

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**ESTUDO DOS PROCESSOS DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA MELT-
SPINNING E INROWASP NA AMORFIZAÇÃO DE LIGAS À BASE DE
FERRO.**

Severino Cesarino da Nóbrega Neto

Campina Grande - PB

1995

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Severino Cesarino da Nóbrega Neto

**Estudo dos Processos de Solidificação Rápida Melt-Spinning e
Inrowasp na Amorfização de ligas à base de Ferro.**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento às exigências para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Severino Jackson Guedes de Lima

Co-orientador: Prof. Dsc. Marco Antonio dos Santos

Campina Grande - PB

1995

507
11/10/15



N754e Nóbrega Neto, Severino Cesarino da.
Estudo dos processos de solidificação rápida melt-spinning e inrowasp na amorfização de ligas à base de ferro / Severino Cesarino da Nóbrega Neto. - Campina Grande, 1995.
90 f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal da Paraíba, Centro de Ciências e Tecnologia, 1995.

Referências.
"Orientação : Prof. Dr. Severino Jackson Gudes de Lima, Prof. Dr. Marco Antônio dos Santos".

1. Solidificação - Processos. 2. Melt-Spinning. 3. Inrowasp. 4. Ligas à Base de Ferro. 5. Engenharia Mecânica. 6. Dissertação - Engenharia Mecânica. I. Lima, Severino Jackson Gudes de. II. Santos, Marco Antônio dos. III. Universidade Federal da Paraíba - Campina Grande (PB). IV. Título
CDU 536.421.4(043)

ESTUDO DOS PROCESSOS DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA MELT -
SPINNING E INROWASP NA AMORFIZAÇÃO DE LIGAS A BASE DE
FERRO

SEVERINO CESARINO DA NÓBREGA NETO

DISSERTAÇÃO APROVADA COM DISTINÇÃO EM 14 DE SETEMBRO DE
1995


SEVERINO JACKSON GUEDES DE LIMA (Dr.)
ORIENTADOR


THEOPHILO MOURA MACIEL (D.Sc.)
MEMBRO


ALOÍSIO NELMO KLEIN (Dr.)
MEMBRO


TADEU ANTONIO DE A. MELO (Dr.)
MEMBRO

CAMPINA GRANDE - Pb
SETEMBRO DE 1995

DEDICATÓRIA

Aos meus Pais, Irmãos e Alexandra.

AGRADECIMENTOS

A Deus, ser supremo e fonte de toda nossa vida.

Aos meus pais e irmãos, por sempre acreditarem na minha pessoa.

A Alexandra pelo incentivo, sem o qual este trabalho não teria se realizado.

Aos companheiros de curso de pós-graduação, tanto os de Campina Grande como os de João Pessoa e, para não correr o risco de esquecer algum, prefiro não citar nomes. A todos, o meu mais sincero obrigado pelas diversas horas compartilhadas nas mais diversas situações.

Ao companheiro Paulo Marcelo da UFPE. Sua ajuda foi imprescindível.

A Engenheira Lúcia do Laboratório de Termoquímica da UFPB/Campus I, que tanto colaborou com este trabalho.

A secretária da Coordenação de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica de Campina Grande, Lúcia Márcia Donato Quirino, sempre muito eficiente.

Ao Professor Dr. Severino Jackson Guedes de Lima que, além de orientador mostrou-se sempre amigo.

Ao Professor Dsc. Marco Antonio dos Santos que, com sua serenidade, foi um dos maiores responsáveis pela conclusão deste trabalho.

Ao Professor Dr. Luís Renato pela colaboração.

A Escola Técnica Federal da Paraíba, que dentro da sua política de qualificar seu quadro, tanto apoio deu nesta caminhada.

Aos Professores e Funcionários da Coordenação de Mecânica da Escola Técnica Federal da Paraíba e em especial a Professora Verônica Lacerda Arnaud e ao Professor Helder Pontes Régis.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico -CNPq- e ao Departamento de Recursos Humanos em Áreas Estratégicas -RHAE- , que possibilitaram a execução deste trabalho.

A todos que diretamente ou indiretamente contribuíram para a conclusão deste trabalho.

LISTA DE SÍMBOLOS

N° - Número de ordem;

ϕ_{cadinho} - Diâmetro do cadinho;

N - Rotação do volante;

P_{ej} - Pressão de ejeção;

Pot. Vaz. - Potência de vazamento;

$\% \text{ Pot. N.}$ - Porcentagem da potência nominal;

$\theta_{\text{ejeção}}$ - Ângulo de ejeção;

$\text{Tipo de Liq. Ref. (2l)}$ - Tipo de líquido refrigerante em dois litros;

$\text{Temp. Liq. Ref. (}^{\circ}\text{C)}$ - Temperatura do líquido refrigerante em graus celsius;

P - Peso da amostra;

V_{aq} - Velocidade de aquecimento;

$T_{\text{pre-aq}}$ - Temperatura de pré-aquecimento;

T_f - Temperatura final;

$\text{Fluxo } N_2$ - Fluxo de Nitrogênio;

T_{ic} - Temperatura de início de cristalização.

LISTA DE FIGURAS

	PÁGINA
Figura 01 - Representação das Estruturas: (a) CCC; (b) CFC; (c) HC. ———	06
Figura 02 - Estruturas da Sílica: (a) Cristalina; (b) Vitrificada. —————	07
Figura 03 - Representação esquemática do Processo de Atomização à gás ou líquido. —————	10
Figura 04 - Representação esquemática do Processo de Atomização Eletrodinâmica. —————	11
Figura 05 - Representação esquemática do Processo de Deposição por Pulverização em Rolos. —————	13
Figura 06 - Representação esquemática do Processo de Deposição via Pulverização por Plasma. —————	14
Figura 07 - Representação esquemática do Processo Piston-and-Anvil. ———	16
Figura 08 - Representação esquemática do Processo Cilindro Duplo. ———	17
Figura 09 - Representação esquemática do Processo de Arrastamento do Metal. —————	18
Figura 10 - Representação esquemática de Processos de Extração. ———	18
Figura 11 - Representação esquemática do Processo Melt-Spinning. ———	20
Figura 12 - Processo para fabricação de fios pelo método de Small. ———	21
Figura 13 - Representação do "Taylor Wire Process" utilizado para produção de finos fios. —————	22
Figura 14 - Fundição em líquido fluente. —————	23

Figura 15 - Fundição dentro de líquido corrente. _____	24
Figura 16 - Representação esquemática do método de Kavesh. _____	25
Figura 17 - Representação esquemática do Processo Inrowasp. _____	27
Figura 18 - DTA das ligas amorfas $Fe_{0,85-y}Si_yB_{0,15}$ na forma de fitas _____	29
Figura 19 - Configuração esquemática de um cadinho. _____	36
Figura 20 - Esquema ilustrativo de um sistema DTA. _____	41
Figura 21 - Condições de aquecimento para os ensaios de Análise Térmica Diferencial (DTA). _____	42
Figura 22 - Difratoograma de raios-X para uma liga cristalina à base de Ferro. _____	49
Figura 23 - Região $40 < 2\theta < 80$ do difratograma de raios-X da liga 01 ($Fe_{75}Si_{10}B_{15}$) na forma de fita. _____	50
Figura 24 - Região $40 < 2\theta < 80$ do difratograma de raios-X da liga 02 ($Fe_{75}Si_{10}B_{12}C_3$) na forma de fita. _____	51
Figura 25 - Região $40 < 2\theta < 80$ do difratograma de raios-X da liga 03 ($Fe_{75}Si_{10}B_9C_6$) na forma de fita. _____	52
Figura 26 - Análise Térmica Diferencial (DTA) da liga 01 ($Fe_{75}Si_{10}B_{15}$) na forma de fita. _____	54
Figura 27 - Análise Térmica Diferencial (DTA) da liga 02 ($Fe_{75}Si_{10}B_{12}C_3$) na forma de fita. _____	55

Figura 28 - Análise Térmica Diferencial (DTA) da liga 03 (Fe₇₅Si₁₀B₉C₆) na forma de fita. _____	56
Figura 29 - Análise Térmica Diferencial (DTA) da liga 04 (Fe₇₅Si₁₀B₈C₉) na forma de fita. _____	57
Figura 30 - Análise Térmica Diferencial (DTA) da liga 05 (Fe₇₅Si₁₀B₃C₁₂) na forma de fita. _____	58
Figura 31 - Representação esquemática do processo utilizado para a obtenção da Temperatura de Início de Cristalização (Tic). _____	60
Figura 32 - Variação da Temperatura de início de Cristalização (Tic) em função da substituição do Boro pelo Carbono. _____	61

LISTA DE TABELAS

PÁGINA

Tabela 01 - Temperatura de Início de Cristalização obtida através dos ensaios de Análise Térmica Diferencial. _____	60
Tabela 02 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 01 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₁₅). _____	67
Tabela 03 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 02 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₁₂ C ₃). _____	68
Tabela 04 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 03 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₉ C ₆). _____	68
Tabela 05 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 04 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₆ C ₉). _____	69
Tabela 06 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 05 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₃ C ₁₂). _____	69
Tabela 07 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Inrowasp para obtenção de fios da liga 01 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₁₅). _____	70

Tabela 08 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Inrowasp para obtenção de fios da liga 02 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₁₂ C ₃)	72
Tabela 09 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Inrowasp para obtenção de fios da liga 03 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₉ C ₆)	74
Tabela 10 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Inrowasp para obtenção de fios da liga 04 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₆ C ₉)	75
Tabela 11 - Condições de experimento do Processo de Solidificação Rápida Inrowasp para obtenção de fios da liga 05 (Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₃ C ₁₂)	76
Tabela 12 - Condições de experimento dos ensaios de Análise Térmica Diferencial (DTA) para as fitas obtidas através do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning.	77

LISTA DE QUADROS

PÁGINA

Quadro 01 - Resultado dos experimentos realizados através do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning. —————	79
Quadro 02 - Resumo estatístico do resultado dos experimentos realizados através do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning. —————	79
Quadro 03 - Resultado dos experimentos realizados através do Processo de Solidificação Rápida Inrowasp. —————	80
Quadro 04 - Resumo estatístico do resultado dos experimentos realizados através do Processo de Solidificação Rápida Inrowasp. —————	80

RESUMO

Os processos de solidificação rápida Melt-Spinning e Inrowasp (In Rotating Water Spinning Process) foram utilizados para a obtenção de ligas com estruturas amorfas nas formas de fitas e fios, nas composições $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$ em porcentagem atômica, com x variando de 0 a 0,8, numa razão de 0,2. As fitas obtidas como produto resultante do processo Melt-Spinning, foram submetidas a ensaios de caracterização estrutural através da Difração de Raios-X e a ensaios de Análise Térmica Diferencial (DTA) para estudo da sua estabilidade térmica. Os fios obtidos do processo Inrowasp, foram ensaiados através de teste de dobramento a 180° , que serviu como um teste tipo "passa-não passa" e, desta forma, avaliou-se a ductilidade do fio.

Através do processo Melt-Spinning, obteve-se fitas dúcteis em 38,89 % de um total de 36 experimentos, enquanto que o processo Inrowasp apresentou fios dúcteis em apenas 11,76 % para um total de 85 experimentos.

ABSTRACT

The process of rapid solidification Melt-Spinning and Inrowasp (In Rotating Water Spinning Process) were used in obtaining alloys with amorphous structures in ribbon and wire shapes in the follow compositions on atomic content $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$ with the x varying from 0 to 0,8, by a rate of 0,2. The ribbons obtaneid as a resulting product from the Melt-Spinning process, were structurely characterized by X-Ray Diffraction and Diferencial Thermal Analysis (DTA) in order to study the thermal stability. The wires obtaneid from Inrowasp process, were tested by the 180° bending test, which was used as a selective type test, characterizing the wire ductility.

Using the Melt-Spinning process, it was possible to obtain 38,89% of ductile ribbons within a total number of 36 tests, while the Inrowasp process revealed ductile wires only in 11,76% within a total number of 85 tests.

SUMÁRIO

	PÁGINA
Dedicatória. _____	i
Agradecimentos. _____	ii
Lista de Símbolos. _____	iv
Lista de Figuras. _____	v
Lista de Tabelas. _____	viii
Lista de Quadros. _____	x
Resumo. _____	xi
Abstract. _____	xii
CAPÍTULO I	
1 - Introdução. _____	01
CAPÍTULO II	
2 - Conceitos Gerais. _____	04
2.1 - A Estrutura dos Metais. _____	05
2.1.1 - Estruturas Cristalinas. _____	05
2.1.2 - Estruturas Não Cristalinas (Amorfas). _____	06
2.2 - Classificação dos Processos de Solidificação	
Rápida. _____	08
2.2.1 - Processos por Atomização. _____	09
2.2.2 - Processo de Fusão Superficial. _____	14

2.2.3 - Processos por Coquilhamento	15
2.3 - O Processo de Solidificação Rápida	
Melt-Spinning.	19
2.4 - Evolução Histórica dos Processos de	
Solidificação Rápida para a obtenção	
de fios.	20
2.5 - O Processo de Solidificação Rápida	
Inrowasp.	26
2.6 - Análise Térmica Diferencial (DTA)	28

CAPÍTULO III

3 - Procedimento Experimental.	30
3.1 - Escolha das ligas a serem estudadas.	31
3.2 - Preparação das Ligas-Mães.	32
3.3 - Preparação dos cadinhos para utilização	
nos processos Melt-Spinning e Inrowasp.	34
3.4 - Fabricação de fitas através do Processo	
de Solidificação Rápida Melt-Spinning.	36
3.5 - Fabricação de fios através do Processo	
de Solidificação Rápida Inrowasp.	37
3.6 - Caracterização Estrutural através da	
Difratometria de Raios-X.	39

3.7 - Caracterização através da Análise

Térmica Diferencial (DTA). _____ 40

CAPÍTULO IV

4 - Resultados e Discussões. _____ 44

4.1 - Obtenção de fitas amorfas através do

Processo de Solidificação Rápida

Melt-Spinning. _____ 45

4.2 - Obtenção de fios amorfos através do

Processo de Solidificação Rápida

Inrowasp. _____ 46

4.3 - Caracterização Estrutural através da

Difratometria de Raios-X. _____ 49

4.4 - Caracterização através da Análise

Térmica Diferencial (DTA). _____ 53

CAPÍTULO V

5 - Conclusões. _____ 62

5.1 - Quanto ao Processo de Solidificação

Rápida Melt-Spinning. _____ 63

5.2 - Quanto ao Processo de Solidificação

Rápida Inrowasp. _____ 63

5.3 - Processo Melt-Spinning X Inrowasp. _____ 64

PÁGINA

5.4 - Análise Térmica Diferencial (DTA). ————— 64

ANEXOS. ————— 65

BIBLIOGRAFIA. ————— 81

SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS. ————— 89

CAPÍTULO I
INTRODUÇÃO

2.1 - A ESTRUTURA DOS METAIS.

Para os materiais usados na engenharia, um dos aspectos de maior importância é a sua estrutura, pois suas propriedades intrínsecas estão intimamente relacionadas com esta característica. É de fundamental importância, portanto, conhecer-se as relações entre estruturas e propriedades.

Os metais, ao se solidificarem dentro de condições de resfriamento normais, cristalizam, ou seja, os seus átomos que no estado gasoso ou líquido estavam se movimentando ao acaso, localizam-se em posições relativamente definidas e ordenadas, as quais se repetem em três dimensões e formam uma figura geométrica regular chamada cristal. Esta estrutura tem ordenamento atômico tanto em grandes distâncias como em pequenas distâncias (Reed-Hill, 1982).

Se as condições de solidificação forem alteradas de maneira a aumentar-se consideravelmente a taxa de resfriamento, fazendo com que o material fique submetido a uma têmpera diretamente do estado líquido, outras estruturas diferentes de um cristal regular serão obtidas. O resfriamento rápido restringe a formação de estruturas com ordenamento em grandes distâncias, permitindo manter no estado sólido, a estrutura desordenada do estado líquido (estrutura amorfa - sem forma) ou uma estrutura micro/nano cristalina.

2.1.1 - ESTRUTURAS CRISTALINAS.

Define-se um cristal como um arranjo ordenado de átomos no espaço (Reed-Hill, 1982).

As diversas disposições dos átomos dão origem aos chamados retículos ou reticulados cristalinos. Existem sete tipos diferentes de redes cristalinas (cúbico, tetragonal, ortorrômbico, monoclinico, triclinico, hexagonal e romboédrico) algumas das quais bastante complicadas (Van Vlack, 1972).

A maioria dos metais cristalizam segundo uma das três estruturas mais simples: cúbica de corpo centrado (CCC), cúbica de face centrada (CFC) e hexagonal compacta (HC), as quais estão representadas na figura 01(Reed-Hill, 1982).

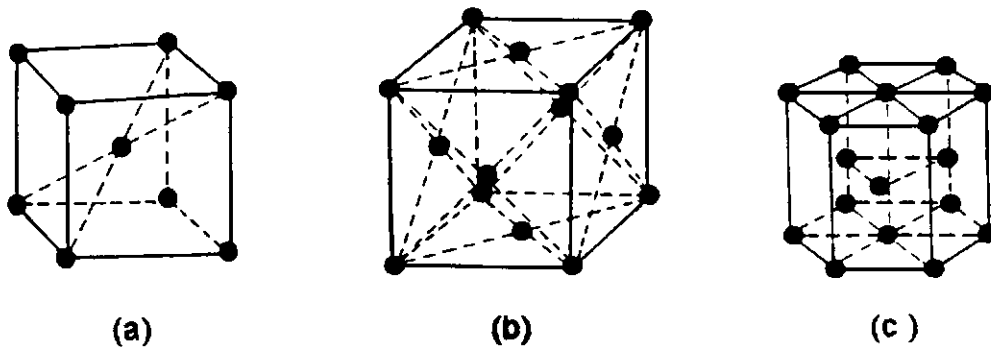


Figura 01 - Representação das Estruturas: (a) CCC; (b) CFC; (c) HC [50].

2.1.2 - ESTRUTURAS NÃO CRISTALINAS (AMORFAS).

As estruturas não cristalinas (amorfas) incluem os gases, os líquidos e os vidros. Os dois primeiros são fluidos e apresentam também grande importância na engenharia. O vidro é considerado um líquido rígido, super-resfriado, não cristalino.

Em temperaturas elevadas os vidros formam líquidos verdadeiros. Os átomos movem-se livremente e não há resistência às tensões de cisalhamento. Quando um vidro comercial, na sua temperatura de líquido, é super-resfriado, há uma contração térmica causada pelo rearranjo atômico. Esta contração é típica de todos os líquidos, entretanto, com um resfriamento mais severo, há uma mudança brusca no coeficiente de expansão dos vidros (Campos Filho, 1987).

Abaixo de uma certa temperatura denominada temperatura de transformação, cessam os rearranjos atômicos e a contração que persiste é o resultado de vibrações térmicas mais fracas. Esse coeficiente mais baixo é comparável ao coeficiente de dilatação térmica dos cristais onde o único fator que causa contração ou expansão são as vibrações térmicas.

Os vidros são caracterizados pela ausência de ordem em grandes distâncias, como mostrado na figura 02 (Van Vlack, 1972).

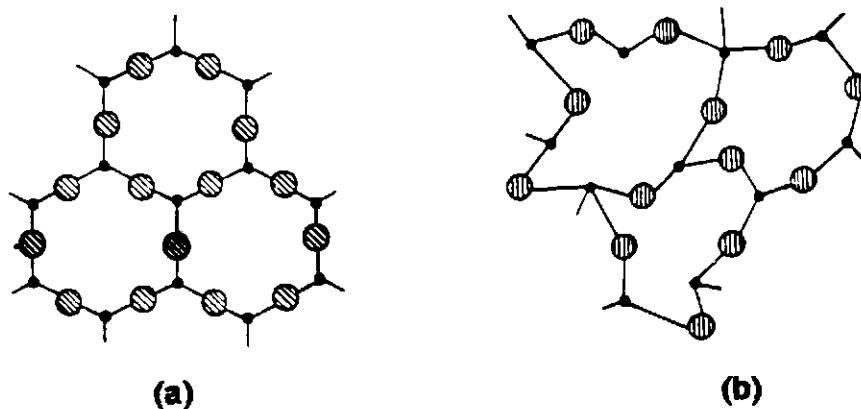


Figura 02 - Estruturas da Sílica: (a) Cristalina; (b) Vitrificada [10].

2.2 - CLASSIFICAÇÃO DOS PROCESSOS DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA.

O estudo da solidificação dos metais diretamente a partir do estado líquido tem despertado enorme interesse no campo da metalurgia. As boas propriedades obtidas nos produtos resultantes desta técnica e a vantagem de obter-se um produto quase acabado sem precisar das onerosas operações da conformação mecânica tradicional, são as principais vantagens dos processos de solidificação rápida (Silva, 1992).

Trabalhando-se com altas taxas de resfriamento, da ordem de 10^3 a 10^8 °C/s, pode-se tirar proveito das vantagens da mistura homogênea dos elementos no estado líquido ou gasoso, fazendo com que, mesmo no estado sólido, os produtos solidificados diretamente do estado líquido mantenham uma estrutura desordenada, tal como a do vidro.

Para que se possa obter taxas de resfriamento da ordem de 10^8 °C/s durante o processo de solidificação, duas condições muito importantes devem ser satisfeitas:

1º) a massa de metal fundida deve ser manipulada de modo a obter-se como produto final peças bastante finas, que permitam a rápida remoção do calor;

2º) a existência de um mecanismo capaz de retirar com alta taxa de resfriamento, o calor da massa de metal a ser solidificado.

A exigência de altas taxas de resfriamento, para a obtenção de estruturas amorfas faz com que os produtos que apresentem esta estrutura tenham

pequenas dimensões e se apresentem na forma de esferas, pós, folhas, fitas e fios.

Os produtos de maior interesse do ponto de vista tecnológico são as fitas e os fios, que devido a sua geometria, encontram diversas aplicações, e os pós que permitem obter, através da metalurgia do pó, componentes com microestruturas excepcionalmente refinadas.

Os processos utilizados para a obtenção de altas taxas de resfriamento e consequente retirada rápida de calor, são classificados basicamente em três categorias (Carvalho, 1990):

- 1º) Processos por Atomização;
- 2º) Processo por Fusão Superficial;
- 3º) Processos por Coquilhamento.

2.2.1 - PROCESSOS POR ATOMIZAÇÃO.

Classificam-se como processos por atomização todos aqueles que envolvem a fragmentação do metal fundido em gotas antes do resfriamento. O mecanismo de obtenção da atomização e o meio de resfriamento variam de acordo com o processo.

a) Atomização a Gás ou Líquido.

Durante esse processo, jatos de ar ou gás inerte chocam-se com o metal fundido, dividindo-o em pequenas partículas que se solidificam ainda em movimento. A taxa de resfriamento varia entre 10^2 e 10^4 °C/s, dependendo do

tamanho da partícula (Carvalho, 1990). O produto resultante deste processo são pós metálicos. A figura 03 representa esquematicamente o processo de atomização a gás ou líquido.

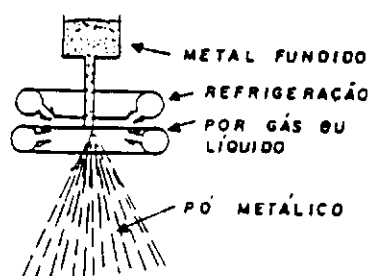


Figura 03 - Representação esquemática do processo de Atomização a gás ou líquido [11].

b) Atomização Eletrodinâmica.

O princípio de funcionamento deste processo é a aplicação de um campo elétrico sobre a superfície do metal fundido que contém um emissor capilar. Sob este campo de alta potência, as tensões superficiais são vencidas e as gotas são emitidas. Essas gotas carregadas são aceleradas contra um coletor e, ao se chocarem, produzem finas lâminas. Se as gotas se solidificarem ainda em movimento, produzirão pós esféricos. A taxa de resfriamento neste processo pode atingir a faixa de 10^7 °C/s (Carvalho, 1990). O processo de atomização eletrodinâmica está representado na figura 04.

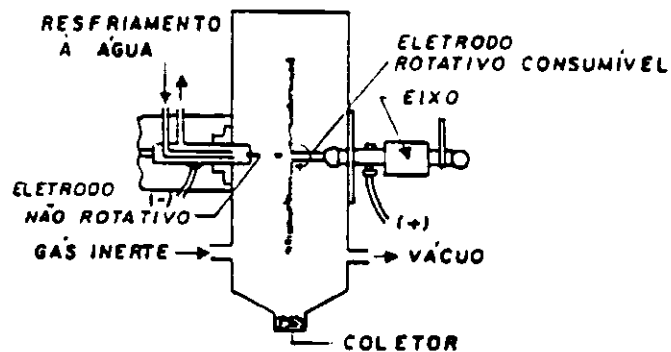


Figura 04 - Representação esquemática do processo de Atomização Eletrodinâmica [11].

c) Atomização por Centrifugação.

Neste processo utiliza-se uma técnica que faz a desintegração do metal líquido na borda de um disco ou copo giratório. As gotas são lançadas pela força centrífuga, solidificando-se em movimento rápido numa atmosfera inerte. A taxa de resfriamento atinge valores acima de 10^5 °C/s, obtendo-se como produto final pequenas esferas (Carvalho, 1990).

d) Splat Cooling (Gun).

Utiliza-se este processo na produção de pequenas quantidades de metais ou ligas fundidas por indução. Em um cadinho com um orifício de tamanho adequado na base, uma massa de metal fundida rapidamente resfriada é lançada através de uma onda de choque, passando rapidamente pelo orifício e dispersando-se sobre um substrato, geralmente de cobre, na forma de finas folhas. Essa onda de choque propaga-se a uma velocidade de cerca de 300 m/s atomizando o metal, atingindo

taxas de resfriamento altíssimas que variam entre 10^6 °C/s e 10^{10} °C/s (Carvalho, 1990).

e) Deposição por Pulverização.

Neste processo, partículas do líquido atomizado são depositadas sobre um substrato sólido resfriado, onde as gotas solidificam-se formando um depósito mais ou menos denso com uma pequena espessura. O depósito pode ser removido do substrato e submetido a um processo adicional de compactação. A taxa de resfriamento inicial do depósito é muito mais alta por causa das condições de resfriamento, enquanto que os últimos depósitos resfriam de forma relativamente lenta.

Existem três variações básicas deste processo: deposição por pulverização em rolos, deposição por pulverização por forjamento e pulverização centrífuga.

No processo de deposição por pulverização em rolos, o filete de líquido é espalhado diretamente sobre a superfície de um cilindro de resfriamento produzindo desta forma, fitas contínuas.

Na deposição por forjamento, o metal líquido é atomizado sobre um substrato liso movido sob condições apropriadas por um manipulador que, através do seu movimento, determina o formato das partículas.

Já o processo de pulverização centrífuga utiliza-se da centrifugação durante a atomização do metal líquido para a obtenção de finas fitas. A figura 05 mostra esquematicamente o processo de deposição por pulverização em rolos (Carvalho, 1990).

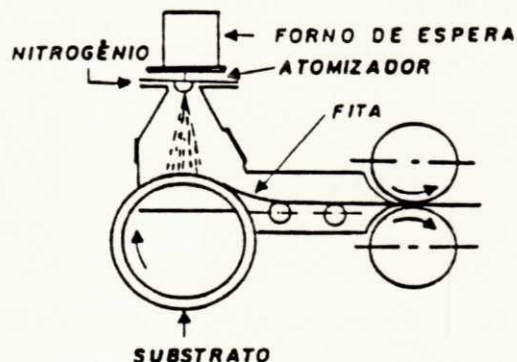


Figura 05 - Representação esquemática do processo de Deposição por pulverização em rolos [11].

f) Deposição via Pulverização por Plasma.

Neste processo, jatos quentes altamente ionizados são aplicados ao material no estado líquido que, resfriado num substrato sólido, forma camadas de material sólido com até $100\mu\text{m}$ de espessura. A velocidade das gotas do líquido chega a 1000 m/s e a taxa de resfriamento atinge valores da ordem de $10^7\text{ }^\circ\text{C/s}$ (Carvalho, 1990). A figura 06 representa o processo de Deposição por pulverização por plasma.

b) Piston-and-Anvil.

Neste processo o metal é fundido em um cadinho e é pulverizado em gotas que são comprimidas entre dois pistões super-resfriados. O produto resultante deste processo são folhas com secção transversal uniforme, livre de porosidade e com pequena área. A espessura da folha obtida é geralmente larga, podendo chegar até 300 μ m, e a taxa de resfriamento situa-se na ordem de 10^5 °C/s (Carvalho, 1990). A figura 07 mostra este processo.

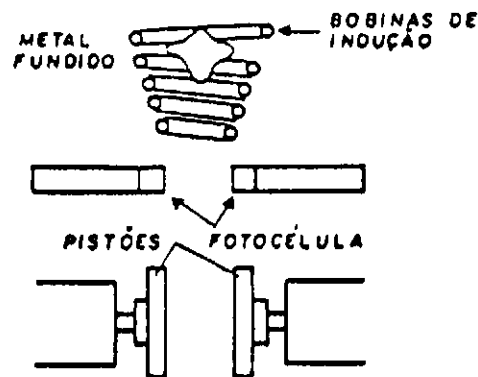


Figura 07 - Representação esquemática do processo Piston-and-Anvil [11].

c) Cilindro Duplo.

Esse processo envolve a passagem de um filete de metal líquido entre dois cilindros girando em direções contrárias. O filete de metal é direcionado verticalmente para baixo, comprimindo-se entre os cilindros. Alcançando taxas de resfriamento da ordem de 10^5 °C/s, pode-se obter neste processo fitas contínuas. Os cilindros têm capacidade de girar a uma velocidade entre 100 e 6000 rpm e o

seu resfriamento é efetuado através de um suprimento contínuo de nitrogênio líquido (Carvalho, 1990). A figura 08 representa este processo.

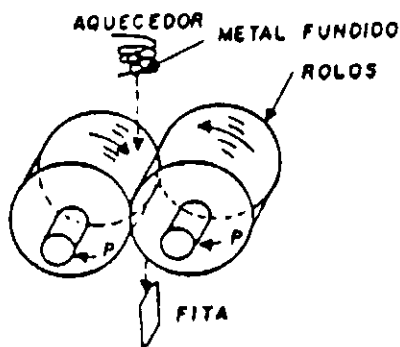


Figura 08 - Representação esquemática do processo Cilindro Duplo [11].

d) Arrastamento do Metal.

Neste processo, uma lâmina de metal líquido flui sobre um volante que funciona como substrato de resfriamento, girando a uma velocidade adequada. Próximo ao volante, encontra-se um cadinho com uma abertura inferior onde o metal líquido fica armazenado. Quando o volante é colocado em rotação, a uma força de arraste suficiente para vencer a tensão superficial do metal, provoca a formação contínua de uma fita metálica. Pode-se atingir, neste processo, taxas de resfriamento entre 10^2 e 10^4 °C/s (Carvalho, 1990). Na figura 09, mostra-se esquematicamente este processo.

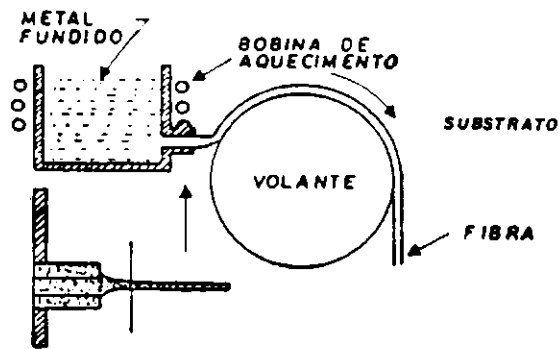


Figura 09 - Representação esquemática do processo de Arrastamento do Metal [11].

e) Extração.

Durante o processo de extração, um volante de resfriamento que encontra-se girando numa rotação adequada entra em contato com a superfície do metal líquido contido num cadinho, formando filetes ou fibras curtas, dependendo da superfície do volante utilizado. Esse processo impõe ao metal uma taxa de resfriamento da ordem de 10^6 °C/s (Carvalho, 1990). A figura 10 mostra este processo.

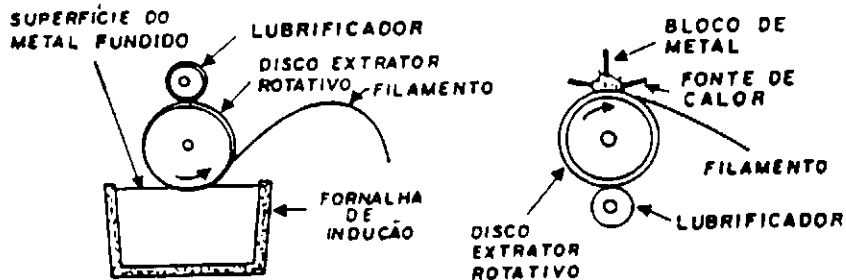


Figura 10 - Representação esquemática de processos de Extração [11].

2.3 - O PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA MELT-SPINNING.

O processo Melt-Spinning ou Chill Block Melt-Spinning foi patenteado em 1908 por Strange e Pim (Ohnaka, 1984-85).

No processo, um jato de metal líquido fundido é lançado sob pressão num volante girando a uma alta velocidade. Ao chocar-se com o volante, que atua como substrato, o jato de metal líquido cria uma bolsa. Essa bolsa, que é gerada pela projeção contínua de metal líquido, serve de reservatório por onde emerge um filete de metal que, após ser solidificado, é expulso do volante através da força centrífuga na forma de fita contínua. A espessura da fita varia diretamente com a pressão de lançamento do metal e inversamente com a velocidade do volante.

Vários materiais podem ser utilizados na confecção do volante: aço inox, cobre-berílio etc. O volante de cobre é o mais usado, pois apresenta maior velocidade de resfriamento devido a sua melhor condutividade térmica. Entretanto, sendo o molhamento um fator importante e, as vezes preponderante, em muitos casos é recomendado que o material do volante tenha composição próxima da liga a ser amorfizada.

Os parâmetros operacionais para a obtenção das fitas são controlados no processo através das seguintes variáveis:

- a) pressão de ejeção do metal líquido fundido;
- b) ângulo de ejeção do metal líquido fundido;
- c) velocidade do volante;
- d) diâmetro do furo do cadinho.

O processo Melt-Spinning apresenta uma alta taxa de resfriamento que pode variar entre 10^5 e 10^8 °C/s (Carvalho, 1990). A figura 11 mostra esquematicamente o processo Melt-Spinning.

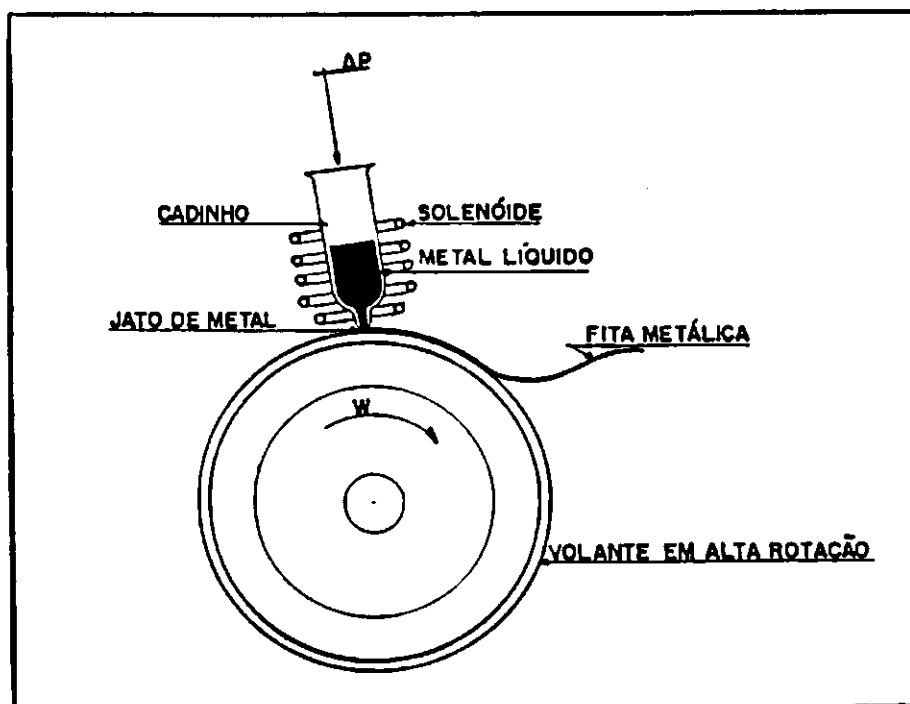


Figura 11 - Representação esquemática do processo Melt-Spinning [46].

2.4 - EVOLUÇÃO HISTÓRICA DOS PROCESSOS DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA PARA A OBTENÇÃO DE FIOS.

O processo mais antigo patenteado sobre a solidificação de fios diretamente do estado líquido, foi desenvolvido em 1882 por Small (Ohnaka, 1984-85). Neste método, o metal fundido é ejetado de um bocal para dentro da água estacionária em um reservatório. Assim que o fio solidifica-se,

enrola-se em forma de bobina sobre o fundo do reservatório, como pode ser visto na figura 12.

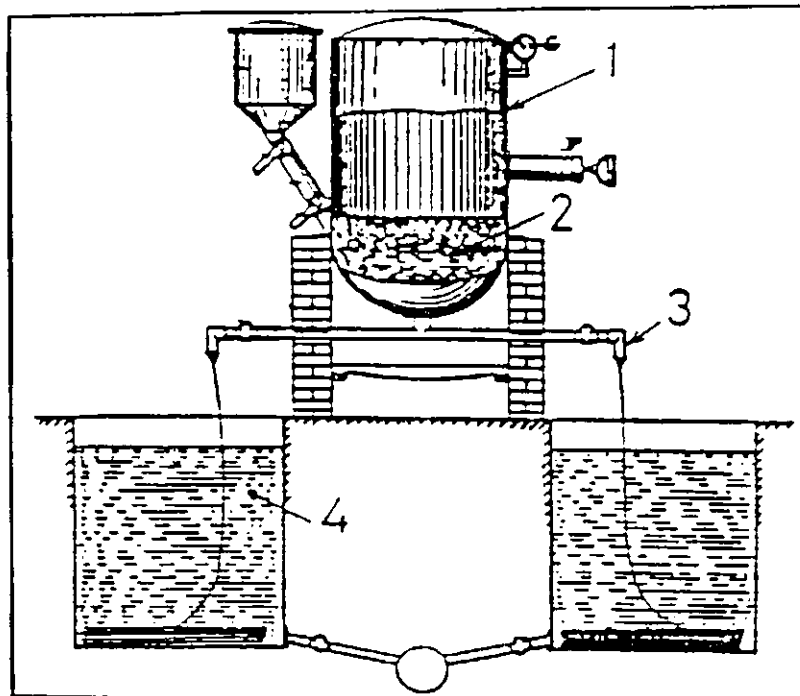


Figura 12 - Processo para fabricação de fios pelo método de Small [38].

- 1- Tanque de fundição;
- 2- Liga fundida;
- 3- Bocal;
- 4- Tanque d'água.

No ano de 1924 foi desenvolvido um novo processo para produzir fios finos metálicos diretamente do estado líquido. Este processo desenvolvido por Taylor (Donald, 1987), foi patenteado em 1931 e ficou conhecido como "Taylor Wire Process". Neste processo, mostrado na figura 13, o metal para ser esticado é contido num tubo de vidro fechado no final em uma das extremidades. O metal é aquecido até que atinge-se o seu ponto de fusão e o vidro amoleça. Em seguida, o tubo é esticado manualmente, produzindo fios metálicos de 0,5 a 1,0mm de

diâmetro, tendo aproximadamente 300mm de comprimento. Depois, estes fios podem ser trefilados ou laminados à quente para redução do seu diâmetro.

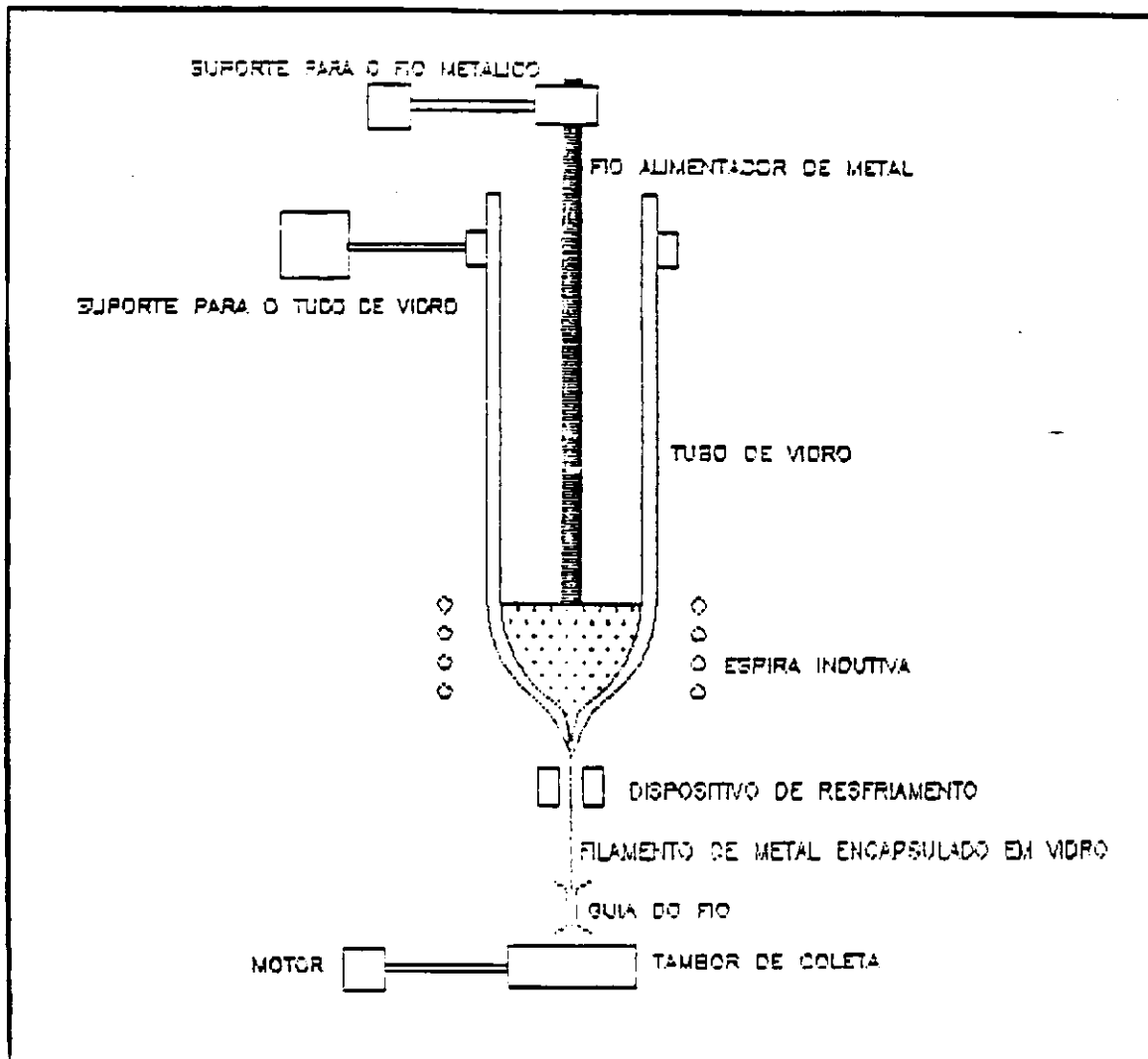


Figura 13 - Representação esquemática do "Taylor Wire Process" utilizado para produção de finos fios [13].

Em 1969, Leghorn (Ohnaka, 1984-85) propôs a idéia de fundição contínua em corrente líquida, onde o metal fundido é ejetado dentro de um meio de resfriamento, como mostra as figuras 14 e 15.

Porém, no método da figura 14, é muito difícil a produção de fios contínuos uniformes porque o jato de metal fundido é facilmente perturbado, como também devido a problemas de bloqueio no bocal da ejeção do metal fundido e ainda, devido ao fenômeno de ebulição do líquido de resfriamento. O método da figura 15 apresenta melhores resultados que o da figura 14, em função apenas de uma maior estabilidade do jato de metal fundido. Estes métodos não alcançaram rápida solidificação (Ohnaka, 1984-85).

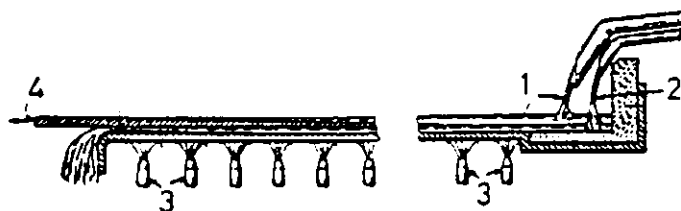


Figura 14 - Fundição em líquido fluente [38].

- 1- Liga fundida;
- 2- Líquido refrigerante;
- 3- Bocal de spray;
- 4- Metal solidificado.

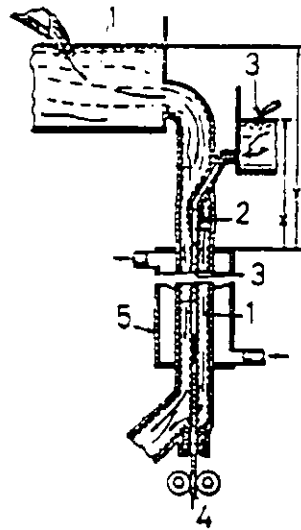


Figura 15 - Fundição dentro de líquido corrente [38].

- 1- Líquido refrigerante;
- 2- Bocal;
- 3- Metal fundido;
- 4- Metal solidificado;
- 5- Esfriador.

No ano de 1974, Kavesh (Ohnaka, 1984-85) uniu os métodos de Small e Leghorn e os aperfeiçoou. Neste processo, um jato de metal fundido é lançado para dentro de um meio de resfriamento corrente, conduzido através da força da gravidade, como mostra a figura 16. Kavesh ainda relatou que, através deste processo podiam ser obtidos fios amorfos ou cristalinos, tendo uma estrutura de granulação fina com nova orientação.

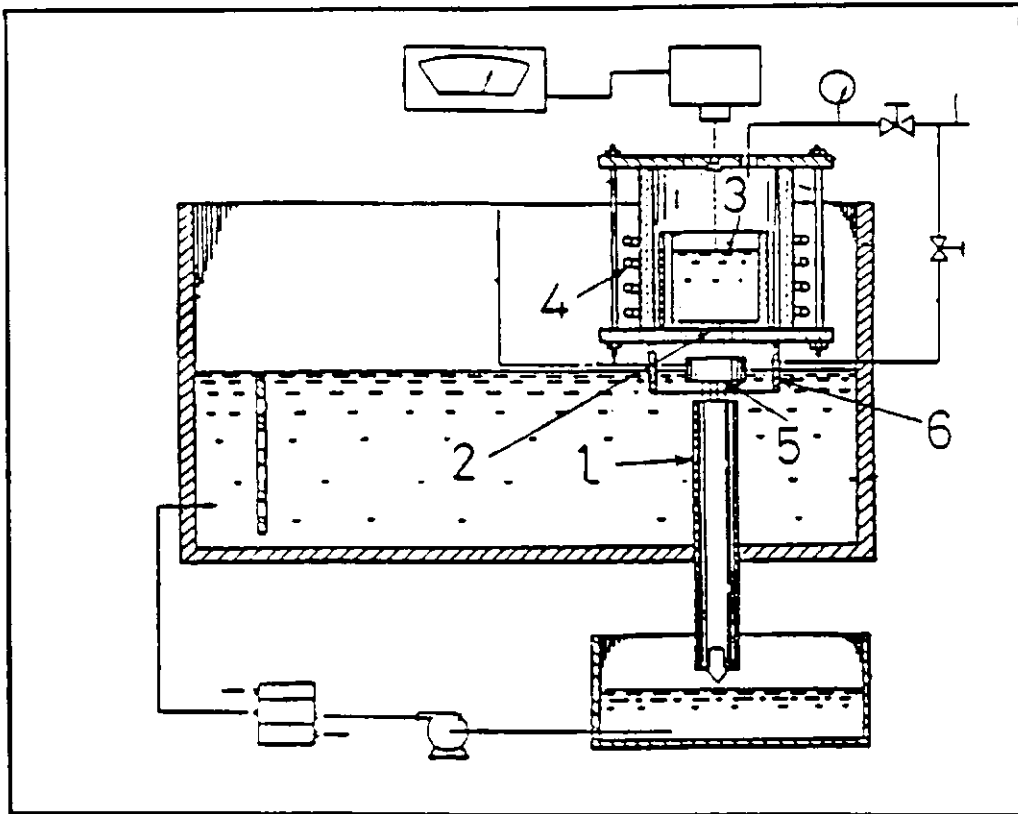


Figura 16 - Representação esquemática do método de Kaveh [38].

- 1- Tubo de quartzo para equilíbrio de pressão;
- 2- Bocal;
- 3- Metal fundido;
- 4- Aquecedor por indução;
- 5- Jato fino resfriante lançado dentro do tubo de equilíbrio;
- 6- Abafador de vortex.

Em 1971, Ohnaka (1984-85) começou a desenvolver um equipamento baseado no processo Melt-Spinning, que incluía a ejeção do metal tanto na atmosfera como em líquidos refrigerantes e utilizava a força centrífuga ao invés da força da gravidade. A este processo foi dado o nome de INROWASP (In Rotating Water Spinning Process).

2.5 - O PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA INROWASP.

Em um cadinho de material resistente a altas temperaturas e pressões, metais puros ou ligas metálicas são fundidas e superaquecidas. A superfície do metal fundido é colocada sob a pressão de um gás inerte previamente estabelecida. A diferença de pressão entre o cadinho e o ambiente leva a uma aceleração da massa fundida, que é ejetada através de um orifício feito no cadinho. Este fluxo de metal líquido sai do cadinho sob a forma de jato livre guiado de forma controlada, que, após um pequeno percurso, mergulha a um ângulo pré-determinado em uma camada de líquido refrigerante mantida em rotação, acoplada a um volante através de uma força centrífuga. O líquido refrigerante guia o jato metálico e o sujeita a um choque térmico (Heyder e Frommeyer, 1992, p. 34-36).

A força centrífuga do líquido refrigerante em rotação e a diferença de densidade entre o metal e o líquido, aceleram o fio em solidificação para fora, contra o lado interno do volante, onde o fio é resfriado até a temperatura do líquido.

A taxa de resfriamento deste processo encontra-se na faixa de 10^3 a 10^5 °C/s (Ohnaka et al, 1985, p.111-114). A figura 17 esquematiza o processo Inrowasp.

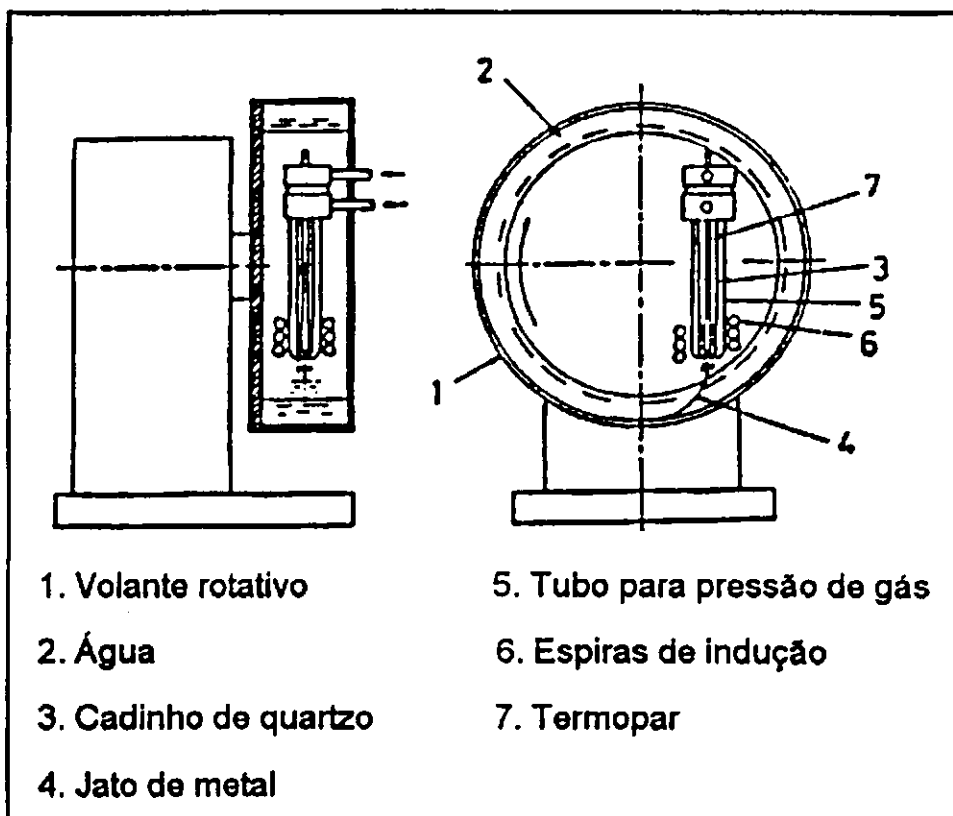


Figura 17 - Representação esquemática do processo Inrowasp [07].

Para se obter um fio contínuo e com boa circularidade é necessário que se encontre o equilíbrio entre os vários parâmetros de operação do processo, de forma a evitar a quebra do jato de metal fundido antes da sua completa solidificação.

Vários parâmetros influem diretamente na qualidade do produto obtido, principalmente na formação de estruturas amorfas, que requerem faixas de tolerância bastante pequenas nos ajustes dos parâmetros. Entre esses podemos citar (Araújo, P.M.M. 1994):

- a) material e diâmetro do cadinho;
- b) distância entre o bico do cadinho e a superfície do líquido refrigerante;

- c) ângulo de ejeção do metal fundido com a superfície do líquido refrigerante;
- d) espessura da camada de líquido refrigerante;
- e) condições de superaquecimento do metal fundido;
- f) velocidade da camada de líquido refrigerante;
- g) velocidade do jato de metal fundido;
- h) órbita descrita pelo jato de metal fundido na camada de líquido refrigerante em rotação;
- i) natureza e condições do líquido refrigerante;
- j) tipo de liga utilizada.

Segundo Hagiwara et al (1982), **“em geral, é difícil formar fios metálicos contínuos pelo método de fusão com resfriamento rápido por causa da instabilidade do jato e devido a baixa viscosidade e alta tensão superficial típicas do jato de metal fundido. Daí, a condição de injetabilidade do metal fundido deve ser ajustada por tentativa e erro com base no exame minucioso dos fios obtidos”**.

2.6 - ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL (DTA).

Os ensaios de análise térmica diferencial (DTA) são utilizados para identificar as alterações de fase de um material, quando este é submetido a uma variação gradual de temperatura.

Ao se aquecer o material, por exemplo, o seu calor específico varia muito pouco mas, ao mudar de fase, o seu calor latente se altera rapidamente.

A passagem da fase amorfa para o estado cristalino é identificada através de um ou mais picos encontrados nos termogramas obtidos à partir da análise térmica diferencial, como mostrado na figura 18.

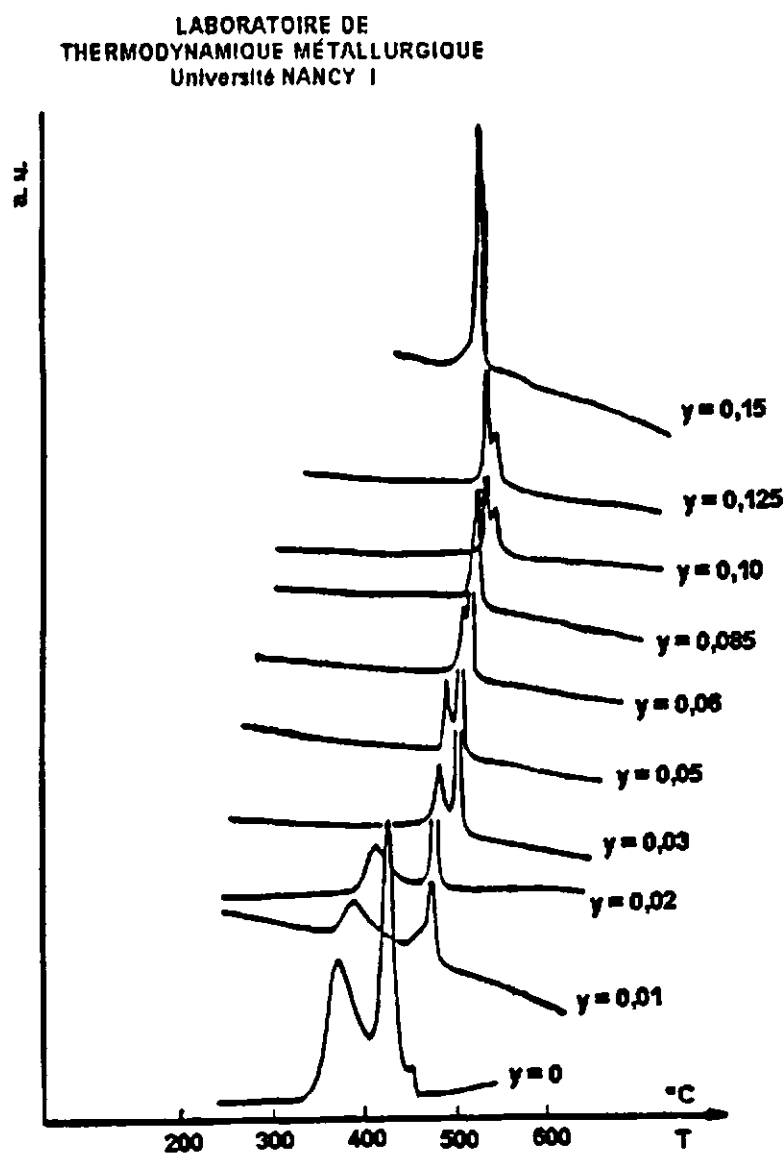


Figura 18 - DTA das ligas amorfas Fe_{0,85-y}Si_yB_{0,15} na forma de fitas [03].

CAPÍTULO III
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 - ESCOLHA DAS LIGAS A SEREM ESTUDADAS.

O objetivo deste trabalho é estudar o efeito da substituição do Boro pelo Carbono, nas ligas $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$ em porcentagem atômica ($0 \leq x \leq 0,8$ variando numa razão de 0,2), em relação as seguintes propriedades:

- a) capacidade de amorfização das ligas nos processos de solidificação rápida Melt-Spinning e Inrowasp;
- b) estabilidade térmica dos produtos obtidos através do processo de solidificação rápida Melt-Spinning.

A substituição gradativa do elemento Boro pelo Carbono resultou nas seguintes ligas com suas respectivas composições:

Liga 01 - $X = 0,0$; $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$.

Liga 02 - $X = 0,2$; $Fe_{75}Si_{10}B_{12}C_3$.

Liga 03 - $X = 0,4$; $Fe_{75}Si_{10}B_9C_6$.

Liga 04 - $X = 0,6$; $Fe_{75}Si_{10}B_6C_9$.

Liga 05 - $X = 0,8$; $Fe_{75}Si_{10}B_3C_{12}$.

Esta substituição visa o barateamento das ligas, posto que o Carbono tem um custo consideravelmente inferior ao do Boro, mas de forma a não comprometer as características dos itens a e b.

Ao longo do texto, estas ligas serão identificadas, tanto através do seu número, como pela sua composição em porcentagem atômica, ou ainda, em alguns casos, através das duas formas em conjunto.

3.2 - PREPARAÇÃO DAS LIGAS-MÃES.

As ligas-mães foram preparadas a partir dos elementos constituintes Ferro, Silício e Boro com pureza industrial e da mistura da liga $Fe_{90}C_{20}$ preparada por compactação dos pós destes elementos com grau de pureza P.A.(Para Análise).

- FUNDIÇÃO DAS LIGAS-MÃES.

O processo de fundição realizou-se em um forno sob atmosfera controlada de argônio, através de indução magnética de alta frequência. Este forno é alimentado por um gerador regulador estático, capaz de desenvolver uma potência de até 8 KVA. O cadinho utilizado foi de quartzo, tendo aproximadamente 32mm de diâmetro e 70mm de comprimento, enquanto que a carga utilizada para todas as ligas foi de 50g.

O controle de temperatura para a fundição da carga foi feito por meio da regulagem da potência do gerador estático juntamente com inspeção visual, visto que o aparelho de medição de temperatura disponível, por tratar-se de um pirômetro ótico monocromático, mostrou-se ineficiente.

Após a fundição da carga, efetuou-se em todas as ligas alguns ciclos de aquecimento e resfriamento (em média 3), objetivando uma maior homogeneização dos elementos constituintes. A inspeção visual posterior à fundição da carga mostrou que esta homogeneização tinha ocorrido.

A diferença de peso encontrada nas cargas antes e depois da fundição foi em todos os casos inferior a 1,8%, de forma que, por falta de um controle mais rigoroso admitiu-se que não houve fuga de composição. Entretanto, se esta tiver ocorrido, aconteceu provavelmente da mesma forma em todas as ligas já que os procedimentos de preparação e fundição foram rigorosamente os mesmos para todas as ligas do sistema $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$. Portanto, para os propósitos deste trabalho, considerou-se os resultados da fundição das ligas-mães como satisfatórios.

- FRACIONAMENTO DAS LIGAS-MÃES.

Após a fundição das ligas-mães, estas foram fracionadas através de martelamento manual em uma bigorna, obtendo-se como produto pequenos pedaços de 2g em média. Em seguida, estes pequenos pedaços foram submetidos a uma lavagem com álcool e posterior secagem, para uma limpeza geral.

Depois de fracionadas e limpas, as ligas-mães encontravam-se na forma de matéria-prima para serem utilizadas nos processos de solidificação rápida Melt-Spinning ou Inrowasp.

3.3 - PREPARAÇÃO DOS CADINHOS PARA UTILIZAÇÃO NOS PROCESSOS MELT-SPINNING E INROWASP.

A preparação dos cadinhos para serem utilizados nos processos Melt-Spinning e Inrowasp é uma tarefa extremamente minuciosa e requer, antes de tudo, habilidade manual por parte do operador. O processo consiste em submeter um tubo de quartzo (matéria prima dos cadinhos) à chama de um maçarico oxi-butano, ao mesmo tempo em que o tubo é colocado em uma rotação de aproximadamente 200 rpm. A alta tensão superficial do quartzo no estado pastoso faz com que o tubo se afunile na região do aquecimento e, gradativamente, o diâmetro do cadinho vai sendo ajustado.

A exigência de diâmetros extremamente pequenos e perfeitamente circulares pelo processo Inrowasp (aproximadamente 100 μ m) faz com que o processo de fabricação de cadinhos se torne um tanto quanto ineficiente, pois cerca de 50% dos cadinhos fabricados para o processo Inrowasp foram rejeitados no exame de circularidade feito através de um microscópio. Um relógio comparador (com precisão de 0,001mm) acoplado ao microscópio foi utilizado para medir os respectivos diâmetros. A seguir encontram-se os parâmetros referentes aos cadinhos utilizados nos processos Melt-Spinning e Inrowasp.

Processo Melt-Spinning:

altura do cadinho - $h = 125,0\text{mm}$;

diâmetro externo do cadinho - $d_e = 12,7\text{mm}$;

espessura da parede do cadinho - $e = 1,3\text{mm}$;

diâmetro interno do cadinho - $d_i = 10,1\text{mm}$;

diâmetro do furo do cadinho - $0,7 < d_o < 1,0 \text{ mm}$.

Processo Inrowasp:

Para o processo Inrowasp, utilizou-se dois tipos de cadinho;

1° tipo:

altura do cadinho - $h = 125,0\text{mm}$;

diâmetro externo do cadinho - $d_e = 12,7\text{mm}$;

espessura da parede do cadinho - $e = 1,3\text{mm}$;

diâmetro interno do cadinho - $d_i = 10,1\text{mm}$;

diâmetro do furo do cadinho - $90\mu\text{m} < d_o < 160\mu\text{m}$.

2° tipo:

altura do cadinho - $h = 125,0\text{mm}$;

diâmetro externo do cadinho - $d_e = 8,9\text{mm}$;

espessura da parede do cadinho - $e = 1,2\text{mm}$;

diâmetro interno do cadinho - $d_i = 6,5\text{mm}$;

diâmetro do furo do cadinho - $90\mu\text{m} < d_o < 160\mu\text{m}$.

Tanto os cadinhos para o processo Melt-Spinning como para o processo Inrowasp devem apresentar uma ponta cônica com um furo com a maior circularidade possível, conforme esquema mostrado na figura 19.

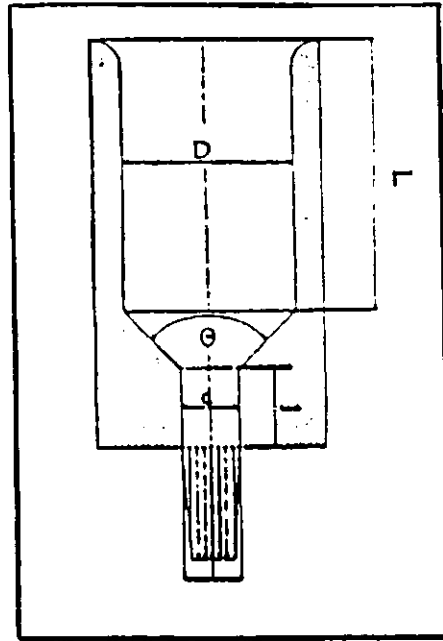


Figura 19 - Configuração esquemática de um cadinho [21].

3.4 - FABRICAÇÃO DE FITAS ATRAVÉS DO PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA MELT - SPINNING.

Cargas de aproximadamente 6g foram colocadas nos cadinhos apropriados para fabricação de fitas, descritos anteriormente, e submetidas ao processo de solidificação rápida Melt-Spinning. As cargas foram fundidas por indução, sem atmosfera protetora, visto que um dos objetivos do trabalho foi a comparação entre os processos e o equipamento disponível para o processo Inrowasp não permitia o controle da atmosfera.

Após a completa fusão das cargas, estas foram ejetadas por uma pressão de argônio sobre a superfície de um volante de cobre de diâmetro 250mm, que se encontrava em movimento de rotação. O jato de metal líquido, ao entrar em contato com a superfície do volante, solidificou-se rapidamente e foi imediatamente lançado

na forma de fitas, conforme descrito no capítulo II. A distância do bico do cadinho à superfície do volante foi mantida fixa para todos os experimentos em 2mm, enquanto que a distância da espira, responsável pelo aquecimento da carga, à superfície do volante foi mantida constante para todos os experimentos em 4mm.

Através deste processo, obteve-se aproximadamente 12m de fita contínua com largura de 2mm e espessura em torno de 30 μ m, além de um ótimo acabamento superficial.

O controle de temperatura foi realizado da mesma maneira que na fundição das ligas-mães ou seja, através da regulação da potência do gerador estático juntamente com a inspeção visual. As tabelas 02 a 06, apresentadas no anexo A, indicam as condições de cada experimento para obtenção das fitas.

3.5 - FABRICAÇÃO DE FIOS ATRAVÉS DO PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA INROWASP.

Para a fabricação de fios foram utilizadas cargas de aproximadamente 2g de liga-mãe. As cargas foram fundidas sem atmosfera protetora através de indução e ejetadas por uma pressão de argônio, para dentro de uma camada de líquido refrigerante em movimento de rotação dentro de um volante de cobre de 400mm de diâmetro. O líquido é mantido em rotação no interior do volante pela força centrífuga. O jato de metal líquido, ao entrar em contato com a camada de líquido refrigerante, solidificou-se rapidamente obtendo-se fios contínuos.

Finalizada a ejeção do banho de metal fundido, com o volante ainda em rotação, retirou-se o líquido refrigerante de dentro do volante de cobre com bastante cuidado para não perturbar o fio que ficou depositado no interior do volante.

Como líquido refrigerante, utilizou-se água pura a temperatura ambiente (27°C em média), água pura a aproximadamente 10°C, como também soluções aquosas a base de UCON - A (produto da Union Carbide utilizado para tratamentos térmicos) numa proporção de 2 a 5%.

O ângulo de ejeção entre o jato de metal fundido e a camada de líquido refrigerante foi variado entre 60° a 80°.

A velocidade do jato de metal fundido é fixada diretamente pela pressão de ejeção do banho, e deve ser ajustada com a velocidade de rotação do volante para obter-se um fio com a maior circularidade possível. Conforme descrito por Liu et al (1988, p.21-24), aumentando-se demasiadamente a velocidade do volante, diminui-se a circularidade do fio e aumenta-se a tendência à formação de esferas.

Durante os experimentos, algumas adaptações foram introduzidas junto ao volante de cobre para se trabalhar com líquido refrigerante abaixo da temperatura ambiente (água a 10°C), visando aumentar a taxa de resfriamento. Estas modificações são enumeradas a seguir:

- 1- Isolamento da parte interna do volante de cobre (onde fica acondicionado o líquido refrigerante) com uma camada de PVC;

- 2- Isolamento da parte interna frontal do volante de cobre com uma camada de acrílico;

3- Isolamento da parte externa do volante de cobre com EPS (Poliestireno Expansivo - Isopor).

O controle de temperatura do processo foi realizado da mesma maneira como foi feito quando da fusão das ligas mães e da fabricação das fitas.

As tabelas 07 a 11, no anexo A, apresentam as condições de cada experimento para obtenção de fios.

3.6 - CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL ATRAVÉS DA DIFRATOMETRIA DE RAIOS - X.

Os ensaios de difração de raios-X, realizados na UFPE foram utilizados para identificar a estrutura amorfa das fitas obtidas através do processo de solidificação rápida Melt-Spinning.

As amostras foram formadas por uma série de fitas coladas lado a lado por uma fita adesiva dupla face sobre uma placa de vidro de aproximadamente 15 x 15 mm. O método utilizado foi o de Debye-Scherrer com feixe de radiações incidentes Fe-K α ($\lambda=1,93728 \text{ \AA}$) incidindo diretamente sobre as faces das fitas.

Nas figuras 23 a 25 apresentadas nas páginas 50 a 52, encontram-se os difratogramas obtidos com as ligas 01 a 03.

3.7 - CARACTERIZAÇÃO ATRAVÉS DA ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL (DTA).

Para os ensaios de análise térmica diferencial (DTA) utilizou-se um detector do tipo Shimadzu DTA - 50, tendo como material de referência uma amostra da liga 01 previamente cristalizada. As amostras das ligas foram cortadas em minúsculos pedaços para serem melhor acomodadas nos recipientes de platina. Utilizou-se também uma tampa de aço inoxidável, evitando assim, a expulsão da amostra para fora do recipiente. Em todas as análises utilizou-se aproximadamente a mesma massa tanto para a amostra como para a referência.

No sistema utilizado (DTA Boersma), tanto a amostra como a referência são aquecidas por uma única fonte de calor e as temperaturas correspondentes são medidas por termopares fixados nos suportes que contêm a amostra e a referência. A diferença de temperatura entre a amostra e a referência ($\Delta T = T_S - T_R$) é registrada como uma função da temperatura T e/ou tempo t . A figura 20 representa esquematicamente como se processa a análise térmica diferencial (DTA), consistindo o esquema dos seguintes componentes:

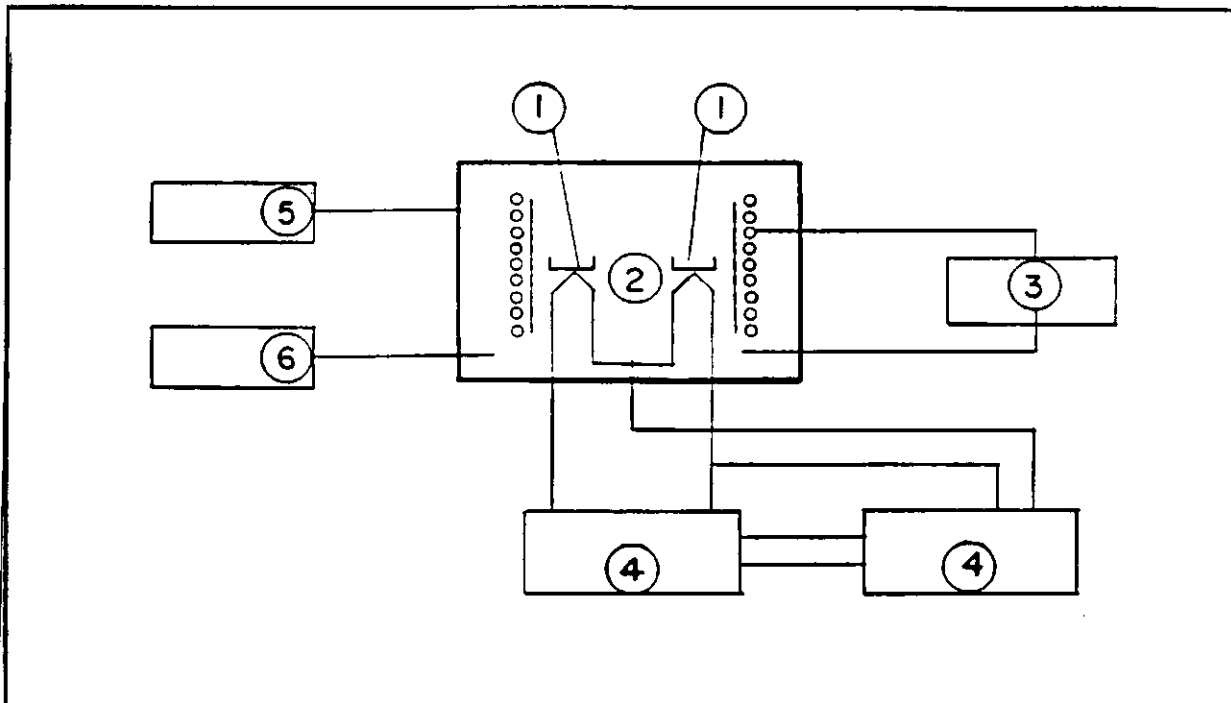


Figura 20 - Esquema ilustrativo de um sistema DTA [46].

- 1) suporte para amostra e referência;
- 2) forno ou esquema de aquecimento;
- 3) programador de temperatura;
- 4) esquema de gravação;
- 5) controle da atmosfera;
- 6) controle de resfriamento.

Em todos os ensaios de análise térmica diferencial efetuaram-se dois ciclos de aquecimentos consecutivos. Um primeiro ciclo até a completa cristalização da liga e um segundo, nas mesmas condições, já com a liga cristalizada, para a obtenção da linha de base uma vez que as reações de cristalização são irreversíveis. As condições de aquecimento para todos os experimentos estão representadas na figura 21.

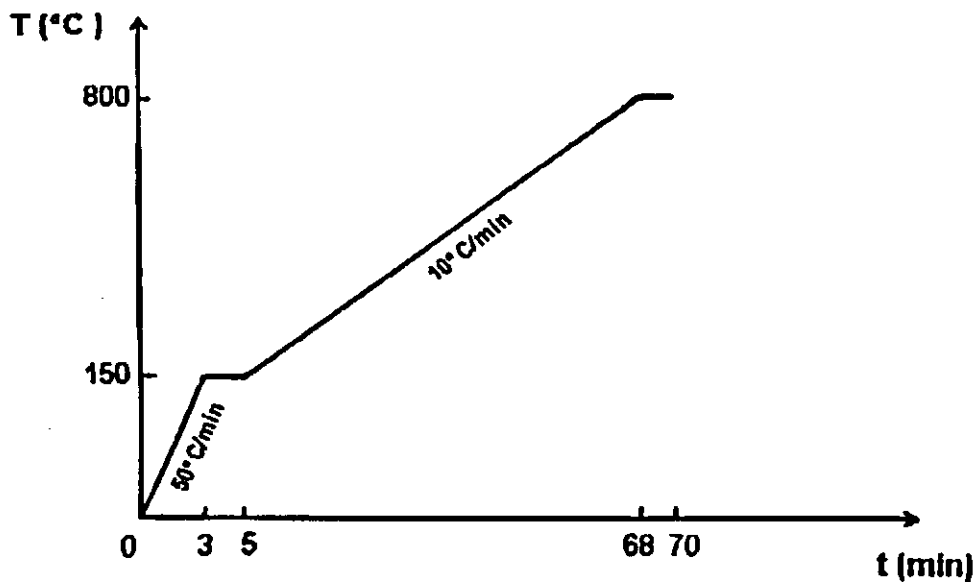


Figura 21 - Condições de aquecimento para os ensaios de Análise Térmica Diferencial (DTA).

* Primeira etapa: aqueceu-se até 150°C a uma taxa de 50°C por minuto, permanecendo-se nesta temperatura por 2 minutos;

* Segunda etapa: aqueceu-se de 150°C até 800°C a uma taxa de 10°C por minuto, permanecendo-se nesta temperatura por 2 minutos.

Nas figuras 26 a 30 apresentadas nas páginas 54 a 58, encontram-se os termogramas obtidos com as ligas 01 a 05 na forma de fita.

CAPÍTULO IV
RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 - OBTENÇÃO DE FITAS AMORFAS ATRAVÉS DO PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA MELT-SPINNING.

Através do processo de solidificação rápida Melt-Spinning, em 38,89% dos ensaios realizados com a série de ligas $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$, obteve-se sucesso na fabricação de fitas parcialmente ou completamente amorfas. Estas fitas apresentam, além da boa aparência, continuidade, uniformidade e extrema ductilidade.

Este resultado pode ser considerado satisfatório visto que, o controle de temperatura feito apenas através da regulação da potência do gerador de alta frequência e da inspeção visual é impreciso e inviabilizava uma perfeita repetibilidade dos experimentos.

Os parâmetros de fabricação das fitas, tais como pressão de ejeção, rotação do volante, distância do cadinho ao volante e diâmetro do cadinho, foram mantidos sob controle, não interferindo tanto quanto o controle de temperatura, para a obtenção de fitas de boa qualidade.

As tabelas 02 a 06, no anexo A, apresentam as condições de experimento para os ensaios realizados através de solidificação rápida Melt-Spinning.

4.2 - OBTENÇÃO DE FIOS AMORFOS ATRAVÉS DO PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA INROWASP.

Através do processo de solidificação rápida Inrowasp, em apenas 11,76% dos ensaios realizados com a série de ligas $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$, obteve-se fios dúcteis; além do que, em nenhuma corrida obteve-se fios com esta qualidade em toda sua extensão. Todavia, deve-se considerar que o teste de dobramento é menos eficiente para os fios do que para as fitas. Guedes de Lima (1985) verificou que fios com a mesma composição das fitas, embora apresentassem um grau de fragilidade superior às fitas em ensaio de dobramento, um posterior ensaio através da difração de raios-X revelou um alto grau de amorfização para estes fios. Nos ensaios aqui realizados considerou-se como amorfos, os fios que suportaram dobramento de 180° sem ruptura, como procedido por Inoue et al (1987).

Infelizmente, não foi possível, por falta de equipamento, a caracterização dos fios obtidos pelo processo Inrowasp através da difração de raios-X.

A maior parte dos experimentos realizados através deste processo apresentou como resultado fio cristalino contínuo com bom acabamento superficial e boa circularidade, mas, em alguns casos, fios curtos foram obtidos, bem como esferas.

Em comparação ao processo de solidificação rápida Melt-Spinning, as condições de amorfização apresentadas no processo Inrowasp são inferiores.

Os parâmetros de fabricação do processo Inrowasp requerem ajustes mais rigorosos e em intervalos bem mais estreitos do que os praticados no processo

Melt-Spinning, e o número de parâmetros envolvidos, por ser bem maior, aumenta a dificuldade para a obtenção da estrutura amorfa.

O número de experimentos realizados nos credencia a tecer algumas considerações para a têmpera com sucesso, através do processo Inrowasp:

a) a qualidade do furo do cadinho tem relação direta com a aparência do fio. Observou-se igualmente que, como o tempo de solidificação depende da massa que está sendo solidificada, no instante considerado, um diâmetro do furo $\phi > 160\mu\text{m}$ não permitiu, pelo menos para as ligas aqui estudadas, a amorfização. Por outro lado, para $\phi < 90\mu\text{m}$, quase sempre tem-se a obstrução do furo e, conseqüentemente, o metal não é ejetado do cadinho.

b) a pressão de ejeção é responsável diretamente pela velocidade do jato de metal fundido. Se esta não estiver perfeitamente ajustada à velocidade rotacional do volante, que contém a camada de líquido refrigerante, não se obterá o fio desejado, e sim fios descontínuos ondulados ou esferas. Desta forma, a velocidade rotacional do volante deve ser superior a velocidade do jato de metal fundido em cerca de 10 a 20%.

c) a distância entre o cadinho e a camada de líquido refrigerante é outro fator importante pois, se essa distância for muito grande, o jato de metal fundido percorrerá uma longa distância ao ar livre, diminuindo a velocidade média de resfriamento, além de um maior tempo de exposição à atmosfera oxidante, reduzindo-se conseqüentemente as possibilidades de amorfização da liga. A distância recomendada é entre 2 e 4mm.

d) o líquido refrigerante tem um papel fundamental para a formação da estrutura amorfa e comprova-se que, quanto menor a temperatura deste líquido, maior a probabilidade de obter-se uma estrutura amorfa. O polímero orgânico à base de etileno glicol UCON-A da Union Carbide, (utilizado para tratamentos térmicos de aços carbonos e ligas aquecidas por chama e indução) que foi usado em grande parte dos experimentos, na proporção de 2 a 5%, revelou-se mais adequado para a amorfização do que a água potável, como comprovado por Silva (1992). Este polímero é completamente solúvel na água e forma uma solução clara e homogênea. Tentou-se trabalhar com água a temperatura de 5°C como em experimentos realizados por Inoue et al (1982), mas as condições ambientais e de experimento mostraram-se completamente inviáveis operacionalmente.

e) no processo Inrowasp, para a fabricação de fios amorfos, o controle de temperatura é fundamental e, da maneira como foi efetuado (da mesma maneira como foi feito no processo Melt-Spinning), não permite uma perfeita repetibilidade dos experimentos. O aumento demasiado da temperatura do banho de metal fundido aumenta o tempo para se atingir a temperatura de transição vítrea e, em muitos casos, contribui para que não se obtenha o produto desejado e sim, esferas ou pedaços descontínuos de fios. Uma baixa temperatura do banho de metal fundido causa um aumento na viscosidade do banho e dificulta a ejeção, levando ao entupimento do cadinho.

As tabelas 07 a 11, no anexo A, apresentam as condições de experimento para os ensaios realizados através do processo de solidificação rápida Inrowasp.

4.3 - CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL ATRAVÉS DA DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X.

As figuras 23 a 25 apresentam os resultados das análises por difração de raios-X realizados nas ligas 01 a 03, na forma de fitas.

Os difratogramas constantes nestas figuras, registrados no intervalo $40 < 2\theta < 80$, são típicos da estrutura amorfa e confirmam que estas ligas são isentas de cristais, visto que seria neste intervalo que estariam presentes os picos mais intensos nas ligas cristalinas à base de ferro, como mostrado na figura 22.

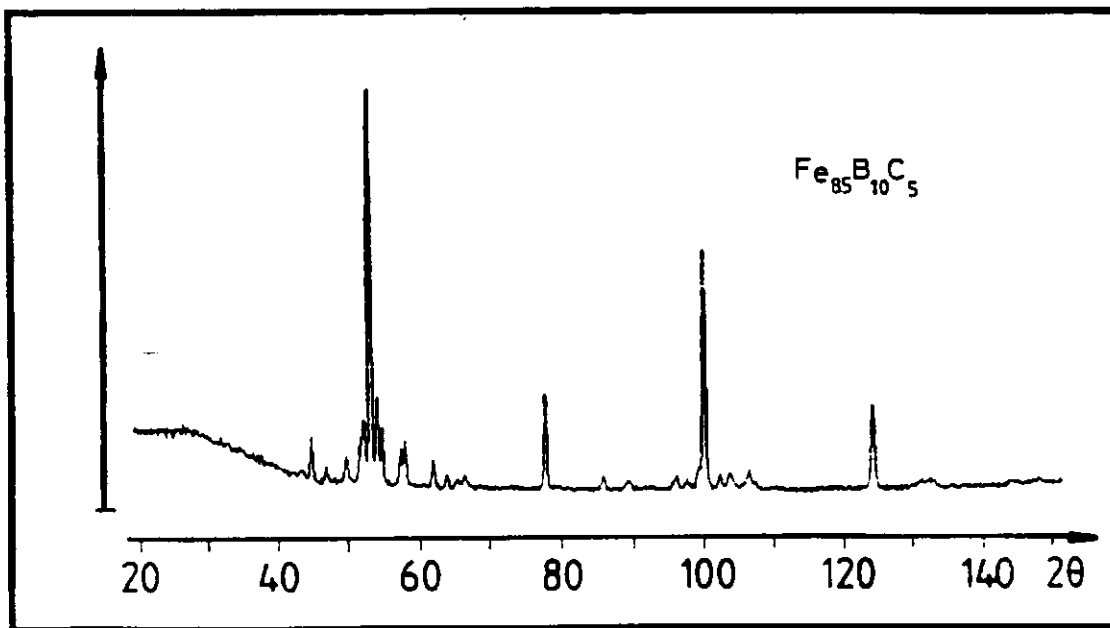


Figura 22 - Difratograma de raios-X para uma liga cristalina à base de Ferro [17].

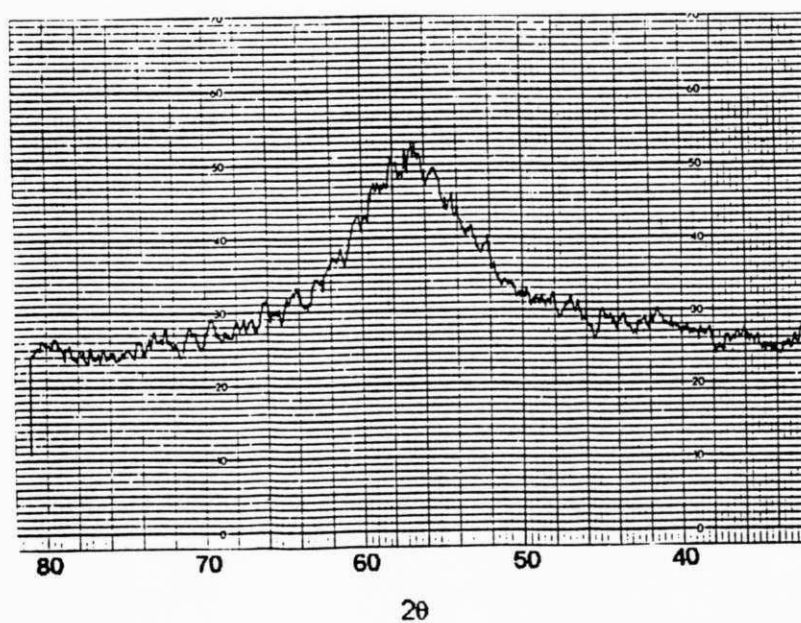


Figura 23 - Região $40 < 2\theta < 80$ do difratograma de raios-X da liga 01

($\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$) na forma de fita

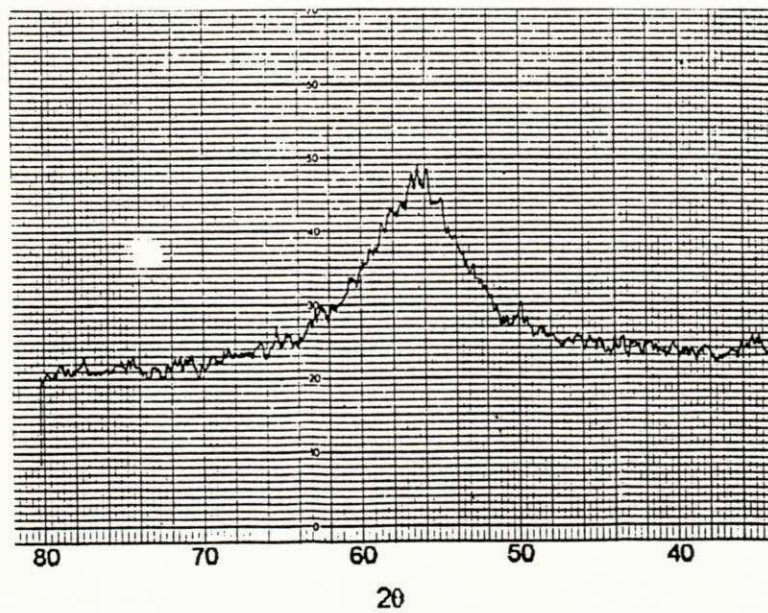


Figura 24 - Região $40 < 2\theta < 80$ do difratograma de raios-X da liga 02
($\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{12}\text{C}_3$) na forma de fita.

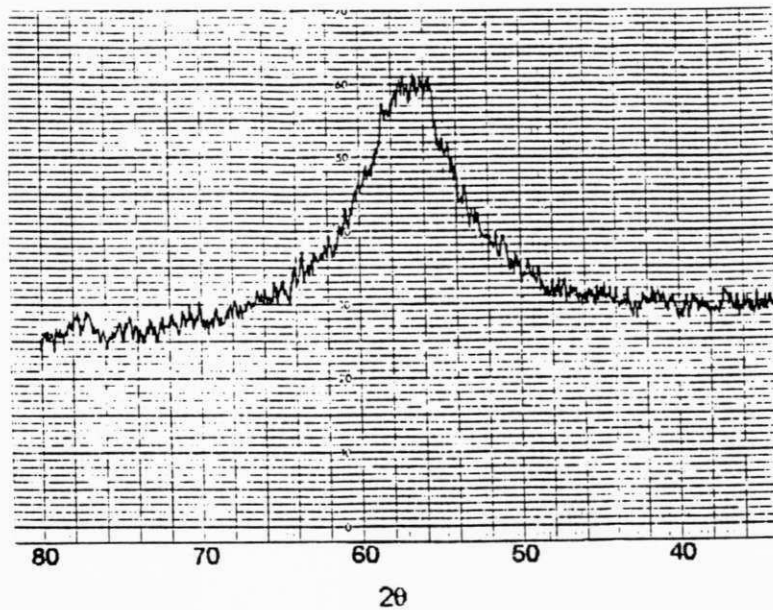


Figura 25 - Região $40 < 2\theta < 80$ do difratograma de raios-X da liga 03
($Fe_{75}Si_{10}B_9C_6$) na forma de fita.

4.4 - CARACTERIZAÇÃO ATRAVÉS DA ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL (DTA).

As figuras 26 a 30 apresentam os termogramas obtidos através dos ensaios de análise térmica diferencial realizados nas ligas 01 a 05, na forma de fitas.

Os termogramas obtidos para as ligas 01 a 04 apresentam reações exotérmicas típicas do retorno ao equilíbrio destas ligas, em concordância com os resultados obtidos através da difração de raios-X, o que vem a confirmar a presença da estrutura amorfa para as ligas de 01 a 03.

No termograma obtido com a liga 05 ($\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_3\text{C}_{12}$) não se verificou as reações exotérmicas bem marcadas, embora a massa e condições de aquecimento sejam as mesmas das ligas anteriores. Este comportamento é atribuído a um baixo grau de amorfização, ou mesmo, ausência total da estrutura amorfa nesta liga. Isto está em concordância com os resultados de Antonione et al (1985, p. 311-314) que verificou que a dificuldade de amorfização deste sistema de ligas aumenta com o teor de Carbono.

Universidade Federal do Paraíba
CCEN - Departamento de Química
Laboratório de Termoquímica

File Name: COV10.D40
Detector Type: Shimadzu DTA-50
Collected Date: 94/06/16
Collected Time: 10:46:37
Sample Name: Liga 01
Comment: Fe75Si10B15

Weight: 16.00[mg]
Cell: Platinum
Atmospher: Nitrogen
Gas Flow: 30.00[ml/min]
Operator: lucia

Temp Program		
Rate	Hold Temp	Hold Time
[C/min]	[C]	[min]
50.0	150.0	2.0
10.0	800.0	2.0

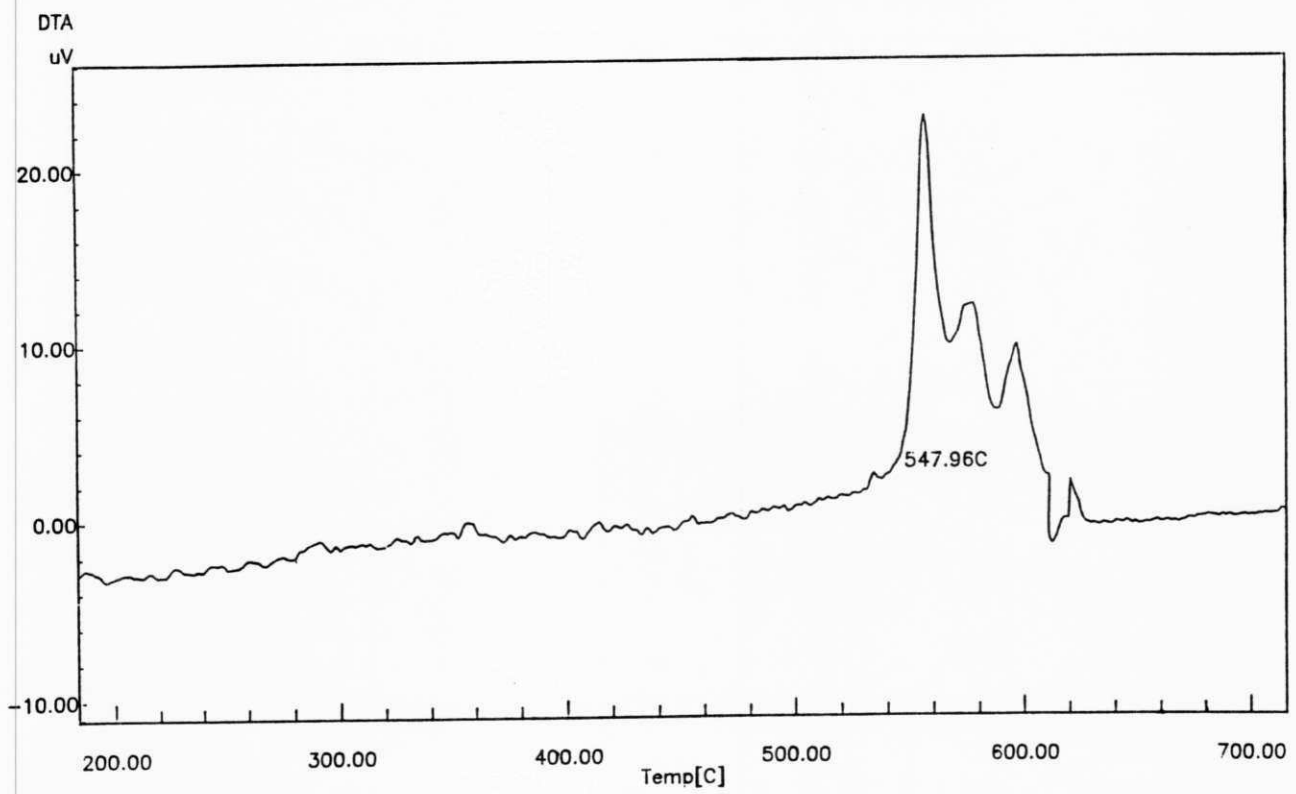


Figura 26 - Análise Térmica Diferencial da Liga 01 (Fe₇₅Si₁₀B₁₅) na forma de fita.

Universidade Federal do Paraíba
CCEN - Departamento de Química
Laboratório de Termoquímica

File Name: C3V10.D40
Detector Type: Shimadzu DTA-50
Collected Date: 94/06/28
Collected Time: 08:57:10
Sample Name: Liga 02
Comment: Fe75Si10B12C3

Weight: 17.00[mg]
Cell: Platinum
Atmosphere: Nitrogen
Gas Flow: 30.00[ml/min]
Operator: lucia

Temp Program		
Rate	Hold Temp	Hold Time
[C/min]	[C]	[min]
50.0	150.0	2.0
10.0	800.0	2.0

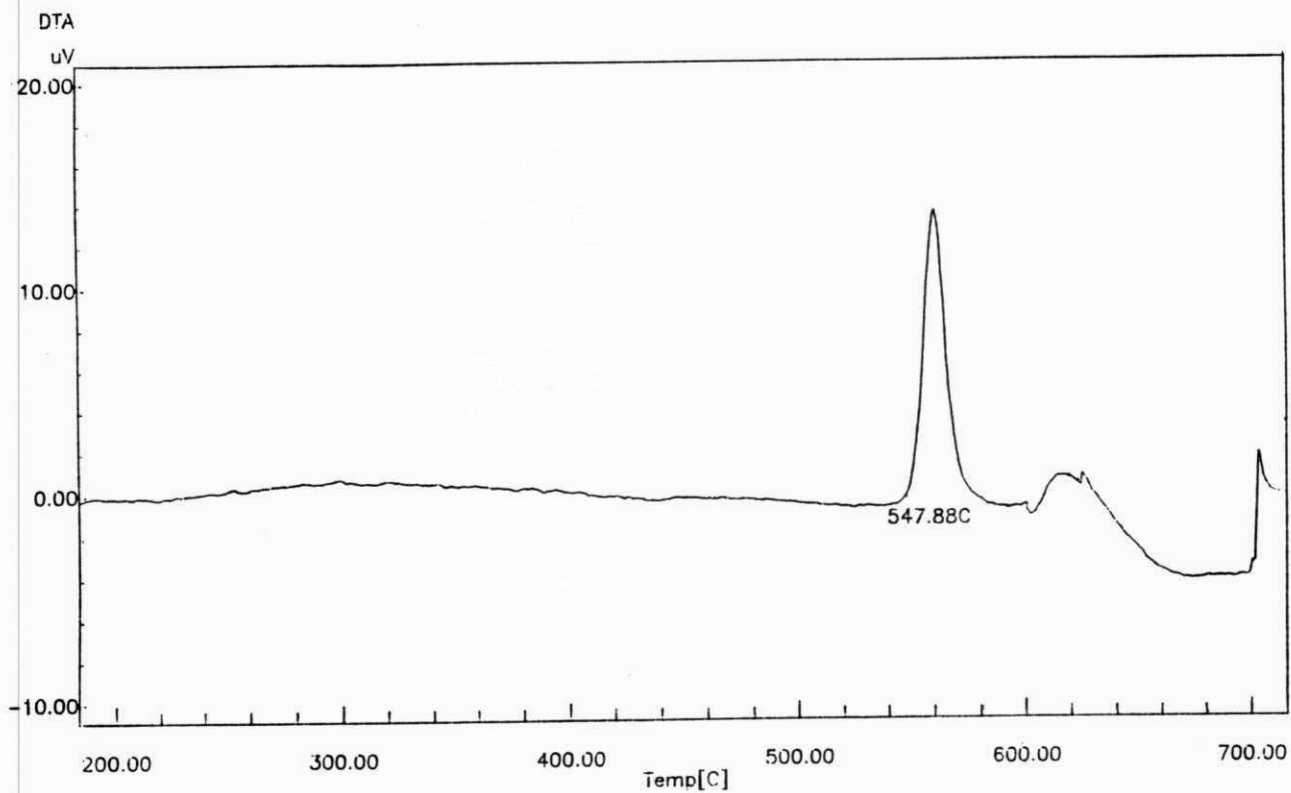


Figura 27 - Análise Térmica Diferencial da Liga 02 ($\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{12}\text{C}_3$) na forma de fita.

Universidade Federal da Paraíba
CCEN - Departamento de Química
Laboratório de Termoquímica

File Name: 06V10.D40
Detector Type: Shimadzu DTA-50
Collected Date: 94/06/30
Collected Time: 08:37:57
Sample Name: Liga 03
Comment: Fe₇₅Si₁₀B₉C₆

Weight: 15.00[mg]
Cell: Platinum
Atmosphere: Nitrogen
Gas Flow: 30.00[ml/min]
Operator: lucia

Temp Program			
Rate	Hold Temp	Hold Time	
[C/min]	[C]	[min]	
50.0	150.0	2.0	
10.0	800.0	2.0	

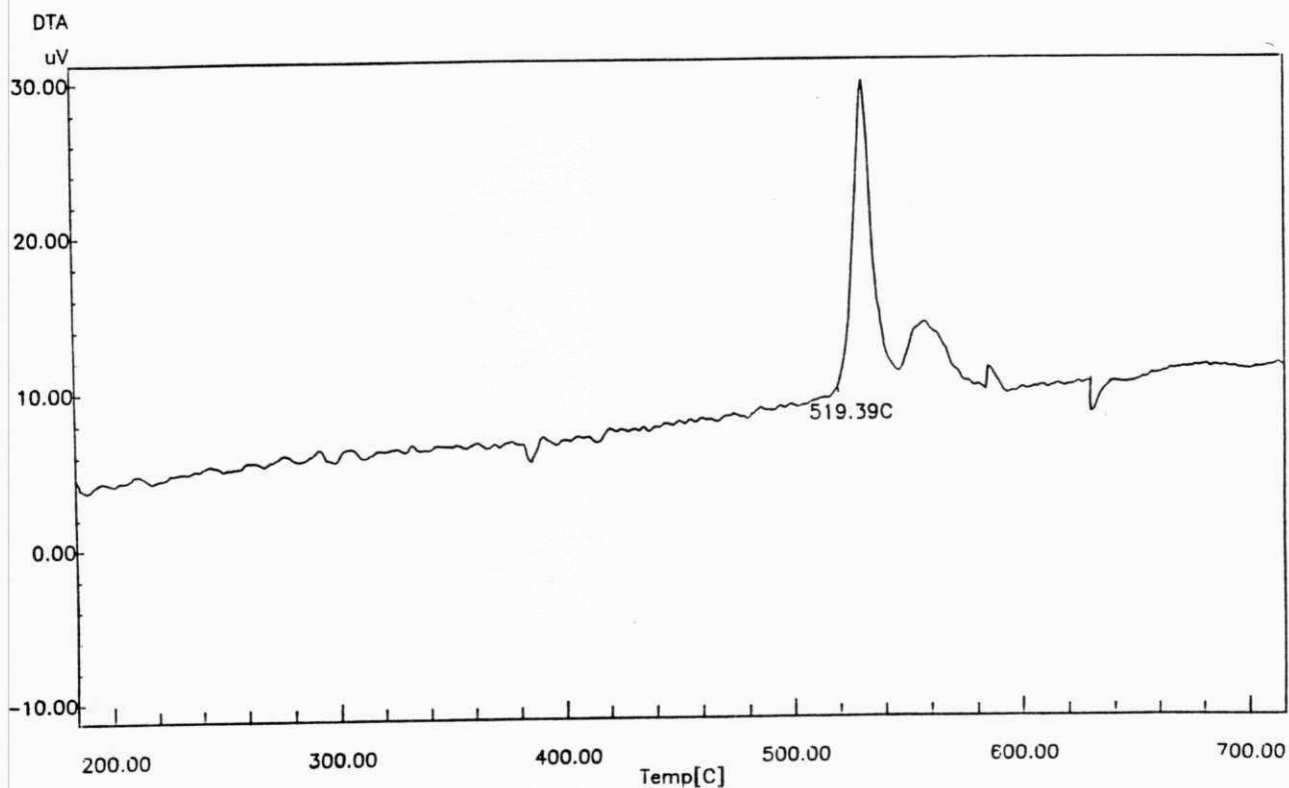


Figura 28 - Análise Térmica Diferencial da Liga 03 (Fe₇₅Si₁₀B₉C₆) na forma de fita.

Universidade Federal do Paraíba
CCEN - Departamento de Química
Laboratório de Termoquímica

File Name: CSV10.D40
Detector Type: Shimadzu DTA-50
Collected Date: 94/07/01
Collected Time: 08:19:43
Sample Name: Liga 04
Comment: Fe75Si10B6C9

Weight: 16.00[mg]
Cell: Platinum
Atmospher: Nitrogen
Gas Flow: 30.00[ml/min]
Operator: lucia

Temp Program		
Rate	Hold Temp	Hold Time
[C/min]	[C]	[min]
50.0	150.0	2.0
10.0	800.0	2.0

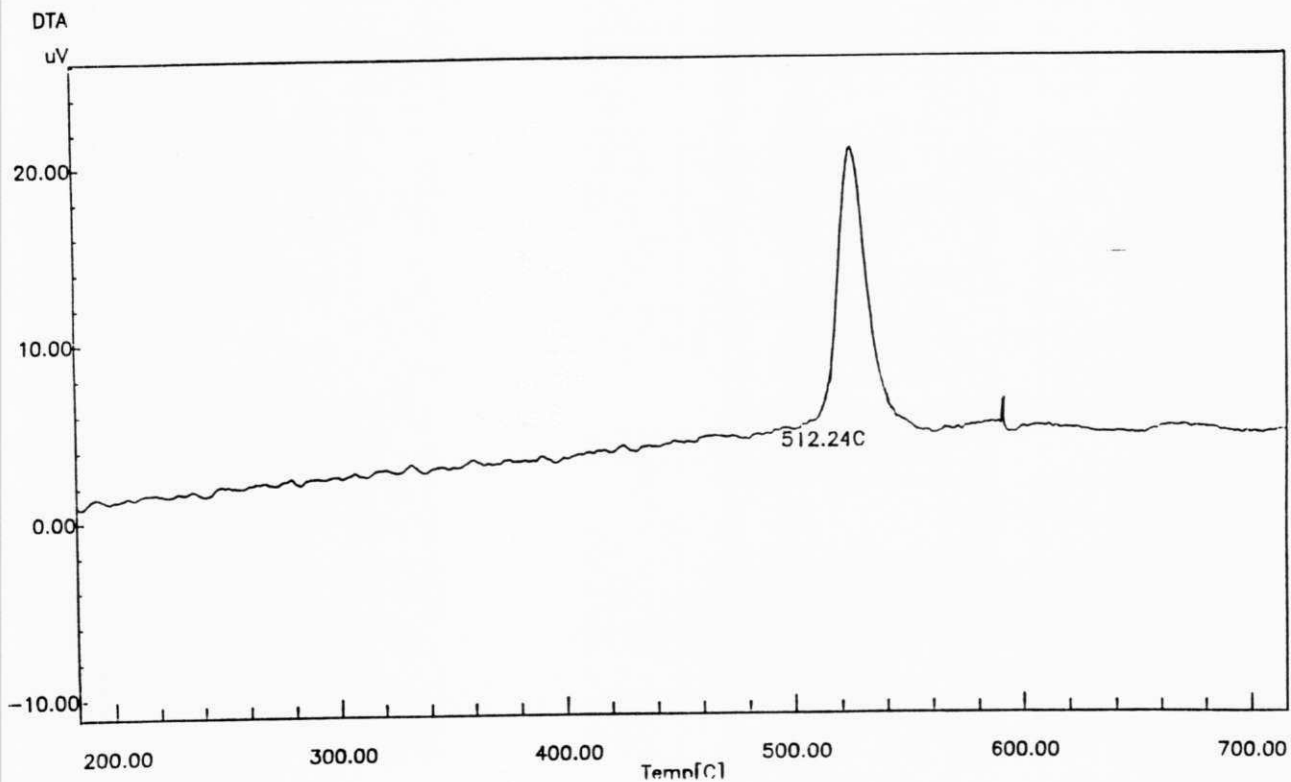


Figura 29 - Análise Térmica Diferencial da Liga 04 ($\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_6\text{C}_9$) na forma de fita.

Universidade Federal da Paraíba
CCEN - Departamento de Química
Laboratório de Termoquímica

File Name: C12V10.D40
Detector Type: Shimadzu DTA-50
Collected Date: 94/07/04
Collected Time: 08:21:24
Sample Name: Liga 05
Comment: Fe75Si10B3C12

Weight: 16.00[mg]
Cell: Platinum
Atmosphere: Nitrogen
Gas Flow: 30.00[ml/min]
Operator: lucia

Temp Program		
Rate	Hold Temp	Hold Time
[C/min]	[C]	[min]
50.0	150.0	2.0
10.0	800.0	2.0

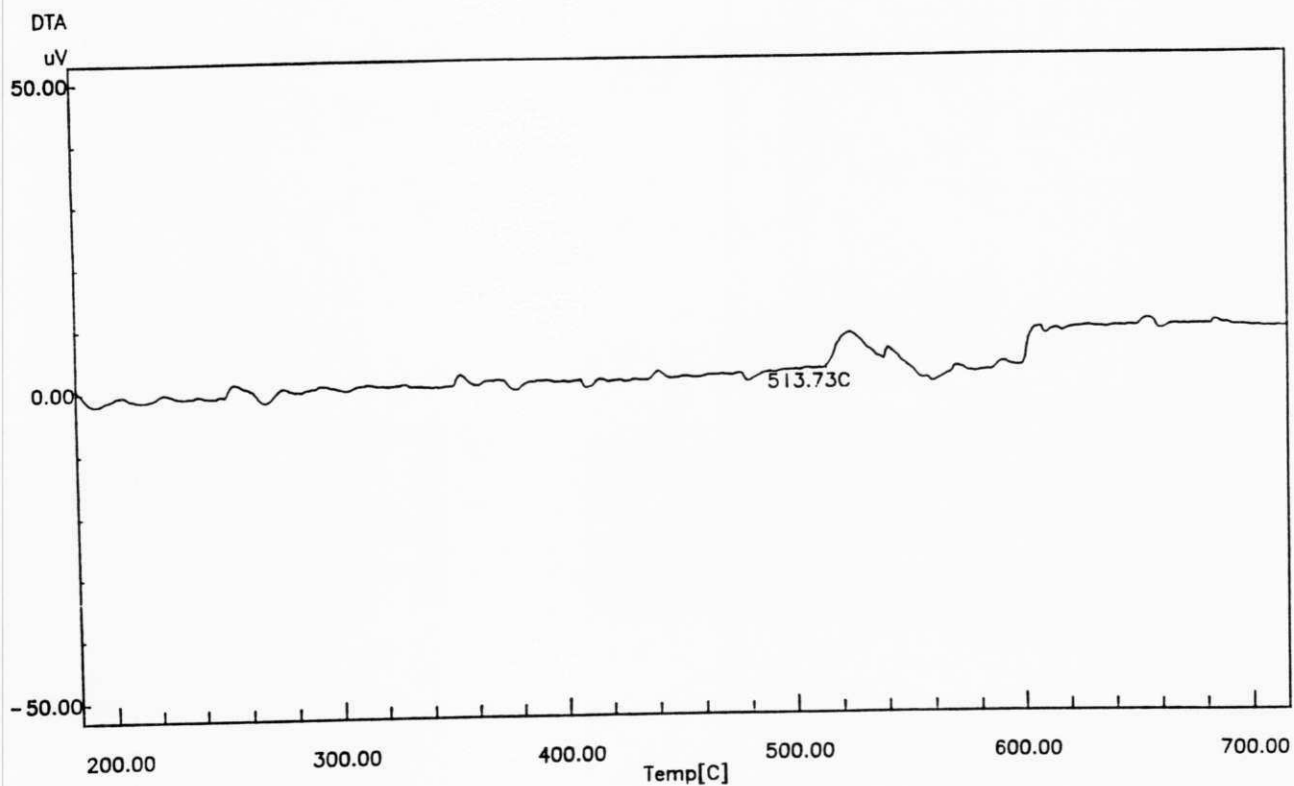


Figura 30 - Análise Térmica Diferencial da Liga 05 ($\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_3\text{C}_{12}$) na forma de fita.

Na figura 18, mostrada no capítulo II, Al Bijat et al (1981) apresenta uma série de termogramas para a liga $Fe_{0,85-y}Si_yB_{0,15}$ onde, para o caso particular de $y = 0,10$, tem-se a liga 01 do presente trabalho.

O valor da temperatura de início de cristalização para a liga 01 encontrado neste trabalho está de acordo com a encontrada por Al-Bijat et al (1981) e com a de Luborsky et al (1980), o que, de certa forma, confirma a boa qualidade das ligas utilizadas no presente trabalho.

O processo de cristalização da liga 01 ($Fe_{75}Si_{10}B_{15}$) se dá em três etapas distintas, demonstradas claramente pelos três picos apresentados no termograma da figura 26.

A medida que o Boro é substituído pelo Carbono, a cristalização do sistema $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$ tende a se realizar em uma única etapa. A figura 29, correspondente a cristalização da liga 04 ($Fe_{75}Si_{10}B_6C_9$), confirma esta tendência.

Para as ligas 02 ($Fe_{75}Si_{10}B_{12}C_3$) e 03 ($Fe_{75}Si_{10}B_9C_6$), o processo de cristalização se dá em duas etapas, como pode ser visto nos termogramas das figuras 27 e 28.

A tabela 01 reúne as temperaturas de início de cristalização da série de ligas aqui estudadas. Estas temperaturas foram prelevadas dos termogramas conforme é mostrado na figura 31.

Liga	Composição	Tic (°C)
01	Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₁₅	547,96
02	Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₁₂ C ₃	547,88
03	Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₉ C ₆	519,39
04	Fe ₇₅ Si ₁₀ B ₈ C ₉	512,24

Tabela 01 - Temperatura de Início de Cristalização obtida através dos ensaios de Análise Térmica Diferencial.

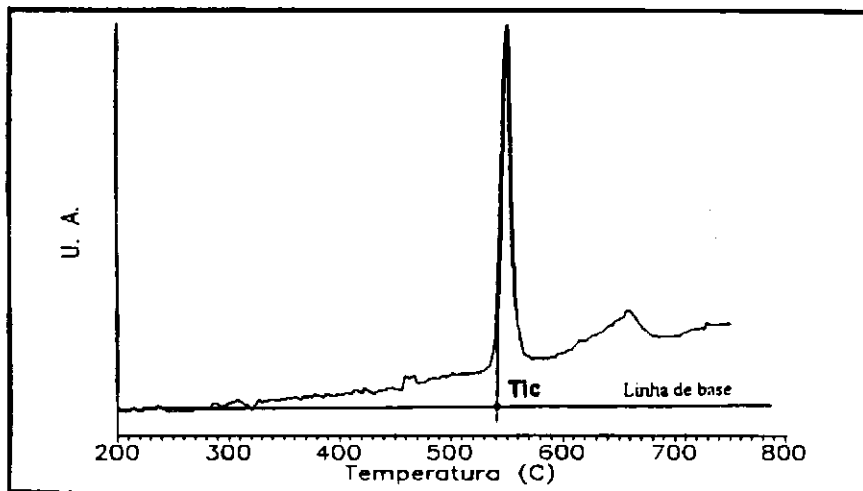


Figura 31 - Representação esquemática do processo utilizado para a obtenção da Temperatura de Início de Cristalização (Tic).

Se constrói o gráfico da figura 32, a partir dos dados da tabela 01. A linha sólida unindo os pontos foi traçada para guiar os olhos na avaliação do comportamento da temperatura com a variação da composição.

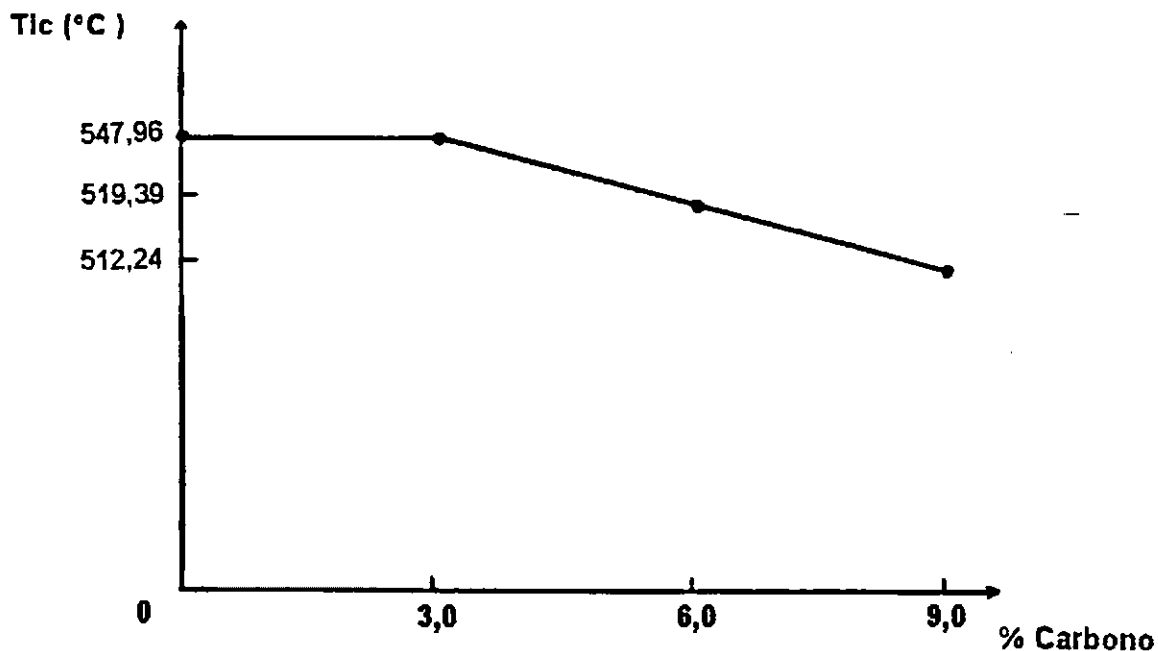


Figura 32 - Variação da temperatura de início de cristalização (Tic) em função da substituição do Boro pelo Carbono.

Como pode ser notado na figura 32, a temperatura de início de cristalização decai linearmente quando se substituí o Boro pelo Carbono numa proporção acima de 3%. Este resultado concorda com os dados de Antonione et al (1985), que observou o efeito desestabilizador do Carbono nos vidros metálicos, inclusive nas ligas quaternárias do sistema Fe-Si-B-C.

CAPÍTULO V
CONCLUSÕES

5.1 - QUANTO AO PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA MELT-SPINNING.

Para o sistema de ligas $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$ obteve-se, comprovado através dos ensaios de análise térmica diferencial e difratometria de raios-X, a estrutura amorfa para as seguintes composições de ligas:

- 1) Liga 01 - $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$.
- 2) Liga 02 - $Fe_{75}Si_{10}B_{12}C_3$.
- 3) Liga 03 - $Fe_{75}Si_{10}B_9C_6$.

Para a liga 04 ($Fe_{75}Si_{10}B_6C_9$), não foi possível a realização do ensaio de difratometria de raios-X, caracterizando-se esta liga como amorfa a partir do ensaio de análise térmica diferencial realizado na mesma.

5.2 - QUANTO AO PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO RÁPIDA INROWASP.

A impossibilidade de efetuar-se ensaios de caracterização da estrutura obtida nos fios, não nos permitiu tirar conclusões mais aprofundadas sobre a viabilidade da utilização deste processo com as ligas em estudo.

Entretanto, o teste de dobramento mostrou-se útil para uma caracterização preliminar da ductilidade dos fios obtidos, servindo, portanto, como um sinal da possível presença ou não da estrutura amorfa nos fios obtidos. Desta forma podemos concluir que para o sistema de ligas $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$ é possível obter-se fios com estrutura amorfa nas seguintes composições:

- 1) Liga 01 - $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$.
- 2) Liga 02 - $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{12}\text{C}_3$.
- 3) Liga 03 - $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_9\text{C}_6$.

5.3 - PROCESSO MELT-SPINNING X PROCESSO INROWASP.

O processo Melt-Spinning mostrou-se mais eficiente do que o Inrowasp. A diferença de mais de uma ordem de grandeza na taxa de resfriamento e a menor quantidade de parâmetros operacionais são os principais responsáveis pela maior eficiência do processo Melt-Spinning.

5.4 - ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL (DTA).

Através da análise térmica diferencial, foi possível encontrar-se as temperaturas de início de cristalização das fitas amorfas das ligas 01 a 04. Como nestas ligas o Boro é substituído gradativamente pelo Carbono, a tabela 01 e a figura 32 mostram que esta substituição diminui a temperatura de início de cristalização para as ligas amorfas na forma de fitas do sistema $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}(\text{B}_{1-x}\text{C}_x)_{15}$, em teores de Carbono acima de 3%.

ANEXOS

ANEXO A
TABELAS

Tabela 02 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 01(Fe₇₅Si₁₀B₁₅).

N°	$\phi_{\text{cabo}} \text{ (mm)}$	N (rpm)	Pej. (Kg/Cm ²)	Pot. Vaz. (% Pot. N.)	RESULTADO
01	1,0	2000	0,4	71	FITA FRÁGIL
02	0,9	2000	0,4	70	FITA DÚCTIL
03	0,9	2000	0,4	80	FITA FRÁGIL
04	0,9	2000	0,3	82	FITA FRÁGIL
05	0,9	3000	0,5	80	FITA DÚCTIL
06	0,8	3000	0,5	85	FITA DÚCTIL
07	0,8	3000	0,5	84	FITA DÚCTIL
08	0,8	3000	0,6	84	FITA DÚCTIL
09	0,8	3000	0,6	83	FITA FRÁGIL
10	0,9	3000	0,6	73	FITA DÚCTIL
11	0,9	3000	0,5	67	FITA DÚCTIL
12	0,7	3000	0,6	80	FITA FRÁGIL
13	0,8	3000	0,5	75	FITA FRÁGIL
14	0,8	3000	0,6	72	FITA DÚCTIL
15	0,9	3000	0,5	75	FITA FRÁGIL
16	0,8	3000	0,5	75	FITA FRÁGIL

Tabela 03 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 02 ($Fe_{75}Si_{10}B_{12}C_3$).

N°	ϕ_{cadinho} (mm)	N (rpm)	Pej. (Kg/Cm ²)	Pot. Vaz. (% Pot. N.)	RESULTADO
01	0,8	3000	0,8	70	FITA FRÁGIL
02	0,8	3000	0,6	67	FITA DUCTIL
03	0,8	3000	0,6	66	FITA FRÁGIL
04	0,8	3000	0,7	74	FITA FRÁGIL
05	0,8	3000	0,6	81	FITA DUCTIL

Tabela 04 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 03 ($Fe_{75}Si_{10}B_9C_6$).

N°	ϕ_{cadinho} (mm)	N (rpm)	Pej. (Kg/Cm ²)	Pot. Vaz. (% Pot. N.)	RESULTADO
01	0,8	3000	0,6	74	FITA FRÁGIL
02	0,8	3000	0,6	70	FITA FRÁGIL
03	0,8	3000	0,5	65	FITA DUCTIL
04	0,8	3000	0,5	62	FITA FRÁGIL
05	0,8	3000	0,6	60	FITA FRÁGIL

Tabela 05 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 04 (Fe₇₅Si₁₀B₈C₉).

N°	ϕ_{cadinho} (mm)	N (rpm)	Pej. (Kg/Cm ²)	Pot. Vaz. (% Pot. N.)	RESULTADO
01	0,8	3000	0,6	58	FITA FRÁGIL
02	0,8	3000	0,6	70	FITA DUCTIL
03	0,7	3000	0,6	70	FITA FRÁGIL
04	0,8	3000	0,6	70	FITA FRÁGIL
05	0,8	3000	0,6	65	FITA FRÁGIL
06	0,8	3000	0,6	80	FITA FRÁGIL

Tabela 06 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning para obtenção de fitas da liga 05 (Fe₇₅Si₁₀B₃C₁₂).

N°	ϕ_{cadinho} (mm)	N (rpm)	Pej. (Kg/Cm ²)	Pot. Vaz. (% Pot. N.)	RESULTADO
01	0,8	3000	0,4	70	FITA FRÁGIL
02	0,8	3000	0,5	75	FITA FRÁGIL
03	0,8	3000	0,45	65	FITA DUCTIL
04	0,8	3000	0,45	63	FITA FRÁGIL

Tabela 07 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida

Inrowasp para obtenção de fios da liga 01 (Fe₇₅Si₁₀B₁₅).

Nº	$\phi_{\text{cabo}} (\mu\text{m})$	N (rpm)	P _{ej.} (Kg/Cm ²)	Pot. Vaz. (%Pot.N.)	$\theta_{\text{ ejeção}} (^{\circ})$	Tipo de Liq. Ref. (2l)	Temp. Liq. Ref. (°C)	RESULTA -DO
01	150	450	3,0	60	60	UCON 4%	AMBIENTE	ESFERAS
02	120	350	2,5	55	60	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
03	100	475	2,7	55	60	UCON 4%	"	NAO VAZOU
04	170	350	2,8	65	60	UCON 4%	"	ESFERAS
05	260	375	2,9	60	60	UCON 4%	"	ESFERAS
06	250	350	2,5	55	60	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
07	140	350	2,5	61	70	UCON 4%	"	FIO DUCTIL
08	170	350	2,4	49	70	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
09	140	350	2,5	60	70	UCON 2%	"	FIO FRÁGIL
10	140	400	2,5	55	70	UCON 2%	"	ESFERAS
11	150	400	2,6	49	70	UCON 2%	"	FIO FRÁGIL
12	160	450	2,5	50	70	UCON 2%	"	FIO FRÁGIL
13	160	400	2,5	60	70	UCON 2%	"	ESFERAS
14	180	400	2,4	48	70	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
15	150	350	2,5	50	70	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
16	150	350	2,5	68	73	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
17	140	350	2,6	51	73	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
18	120	350	2,5	52	73	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL

19	90	400	3,1	51	73	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
20	130	360	2,6	70	80	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
21	120	350	2,7	70	80	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
22	140	350	3,0	60	80	ÁGUA	"	FIO FRÁGIL
23	130	350	3,0	60	80	ÁGUA	"	FIO FRÁGIL

Continuação da Tabela 07.

Tabela 08 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida

Inrowasp para obtenção de fios da liga 02 (Fe₇₅Si₁₀B₁₂C₃).

Nº	φ _{cadinho} (μm)	N (rpm)	Pej. (Kgf/Cm ²)	Pot. Vaz. (%Pot. N.)	θ _{ejeção} (°)	Tipo de Liq. Ref. (l)	Temp. Liq. Ref. (°C)	RESULTA -DO
01	150	350	2,5	56	73	UCON 3%	AMBIENTE	FIO FRÁGIL
02	150	350	2,6	55	73	UCON 2%	"	FIO FRÁGIL
03	120	350	2,6	48	73	UCON 2%	"	FIO DUCTIL
04	120	350	2,6	48	73	UCON 2%	"	FIO DUCTIL
05	120	350	2,6	46	73	UCON 2%	"	FIO FRÁGIL
06	150	350	2,5	55	73	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
07	150	350	2,7	55	73	UCON 4%	"	FIO DUCTIL
08	150	350	2,75	53	73	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
09	150	350	2,8	54	73	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
10	150	350	2,85	55	73	UCON 4%	"	FIO DUCTIL
11	150	350	2,8	55	78	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
12	150	350	2,8	60	78	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
13	150	350	3,0	54	80	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
14	150	350	3,2	58	80	UCON 4%	"	FIO DUCTIL
15	150	350	2,8	60	80	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
16	160	350	2,5	60	80	ÁGUA	"	FIO FRÁGIL
17	160	350	2,6	60	80	ÁGUA	"	NÃO VAZOU
18	160	350	2,5	70	80	ÁGUA	"	FIO FRÁGIL

19	120	350	2,7	74	80	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
20	120	350	2,7	60	80	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
21	120	350	2,8	59	80	UCON 3%	"	FIO DUCTIL
22	120	350	2,8	63	80	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL

Continuação da Tabela 08.

Tabela 09 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida

Inrowasp para obtenção de fios da liga 03 (Fe₇₅Si₁₀B₉C₆).

Nº	ϕ_{cadinho} (μm)	N (rpm)	Pej. (Kg/Cm ²)	Pot. Vaz. (%Pot. N.)	$\theta_{\text{ ejeção}}$ ($^{\circ}$)	Tipo de Liq. Ref. (2l)	Temp. Liq. Ref. (°C)	RESULTA -DO
01	120	400	2,6	60	70	UCON 4%	AMBIENTE	FIO FRÁGIL
02	140	350	2,5	58	70	UCON 4%	"	FIO FRÁGIL
03	110	400	2,4	50	70	UCON 4%	"	NÃO VAZOU
04	120	350	2,8	65	80	ÁGUA	10	FIO DUCTIL
05	130	350	2,8	62	80	ÁGUA	10	FIO FRÁGIL
06	140	350	3,0	68	80	ÁGUA	10	FIO FRÁGIL
07	110	350	2,6	66	80	ÁGUA	10	ESFERAS
08	100	350	3,0	60	80	UCON 3%	AMBIENTE	FIO DUCTIL
09	100	350	3,3	65	80	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
10	100	350	3,2	60	80	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
11	100	350	3,2	58	80	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
12	110	350	3,2	58	80	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
13	140	350	3,0	68	80	UCON 4%	"	FIO DUCTIL
14	110	350	2,8	72	80	UCON 4%	"	ESFERAS

Tabela 10 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida

Inrowasp para obtenção de fios da liga 04 (Fe₇₅Si₁₀B₈C₉).

Nº	ϕ_{cabotino} (μm)	N (rpm)	Pej. (Kgf/Cm ²)	Pot. Vaz. (%Pot. N.)	$\theta_{\text{deflexão}}$ ($^{\circ}$)	Tipo de Liq. Ref. (Zl)	Temp. Liq. Ref. (°C)	RESULTA -DO
01	120	350	2,8	60	80	AGUA	10	FIO FRÁGIL
02	130	350	2,8	63	70	AGUA	10	FIO FRÁGIL
03	160	350	2,8	65	80	AGUA	10	FIO FRÁGIL
04	100	350	2,7	70	80	AGUA	10	ESFERAS
05	120	350	3,0	65	70	AGUA	10	FIO FRÁGIL
06	150	350	2,7	65	80	AGUA	AMBIENTE	FIO FRÁGIL
07	130	350	2,6	65	80	AGUA	"	ESFERAS
08	100	400	2,8	54	80	AGUA	"	NÃO VAZOU
09	110	400	3,0	70	80	AGUA	"	ESFERAS
10	140	350	3,0	62	80	UCON 5%	"	FIO FRÁGIL
11	110	350	3,0	60	80	UCON 5%	"	FIO FRÁGIL
12	110	350	3,0	61	80	UCON 5%	"	FIO FRÁGIL
13	90	350	3,3	70	80	UCON 5%	"	FIO FRÁGIL
14	140	350	2,8	63	80	AGUA	"	FIO FRÁGIL

Tabela 11 - Condições de Experimento do Processo de Solidificação Rápida

Inrowasp para obtenção de fios da liga 05 (Fe₇₅Si₁₀B₃C₁₂).

Nº	ϕ_{casinho} (μm)	N (rpm)	P _{ej.} (Kgf/Cm ²)	Pot. Vaz. (%Pot. N.)	$\theta_{\text{ ejeção}}$ (°)	Tipo de Liq. Ref. (Zl)	Temp. Liq. Ref. (°C)	RESULTA -DO
01	160	350	2,5	60	78	ÁGUA	AMBIENTE	FIO FRÁGIL
02	160	350	2,5	70	78	ÁGUA	"	FIO FRÁGIL
03	160	350	2,6	59	78	ÁGUA	"	FIO FRÁGIL
04	140	350	2,7	60	78	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
05	140	350	2,7	59	78	UCON 3%	"	FIO FRÁGIL
06	150	350	3,0	60	80	UCON 5%	"	FIO FRÁGIL
07	160	350	3,0	55	80	UCON 5 %	"	FIO FRÁGIL
08	130	350	2,7	71	80	UCON 4%	"	ESFERAS
09	150	350	3,0	68	80	ÁGUA	"	FIO FRÁGIL
10	130	350	2,8	59	80	ÁGUA	"	FIO FRÁGIL
11	140	350	2,6	70	80	ÁGUA	"	ESFERAS
12	110	350	2,8	63	80	ÁGUA	"	FIO FRÁGIL

Tabela 12 - Condições de Experimento dos Ensaios de Análise Térmica Diferencial (DTA) para as fitas obtidas através do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning.

Liga N°	P (mg)	V _{aq.} (°C/min)	T _{pré-_{aq.}} (°C)	T _f (°C)	Fluxo N ₂ (ml/min)	Recipiente	OBS.
01	17	50	—	800	30	Platina	PADRÃO *
01	16	50→150 10→800	150	800	30	"	Tampa de Inox
02	17	50→150 10→800	150	800	30	"	"
03	15	50→150 10→800	150	800	30	"	"
04	16	50→150 10→800	150	800	30	"	"
05	16	50→150 10→800	150	800	30	"	"

* Geração do Padrão de Referência.

ANEXO B
QUADROS

Quadro 01 - Resultado dos Experimentos realizados através do processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning.

Liga Nº	Fitas Frágeis	Fitas Dúcteis	Total
01	08	08	16
02	03	02	05
03	04	01	05
04	04	02	06
05	03	01	04
Total	22	14	36

Quadro 02 - Resumo Estatístico do resultado dos experimentos realizados através do Processo de Solidificação Rápida Melt-Spinning.

Total de Experimentos	36	100%
Fitas Frágeis	22	61,11%
Fitas Dúcteis	14	38,89%

Quadro 03 - Resultado dos Experimentos realizados através do Processo de Solidificação Rápida Inrowasp.

Liga Nº	Fios Frágeis	Fios Dúcteis	Esferas	Não houve vazamento	Total
01	16	01	05	01	23
02	15	06	—	01	22
03	08	03	02	01	14
04	10	—	03	01	14
05	10	—	02	—	12
Total	59	10	12	04	85

Quadro 04 - Resumo Estatístico do resultado dos experimentos realizados através do Processo de Solidificação Rápida Inrowasp.

Total de Experimentos	85	100%
Fios Frágeis	59	69,41%
Fios Dúcteis	10	11,76%
Esferas	12	14,12%
Não houve vazamento	04	4,71%

BIBLIOGRAFIA

- 01- ABE, Y., MIYAZAWA, K., NAKAMURA, M. et al. The Behavior of Metal Jet in the In Rotating Water Spinning Method. Transactions, ISII, v.27, 1987, p.929-935.
- 02- AGARWAL, K., VENUGOPALAN, R., MENDIRATTA, R.G. Annealing Behaviour of Amorphous $Fe_{81.5}B_{13.5}Si_4C_1$. Rapidly Quenched Metals, 1985, p.679-682.
- 03- AL BIJAT, S., IRALDI, R., CUNAT, C. et al. Crystallization of Amorphous $Fe_{0.85-y}Si_yB_{0.15}$ Alloy. Proc. 4th. Int. Conf. Rapidly Quenched Metals, Sendai, 1981, p.687-690.
- 04- ANTONIONE, C., BARICCO, M., RIONTINO, G. Structural Relaxation Kinetics in FeSiB amorphous alloys. Journal of Materials Science, v.23, 1988, p.2225-2229.
- 05- ANTONIONE, C., BATTEZZATI, L., COCCO, G. et al. Enthalpic and Structural Analysis of Crystallization in Fe-B-C and Fe-Si-B-C Metallic Glasses. Rapidly Quenched Metals, 1985, p.311-314.
- 06- ARAJS, S., CATON, R., EL-GAMAL, M.Z. et al. Crystallization of glassy $Fe_{84}B_{16-x}C_x$ ($x = 0$ to 10) alloys. Physical Review B, v.25, n.1, january 1982, p.127-135.
- 07- ARAÚJO, C. J. Contribuição ao Estudo Microestrutural e Termodinâmico de Ligas com Memória de Forma Cu-Zn-Al e Cu-Al-Ni obtidas por solidificação Rápida. João Pessoa, 1994, 82p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba.
- 08- ARAÚJO, P. M. M. de. Estudo da Viabilidade da Produção de Filamentos com Memória de Forma via INROWASP. João Pessoa, 1994, 88p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba.

- 09- BARAM, J. Centrifuge Melt Spinning-Merits and Limitations. JOM, january, 1990, p.20-26.
- 10- CAMPOS FILHO, M. P. A Estrutura dos Materiais. Campinas, Editora da Unicamp, 1987, 108p.
- 11- CARVALHO, K. Cinética de Formação da Liga Pd-Si Amorfa. Campina Grande, 1990, 178p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba.
- 12- DAS, S.K. Rapid Solidification and Powder Metallurgy at Allied-Signal Inc. The International Journal of Powder Metallurgy, v.24, n.2, 1988, p.175-183.
- 13- DONALD, I.W. Production, Properties and Aplications of microwire and related process. Journal of Materials Science, 22, 1987, p.2261-2679.
- 14- GREER, A.L. Crystal Nucleation in Glass-Forming Alloys. Materials Science and Engineering, 89, 1988, p.01-06.
- 15- GRUNDY, P.J., JONES, G.A., MAJOR, R.V. et al. The Microstructure and Magnetic Properties of an Amorphous FeBSi Alloy heat treated at high Temperatures. Rapidly Quenched Metals, 1985, p.1675-1678.
- 16- GUEDES DE LIMA, S. J. Comunicações Pessoais.
- 17- GUEDES DE LIMA, S. J. Etude D'Aliages Amorphes Appartenant aux Systemes Fe-B-C et Fe-B-Al. Lorraine, 1985, 189p. Docteur-Ingénieur. L'Institut National de Lorraine.

- 18- HAGIWARA, M., INOUE, A., MASUMOTO, T. Production of Amorphous Co-Si-B and Co-M-Si-B (M=Group IV - VIII Transition Metals) wires by a Method Employing Melt Spinning into Rotating Water and Some Properties of the wires. Materials Science and Engineering, 54, 1982, p.197-207.
- 19- HAGIWARA, M., INOUE, A., MASUMOTO, T. Mechanical Properties of Fe-Si-B Amorphous Wires Produced by In Rotating Water Spinning Method. Metallurgical Transactions A, v. 13A, march 1982, p.373-382.
- 20- HAOUR, G., BODE, H. Rapid casting of metallic wires and ribbons. Wire Industry, march, 1980, p.186-189.
- 21- HEYDER, B., FROMMEYER, G. Produção de Fibras Metálicas por Fiação do Metal Fundido. Traduzido e adaptado do alemão por Leon Mindlin. IPESI-Metal Mecânica, julho/agosto 1992, p.34-36.
- 22- HUANG, S.C., FIEDLER, H.C. Amorphous Ribbon Formation and Effects of Casting Velocity. Materials Science and Engineering, 51, 1981, p.39-46.
- 23- INOUE, A., FURUKAWA, S., HAGIWARA, M. et al. Preparation, Mechanical Strengths, and Thermal Stability of Ni-Si-B and Ni-P-B Amorphous wires. Metallurgical Transactions A, v.18A, april 1987, p.621-628.
- 24- INOUE, A., HAGIWARA, M., MASUMOTO, T. Production of Fe-P-C amorphous wires by in rotating water spinning method and mechanical properties of the wires. Journal of Materials Science, v.17, 1982, p.580-588.

- 25- INOUE, A., TOMIOKA, H., HAGIWARA, M. et al. Fabrication and Mechanical Properties of Nonequilibrium Ordered Austenite Wires of Fe-Mn-Al-C System by In Rotating Water Spinning Method. Transactions of the Japan Institute of Metals, v.23, n.6, 1982, p.342-348.
- 26- INOUE, A., YANO, N., TOMIOKA, H. et al. Mechanical Properties of Fe-Ni-Si-C and Fe-Ni-Cr-Si-C wires Prepared by Melt Spinning. Transactions ISII, v.26, 1986, p.993-1001.
- 27- KAVESH, S. US Patent 3845805, 1974. (mencionado na referência 38).
- 28- KOMAROVA, T. Metal vítreo: fruto de um nova tecnologia eficaz. Arrefecimento a uma velocidade de 1000000°C por segundo. Revista União Soviética, n.4 (444), 1987, p.25.
- 29- LEGHORN, G. R. US Patent 3430680, 1969. (mencionado na referência 38).
- 30- LIEBERMANN, H.H. Manufacture of Amorphous Alloy Ribbons. IEEE Transactions on Magnetics, v.Mag-15, n.6, november 1979, p.1393-1397.
- 31- LIU, J., ARNBERG, L. BAKSTROM, N. et al. Fundamental Experimental Parameters in the Direct Wire Casting Process. Materials Science and Engineering, 98, 1988, p.21-24.
- 32- LUBORSKY, F.E., BECKER, J.J., WALTER, J.L. et al. Formation and Magnetic Properties of Fe-B-Si Amorphous Alloys. IEEE Transactions on Magnetics, v. Mag-15, n.3, july 1979, p.1146-1149.

- 33- LUBORSKY, F.E., WALTER, J.L. Preparation and Properties of Fe-B-Si-C Amorphous Alloys. IEEE Transactions on Magnetics, v. Mag-16, n.4, July 1980, p.572-574.
- 34- MASUMOTO, T., OHNAKA, I., INOUE, A. et al. Production of Pd-Cu-Si Amorphous Wires by Melt Spinning Method Using Rotating Water. Scripta METALLURGICA. v.15, 1981, p.293-296.
- 35- NAKAJIMA, T., KITA, E., INO, H. Crystallization process and magnetic properties of Fe_{100-x}B_x (10 ≤ x ≤ 35) amorphous alloys and supersaturated state of boron in α-Fe. Journal of Materials Science, v.23, 1988, p.1279-1288.
- 36- NARITA, K., YAMASAKI, J., FUKUNAGA, H. Dependence on Metalloid Content for Magnetic Properties of Fe-Si-B Metallic Glasses. IEEE Transactions on Magnetics, v. Mag-13, n.5, September 1977, p.1544-1546.
- 37- NATHASINGH, D.M. Effects of Chromium and carbon additions on the high-frequency magnetic properties of an Fe-B-Si alloys. J. Appl. Phys. 55 (6), March 1984, p.1793-1795.
- 38- OHNAKA, I. Melt-Spinning into a Liquid Cooling Medium. International Journal of Rapid Solidification, 1984-85, v.1, p.219-236.
- 39- OHNAKA, I., YAMAUCHI, I., OHMACHI, T. et al. Properties of Fe-C-Si, Cu-Al, Al-Si Alloy Wires produced by In-Rotating-Water-Spinning Process. Rapidly Quenched Metals, 1985, p.111-114.
- 40- OLOFINJANA, A.O., DAVIES, H.A. Voids in Directly Cast Amorphous Alloy Wire. Scripta METALLURGICA et MATERIALIA, v.27, 1992, p.1679-1683.

- 41- RAWERS, J.C., McCUNE, R.A., ADAMS, A. Crystallization of amorphous $Fe_{78}B_{13}Si_9$. Journal of Materials Science Letters, 7, 1988, p.958-960.
- 42- REED-HILL, R.E. Princípios de Metalurgia Física. Tradução de Antonio Carlos Gomes, Eduardo Barchese, Hamilton Lélis ito et al. Rio de Janeiro, Editora Guanabara Dois S.A., 1982, 776p. Tradução de: Physical Metallurgy Principles.
- 43- SCHWARTZ, F., BIGOT, J. The Influence of the Substitution of Metallic Elements on the Thermal Stability and Magnetic Properties of Amorphous Fe-B-Si Alloys. Materials Science and Engineering, 99, 1988, p.39-42.
- 44- SILVA, J.H.E. Solidificação inrowasp (In Rotating Water Spinning Process) Estudo das Variáveis de Processo. João Pessoa, 1992, 88p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba.
- 45- SMALL, E. US Patent 262625, 1882. (mencionado na referência 38).
- 46- SOUZA, M.F.Q. de. Comportamento Térmico e Magnético de Ligas Amorfas Co-Fe-Si-B. João Pessoa, 1994, 112p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba.
- 47- STRANGE, E.A., PIM, C.H. US Patent 905758, 1908. (mencionado na referência 38).
- 48- SURIÑACH, S., BARO, M.D., CLAVAGUERA, N. Investigation of Crystallization and Thermal Stability of $Fe_{78}B_{22-x}Si_x$ Metallic Glasses. Rapidly Quenched Metals, 1985, p.323-326.
- 49- TAYLOR, G.F. US Patent 1793529, 1931. (mencionado na referência 13).
- 50- VAN VLACK, L.H. Princípios de Ciência dos Materiais. Editora Edgard Blucher Ltda, São Paulo, 1972, 427p.

51- WOLNY, J., DUBOIS, J.M., SOLTYS, J. Activation Energy for Crystallization of Amorphous Fe₈₃Si₅B₁₂ Alloy. Rapidly Quenched Metals, 1985, p.307-310.

SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

1) Estudar o processo de cristalização das ligas do sistema $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$, caracterizando as suas fases .

2) Desenvolver condições operacionais para se trabalhar com o processo de solidificação rápida Inrowasp à uma temperatura do líquido refrigerante na faixa de 5°C.

3) Estudar as propriedades magnéticas das fitas do sistema de ligas $Fe_{75}Si_{10}(B_{1-x}C_x)_{15}$, obtidas por solidificação rápida através do processo Melt-Spinning.

4) Fazer um estudo comparativo das propriedades mecânicas entre os fios dúcteis obtidos através do processo de solidificação rápida Inrowasp, e os fios obtidos normalmente através da conformação mecânica.