura 3.7 - Perfil do escoamento com perturbações



- a) Imagem obtida de um filete solidificado durante experimento em tubo de queda livre;  
b) Representação da quebra de um filete formando uma gota.

Fonte: a) Produção do autor; b) Adaptado de (GRUBELNIK; MARHL, 2005)

A medida em que a gota vai sendo preenchida com o fluido,  $R_2$  vai aumentando e  $R_1$  vai diminuindo, implicando, assim, em um aumento da pressão na região 1 e essa massa do fluido é sugada pela gota, havendo, então, a quebra do filete (GRUBELNIK; MARHL, 2005).

Mesmo sendo elucidado neste trecho do trabalho, a formação de gotas por jatos não será objeto desse estudo, conforme será abordado em um capítulo posterior.



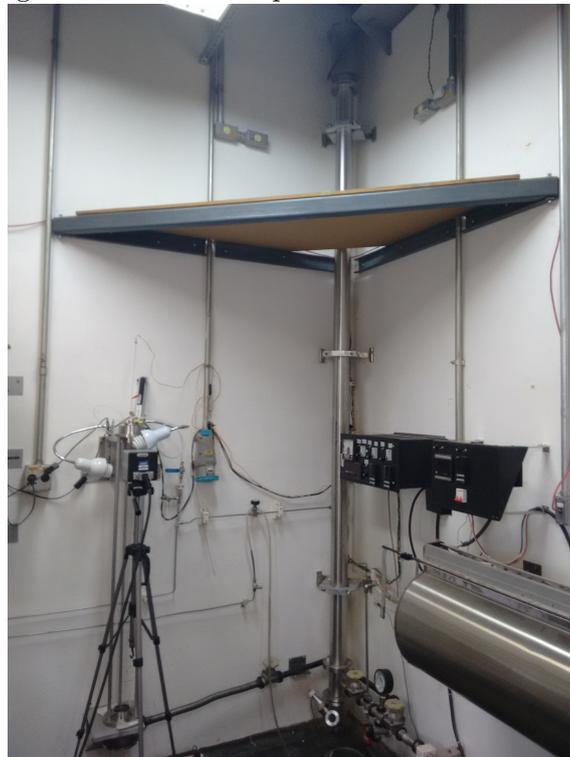
## 4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

### 4.1 Tubos de queda livre do LAS/INPE

#### 4.1.1 Tubo de queda livre de inox

O tubo de queda livre do Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS), no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) (Figura 4.1), foi construído com o objetivo de ser uma facilidade permanente para os pesquisadores do grupo utilizarem, inicialmente, em estudos de solidificação de ligas em ambiente de microgravidade (AN et al., 2007; TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

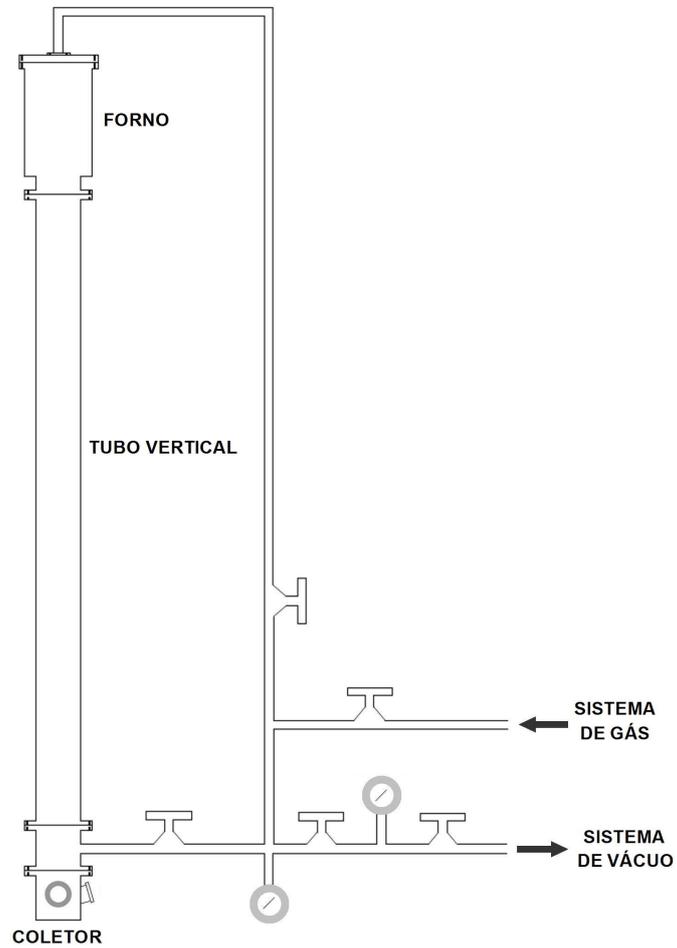
Figura 4.1 - Tubo de queda livre do laboratório



Fonte: Produção do autor

Esse tubo possui comprimento de 3,5 m e diâmetro de 100 mm, e proporciona um tempo de aproximadamente 0,85 s de queda livre. O *drop tube* é composto por um sistema de aquecimento (forno), um sistema de injeção de gás, um tubo vertical, um coletor de amostras e um sistema de vácuo, conforme mostrado na Figura 4.2.

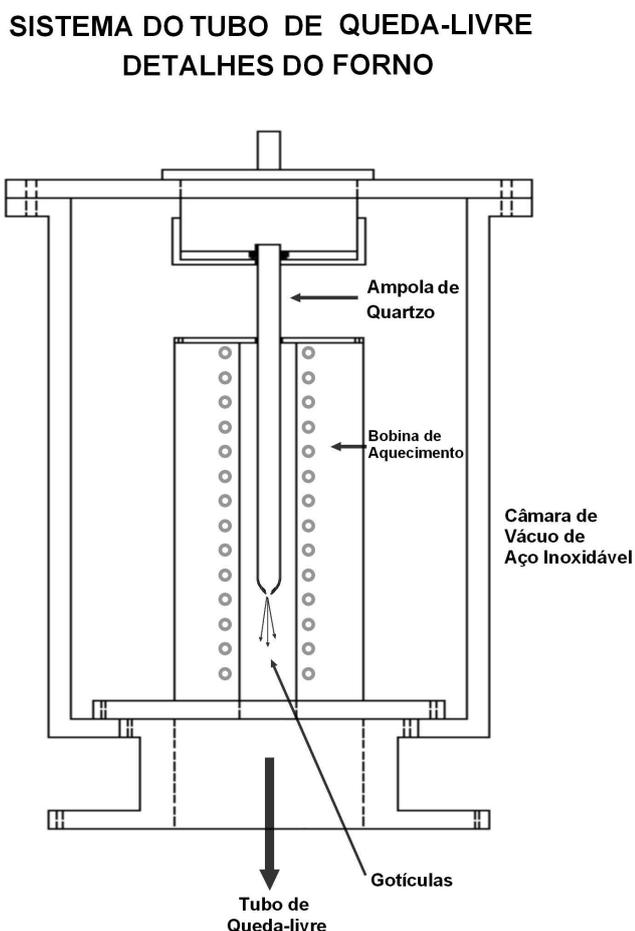
Figura 4.2 - Representação do sistema do tubo de queda



Fonte: Toledo (2009)

O forno tubular de aço inoxidável, com 100 mm de comprimento e diâmetro externo de 50 mm com uma cavidade constituída por um tubo de cerâmica com 15 mm de diâmetro interno, onde ocorre o processamento do material, é acoplado ao interior de uma câmara de vácuo, na parte superior do tubo de queda livre (Figura 4.3) (AN et al., 2007; TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Figura 4.3 - Representação do sistema do forno do tubo de queda



Fonte: Toledo (2009).

O sistema de aquecimento é proporcionado por uma resistência de níquel-cromo de  $30 \Omega$ , encapsulada em tubos de quartzo que envolvem o tubo cerâmico na cavidade interna, proporcionando temperaturas de até  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ . O sistema do forno é ligado em um módulo de potência (NOVUS - modelo SSR-4840) que é ajustado por um controlador de temperatura (NOVUS - modelo N2000) (TOLEDO, 2009; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

O sistema de gás (Figura 4.4) é alimentado por um fluido (nitrogênio) inerte ao material de estudo e é composto por uma ampola de quartzo contendo a carga, que é presa ao dispositivo que pulveriza as amostras em formato de gotículas e se localiza

na tampa superior do forno, ligado a câmara de vácuo, e de uma válvula de controle para a atmosfera interna do tubo. O sistema de vácuo é composto por uma bomba mecânica de alto vácuo EDWARDS, modelo EDMS, série 503367, que proporciona pressão da ordem de 5,0 Pa ( $4.10^{-2}$  Torr) (TOLEDO, 2009; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

Figura 4.4 - Dispositivo para pulverizar as amostras

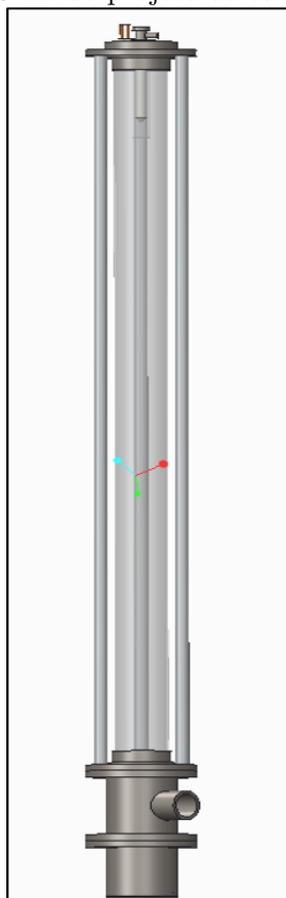


Fonte: Toledo (2013)

#### 4.1.2 Tubo de queda livre dedicado a filmagem

Com o objetivo de otimizar os parâmetros dos experimentos durante o estudo da solidificação de ligas eutéticas foi construído, no LAS/INPE, um tubo de queda livre similar ao já existente no laboratório, porém com as paredes externas de quartzo (Figura 4.5). Esse novo tubo, permite estudar a formação das gotículas durante a queda livre e a velocidade inicial das mesmas, utilizando-se de uma câmera de filmagem de alta velocidade.

Figura 4.5 - Imagem CAD do projeto do tubo de queda de quartzo

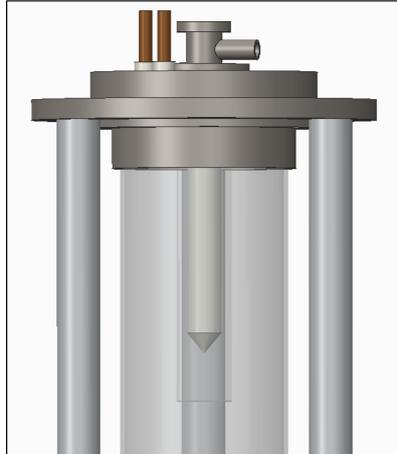


Fonte: Produção do autor

Os tubos de quartzo possuem preços elevados e comprimentos padronizados, dessa forma o projeto se adaptou ao material existente disponível no mercado. Utilizou-se um tubo com 1,20 m de comprimento e com um diâmetro interno de aproximadamente 74 mm. Quando comparado ao tubo de queda de inox existente, as dimensões úteis no comprimento são bem reduzidas.

As peças da extremidade superior (Figura 4.6) e inferior (Figura 4.7) do tubo foram confeccionadas com aço inox 316, com o intuito de se alocar os sistemas de aquecimento (forno) e gás (disparo e atmosfera controlada), e melhorar a selagem do tubo por conta das baixas pressões exigidas nos ensaios.

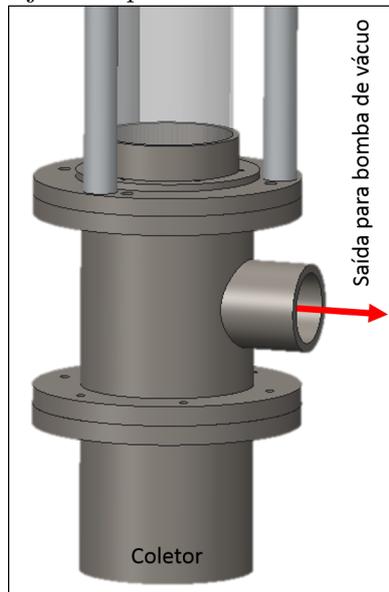
Figura 4.6 - Projeto da parte superior do tubo



Fonte: Produção do autor

O sistema de aquecimento (forno) foi projetado para ficar fixado no interior da extremidade superior do tubo (Figura 4.6) e ligado em um módulo de potência (NOVUS - modelo SSR-4840) que é ajustado por um controlador de temperatura (NOVUS - modelo N2000).

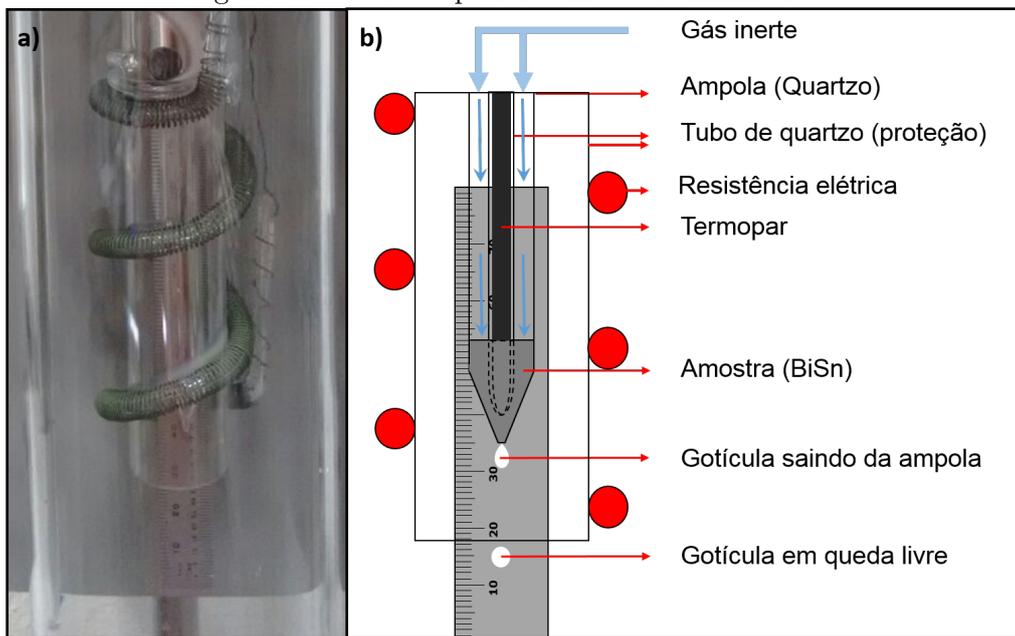
Figura 4.7 - Projeto da parte inferior do tubo de queda livre



Fonte: Produção do autor

Para a confecção do forno resistivo calculou-se e, posteriormente, enrolou-se uma resistência elétrica de NiCr, de  $30 \Omega$  (para um fio de NiCr com diâmetro de aproximadamente 0,35 mm foi necessário, aproximadamente, 8,3 m de comprimento), no tubo do forno (com dimensões 25x220 mm) de modo que não obstruísse a filmagem, e mantivesse, ainda, eficiência energética (Figura 4.8). Também foram desenvolvidos/confeccionados conectores elétricos de latão e teflon para a resistência, que permitem o evacuação do equipamento sem comprometer seu funcionamento.

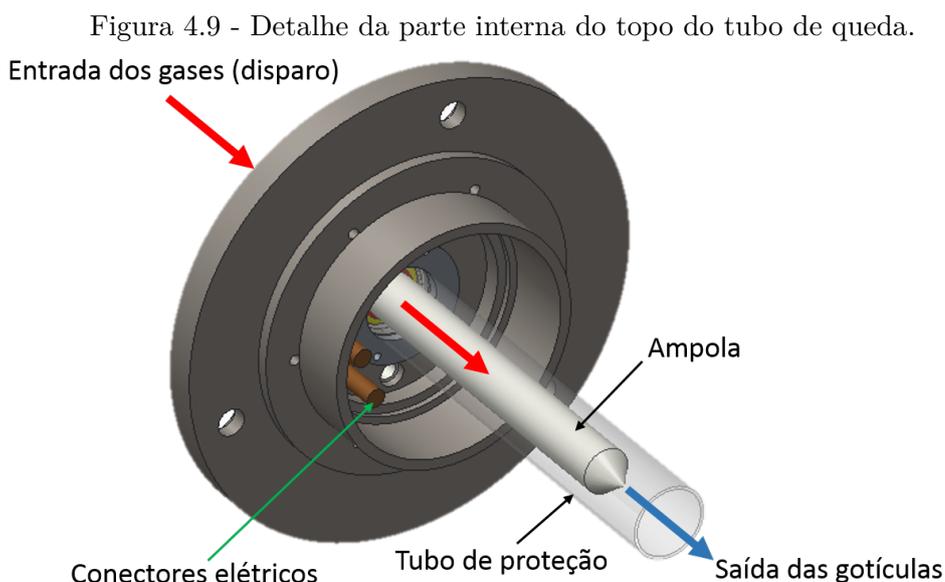
Figura 4.8 - Parte superior com escala milimetrada



a) Tampa superior construída com a ampola acoplada à tampa; b) Detalhe da ampola e da escala milimetrada utilizada para as filmagens

Fonte: Produção do autor

Na tampa superior do tubo foi instalado o sistema de gás (atmosfera controlada e disparo) e o sistema de fixação da ampola (Figura 4.9). O sistema de gás é alimentado por um fluido inerte ao material de estudo e contém um dispositivo, pulverizador das amostras, acoplado à parte superior do sistema de fixação da ampola.



Detalhe dos conectores elétricos, da entrada dos gases, posicionamento da ampola e tubo de proteção para evitar o contato da ampola com a resistência elétrica

Fonte: Produção do autor

O sistema de fixação permite um ajuste do posicionamento da ampola de quartzo contendo a carga dentro do forno. Essa ampola possui dimensões de, aproximadamente, 180 mm de comprimento com diâmetro de 9x7 mm e um orifício com diâmetro variável para, sob a pressão do gás, pulverizar o material fundido em esferas para a queda no tubo. O sistema de fixação, possui, ainda, uma escala milimétrica, em aço inox, da empresa Mitutoyo, utilizada para realizar as medidas das posições das gotículas durante as filmagens (como pode ser visto na Figura 4.8).

A fixação da escala milimétrica próxima à ampola de carga foi a solução encontrada ao problema descrito anteriormente por Toledo (2013). Em seu protótipo de tubo de queda livre dedicado a filmagens, o suporte para fixação da escala milimétrica ficava fora do tubo, o que dificultava o ajuste entre abertura da lente, a distância focal e a luminosidade para que as linhas da escala e as gotículas ficassem, ambas, nítidas nas filmagens.

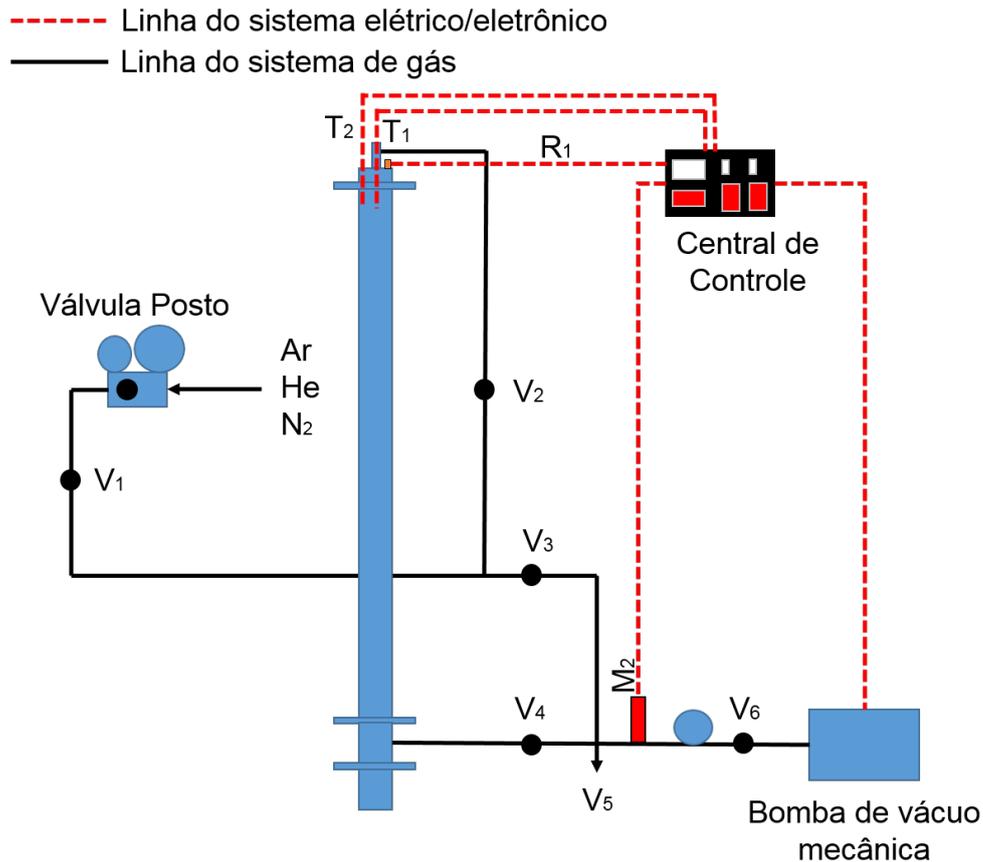
A tampa inferior do tubo foi conectada na mesma linha de vácuo do tubo de queda de inox, operando, de tal modo, que ficassem um independente do outro.

Para a confecção do equipamento utilizou-se um software de CAD para realizar os desenhos individuais do projeto e, logo após a montagem do sistema no ambiente

CAD, verificar possíveis incompatibilidades e/ou erros de projeto.

Abaixo segue a figura com a representação das linhas de gases e da parte elétrica/eletrônica de funcionamento do tubo de queda dedicado a filmagem.

Figura 4.10 - Diagrama das linhas de gás e elétrica do tubo de queda de quartzo



Fonte: Produção do autor

onde:

- Central de controle: Responsável pelo acionamento elétrico da bomba de vácuo mecânica, ajuste dos módulos de potência através dos controladores e verificação da temperatura da amostra e de controle;
- Bomba de vácuo: Equipamento responsável para evacuar a linha de gás;
- Válvula posto: Responsável pela regulagem da pressão do gás na linha, bem como a pressão de disparo;

- $V_1, V_3$ : Válvula agulha;
- $V_2$ : Válvula de bola com alavanca para efetuar o disparo;
- $V_4, V_6$ : Válvula de bola;
- $V_5$ : Válvula de alívio do sistema;
- $T_1$ : Termopar da amostra;
- $T_2$ : Termopar de controle;
- $R_1$ : Resistência elétrica do forno. Responsável por fundir a liga dentro da ampola de quartzo;
- $M_1$ : Medidor mecânico de vácuo. Vácuo primário;
- $M_2$ : Medidor elétrico de vácuo. Vácuo secundário.

### 4.1.3 Disparo

O disparo é um termo usado para se referir ao processo de liberação do gás para que o mesmo entre na ampola de quartzo, ocasionando uma diferença de pressão, e ejeite a carga líquida pelo orifício inferior da ampola. O disparo é um processo fundamental para a obtenção das amostras, portanto deve ser executado de forma criteriosa para o sucesso do ensaio (TOLEDO, 2009; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

Para a realização dos ensaios, as cargas foram separadas em porções de aproximadamente um grama, que foram colocadas dentro da ampola de quartzo. A ampola, por sua vez, é presa e vedada na parte superior do tubo de queda, fica envolvida por uma resistência elétrica e protegida da mesma por um tubo de quartzo. A ampola necessita ter um tamanho mínimo (aproximadamente 160 mm de comprimento) e um tamanho máximo (aproximadamente 240 mm de comprimento) para que a amostra fique compreendida entre os limites inferiores e superiores da resistência elétrica, permitindo, assim, um maior controle e aproveitamento da energia (TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016).

Após esse processo, liga-se a bomba de vácuo, abrindo as válvulas  $V_6$  e  $V_4$  e mantendo as válvulas  $V_2$  e  $V_3$  fechadas. A válvula  $V_1$  sempre é mantida aberta. Após o vácuo primário ser efetuado, liga-se o medidor elétrico de vácuo até atingir a pressão de  $4 \cdot 10^{-2}$  Torr.

Ao atingir a pressão definida, fecha-se a válvula  $V_6$ , desliga-se a bomba de vácuo e o medidor  $M_2$  na central de controle. Fecha-se a válvula  $V_4$ .

Nesse momento defini-se a pressão de disparo ( $P_D$ ) na válvula posto e abre-se lentamente a válvula  $V_3$ , até que o medidor  $M_1$  atinja a pressão ( $P_A$ ) desejada. Fecha-se a válvula  $V_3$  e a válvula  $V_4$ .

Nessa fase é efetuado o aquecimento da amostra dentro da ampola de quartzo pela resistência elétrica. De acordo com a liga que está sendo estudada, é definida, no controlador, uma temperatura inicial ( $T_{set}$ ), que no nosso caso é aproximadamente  $120^\circ\text{C}$ , a qual será a referência para o controlador funcionar de modo autônomo (FREITAS, 2016). Assim, a temperatura dentro da amostra, monitorada por  $T_1$ , será aproximadamente de 10 a 20% superior a temperatura de fusão da liga ( $139^\circ\text{C}$ ). Essa etapa é mantida pelo controlador até que haja a estabilização térmica do sistema (TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Após a estabilização térmica desliga-se o controlador e monitora-se a  $T_1$  até que atinja aproximadamente  $140\text{-}141^\circ\text{C}$ , realizando-se o disparo com a abertura da válvula  $V_2$ .

Simultaneamente à abertura da válvula  $V_2$ , para o caso dos ensaios realizados no tubo de quartzo, é feito o processo de aquisição das imagens com a câmera de alta velocidade acoplada ao microcomputador. Nesse processo, a câmera foi posicionada de modo que ficasse alinhada com a parte inferior da ampola e paralela ao solo, evitando, assim, erros de paralaxe, e a mesma registra 1536 quadros nas configurações utilizadas nesse trabalho. Essa câmera utilizada foi uma PHOTRON FASTCAM1024, adquirindo imagens no tamanho de  $1024 \times 1024$  *pixels*, configurada para velocidade de aquisição das imagens de 1000 fps - *frames per second* (quadros por segundo).

## 4.2 Preparação da liga

As amostras de BiSn eutético foram preparadas utilizando bismuto (Bi) da marca *Alfa Aesar* e estanho (Sn) da marca *Cominco Electronic Materials*, ambos com pureza de 99,9999% at. A primeira etapa da preparação das ligas foi o ataque químico, para eliminar possíveis óxidos superficiais presentes nos elementos, que consiste na preparação de uma solução para cada elemento. Para o bismuto, utilizou-se a proporção de 1:1 de ácido sulfúrico e água deionizada e para o estanho, preparou-se a solução com a proporção de 1:1:1 de ácido fluorídrico, ácido nítrico e de água deio-

nizada. Após o ataque químico nos materiais foram feitos o enxágue em metanol e a secagem com gás nitrogênio devido à sua abundância no laboratório (POLI, 2014; FREITAS, 2016).

A proporção de cada elemento para obtenção da liga foi calculada segundo o diagrama de fase do sistema bismuto-estanho (Figura 2.15). Portanto, para a liga  $Bi_{57}Sn_{43}\%$ p. utilizou-se a Equação 4.1 (POLI, 2014; FREITAS, 2016):

$$m_{Bi} = 1,325581 m_{Sn} \quad (4.1)$$

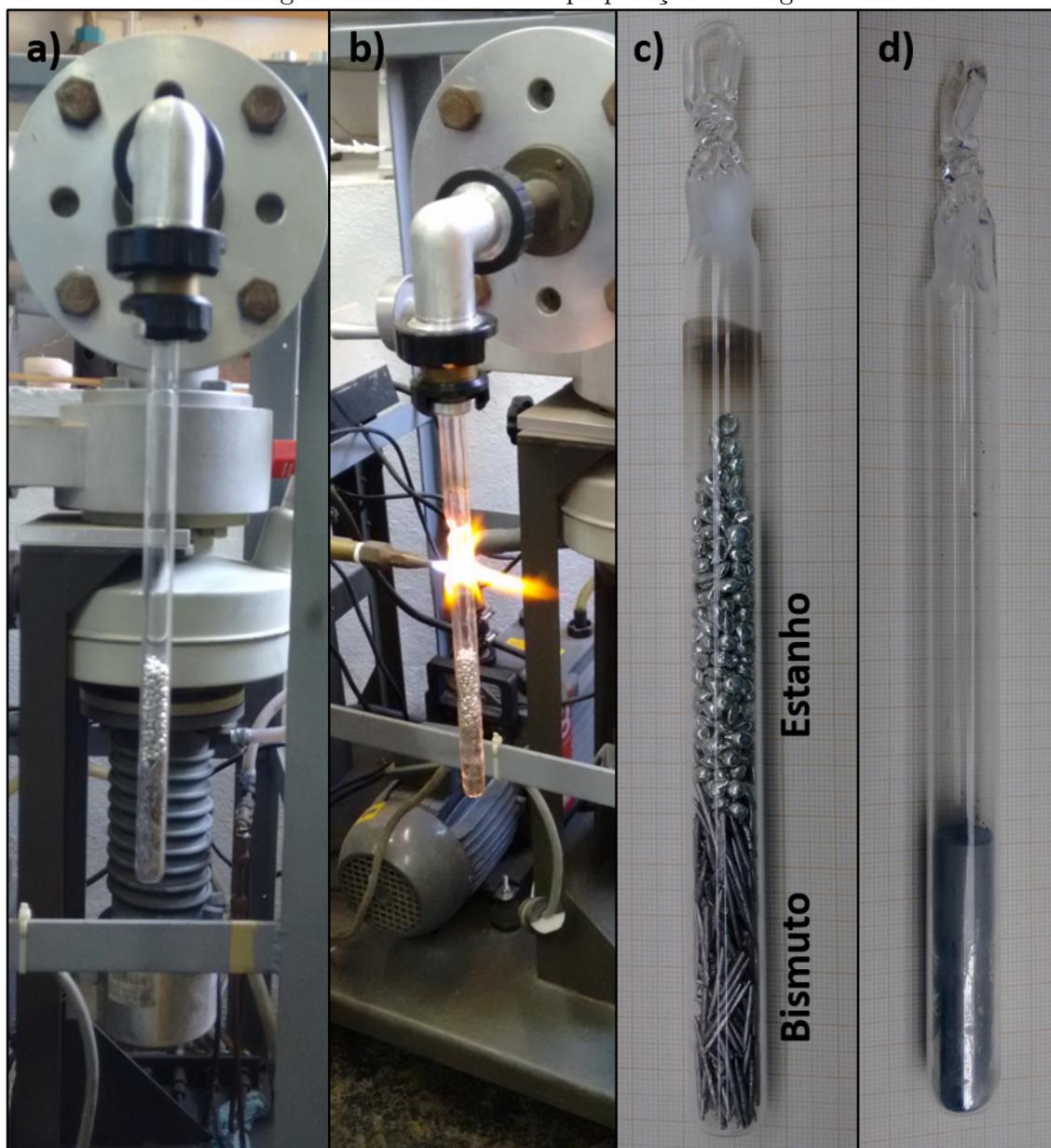
sendo  $m_{Bi}$  a massa do bismuto e  $m_{Sn}$  a massa do estanho.

Foi realizada a pesagem em uma balança analítica, colocada dentro de uma caixa limpa construída de acrílico com fluxo de nitrogênio constante. A massa total para cada amostra pesada foi de, aproximadamente, 50 gramas (TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

A ampola, com dimensões de 15 mm de diâmetro externo e 13 mm de diâmetro interno, foi fechada, manualmente, em uma das extremidades através de chama. Após a selagem, foi efetuada a limpeza das mesmas para remoção de óxidos, gorduras e outras impurezas de modo a não contaminar a carga de  $Bi_{57}Sn_{43}\%$ p.. Após essa limpeza, a carga foi inserida na ampola, que foi acoplada em um equipamento para efetuar o vácuo ( $\approx 10^{-5}$ Torr), e, posteriormente, a selagem da outra extremidade (POLI, 2014; FREITAS, 2016).

A carga foi colocada dentro de um forno horizontal a 450 °C, durante 24 horas, para a completa homogeneização dos elementos. Imediatamente após a retirada do forno, a carga foi resfriada em água, a fim de manter uma composição homogênea ao longo da amostra. A Figura 4.11 mostra o passo-a-passo do processo (POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Figura 4.11 - Processo de preparação da carga



a) Ampola conectada na bomba difusora para a realização do vácuo; b) Após a realização do vácuo, realiza-se com chama a selagem da ampola; c) Ampola selada e d) Ampola selada após fundição da carga.

Fonte: Produção do autor

### 4.3 Preparação das amostras para os experimentos

Realizado o processo de preparação da liga, a mesma foi retirada da ampola, efetuada a remoção dos óxidos superficiais e mantida na câmara limpa. A liga foi fracionada e, para cada ensaio, foi definido um valor de aproximadamente um grama a ser inserido na ampola (POLI, 2014; FREITAS, 2016).

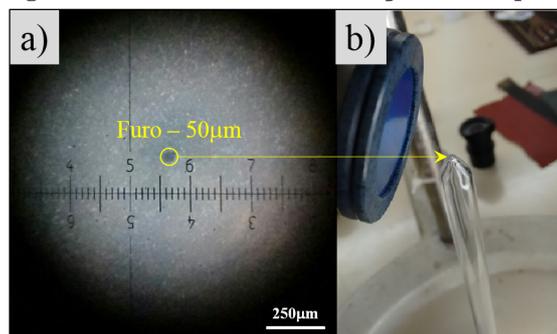
### 4.4 Fabricação das ampolas do tubo de queda

As ampolas utilizadas neste trabalho necessitam ter um comprimento ( $L$ ) entre 160 e 240 mm para que a amostra fique compreendida entre os limites inferiores e superiores da resistência elétrica, permitindo, assim, um maior controle e aproveitamento da energia (TOLEDO, 2009; TOLEDO, 2013; POLI, 2014; FREITAS, 2016).

As ampolas foram confeccionadas com tubos de quartzo de 9x7 mm de diâmetro e cortadas com aproximadamente 200 mm de comprimento. Após o corte do tubo de quartzo nas medidas mencionadas, foi realizada uma limpeza para a remoção das impurezas e foram deixadas na estufa para a secagem (POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Após a secagem completa, uma das extremidades do tubo foi selada de forma a se criar uma ponta, na qual será aberto um orifício, com medidas de aproximadamente 100, 200, 300, 400 e 500  $\mu m$  de diâmetro, para que a liga seja ejetada após o processo de disparo. Para esse processo utilizou-se uma sequência de lixas (400,600,1000, 1200 e 2000)(Figura 4.12).

Figura 4.12 - Processo de furação da ampola



(a) Detalhe do diâmetro do furo de uma ampola (Aproximadamente 50  $\mu m$ ); (b) Detalhe da extremidade da ampola na qual foi realizado o furo.

Fonte: Produção do autor

#### 4.5 Obtenção das amostras

Neste trabalho, foi utilizado o *drop tube* do LAS / CTE - INPE (AN et al., 2007; TOLEDO, 2009; TOLEDO, 2013; FREITAS, 2016) para processar as amostras da liga eutética  $Bi_{57}Sn_{43}$  %p. O tubo possui comprimento útil de 3,5 m e diâmetro de 100 mm, e proporciona um tempo de aproximadamente 0,85 s de queda livre. No interior do forno, foram utilizadas as ampolas.

Para obtenção das amostras, uma carga de aproximadamente 1,0 g da liga foi colocada na ampola de quartzo, a qual foi fixada no forno do *drop tube*. Após o tubo ser fechado, foi realizado o vácuo para a limpeza do tubo e da linha de gás que, posteriormente, foi preechida com um gás inerte à liga. O forno foi ligado e, após a estabilização da temperatura, foi desligado, provocando uma queda gradual na temperatura da carga. Quando a temperatura atinge  $2^{\circ}\text{C}$  acima da temperatura de fusão da liga, o gás é liberado (disparo) pulverizando as amostras (Figura 4.13), que serão aparadas no coletor do tubo de queda (POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Figura 4.13 - Amostras no coletor do *drop tube* após a queda em microgravidade.



Fonte: Produção do autor

No *drop tube* de quartzo, simultaneamente ao disparo, é feito o processo de aquisição das imagens com a câmera de alta velocidade que fica acoplada ao microcomputador.

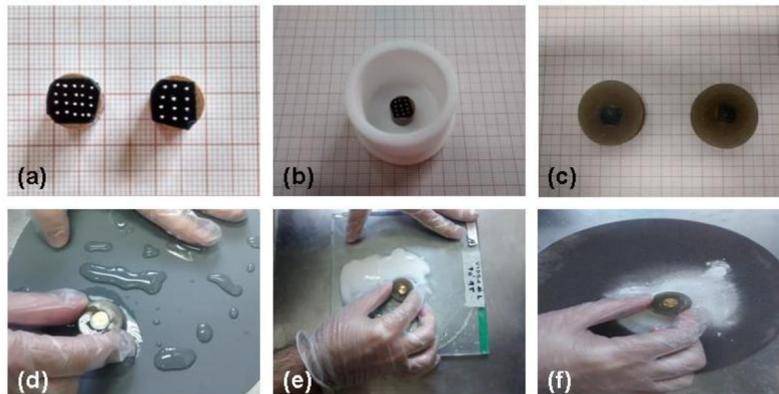
#### 4.6 Preparação das amostras para análises microestruturais

Na liga eutética de bismuto-estanho, por possuir baixo ponto de fusão ( $\approx 139^{\circ}C$ ), não é possível a técnica de polimento a quente. As amostras, que possuem dimensões reduzidas, são fixadas com fita de carbono em um cilindro metálico, possibilitando suas análises microestruturais (POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Para análises microestruturais da parte interna das amostras utilizou-se resina polimerizável a frio para embuti-las. Para o embutimento utilizou-se um molde de teflon onde foram colocadas e, posteriormente, foi despejado sobre elas resina com um catalisador. O tempo de cura foi de aproximadamente 24 h e, após esse período, a mesma foi removida do molde (Figura 4.14 a-c) (POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Para essas análises, utilizou-se uma sequência de lixas e polimentos: as lixas utilizadas foram de 1000 e 2000  $\mu m$  de granulometria e, para o polimento, utilizou-se alumina de 9, 5, 3 e 1  $\mu m$  em um pano de polimento. Após o polimento, as amostras foram lavadas com água deionizada (Figura 4.14 d-f) (POLI, 2014; FREITAS, 2016).

Figura 4.14 - Processo de polimento das amostras

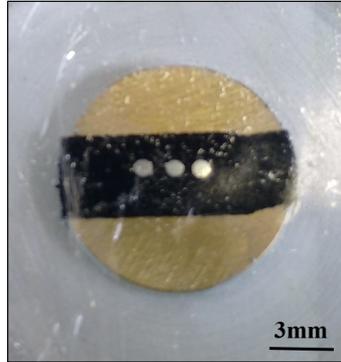


a) Gotículas posicionadas em uma fita de carbono sobre uma base de latão; b) o conjunto composto pela base, fita de carbono e gotículas inseridas em um molde confeccionado de PVC para posterior preenchimento com resina; c) após aproximadamente 24 h, a resina curou e foi retirado do molde de PVC; d) inicia-se o processo de polimento através de lixas; e) polimento em vidro com alumina com tamanho de 3 $\mu m$  e f) polimento com alumina de 1 $\mu m$  em pano de polimento.

Fonte: Poli (2014)

Após realizar o procedimento de polimento, a amostra foi analisada, protegida com plástico filme (selada) e armazenada em um ambiente controlado para diminuir os efeitos de oxidação (Figura 4.15).

Figura 4.15 - Amostra após análise microestrutural selada



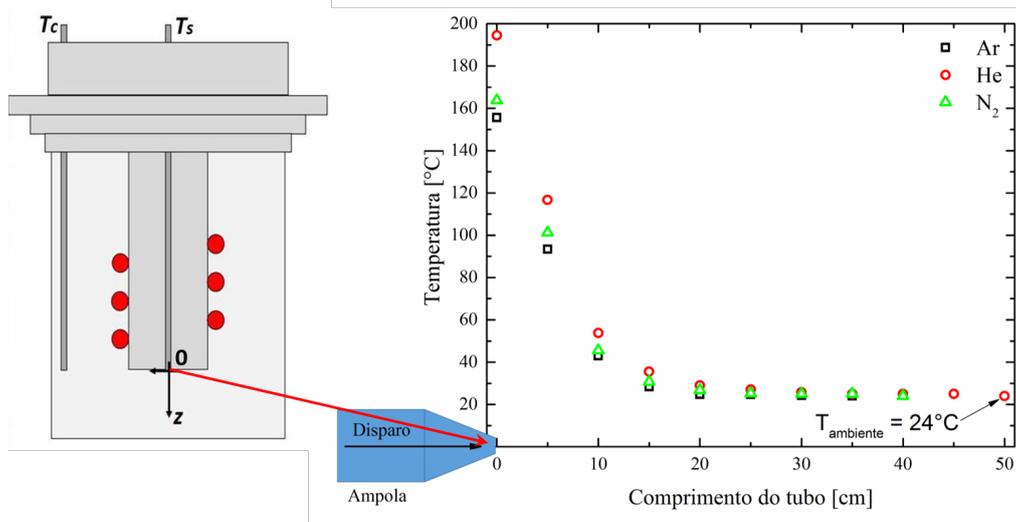
Fonte: Produção do autor

#### 4.7 Perfil de temperatura

Estudar o perfil térmico do drop tube é de fundamental importância para a obtenção das gotículas. As propriedades termodinâmicas dos gases variam de forma significativa ao longo do tubo, influenciando na troca de calor das gotículas com o gás ambiente (nitrogênio) e permitindo a solidificação da mesma durante a queda.

Para esse perfil térmico foi inserido um termopar dentro de um tubo de quartzo. Foi ligado o forno e mantido em funcionamento até sua estabilização térmica. Após esse processo, o forno foi desligado e a posição do termopar foi variada longitudinalmente em intervalos de 5 cm cada, até uma distância aproximadamente igual a 65 cm à partir da origem (ponto onde são ejetadas as gotículas das ampolas).

Figura 4.16 - Perfil de temperatura em função do comprimento do tubo de quartzo



Fonte: Produção do autor

A variação da temperatura ao longo do eixo vertical é importante pois implica diretamente nas propriedades termodinâmicas dos gases, bem como na transferência de calor entre a gotícula e o gás ambiente. Para escrever essa variação de temperatura ao longo do tubo, foram realizadas medições utilizando termopares ao longo do eixo, conforme pode ser visto na Figura 4.16. Logo após, foi efetuado um ajuste matemático exponencial do tipo:

$$T(z) = A + B \exp(wz) \quad (4.2)$$

Os parâmetros  $A$ ,  $B$  e  $w$  foram ajustados e, desse modo, as propriedades dos gases e da gotícula, bem como todos os parâmetros envolvidos durante o processo de solidificação foram calculados, utilizando os dados da literatura (PLEVACHUK et al., 2010; THERMOPEDIA, 2011; BIRD et al., 2004; ÇENGEL, 2010; INCROPERA et al., 2008; FLUID..., 1997; THE..., 2016).

#### 4.8 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

As análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDX), neste trabalho, foram feitas com o microscópio da marca TESCAN, modelo MIRA-3, localizado no LAS/INPE.

Para obter as imagens superficiais das gotículas, as amostras foram fixadas no porta-amostras do equipamento através de uma fita de carbono. Já para as imagens do interior das gotículas foi adotado o procedimento de polimento como descrito na Seção 4.6.



## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Comparação entre os modelos

Toledo (2013) propôs um modelo matemático para o estudo da solidificação de ligas metálicas eutéticas em ambiente de microgravidade, baseado em transferência de calor por convecção com perfil de temperatura constante ao longo do tubo de queda livre. No presente trabalho foi desenvolvido um modelo matemático para o estudo da solidificação de ligas eutéticas em ambiente de microgravidade, baseado em um mecanismo combinado convecção-radiação de transferência de calor, considerando o gradiente de temperatura ao longo do tubo de queda livre.

A Tabela 5.1 relaciona as considerações adotadas por (TOLEDO, 2013) com as deste trabalho (TESE-F).

Tabela 5.1 - Tempo de solidificação das gotículas em função do diâmetro em ambiente composto por gás nitrogênio

Consideração	Toledo (2013)	TESE-F
Condição de queda	1g	1g
Mecanismo de transferência de calor	convecção	convecção-radiação
Perfil de temperatura durante a queda	constante	gradiente

O primeiro comparativo relaciona o modelo inicialmente proposto por Toledo (2013) com o modelo corrigido, apenas no que diz respeito ao perfil de temperatura (TESE-T) durante a queda, ou seja, corrigiu-se apenas a temperatura ao longo do eixo z.

A Tabela 5.2 mostra os valores teóricos para o tempo de solidificação das gotículas, em função do seu diâmetro, em uma atmosfera de  $N_2$ . Para diâmetros de gotículas de aproximadamente  $100\mu m$ , existe um aumento no tempo de solidificação de aproximadamente 67%. Já para diâmetros acima de  $300\mu m$ , esse aumento no tempo de solidificação é constante e de aproximadamente 3,5%.

Tabela 5.2 - Tempo de solidificação das gotículas em função do diâmetro em ambiente composto por gás nitrogênio (TESE-T)

Diâmetro [ $\mu m$ ]	Tempo de solidificação [s]		
	Toledo (2013)	TESE-T	Variação [%]
100	0,0705	0,1175	+66,7
300	0,3375	0,3505	+3,9
500	0,6220	0,6430	+3,4
700	0,9080	0,9390	+3,4
900	1,1945	1,2355	+3,4

Embora as variações no tempo de solidificação apresentadas, para diâmetros de gotículas acima de  $300\mu m$ , sejam pequenas, de acordo com o modelo corrigido, o fenômeno é tratado de forma mais realística, entretanto, impacta diretamente no espaço adicional que as gotículas percorrerão durante a queda, conforme pode ser visto na Tabela 5.3.

Tabela 5.3 - Posição das gotículas ao longo do tubo em função do diâmetro em ambiente de nitrogênio no instante em que acontece a solidificação total (TESE-T)

Diâmetro [ $\mu m$ ]	Distância percorrida [m]		
	Toledo (2013)	TESE-T	Variação [m]
100	0,02	0,06	+0,04
300	0,50	0,53	+0,03
500	1,68	1,77	+0,09
700	3,54	3,74	+0,20
900	6,05	6,39	+0,34

Os dados teóricos, apresentados nas tabelas anteriores, mostram que a incorporação de um perfil de temperatura variável no modelo de transferência de calor são negativos, pois seria necessário um tubo de queda livre com dimensões verticais maiores que o existente.

No entanto, foi desenvolvido um modelo matemático de transferência de calor baseado em um mecanismo convecção-radiação (Seção 3.1), considerando o perfil de temperatura variável ao longo do tubo (TESE-F), e os resultados teóricos estão

apresentados na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 - Tempo de solidificação teórico das gotículas em função do diâmetro em ambiente composto por gás nitrogênio (TESE-F)

Diâmetro [ $\mu m$ ]	Tempo de solidificação [s]		
	TESE-T	TESE-F	Variação [%]
100	0,1175	0,1125	-4,3
300	0,3505	0,2980	-14,9
500	0,6430	0,5345	-16,8
700	0,9390	0,7760	-17,4
900	1,2355	1,0165	-17,7

É possível verificar que para diâmetros de partículas na ordem de  $100\mu m$ , houve uma redução de aproximadamente 4,3% no tempo de solidificação em relação ao modelo somente corrigido a temperatura (TESE-T). Para gotículas com diâmetro entre  $300\mu m$  e  $500\mu m$ , houve uma diminuição no tempo de solidificação para o mecanismo convectivo-radiativo em relação ao mecanismo convectivo de até 17%. Já para diâmetros superiores à  $500\mu m$ , a diminuição do tempo de solidificação é superior à 17%. Isto se deve ao fato de que gotículas com diâmetros cada vez maiores possuam áreas superficiais maiores, implique em maior troca de calor e a parcela de troca de calor por radiação deve ser considerada.

A Tabela 5.5 mostra variações entre os modelos e os valores das posições das gotículas no instante em que solidificam, de acordo com o modelo teórico desenvolvido.

Tabela 5.5 - Posição das gotículas ao longo do tubo em função do diâmetro em ambiente de nitrogênio no instante em que acontece a solidificação total (TESE-T)

Diâmetro [ $\mu m$ ]	Distância percorrida [m]		
	TESE-T	TESE-F	Variação [m]
100	0,06	0,06	0,00
300	0,53	0,39	-0,14
500	1,77	1,26	-0,51
700	3,74	2,64	-1,10
900	6,39	4,50	-1,89

De acordo com os resultados teóricos obtidos da tabela anterior e considerando as dimensões verticais (3,5m) úteis do tubo de queda existente, verifica-se que gotículas com diâmetros iguais ou superiores a  $700\mu m$  não se solidificariam totalmente sem atingir o limite inferior do tubo (modelo teórico anterior). No entanto, o modelo matemático convectivo-radiativo, juntamente com um perfil de temperatura variável, mostrou que gotículas com diâmetro igual a  $700\mu m$ , ou um pouco superior ( $\approx 760\mu m$ ), se solidificariam totalmente durante a queda.

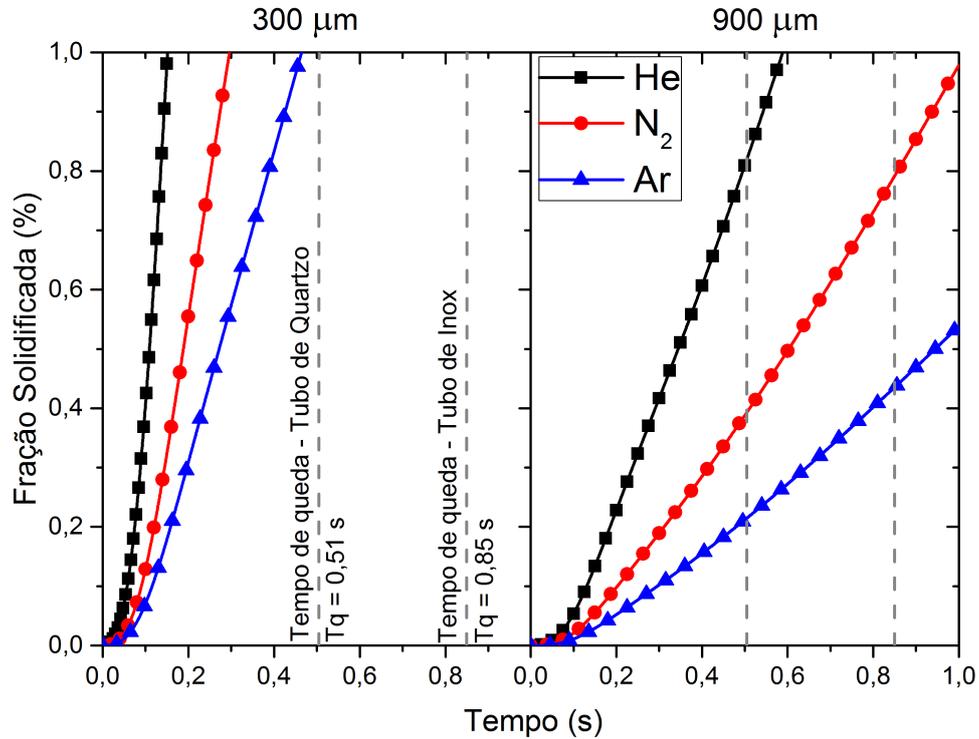
Neste trabalho serão considerados outros gases inertes devido às suas propriedades termodinâmicas (condutividade térmica) diferentes das propriedades do gás nitrogênio, conforme será abordado em seções seguintes (Seção 5.4). A Tabela 5.6 mostra os resultados teóricos obtidos através do modelo proposto, para o tempo de solidificação em função do diâmetro das gotículas.

Tabela 5.6 - Tempo de solidificação teórico das gotículas em função do diâmetro em ambiente composto por gás Argônio, Hélio e Nitrogênio

Diâmetro [ $\mu m$ ]	Tempo de solidificação [s]		
	Ar	He	$N_2$
100	0,1405	0,0615	0,1125
300	0,4645	0,1510	0,2980
500	0,8520	0,2680	0,5345
700	1,2485	0,4230	0,7760
900	1,6690	0,5890	1,0165

A Figura 5.1 mostra o tempo teórico de solidificação das gotículas em função do diâmetro das mesmas e do gás usado no ambiente do tubo de queda livre. Conforme o diâmetro das gotículas aumenta, o calor trocado também aumenta devido à radiação. No entanto, existe uma troca maior de calor por conta do gás, sendo que, para o gás He, é possível solidificar gotículas com diâmetros maiores, quando comparados com o ambiente composto pelo gás  $N_2$ .

Figura 5.1 - Tempo de solidificação em função do diâmetro da gotícula e o gás da atmosfera



Fonte: Produção do autor

## 5.2 Velocidade inicial das gotículas e diâmetro dos furos das ampolas

Para que a taxa de transferência de calor seja determinada pelo modelo desenvolvido, é necessário conhecer as velocidades das gotículas durante a queda. Um parâmetro fundamental para esses cálculos é a velocidade inicial das gotículas ao ejetarem da ampola.

Trabalhos anteriores do grupo (AN et al., 2007; TOLEDO, 2009; TOLEDO, 2013; POLI, 2014; TOLEDO et al., 2014; FREITAS, 2016) realizavam esses experimentos definindo, inicialmente, um diâmetro para o furo da ampola e adaptavam esse diâmetro de acordo com as gotículas obtidas após a realização dos ensaios. Se após o ensaio houvesse apenas material solidificado no coletor, e que houvesse atingido o coletor ainda no estado líquido e depois solidificado, era diminuído o diâmetro do furo da ampola. Caso, após o disparo, nenhum material houvesse atingido o coletor, então concluía-se que o diâmetro era pequeno e era, posteriormente, aumentado.

Outras variáveis influenciam a obtenção de gotículas, como a temperatura, posição da ampola dentro do forno, entre outras. Assim, realizar os experimentos para uma liga diferente, implicava em realizar esses testes até obter um diâmetro para o furo da ampola, bem como os ajustes das outras variáveis. Esse processo além de demorado possui um custo financeiro elevado.

Seria possível fazer uma aproximação para a velocidade inicial das gotículas, pelo princípio de Bernoulli, no entanto, o modelo teórico poderia não representar, com fidelidade, o fenômeno físico.

A determinação da velocidade inicial tornou-se possível com a construção de um tubo de queda livre que permitisse a filmagem das gotículas por meio de um tubo transparente e com utilização de uma câmera de alta velocidade para filmar esse processo.

Admitindo que todas as gotículas coletadas do tubo após a queda tiveram a mesma velocidade inicial ( $v_0$ ), calculou-se a velocidade a partir das imagens obtidas da filmagem do experimento. Usando o modelo físico da posição vertical em função do tempo sob a ação da aceleração gravitacional (é importante ressaltar que esse modelo descreve a posição de um corpo em queda em um ambiente de vácuo, ou seja, em um ambiente composto por algum gás, a aceleração  $g$  é ligeiramente diferente assim, tem-se uma aproximação):

$$z = z_0 + v_0 t + \frac{1}{2} g t^2 \quad (5.1)$$

Isolando  $v_0$ , tem-se:

$$v_0 = \frac{\Delta z - \frac{1}{2} g t^2}{t} \quad (5.2)$$

Para a determinação do valor de  $t$ , pode ser feito:

$$t = n_{quadros} \frac{1}{fps_{camera}} \quad (5.3)$$

Vários testes foram realizados a fim de se obter imagens com maior qualidade e com fotografias em um menor intervalo de tempo possível. Diminuindo o tempo entre as fotografias, ou seja, aumentando a quantidade de quadros por segundo ( $fps$ ), a

qualidade da imagem era reduzida e, aumentando o tempo entre as fotografias, a qualidade das imagens era aumentada. A maior resolução disponível dessa câmera é de 1024x1024 *pixels* para um tempo entre as fotografias de 0,001 s.

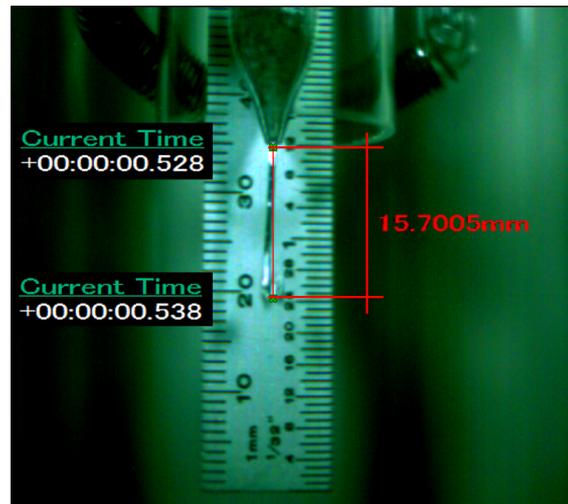
Dessa forma, o tempo característico pode ser escrito por:

$$t = 0,001 n_{quadros} \quad (5.4)$$

Após a realização do experimento e com as imagens gravadas no computador, iniciou-se o processo de edição das imagens para o cálculo da velocidade inicial.

A Figura 5.2 mostra um esquema adaptado utilizado para o cálculo da velocidade inicial. No instante em que a liga ejetava a ampola, definia-se a posição e o tempo inicial e, após uma quantidade de quadros, a posição final e o tempo eram definidos. O próprio *software* possui recursos de régua, sendo necessário apenas a calibração. Em uma ferramenta do programa define-se dois pontos com medidas conhecidas (régua atrás da ampola) e insere-se o valor real em um campo correspondente à essa distância.

Figura 5.2 - Determinação da velocidade inicial das gotículas através do software que acompanha a câmera

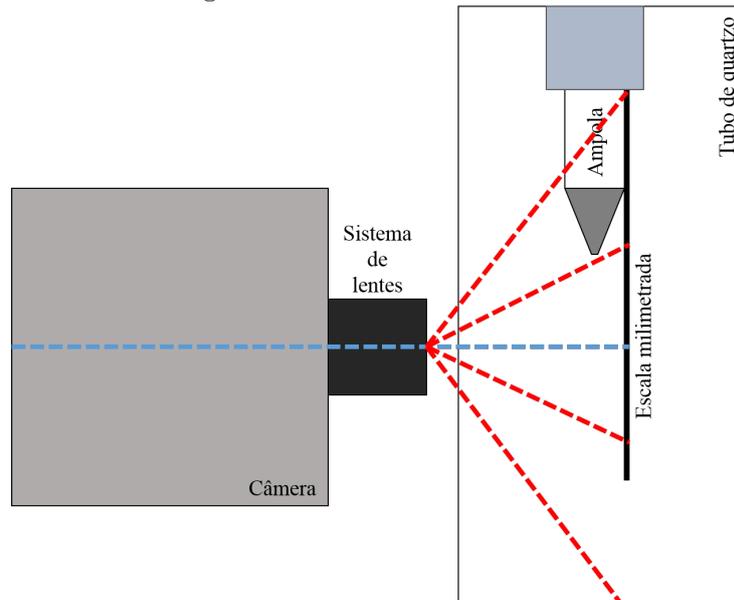


Fonte: Produção do autor

Efetuada a calibração, através de outra ferramenta do programa, foi possível obter

as distâncias necessárias. Para diminuir erros de paralaxe, por exemplo, a câmera foi nivelada e posicionada, de modo que o centro da lente ficasse em uma posição média do percurso percorrido pelas gotículas ao serem ejetadas da ampola. Um esquema pode ser visto na Figura 5.3.

Figura 5.3 - Esquema representativo para o posicionamento da câmera em relação a trajetória média das gotículas

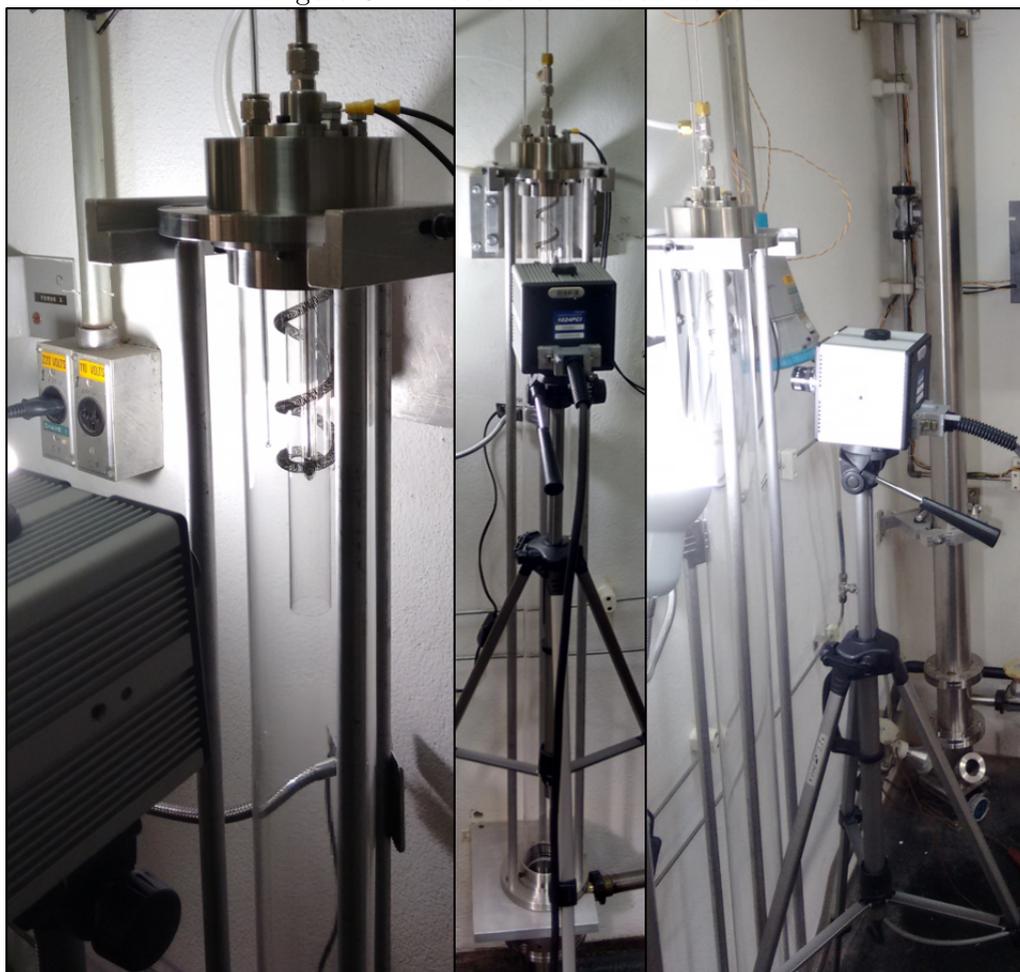


Fonte: Produção do autor

A Figura 5.4 mostra o posicionamento real, através de um suporte específico para filmagens profissionais, da câmera de alta velocidade em frente ao tubo de queda livre.

A iluminação intensa é necessária para permitir a visualização e filmagem, pois à medida que se aumenta a qualidade da imagem, através das configurações do *software*, é necessário uma luminosidade maior, que pode ser feita através da abertura da lente ou através de iluminação auxiliar. Várias configurações e posicionamentos da câmera foram realizados, a fim de se obter maior qualidade da imagem, nitidez e contraste, e a melhor configuração está representada como segue.

Figura 5.4 - Posicionamento da câmera



Posicionamento da câmera para filmar as gotículas ejetando da ampola: a) Vista lateral direita; b) vista frontal e c) vista lateral esquerda.

Fonte: Produção do autor

Para verificar a influência do diâmetro do furo da ampola na velocidade inicial das gotículas, foram definidos alguns valores, baseados em trabalhos anteriores (200, 300 e 500  $\mu m$ ), e proposto um valor diferente dos mencionados anteriormente, 100  $\mu m$ . Os resultados (Tabela 5.7) para as velocidades iniciais médias apresentadas nesta seção foram realizados utilizando o gás nitrogênio, variando as pressões de disparo e as pressões ambiente que serão abordadas posteriormente.

Tabela 5.7 - Velocidade inicial média em função dos diâmetros do furo da ampola ( $\phi_F$ )

Diâmetro [ $\mu m$ ]	$v_0$ [m/s]	Desvio [m/s]
100	0,00	$\pm 0,000$
200	1,77	$\pm 0,143$
300	1,68	$\pm 0,131$
500	1,57	$\pm 0,136$

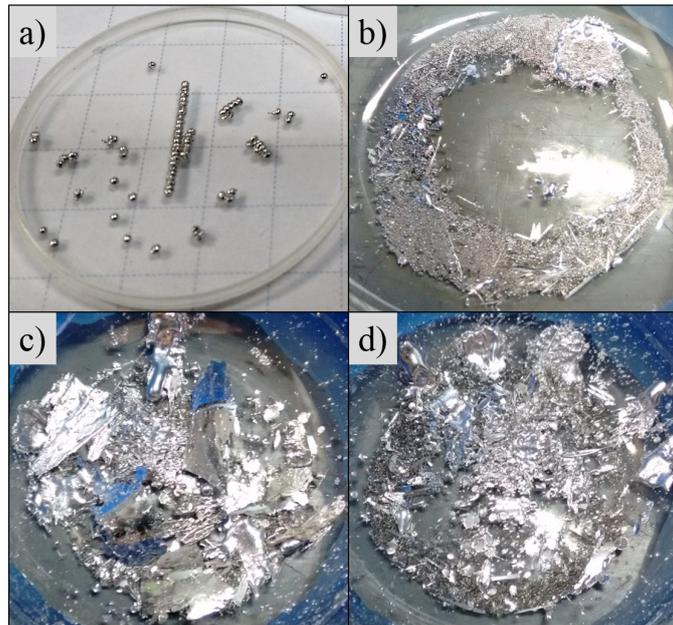
Para diâmetros de furo acima de  $200\mu m$  é possível verificar que, com o aumento do diâmetro do furo, a velocidade inicial das gotículas diminuem, no entanto, para o valor de  $100\mu m$ , a velocidade inicial das gotículas é igual a  $0,00m/s$ . Como visto nas Seções 3.5 e 3.6, o diâmetro da ampola influencia na velocidade inicial das gotículas bem como na forma de formação das gotículas.

Embora o aumento do diâmetro do furo da ampola implique em velocidades iniciais médias menores, a vazão de massa da liga é maior, provocando na não formação de uma quantidade elevada de gotículas em função da quebra do jato e, conseqüentemente, na não solidificação das gotículas durante seu percurso no tubo, ou seja, a solidificação ocorre no coletor do mesmo, como pode ser visto na Figura 5.5:

No entanto, para uma ampola com diâmetro de furo igual a  $100\mu m$ , houve a formação de gotículas por gotejamento e é possível verificar, ainda, que a solidificação ocorreu quase em sua totalidade (empilhamento) devido ao seu formato aproximadamente esférico. É possível verificar (Figura 5.5 b), c) e d)) que, para diâmetros acima de  $300\mu m$ , a massa de liga útil solidificada é reduzida consideravelmente, quando comparado com os resultados obtidos para um diâmetro igual a  $200\mu m$ , e existe uma distribuição no diâmetro das gotículas solidificadas para tal condição.

Dessa forma, para fins desse estudo, serão consideradas as ampolas que possuam diâmetros de furos iguais a  $100\mu m$  e  $200\mu m$  por características apresentadas distintas:  $\phi_F = 100\mu m$  implica na formação de gotas por gotejamento;  $\phi_F = 200\mu m$ , formação por jatos e, quando comparado com os outros diâmetros de furo, possui maior massa solidificada por queda no formato esférico, com uma distribuição no diâmetro das gotículas.

Figura 5.5 - Gotículas obtidas em função do diâmetro do furo da ampola: a)  $100\mu m$ , b)  $200\mu m$ , c)  $300\mu m$  e d)  $500\mu m$



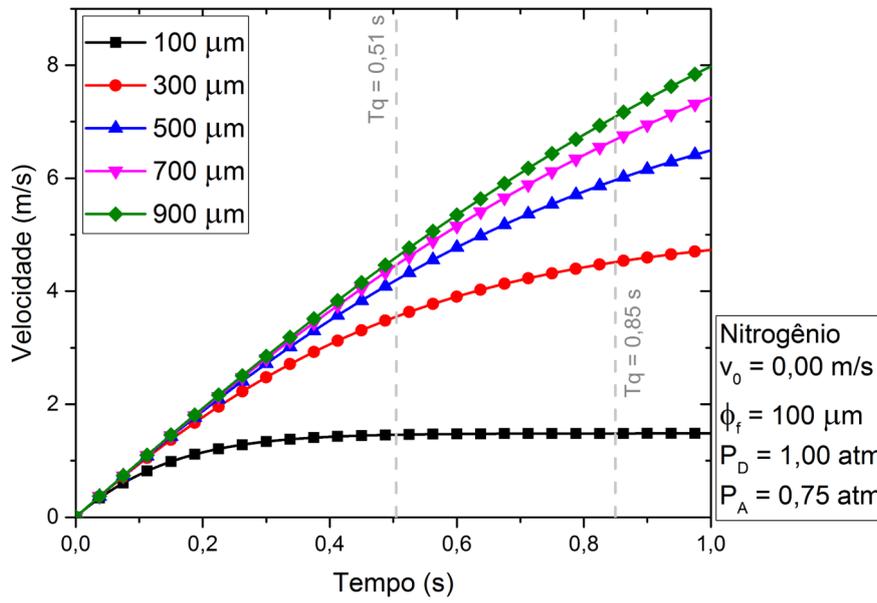
Amostras obtidas em um ambiente composto por gás nitrogênio para ampolas com diversos diâmetros de furo  $\phi_F$ . a)  $\phi_F = 100\mu m$  amostras quase solidificadas; b)  $\phi_F = 200\mu m$  amostras obtidas apresentando uma distribuição nos diâmetros das gotículas; c)  $\phi_F = 300\mu m$  liga atingiu o coletor ainda no estado líquido e d)  $\phi_F = 500\mu m$  liga atingiu o coletor no estado líquido.

Fonte: Produção do autor

Uma vez definido os diâmetros e, conseqüentemente, as velocidades iniciais em cada situação, esta será substituída, no modelo desenvolvido, para o cálculo do perfil de velocidades durante a queda, bem como a fração solidificada em função do diâmetro das gotículas.

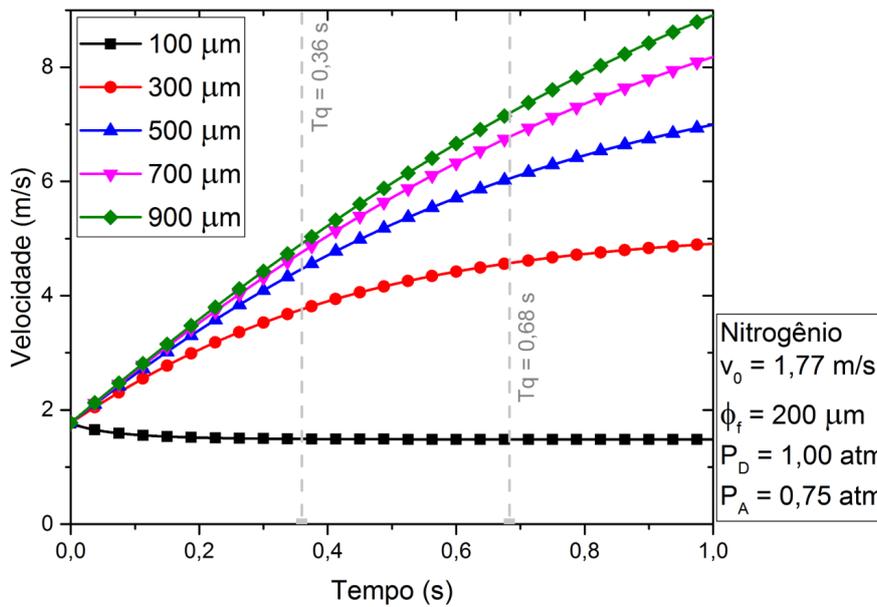
As Figuras 5.6 e 5.7 apresentam o perfil de velocidade das gotículas em função do tempo de queda, para diâmetros de furo de  $100$  e  $200\mu m$ , obtidas a partir da substituição do valor da  $v_0$  na Equação 3.18.

Figura 5.6 - Perfil de velocidade das gotículas em função do tempo e do diâmetro do furo ( $\phi_F = 100\mu m$ ).



Fonte: Produção do autor

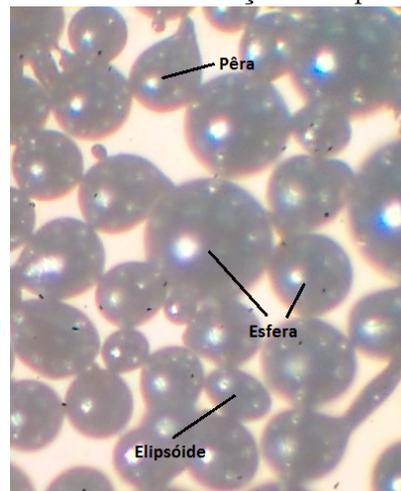
Figura 5.7 - Perfil de velocidade das gotículas em função do tempo e do diâmetro do furo ( $\phi_F = 200\mu m$ ).



Fonte: Produção do autor

Relacionando os valores da velocidade terminal (Tabela 3.3) das amostras com o perfil de velocidade obtido na Figura 5.7, é possível observar que, nas gotículas com diâmetro de  $100\ \mu m$ , a velocidade terminal é inferior ( $1,54m/s$ ) a velocidade inicial ( $1,77m/s$ ), o que implica em uma condição de não microgravidade, ou seja, as gotículas com esse diâmetro estão sob a ação de outras forças (arrasto, por exemplo) que afetam sua geometria durante a solidificação, de acordo com a Equação 3.35 (esfericidade da gotícula, relação entre o trabalho das forças aerodinâmicas e a tensão superficial). Já para gotículas com diâmetros superiores a  $300\ \mu m$ , verifica-se que elas não atingem sua velocidade terminal durante a queda, implicando uma condição de microgravidade melhor e, por consequência, o trabalho das forças aerodinâmicas são menores que a tensão superficial, permitindo, assim, obter-se gotículas em formatos esféricos (Figura 5.8). Assim, quanto maior for o diâmetro das gotículas, melhor será a microgravidade.

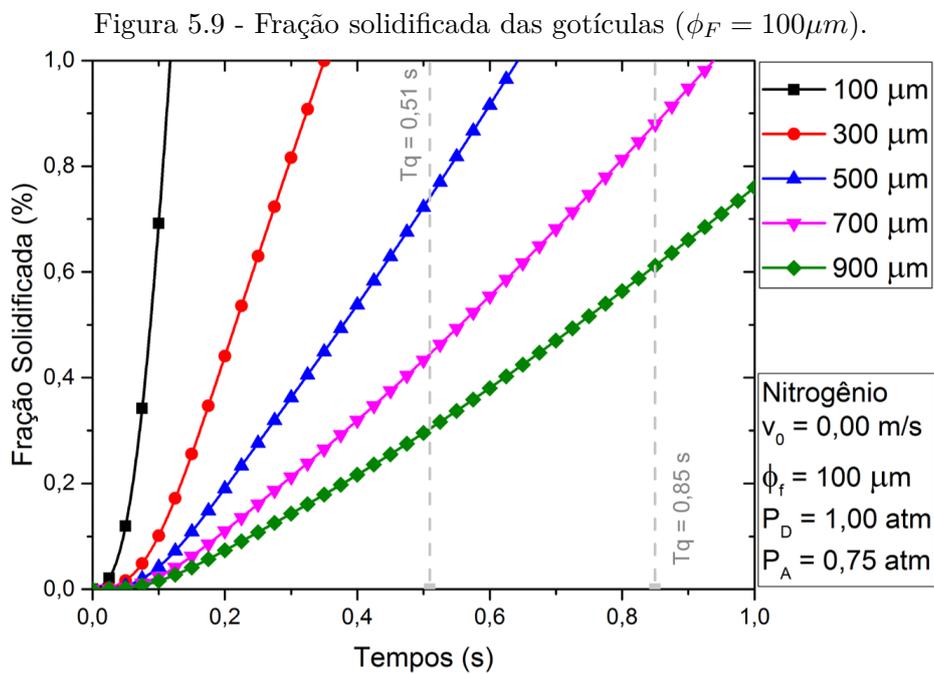
Figura 5.8 - Perfil das amostras em função do tipo de formação das gotas



Fonte: Produção do autor

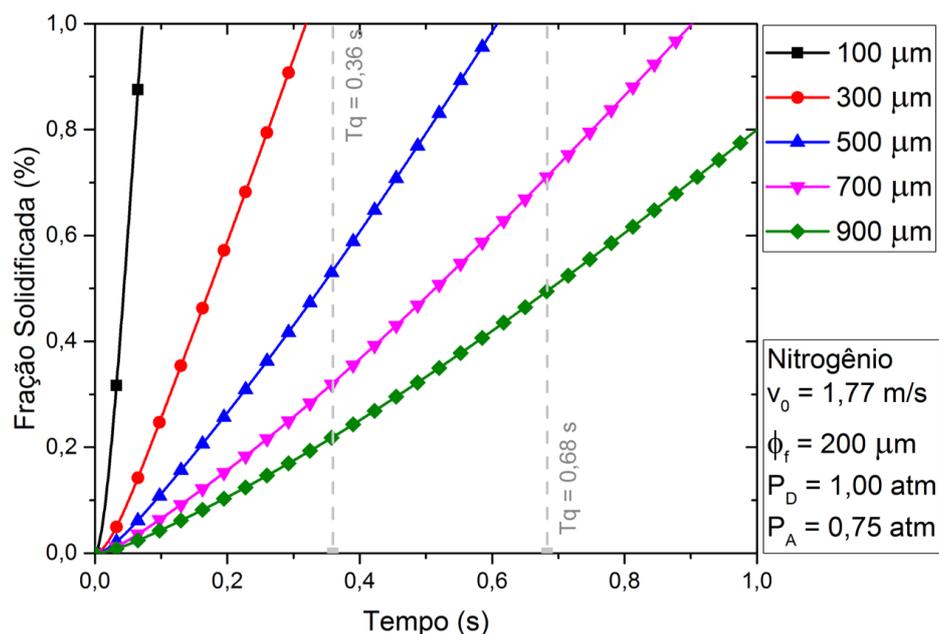
A fração solidificada pode ser calculada substituindo os valores da velocidade inicial (Tabela 5.7) na Equação 3.32, em função do tempo de queda e do diâmetro das mesmas. Como o tubo de queda livre de quartzo possui dimensões reduzidas, o tempo de queda para as amostras é de aproximadamente  $0,51\ s$ , enquanto que, para o tubo de queda livre de inox, o tempo de queda é de aproximadamente  $0,85\ s$ , para o caso de gotejamento. Quando os ensaios são realizados e a formação das gotículas é através de jatos, esse tempo de queda é reduzido.

As Figuras 5.9 e 5.10 apresentam o gráfico da fração solidificada em função do tempo de queda, para diferentes diâmetros de gotículas e para ampolas com diâmetros de furo de 100 e 200  $\mu m$ , respectivamente. Desta forma, de acordo com o modelo de transferência de calor, para ampolas com diâmetro de furo de 100  $\mu m$ , esperam-se gotículas de até 400  $\mu m$ , no drop tube de quartzo, e de até 650  $\mu m$  de diâmetro, no drop tube de inox. E para ampolas com diâmetro de furo de 200  $\mu m$  esperam-se gotículas de até 350  $\mu m$ , no drop tube de quartzo, e de até 550  $\mu m$  de diâmetro, no drop tube de inox.



Fonte: Produção do autor

Figura 5.10 - Fração solidificada das gotículas ( $\phi_F = 200\mu m$ ).



Fonte: Produção do autor

### 5.3 Pressão de disparo e pressão atmosférica

Através das imagens obtidas durante os ensaios, foi possível observar que a pressão de disparo tem papel importante na velocidade inicial das gotículas juntamente com o diâmetro do furo da ampola. Em trabalhos anteriores do grupo, (AN et al., 2007; TOLEDO, 2009; TOLEDO, 2013; TOLEDO et al., 2014), eram definidas: pressão de disparo ( $P_D$ ) igual a 0,75 atm e uma atmosfera controlada, pressão ambiente ( $P_A$ ) de gás dentro do tubo igual a 0,50 atm.

Neste trabalho utilizou-se alguns valores para as pressões de disparo e ambiente a fim de verificar sua importância durante a formação das gotículas e na solidificação das mesmas. Quanto maior a pressão de disparo, fixados os diâmetros dos furos, espera-se que a velocidade inicial seja maior.

A pressão ambiente tem um papel fundamental para a troca de calor das gotículas com o meio durante a queda. Quanto maior for, espera-se uma maior troca de calor por convecção. Foram definidas, assim, pressões de disparo iguais a 0,25; 0,50; 0,75 e 1,00 atm. Já para as pressões ambiente foram definidos os valores 0,25; 0,50 e 0,75 atm, para manter um ambiente de microgravidade de qualidade elevada.

A Tabela 5.8 mostra as velocidades calculadas através da aquisição das imagens da câmera de alta velocidade para as dadas pressões de disparo e ambiente:

Tabela 5.8 - Velocidades ( $m/s$ ) calculadas à partir das filmagens para a ampola com  $\phi_F = 200\mu m$

$P_A$ [atm]	$P_D$ [atm]			
	0,25	0,50	0,75	1,00
0,25	1,5785	2,0598	2,2100	2,2171
0,50	1,5229	1,6785	1,7932	1,7991
0,75	1,4978	1,5219	1,6972	1,7526

Para a ampola com  $\phi_F = 100\mu m$  não foi possível verificar as variações nas velocidades iniciais, pois, nessas situações, a formação das gotículas acontece por gotejamento. Entretanto, a diferença pode ser observada no período de formação das mesmas de acordo com a Tabela 5.9:

Tabela 5.9 - Período médio de formação das gotículas ( $s$ ) medidos através de cronômetro para a ampola com  $\phi_F = 100\mu m$

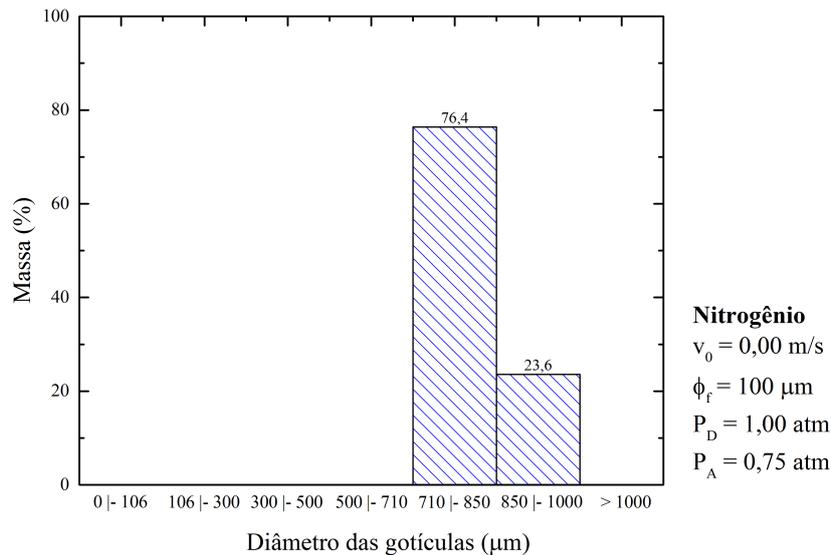
$P_A$ [atm]	$P_D$ [atm]			
	0,25	0,50	0,75	1,00
0,25	3	2	2	2
0,50	4	4	3	2
0,75	6	4	3	3

Através dos dados apresentados, Tabela 5.8 e Tabela 5.9, as condições de  $P_D = 1,00atm$  e  $P_A = 0,75atm$  são interessantes, pois apresentam valores de velocidade inicial, para ampolas com  $\phi_F = 200\mu m$ , e período de formação, para ampolas com  $\phi_F = 100\mu m$ , iguais a  $1,7526m/s$  e  $3s$ , respectivamente. Embora a velocidade inicial seja elevada quando comparado com outros valores da tabela, a pressão ambiente permite uma maior troca de calor por convecção. Para a ampola com  $\phi_F = 100\mu m$ , o tempo de formação de uma gotícula para outra aumenta, quando a  $P_A$  aumenta, mantendo-se o valor de  $P_D$ . No entanto, o tempo de formação diminui, quando a  $P_D$  aumenta, mantendo-se o valor de  $P_A$ .

Fixando  $P_A = 0,75 \text{ atm}$  e variando  $P_D$ , temos uma variação de 6 s para 3 s no período de formação, ou seja, uma redução em 50% no tempo de formação. Considerando que pressões atmosféricas maiores permitem maior troca de calor por convecção e considerando fatores sustentáveis (economia de energia elétrica, por exemplo) essas condições podem ser definidas como ótimas.

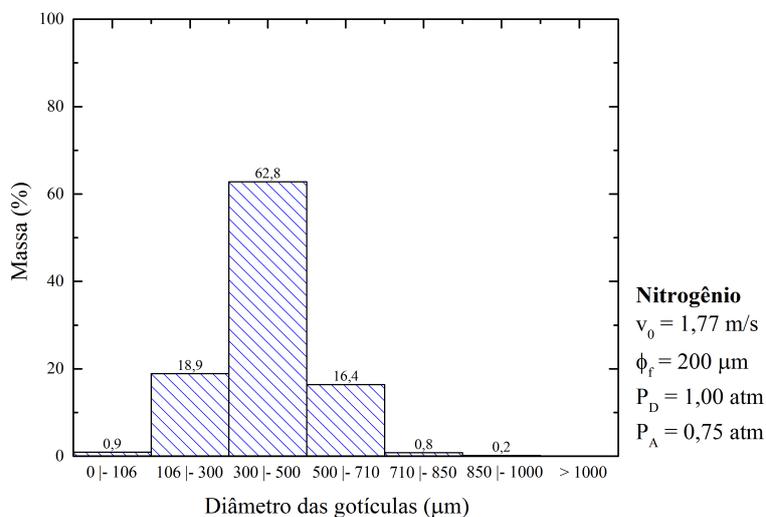
Para verificar a hipótese anterior, os histogramas apresentados nas Figuras 5.11 e 5.12 foram obtidos por meio de porcentagem em peso, que cada fração possui em relação a massa total da amostra em análise, e mostram o resultado da análise granulométrica nas amostras obtidas no tubo de queda de inox. É possível verificar que, para a ampola com diâmetro de furo de  $200 \mu\text{m}$ , os resultados estão de acordo com o modelo teórico e com trabalhos anteriores (POLI, 2014; FREITAS, 2016); já para a ampola com diâmetro de furo de  $100 \mu\text{m}$ , apresentou-se uma distribuição diferenciada no diâmetro das gotículas. Com esses diâmetros, de acordo com o modelo teórico (nitrogênio), não seria possível a solidificação completa das gotículas, ou seja, mesmo que, pela análise granulométrica, tenha-se obtido diâmetros de gotículas superiores ao previsto, uma pequena porção do seu interior poderia, ainda, estar na fase líquida quando atingiu o coletor do tubo.

Figura 5.11 - Histograma obtido através de análise granulométrica ( $\phi_F = 100 \mu\text{m}$ )



Fonte: Produção do autor

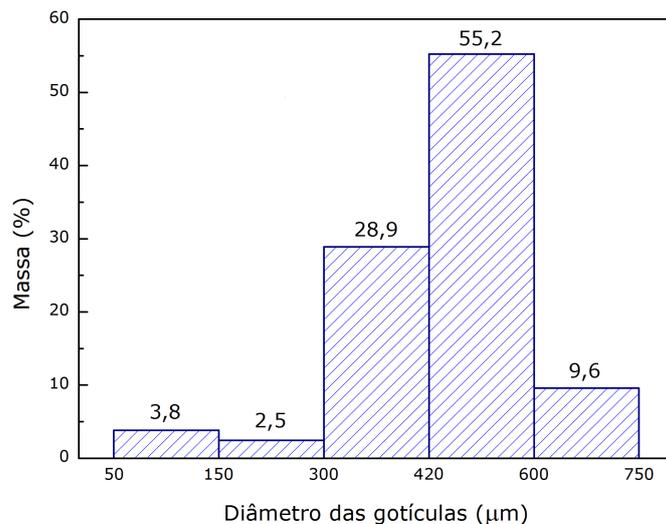
Figura 5.12 - Histograma obtido através de análise granulométrica ( $\phi_F = 200\mu m$ )



Fonte: Produção do autor

A Figura 5.13 mostra a análise granulométrica das gotículas da liga  $Bi_{57}Sn_{43}\%p.$ , obtidas por Freitas (2016) em sua dissertação de mestrado, solidificadas em ambiente de microgravidade através do tubo de queda livre de inox.

Figura 5.13 - Histograma obtido através de análise granulométrica ( $\phi_F = 200\mu m$ )



Fonte: Freitas (2016)

Embora as classes utilizadas em seu trabalho sejam diferentes das classes empregadas nesta tese, devido ao conjunto de peneiras usado, pode-se comparar os resultados e verificar que a distribuição para os diâmetros das gotículas obedecem uma distribuição semelhante, atingindo diâmetros máximos de  $850\mu m$  e um valor médio de 400 até  $450\mu m$ , aproximadamente.

#### 5.4 Influência dos gases

Nesse trabalho foi proposto a utilização de outros gases (Hélio e Argônio) não reagentes com a liga estudada, devido as suas propriedades termodinâmicas (condutividade térmica) distintas em relação as do gás nitrogênio e foi estudado sua influência no processo de obtenção das gotículas.

A Tabela 5.10 mostra a condutividade térmica de cada gás em relação ao ar. É possível verificar que a condutividade térmica do gás hélio é aproximadamente 4 vezes superior ao ar e quase 5 vezes superior ao gás nitrogênio. No entanto, o argônio possui condutividade térmica inferior ao gás nitrogênio, sendo que, o nitrogênio possui uma condutividade térmica superior ao argônio em aproximadamente 50%.

Tabela 5.10 - Condutividade térmica dos gases em relação ao ar

Elemento	0 °C	100 °C	200 °C
Ar	1,000	1,000	1,000
Argônio	0,688	0,687	0,682
Hélio	5,972	5,681	5,492
Nitrogênio	0,996	0,993	0,997

Fonte: Thermopedia (2011)

É importante frisar que, para ambos os gases, argônio e hélio, os mesmos experimentos foram realizados, ou seja, experimentos variando o diâmetro do furo da ampola, variando as pressões de disparo e ambiente, análise granulométrica e seus resultados serão mostrados a seguir. Todos os ensaios foram realizados nos tubos de queda livre de quartzo e de inox.

Para as análises feitas variando o diâmetro do furo da ampola, houveram resultados semelhantes, assim, serão apresentados apenas os resultados para os diâmetros

iguais a  $100\ \mu m$  e  $200\ \mu m$ . Novamente, duas formas de formação de gotas foram verificadas: através de gotejamento ( $\phi_F = 100\ \mu m$ ) e através de jatos ( $\phi_F > 200\ \mu m$ ). Em diâmetros superiores a  $300\ \mu m$  houveram disparos resultantes em jatos e, novamente, a maior parte da liga solidificou-se no coletor do tubo.

Quando as pressões de disparo e ambiente foram variadas, as ampolas com diâmetro igual a  $100\ \mu m$  apresentaram período de formação de gotas iguais aos períodos obtidos em ambiente de nitrogênio. No entanto, os diâmetros de  $200\ \mu m$  apresentaram comportamentos distintos do comportamento obtido em ambiente e disparo com nitrogênio.

As velocidades iniciais foram calculadas adotando o procedimento descrito na Seção 5.2 e seus resultados foram utilizados no modelo matemático desenvolvido, a fim de verificar o perfil de velocidades das gotículas em função do gás ambiente e, posteriormente, foi calculado teoricamente a fração solidificada em função do tempo de queda.

Devido as propriedades distintas da condutividade térmica do gás ambiente, a análise granulométrica apresentou resultados diferentes que serão comparados posteriormente com os resultados obtidos em ambiente de nitrogênio.

#### 5.4.1 Argônio

Os primeiros dados obtidos foram os dados das velocidades iniciais, calculados através das imagens obtidas pela câmera de alta velocidade e estão na Tabela 5.11 a seguir:

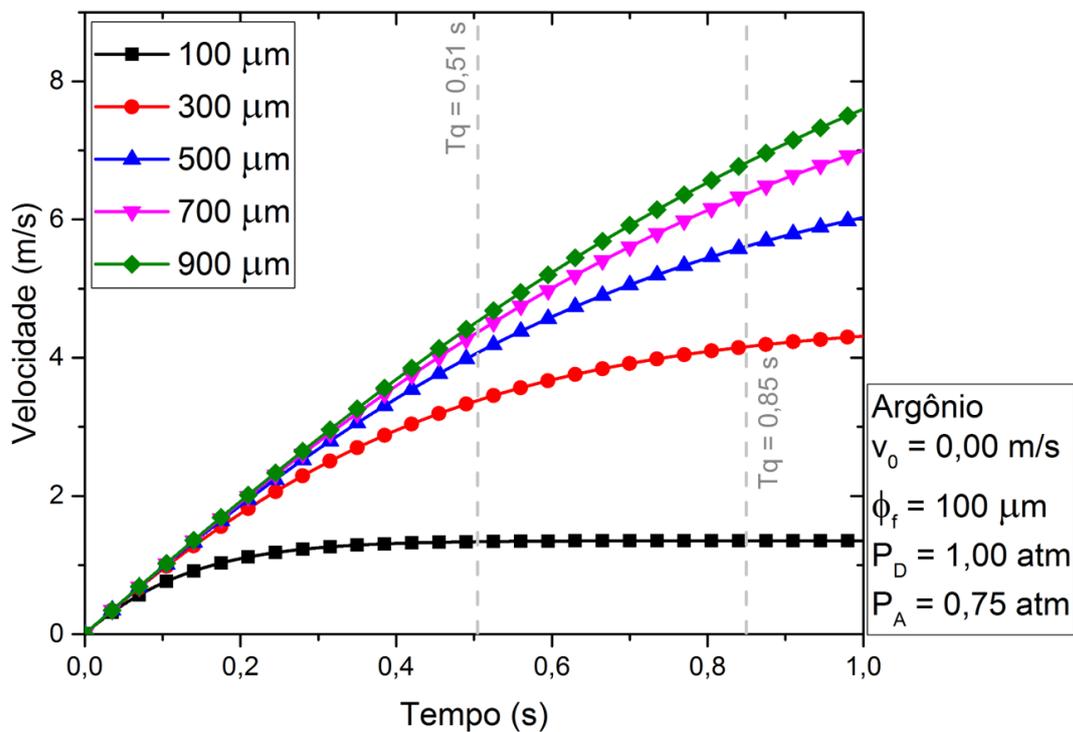
Tabela 5.11 - Velocidades ( $m/s$ ) calculadas à partir das filmagens para a ampola com  $\phi_F = 200\ \mu m$  num ambiente de Argônio.

$P_A$ [atm]	$P_D$ [atm]			
	0,25	0,50	0,75	1,00
0,25	1,4780	1,9598	2,0902	2,1103
0,50	1,4245	1,5786	1,6925	1,6980
0,75	1,3850	1,4219	1,5960	1,6524

Através dos dados da tabela anterior (Tabela 5.11) pode-se calcular um valor médio para a velocidade inicial que é de, aproximadamente,  $v_0 = 1,6739 \text{ m/s}$ . Para a ampola com diâmetro do furo igual a  $100 \mu\text{m}$  tem-se  $v_0 = 0 \text{ m/s}$ .

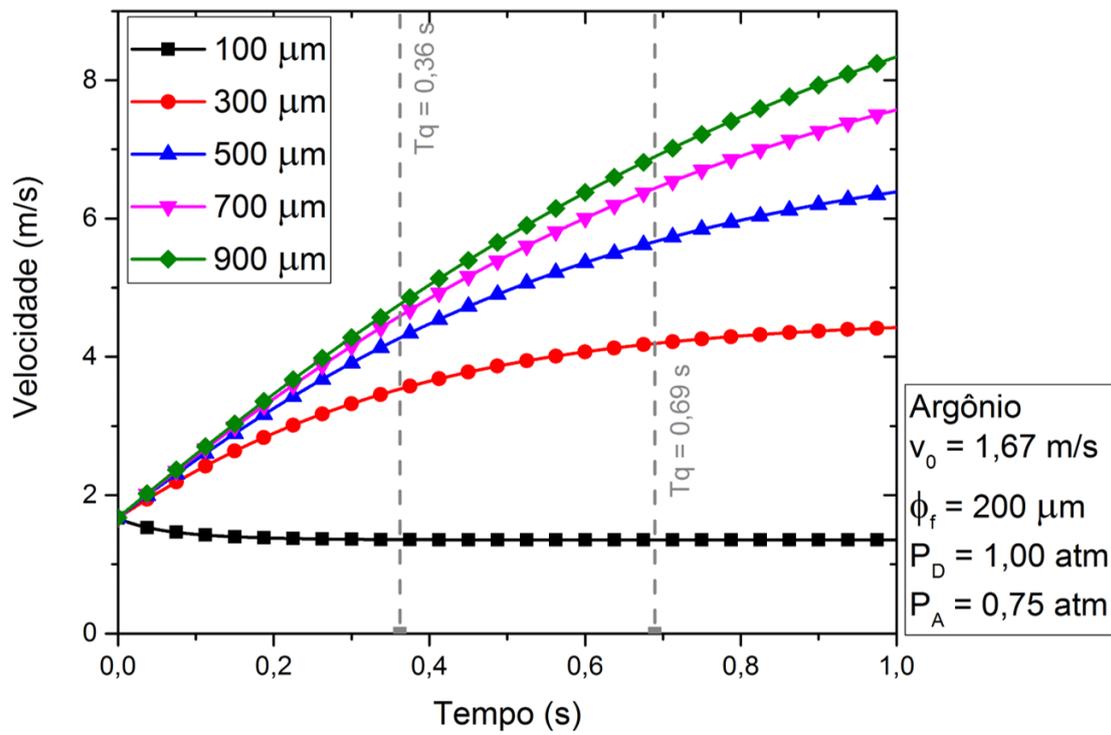
As Figuras 5.14 e 5.15 apresentam o perfil de velocidade das gotículas em função do tempo de queda, para diâmetros de furo de  $100$  e  $200 \mu\text{m}$ , obtidas a partir da substituição do valor da  $v_0$  na Equação 3.17.

Figura 5.14 - Perfil da velocidade das gotículas em função do tempo de queda ( $\phi_F = 100 \mu\text{m}$ )



Fonte: Produção do autor

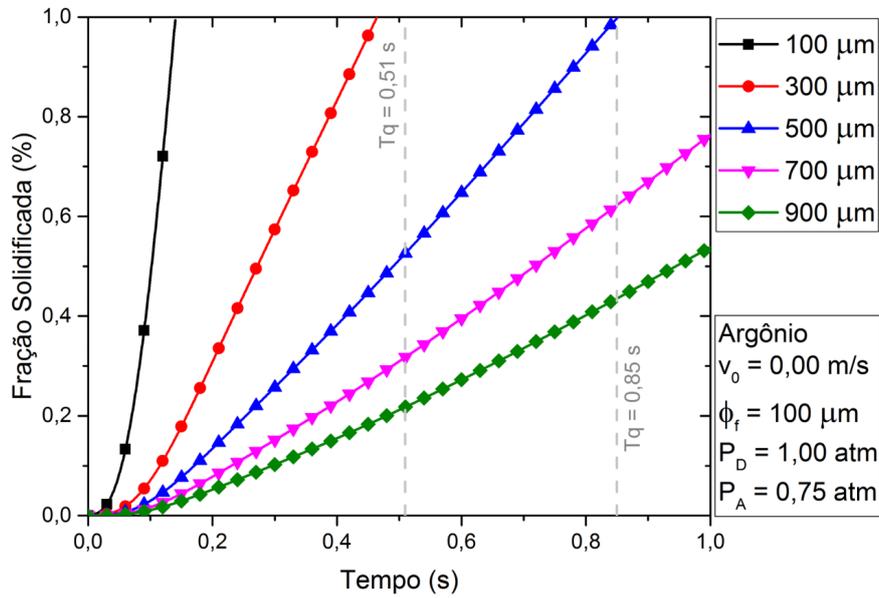
Figura 5.15 - Perfil da velocidade das gotículas em função do tempo de queda ( $\phi_F = 200\mu m$ )



Fonte: Produção do autor

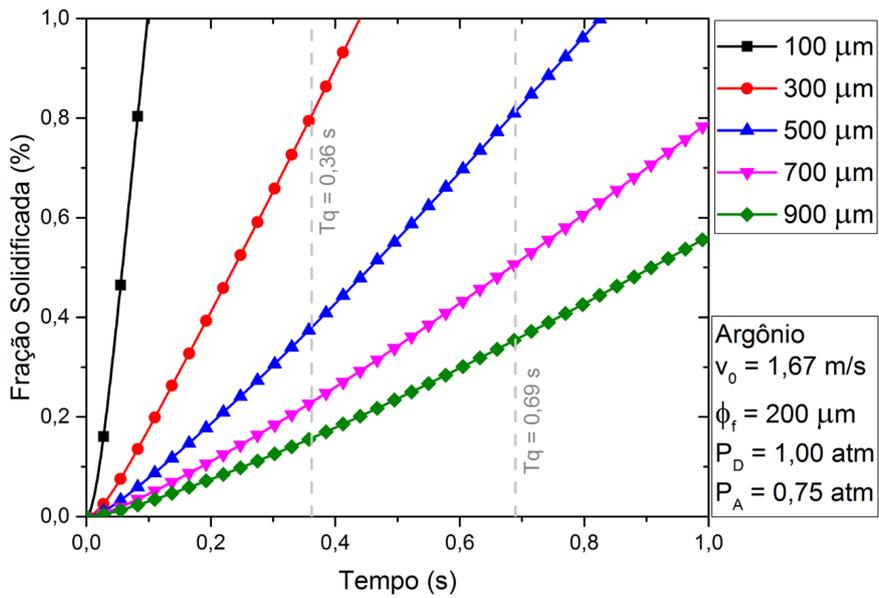
As Figuras 5.17 e 5.16 mostram o gráfico da fração solidificada, em função do tempo de queda, para diferentes diâmetros de gotículas e para ampolas com diâmetros de furo iguais a 100 e 200  $\mu m$ . De acordo com o modelo teórico, o diâmetro máximo de gotículas que podem ser obtidas totalmente solidificadas são, respectivamente, 300  $\mu m$  para o tubo de quartzo e até 500  $\mu m$  para o tubo de inox.

Figura 5.16 - Fração solidificada das gotículas em função do tempo de queda ( $\phi_F = 100\mu\text{m}$ )



Fonte: Produção do autor

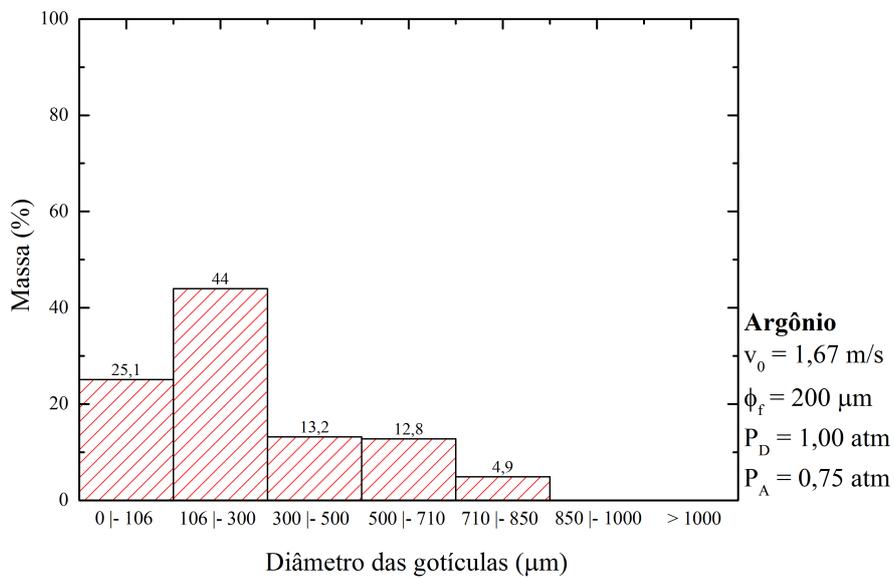
Figura 5.17 - Fração solidificada das gotículas em função do tempo de queda ( $\phi_F = 200\mu\text{m}$ )



Fonte: Produção do autor

Após os ensaios no tubo de inox, as amostras obtidas com a ampola de  $\phi_F = 200 \mu m$  foram submetidas a uma análise granulométrica. Para a ampola com  $\phi_F = 100 \mu m$  não foi possível obter amostras esféricas para análise granulométrica pois a mesma atingiu o coletor do tubo ainda no estado líquido.

Figura 5.18 - Histograma obtido após análise granulométrica das amostras para ampola com  $\phi_F = 200 \mu m$



Fonte: Produção do autor

#### 5.4.2 Hélio

Os primeiros dados obtidos foram os dados das velocidades iniciais, calculados através das imagens obtidas pela câmera de alta velocidade e estão na tabela a seguir (Tabela 5.12):

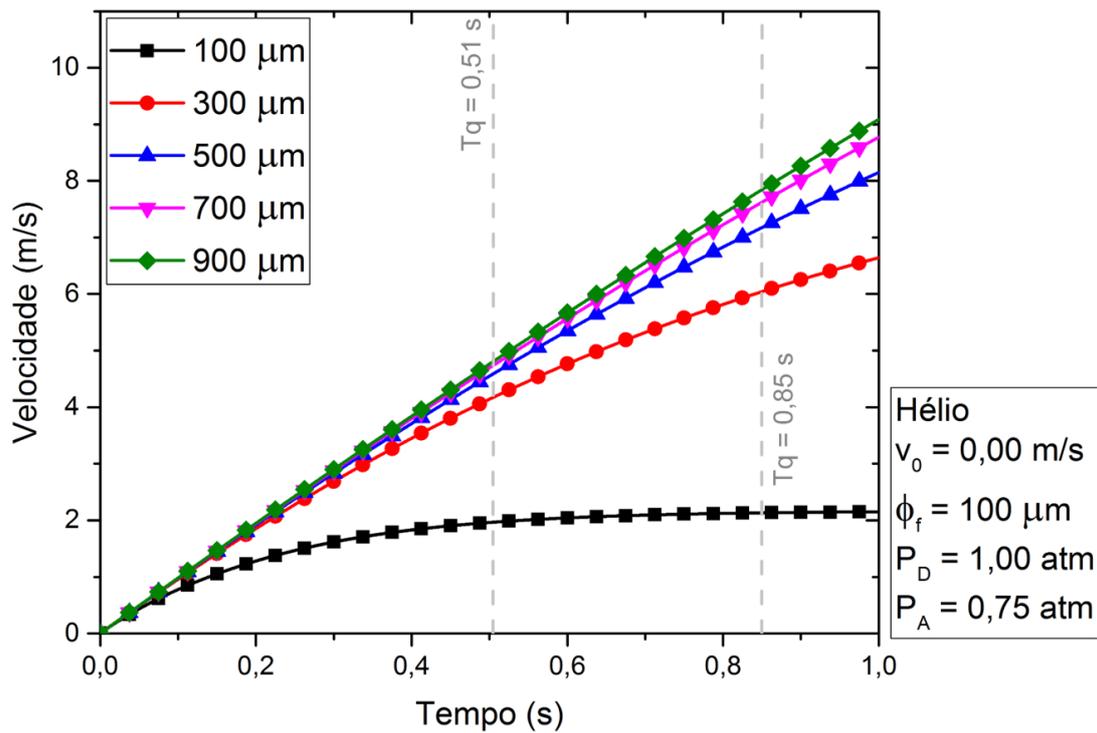
Através dos dados da Tabela 5.12 foi possível calcular um valor médio para a velocidade inicial que é de, aproximadamente,  $v_0 = 1,9740 \text{ m/s}$ . Para a ampola com diâmetro igual a  $100 \mu m$  tem-se  $v_0 = 0 \text{ m/s}$ .

Tabela 5.12 - Velocidades ( $m/s$ ) calculadas à partir das filmagens para a ampola com  $\phi_F = 200\mu m$  num ambiente de Hélio

$P_A$ [atm]	$P_D$ [atm]			
	0,25	0,50	0,75	1,00
0,25	2,1055	2,1829	2,3552	2,3734
0,50	1,7209	1,9978	2,0825	2,1132
0,75	1,5901	1,7055	1,7171	1,7440

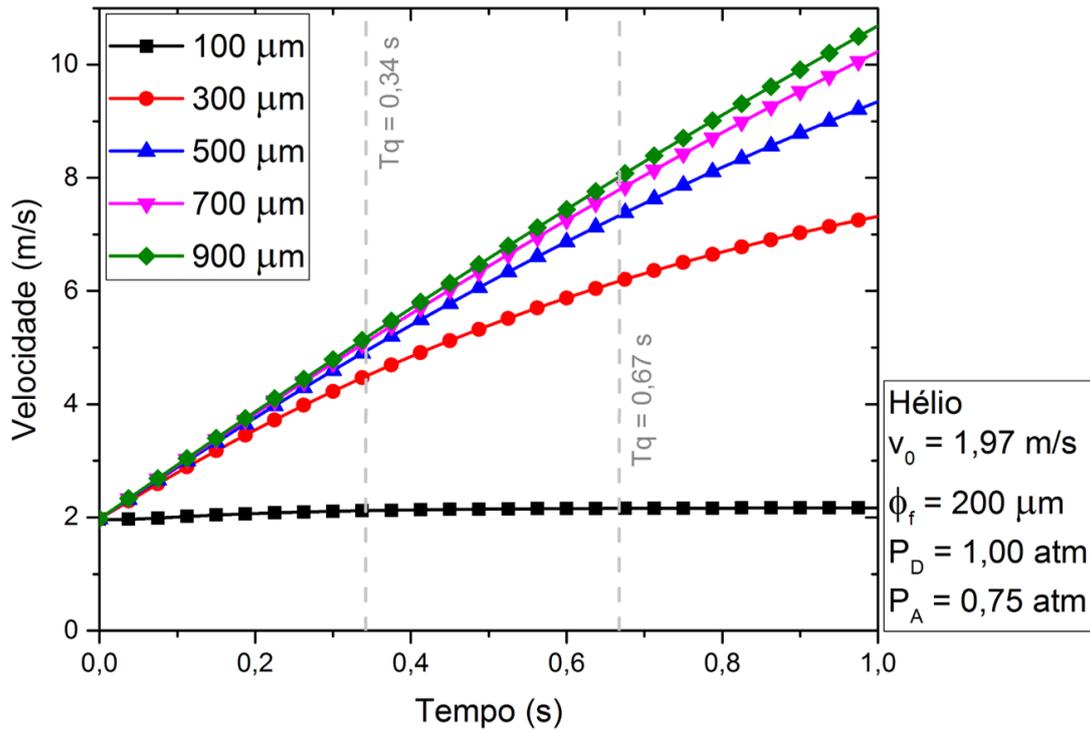
As Figuras 5.19 e 5.20 apresentam o perfil de velocidade das gotículas em função do tempo de queda, para diâmetros de furo de 100 e 200  $\mu m$ , obtidas a partir da substituição do valor de  $v_0$  na Equação 3.17.

Figura 5.19 - Perfil da velocidade das gotículas em função do tempo de queda e diâmetro para ampola com  $\phi_F = 100\mu m$ .



Fonte: Produção do autor

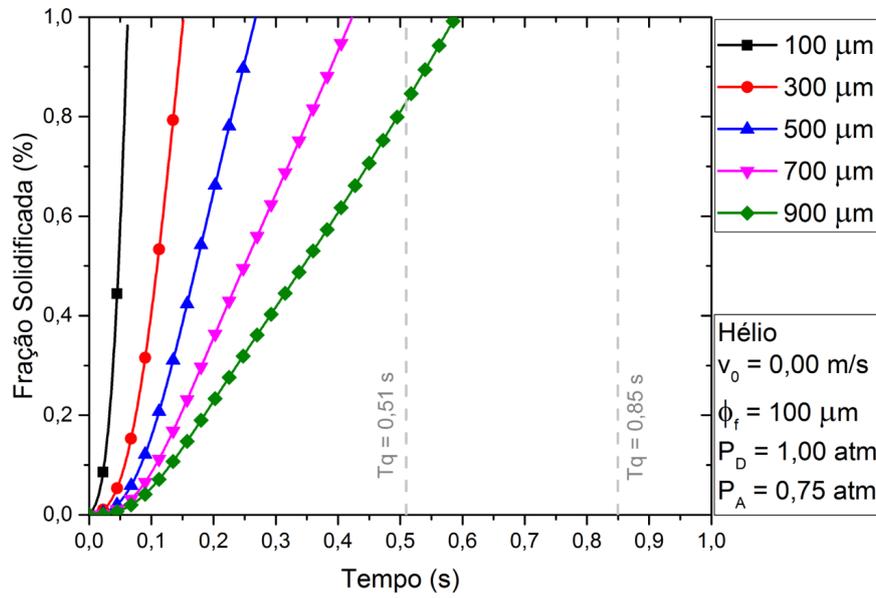
Figura 5.20 - Perfil da velocidade das gotículas em função do tempo de queda e diâmetro para ampola com  $\phi_F = 200\mu m$ .



Fonte: Produção do autor

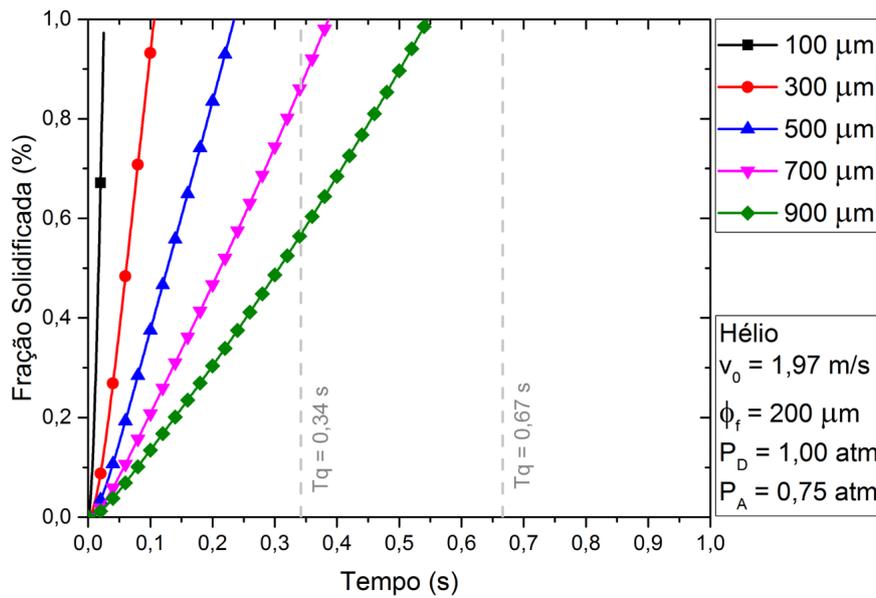
As Figuras 5.21 e 5.22 mostram que, de acordo com o modelo teórico, o diâmetro máximo de gotículas que podem ser obtidas totalmente solidificadas são  $650\mu m$ , para o tubo de quartzo, e até  $1000\mu m$ , para o tubo de inox.

Figura 5.21 - Fração solidificada das gotículas em função do tempo de queda e diâmetro para ampola com  $\phi_F = 100\mu m$



Fonte: Produção do autor

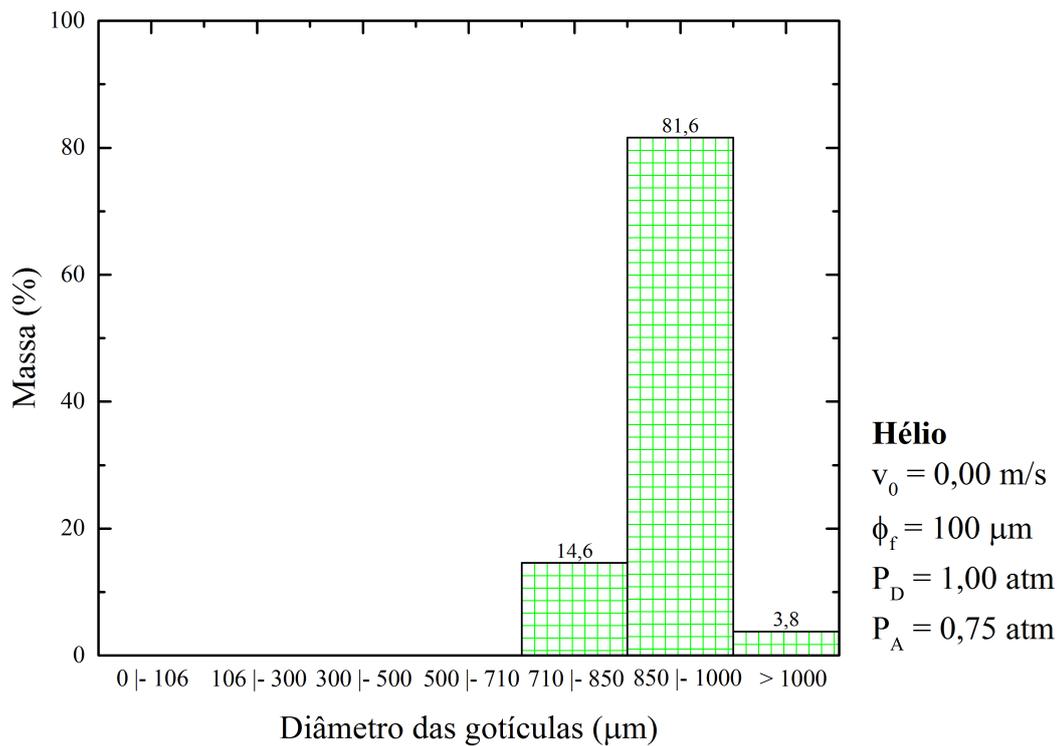
Figura 5.22 - Fração solidificada das gotículas em função do tempo de queda e diâmetro para ampola com  $\phi_F = 200\mu m$



Fonte: Produção do autor

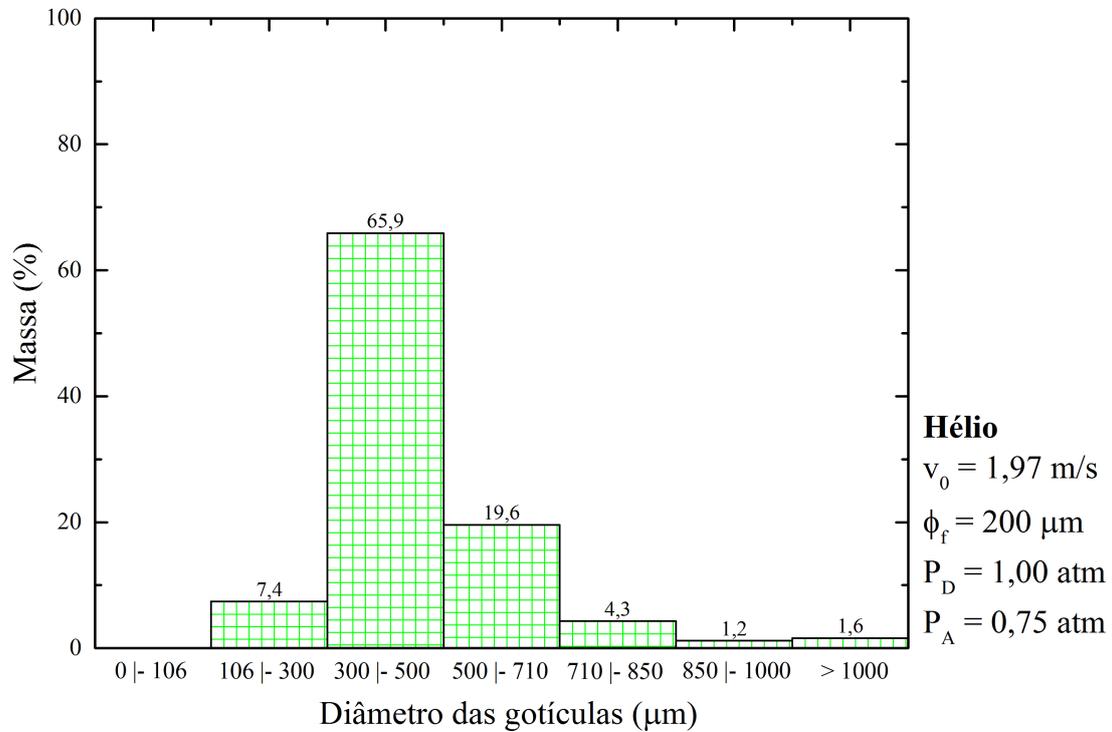
Após os ensaios no tubo de inox, as amostras obtidas com as ampolas de  $\phi_F = 100\mu m$  e  $\phi_F = 200\mu m$  foram submetidas a uma análise granulométrica. Os resultados para essas análises podem ser verificados nas Figuras 5.23 e 5.24.

Figura 5.23 - Histograma obtido após análise granulométrica das amostras para ampola com  $\phi_F = 100\mu m$



Fonte: Produção do autor

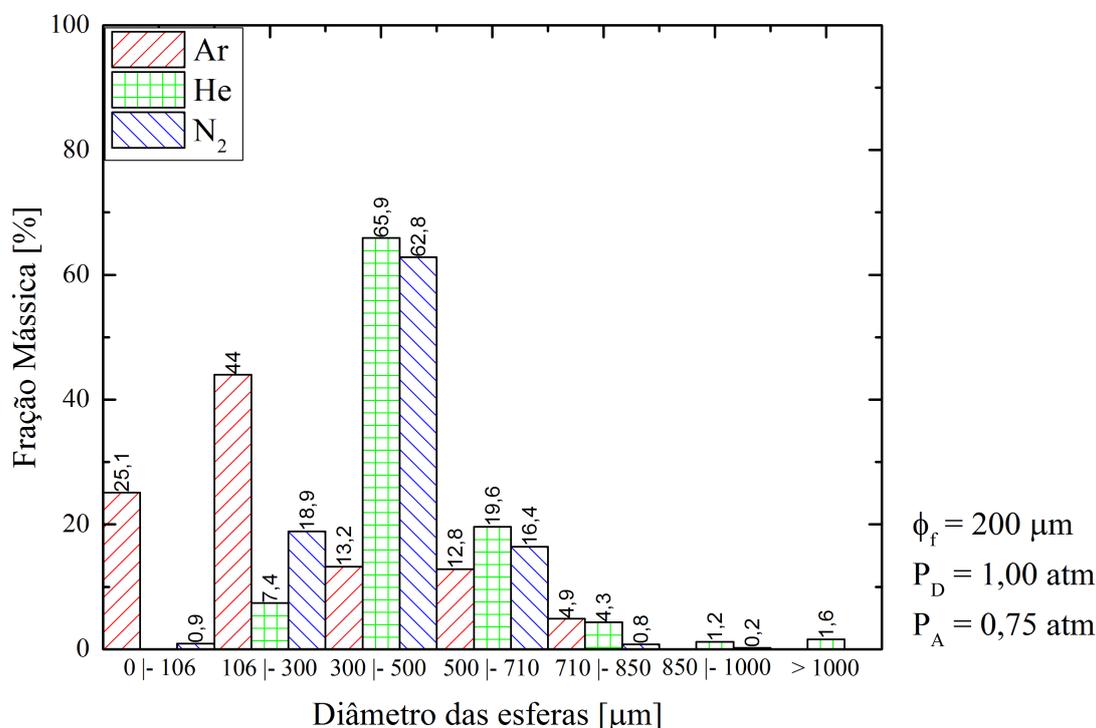
Figura 5.24 - Histograma obtido após análise granulométrica das amostras para ampola com  $\phi_F = 200\mu m$



Fonte: Produção do autor

A Figura 5.25 mostra a análise granulométrica em função dos gases usados neste trabalho.

Figura 5.25 - Histograma obtido em função dos gases ( $\phi_F = 200\mu m$ )



Fonte: Produção do autor

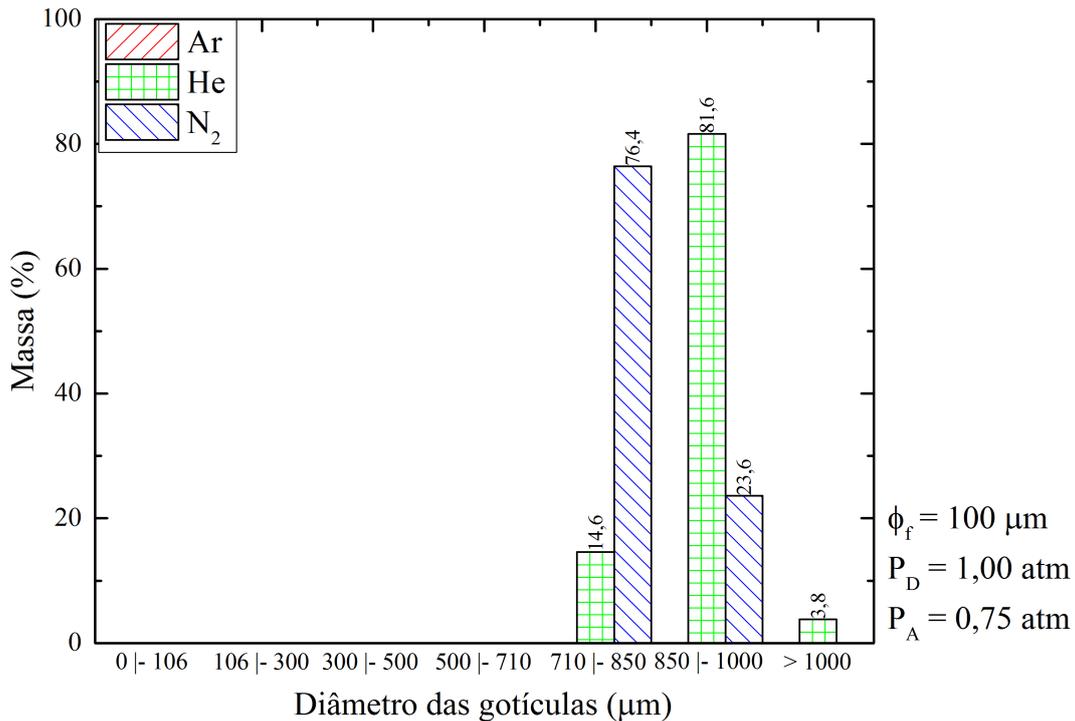
É possível verificar, para a ampola com  $\phi_F = 200\mu m$ , a existência de uma distribuição nos diâmetros das gotículas, variando de 0 a  $850\mu m$ , para o gás argônio, e de 0 a  $1000\mu m$ , para os gases nitrogênio e hélio. Em especial, para o gás hélio, foi possível verificar a presença de gotículas com diâmetros superiores a  $1000\mu m$ , numa percentagem de aproximadamente 1%.

Já na Figura 5.26 é possível verificar a presença de gotículas com diâmetros superiores a  $710\mu m$  para os gases hélio e nitrogênio. Para o gás argônio não houve uma distribuição nos diâmetros, pois as gotículas atingiram o coletor do tubo no estado líquido.

Ainda, através da Figura 5.26, verificou-se a predominância de gotículas com diâmetro entre  $710$  e  $850\mu m$ , para o gás nitrogênio, e entre  $850$  e  $1000\mu m$ , para o gás hélio, sendo possível a obtenção de gotículas com diâmetros superiores a  $1000\mu m$ , numa

frequência de, aproximadamente, 4% para o gás hélio, implicando, para essa faixa de diâmetro, um aumento maior que 300% quando comparado com os resultados obtidos para a ampola com  $\phi_F = 200\mu m$ .

Figura 5.26 - Histograma obtido em função dos gases ( $\phi_F = 100\mu m$ ).



Fonte: Produção do autor

No trabalho de Freitas (2016) foram utilizados alguns parâmetros experimentais para a solidificação das gotículas em ambiente de microgravidade, como: gás nitrogênio (ambiente e disparo), diâmetro do furo da ampola igual a  $300\mu m$  e pressão de disparo e pressão ambiente iguais a 0,75 atm e 0,50 atm, respectivamente.

Embora o diâmetro do furo da ampola seja diferente dos resultados apresentados aqui, a forma de formação das gotículas é através de jatos. É possível verificar, através dos resultados apresentados nas Figuras 5.12 e 5.13, um comportamento semelhante na distribuição das gotículas obtidas durante o ensaio, porém, com o

aumento do diâmetro do furo da ampola, existe maior massa da liga que é solidificada no coletor do tubo (Figura 5.5), ou seja, são necessários um maior número de experimentos para obter um número significativo de esferas para análises posteriores.

As pressões ambiente e de disparo adotadas pelo autor são diferentes das apresentadas nessa seção, entretanto, é possível verificar a influência das pressões de disparo e ambiente na velocidade inicial das gotículas (modelo teórico), bem como na solidificação das mesmas. Um ambiente com uma maior pressão aumenta a transferência de calor entre as gotículas e o meio, no entanto, um aumento na pressão de disparo implica em um aumento na velocidade inicial das gotículas.

Dessa forma, seguindo os objetivos desse trabalho, as condições ideais para se obter o maior número de gotículas esféricas em ambiente de microgravidade, com os maiores diâmetros possíveis, acontece para ampola com  $\phi_F = 100\mu m$ , em um ambiente de gás hélio, com pressão atmosférica  $P_A = 0,75atm$  e pressão de disparo  $P_D = 1,00atm$ .

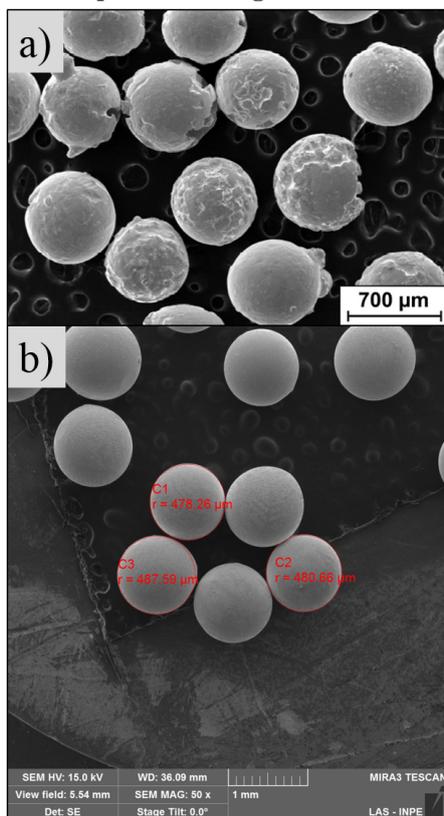
## 5.5 Análises Microestruturais

De acordo com os resultados obtidos, serão analisadas, nesta seção, apenas as amostras obtidas nas condições consideradas ideais de acordo com o objetivo deste trabalho.

As primeiras imagens obtidas retratam a morfologia superficial de um conjunto de gotículas. A Figura 5.27 a) mostra as imagens MEV obtidas por Freitas (2016) de gotículas de bismuto-estanho solidificadas em microgravidade, em um ambiente de nitrogênio. Os diâmetros das gotículas estão entre 600 e 750 $\mu m$  e é possível verificar que as mesmas se solidificaram com rugosidade superficial elevada.

A Figura 5.27 b) apresenta as imagens MEV da superfície de um conjunto de gotículas solidificadas em microgravidade, em um ambiente de hélio, e possuem diâmetros superiores a 900 $\mu m$ . Nota-se que a rugosidade superficial é quase inexistente quando comparada com a rugosidade das gotículas obtidas em um ambiente de nitrogênio.

Figura 5.27 - Imagem MEV da superfície das gotículas solidificadas em microgravidade



Gotículas solidificadas em microgravidade em ambiente de: a) nitrogênio com diâmetro entre  $600$  e  $750\mu m$ ; b) hélio com diâmetro superiores a  $900\mu m$ .

Fonte: a) Adaptado de Freitas (2016); b) Produção do autor.

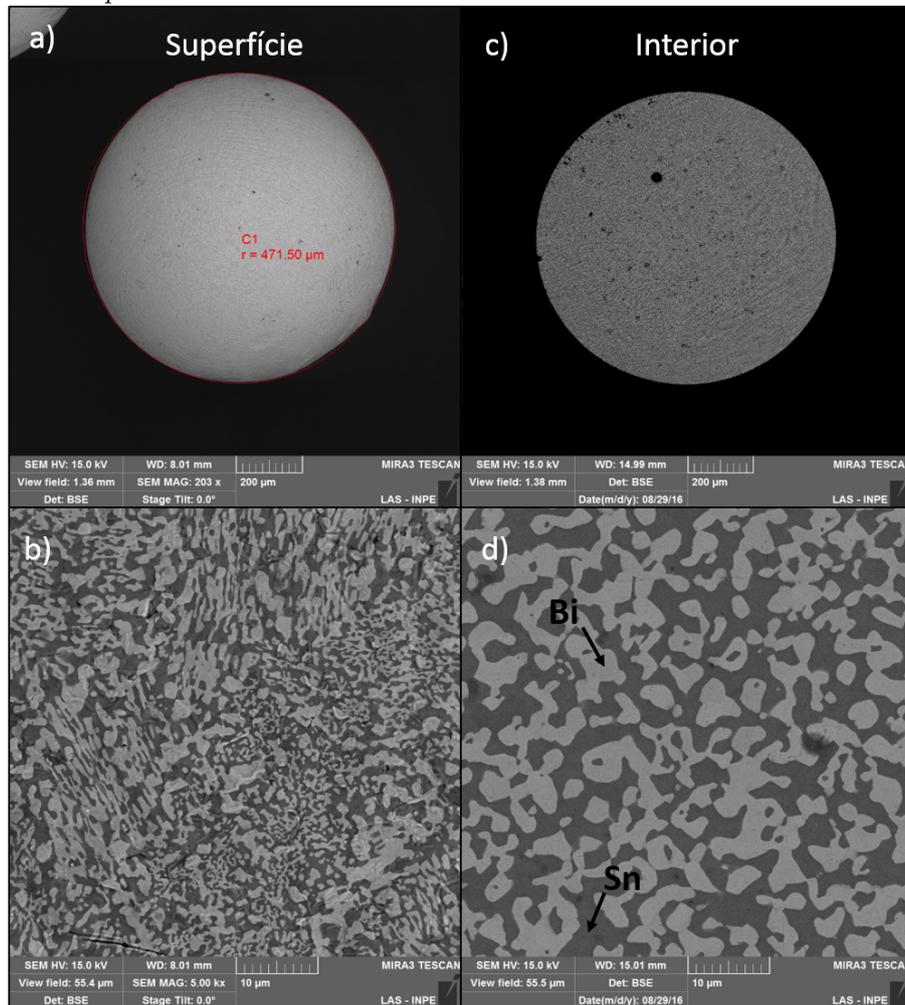
O gás utilizado influencia na morfologia superficial das gotículas, bem como na velocidade inicial das mesmas, conforme elucidado anteriormente neste trabalho. É possível verificar que as gotículas se solidificaram após ejetarem a ampola, durante a queda, devido à forma esférica apresentada, caso contrário possuiriam o formato de elipsóides ou pêras.

A Figura 5.28 mostra as imagens MEV das amostras obtidas no tubo de queda (a-b: superfície da esfera; c-d: parte interna da esfera). Pode-se averiguar a presença de duas fases, como esperado: uma fase  $\alpha$ , rica em bismuto (tonalidade de cinza clara), e fase  $\beta$ , rica em estanho (cinza escura). Observa-se, ainda, que todas as gotículas apresentam uma estrutura irregular.

Na superfície da esfera tem-se uma estrutura irregular com fases pequenas por conta da rápida solidificação (Figura 5.28 (a) até (b)) e, no interior da esfera, uma estrutura

irregular com fases maiores quando comparados com as da superfície (Figura 5.28 (c) até (d)).

Figura 5.28 - Imagens obtidas por MEV da liga eutética BiSn das gotículas coletadas no *drop tube*.

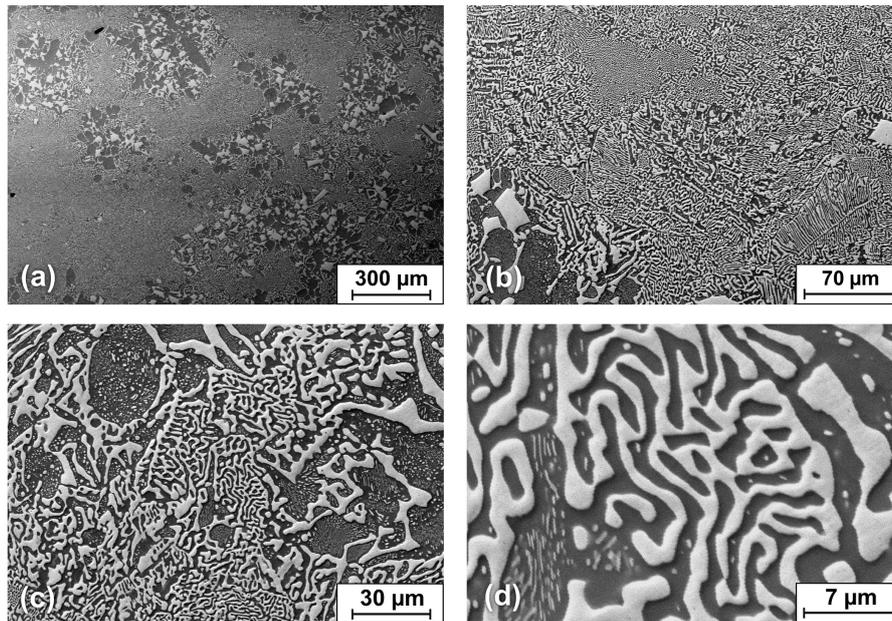


Fase clara: rica em bismuto; fase escura: rica em estanho. a) Imagem da superfície da esfera sem tratamento; b) Imagem superficial da esfera ampliada; c) Imagem do interior da esfera após por polimento e d) Ampliação do interior da esfera.

Fonte: Produção do autor

A Figura 5.29 apresenta as imagens dos elétrons retroespalhados das amostras solidificadas em gravidade terrestre (1g) extraídas de Freitas (2016). Verificam-se nelas duas fases distintas, uma rica em bismuto e outra rica em estanho, e, devido a sua solidificação ser em 1g, apresenta ilhas e algumas regiões lamelares.

Figura 5.29 - Imagens de MEV da liga eutética BiSn da amostra solidificada em 1g.



Fase clara: rica em bismuto; fase escura: rica em estanho

Fonte: Freitas (2016)

As amostras solidificadas no tubo de queda apresentaram uma estrutura mais uniforme, apesar das irregularidades superficiais, sem a presença de ilhas, em conformidade com os resultados obtidos para a mesma liga nos estudos efetuados por Poli (2014), Freitas (2016), contrastando com a liga solidificada em gravidade terrestre.

A Tabela 5.13 apresenta a análise de EDX das amostras obtidas em 1g e em microgravidade, bem como a composição eutética do diagrama de fases para comparação, sendo que a composição da amostra solidificada em gravidade terrestre apresenta um desvio em relação a composição eutética da liga, por conta de fatores envolvidos durante a preparação da mesma, por exemplo, a redistribuição de soluto (FREITAS, 2016).

Essa possível redistribuição de soluto pode ser verificada pelo EDX das amostras obtidas no tubo de queda, pois a composição está próxima a composição da liga utilizada para a obtenção das gotículas.

Tabela 5.13 - Análise de Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDX) da liga eutética BiSn

	Amostra	Bi (% p.)	Sn (% p.)
Diagrama de fases	–	57,0	43,0
$1g^*$	–	$51,8 \pm 0,3$	$48,2 \pm 0,3$
microgravidade			
<i>Drop Tube</i>	$D > 710\mu m$	$52,3 \pm 0,4$	$47,7 \pm 0,4$

Fonte: Dados do autor exceto \* [Freitas \(2016\)](#)

Ainda que as composições das gotículas obtidas nesse estudo sejam próximas as da carga mãe, estudos densimétricos realizados ([FREITAS, 2016](#)) mostram que as composições estão próximas as da liga eutética de bismuto-estanho. Essa análise densimétrica é confiável pois, através dela, é possível determinar quantitativamente a composição da liga, enquanto que as imagens EDX apresentam resultados da composição superficiais da liga ([FREITAS, 2016](#)).

## 6 CONCLUSÕES

Desse trabalho de Doutorado pode-se concluir:

- Foi possível otimizar os parâmetros de solidificação;
- Os parâmetros de solidificação da liga eutética de bismuto-estanho que permitiram esferas maiores solidificadas em ambiente de microgravidade foram: Diâmetro do furo da ampola igual a  $100\mu m$  (gotejamento), implicando em  $v_0 = 0m/s$ , pressão de disparo igual a  $P_D = 1,00atm$ , pressão atmosférica igual a  $P_A = 0,75atm$  e uma atmosfera composta por gás hélio;
- Foi desenvolvido um modelo de transferência de calor, baseado em um mecanismo convecção-radiação, que previu satisfatoriamente o tempo de solidificação das gotículas. O termo de radiação no modelo é significativo para esferas com diâmetros maiores que  $300\mu m$ ;
- De acordo com o modelo, a fração solidificada das gotículas depende das propriedades térmicas dos gases e da velocidade inicial das gotículas;
- Foi desenvolvido, projetado e construído um tubo de queda livre, que permite observações em tempo real do experimento determinando, através de uma câmera de alta velocidade, a velocidade inicial das gotículas e a forma de formação das mesmas. A forma de formação das gotículas influencia na esfericidade das gotículas;
- Através das filmagens obtidas, o diâmetro do furo da ampola influencia na velocidade inicial das gotículas, na forma de formação, gotejamento ( $\Phi_F = 100\mu m$ ) ou jato ( $\Phi_F = 200\mu m$ ), bem como na esfericidade;
- As pressões de disparo e ambiente mudam significativamente as velocidades iniciais das gotículas, a forma de formação e, no caso de gotejamento, o período de formação;
- O tempo de solidificação está ligado diretamente com o gás utilizado no ambiente do tubo. Sendo o gás hélio o mais eficiente e o argônio com menor eficiência;
- As gotículas obtidas em microgravidade por experimento são diretamente afetadas pela velocidade inicial, que pode modificar seu diâmetro, qualidade e quantidade;

- Os gases influenciam na quantidade e tamanho (histogramas) das gotículas obtidas em microgravidade. Usando uma frequência de corte igual a 3%, as ampolas com  $\Phi_F = 200\mu m$  apresentam uma distribuição de diâmetros que vão de 0 a  $850\mu m$ , enquanto que, para as ampolas com  $\Phi_F = 100\mu m$ , os diâmetros são superiores a  $710\mu m$  (nitrogênio e hélio);
- Através das filmagens é possível verificar que as gotículas se solidificam durante a queda e não quando ainda estão sendo formadas (gotejamento) na extremidade da ampola;
- As imagens MEV revelam que a microestrutura das gotículas obtidas estavam sob a influência da solidificação rápida em ambiente de microgravidade;

## 6.1 Trabalhos Futuros

- Desenvolver, de modo definitivo, o sistema de gás do tubo de queda utilizando um controlador de vazão, a fim de obter esferas com maior diâmetro solidificadas em microgravidade, permitindo análises diversas e até mesmo a construção de dispositivos a partir das amostras obtidas. Resultados preliminares dessa adequação podem ser vistos no Apêndice B;
- Construir um controlador de vazão específico para utilizar no sistema do tubo de queda;
- Adaptar os tubos para aumentar o tempo de queda e acompanhar, em tempo real, todos os experimentos de microgravidade.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGÊNCIA ESPACIAL BRASILEIRA. **Experimentos suborbitais de microgravidade**. 2008. Disponível em:  
<<http://www.aeb.gov.br/experimentos-suborbitais-de-microgravidade/>>.  
Acesso em: 11 jan 2017. 5, 11
- \_\_\_\_\_. **Satélite SARA**. 2012. Disponível em:  
<<http://www.aeb.gov.br/satelite-sara/>>. Acesso em: 11 jan 2017. 8
- \_\_\_\_\_. **Quarto anúncio de oportunidade (4AO)**. 2013. Disponível em:  
<[http://microgravidade.aeb.gov.br/downloads/4AO\\_ProgramaMicrogravidade.pdf](http://microgravidade.aeb.gov.br/downloads/4AO_ProgramaMicrogravidade.pdf)>. Acesso em: 20 fev 2017. 3, 6
- \_\_\_\_\_. **Equipe analisa falha no lançamento de plataforma suborbital**. 2015. Disponível em: <<http://www.aeb.gov.br/equipe-analisa-falha-no-lancamento-de-plataforma-suborbital/>>. Acesso em: 11 jan 2017. 8
- \_\_\_\_\_. **IAE está finalizando a segunda fase do projeto SARA**. 2015. Disponível em: <<http://www.aeb.gov.br/iae-esta-finalizando-a-segunda-fase-do-projeto-sara/>>. Acesso em: 11 jan 2017. 8
- \_\_\_\_\_. 2017. Disponível em:  
<<http://microgravidade.aeb.gov.br/index.php/missoes/cumai>>. Acesso em: 11 jan 2017. 7
- \_\_\_\_\_. **Missões**. 2017. Disponível em:  
<<http://microgravidade.aeb.gov.br/index.php/missoes>>. Acesso em: 11 jan 2017. 5
- \_\_\_\_\_. **Missão Centenário**. 2017. Disponível em:  
<<http://microgravidade.aeb.gov.br/index.php/missoes/centenario>>. Acesso em: 11 jan 2017. 5
- \_\_\_\_\_. **Veículos lançadores**. 2017. Disponível em:  
<<http://www.aeb.gov.br/programa-espacial/veiculos-lancadores/>>. Acesso em: 11 jan 2017. 5, 6, 7

AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N.; BOSCHETTI, C.; TOLEDO, R. C.; MATTOS, M. B. Drop tube for containerless solidification under microgravity environment. In: INTERNATIONAL LATIN-AMERICAN CONFERENCE ON POWDER TECHNOLOGY, 6., 2007, Búzios, Rio de Janeiro. **Proceedings...** Búzios, 2007. 10, 51, 52, 65, 75, 85

AN, C. Y.; BOSCHETTI, C.; RIBEIRO, M. F.; TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; BANDEIRA, I. N. Performance of a solidification furnace developed for sounding rockets. **Microgravity Science and Technology**, v. 23, n. 4, p. 427–432, 2011. DOI: 10.1007/s12217-011-9263-8. 3, 5, 7, 10, 28

AN, C. Y.; BOSCHETTI, C.; RIBEIRO, M. F.; TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; CASTILHO, F. F.; BANDEIRA, I. N. Solidification furnace for microgravity experiments on sounding rockets. **Journal of Aerospace Technology and Management**, v. 4, n. 2, p. 237–240, 2012. DOI: 10.5028/jatm.2012.04021412. 3, 7

BIRD, R. B.; STUART, W. E.; LIGHTFOOT, E. N. **Fenômenos de transporte**. 2. ed. Rio de Janeiro, RJ: LCT, 2004. ISBN 8521613938. 37, 68, 119, 120

CALLISTER, W. D. **Materials science and engineering: an introduction**. Danvers, MA: John Wiley and Sons, 2007. 7 ed., 721 p. 11, 20

CAMPOS FILHO, M. P.; DAVIES, G. J. **Solidificação e fundição de metais e suas ligas**. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 1978. (Livros Técnicos e Científicos Editora S.A.). 13, 14, 16, 18, 21

CHALMERS, B. **Principles of solidification**. New York, NY: John Wiley, 1964. (Wiley Series on the Science and Technology of Materials). 319 p. 13, 14, 17, 18

CORREA, F.; MUSSI, R.; HUMANN, M. L. C.; BANDEIRA, I. N. Brazilian microgravity program: Challenges and perspectives. In: ESA SYMPOSIUM ON EUROPEAN ROCKET AND BALLOON PROGRAMMES AND RELATED RESEARCH, 17., 2005, Norway: Sandefjord. **Proceedings...** Sandefjord, 2005. 6

DDT. **Dryden drop tower**. 1999. Portland State. Disponível em: <<https://www.pdx.edu/dryden-drop-tower/>>. Acesso em: 20 fev 2017. 10

ÇENGEL, Y. A. **Transferência de calor e massa: uma abordagem prática**. 4. ed. São Paulo, SP: Mcgraw Hill - Artmed, 2010. ISBN 8580551277. 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 32, 36, 37, 38, 68, 119, 120

ENGINEERS edge. 2015. Disponível em: <[http://www.engineersedge.com/heat\\_transfer/thermal-conductivity-gases.htm](http://www.engineersedge.com/heat_transfer/thermal-conductivity-gases.htm)>. Acesso em: 19 out 2016. 119, 120

ER. **Microgravity: fall into mathematics**. 1999. NASA. Disponível em: <[https://er.jsc.nasa.gov/seh/Fall\\_Into\\_Mathematics.pdf](https://er.jsc.nasa.gov/seh/Fall_Into_Mathematics.pdf)>. Acesso em: 20 fev 2017. 10

ESA. **Microgravity**. 2015. European Space Agency, Impress Education. Disponível em: <<http://www.spaceflight.esa.int/impress/text/education/Microgravity/>>. Acesso em: 20 fev 2017. 1, 10, 11, 12, 13

FACHINI, F. F. Effects of the initial droplet temperature on the vaporization process at high pressure. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**, FapUNIFESP (SciELO), v. 29, n. 1, p. 91–98, mar 2007. 12

FAVIER, J. J.; HUNT, J. D.; SAHM, P. R. Influence of residual accelerations on fluid physics and materials science experiments. In: WALTER, H. U. (Ed.). **Fluid sciences and materials science in space: a european perspective**. Berlin, Germany: Springer, 1987. cap. XVIII, p. 637–680. 2

\_\_\_\_\_. Metals and alloys. In: WALTER, H. U. (Ed.). **Fluid sciences and materials science in space: a european perspective**. Berlin, Germany: Springer, 1987. cap. XIV, p. 477–516. 10, 11

FELTON, L. E.; RAEDER, C. H.; KNORR, D. B. The properties of tin-bismuth alloy solders. In: **TMS in print**. [S.l.: s.n.], 1994. 3, 27

FIORUCCI, A. R.; FILHO, E. B.; OLIVEIRA, N. Os alótropos do estanho: Ocorrências do estanho alfa e as novas soldas sem chumbo usadas em eletrônicos. **Química Nova na Escola**, v. 34, n. 3, p. 124–130, 2012. 27, 28

FLEMINGS, M. **Solidification processing**. [S.l.]: McGraw-Hill, 1974. (McGraw-Hill series in materials science and engineering). ISBN 9780070212831. 13, 14, 15, 16, 17, 18

FLUID properties calculator. 1997. Disponível em: <<http://www.mh1.uwaterloo.ca/old/onlinetools/airprop/airprop.html>>. Acesso em: 19 out 2016. 68, 119, 120

FOX, R. W.; MACDONALD, A. T. **Introdução à mecânica dos fluidos**. 3. ed. Rio de Janeiro, RJ: Guanabara, 1988. 632 p. 36

FREITAS, F. E. **Utilização de uma centrífuga de baixo custo para estudo da influência da alta gravidade na solidificação da liga eutética PbSn**.

2011. 34 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) — Universidade do Vale do Paraíba (UNIVAP), São José dos Campos, 2011. Disponível em:

<<http://biblioteca.univap.br/dados/000003/0000039D.pdf>>. Acesso em: 10 ago 2016. 28

FREITAS, F. E. **Solidificação de ligas metálicas eutéticas de BiCd e BiSn em ambiente de microgravidade utilizando tubo de queda livre (Drop Tube)**.

Dissertação (Dissertação de Mestrado) — INPE, São José dos Campos, 2016. 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 27, 28, 29, 30, 31, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 40, 51, 52, 53, 54, 60, 61, 62, 64, 65, 66, 75, 87, 88, 101, 102, 103, 104, 105, 106

FRENZEL, L. **Eletrônica moderna**. [S.l.: s.n.], 2015. ISBN 9788580555363. 2

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e aplicações**. Campinas: Editora da Unicamp, 2007. 2, 13, 14, 16, 17, 18, 19, 20, 21

GATTO, R. C. A inovação e o setor público no brasil: o papel do estado no desenvolvimento das atividades espaciais no Inpe. In: MOREIRA, M. L. (Ed.). **Coletânea do I curso de pós-graduação em gestão estratégica da ciência e tecnologia em institutos públicos de pesquisa**. São José dos Campos:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), 2012. Disponível em: <<http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m19/2011/04.15.11.32>>. Acesso em: 11 jan 2017. 5

GRUBELNIK, V.; MARHL, M. Drop formation in a falling stream of liquid.

**American Journal of Physics**, American Association of Physics Teachers (AAPT), v. 73, n. 5, p. 415, 2005. 45, 48, 49

GUPTA, U.; REBER, A. C.; CLAYBORNE, P. A.; MELKO, J. J.; KHANNA, S. N.; CASTLEMAN, A. W. Effect of charge and composition on the structural fluxionality and stability of nine atom tin-bismuth zintl analogues. **Inorganic Chemistry**, American Chemical Society (ACS), v. 47, n. 23, p. 10953–10958, dec 2008. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1021/ic8011712>>. 27

HALLIDAY, D. **Fundamentos de física: mecânica**. 3. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 1994. 33, 35

HAMACHER, H.; FITTON, B.; KINGDON, J. The environment of earth-orbiting systems. In: WALTER, H. U. (Ed.). **Fluid sciences and materials science in space: a european perspective**. Berlin, Germany: Springer, 1987. cap. I, p. 1–50. 1, 5, 6, 8, 9, 10

HARRIS, P. Conductive adhesives: A critical review of progress to date. **Soldering & Surface Mount Technology**, Emerald, v. 7, n. 2, p. 19–26, feb 1995. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1108/eb037894>>. 3

HEILES, S.; JOHNSTON, R. L.; SCHAFER, R. Bismuth-doped tin clusters: Experimental and theoretical studies of neutral zintl analogues. **J. Phys. Chem. A**, American Chemical Society (ACS), v. 116, n. 29, p. 7756–7764, jul 2012. 27

HUNT, J. D.; JACKSON, K. A. Binary eutectic solidification. **Trans. AIME**, v. 236, p. 843, 1966. 21

HURLE, D. T. J.; MÜLLER, G.; NITSCHKE, R. Crystal growth from the melt. In: WALTER, H. U. (Ed.). **Fluid sciences and materials science in space: a european perspective**. Berlin, Germany: Springer, 1987. cap. X, p. 313–354. 12

INCROPERA, F. P.; DEWITT, D. P.; BERGMAN, T. L.; LAVINE, A. S. **Fundamentos de transferência de calor e da massa**. 6. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2008. ISBN 8521615841. 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 32, 36, 37, 38, 68, 119, 120

INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS. **O que é a microgravidade**. 2017. Disponível em: <<http://www.las.inpe.br/~microg/oquee.htm>>. Acesso em: 10 jan 2017. 5

\_\_\_\_\_. **Porque realizar experimentos com fluidos no espaço**. 2017. Disponível em: <<http://www.las.inpe.br/~microg/espacofluidos.htm>>. Acesso em: 10 jan 2017. 11

JACKSON, K. A. Mechanism of growth liquid metals and solidification. **American Society for Metals**, p. 174, 1958. 19

KAMPEN, P. von; KACZMARCZIK, U.; RATH, H. J. The new drop tower catapult system. **Acta Astronautica**, Elsevier BV, v. 59, n. 1-5, p. 278–283, 2006. 8, 9

KHATIBI, P. D.; ILBAGI, A.; BEINKER, D.; HENEIN, H. In-situ characterization of droplets during free fall in the drop tube-impulse system. **Journal of Physics: Conference Series**, IOP Publishing, v. 327, p. 012014, dec 2011. 8, 9

KING, M. K.; ROSS, H. D. Overview of the nasa microgravity combustion program. **AIAA Journal**, v. 36, n. 8, 1998. 12

LANDO, J. L.; OAKLEY, H. T. Tabulated correction factors for the drop-weight-volume determination of surface and interracial tensions. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 25, n. 4, p. 526 – 530, 1967. ISSN 0021-9797. 47

LASTRES, H.; (BRAZIL), I. N. de T. **Novos materiais**: capacitação e potencialidades nacionais em P&D. Ministério da Ciência e Tecnologia, Instituto Nacional de Tecnologia, 1988. Disponível em: <<https://books.google.com.br/books?id=TnohAQAAIAAJ>>. 2

LEE, B.-B.; RAVINDRA, P.; CHAN, E.-S. A critical review: surface and interfacial tension measurement by the drop weight method. **Chemical Engineering Communications**, Informa UK Limited, v. 195, n. 8, p. 889–924, apr 2008. 45, 46, 47, 122

LIANG, M.; YANG, S.; MIAO, T.; YU, B. Minimum applied pressure for a drop through an abruptly constricted capillary. **Microfluidics and Nanofluidics**, v. 19, n. 1, p. 1–8, 2015. 8, 9

LOVE, W. F. Superconductivity in tin-bismuth and tin-antimony alloys. **Physical Review**, American Physical Society (APS), v. 92, n. 2, p. 238–243, 1953. 27

LUO, X.; CHEN, L. Investigation of microgravity effect on solidification of medium-low-melting-point alloy by drop tube experiment. **Science in China Series E: Technological Sciences**, Springer Nature, v. 51, n. 9, p. 1370–1379, aug 2008. 8, 9

MACDONALD, J. E. The shape and aerodynamics of large raindrops. **Journal of Meteorology**, v. 11, 1954. 43, 44

MEI, Z.; HOLDER, H. A.; PLAS, H. A. V. Low-temperature solders. In: **Hewlett-Packard Journal**. [S.l.: s.n.], 1996. 3, 27

MORRISON, F. A. **Data correlation for drag coefficient for sphere**. Houghton, MI, 2013. Disponível em: <<http://>

[//www.chem.mtu.edu/~fmorriso/DataCorrelationForSphereDrag2013.pdf](http://www.chem.mtu.edu/~fmorriso/DataCorrelationForSphereDrag2013.pdf)>.  
Acesso em: 17 set 2016. 37

NATIONAL RESEARCH COUNCIL (U.S.). **Microgravity science and applications**: report on a workshop. Pasadena, California: National Academy Press, 1984. 13

NAUMANN, R. J.; HERRING, H. W. **Materials processing in space**: Early experiments. Washington, D.C.: NASA, 1980. Scientific and Technical Information Branch. 5, 8, 9, 10, 12

OKAMOTO, H. Bi (bismuth) binary alloy phase diagrams: Bi-Sn (bismuth-tin). In: **ASM handbook**: Alloy phase diagrams. New York, N.Y.: ASM International, 1992. v. 3, p. 512–513. 28

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia**: microestrutura e propriedades. São Paulo, SP: Hemus Editora, 1997. ISBN 85-289-0442-3. 2

PLEVACHUK, Y.; SKLYARCHUK, V.; GERBETH, G.; ECKERT, S. Thermophysical properties of liquid tin–bismuth alloys. **International Journal of Materials Research**, Carl Hanser Verlag, v. 101, n. 7, p. 839–844, jul 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3139/146.110357>>. 29, 68

POLI, A. K. d. S. **Estudo da solidificação da liga eutética de BiSn em ambiente de baixa gravidade**. Dissertação (Trabalho de conclusão de curso) — UNIVAP, São José dos Campos, 2014. 1, 3, 8, 9, 10, 20, 27, 28, 51, 52, 61, 62, 64, 65, 66, 75, 87, 105

QUT. **Microgravity Drop Tower**. 2017. European Space Agency, Impress Education. Disponível em: <<https://www.qut.edu.au/research/research-projects/microgravity-drop-tower>>. Acesso em: 20 fev 2017. 10

RAYLEIGH, L. On the instability of jets. **Proceedings of the London Mathematical Society**, Oxford University Press (OUP), s1-10, n. 1, p. 4–13, nov 1878. 45, 48

\_\_\_\_\_. On the capillary phenomena of jets. **Proceedings of the Royal Society of London**, The Royal Society, v. 29, n. 196-199, p. 71–97, jan 1879. 45, 48

ROTT, N. Note on the history of the reynolds number. **Annual Review of Fluid Mechanics**, v. 22, p. 1–12, 1990. DOI: 10.1146/annurev.fl.22.010190.000245. 36

ROUSSEAU, P.; JOLIVET, V.; GHAZANFARPOUR, D. Realistic real-time rain rendering. **Computers & Graphics**, Elsevier BV, v. 30, 2006. 43

SACKSTEDER, K. R. Facilities for microgravity combustion research. **Acta Astronautica**, v. 21, n. 5, p. 323 – 329, 1990. ISSN 0094-5765. 12, 13

SEEDS, O. J. Low-melting alloys. In: **Metals handbook**. 8. ed. Metals Park, OH: American Society for Metals, 1969. v. 1. 27

STEFANESCU, D. **Science and engineering of casting solidification**. [S.l.]: Springer, 2015. 13, 14, 15, 16, 18, 19, 21

THE engineering toolbox. 2016. Disponível em:  
<[http://www.engineeringtoolbox.com/gases-absolute-dynamic-viscosity-d\\_1888.html](http://www.engineeringtoolbox.com/gases-absolute-dynamic-viscosity-d_1888.html)>. Acesso em: 19 out 2016. 68, 119, 120

THERMOPEDIA. 2011. Disponível em:  
<<http://www.thermopedia.com/content/553/>>. Acesso em: 19 out 2016. 68, 89, 119, 120

TOLEDO, R. C. **Estudo da solidificação da liga metálica eutética BiInSn em ambiente de microgravidade utilizando tubo de queda livre, “drop tube”**. 2009. 115 p. (INPE-15736-TDI/1482). Dissertação (Mestrado em Materiais e Sensores) — Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2009. Disponível em:  
<<http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m18@80/2009/02.26.15.24.06>>. Acesso em: 19 mai 2016. 10, 52, 53, 54, 60, 64, 65, 75, 85

TOLEDO, R. C. **Estudo da solidificação de ligas metálicas eutéticas em ambiente de microgravidade**. 2013. 180 p. (INPE-14794-TDI/1237). Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia dos Materiais e Sensores) — Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2013. Disponível em: <<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3DJR26P>>. Acesso em: 10 mai 2016. 1, 2, 3, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 27, 28, 31, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 51, 52, 53, 54, 58, 60, 61, 62, 64, 65, 71, 72, 75, 85

TOLEDO, R. C.; FREITAS, F. E.; AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N. Containerless solidification of eutectic pbSn alloy droplets in a drop tube. **Materials Science Forum**, v. 727-728, p. 1633–1637, 2012.

Doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.727-728.1633. 10, 28

TOLEDO, R. C.; MATTOS, M.; AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N. Solidification of eutectic  $\text{Bi}_{32.5}\text{In}_{51}\text{Sn}_{16.5}$  alloy under microgravity using a drop tube. **Materials Science Forum**, v. 660–661, p. 587–592, 2010. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.660-661.587](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.660-661.587). 3, 28

TOLEDO, R. C.; TRAVELHO, J. S.; AN, C. Y.; BANDEIRA, I. N. Heat transfer during the solidification of eutectic PbSn alloy droplets in drop tube. **Microgravity, Science and Technology**, v. 26, n. 2, p. 119–124, 2014. DOI: [10.1007/s12217-014-9384-y](https://doi.org/10.1007/s12217-014-9384-y). 3, 10, 31, 75, 85

TRIPATHI, M. K.; SAHU, K. C.; GOVINDARAJAN, R. Why a falling drop does not in general behave like a rising bubble. Nature Publishing Group, v. 4, 2014. 43

TURBBULL, D.; FISHER, J. C. Rate of nucleation in condensed systems. **J.Chem. Phys.**, v. 17, n. 71, 1949. 15

XINGHONG, C. L. L. A new way to explore microgravity effect by drop tube experiment. **Acta Metall Sin**, Acta Metall, v. 43, n. 7, p. 769, 2007. 8, 9



## APÊNDICE A - PROPRIEDADES DOS GASES

Nesta tese de doutoramento serão usados alguns gases para o preenchimento do tubo de queda a fim de permitir a troca de calor da amostra com o meio através da convecção. As propriedades dos gases utilizados encontram-se nas Tabelas A.1, A.2 e A.3.

Tabela A.1 - Propriedades do gás Argônio

Parâmetro	Símbolo	Valor	Unidade
Massa específica	$\rho_f$	1,6617	$kg.m^{-3}$
Calor específico	$c_{p_f}$	521,62	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
Viscosidade dinâmica	$\mu_f$	$2,94 \cdot 10^{-5}$	$kg.m^{-1}.s^{-1}$
Viscosidade cinemática - $\mu/\rho$	$\nu_f$	$1,77 \cdot 10^{-5}$	$m^2.s^{-1}$
Condutividade térmica	$k_f$	0,017391	$W.m^{-1}.K^{-1}$

Fonte: (BIRD et al., 2004; ÇENGEL, 2010; THERMOPEDIA, 2011; INCROPERA et al., 2008; FLUID..., 1997; THE..., 2016; ENGINEERS..., 2015)

Tabela A.2 - Propriedades do gás Hélio

Parâmetro	Símbolo	Valor	Unidade
Massa específica	$\rho_f$	0,16674	$kg.m^{-3}$
Calor específico	$c_{p_f}$	5193,1	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
Viscosidade dinâmica	$\mu_f$	$2,46 \cdot 10^{-5}$	$kg.m^{-1}.s^{-1}$
Viscosidade cinemática - $\mu/\rho$	$\nu_f$	$1,48 \cdot 10^{-4}$	$m^2.s^{-1}$
Condutividade térmica	$k_f$	0,14786	$W.m^{-1}.K^{-1}$

Fonte: (BIRD et al., 2004; ÇENGEL, 2010; THERMOPEDIA, 2011; INCROPERA et al., 2008; FLUID..., 1997; THE..., 2016; ENGINEERS..., 2015)

Tabela A.3 - Propriedades do gás Nitrogênio

Parâmetro	Símbolo	Valor	Unidade
Massa específica	$\rho_f$	1,1651	$kg.m^{-3}$
Calor específico	$c_{p_f}$	1041,1	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
Viscosidade dinâmica	$\mu_f$	$2,27 \cdot 10^{-5}$	$kg.m^{-1}.s^{-1}$
Viscosidade cinemática - $\mu/\rho$	$\nu_f$	$1,95 \cdot 10^{-5}$	$m^2.s^{-1}$
Condutividade térmica	$k_f$	0,025468	$W.m^{-1}.K^{-1}$

Fonte: (BIRD et al., 2004; ÇENGEL, 2010; THERMOPEDIA, 2011; INCROPERA et al., 2008; FLUID..., 1997; THE..., 2016; ENGINEERS..., 2015)

## APÊNDICE B - EXPERIMENTOS ADICIONAIS

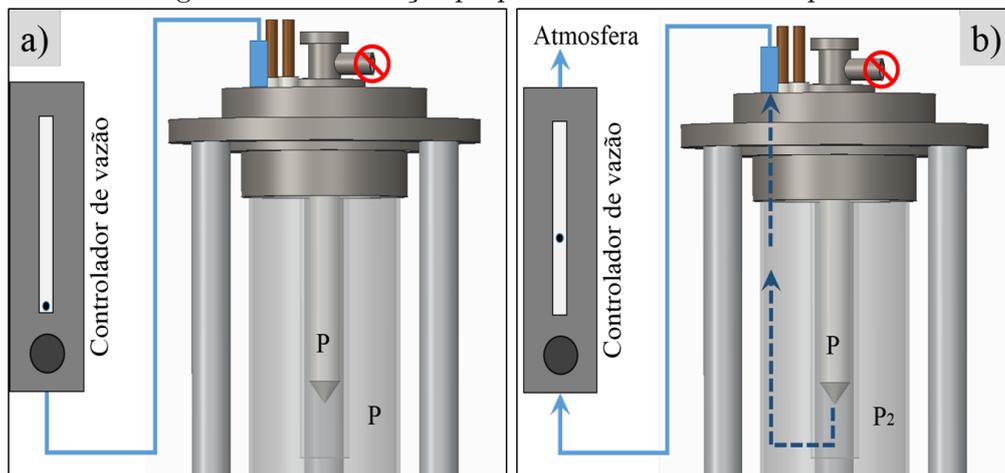
De acordo com a Seção 3.5, a Tabela 3.4 mostra os valores para os diâmetros máximo de esferas dependente do diâmetro do furo da ampola entretanto através dos resultados obtidos foi verificado que as ampolas com diâmetro do furo igual, ou superior a  $200 \mu\text{m}$  forma de obtenção das gotículas acontece por meio de jatos e existe uma distribuição para os valores do diâmetro das gotículas obtidas; estes valores são menores que os obtidos através de gotejamento.

De acordo com a Figura 5.26 é possível verificar que foram obtidas esferas com diâmetro superior a  $1000 \mu\text{m}$ . Esses resultados estão em concordância com os resultados obtidos na Tabela 3.4.

A forma de obtenção das gotículas é através de uma diferença de pressão ocasionada pelo que chamamos de disparo (Seção 4.1.3), no entanto não foi possível realizar uma diferença de pressão com ajustes precisos devido à perda de carga no processo, entre outros fatores.

Para tentar contornar esse problema, foi proposto uma modificação no sistema de disparo, conforme pode ser visto na Figura B.1.

Figura B.1 - Mudanças propostas no sistema de disparo.



a) sistema modificado com o bloqueio da entrada de gases e acoplamento de um controlador de vazão em uma conexão na tampa superior do tubo e, b) esquema representando o sistema com controlador de vazão em funcionamento.

Fonte: Produção do autor

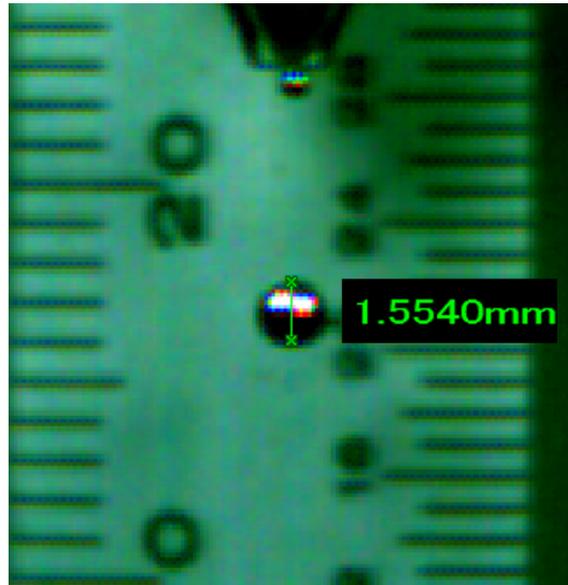
A Figura B.1 a) mostra a adaptação do sistema com a inclusão de um controlador de vazão na tampa superior do tubo e o bloqueio da entrada de gás por onde era efetuado o disparo no método original. Nessa fase o controlador de vazão está fechado, ou seja, não há vazão de gás do tubo para o ambiente.

Após o equilíbrio de temperatura, aproximadamente 140°C, durante a realização de um experimento, as pressões dentro da ampola e na região próxima a saída da ampola são iguais e o controlador de vazão era ligado permitindo a passagem de gás do ambiente do tubo para a atmosfera, como pode ser visto na Figura B.1 item b).

Esse procedimento foi realizado com a câmera de alta velocidade ligada, para acompanhamento em tempo real com imagens aumentadas e posterior gravação da formação das gotículas.

A Figura B.2 mostra a imagem obtida durante a queda de uma gotícula formada com o novo sistema de disparo. O diâmetro do furo da ampola é igual a 200  $\mu m$ . Através do uso do *software*, foi realizado a medida do diâmetro da gotícula que apresentou um valor igual a 1554  $\mu m$ . Em comparação com o resultado previsto na Tabela 3.4, 1475  $\mu m$ , houve um aumento de aproximadamente 5% no diâmetro isto pode estar relacionado com a geometria da extremidade da ampola e também com o erro que o ajuste efetuado para a correção da massa da gota, em consequência o diâmetro, feito por Lee et al. (2008) possui um valor máximo de aproximadamente 2%.

Figura B.2 - Gotícula obtida com o sistema modificado de disparo.



Fonte: Produção do autor

O controlador de vazão é mostrou-se importante pois através dele é possível ter um controle preciso no "enchimento" das gotículas.



## PUBLICAÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS EDITADAS PELO INPE

### **Teses e Dissertações (TDI)**

Teses e Dissertações apresentadas nos Cursos de Pós-Graduação do INPE.

### **Manuais Técnicos (MAN)**

São publicações de caráter técnico que incluem normas, procedimentos, instruções e orientações.

### **Notas Técnico-Científicas (NTC)**

Incluem resultados preliminares de pesquisa, descrição de equipamentos, descrição e ou documentação de programas de computador, descrição de sistemas e experimentos, apresentação de testes, dados, atlas, e documentação de projetos de engenharia.

### **Relatórios de Pesquisa (RPQ)**

Reportam resultados ou progressos de pesquisas tanto de natureza técnica quanto científica, cujo nível seja compatível com o de uma publicação em periódico nacional ou internacional.

### **Propostas e Relatórios de Projetos (PRP)**

São propostas de projetos técnico-científicos e relatórios de acompanhamento de projetos, atividades e convênios.

### **Publicações Didáticas (PUD)**

Incluem apostilas, notas de aula e manuais didáticos.

### **Publicações Seriadas**

São os seriados técnico-científicos: boletins, periódicos, anuários e anais de eventos (simpósios e congressos). Constam destas publicações o Internacional Standard Serial Number (ISSN), que é um código único e definitivo para identificação de títulos de seriados.

### **Programas de Computador (PDC)**

São a seqüência de instruções ou códigos, expressos em uma linguagem de programação compilada ou interpretada, a ser executada por um computador para alcançar um determinado objetivo. Aceitam-se tanto programas fonte quanto os executáveis.

### **Pré-publicações (PRE)**

Todos os artigos publicados em periódicos, anais e como capítulos de livros.