

PROJETO, CONSTRUÇÃO E UTILIZAÇÃO DE
FORNOS PARA FUSÃO DE LIGAS Fe-Ti E
Mg-Ni PARA ARMAZENAGEM DE HIDROGÊNIO.

18/79

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE CAMPINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

PROJETO, CONSTRUÇÃO E UTILIZAÇÃO DE FORNOS
PARA FUSÃO DE LIGAS Fe-Ti E Mg-Ni PARA AR-
MAZENAGEM DE HIDROGÊNIO

Claudio Shyinti Kiminami

Trabalho apresentado à Comissão da Pós-
Graduação da Faculdade de Engenharia de
Campinas, como parte dos requisitos ne-
cessários para obtenção do título de
Mestre em Engenharia Mecânica.

- CAMPINAS -

1979

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

Aos meus pais
e à Ruth

A G R A D E C I M E N T O S

Ao Prof. Dr. MAURÍCIO PRATES DE CAMPOS FILHO, a quem se deve a orientação, pelo incentivo e apoio durante o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. MARCUS ZWANZIGE pelo apoio e interesse.

Aos colegas dos Laboratórios de Fabricação, Montagem, Metalografia e Fotografia, e também aos colegas da secção de Documentação técnica, Secretaria e Desenvolvimento de Projetos e Processos pelo muito que me auxiliaram durante todo o desenvolvimento deste trabalho.

Aos Engs. PAULO R. MEI, PAULO DA SILVA PONTES, GILBERTO PRADO e ao Sr. MASSAHARU KIMINAMI, pelas proveitosas discussões e incentivo.

À SCORRO S.A. - Ind. e Com. pela ajuda prestada.

À TAKA O. PERRONI, o autor agradece os trabalhos de datilografia.

Aos colegas engenheiros do Projeto TELEBRAS-MGE pelo auxílio e interesse.

PROJETO, CONSTRUÇÃO E UTILIZAÇÃO DE FORNOS PARA FUSÃO DE
LIGAS Fe-Ti E LIGAS Mg-Ni PARA ARMAZENAGEM DE HIDROGÊNIO

R E S U M O

Visando a obtenção de ligas Fe-Ti e ligas Mg-Ni nas composições de interesse para armazenagem de hidrogênio, foram construídos dois sistemas de fusões, uma utilizando o arco elétrico para a fusão da liga Fe-Ti e outro utilizando o aquecimento resistivo para fusão da liga Mg-Ni. O presente trabalho descreve o projeto, construção, montagem e utilização dos dois sistemas de fusões.

Inicialmente são descritos os critérios de projeto, estabelecendo as faixas de composições de interesse das ligas Fe-Ti e Mg-Ni, selecionando os métodos de fusão por arco elétrico e o de fusão por aquecimento resistivo, ambos em atmosfera inerte devido a alta oxidação do Ti e Mg. A câmara de atmosfera controlada teve como critério versatilidade, sendo ela então comum aos dois sistemas de fusões.

Na descrição da montagem dos sistemas são considerados como componentes principais a câmara, o cadinho e o porta eletrodo no sistema de fusão por arco elétrico, e a câmara, o forno e o agitador de banho no sistema de fusão por aquecimento resistivo. São descritos os componentes auxiliares dos sistemas que são os circuitos de gás inerte, de refrigeração e de potência, tendo os seus comandos montados num painel de controle.

Por final as operações dos sistemas para as fusões são descritas e as ligas fundidas são analisadas por análise química, metalográfica e teste de hidretação.

DESIGN, CONSTRUCTION AND USE OF FURNACES TO MELT Fe-Ti
ALLOYS AND Mg-Ni ALLOYS FOR HYDROGEN STORAGE

A B S T R A C T

Two melting systems were built to prepare Fe-Ti alloys and Mg-Ni alloys at interesting composition for hydrogen storage. Fe-Ti alloys and Mg-Ni alloys were melted by arc-electric system and electric resistance system respectively. Design, construction, assembly and use of both melting systems are described in the present work.

Initially the design criterion is considered and the composition zones of interest are selected. Both melting systems are under an argon atmosphere to prevent Ti and Mg from oxidation.

The crucible, the chamber and the electrode holder are the main components of the arc electric melting system and the chamber, the furnace and the bath stirrer are the main components of the electric resistance melting system. The inert gas circuit, the cooling circuit and the power circuit are controlled by the control panel. These circuits are considered auxiliary components.

Finally the operations of the melting systems are described. These melted alloys are analysed by chemical and metallographic analysis and hydrogenation tests.

Í N D I C E

	<u>Pág.</u>
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO GERAL	1.1
1.1 - CONSIDERAÇÕES GERAIS	1.1
1.2 - ARMAZENAGEM DE HIDROGÊNIO PARA USO COMO COM BUSTÍVEL EM VEÍCULOS	1.2
1.3 - HIDRETOS METÁLICOS	1.2
1.4 - OBJETIVOS DO TRABALHO	1.5
CAPÍTULO 2 - CRITÉRIOS DE PROJETO	2.1
2.1 - LIGAS Mg-Ni e Fe-Ti	2.1
2.2 - SELEÇÃO DOS MÉTODOS DE FUSÃO	2.2
2.3 - SISTEMAS PARA FUSÃO DAS LIGAS	2.3
2.4 - CÂMARA DE ATMOSFERA CONTROLADA	2.4
2.5 - FORNO A ARCO ELÉTRICO	2.5
2.6 - FORNO COM AQUECIMENTO RESISTIVO	2.7
CAPÍTULO 3 - CONSTRUÇÃO E MONTAGEM	3.1
3.1 - SISTEMA DE FUSÃO POR ARCO ELÉTRICO	3.1
3.1.1 - COMPONENTES PRINCIPAIS	3.1
3.1.2 - COMPONENTES AUXILIARES	3.3
3.2 - SISTEMA DE FUSÃO POR AQUECIMENTO RESISTIVO.	3.9
3.2.1 - COMPONENTES PRINCIPAIS	3.9
3.2.2 - COMPONENTES AUXILIARES	3.11
CAPÍTULO 4 - UTILIZAÇÃO DOS FORNOS	4.1
4.1 - FORNO POR AQUECIMENTO RESISTIVO PARA FUSÃO DE LIGAS Mg-Ni	4.1
4.1.1 - PREPARAÇÃO DA LIGA	4.1
4.1.2 - FUSÃO DA LIGA	4.2

4.2 - FORNO A ARCO ELÉTRICO PARA FUSÃO DE LIGAS	
Fe-Ti	4.4
4.2.1 - PREPARAÇÃO DA LIGA	4.4
4.2.2 - FUSÃO DA LIGA	4.5
4.3 - CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS OBTIDAS	4.6
4.3.1 - ANÁLISE QUÍMICA	4.6
4.3.2 - ANÁLISE METALOGRÁFICA	4.7
4.3.3 - HIDRETAÇÃO.....	4.8
CAPÍTULO 5 - RESULTADOS E DISCUSSÕES	5.1
5.1 - FUSÃO POR AQUECIMENTO RESISTIVO DE LIGAS	
Mg-Ni	5.1
5.2 - FUSÃO POR ARCO ELÉTRICO DA LIGA Fe-Ti ...	5.2
5.3 - ANÁLISE QUÍMICA	5.5
5.4 - ANÁLISE METALOGRÁFICA	5.5
5.5 - HIDRETAÇÃO	5.7
CAPÍTULO 6 - CONCLUSÕES	6.1
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	
LINHAS DE PESQUISA DECORRENTES DESTA TRABALHO	
APÊNDICES I	
A - PROPRIEDADES FÍSICAS DO Fe	AI.1
B - PROPRIEDADES FÍSICAS DO Ti	AI.2
C - PROPRIEDADES FÍSICAS DO Mg	AI.3
D - PROPRIEDADES FÍSICAS DO Ni	AI.4
APÊNDICE II - CÁLCULO DA RESISTÊNCIA DE AQUECIMENTO PARA	
O FORNO PARA FUSÃO DE LIGAS Mg-Ni	AII.1

APÊNDICE III - DESENHOS DETALHADOS DAS PEÇAS DA CÂMARA DE
ATMOSFERA CONTROLADA E DO PORTA-ELETRODO . AIII.1

APÊNDICE IV - CUSTO APROXIMADO DOS FORNOS CONSTRUÍDOS ... AIV.1

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1.1 - CONSIDERAÇÕES GERAIS

Os problemas energéticos são fundamentais para o futuro da nação, constituindo um desafio econômico, técnico e científico. No caso brasileiro, apesar das grandes dimensões do país, e das imensas riquezas contidas no seu solo e no seu sub-solo, tudo indica que somos relativamente pobres em combustíveis convencionais: o nosso petróleo é insuficiente para a demanda interna, o carvão é de baixa qualidade e de uso difícil, e as reservas de urânio anunciadas por fontes oficiais são insuficientes para garantir o funcionamento dos reatores nucleares encomendados à República Federal da Alemanha por um tempo desejável [1]. Temos porém recursos hídricos para a geração de eletricidade que são abundantes, embora localizados longe dos atuais centros de consumo. Estes recursos porém são insuficientes para suprir o país da demanda que requer um país com um alto grau de desenvolvimento.

Isto mostra a grande urgência de procurar garantias para o futuro, a médio e longo prazo.

Entre as diversas diretrizes de ataque do problema energético que estão sendo desenvolvidos na UNICAMP, o Hidrogênio é uma das opções.

O custo é sem dúvida o principal fator determinante na utilização do Hidrogênio e na sua técnica de produção [2]. No caso brasileiro, a técnica de produção a ser desenvolvida é a eletrólise da água, visando assim ao estudo de um método de transferir energia hidroelétrica sob forma conveniente para longas distâncias [1]. O Hidrogênio produzido seria utilizado como combustível pouco poluente para substituir os combustíveis líquidos convencionais [4,5]. O Hidrogênio seria então utilizado como "energia armazenada" sendo um elo entre fontes de energia primária não fóssil (nuclear, solar, hídrica) e os usos

de energia que não são conectados diretamente por cabos com essas fontes primárias (veículos) [5].

1.2 - ARMAZENAGEM DE HIDROGÊNIO PARA USO COMO COMBUSTÍVEL EM VEÍCULOS

Um motor de combustão interna pode, apenas com pequenas modificações, ser operado utilizando Hidrogênio como combustível [5]. O maior problema na utilização do Hidrogênio é o que se refere à armazenagem suficiente de combustível. Para ter uma razoável autonomia, isto é, em torno de 480 km, cerca de 13,6 kg de Hidrogênio seriam necessários [6].

Os critérios para uma adequada armazenagem são: [5]

- 1) segurança
- 2) adequado volume por peso
- 3) operação barata e simples
- 4) processo de recarregamento simples e rápido

As opções para a armazenagem do Hidrogênio são: como líquido criogênico, como gás comprimido ou como hidreto metálico. As vantagens e desvantagens dessas 3 opções estão na tabela 1.1. Comparando-se os critérios para uma adequada armazenagem, citados acima, com os dados da tabela 1.1, conclui-se que a melhor maneira é na forma de hidretos metálicos [3,5,6,7,8].

1.3 - HIDRETOS METÁLICOS

O hidreto metálico é formado pela reação de certos metais ou compostos intermetálicos com Hidrogênio gasoso a alta pressão e alta temperatura. Esse hidreto é dissociado (liberando Hidrogênio) durante o aquecimento deste a uma temperatura elevada, mantendo a pressão abaixo da pressão de equilíbrio do hidreto (pressão de dissociação). O hidreto dissocia até alcan-

çar a pressão de equilíbrio ou até todo o hidreto acabar.

O ponto crítico nas atuais pesquisas em armazenagem de Hidrogênio na forma de hidreto é a escolha desse hidreto, isto é, a escolha do metal ou liga para reagir com o Hidrogênio formando o hidreto. Os fatores envolvidos na seleção são: [5]

- 1) Alto teor de H por unidade de peso
- 2) Pressões de dissociação moderadas (1-10 atm) a temperaturas na faixa de 25-250°C
- 3) Alta cinética de formação
- 4) Alta cinética de dissociação (ã temperatura de operação)
- 5) Baixo custo
- 6) Resistência à fragmentação

A alta cinética de formação é requerida devido ao tempo de recarregamento que não deve ser muito longo. A alta cinética de dissociação é devida ao fato de que para manter um desempenho satisfatório do veículo, requer-se uma pronta e rápida alimentação de Hidrogênio. A resistência à fragmentação se justifica devido a problemas de entupimento que hidretos de granulação muito fina ocasionam no sistema de captação de Hidrogênio do veículo.

Para substituir um tanque de combustível líquido convencional (gasolina), é necessário que o peso e volume por unidade de energia disponível dos tanques sejam de mesma magnitude. Como para volume, esse requisito é satisfeito por muitos sistemas metal-hidrogênio, o parâmetro crítico para a escolha do metal ou liga apropriada é o teor em peso de hidrogênio contido nesses sistemas.

Se um certo hidreto contém p % em peso de Hidrogênio, e assumindo ser a entalpia de combustão do H envolvido 28,5 kcal/g e da gasolina 11,4 kcal/g, então a razão de peso, R , da gasolina para hidreto tendo o mesmo conteúdo de calor é:

$$R = \frac{11,4}{28,5 p} \times 100 = \frac{40}{p} \quad (1.1)$$

Deve-se observar que a suposição feita é que o calor de dissociação do hidreto pode ser desprezado.

Na equação 1.1, impondo-se a restrição de $R < -6$, conclui-se que $p > 6,7\%$ em peso para um razoável armazenamento [5]. Os únicos sistemas Metal-H satisfatórios seriam aqueles de Lítio ($p = 12,7\%$) e Magnésio ($p = 7,6\%$).

O hidreto de Li tem uma temperatura de dissociação demasiadamente alta ($\sim 890^{\circ}\text{C}$), sendo o metal e suas ligas muito reativos, oxidando-se facilmente e tendo também a temperatura de fusão muito baixa. Por essas razões o Lítio é impróprio.

O sistema Magnésio-H, tem pressão de dissociação relativamente alta (temperatura de dissociação razoável) como indicado na tabela 1.2. Contudo o Magnésio não reage rapidamente com o H, sendo necessário uma ativação do Mg, aplicando ciclos de hidrogenação - desidrogenação, para que a reação inicie a baixas pressões (5-6 atm a $\sim 330^{\circ}\text{C}$) e termine em poucas horas. Assim o sistema Mg-H é atraente para armazenagem de H. Entretanto, mesmo o Mg ativado reage muito lentamente para ser usado em veículos, necessitando encontrar algum catalizador na reação de Mg com o H.

Outra possibilidade é a substituição do Mg puro por suas ligas ou compostos intermetálicos. Alguns hidretos de certos compostos intermetálicos de Mg como o Mg_2Cu e Mg_2Ni [3,5,6,7] têm maior pressão de dissociação que o hidreto de Mg puro e também reagem com o H mais rapidamente. Contudo, como mostra a tabela 1.2, as % de H nestes compostos são muito baixos sendo no Mg_2Ni maior que no Mg_2Cu .

Pesquisas recentes demonstram que a liga Mg-25% Ni possui ótima resistência à fragmentação durante a hidratação [6].

Ligas Fe-Ti também tem sido estudadas tendo pontos de vantagens como alta pressão de decomposição à temperatura ambiente e pouco calor necessário para dissociar o hidreto, porém apresentando desvantagens como o seu peso muito elevado [6,8].

As ligas que demonstram ter melhores perspectivas

na armazenagem de Hidrogênio na forma de hidretos são as ligas Fe-Ti e Mg-Ni [3].

Por isso as pesquisas que se realizam nos diversos centros de pesquisas do mundo convergem nas análises dos comportamentos de sistemas do tipo liga Fe-Ti-Hidrogênio e ligas Mg-Ni-Hidrogênio.

1.4 - OBJETIVOS DO TRABALHO

O Grupo de Energia da UNICAMP desenvolvendo atividades de pesquisas relacionadas à utilização de Hidrogênio como vetor energético, realiza pesquisas na linha de armazenamento de Hidrogênio na forma de hidretos metálicos visando a sua utilização em tanques para veículos. Nesse sentido, estuda-se o comportamento das mais variadas ligas de Mg-Ni e Fe-Ti quando formam hidretos e quando dissociam.

Basicamente, o presente trabalho pretende suprir a demanda de ligas Mg-Ni e Fe-Ti nas suas mais diversas composições que essa pesquisa necessita. Para tanto, dimensionou-se os seguintes objetivos:

- a) Projeto e construção de um forno elétrico a arco de atmosfera controlada para a fusão de 140g de ligas Fe-Ti.
- b) Projeto e construção de um forno com aquecimento resistivo de atmosfera controlada para a fusão 600g de ligas Mg-Ni.
- c) Ter como critérios básicos para os referidos projetos a máxima versatilidade no que se refere às especificações de equipamentos e dispositivos, e maximização do emprego de materiais e recursos nacionais.
- d) Testar os referidos fornos, fundindo liga Fe-Ti e liga Mg-Ni, caracterizando assim os fornos quanto ao seu desempenho durante a fusão.
- e) Examinar as ligas obtidas e depois submetê-las ao processo de formação de hidretos, analisando qualitativamente o resultado dessa reação.

TABELA 1.1 - AS OPÇÕES PARA TANQUES DE VEÍCULOS COM COMBUSTÍVEL H [5]

OPÇÃO	VANTAGENS	DESVANTAGENS
Líquido criogênico	<ol style="list-style-type: none"> 1. Baixo peso por unidade de energia 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Problemas de segurança. 2. Cilindros grandes, caros e complicados, junto com um suprimento de N líquido 3. Perda de combustível quando o veículo não estiver em uso. 4. Processo de recarregamento complicado. 5. Requer alta energia (energia de liquefação)
Gás comprimido	<ol style="list-style-type: none"> 1. Processo de recarregamento rápido e simples 2. Adaptável à operação intermitente 3. Requer pouca energia 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Problemas de Segurança 2. Cilindros de armazenagem caros e pesados 3. Alto volume por unidade de energia
Hidretos Metálicos	<ol style="list-style-type: none"> 1. Segurança 2. Processo de recarregamento simples 3. Adaptável à operação intermitente 4. Baixo volume por unidade de energia 5. Cilindros de armazenagem leves e simples 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Alto peso por unidade de energia 2. Processo de recarregamento lento 3. Problemas encontrados na evolução do H (suprimento de calor, baixa cinética) 4. Problemas em fragilização por H

TABELA 1.2 - PROPRIEDADES DE ALGUNS SISTEMAS METAL (OU LIGA)-H [5]

LIGA OU METAL	COMPOSIÇÃO INICIAL E FINAL	PESO DO H DISPONÍVEL (%)	TEMPERATURA DE DISSOCIAÇÃO (°C)
Mg	Mg-MgH ₂	7,6	280
Mg ₂ Ni	Mg ₂ NiH _{0,3} - MgNiH ₄	3,3	250
Mg ₂ Cu	2Mg ₂ Cu + 3H ₂ ⇌ 3MgH ₂ + MgCu ₂	2,6	240
FeTi	FeTiH _{0,1} - FeTiH _{~2}	1,8	-0

CAPÍTULO 2CRITÉRIOS DE PROJETO2.1 - LIGAS Mg-Ni E Fe-Ti

A figura 2.1 apresenta o diagrama de equilíbrio do sistema Magnésio-Níquel. Nesse diagrama observa-se que há formação de dois compostos intermetálicos: Mg_2Ni e $MgNi_2$ [15].

Estudos realizados mostraram que dentro dos limites experimentais utilizados, que foram de temperatura máxima $350^{\circ}C$ e pressão máxima de 27 atm, o $MgNi_2$ não reage com H_2 mas o Mg_2Ni reage, formando um hidreto ternário Mg_2NiH_4 [6]. O Mg também reage com H_2 formando MgH_2 onde a presença de Mg_2Ni parece ter um efeito catalisador para a ocorrência dessa reação [7]. Assim sendo, as ligas Mg-Ni de interesse para o estudo de armazenagem de H estão compreendidas entre as composições Mg puro e 54,7% em peso de Ni (composto intermetálico Mg_2Ni). [5, 6, 7].

Na faixa de interesse no diagrama de equilíbrio prevê-se uma reação eutética de $507^{\circ}C$ para uma composição de 23,5% em peso de Ni, onde com o resfriamento teremos a formação de microconstituente formado por Mg e o composto intermetálico Mg_2Ni . Nessa faixa de composição temos o ponto de fusão mais alto em torno de $900^{\circ}C$ correspondente ao composto intermetálico Mg_2Ni , e o mais baixo à $507^{\circ}C$ correspondente à composição eutética.

A figura 2.2 apresenta o diagrama de equilíbrio do sistema Fe-Ti. Observa-se que o referido sistema forma dois compostos intermetálicos: $FeTi$ e Fe_2Ti . É geralmente aceito um terceiro composto, $FeTi_2$, existindo acima de $1000^{\circ}C$, decompondo-se em $FeTi$ e Ti abaixo desta temperatura [15].

Pesquisas no sentido de utilizar ligas Fe-Ti para a formação de hidretos para a armazenagem de Hidrogênio, demonstraram que o composto intermetálico $FeTi$ reage com o H formando hidretos de composições aproximadamente $FeTiH$ e $FeTiH_2$, enquanto que o composto intermetálico Fe_2Ti não reage com H, sendo sua presença junto ao $FeTi$ prejudicial a este composto na rea-

ção de hidretação [19].

Assim sendo, a faixa de composição de interesse está entre 30% em peso de Ti (Fe_2Ti) e 63% em peso de Ti (FeTi_2). Nessa faixa de composição temos o ponto de fusão mais alto em torno de 1427°C correspondente ao composto intermetálico Fe_2Ti , e o ponto de fusão mais baixo em torno de 1200°C .

2.2 - SELEÇÃO DOS MÉTODOS DE FUSÃO

A fusão das ligas Fe-Ti de nosso interesse é difícil devido ao alto ponto de fusão e sua natureza altamente reativa com o oxigênio, hidrogênio e com os materiais refratários usuais [20, 21, 28]. Muitos são os métodos já desenvolvidos para essa operação, sendo o melhor por arco elétrico realizado em atmosfera inerte [19, 20, 21]. Assim sendo, é esse o processo escolhido para a fusão das ligas Fe-Ti.

O arco elétrico utilizado na fusão é uma descarga elétrica contínua e auto-sustentável de alta amperagem e baixa voltagem [29]. O mecanismo de operação do arco elétrico pode ser explicado considerando-se um arco de corrente contínua entre um eletrodo e um anodo em gás inerte. Elétrons são emitidos do catodo aquecido e são acelerados sob a influência de um campo elétrico (ddp) ganhando, pois, energia que é então perdida por colisão com as moléculas do gás, de tal maneira que o gás é elevado a alta temperatura, tornando-se termicamente ionizado e condutor. Assim temos o calor necessário para a fusão das ligas, que no caso é o anodo. Os íons positivos do gás são acelerados em direção ao catodo, colidindo com a sua superfície e liberando energia devido à colisão e à reassociação com elétrons para formar átomos neutros. Esta energia mantém o catodo a alta temperatura, ocasionando elétrons emitidos termicamente. Desta forma o arco torna-se uma descarga auto-sustentável.

A fusão das ligas Mg-Ni na faixa de interesse apresenta dificuldades, não de temperatura, pois pela % de Ni nessas ligas, ela pode ser dissolvida no magnésio líquido por difusão, não sendo necessário portanto, sua fusão. As dificuldades são em relação à alta reatividade do Mg com o oxigênio e ao

seu ponto de ebulição sob a pressão de 1 atmosfera ser muito baixo, 1097°C [21, 22, 23, 24, 25, 26]. O calor específico e o calor latente de fusão elevados ao Mg mostram que há necessidade de se forneça grandes quantidades de calor para a fusão de Mg. A escolha recai no processo por forno elétrico, de preferência indução, sob atmosfera inerte [6, 7, 23, 25]. O fator econômico determinou a escolha de forno com aquecimento resistivo, sob atmosfera de argônio para a fusão das ligas Mg-Ni.

As propriedades físicas do Mg e também do Ni, Fe e Ti estão nos apêndices 1, 2, 3 e 4 respectivamente.

2.3 - SISTEMAS PARA FUSÃO DAS LIGAS

A figura 2.3 ilustra esquematicamente o sistema requerido para a fusão das ligas Fe-Ti por arco elétrico.

A câmara de atmosfera controlada é a componente principal do sistema, sendo no seu interior o lugar onde se processa a fusão da liga. Na parte superior da câmara é introduzido um porta eletrodo com o eletrodo, constituindo um catodo. Na parte inferior da câmara está fixo um cadinho dentro do qual se funde a liga, formando com o próprio metal o anodo. O porta eletrodo tem um movimento vertical que permite controlar o comprimento do arco elétrico formado entre o eletrodo e a liga.

Um componente auxiliar de refrigeração refrigera por bombeamento de água as paredes da câmara, o porta eletrodo e o cadinho.

O componente auxiliar de potência é constituído por um retificador de amperagem, estando seu cabo negativo ligado ao porta eletrodo e o positivo ao cadinho. Esse retificador permite o controle de corrente no arco por meio de um controlador manual.

O componente auxiliar do sistema responsável pela atmosfera inerte da câmara é constituída pelo cilindro de Argônio e pela bomba mecânica para vácuo, ambos ligados à câmara. A operação é levada a efeito pela retirada de ar da câmara pela bomba de vácuo e posterior introdução de Argônio nesse sistema evacuado. O controle dessa operação é feito pelo medidor de vácuo, medidor de pressão e pelo regulador de pressão do Argônio.

A figura 2.4 ilustra esquematicamente o sistema requerido para a fusão das ligas Mg-Ni por aquecimento resistivo.

O componente principal é uma câmara de atmosfera controlada, sendo no seu interior o lugar onde se processa a fusão da liga. Na parte superior é introduzido um misturador com a finalidade de homogeneizar o banho durante a fusão. Na parte inferior da câmara é fixo o forno com aquecimento resistivo.

As paredes da câmara são refrigerados pelo componente auxiliar de refrigeração igual ao do sistema anterior.

O componente auxiliar de potência é constituído de um transformador variador de voltagem que é ligado ao resistor do forno. Nesse circuito elétrico é introduzido em série um contator (chave magnética) que abre e fecha esse circuito de acordo com os sinais enviados por um controlador de temperatura. Esse controlador de temperatura tem um sensor de temperatura dentro do forno a ser controlado.

O componente auxiliar responsável pela atmosfera de gás inerte é igual ao do sistema anterior.

2.4 - CÂMARA DE ATMOSFERA CONTROLADA

A prática indica que, levando em consideração problemas de aquecimento, evaporação de gases contidos nos metais, e quantidade de gás inerte necessária, o volume da câmara de atmosfera controlada para fundir essas ligas deve ser em torno de $0,1\text{m}^3$.

Uma só câmara de atmosfera controlada pode ser utilizada para os dois sistemas, bastando que haja na parte superior um dispositivo capaz de adaptar um porta-eletrodo quando da fusão por arco elétrico e um misturador de banho quando da fusão por aquecimento resistivo, e uma válvula que permaneceria fechada quando da fusão do arco elétrico e que permitisse a introdução de um termopar quando da fusão por aquecimento resistivo. Da mesma maneira, a parte inferior da câmara deve permitir a fixação do cadinho refrigerado para a fusão por arco elétrico ou do forno com aquecimento resistivo.

A versatilidade requerida para os dois sistemas de fusão pode ser alcançada optando-se por uma forma cúbica para essa câmara, forma essa que permite construir facilmente seis flanges, uma em cada lado da câmara. Sem dúvida isso daria uma grande versatilidade aos sistemas montados no que se refere à possibilidade de acoplar outros dispositivos que o seu uso futuro vier a necessitar.

Devido ao problema de aquecimento, as paredes da câmara devem ser refrigeradas.

Devido ao fato de se fazer um baixo vácuo nessa câmara, todas as flanges e dispositivos móveis devem ser vedadas por anéis de borracha (O-ring).

2.5 - FORNO À ARCO

A quantidade de calor necessário para a fusão das ligas Fe-Ti pode ser estimado pela fórmula [29]:

$$Q' = \frac{(T_m + 273)^2 \cdot 10^4 \text{ J/m}^3}{3}$$

onde Q' = quantidade de calor necessário para fundir um volume de metal.

T_m = temperatura de fusão em $^{\circ}\text{C}$

Como a temperatura de fusão Ti é de 1668°C temos que:

$$Q'_{\text{Ti}} = 3,7 \cdot 10^{10} \text{ J/m}^3$$

Para o volume requerido que é em torno de $2 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$, temos que a quantidade necessária para fundir esse volume de Fe_2Ti seria de:

$$Q_{\text{Ti}} = 7,4 \cdot 10^5 \text{ J}$$

Podemos estimar os parâmetros de operação do forno

a arco para a fusão de ligas Fe-Ti, baseados no tempo necessário para o sistema fornecer a quantidade de calor necessário à fusão da carga, os quais podem ser avaliados pela equação seguinte que é aplicada à solda por arco elétrico [29]:

$$t = \frac{Q}{E I f}$$

onde:

- t = tempo necessário para fornecer à carga a quantidade Q de calor [s]
- Q = calor necessário para a fusão de carga [J]
- E = voltagem de operação [V]
- I = corrente de operação [A]
- f = eficiência

Admitindo-se uma eficiência de 70% temos:

Parâmetro 1:	E = 30V		
	I = 200A		
	Q = 7,4 . 10 ⁵ J		t = 2,9 minutos
Parâmetro 2:	E = 40V		
	I = 300A		
	Q = 7,4 . 10 ⁵ J		t = 1,5 minutos
Parâmetro 3:	E = 50V		
	I = 400A		
	Q = 7,4 . 10 ⁵ J		t = 53 segundos
Parâmetro 4:	E = 60V		
	I = 500A		
	Q = 7,4 . 10 ⁵ J		t = 35 segundos

Dos cálculos acima conclui-se que a corrente ótima para o sistema deve certamente estar no intervalo entre 200A a 400A com uma potência em torno de 18 kw, pois é desejável um tempo em torno de um minuto para a fusão visto que, para uma boa homogeneização da liga fundida é necessário a incidência do arco elétrico por um tempo pelo menos 5 vezes o tempo de fusão da liga.

O fator que determina a utilização de eletrodo con-

sumível ou permanente é a facilidade de obter um dos metais da liga a ser fundida na forma de eletrodo [20]. No caso das ligas Fe-Ti, eletrodo de Ti é de confecção difícil e caro, contudo eletrodos de Fe ou de aços com pequeno teor de C são relativamente fáceis de serem confeccionados e encontrados. Quanto a eletrodo permanente, tungstênio é o usualmente utilizado e recomendado.

As características do arco elétrico variam violentamente, caindo a voltagem e aumentando a corrente, à medida que se varia o comprimento deste. Então o eletrodo necessita de um movimento vertical para que tenhamos um comprimento de arco ótimo.

Como um intenso calor é gerado no arco formado entre o eletrodo e a liga, o porta eletrodo e o cadinho devem ser refrigerados.

Devido aos problemas de contaminação da liga pelos materiais refratários, cobre eletrolítico é o material usualmente utilizado na confecção do cadinho refrigerado.

2.6 - FORNO COM AQUECIMENTO RESISTIVO

A quantidade de calor necessário para a fusão da liga Mg-Ni pode ser estimada pela quantidade necessária para fundir o Mg puro, dada pela equação:

$$Q = m c (T_m - T_a) + m L$$

onde: Q = quantidade de calor para fusão de m gramas de Mg
 m = massa do Mg = 0,60 kg
 c = calor específico do Mg = 1030 J/kg °K
 T_m = temperatura de fusão do Mg = 650°C
 T_a = temperatura ambiente = 25°C
 L = calor latente de fusão do Mg = 3,8.10⁵J/kg

então temos: Q = 7,8.10⁵J

Considerando 20 minutos um tempo razoável para a fusão do Mg, necessitamos ter uma potência de 0,65 kw. Estimando a eficiência do forno por resistor de 40%, requer-se uma potência de 1,6 kw.

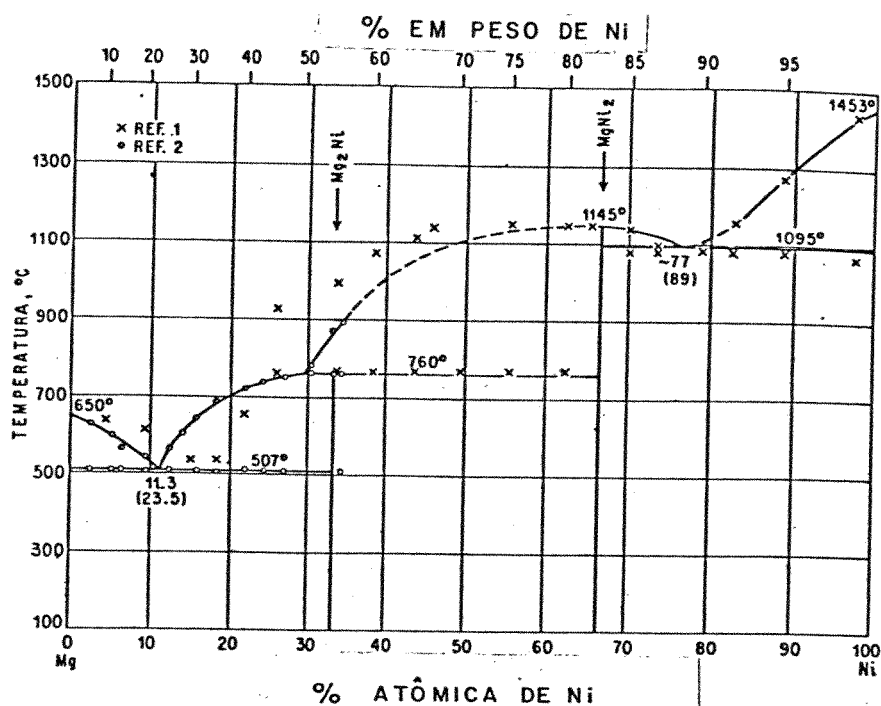


FIGURA 2.1 - Diagrama de Equilíbrio do Sistema Magnésio-Níquel [15]

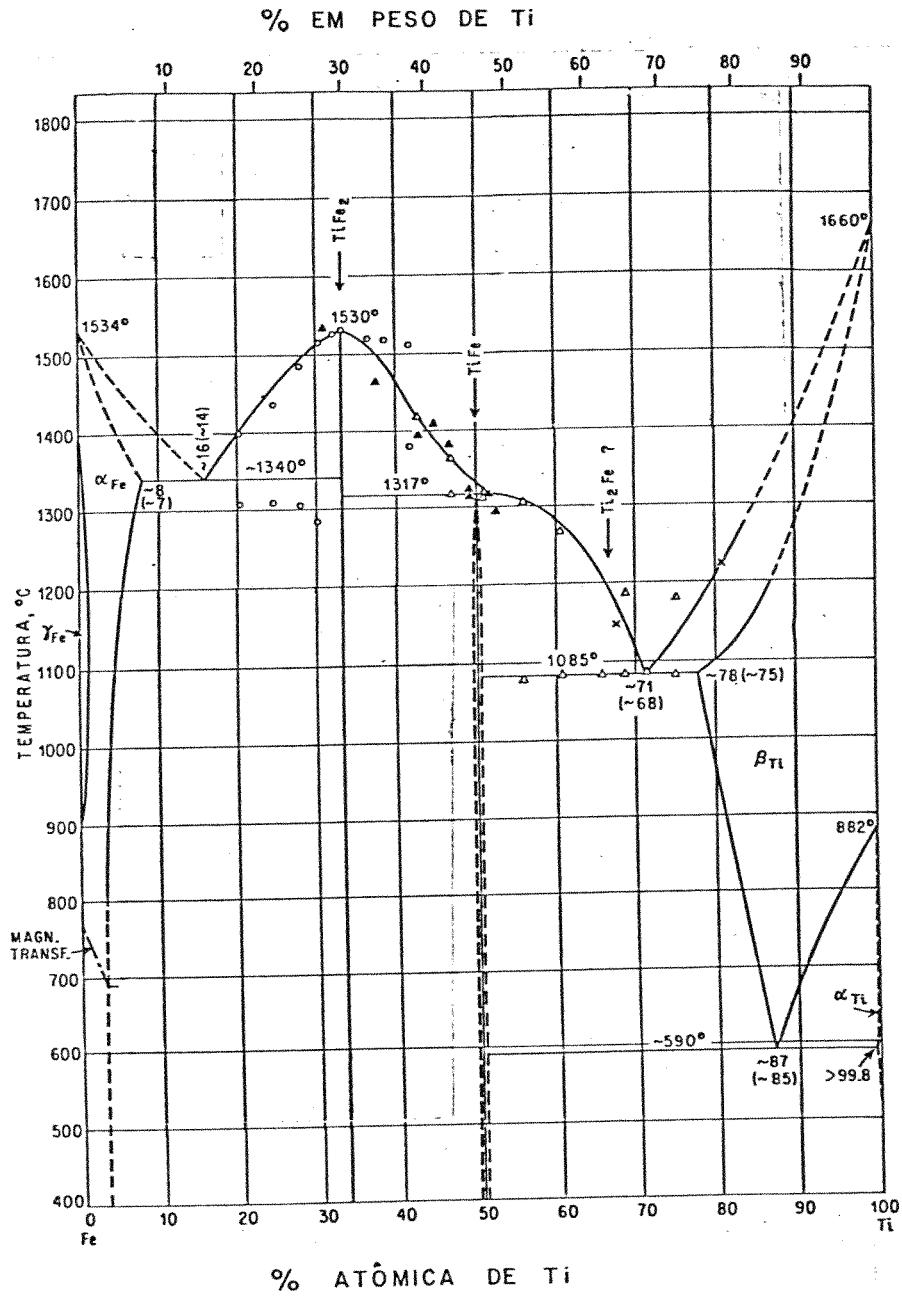


FIGURA 2.2 - Diagrama de Equilíbrio do Sistema Ferro-Titânio [15]

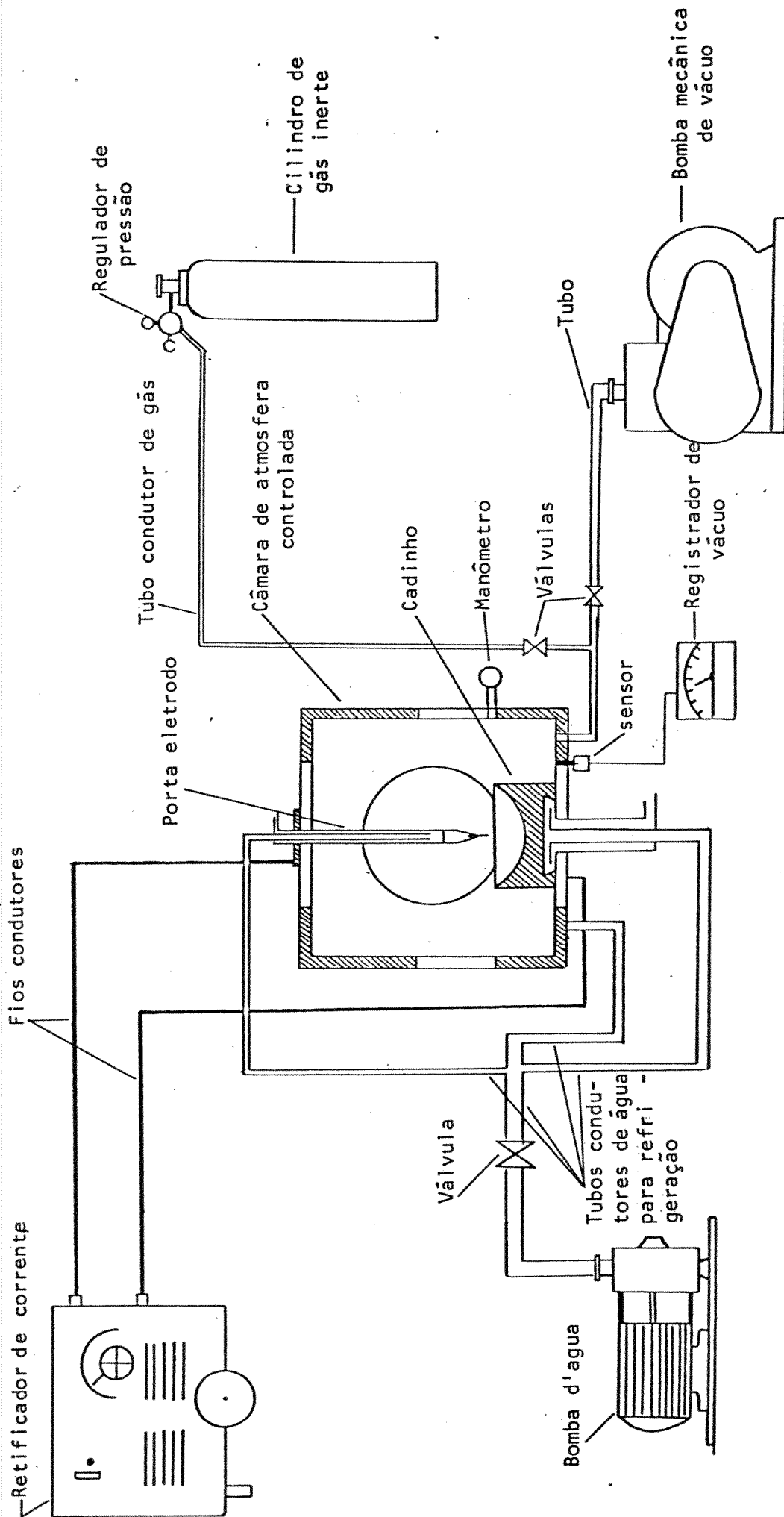


Figura 2.3 - Esquema do sistema para fusão de ligas Fe-Ti.

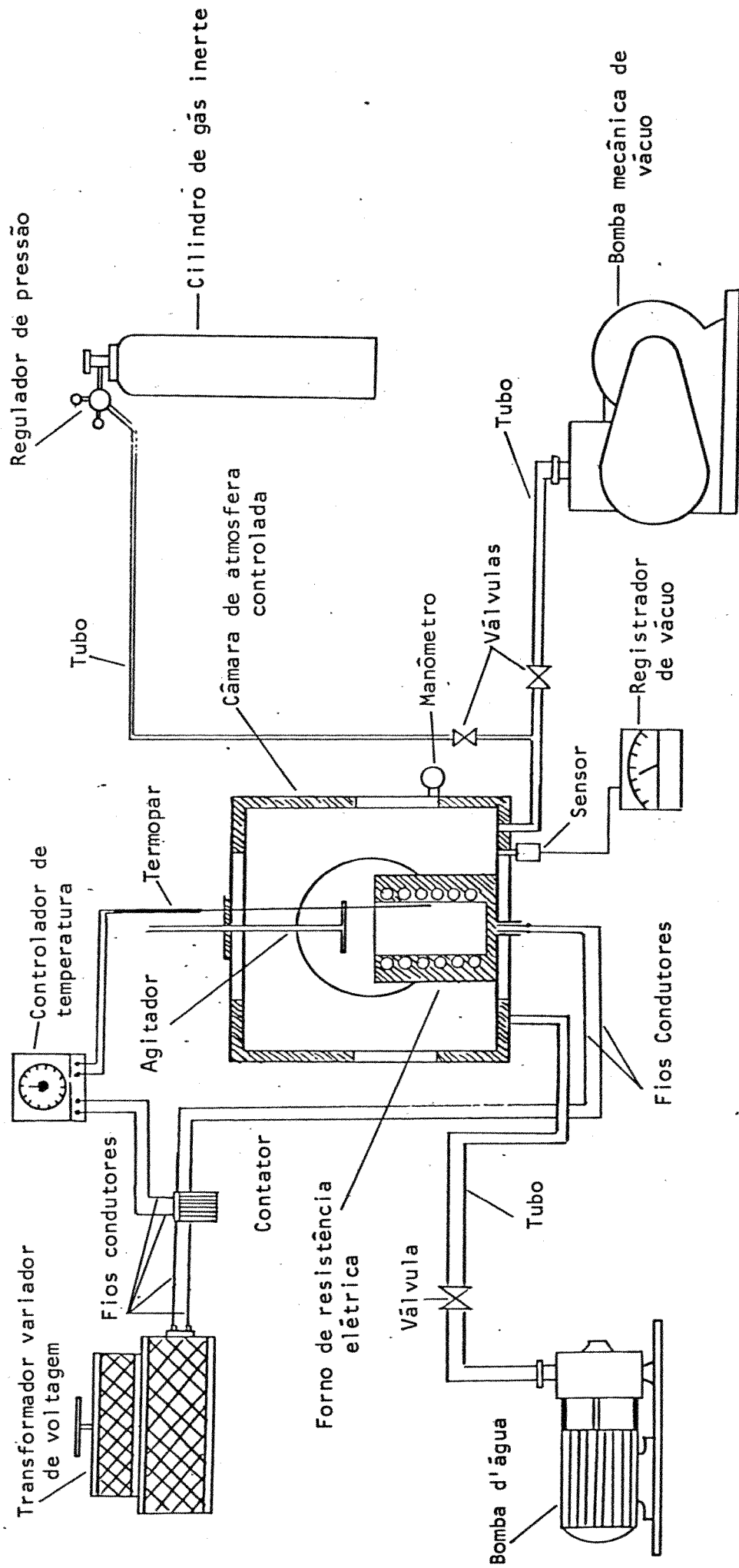


Figura 2.4 - Esquema do sistema para fusão de ligas Mg-Ni.

CAPÍTULO 3

CONSTRUÇÃO E MONTAGEM

3.1 - SISTEMA DE FUSÃO POR ARCO ELÉTRICO

O sistema de fusão por arco elétrico construído e montado para a fusão de ligas Fe-Ti está apresentado na figura 3.1. Os componentes desse sistema são: painel de controle, cadinho, porta eletrodo, câmara de atmosfera controlada, circuito de gás inerte, circuito de refrigeração e o circuito de potência.

3.1.1 - COMPONENTES PRINCIPAIS

Os componentes principais do sistema de fusão por arco elétrico são: câmara de atmosfera controlada, porta eletrodo e cadinho. A Figura 3.2 mostra esses componentes.

- Câmara de Atmosfera Controlada

A câmara de atmosfera controlada foi construída de forma cúbica com flanges em todas as faces. A figura 3.3 mostra a câmara construída incluindo a parte externa do porta eletrodo. Nessa figura não estão desenhadas as serpentinas de cobre para refrigeração que foram soldadas às paredes externas laterais, na tampa posterior e na tampa superior da câmara.

A câmara, de dimensões 0,5 x 0,5 x 0,5 m, tem um volume interno de 0,125 m³. Cada lado da câmara tem uma flange, sendo as duas flanges laterais de diâmetro 0,12m e as outras quatro de diâmetro 0,30m.

Todas as tampas das flanges tem vedação de borracha (O-ring). A tampa frontal corresponde à porta da câmara tendo um visor de vidro temperado, puxador e dobradiças.

Na tampa superior existe um orifício com um sistema de buchas de dois anéis de borracha (O-rings) que permite

que o porta-eletrodo aí introduzido tenha movimento vertical, sem componentes a vedação da câmara. Também na tampa superior existe uma válvula de esfera, não mostrada na figura 3.3, que só tem utilidade no sistema para fusão por aquecimento resistivo.

Na tampa inferior existe a entrada e saída da água de refrigeração do cadinho.

Os detalhamentos das peças da câmara de atmosfera controlada estão apresentados no APÊNDICE III.

- Cadinho e Porta-Eletrodo

A figura 3.4 mostra o cadinho construído. O material é de cobre eletrolítico e o volume interno é de $0,68.10^{-3}$ m³. O cadinho é fixado à tampa inferior da câmara por meio de um sistema de anel fixador e anel de borracha (O-ring) como mostra a figura 3.5. O anel fixador fixa o cadinho à tampa comprimindo o anel de borracha. Tem-se assim a vedação da parte interna da câmara.

O porta-eletrodo construído tem o corpo de cobre e a extremidade de aço inoxidável. A figura 3.6 mostra o porta eletrodo e suas dimensões. A água entra por um tubo interno do porta-eletrodo e sai pelo tubo externo refrigerando as suas paredes. Na parte superior foi construído um sistema de engrenagem cremalheira para permitir um movimento vertical ao porta-eletrodo. A engrenagem, como pode ser vista na figura 3.3 é fixa na tampa superior por meio de um eixo dotado de uma manivela. A cremalheira foi soldada na parte superior do porta-eletrodo, e este quando introduzido no orifício da tampa superior é possível o seu movimento vertical por meio da manivela.

O eletrodo permanente fixo ao porta-eletrodo é de tungstênio tendo um diâmetro de 5 mm.

A figura 3.7 mostra o cadinho fixo à tampa inferior e o porta-eletrodo.

Todas as peças do sistema de porta-eletrodo estão detalhadas no APÊNDICE III.

3.1.2 - COMPONENTES AUXILIARES

Os componentes auxiliares do sistema de fusão por arco elétrico são: painel de controle, circuito de gás inerte, circuito de refrigeração e circuito de potência. A figura 3.1 mostra esses componentes.

- Painel de Controle

No sistema de fusão por arco elétrico, o painel de controle comanda o circuito de refrigeração e comanda e controla o sistema de vácuo do circuito de gás inerte.

A figura 3.8 mostra o painel de controle montado. O circuito de refrigeração é comandado por uma chave neste painel. Uma lanterna indica quando o circuito está ligado. A bomba de vácuo é também acionada por uma chave tendo também uma lanterna sinalizadora. O controle do vácuo na câmara é feito por um medidor de vácuo neste painel.

O circuito elétrico do painel de controle é mostrado na figura 3.9.

O painel foi montado com chapas de 1,5 mm e cantoneiras de abas iguais de 35 x 35 mm e espessura de 4,5 mm, todos de aço ABNT 1020. Ele foi montado sobre quatro rodas de 80 mm de diâmetro sendo duas giratórias. O acabamento foi feito com tinta zarcão e tinta martelada. As chapas laterais foram rebitadas e as frontais fixas com porcas tipo borboleta.

As especificações dos equipamentos montados são as seguintes:

1. Chaves para acionar a bomba de vácuo e o circuito de refrigeração.
 - chaves PACCO 1/3
 - 3 polos
 - corrente nominal = 16A
 - tensão de serviço = até 440V
2. Chave para acionar o medidor de vácuo.
 - chave BLINDEX 25/03
 - corrente nominal = 12A
 - tensão de serviço = até 600V

3. Lanternas de alerta
 - lanternas BLINDEX 56/02
4. Medidor de vácuo.

Dentro de certos limites, a condutividade térmica de um gás é dependente de sua pressão. Esse fenômeno físico é utilizado em manômetros de termopar para a medida de pressão do vácuo, medindo-se a temperatura de um arame de W portador de uma corrente, por meio de um termopar. Esse tipo de manômetro é o mais indicado para a medida de pressões acima de 10^{-3} torr, que é o nosso caso.

As características do medidor de vácuo acoplado ao sistema montado são as seguintes:

Fabricante: VARIAN Ind. e Com. Ltda.
 Modelo: manômetro de termopar
 controle TC 801 sensor NRC 531
 Leitura: $2 \cdot 10^{-3}$ torr (menor divisão 1 militorr).
 Alimentação: 120 VAC 60 Hz
 Potência: 10W

- Circuito de Gás Inerte:

O circuito de gás inerte é responsável pela substituição do ar inicialmente contido na câmara pelo gás inerte.

O circuito de gás inerte montado é esquematizado na figura 3.10.

O circuito de gás inerte opera da seguinte forma: primeiramente a bomba mecânica de vácuo faz um baixo vácuo na câmara, operação esta que é acompanhada por meio de medidor de vácuo. Quando for atingido o vácuo ótimo, é fechado a válvula da bomba de vácuo e introduzido argônio até a pressão atmosférica. Essa operação é acompanhada por meio do manovacuômetro. Em seguida é fechada a válvula do gás e aberta a válvula da bomba de vácuo fazendo-se vácuo novamente. Essa operação é feita várias vezes para que todo o oxigênio seja retirado da câmara. Por final, a câmara é mantida em atmosfera de argônio na pressão atmosférica.

As especificações dos equipamentos montados são os seguintes:

1. Bomba de Vácuo

A função da bomba de vácuo é retirar o ar contido na câmara, para depois introduzir o argônio.

Considerando 60 minutos um tempo desejável para atingir o vácuo requerido que é em torno de 10^{-1} torr, e que o volume da câmara é de $0,125 \text{ m}^3$, a vazão especificada para a referida bomba deve ser de 15 a $20 \text{ m}^3/\text{h}$.

O vácuo requerido é atingido por uma bomba mecânica de duplo estágio.

A bomba mecânica acoplada ao circuito tem as seguintes características:

Fabricante: LEYBOLD - HERAEUS LTDA
 Modelo: Palhetas rotativas de dois estágios - D16A
 Capacidade real de sucção: $17,0 \text{ m}^3/\text{h}$
 Pressão parcial sem lastro de gás : $< 2 \cdot 10^{-4}$ torr
 Pressão parcial com lastro de gás : $< 5 \cdot 10^{-3}$ torr
 Potência do motor: 1100 VA
 Rotação da bomba: 1685 rpm

2. Gás Argônio

A finalidade do gás inerte é evitar a violenta oxidação que ocorre com o Ti e com o Mg a altas temperaturas. O argônio foi escolhido por ser mais barato que o He e também por ser o mais utilizado nas fusões de metais de alta oxidação.

As características do gás argônio que é introduzido na câmara em vácuo criando uma atmosfera inerte são as seguintes:

Fabricante: WHITE MARTINS S/A
 Tipo: Sb
 Pureza mínima: 99,997%
 Umidade máxima: 3 ppm
 Oxigênio máximo: 3 ppm
 Cilindro: T, $9,4 \text{ m}^3$

3. Regulador Duplo de Pressão para Argônio

O regulador Duplo de Pressão tem dois estágios cujas funções são as seguintes:

1º estágio: pré calibrado de fábrica, reduz a pressão de entrada, ou seja, aquele encontrado no cilindro para uma pressão intermediária, de aproximadamente 15 kg/m^2 .

2º estágio: de ajuste manual por meio do parafuso de regulagem, reduz a pressão do 1º estágio à pressão desejada para o trabalho.

Comparando-se reguladores de pressão de duplo estágio com os de apenas um estágio, o primeiro fornece um fluxo de gás mais constante e preciso e também oferece maior segurança.

As características do regulador de pressão utilizado são as seguintes:

Fabricante: WHITE MARTINS S/A
 Modelo: R-201-A Duplo
 Pressão máxima de entrada: 185 kg/cm^2
 Manômetro de entrada: 0 - 280 kg/cm^2
 Pressão máxima de saída: 5 kg/cm^2
 Medidor de vazão de saída: 0 - 30 l/min

4. Mano-vacuômetro

A finalidade do mano-vacuômetro no circuito montado é a de indicar a variação da pressão interna de câmara quando é introduzido em seu interior o gás inerte, e também para indicar qualquer variação da pressão interna durante a fusão.

As características do mano-vacuômetro acoplado ao circuito são:

Fabricante: RECORD S/A
 Modelo: Mano-Vacuômetro 2 1/2 polegadas

Escala: vácuo 0-30 polegadas
 pressão 0-100 lbs/pol²

5. Válvulas

- Válvula da bomba de vácuo

Fabricante: Metalúrgica DETROIT S.A.
 Modelo: Válvula de agulha para baixa e
 alta pressão-série 800
 Tipo: globo - 812-BB-06 - 3/8 fema x
 3/8 fema
 Material: latão.

- válvulas do sensor, entrada de gás e do monovacuômetro

Fabricante: Metalúrgica DETROIT S.A.
 Modelo: Válvula de agulha para baixa e
 alta pressão - série 800
 Tipo: globo - 812-BB-02 - 1/8 fema x
 1/8 fema
 Material: latão.

- Circuito de Refrigeração

O circuito de refrigeração é responsável pela refrigeração do cadinho, do porta eletrodo e das paredes da câmara.

O circuito de refrigeração está esquematizado na figura 3.11.

A água de refrigeração é bombeada de uma caixa d'água de capacidade para 1000ℓ para as partes a serem refrigeradas retornando depois novamente à caixa d'água. Uma válvula na saída da bomba d'água permite regular a vazão.

Para a refrigeração das partes da câmara de atmosfera controlada descritas em 3.1.1, foram soldadas com solda Prata serpentinas de cobre de 6,3mm de diâmetro e 0,6mm de parede, totalizando 35m de serpentina.

A refrigeração do cadinho está mostrada na figura 3.5 e o do porta eletrodo na figura 3.6.

A distribuição e a posterior concentração da água bombeada para as 6 partes a serem refrigeradas foram feitas com conexões de latão forjado e tubos de polietileno.

As especificações do equipamento utilizado são as seguintes:

1. Bomba d'água

As partes refrigeradas do sistema estão a uma altura máxima de 1,80m do nível do chão. A finalidade da bomba será a de bombear a água de caixa d'água colocada no chão para as partes refrigeradas, dando vazão suficiente para que o resfriamento destas sejam satisfatórios.

As características de bomba d'água utilizada para este fim são as seguintes:

Fabricante:	KOHLBACH S.A.
Modelo:	KM 42A
Potência:	1/3 CV
Rotação:	3.430 rpm
Tensão de alimentação:	220v.

- Circuito de Potência

O circuito de potência é responsável pela formação do arco entre o eletrodo e o material no cadinho. A figura 3.12 esquematiza esse circuito.

Um retificador para solda funciona como fonte de corrente contínua fazendo do eletrodo um catodo e do material no cadinho um anodo. Para isso, o cabo negativo é ligado ao porta eletrodo e o positivo ao cadinho. A corrente fornecida é controlável no retificador.

As especificações da fonte de potência foram calculadas em 2.5, do capítulo anterior, e especificou-se o retificador para solda com as seguintes características para acoplar ao sistema de fusão por arco elétrico.

Fabricante:	BAMBOZZI S.A.
Modelo:	TRR-2150
Sistema de regulagem:	núcleo saturado

Corrente de soldagem máxima: 500A
Faixa de regulagem: 70-330A e 300-500A
tensão de arco livre: 80V
Tensão de alimentação: 220/380/440V
Frequência: 60 Hz
Potência aparente absorvida da rede a 100%:
25,5 KVA

3.2 - SISTEMA DE FUSÃO POR AQUECIMENTO RESISTIVO

O sistema de fusão por aquecimento resistivo construído e montado para a fusão de liga Mg-Ni está apresentada na figura 3.13. Os componentes desse sistema são: painel de controle, forno com aquecimento resistivo, agitador do banho, câmara de atmosfera controlada, circuito de gás inerte, circuito de refrigeração e circuito de potência.

3.2.1 - COMPONENTES PRINCIPAIS

Os componentes principais do sistema de fusão por aquecimento resistivo são: câmara de atmosfera controlada, agitador de banho e o forno com aquecimento resistivo. A figura 3.14 mostra esses componentes.

- Câmara de atmosfera controlada

A câmara de atmosfera controlada que se utiliza nesse sistema é a mesma do sistema de fusão por arco elétrico, já descrita em 3.1.1.

- Agitador de banho

A liga Mg-Ni será obtida pela fusão do Mg e a difusão do Ni sólido nesse banho de Mg. Visando otimizar essa difusão e a homogeneização da liga obtida equipou-se o sistema com um agitador de banho cujo desenho está mostrado na figura 3.15.

O agitador é introduzido na câmara através do orifício na tampa superior com um sistema de buchas de dois anéis de borracha (o-rings) que permite que o agitador tenha um movimento vertical e rotacional.

- Forno com aquecimento resistivo

O forno com aquecimento resistivo foi construído para ser acoplado à tampa inferior da câmara. A figura 3.16 mostra o desenho de forno construído acoplado à tampa inferior da câmara.

O forno foi construído para atingir uma temperatura máxima de 1200°C com uma potência de 3kW, dando assim uma grande versatilidade no uso deste forno visto que uma potência de 1,6 kW e uma temperatura máxima em torno de 700°C seriam necessários para a fusão da liga Mg-Ni.

O resistor do forno é fio de material KANTHAL -A-1 de 2,00mm de diâmetro e de 26,8m de comprimento, tendo no total $13,3\Omega$. O cálculo da resistência de aquecimento para o forno por resistor está apresentada no APÊNDICE II.

O fio foi enrolado em espiral de 10,0mm de diâmetro e enrolado num cilindro cerâmico de alumina. A isolação foi feita preenchendo o espaço entre o resistor e a parede externa do forno com pó de diátomita, como mostra a figura 3.16.

Foi construído um cadinho de aço para a fusão das ligas Mg-Ni como mostra a figura 3.17. O material escolhido para a confecção do cadinho foi o aço pois ele não contamina o Mg [21, 23, 26]. O fundo do cadinho é apenas encaixado para facilitar a retirada da liga solidificada. Com a finalidade de cortar as correntes de convecções que se forma no interior do forno com aquecimento resistivo, minimizando assim a evaporação do Mg, construir-se uma tampa para o cadinho, mostrada na figura 3.18.

A figura 3.19 mostra o forno com aquecimento resistivo fixo à tampa inferior da câmara, o cadinho de aço, o agitador de banho e a tampa do cadinho.

3.2.2 - COMPONENTES AUXILIARES

Os componentes auxiliares do sistema de fusão por resistor são: painel de controle, circuito de gás inerte, circuito de refrigeração e circuito de potência. A figura 3.13 mostra esses componentes.

- Painel de controle

No sistema de fusão por aquecimento resistivo, o painel de controle que é o mesmo utilizado no sistema de fusão por arco elétrico, comanda o circuito de refrigeração, comanda e controla o sistema de vácuo do circuito do gás inerte, comanda e controla o circuito de potência e controla a temperatura do forno.

A figura 3.8 mostra o painel de controle montado. O comando do circuito de refrigeração, o comando do circuito de refrigeração, o comando e controle do sistema de vácuo são feitos de modo idêntico ao descrito para o sistema de fusão por arco elétrico.

O comando do circuito de potência é feito diretamente pela chave tipo volante do transformador variador de voltagem embutido no painel. O controle é feito por um amperímetro e um voltímetro que indica a potência que está se desenvolvendo no forno.

O controle da temperatura do forno é feito por um controlador de temperatura que, tendo um termopar dentro do forno, mantém a temperatura desta a uma temperatura desejada, ligando e desligando a alimentação de corrente no resistor do forno. A abertura e o fechamento do circuito de alimentação do forno é feita por uma chave magnética (contator).

O circuito elétrico do painel de controle é mostrado na figura 3.9.

As especificações de equipamentos montados são as seguintes:

1. Amperímetro

Fabricante: Instrumentos Elétricos ENGRO S.A.

Modelo: linha quadrante 96L
 Escala: 0-25A (50 divisões)

2. Voltímetro

Fabricante: Instrumentos Elétricos ENGRO S.A.
 Modelo: linha quadrante 96L
 Escala: 0-250A (50 divisões).

3. Controlador de temperatura

A finalidade do controlador de temperatura é abrir ou fechar o circuito de alimentação do Transformador Variador de voltagem para o forno, dependendo da sua temperatura.

Optou-se por modelos PD em vez de modelos liga-desliga. A diferença é que o modelo liga-desliga apenas liga (o-desliga) a fonte de potência sob o comando do sensor, que indica se a temperatura está acima ou abaixo da temperatura desejada. Esse mecanismo cria uma oscilação irregular da temperatura. Enquanto que o PD analisa a inclinação da curva temperatura x tempo do forno antes de desligar ou ligar o forno, e não só o valor da temperatura. Exemplificando se a fonte está ligada e a temperatura estiver subindo muito rapidamente, este controlador desliga a fonte antes mesmo do forno atingir a temperatura desejada. Com isso o controle é mais efetivo.

Como a temperatura máxima de trabalho do forno é de 1200°C , o termopar mais indicado é o tipo K, Cromel-Alumel que tem alta potência termoelétrica e é bem mais barato que o tipo S, Pt/Pt 90 Rh 10 que também atende a essa faixa de temperatura. Assim sendo, o controlador de temperatura utilizado tem as seguintes características:

Fabricante: Instrumentos Elétricos ENGRO
 S.A.
 Modelo: 6000 analógico
 Controle: PD ajustável
 Escala: $50-1200^{\circ}\text{C}$

Sensor: TC K, Cromel-Alumel
Alimentação: 220 VCA - 60 Hz

4. Chave para acionar o controlador de temperatura

- Chave BLINDEX 25/03
Corrente nominal: 1,2A
Tensão de serviço: até 600V

5. Lanterna de Alerta

- Lanterna BLINDEX 56/02

6. Chave magnética - contator

Fabricante: SIEMENS S.A.
Tipo: 3TA 22
Tamanho: 2
Tensão nominal: 220V
Corrente nominal: 32A
Potência máxima: 8,5kW

- Circuito de gás inerte

O circuito de gás inerte do sistema de fusão por aquecimento resistivo é o mesmo utilizado no sistema de fusão por arco elétrico mostrado na figura 3.6.

As operações de substituição do ar pelo argônio são as mesmas nos dois sistemas, mas como no sistema de fusão por aquecimento resistivo no início da fusão é aberta uma válvula de esfera na tampa superior para permitir a introdução do termopar no forno, faz-se necessário um constante fornecimento de argônio na câmara durante o funcionamento do forno.

- Circuito de refrigeração

O circuito de refrigeração montado é o mesmo do sistema de fusão por arco elétrico (figura 3.11) a menos dos canais responsáveis pela refrigeração do cadinho e do porta eletrodo que nesse sistema de fusão são fechados.

- Circuito de Potência

O circuito de potência é responsável pelo aquecimento do resistor do forno pela passagem de corrente através da mesma. A Figura 3.20 esquematiza esse circuito.

Um transformador variador de voltagem alimenta o circuito formado pelo resistor de $13,3\Omega$, sendo que a voltagem pode ser variável permitindo assim variar a potência dissipada pelo resistor. A corrente e a voltagem do circuito são indicadas nos amperímetros e voltímetros no painel de controle.

O circuito elétrico é aberto ou fechado pela chave magnética conforme o sinal dado pelo controlador de temperatura. O controlador de temperatura é ajustável à temperatura desejada e um termopar dentro do forno e ligado a ele fornecendo-lhe as variações de temperatura.

As especificações dos equipamentos utilizados são as seguintes:

1. Transformador Variador de voltagem (Variac)

Visando dar maior versatilidade ao forno com aquecimento resistivo especificou-se o variac de potência 6kW enquanto que nos cálculos em 2.6 calculou-se como 2,6 kW a potência necessária para a fusão das ligas de interesse. Observando que nos cálculos do resistor para o forno foi considerado como dado básico uma tensão de 200V (APÊNDICE II), as características do transformador variador de voltagem acoplado ao sistema são as seguintes:

Fabricante:	Sociedade Técnica Paulista S.A.
Modelo:	Varivolt VM-260
Entrada:	220V, 60 Hz
Saída:	0-240V
Corrente máxima:	25A
Potência máxima:	6 KVA

2. Termopar

Fabricante:	ECIL S.A.
Tipo:	K, Cromel-Alumel
Capa protetora:	Inox 18-8
Diâmetro do cabo:	1,5mm

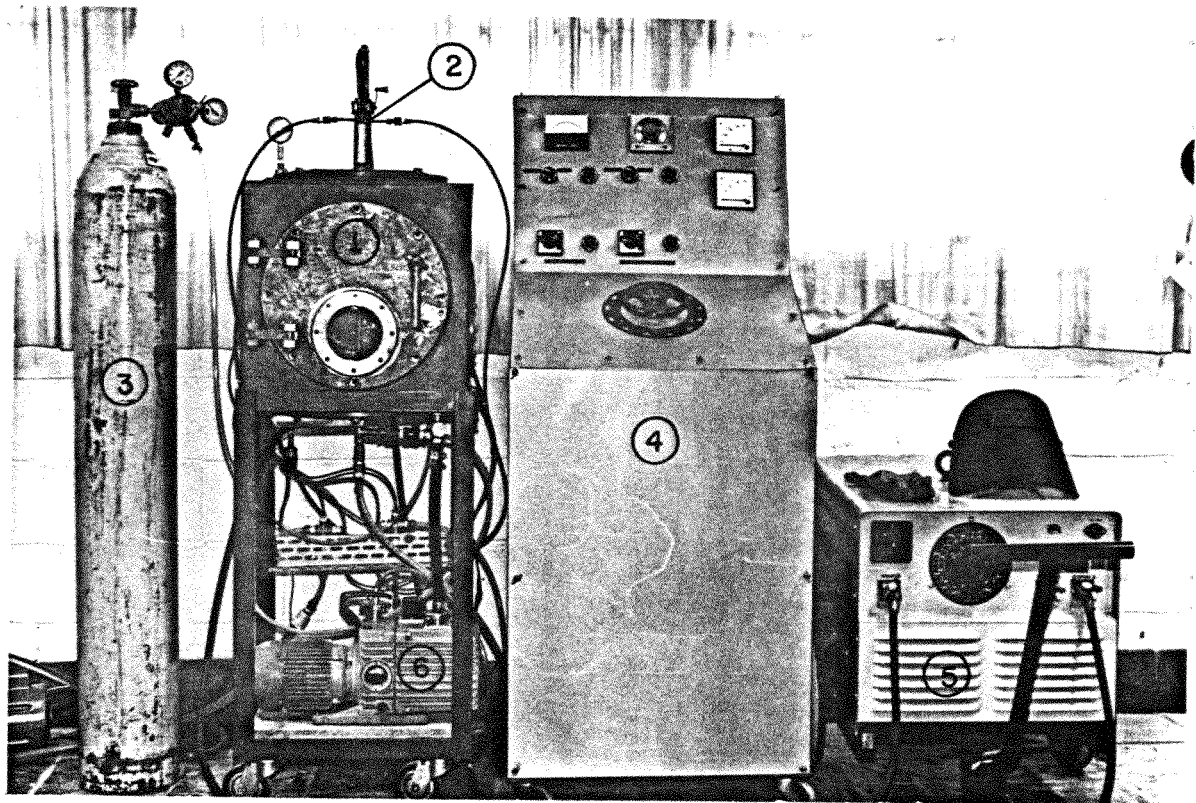


FIGURA 3.1 - Vista geral do sistema de fusão por arco elétrico construído e montado para a fusão de ligas Fe-Ti.

1. Câmara de atmosfera controlada
2. Porta-eletrodo
3. Cilindro de argônio
4. Painel de controle
5. Retificador de corrente
6. Bomba de vácuo

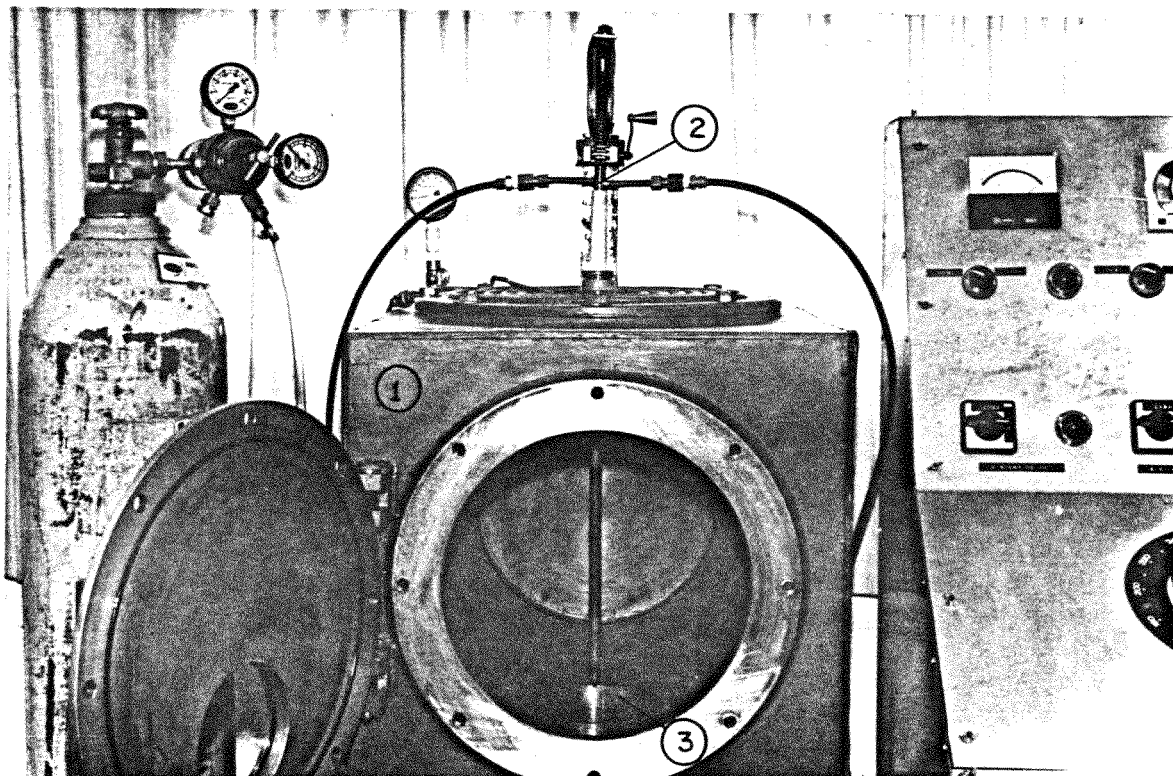


FIGURA 3.2 - Vista dos componentes principais do sistema de fusão por arco elétrico.

1. Câmara de atmosfera controlada
2. Porta-eletrodo
3. Cadinho

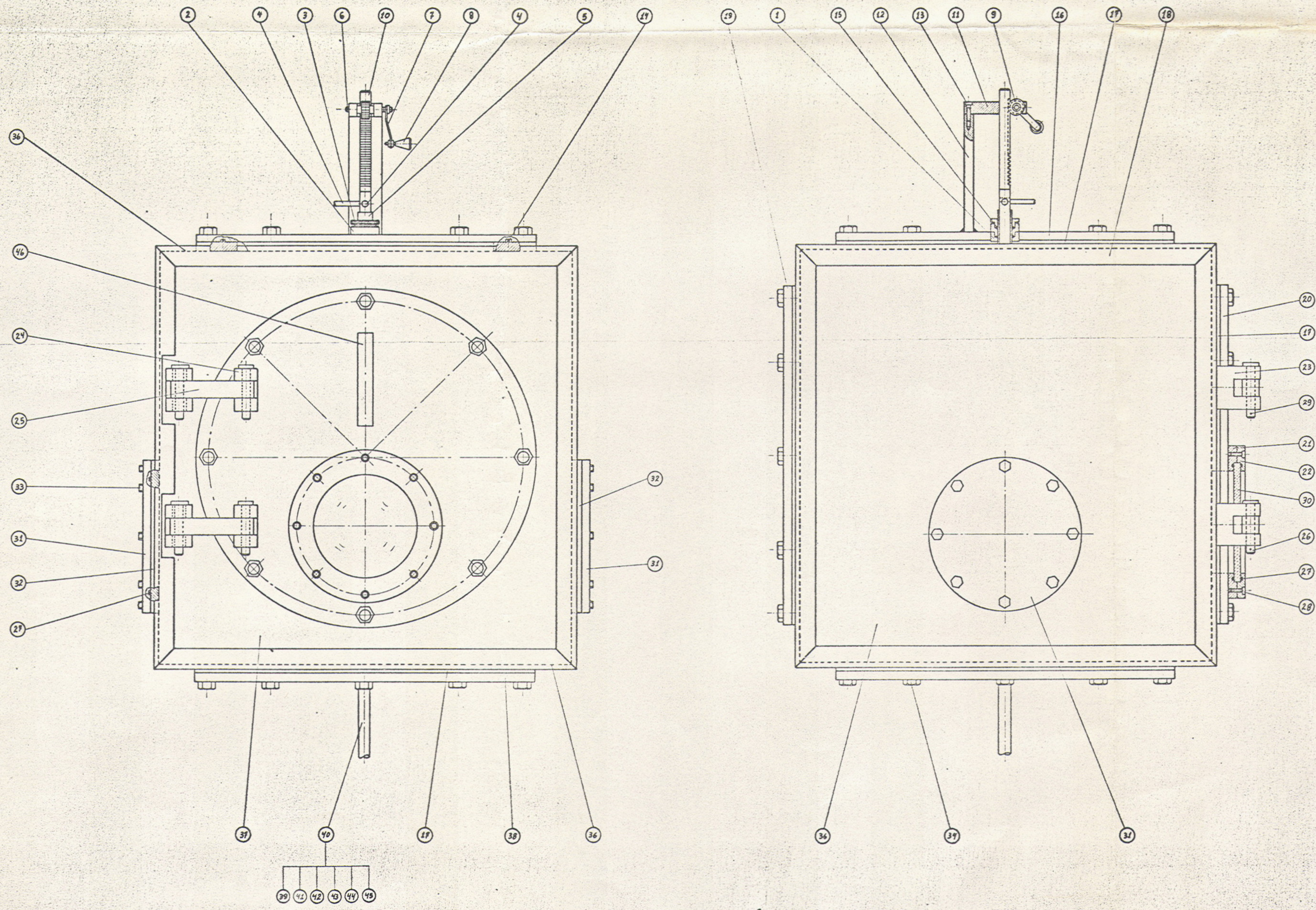


Figura 3.3 - CÂMARA DE ATMOSFERA CONTROLADA E PORTA ELETRODO Escala 1:4,4

46	Paraf. da Tampa	1	ABNT 1020		conforme montagem
45	Cadinho	1	cobre eletro		ver sub conjunto
44	Paraf. hallem	8		W 1/2" x 13	ver sub conjunto
43	Fixador do cadinho	1	ABNT 1020		ver sub conjunto
42	Saída de água	1	cobre		conforme montagem
41	entrada de água	1			ver sub conjunto
40	Acoplamento do cadinho				ver sub conjunto
39	O-Ring	1		N° Parker 2-261	
38	Tampa inferior	1	ABNT 1020		
37	Frete e fundo	2	ABNT 1020		
36	Base sup e inferior	2	ABNT 1020		
35	Lat. direita e esquerda	2	ABNT 1020		
34	Paraf. sext. com arruela	32		W 1/2" x 20	
33	Parf. sext. com arruela	16		W 1/4" x 20	
32	Anel espaçador lat.	2	ABNT 1020		
31	Tampa lateral	2	ABNT 1020		
30	Vidro Temperado	1			conforme montagem
29	Presilha	2			conforme montagem
28	Paraf. hallem	8		W 1/2" x 12	
27	O-RING	4		N° Parker 2-251	
26	Pino da dobradiça	4	ABNT 1020		
25	Aste da dobradiça	2	ABNT 1020		
24	Dobradiça da tampa	2	ABNT 1020		
23	Dobradiça da camera	2	ABNT 1020		
22	Anel externo do visor	1	ABNT 1020		
21	Anel interno do visor	1	ABNT 1020		
20	Tampa com visor	1	ABNT 1020		
19	Tampa trazeira	1	ABNT 1020		
18	Estrutura de Contorno		ABNT 1020		conforme montagem
17	Anel espaçador grande	4	ABNT 1020		
16	Tampa superior	1	ABNT 1020		
15	O-RING	2		N° Parker 2-115	
14	O-RING	4		N° Parker 2-392	
13	Paraf. Hallem	2		M 1/4" x 25	
12	Base	1	ABNT 1020		
11	Paraf. engrenagem	1	ABNT 1020		
10	Cremlheira	1	Latão		
9	Engrenagem	1	Latão		
8	Manipola	1	Latão		
7	Braco da manipola	1	ABNT 1020		
6	Eixo da engrenagem	1	ABNT 1020		
5	Bucha isolante	1	Teflon		
4	Perla eletrada refrigerada	1	indicado		ver desenho
3	Bucha superior	1	Latão		
2	Bucha intermediaria	1	Latão		
1	Bucha inferior	1	Latão		

Nome: _____

Data: _____

Referencia: _____

Projeto: _____

Desenho: _____

Responsavel: _____

Revisao: _____

Assinatura: _____

FEUC-UNICAMP

peça 45

DEM-FEC-UNICAMP

Nome *Cadinho*

Esc. 1-16 Date

Material
cobre eletrolítico

Rev. A₀/0005

Cod. A3/0029

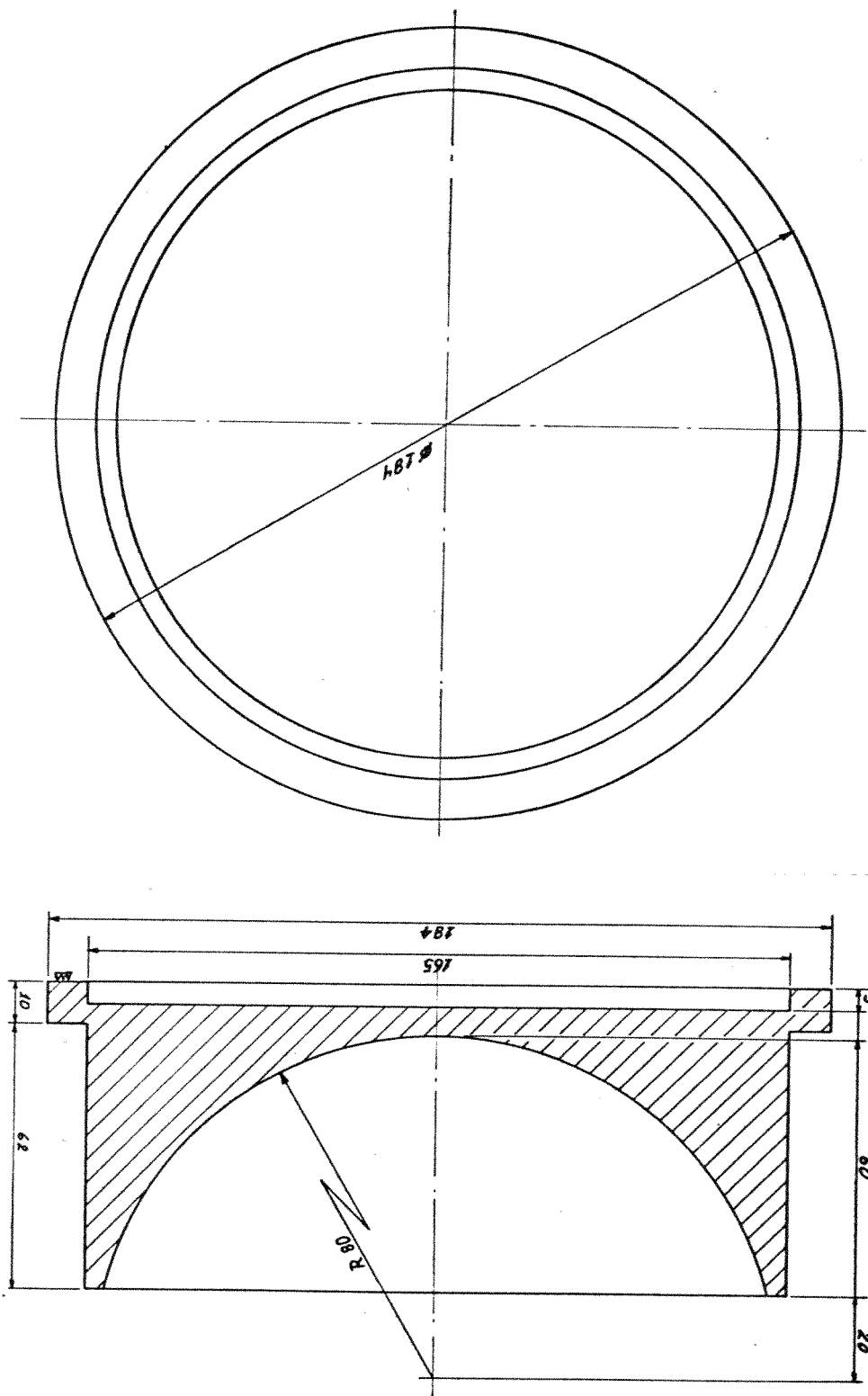
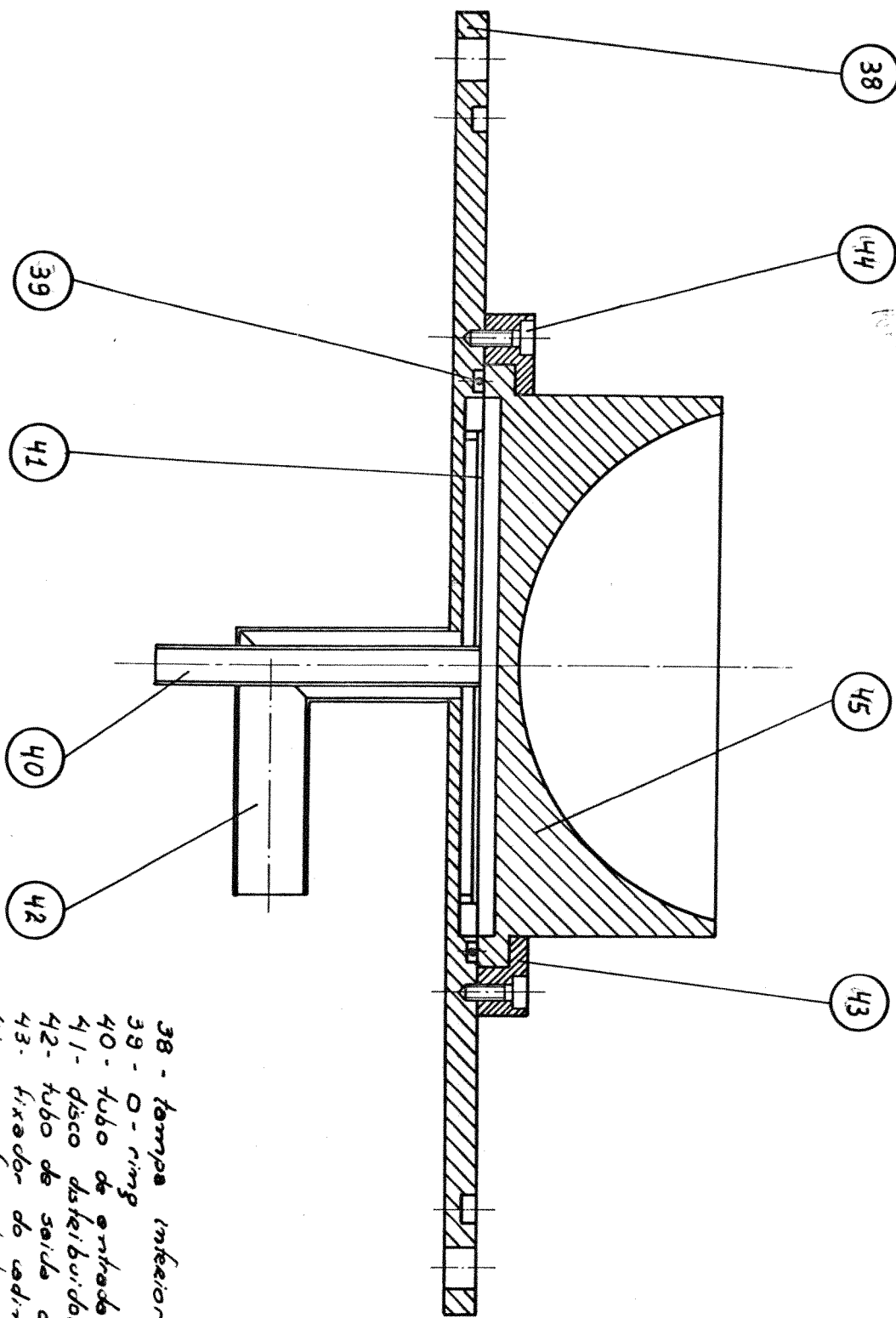


FIGURA 3.4



- 38 - Tampa inferior
- 39 - O-ring
- 40 - tubo de entrada d'água
- 41 - disco distribuidor
- 42 - tubo de saída d'água
- 43 - fixador do cadinho
- 44 - para fuso no item W 1/4" L 1/3
- 45 - cadinho

Peca 40
FIGURA 3.5

DEM-FEC-UNICAMP

Nome *Sub conjunto do Acoplamento do cadinho*

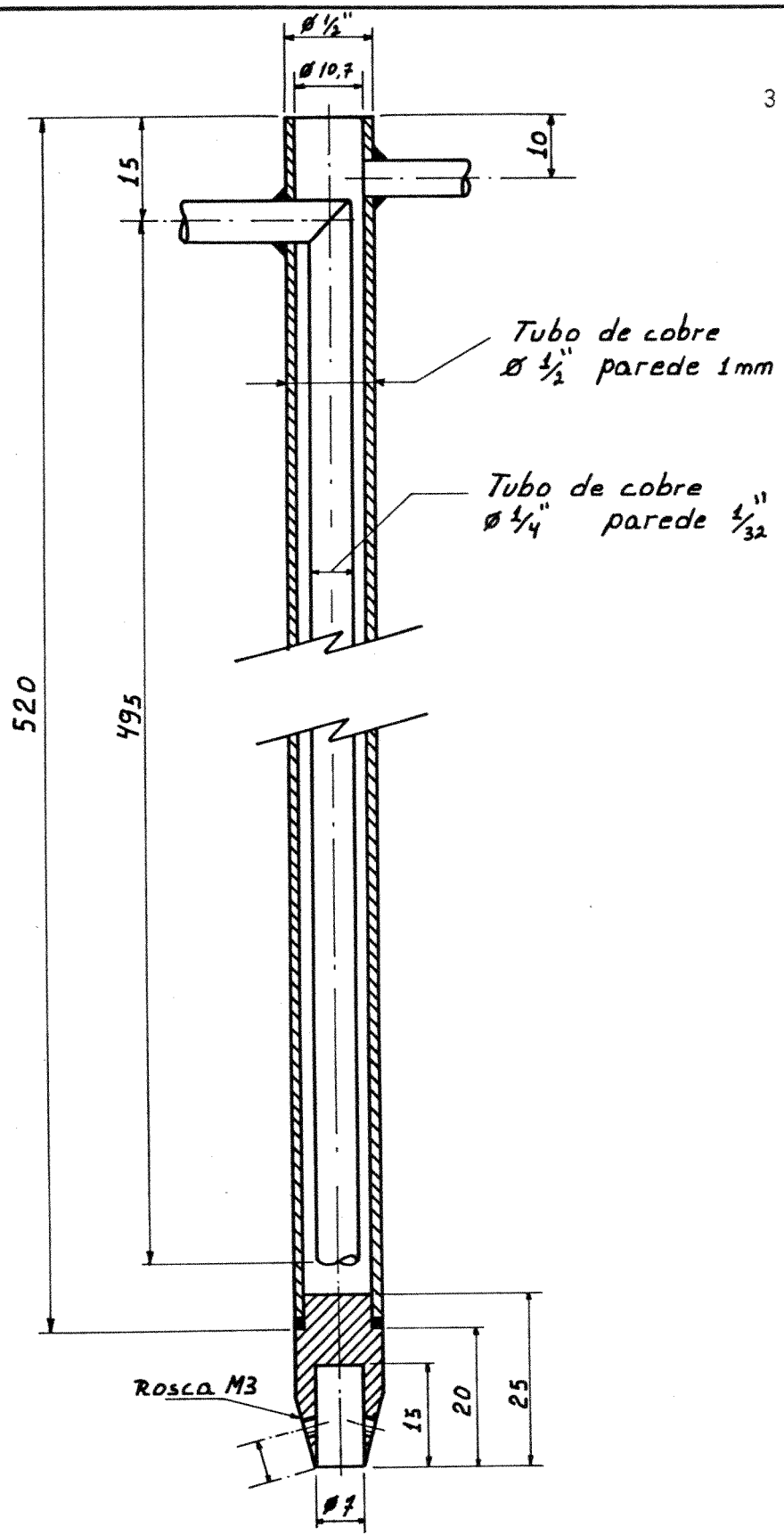
Escala *1:2*

Data

Material

Rev

Cod.



Peça 4
FIGURA 3.6

DEM-FEC-UNICAMP				
Nome <i>Porta eletrodo refrigerado</i>				
Esc. <i>1:1</i>	Data	Material <i>INOX 304</i>	Ref.	Cod.

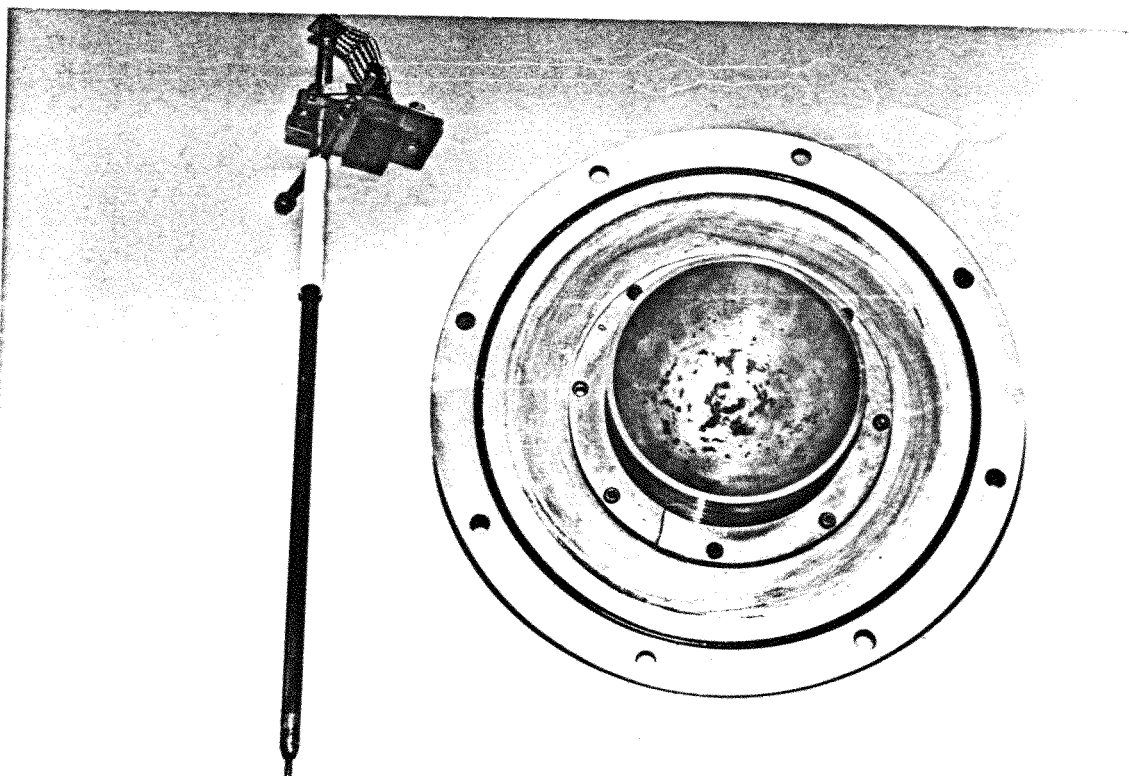


FIGURA 3.7 - Cadinho acoplado à tampa inferior e o porta-eletrodo do sistema de fusão por arco elétrico.

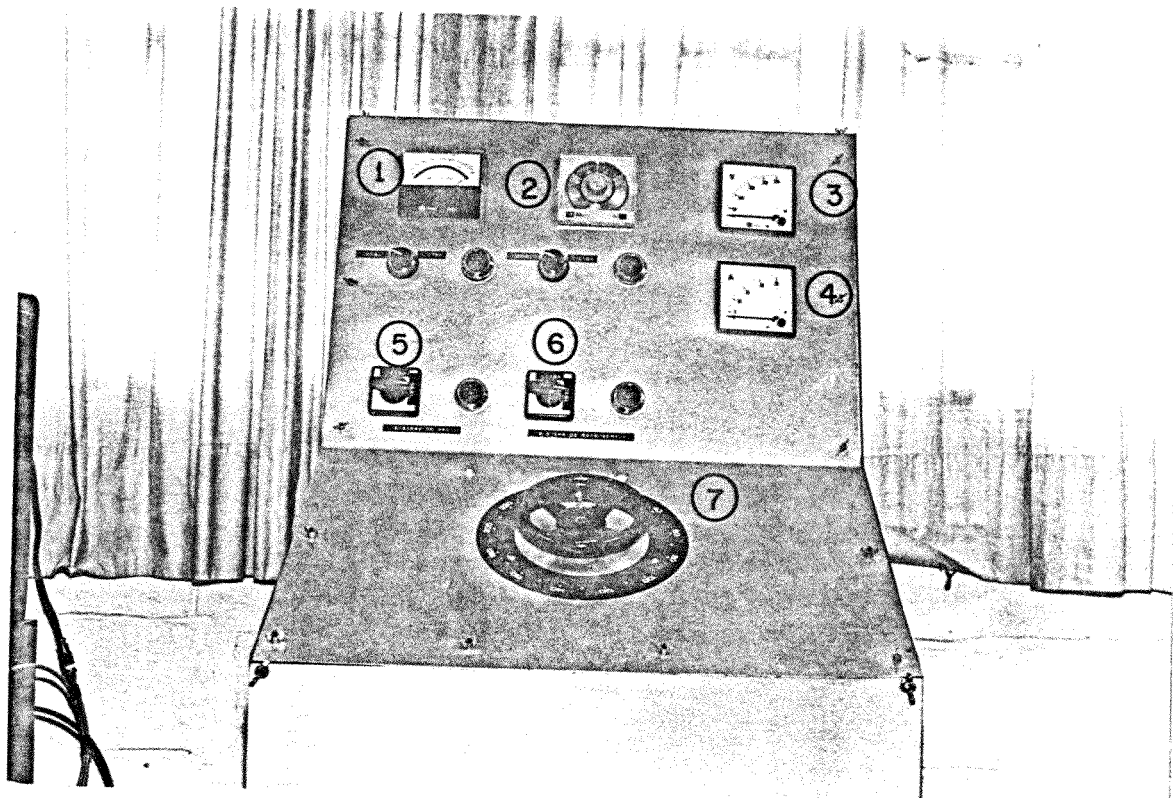


FIGURA 3.8 - Painel de Controle

1. Medidor de vácuo
2. Controlador de Temperatura
3. Voltímetro
4. Amperímetro
5. Chave do sistema de vácuo
6. Chave do sistema de refrigeração
7. Variador de voltagem (variac)

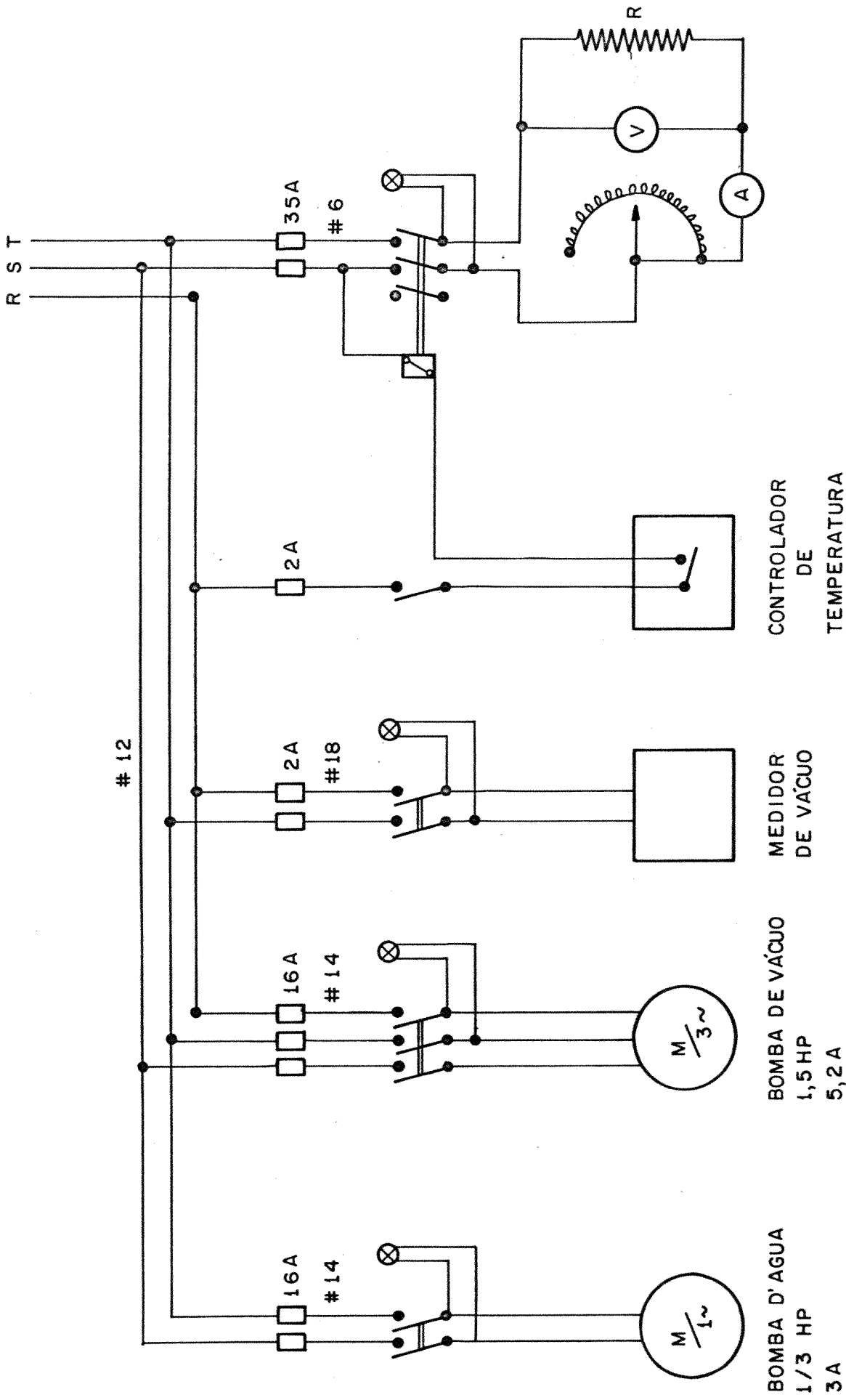


FIGURA 3.9 - Circuito elétrico do painel de controle

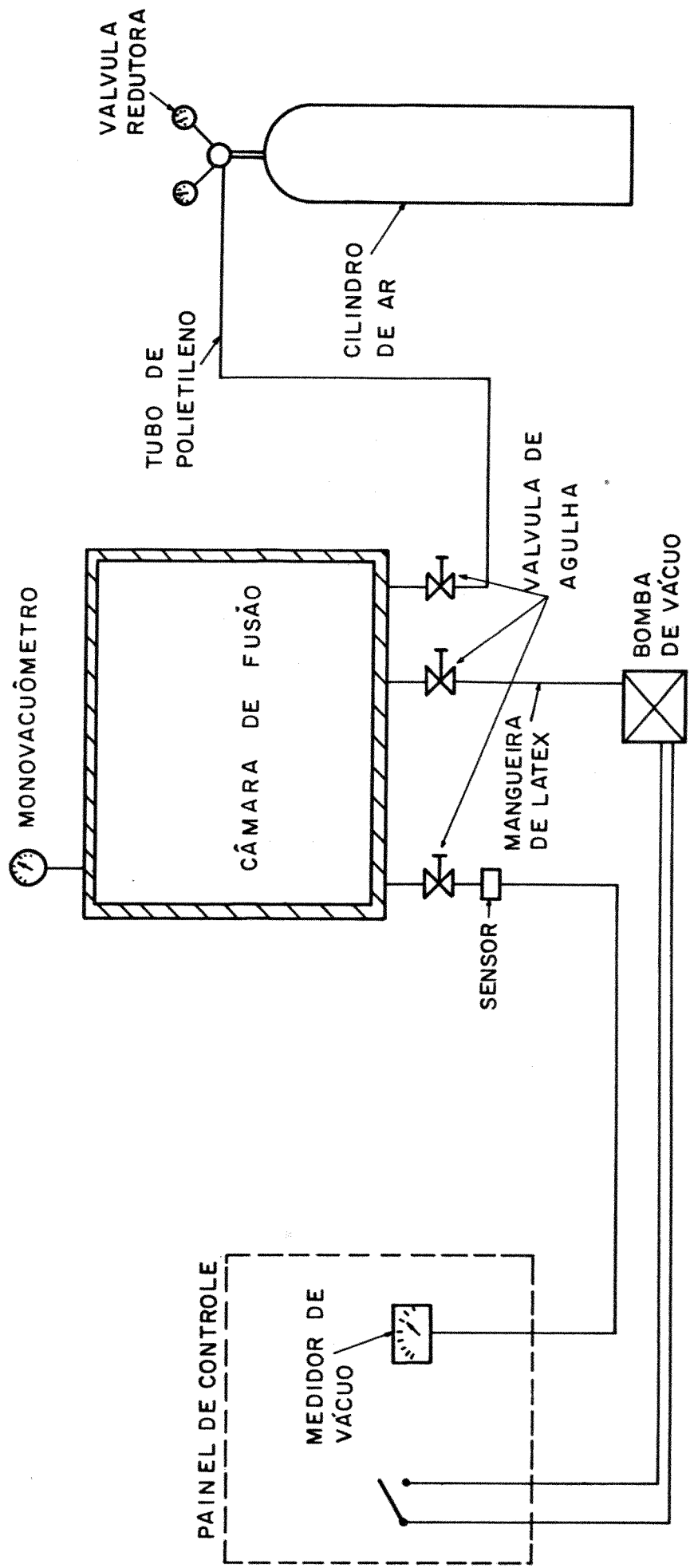


FIGURA 3.10 - Esquema do circuito de gás inerte

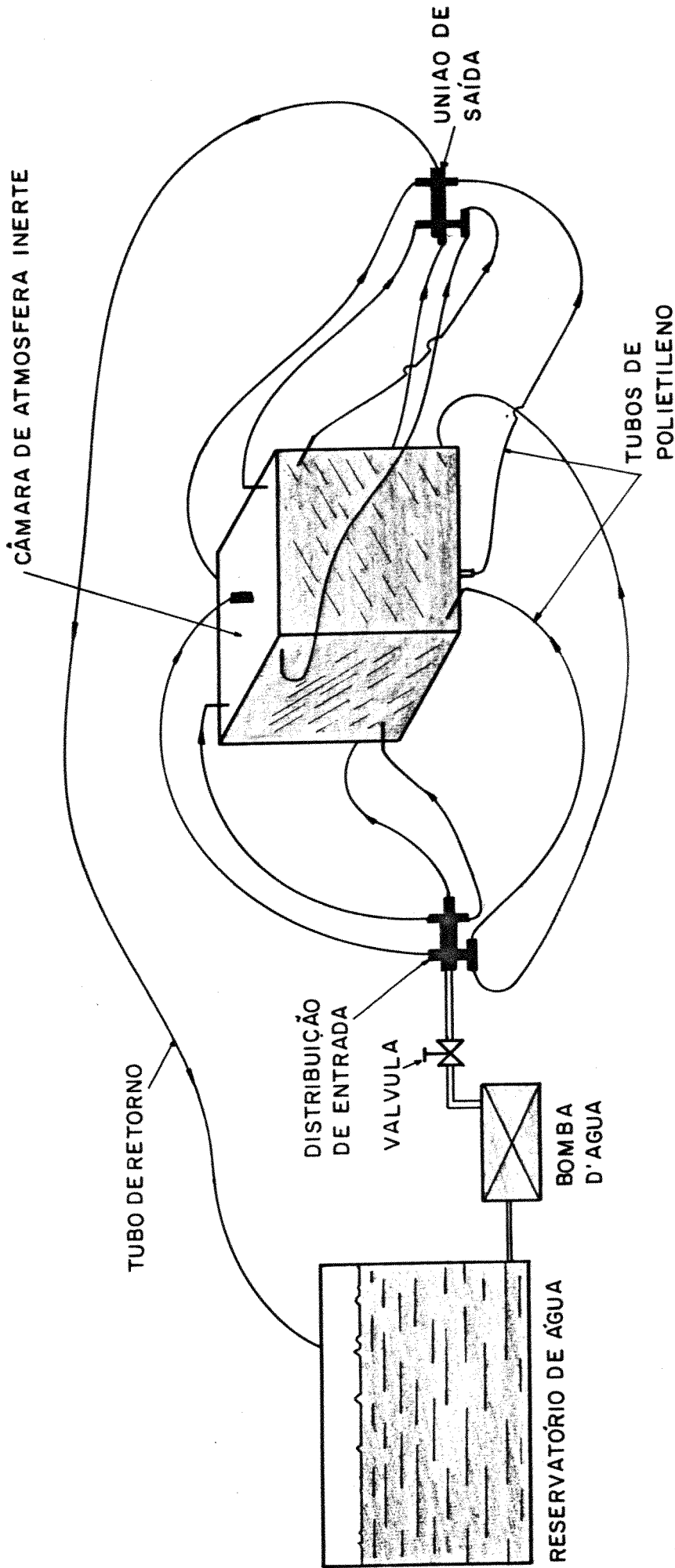


FIGURA 3.11 - Esquema do circuito de refrigeração da câmara

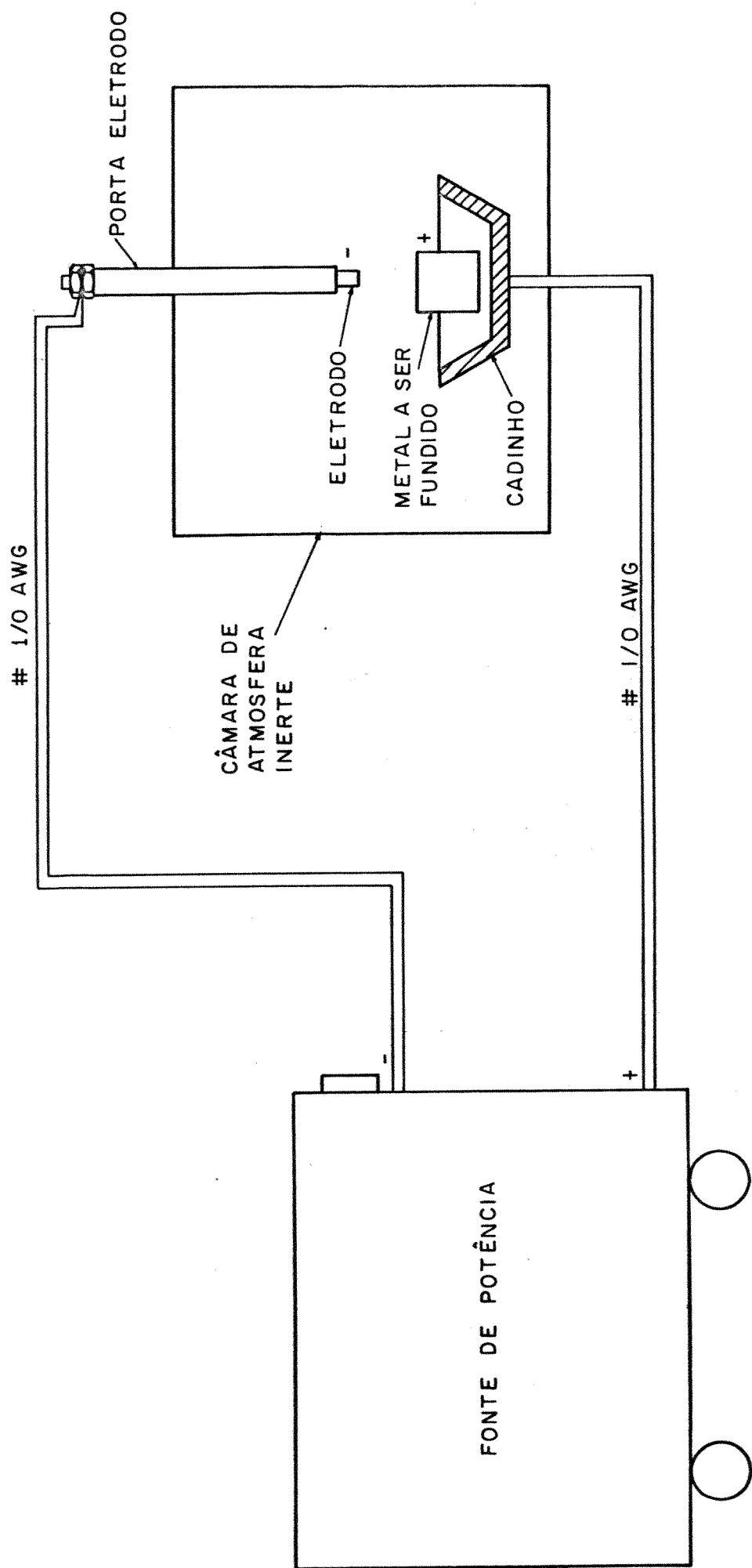


FIGURA 3.12 - Esquema do circuito de potência para o sistema de fusão por arco elétrico.

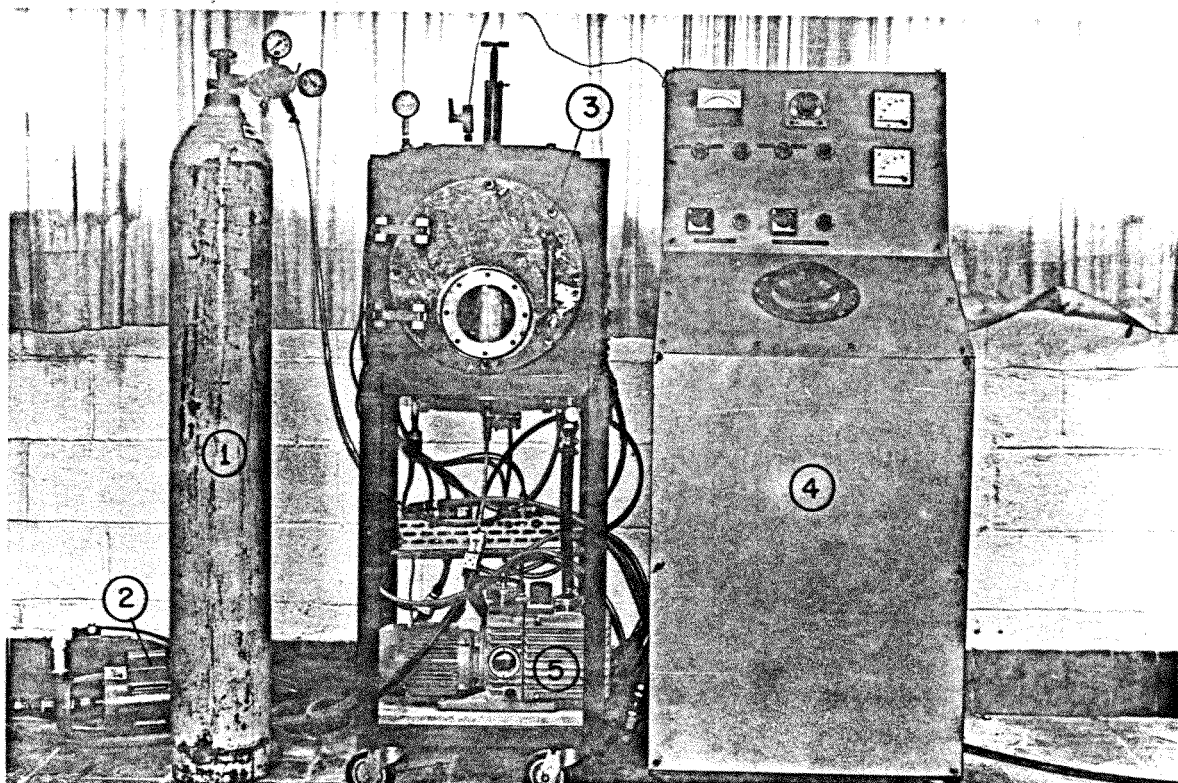


FIGURA 3.13 - Vista geral do sistema de fusão por aquecimento resistivo construído e montado para a fusão de ligas Mg-Ni

1. Cilindro de argônio
2. Bomba d'água
3. Câmara de atmosfera controlada
4. Painel de controle
5. Bomba de vácuo

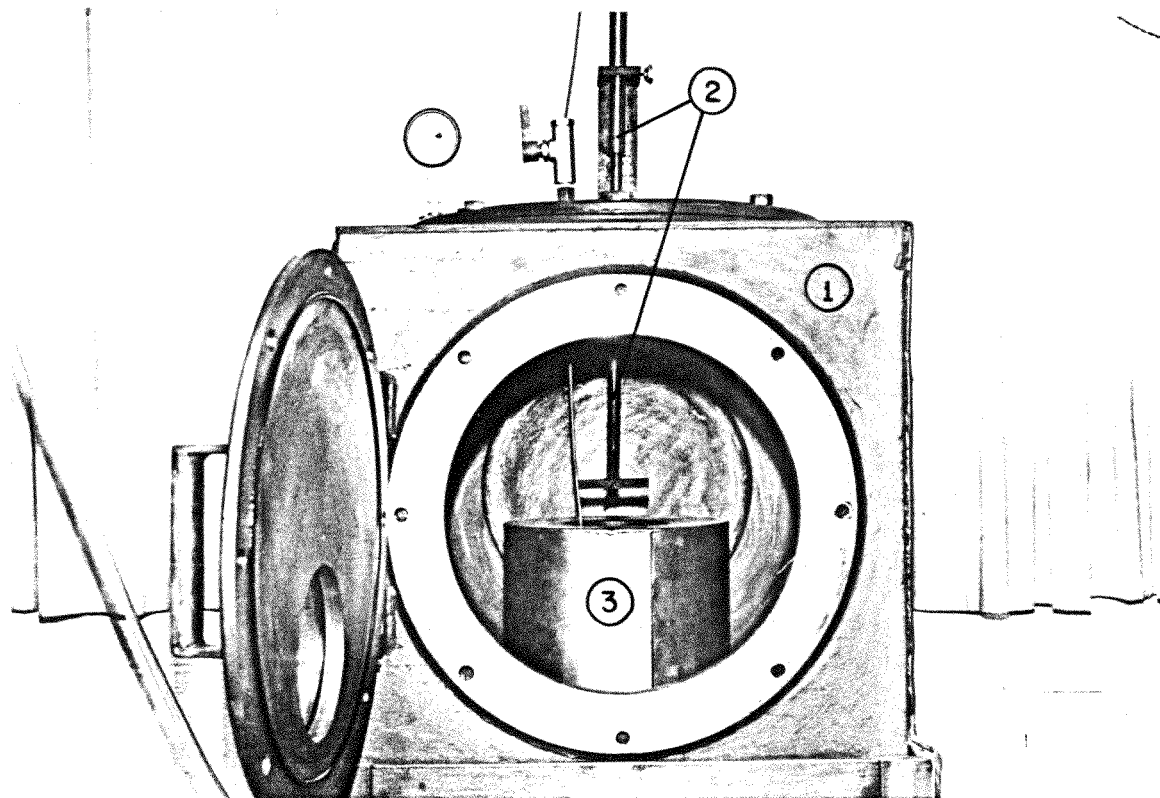


FIGURA 3.14 - Componentes principais do sistema de fusão por aquecimento resistivo.

1. Câmara de atmosfera controlada
2. Agitador de banho
3. Forno de aquecimento resistivo

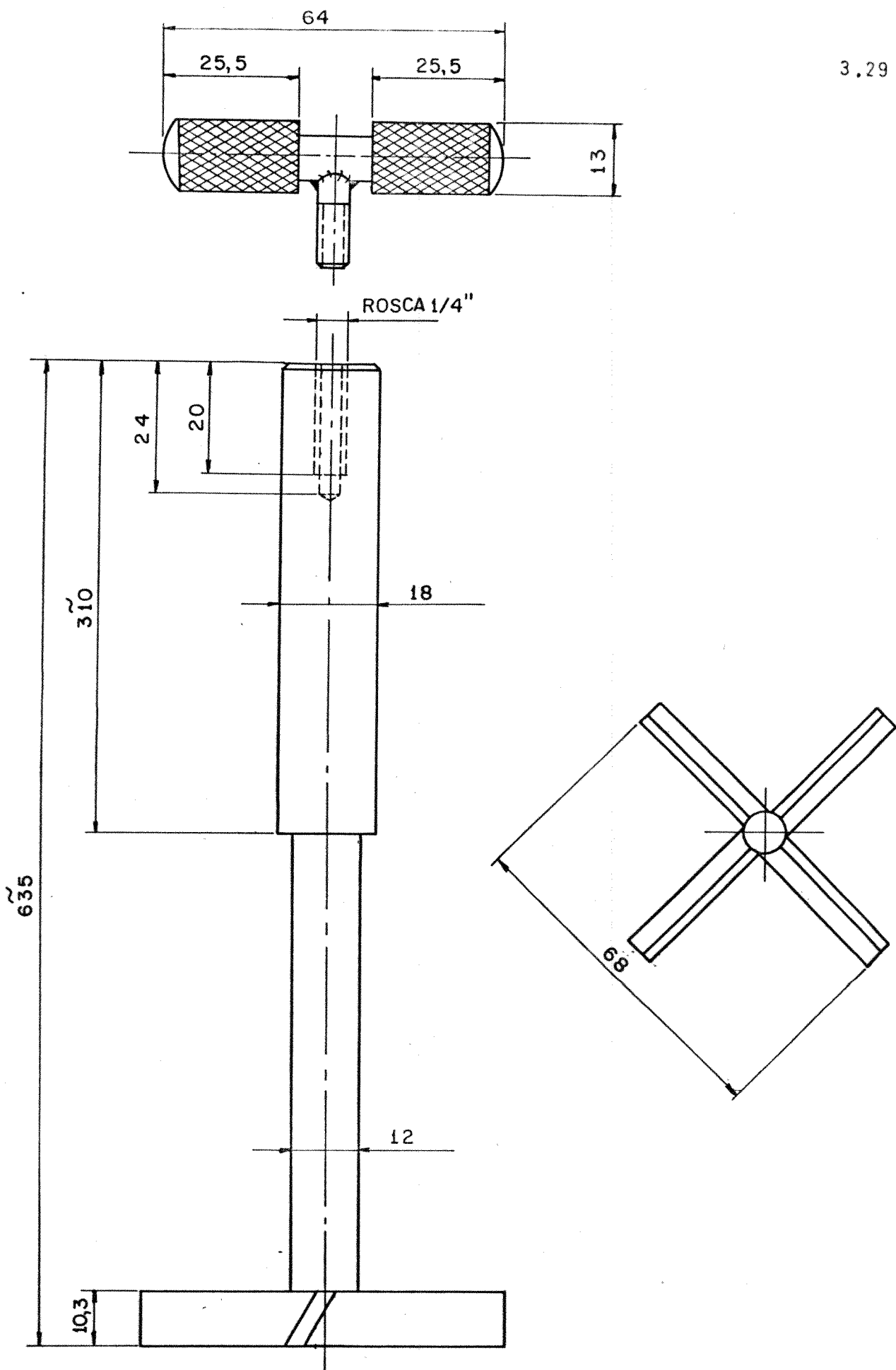


FIGURA 3.15 - Agitador de banho

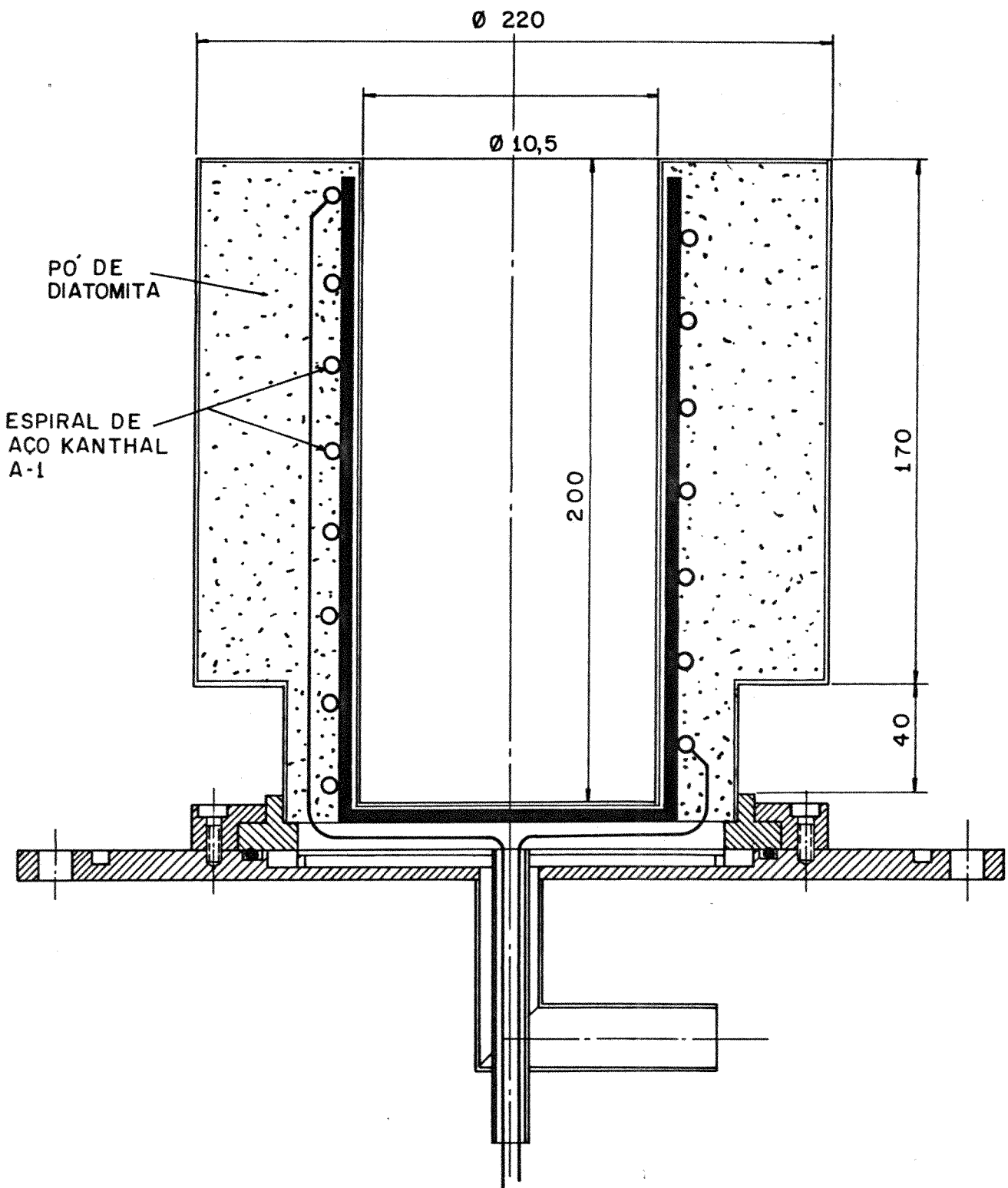
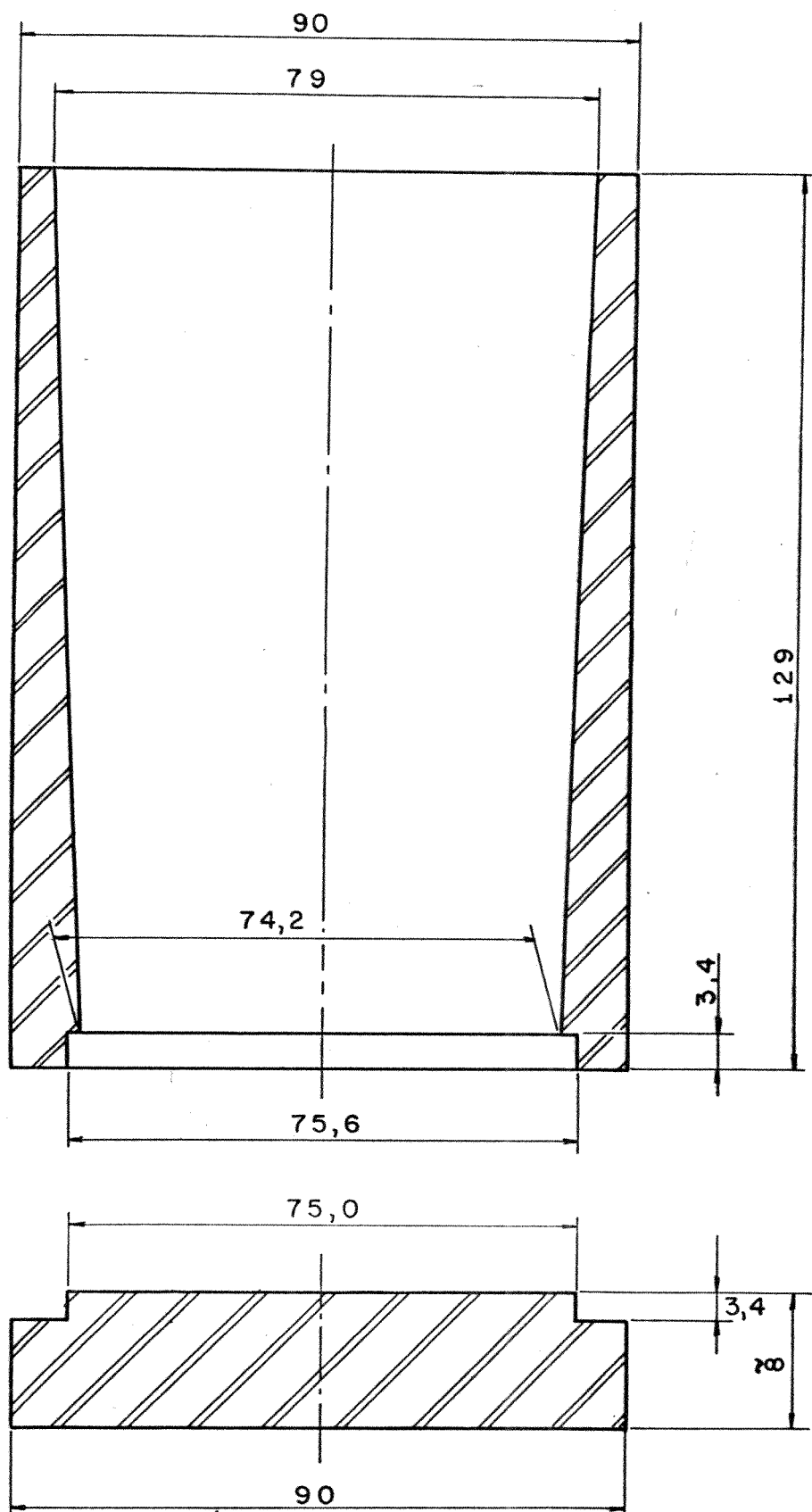
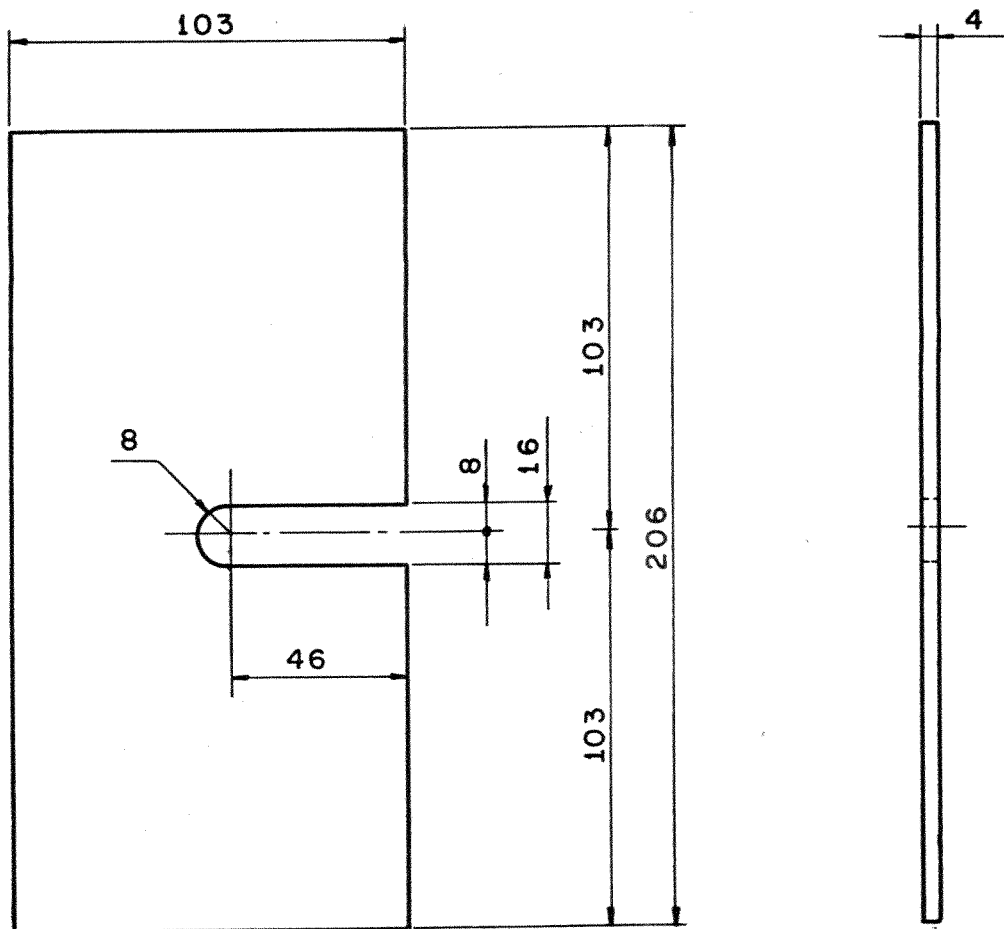


FIGURA 3.16 - Sub-conjunto do acoplamento do forno com aquecimento resistivo.



MATERIAL : ARCO ABNT 1020
ESCALA : 1:1

FIGURA 3.17 - Cadinho para fusão da liga Mg-Ni



MATERIAL = AÇO ABNT 1020

ESCALA = 1:2

FIGURA 3.18 - Tampa para o cadinho para fusão de Ligas Mg-Ni

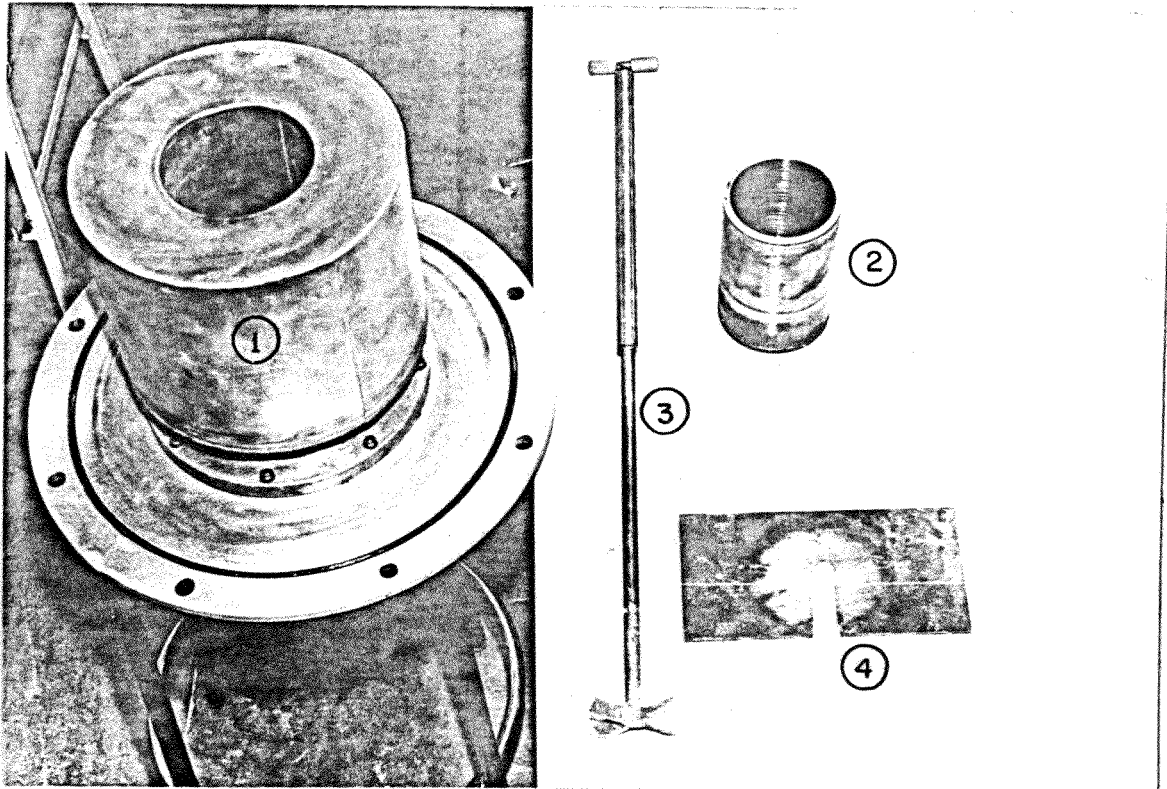


FIGURA 3.19 - Componentes e acessórios do sistema de fusão por aquecimento resistivo.

1. Forno fixo à tampa inferior
2. Cadinho de aço
3. Agitador de banho
4. Tampa do cadinho

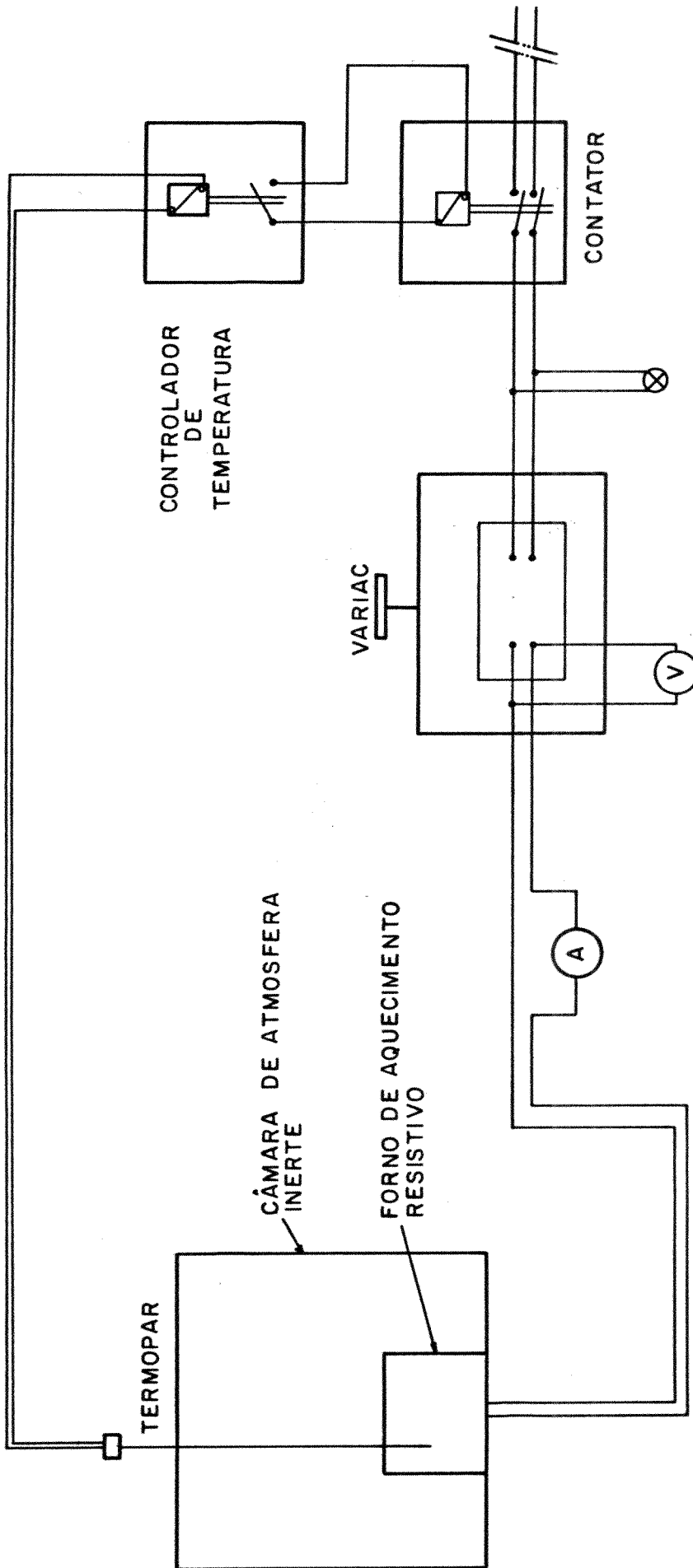


FIGURA 3.20 - Esquema do circuito de potência para o sistema de fusão por aquecimento resistivo.

CAPÍTULO 4UTILIZAÇÃO DOS FORNOS4.1 - FORNO POR AQUECIMENTO RESISTIVO PARA FUSÃO DE LIGAS Mg-Ni4.1.1 - PREPARAÇÃO DA LIGA

O Mg utilizado na preparação da liga foi fabricado pela NORMAC-NORUEGA em forma de almofada de 6 kg com um grau de pureza de 99,8% (ASTM B92-60).

O Ni utilizado foi fabricado pela INCO-CANADA em forma de placas de 8,5 kg com um grau de pureza de 99,95%.

Da almofada de Mg foram serradas pedaços pequenos o suficiente para caberem no cadinho (figura 3.11), para fusão. As superfícies oxidadas que correspondiam à superfície da almofada foram cuidadosamente retiradas com uma lima.

Das placas de Ni foram retirados cavacos na plaina.

Tanto os pedaços de Mg como os cavacos de Ni foram lavados com acetona e secos para a retirada de óleos e gorduras.

Foram preparadas duas ligas, a primeira com 5% em peso de Ni e 95% em peso de Mg e a segunda com 10% em peso de Ni e 50% em peso de Mg, ambos dentro da faixa de composições de interesse para o estudo de armazenagem de H, como foi explicado em 2.1. As quantidades de Mg e de Ni para cada liga foram pesadas numa balança MARTE-1001, e estão tabeladas abaixo:

	Liga 1	Liga 2
% em peso de Mg	95%	90%
% em peso de Ni	5%	10%
massa de Mg [g]	648,0	516,1
massa de Ni [g]	34,1	57,3
massa total [g]	682,1	573,4

4.1.2 - FUSÃO DA LIGA

O cadinho de aço (fig. 3.11) foi lixado para a retirada da camada de óxido formada na sua superfície interna, depois foi lavado com acetona para a retirada de graxa e gorduras e então seco na estufa. No cadinho assim preparado colocou-se o Mg e o Ni já pesados.

O sistema de fusão por aquecimento resistivo (figura 2.4 e foto 3.5) foi montado tomando muito cuidado na limpeza dos anéis de borracha com acetona e na lubrificação destes com graxa de silicone. A parte interna da câmara de atmosfera controlada foi também bem limpa com acetona procurando tirar toda a sujeira existente.

O cadinho com o material a ser fundido foi colocado dentro do forno, o agitador de banho abaixado até a altura do cadinho e foi colocada a tampa do cadinho. Em seguida, a porta da câmara foi fechada, iniciando-se assim a fase de operação do sistema de fusão por aquecimento resistivo. Cada etapa desta operação está descrito abaixo:

1. A válvula de introdução do termopar e também do argônio foram fechadas, e as válvulas do sensor e da bomba de vácuo abertas. No painel, o medidor de vácuo e a bomba de vácuo foram ligados deixando o lastro de gás aberto por 10 minutos com a finalidade de retirar a umidade existente na câmara sem que ela condensasse no óleo da bomba.
2. Decorridos 30 minutos de operação da bomba de vácuo (com o lastro de gás fechado), não tendo a câmara atingido o limite inferior da escala do medidor de vácuo (2 torr) e não se notando mais uma sensível queda de pressão com o funcionamento da bomba, a válvula entre a bomba de vácuo e a câmara foi fechada. Então o gás inerte, argônio, foi admitido no interior da câmara numa vazão em torno de 25l/min, abrindo-se a válvula de admissão de gás situado na parte inferior da câmara. O aumento de pressão até 1 atmosfera foi acompanhado no mano-va

cuômetro quando então a válvula de admissão de Ar foi fechado. Abriu-se então novamente a válvula da bomba de vácuo retirando o Ar da câmara.

3. Decorridos 30 minutos de operação de bomba de vácuo, foi repetida a operação descrita na etapa anterior. Repetiu-se ainda mais uma vez essa operação completando assim, três ciclos de retirada e admissão de Ar, terminando a câmara com atmosfera de Ar a uma pressão levemente superior à atmosférica.

Na última operação de vácuo na câmara, atingiu-se a pressão de 1,5 torr.

A bomba e o medidor de vácuo foram desligados.

4. Ao mesmo tempo a válvula de admissão de Ar com uma vazão em torno de 1ℓ/min e a válvula de esfera foram abertas, introduzindo o termopar até a parede do cadinho. Como o interior da câmara estava a uma pressão superior a 1 atmosfera, quando a válvula para a introdução do termopar foi aberta saiu Ar da câmara, evitando a entrada de Oxigênio. A admissão permanente de Ar durante a fusão garantiu a não entrada de O pela válvula do termopar.

Além desse termopar que é ligado ao controlador de temperatura foi também introduzido um outro termopar ligado a um registrador YOKOGAWA-3047 de dois canais com a finalidade de registrar a cinética de aquecimento, resfriamento e oscilação da temperatura no forno e compará-los com a temperatura marcadas pelo controlador de temperatura.

5. O controlador de temperatura e o transformador variador de voltagem (Variac) foram ligados, ajustando o primeiro para uma temperatura de 670°C e o segundo a uma voltagem de 110V marcada pelo voltímetro, tendo uma corrente de 11,5A marcada pelo amperímetro. O registrador também foi ligado.

6. Quando o cadinho atingiu 200°C, o sistema de

refrigeração foi ligado. Atingida a temperatura de 670°C iniciou-se assim a operação do controle de temperatura pelo controlador, abrindo e fechando a chave magnética. Essa etapa chamarei de tempo de dissolução, admitindo-se que quando a temperatura atingiu 670°C todo o Mg tenha se fundido e iniciou-se então a etapa de dissolução do Ni no Mg líquido.

6. Após 35 minutos de dissolução (35 minutos a 670°C) o banho foi agitado pela primeira vez abaixando o misturador até o fundo do cadinho e dando 12 revoluções. Após a agitação do banho, o misturador foi levantado até sair do banho. Essa operação foi repetida após 45 min. e 55 min. de dissolução.
7. 5 minutos após a terceira agitação do banho (60 min. de dissolução) o variac e o controlador de temperatura foram desligados.
8. Quando a temperatura atingiu 350°C , o registrador e o circuito de refrigeração foram desligados, foi fechado a válvula de Ar e então aberta a porta da câmara. O cadinho foi retirado e colocado ao ar livre para resfriar.
9. O tarugo foi retirado do cadinho quando atingiu a temperatura ambiente, retirando-se o fundo do cadinho e batendo no fundo do tarugo. Pesou-se então o tarugo obtido.

4.2 - FORNO A ARCO ELÉTRICO PARA FUSÃO DE LIGAS Fe-Ti

4.2.1 - PREPARAÇÃO DA LIGA

Foi utilizado na preparação da liga cavacos de usinagem de Ti fabricado pela TIMET-USA com um grau de pureza de 99,2% (ASTM gr 2).

O Fe utilizado foi uma chapa fabricada pela ARMCO STEEL CORP. - USA com um grau de pureza de 99,75%.

Os cavacos de Ti foram primeiramente fervidos em água com detergente para a retirada de graxas e óleos, depois foram lavados com uma solução 50% em volume de ácido clorídrico e 50% em volume de água para a retirada das oxidações. Por fim, foram lavados com acetona e secos na estufa.

Da chapa de Fe foram retirados cavacos na plaina. Esses cavacos foram lavados com acetona e secos na estufa.

Preparou-se 140g de liga Fe-Ti com 50% em peso de Ti e 50% em peso de Fe, liga esta dentro da faixa de composições de interesse para o estudo de armazenagem de H como foi explicado em 2.1. Foram pesados 70,0g de cavacos de Fe e 70,0g de cavacos de Ti numa balança MARTE-1001 e completamente misturados. Essa mistura foi prensada na matriz mostrada na figura 4.1 sob uma pressão de 1500 kg/cm², resultando, num tarugo de 3,2 cm de diâmetro e 5,0 cm de altura.

4.2.2 - FUSÃO DA LIGA

O sistema de fusão por arco elétrico (figura 2.3 e foto 3.1) foi mostrado limpando e lubrificando bem os anéis de borracha com acetona e graxas de silicone. A parte interna da câmara foi cuidadosamente limpa com acetona.

O tarugo de cavacos de Fe e Ti prensados foi colocado no cadinho de cobre exatamente sob o eletrodo de tungstênio. A porta da câmara foi fechada, iniciando-se assim a fase de operação do sistema de fusão por arco elétrico. Cada etapa desta operação está descrita abaixo:

1. Os procedimentos para a substituição do ar existente no interior da câmara por Argônio foram exatamente os mesmos que para o caso da fusão das ligas Mg-Ni. Repetiu-se então as etapas 1, 2 e 3 da operação para a fusão da liga Mg-Ni descritas em 4.1.2, terminando então, ao fim dessas etapas, a câmara com atmosfera de Ar.

2. No painel o sistema de refrigeração foi acionado, refrigerando-se assim o porta-eletrodo, o cadinho e a câmara.
3. O retificador foi ligado regulando-o para 375A.
4. Protegido com luvas de borracha e óculos, o porta-eletrodo foi abaixado girando a manivela da engrenagem. O arco foi aberto tocando o eletrodo de W no tarugo de Fe e Ti. Imediatamente o eletrodo foi afastado para uma distância em forno de 3,5 cm do tarugo com o arco aberto. Rapidamente o tarugo foi sendo fundido, e o eletrodo continuamente abaixado mantendo mais ou menos constante o comprimento do arco em 3,5 cm.
5. Para haver uma melhor homogeneização da liga, prosseguiu-se por 4 minutos a incidência do arco sobre o metal fundido aproximando o eletrodo até a 0,5 cm, do metal provocando com isso a agitação do banho.
6. O porta-eletrodo foi levantado e o retificador desligado.
7. Deixou-se resfriar por mais 20 minutos e então a refrigeração foi desligada. A porta foi aberta e a amostra retirada e pesada.

4.3 - CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS OBTIDAS

4.3.1 - ANÁLISE QUÍMICA

- Ligas Mg-Ni

Foram retiradas limalhas da zona central dos lingotes e medido o teor de Ni por espectrofotometria de absorção atômica.

- Ligas Fe-Ti

Foram retirados pequenos grãos da zona central da liga obtida, por meio da quebra deste com martelo. Esse pó foi analisado quanto ao teor de Fe por espectrofotometria de absorção atômica.

4.3.2 - ANÁLISE METALOGRÁFICA

- Ligas Mg-Ni

Para verificação das estruturas resultantes foram utilizadas observações macroscópicas e microscópicas.

Para a observação macroscópica os lingotes foram seccionados longitudinalmente e uma das partes lixadas mecânica e sucessivamente em lixas de 100, 220, 320, 400 e 600 gramas parafinadas e úmidas. O ataque químico foi efetuado com uma solução de 100 ml de Picral 6%, 10 ml de água e 5 ml de ácido acético glacial.

Para a observação microscópica foram retiradas amostras longitudinais e transversais de duas posições dos lingotes, sendo uma a 2/5 da altura (base) e a outra a 4/5 da altura (topo).

As amostras foram embutidas a frio com resina epoxi e lixadas mecânica e sucessivamente em lixas de 200, 320, 400 e 600 gramas parafinadas e úmidas. Em seguida foram polidas em uma politriz mecânica em pasta de diamante de 6 μ , 3 μ , 1 μ e 0,1 μ sucessivamente.

As amostras foram analisadas micrograficamente e fotografadas num banco metalográfico PME OLYMPUS e no Microscópio Eletrônico de Varredura - Cambridge S4-10 com detetor de energia não dispersiva da LINK para micro análise.

- Ligas Fe-Ti

Para a verificação das estruturas resultantes foi utilizada observação microscópica. Para is-

so foi retirada uma amostra longitudinal da liga obtida e embutida a frio com resina epoxi. A amostra foi lixada sem parafina numa sequência de lixas como feito para as amostras de liga Mg-Ni. O polimento foi efetuado em pastas de diâmetro de 6 μ , 3 μ , 1 μ e 0,5 μ sucessivamente. Em seguida a amostra foi atacada quimicamente com uma solução de 2,5 ml de HF, 2,5 ml de HNO₃ e 95 ml de H₂O.

A amostra foi analisada micrograficamente e fotografada utilizando-se os mesmos equipamentos que foram utilizados para as amostras de liga Mg-Ni.

4.3.3 - HIDRETAÇÃO

- Ligas Mg-Ni

Retirou-se amostras da zona central de cada um dos dois lingotes obtidos com uma furadeira com broca frezadora. Também retirou-se amostras da almofada de Mg puro da mesma maneira. As amostras de grãos entre 0,833 mm e 0,295 mm de diâmetro (20 a 48 MESH) foram separadas e lavadas com acetona e secas na estufa. As amostras foram pesadas numa balança analítica METTLER H10 e tiveram os seguintes pesos:

Mg puro	4,0025g
Liga 5% Ni 95% Mg	4,4363g
Liga 10% Ni 90% Mg	4,0477g

Utilizando-se o sistema de hidretação mostrado esquematicamente na figura 4.2, testou-se as três amostras seguindo-se as seguintes etapas:

1. A amostra foi colocada no reator cujo volume foi completada com quartzo para evitar o espalhamento da amostra pelo resto do sistema. O reator foi então acoplado ao circuito.

2. Todo o sistema foi evacuado (incluindo-se então o reator com a amostra) até 5.10^{-1} torr.
3. O reator foi aquecido até 400°C .
4. Admitiu-se então H ao sistema numa pressão de $12,0 \text{ kg/cm}^2$ e fechou-se a válvula de entrada do H, isolando-o. O reator mantido a 400°C , e assim sob pressão, foi mantido por 1 hora.
5. Todo o sistema foi evacuado até 5.10^{-1} torr mantendo o reator a 400°C .
6. Admitiu-se novamente H ao sistema numa pressão de $12,0 \text{ kg/cm}^2$ e como na etapa 4, o reator foi mantido a 400°C por hora.
7. As etapas 5 e 6 foram novamente repetidas. Com esses ciclos de hidrogenação e vácuo esperou-se que ativasse a amostra quebrando as finas camadas de óxidos que cobriam os grãos, e se iniciasse a hidretação da liga.
8. O forno foi desligado e quando o reator atingiu 250°C o reator foi retirado do forno e rapidamente resfriado até a temperatura ambiente. Com isso o H que tivesse sido armazenado assim permaneceria.
9. O sistema foi evacuado até 5.10^{-1} torr
10. O reator foi aquecido até 300°C e mantido a essa temperatura por 10 minutos.
11. O sistema foi evacuado e o H retirado (que corresponde ao H armazenado pela liga) foi coletado no tubo possibilitando a medida de seu volume.

- Ligas Fe-Ti

A liga Fe-Ti de 50% em peso de Fe e 50% em peso de Ti obtida por fusão a arco elétrico foi pulverizada por marteladas. Os grãos de $3,962 \text{ mm}$ a $0,991 \text{ mm}$ de diâmetro (5 a 16 MESH) foram pesadas numa balança analítica METTLER H-10 pesando

22,2795g constituindo a amostra para o ensaio de hidretação da liga.

Utilizou-se o mesmo sistema de hidretação utilizada para a hidretação das ligas Mg-Ni, seguindo-se as seguintes etapas:

1. A amostra foi colocada no reator cujo volume foi completada com quartzo para evitar o espalhamento da amostra pelo resto do sistema. O reator foi então acoplado ao circuito.
2. Evacuou-se todo o sistema até 5.10^{-1} torr.
3. Iniciou-se o aquecimento do reator até 400°C com a bomba de vácuo ligada.
4. Com o reator a 400°C , desligou-se a bomba de vácuo e admitiu-se H ao sistema numa pressão de $7,0 \text{ kg/cm}^2$. Mantendo o reator a 400°C , deixou-se a esta pressão por 30 minutos. Com isso esperou-se que tenha se quebrado algum filme de óxido que estivesse envolvendo os grãos.
5. Com o reator a 400°C , evacuou-se o sistema até 5.10^{-1} torr. Assim, todo o H armazenado foi retirado.
6. O reator foi resfriado até a temperatura ambiente. Admitiu-se então H ao sistema numa pressão constante (isto é, cilindro aberto) de $11,5 \text{ kg/cm}^2$ por 1 hora.
7. Fechou-se a válvula do reator isolando-o. A entrada de H foi fechado e o sistema, a menos do reator, evacuado até 5.10^{-1} torr.
8. Aqueceu-se o reator até 150°C e manteve-se por 10 min à essa temperatura. Com isso todo o H armazenado foi liberado.
9. A válvula do reator foi aberta e o sistema evacuado. O H evacuado foi coletado no cilindro possibilitando a medida de seu volume.

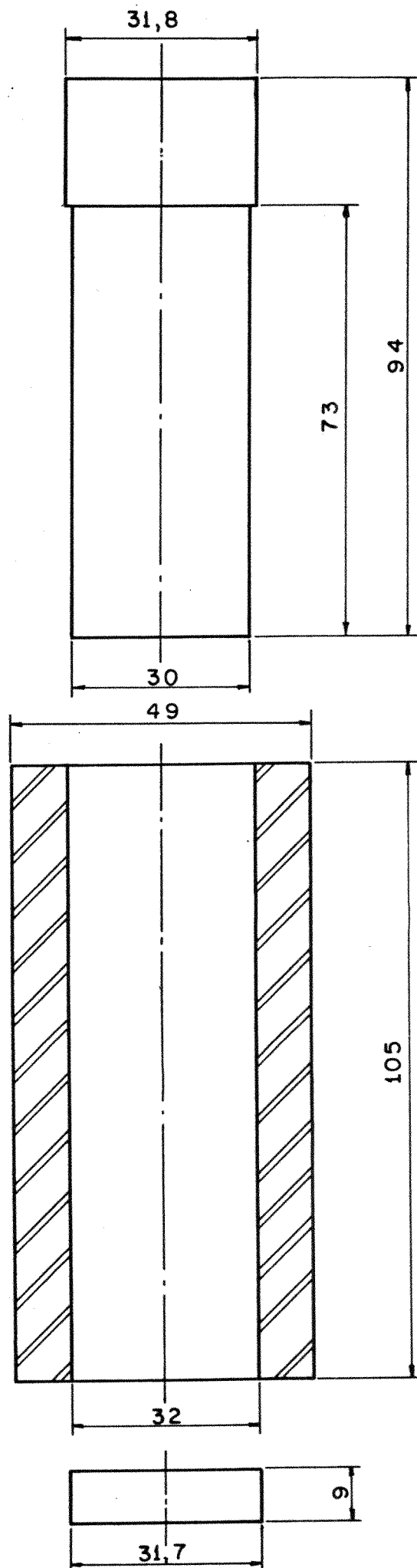


FIGURA 4.1 - Matriz para prensagem de limalha de Fe e Ti para fusão por arco elétrico.

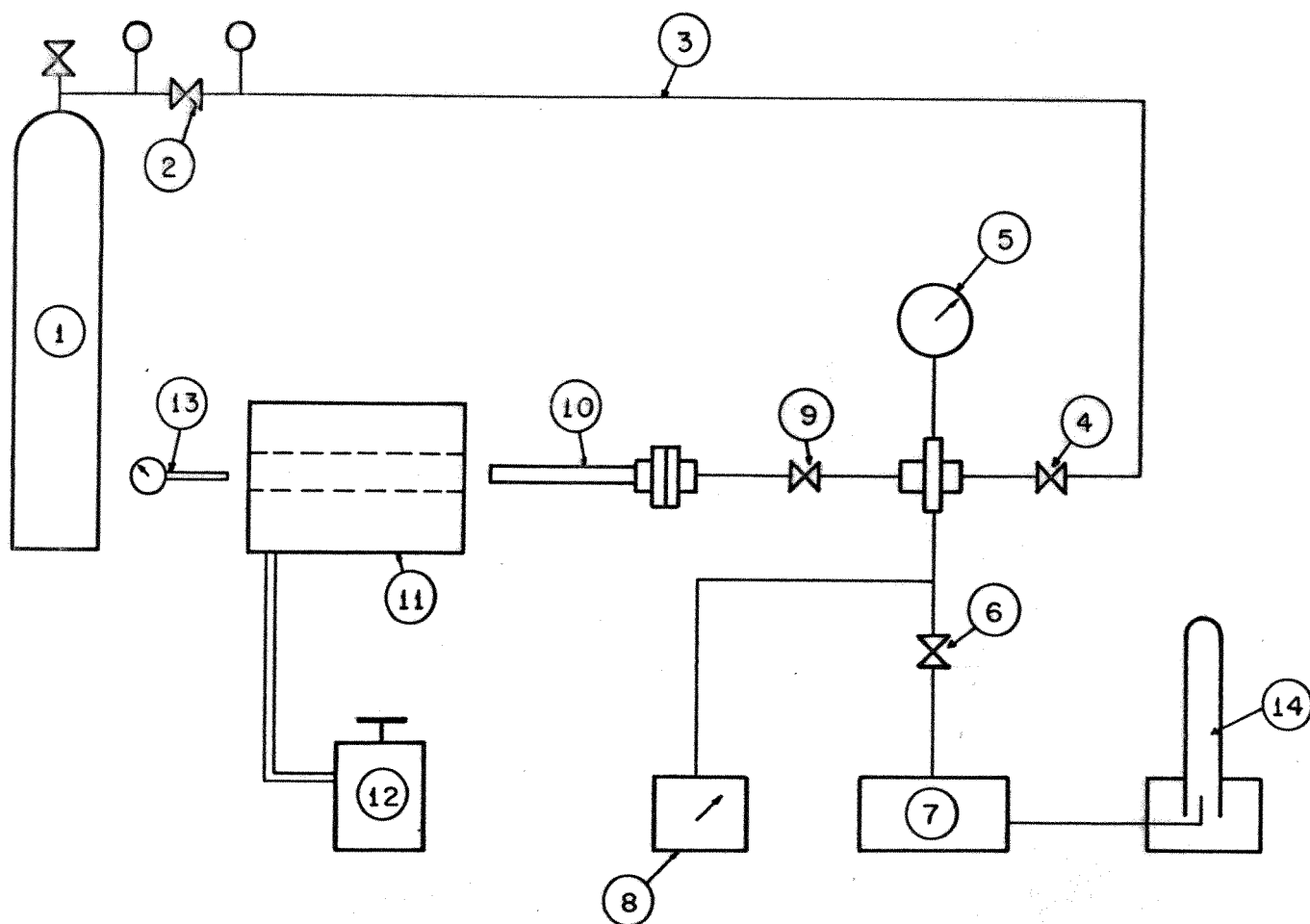


FIGURA 4.2 - Esquema do sistema de hidrogenação de ligas para armazenagem de H.

- 1 Cilindro de H ultra-puro
- 2 Válvula redutora
- 3 Linha que leva H ao sistema
- 4 Válvula que controla a entrada do H no sistema
- 5 Manômetro
- 6 Válvula do sistema de vácuo
- 7 Bomba de vácuo
- 8 Medidor de vácuo
- 9 Válvula do reator
- 10 Reator de aço inoxidável de 60 ml
- 11 Forno com aquecimento resistivo
- 12 Variador de voltagem
- 13 Termômetro bimetalico
- 14 Medidor de volume do H armazenado

CAPÍTULO 5

RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 - FUSÃO POR AQUECIMENTO RESISTIVO DE LIGAS Mg-Ni

Os resultados das fusões que caracterizam o sistema de fusão por aquecimento resistivo estão apresentados na Tabela 5.1.

	LIGA Mg-Ni 5% EM PESO DE Ni	LIGA Mg-Ni 10% EM PESO DE Ni
peso total inicial [g]	681,1	573,4
peso total após a fusão [g]	676,6	570,5
peso perdido durante a fusão [%]	0,81%	0,51%
temperatura ajustada no controlador [°C]	670	670
oscilação da temperatura de ajuste [°C]	±5	±5
tempo de aquecimento [min] ₍₁₎	90	83
taxa de aquecimento [°C/min] ₍₂₎	7,17	7,77
taxa de resfriamento [°C/min] ₍₃₎	3,85	5,00
<p>(1) chamou-se tempo de aquecimento o tempo que demorou para o topo da lingoteira atingir 670°C.</p> <p>(2) taxa de aquecimento = 670 - temperatura ambiente/tempo aquecimento.</p> <p>(3) a taxa de resfriamento foi medida no topo da lingoteira.</p>		

TABELA 5.1 - Resultados e parâmetros das fusões das ligas Mg-Ni no forno por aquecimento resistivo.

O peso perdido durante a fusão é certamente devido a evaporação do Mg, que tem a pressão de vapor elevada (na or-

dem de 1mm de Hg a 600°C). Essa evaporação foi pequena e esperada, sendo responsável por uma variação no teor de Mg na liga obtida da ordem de apenas 0,05%. Deve-se ressaltar que, sem dúvida, a tampa no forno muito ajudou para esse baixo valor de perda de Mg.

A oscilação da temperatura em torno da temperatura ajustada no controlador de temperatura foi muito pequena, indicando que temos um ótimo controle do forno quanto à temperatura de ajuste. Esse fino controle foi certamente um fator determinante também para a pequena perda de Mg por evaporação.

A taxa de aquecimento foi boa levando-se em conta o alto calor específico do Mg ($1029 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$) e o baixo valor de voltagem utilizado (110V) sendo que o variac acoplado ao sistema permite alcançar até o dobro desse valor (220V).

O vácuo atingido foi baixo, atingindo apenas 2 torr, quando 10^{-1} torr era desejável. Isso foi devido a vazamentos detectados nas flanges laterais e traseira que tem como causa o mal acabamento da superfície destas, não permitindo uma boa vedação pelo anel de borracha. Porém, devido ao fato de termos feito vários ciclos de limpeza da câmara com Ar, não tivemos alto teor de O dentro da câmara, o que ocasionaria, durante a fusão, a inflamação do Mg. Assim sendo, o sistema de gás inerte cumpriu a sua finalidade, apesar da baixa qualidade de vácuo conseguida.

O agitador do banho, aquecendo apenas levemente, permitiu um fácil manejo tanto em seu movimento rotacional quanto vertical.

A refrigeração das paredes tiveram um ótimo desempenho mantendo as paredes frias, não havendo assim prejuízos aos anéis de borracha (o-rings) nem perigo de queimaduras.

A tampa teve de ser invertida em 180° ficando o visor localizado na parte superior da parede. Isso permitiu acompanhar a subida e a descida do agitador de banho até a parte superior do cadinho, não permitindo porém a visão da superfície do banho, devido a diferença de altura entre o forno e o cadinho.

Esse problema pode ser contornado fazendo-se um cadinho mais alto, acarretando então no aumento da quantidade de

liga possível de ser fundida. Apesar do vapor de Mg que se condensou no vidro do visor, foi facilmente visível o interior da câmara quando o forno estava rubro devido à luminosidade que ele irradiava. Porém, quando isso não acontecia, o interior da câmara só podia ser visto iluminando-o com uma lanterna.

Conclui-se então que o forno com aquecimento resistivo teve um bom desempenho no que se refere à oxidação e evaporação do Mg, controle de temperatura, agitação de banho e refrigeração da câmara.

5.2 - FUSÃO A ARCO ELÉTRICO DE LIGA Fe-Ti

Os resultados das fusões que caracterizam o sistema de fusão a arco elétrico estão apresentados abaixo:

peso total inicial [g]	140,0
peso total final [g]	140,0
peso perdido durante a fusão [%]	0
tempo para fundir o tarugo [min]	1,0
tempo de homogeneização	4,0
comprimento do arco mantido durante a fusão [cm]	3,5
diâmetro do arco no comprimento acima [cm]	2,5

Não houve nenhuma perda de material nessa fusão, como se deveria esperar pois as temperaturas de ebulição tanto do Fe como do Ti são muito elevadas.

O tempo para fundir o tarugo foi em torno do calculado em 2.5 (1,5min). A fusão foi rápida pois o diâmetro do arco, quando este era mantido com um comprimento de 3,5cm, era em torno de 2,5cm, abrangendo assim quase toda área do tarugo de diâmetro 3,2cm. O comprimento do arco foi mantido a 3,5 cm pois foi o comprimento ótimo observado quanto à estabilidade e intensidade.

O tempo de homogeneização de 4 minutos foi o suficiente para que fosse variado o comprimento do arco, provocando pequenas agitações no banho quando este era curto, e um aquecimento geral na liga fundida quando o comprimento era longo. Pretendeu-se com isso homogeneizar bem a liga.

O vácuo atingido na operação de substituir o ar por argônio dentro da câmara foi como na fusão da liga Mg-Ni, atingindo apenas 2 torr, quando 10^{-1} torr era desejável.

A liga fundida apresentou uma superfície muito lisa e limpa na face solidificada em contacto com o cadinho, porém apresentou na face solidificada em contacto com o argônio uma camada de escória, áspera e escura de até 1mm de profundidade. Certamente essa camada de escória que sobrenadou o metal líquido é resultante dos cavacos oxidados de Ti utilizados, e da oxidação ocorrida durante a fusão da liga devido a presença de O no interior da câmara. Acredito que a porção devida à oxidação durante a fusão seja menos da metade do volume de escória formada pois os vários ciclos de limpeza realizadas na câmara com Ar resultou numa atmosfera com nível de O bem baixo.

O movimento vertical do porta eletrodo foi conseguido de maneira confortável e precisa pelo sistema construído, e a abertura do arco elétrico foi facilmente conseguida tocando-se leve e rapidamente o tarugo com o eletrodo de W.

A refrigeração comportou-se muito bem, não se notando nenhum aquecimento na parte externa do porta eletrodo, na tampa inferior onde está assentado o cadinho, e nas paredes refrigeradas. Somente a tampa da câmara teve um leve aquecimento.

Como no caso da fusão da liga Mg-Ni, na porta da câmara foi montado girando-a por 180° , ficando o visor na parte superior da parede, possibilitando-se assim uma visão melhor do arco elétrico e do metal fundido do que na posição normal.

Uma maior quantidade de material poderia ser fundida de cada vez se o porta-eletrodo pudesse ter um movimento horizontal, permitindo-se assim incidir o arco elétrico numa área maior.

Conclui-se que o forno a arco elétrico na fusão da liga Fe-Ti teve um bom desempenho no que se refere à abertura e controle do arco elétrico, refrigeração do porta eletrodo, do cadinho e da câmara.

Melhorando o vácuo, ter-se-á um menor teor de O da câmara, diminuindo a oxidação, melhorando assim a liga obtida. O fator mais importante para a melhoria da qualidade da liga é utilizar cavacos menos oxidados de Ti.

5.3 - ANÁLISE QUÍMICA

Os resultados das análises químicas foram as seguintes:

Liga Mg-Ni (5% Ni)	5,48% Ni
Liga Mg-Ni (10% Ni)	10,54% Ni
Liga Fe-Ti (50% Fe)	50,45% Fe

As análises químicas do Ni nas duas ligas Mg-Ni foram feitas para se ter uma idéia da homogeneidade do lingote e do grau de difusão do Ni no Mg líquido.

As diferenças nos teores de Ni nas duas ligas não tem como causa a evaporação do Mg durante a fusão pois a perda de Mg justificaria apenas um aumento de teor de Ni da ordem de 0,05%. A causa dessas diferenças foi a heterogeneidade em ambos os lingotes no teor de Ni ao longo do lingote. Esse fato foi confirmado pelas análises micrográficas em ambos os lingotes.

Os resultados das análises indicam que certamente todo o Ni foi difundido no Mg líquido pois são resultados de amostragem do meio dos lingotes (onde temos certamente uma amostragem do teor de Ni médio do lingote) e ambos excederem o teor nominal das ligas.

A análise química do Fe na liga Fe-Ti foi feita para se ter uma idéia da composição real da liga devido ao aparecimento da escória. A diferença no teor de Fe e do teor de Ti sugere que a escória seja realmente, como foi discutida em 5.1, a parte oxidada das limalhas de Ti utilizadas e o Ti oxidado devido à presença de O na atmosfera da câmara.

5.4 - ANÁLISE METALOGRÁFICA

- Ligas Mg-Ni

As figuras 5.1 e 5.2 mostram respectivamente as microestruturas dos lingotes com 5% de Ni e 10% de Ni.

Observou-se a inexistência de cavacos de Ni nos dois lingotes indicando que as fusões foram efetivos no que se refere à total difusão do Ni no Mg líquido.

A granulação é fina e homogênea nos dois lingotes, o que facilita a pulverização da liga para o uso em armazenagem de H.

No lingote com 10% de Ni observou-se porosidade numa região central que certamente não comprometeria seriamente a liga na armazenagem de H.

As figuras 5.3 e 5.4 mostram as microestruturas observadas nos lingotes de liga Mg-Ni com 5% Ni e 10% Ni respectivamente. Em ambos os lingotes observamos dendritas de Mg e eutético interdendrítico de Mg e composto intermetálico Mg_2Ni . Como esperávamos, na liga com maior teor de Ni observamos uma maior quantidade de eutético. Indicando uma heterogeneidade na distribuição de Ni ao longo do lingote, observamos nos dois lingotes diferença na quantidade de eutético entre o topo e base, apresentando maior quantidade na base que no topo. Esse fato deve-se certamente à maior densidade do Ni e à agitação insuficiente do banho.

Analisando qualitativamente Mg e Ni nas amostras por micro análise e por mapeamento em imagem de RX foi confirmada a inexistência de Ni nas dendritas (Mg primário) e a existência de Mg e Ni no eutético.

Conclui-se que a estrutura obtida foi muito boa para armazenagem de H, podendo-se esperar um bom desempenho do composto intermetálico (disperso na região interdendrítica) como catalisador da reação de hidretação do Mg (na forma dendrítica).

- Liga Fe-Ti

O botão de liga Fe-Ti obtida na fusão por arco elétrico apresentou duas regiões de microestrutura completamente diferentes. A figura 5.5 mostra as microestruturas observadas na região da base e na zona intermediária do botão fundido e a figura 5.6 mostra a microestrutura observada na região do topo desse botão fundido.

A região da base do botão, estando em contacto com o cadinho refrigerado, teve uma alta cinética de extração de

calor, justificando assim a microestrutura de dendritas bem direcionadas (figura 5.5, a e b). Análise qualitativa de Fe e Ti por micro análise e por mapeamento em RX nessa região mostrou a existência de Fe e de Ti em quantidades equivalentes na região dendrítica e na região interdendrítica. Conclui-se então que as dendritas são constituídas certamente de composto intermetálico FeTi assim como a região interdendrítica. Pelo diagrama de fases prevê-se uma estrutura quase total de FeTi e uma mínima quantidade de fase α (Ti na estrutura HC), fase esta não observada nessa região.

A região do topo do botão, estando afastada do cadinho refrigerado e sendo atingida pelo calor do arco elétrico durante toda a operação de fusão, teve uma cinética de extração de calor baixa, resultando assim a microestrutura de uma fase dispersa numa matriz (figura 5.6, a e b). Análise qualitativa de Fe e Ti por micro análise e por mapeamento em RX nessa região mostrou a existência de Fe e Ti tanto na matriz e na fase dispersa. Apresentou algumas pequenas regiões onde só havia Ti, sendo regiões de fase α , previsto pelo diagrama de fases. A matriz é certamente constituída de composto intermetálico Fe-Ti. A fase dispersa é certamente constituído pelo composto intermetálico Fe_2Ti , cuja presença é prevista e estável em ligas de até 46,7% de Ti. É provável que o excesso de Ti resultante da formação de Fe_2Ti tenha uma parte formada a fase α e a outra parte oxidada, sendo eliminada na escória.

Como o hidreto TiH_2 é muito estável e o composto intermetálico Fe_2Ti não absorve H [8], suas presenças são indesejáveis na liga para armazenagem de H. A estrutura da liga Fe-Ti obtida, não apresentando quantidades significantes de fase α e não justificando assim o aparecimento de grandes quantidades de Fe_2Ti , foi relativamente boa, sendo quase somente constituída de FeTi como era desejada.

5.5 - HIDRETAÇÃO

- Liga Mg-Ni

Os resultados dos ensaios de hidretação das ligas

Mg-Ni e do Mg puro estão apresentados na tabela 5.2.

	Mg PURO	LIGA Mg-Ti 5% Ni	LIGA Mg-Ni 10% Ni
Peso da amostra (g)	4,0025	4,4363	4,0477
Volume de H armazenado (ml)	50	530	450
Peso do H armazenado (g)	$4,1 \cdot 10^{-3}$	$43,0 \cdot 10^{-3}$	$36,5 \cdot 10^{-3}$
Peso do H armazenável (g) ₍₁₎	$330 \cdot 10^{-3}$	$336 \cdot 10^{-3}$	$334 \cdot 10^{-3}$
Volume de H armazenável (ml)	4064	4507	4113
Rendimento da liga (%) ₍₂₎	1,2	11,7	10,9

(₁) Considerando que as ligas sejam constituídas praticamente só de Mg, desprezando o composto intermetálico Mg₂Ni, temos após a hidretação, MgH₂, sendo então possível armazenar 8,2% do peso do Mg. [5,6].

(₂) (H armazenado x 100)/H armazenável idealmente.

TABELA 5.2 - Resultados dos ensaios de hidretação das ligas Mg-Ni e do Mg puro

Comparando-se as ligas Mg-Ni e o Mg puro confirma-se a função catalizadora do composto intermetálico Mg₂Ni na reação de hidretação do Mg, apresentando um rendimento dez vezes superior quando ela se fez presente. O baixo rendimento alcançado pelas ligas Mg-Ni pode ser explicado pelo número insuficiente de ciclos de hidretação e desidretação e também apesar de termos utilizado a pressão de H no limite do nosso sistema, esta ficou aquém da pressão ótima para ensaios de hidretação que seria em torno de 27 kg/cm² [7].

Os ensaios efetuados, tendo a finalidade de dar uma idéia de comportamento das ligas MgNi na armazenagem de H cumpriram suas finalidades mostrando as boas perspectivas que oferecem estas ligas obtidas no forno construído.

- Liga Fe-Ti

Os resultados do ensaio de hidretação da liga Fe-Ti fundida com 50% Fe e 50% Ti foram os seguintes:

peso da amostra	22,2785g
volume de H armazenado	2130 ml
peso do H armazenado	0,17g
peso do H armazenável	0,43g
volume do H armazenável	5295 ml
Rendimento da liga	39,5%

O peso do H armazenável foi calculado considerando-se a liga composta somente do composto intermetálico FeTi, ocorrendo na hidretação a reação $\text{FeTiH}_{0,1} \rightarrow \text{FeTiH}_2$ sendo então possível armazenar 1,93% do peso de FeTi [5].

O rendimento da liga durante o teste de hidretação foi muito bom apresentando um índice de 39,5% pois experiências realizadas mostram que um maior número de ciclos de hidretação e desidretação e maior pressão (65 kg/cm²) são necessárias para ativar otimamente a liga e ter-se um alto rendimento na armazenagem de H [8].

Deste teste de hidretação, que teve a finalidade de dar uma idéia do comportamento da liga obtida na armazenagem de H, conclui-se que a liga terá um bom desempenho na operação de hidretação e desidretação.

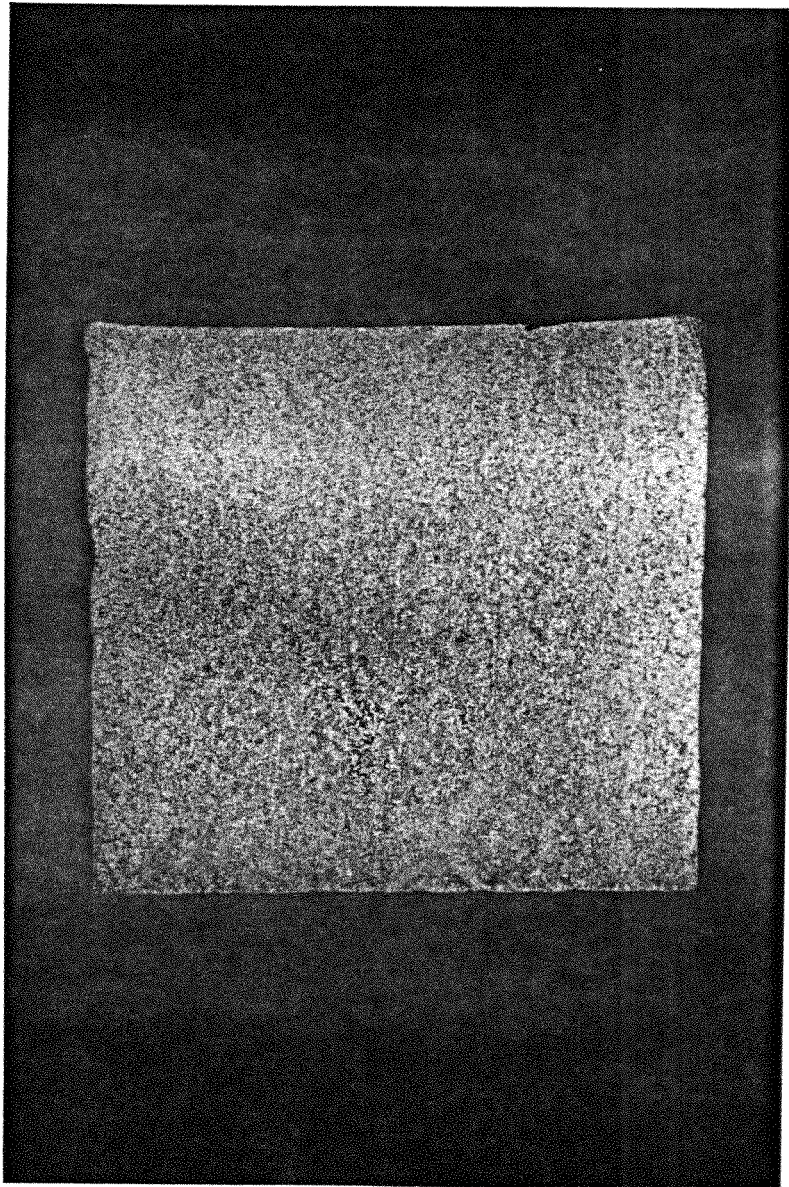


FIGURA 5.1 - Macroestrutura longitudinal da liga
Mg-Ni com 5% Ni.

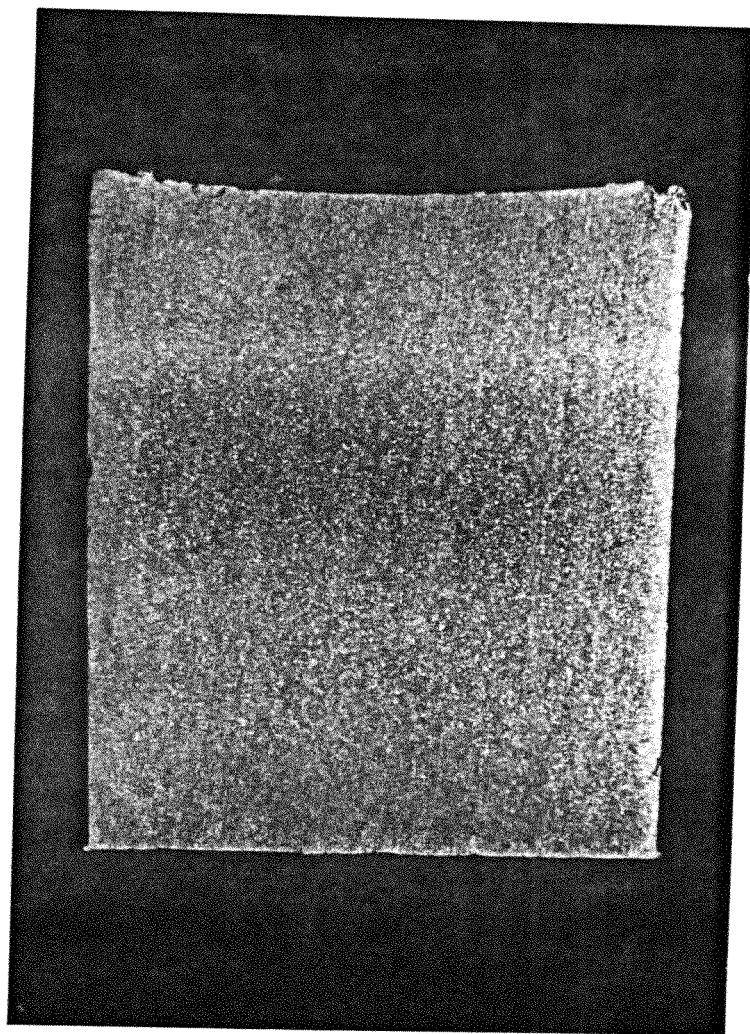
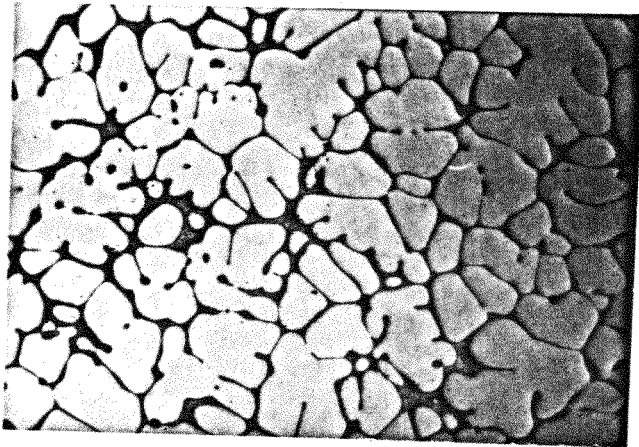
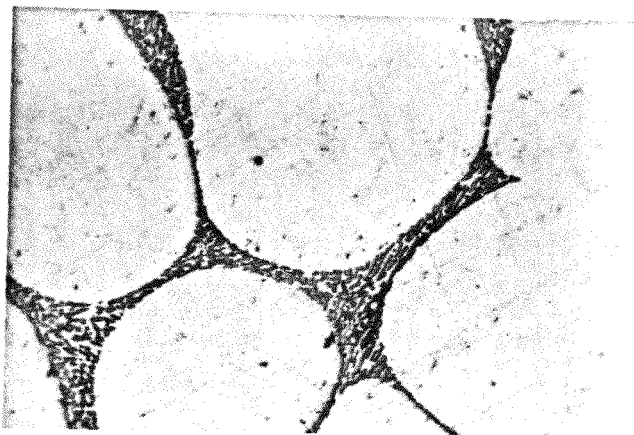


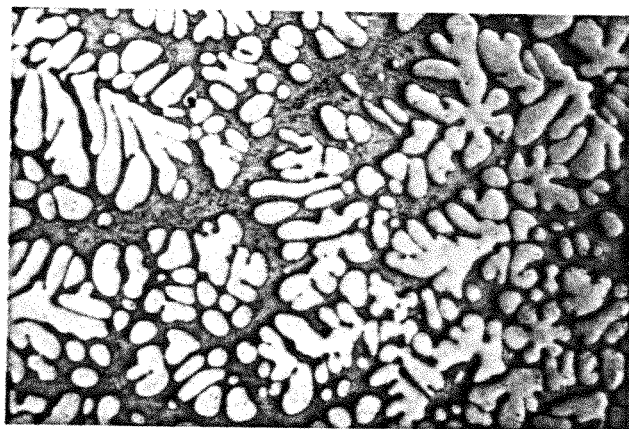
FIGURA 5.2 - Macroestrutura longitudinal da liga
Mg-Ni com 10% Ni.



(a)



(b)



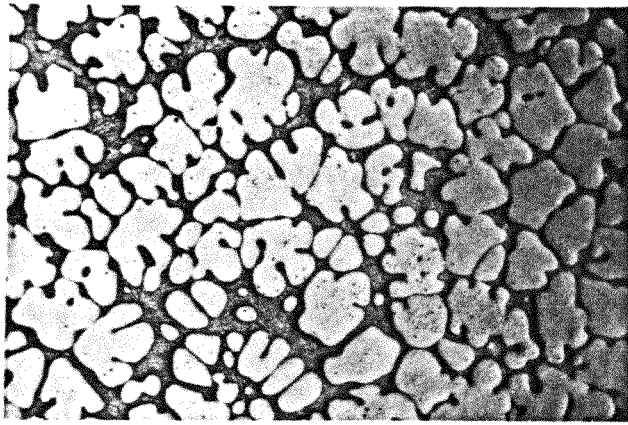
(c)

FIGURA 5.3 - Microestruturas longitudinais da liga Mg-Ni com 5% de Ni.

(a) topo do lingote. Aumento 37,5 X

(b) topo do lingote. Aumento 400 X

(c) base do lingote. Aumento 37,5 X



(a)



(b)



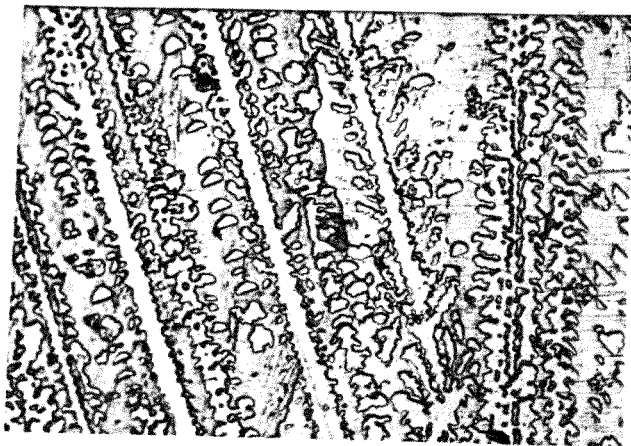
(c)

FIGURA 5.4 - Microestruturas longitudinais da liga Mg-Ni com 10% de Ni

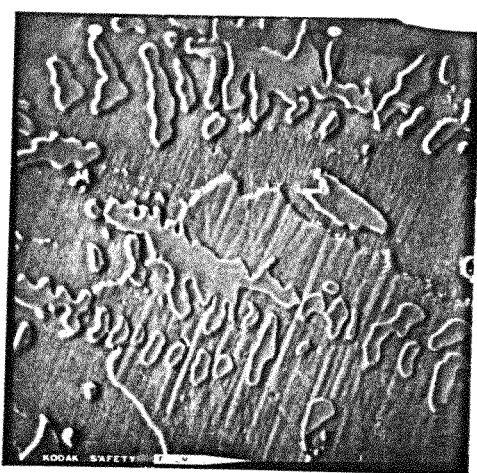
(a) topo do lingote. Aumento 37,5 X

(b) topo do lingote. Aumento 400 X

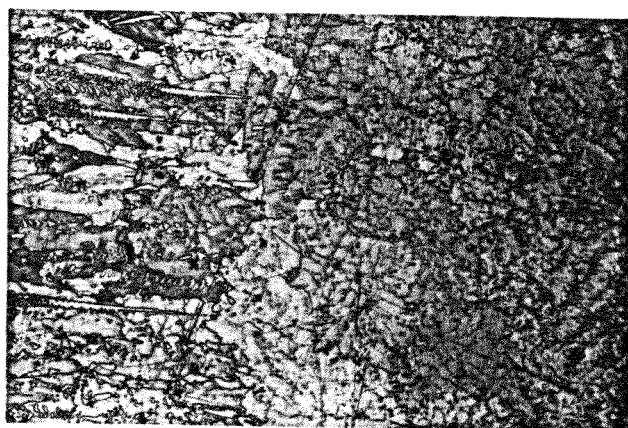
(c) base do lingote. Aumento 37,5 X



(a)



(b)



(c)

FIGURA 5.5 - Microestruturas longitudinais da liga Fe-Ti com 50% de Ti
 (a) Microestrutura típica da base do botão fundido. Aumento 150 X
 (b) microestrutura típica da base do botão fundido. Aumento 2000 X
 (c) microestrutura da "zona de transição", no meio do botão fundido. Aumento 50 X

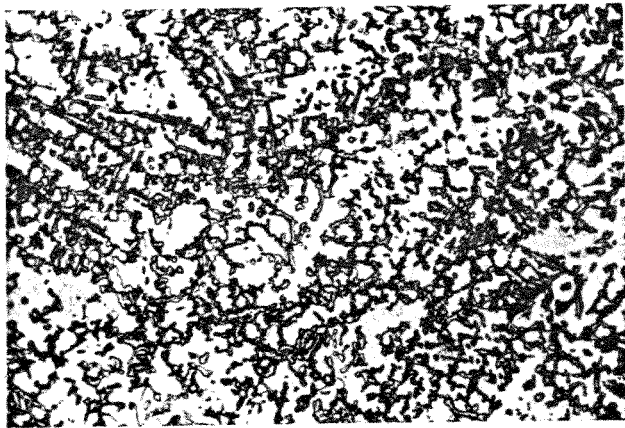


FIGURA 5.6 - Microestrutura longitudinal da liga Fe-Ti com 50% de Ti, mostrando microestrutura típica do topo do botão fundido. Aumento 150 X

CAPÍTULO 6

CONCLUSÕES

Do presente trabalho desenvolvido podemos concluir que:

1. O sistema de fusão por arco elétrico projetado e construído para fusão de ligas Fe-Ti demonstrou ser adequado para esse fim, apresentando bom desempenho no que se refere a abertura e controle do arco elétrico, tempo de fusão e refrigeração do sistema. Observa-se porém que o nível de oxigênio na atmosfera da câmara foi um pouco acima do desejável, oxidando um pouco a liga fundida.
2. O sistema de fusão por aquecimento resistivo projetado e construído para fusão de ligas Mg-Ni demonstrou ser adequado para esse fim, apresentando bom desempenho no que se refere à oxidação e evaporação de Mg, controle da temperatura, refrigeração do sistema e agitação do banho.
3. A liga, Fe-Ti fundida teve um bom desempenho no ensaio de hidretação indicando ser adequado para uso em armazenagem de hidrogênio. Esse resultado foi confirmado pela análise micrográfica, apresentando a liga uma estrutura quase que somente constituída do composto intermetálico FeTi, que reage com o hidrogênio facilmente, e apresentando pouca fase α e pouco composto intermetálico Fe_2Ti , que não reagem com o hidrogênio.
4. As ligas Mg-Ni fundidas apresentaram resultados nos ensaios de hidretação que indicam terem elas boas perspectivas em armazenagem de H. Pelo ensaio de hidretação do Mg puro com os mesmos parâmetros dos ensaios das ligas Mg-Ni apresentando um índice de hidretação desprezível, constatou-se o efeito catalítico positivo do composto intermetálico Mg_2Ni , presente nas ligas Mg-Ni, na hidretação do Mg.

5. A grande versatilidade dos sistemas construídos no que se refere a temperatura e intensidade de agitação do banho para o sistema por aquecimento resistivo e a corrente, tempo de fusão e comprimento do arco elétrico para o sistema por arco elétrico, possibilitam a obtenção de ligas Mg-Ni com composições entre Mg puro e 54,7% de Ni e de ligas Fe-Ti com composições entre 30% de Ti e 63% de Ti, ambos intervalos de composições de interesse para armazenagem de hidrogênio.

LINHAS DE PESQUISA DECORRENTES DESTE TRABALHO

Dentre as linhas de pesquisa que decorrem deste trabalho podemos citar:

- a. Determinação das composições ótimas das ligas Mg-Ni e ligas Fe-Ti para armazenagem de hidrogênio, fundindo ligas com qualquer composição desejada nos dois sistemas construídos e submetendo-as ao ensaio de hidretação.
- b. Utilização do sistema de fusão por arco elétrico para fusão de metais e ligas de alto ponto de fusão como nióbio, molibdênio, níquel, cromo, etc. possibilitando o estudo de seus diagramas de fase e estudos de eliminações de gases por fusão à baixa pressão, pela análise química, micrográfica e tratamentos térmicos.
- c. Utilização do sistema de fusão por arco elétrico por aquecimento resistivo para fusão de ligas de médio ponto de fusão (até 900°C) como Mg-Al, Mg-Al-Zn etc. possibilitando o estudo de suas microestruturas e propriedades mecânicas.
- d. Estudo de tratamentos térmicos em atmosfera inerte até 900°C de metais e ligas utilizando o sistema de fusão por aquecimento resistivo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] SECRETARIA DO GRUPO DE ENERGIA - IF, O Grupo de Energia da UNICAMP, Campinas, UNICAMP, Dezembro 1977.
- [2] J.M. BURGER, An Energy utility company's view of Hydrogen energy, Int. J. of H. Energy, 1976, Vol. 1, pp. 55-64
- [3] JOHN C. DAVIS, Metals find new role as H reservoirs, Chemical Eng., sept. 12, 1977, pp. 99-102.
- [4] C. MARCHETTI, On H and Energy Systems, Int. J. of H Energy, 1976, vol. 1, pp. 3-10.
- [5] M.H. MINTZ, Z. HADARI, Metal Hydrides as Fuel Tanks for vehicles, Israel J. of Tecn., 1976, vol. 14, pp. 231-234.
- [6] D.L. DOUGLAS, The formation and Dissociation of Mg Alloy Hydrides and their use for fuel storage in the H car, Met. Trans., 1975, vol. 6A, Dec., pp. 2179-2189.
- [7] J.J. REILLY, R.H. WISWALL, Jr., The Reaction of H with Alloys of Mg and Ni and the formation of Mg₂NiH₄, Inorg. Chem., Nº 11, Vol. 7, 1968, pp. 2254-2256.
- [8] J.J. REILLY, R.H. WISWALL Jr., Formation and Properties of FeTi hydride, Inorg. Chem. Nº 1, vol. 13, 1974, pp. 218-222.
- [9] C.A. KEYSER, Ciência de Materiales para Ingenieria, Mexico, Editorial Limusa - Wiley, S.A. 1972.
- [10] A.G. GUY, Physical Metallurgy for Engineers, USA, Addison-Wesley Publishing Company, 1970.
- [11] A.MALISHEV, G. NIKOLAIEV, Y. SHUVALOV, Tecnologia de los Metales, 2a. Edicion, Moscu, Editorial MIR. 1967.

- [12] C.R. BARRETT, The Principles of Engineering Materials, New Jersey, Prentice-Hall, Inc. 1973.
- [13] L.H. VAN VLACK, Princípios de Ciência dos Materiais, S. Paulo, Edgard Blücher, 1973.
- [14] R.M. BRICK, R.B. GORDON, A. PHILLIPS, Structure and Properties of Alloys, New York, McGraw-Hill Book Company, 1965.
- [15] M. HANSEN, K. ANDERKO, Constitution of Binary Alloys, New York, McGraw-Hill Book Company, 1958.
- [16] R.E. REED-HILL, Princípios de Metalurgia Física, México, Compañia Editorial Continental S.A., 1974.
- [17] M. ZIEF, W.R. WILCOX, Fractural Solidification, New York Marcel Dekker, Inc. 1967.
- [18] ASM, Metals Handbook - Metallography, Structures and Phase Diagrama, 8th Edition, Vol. 8, ASM, 1973.
- [19] G. STRICLAND, J.J. REILLY, Operating manual for the PSE & G Hydrogen Reservoir containing iron titanium hydride, Brookhaven National Laboratory, UPTON, New York, Feb. 1974
- [20] J.A. BELK, Técnica del vacio en metalurgia, Espanha, Ediciones URMO, 1967.
- [21] A. V. SANTIAGO, R.L. PEREIRA, Metais não ferrosos e suas ligas, USP - EESC, 1975.
- [22] ASM, Metals Handbook - Forging and Casting, 8th Edition, Vol. 5, ASM, 1970.
- [23] C. BRADASCHIA, Fundição de Ligas não Ferrosos, 3a. Edição, ABM, 1977.
- [24] AFS, Recommended Practices for sand casting Aluminium and Magnesium Alloys, 2nd edition, USA, AFS, 1965.

- [25] J. HERENGUEL, Metalurgia Especial, Tomo 1, Espanha, Edições URMO, 1969.
- [26] L.M. NASH, Melting Mg Alloys, AFA transaction, 53, 1945, pp. 410-412.
- [27] K.H. ECKELMEYER, The Structure and mechanical behavior of the Mg-Mg₂Ni Eutectic Composite, Metallurgical Transactions V. 3, March 1972, pp. 609-616.
- [28] Y. FERREIRA NETO, Perfil Analítico do Ti, Ministério das Minas e Energia - Dep. Nac. de Produção Mineral, Rio de Janeiro, 1973.
- [29] J.L.F. CUNHA, Física da Soldagem - O arco elétrico, Volta Redonda - RJ, ABM, 1976.
- [30] C.J. SMITHELLS, Metals Reference Book, 5th Edition, London, Butterworth & Co. Ltd., 1976.
- [31] ROBERT C. WEAST, CRC Handbook of Chemistry and Physics, 58th Edition, CRC Press, Inc., Cheveland, Ohio, 1977-1978.

APÊNDICE I (A)PROPRIEDADES FÍSICAS DO FERRO [30,31]

Número atômico	26
Massa atômica	55,85
Densidade a 20°C (kg.m ⁻³)	7,87.10 ³
Ponto de fusão (°C)	1536
Ponto de ebulição (°C)	2860
Calor latente de fusão (J.kg ⁻¹)	2,77.10 ⁵
Calor específico (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	100°C 501,9 500°C 669,3 800°C 1254,9
Coeficiente de dilatação térmica linear(°C ⁻¹)	11,7.10 ⁻⁶
Condutividade térmica a 20°C (W.cm ⁻¹ °C ⁻¹) .	1,50.10 ⁻⁴
Resistividade elétrica a 20°C (μΩ.cm).....	10,1
Forma Cristalina	até 910°C CCC 910 a 1400°C CFC 1400 a 1532°C CCC

APÊNDICE I (B)PROPRIEDADES FÍSICAS DO TITÂNIO [30,31]

Número atômico	22
Massa atômica	47,90
Densidade a 20°C (kg.m ⁻³)	4,51.10 ³
Ponto de fusão (°C)	1667
Ponto de ebulição (°C)	3286
Calor latente de fusão (J.kg ⁻¹)	3,22.10 ⁵
Calor específico (J.kg.K ⁻¹)	0-100°C 531,2
Coeficiente de dilatação térmica linear (°C ⁻¹)	20-300°C 8,2.10 ⁻⁶
Condutividade térmica a 20°C (W.cm ⁻¹ °C ⁻¹).	0,34.10 ⁻⁴
Resistividade elétrica a 20°C (μΩcm)	54
Forma cristalina	até 882°C HC ACIMA 882°C CCC

APÊNDICE I (C)PROPRIEDADES FÍSICAS DO MAGNÉSIO [30,31]

Número atômico	12	
Massa atômica	24,32	
Densidade a 20°C (kg.m ⁻³)	1,74.10 ³	
Ponto de fusão (°C)	649	
Ponto de ebulição (°C)	1090	
Calor latente de fusão (J.kg ⁻¹)	3,78.10 ⁵	
Calor específico (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹).....	0-100°C	1029,0
Coeficiente de dilatação térmica linear (°C ⁻¹)	50-250°C	29,3.10 ⁻⁶
Condutividade térmica a 20°C (W.cm ⁻¹ °C ⁻¹).	3,00.10 ⁻⁴	
Resistividade elétrica a 20°C (μΩ.cm)	4,2	
Forma cristalina	HC	

APÊNDICE I (D)PROPRIEDADES FÍSICAS DO NÍQUEL [30,31]

Número atômico	28	
Massa atômica	58,7	
Densidade a 20°C (kg.m ⁻³)	8,90.10 ³	
Ponto de fusão (°C)	1455	
Ponto de ebulição (°C)	2915	
Calor latente de fusão (J.kg ⁻¹)	3,08.10 ⁵	
Calor específico (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	0-100°C	469,8
Coeficiente de dilatação térmica linear (°C ⁻¹)	13,3.10 ⁻⁶	
Condutividade térmica a 20°C (W.cm ⁻¹ °C ⁻¹)..	1,98.10 ⁻⁴	
Resistividade elétrica a 20°C (μΩ.cm)	6,9	
Forma cristalina	CFC	

APÊNDICE IICÁLCULO DA RESISTÊNCIA PARA O FORNO COM
AQUECIMENTO RESISTIVO

- Dados básicos

- a) Potência do resistor (P_e) = 3000 Watts
- b) Tensão (E_e) = 200 Volts
- c) Temperatura máxima requerida = 1200°C

O fio de liga KANTHAL A-1 é o mais adequado para o forno em questão observando o seu limite de temperatura que é de 1350°C.

O valor da "carga de superfície admissível" (p) para esse material à temperatura de serviço do forno é 2,0 Watts/cm².

- Cálculo da intensidade de corrente do resistor

$$1. \quad I_e = \frac{P_e}{E_e} = 15 \quad A$$

- Cálculo da resistência ôhmica do resistor em estado quente:

$$2. \quad r_t = \frac{E_e}{I_e} = 13,3 \quad \Omega$$

- Cálculo da superfície irradiante (S_i) do material de resistência mais indicada:

$$3. \quad S_i = \frac{I^2 \times C_t}{p}$$

onde C_t é o fator de temperatura para o material KANTHAL A-1 à 1200°C que é 1,076

$$S_i = 121 \text{ cm}^2/\Omega$$

O fio KANTHAL A-1 de diâmetro 2,00mm tem superfície irradiante (S) igual a 136,1 cm²/Ω sendo um valor aproximado e superior a S_i requerido.

Assim sendo esse fio é o indicado.

- Cálculo do comprimento do resistor

$$4. \quad l = \frac{r_t}{r_{20} \times C_t}$$

onde r₂₀ é a resistência métrica do fio escolhido à 20°C que é igual à 0,4616 Ω/m

$$l = 26,8 \quad m$$

- Devido ao fato da superfície irradiante do fio escolhido não ser exatamente igual a S_i calculado, é necessário controlar a carga de superfície (p).

- Cálculo da carga de superfície definitiva.

$$5. \quad p = \frac{I^2 \times C_t}{S} = 1,78 \text{ watt/cm}^2$$

Como esse valor é menor que 2,0 watts/cm² que é o limite de p para a liga KANTHAL a temperatura de serviço, o resistor a ser utilizado tem as seguintes características

Material = liga KANTHAL A-1

Diâmetro do fio = 2,00mm

Comprimento do fio = 26,8m

Resistência = 13,3 Ω

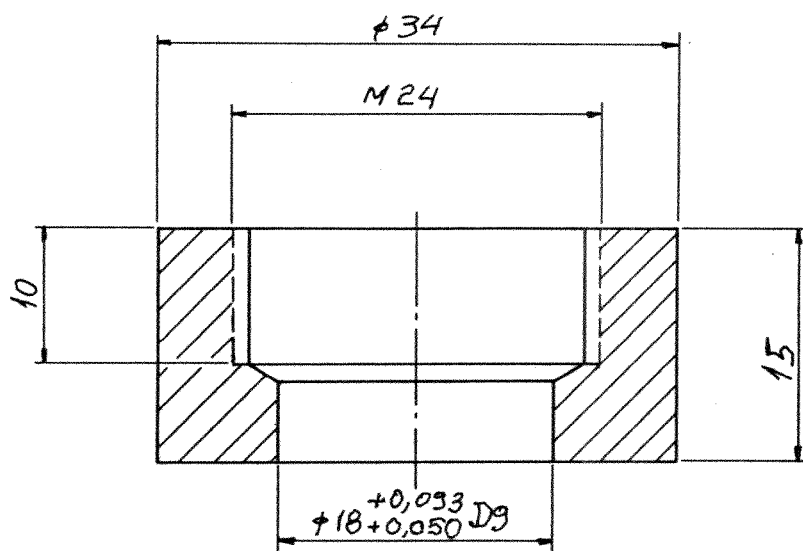
* Detalhes referentes ao procedimento desse cálculo da resistência e característica das ligas KANTHAL podem ser obtidas no "MANUAL KANTHAL" Edição 1971- Bulten Kanthal AB - Suécia

APÊNDICE III

DESENHOS DETALHADOS DAS PEÇAS DA CÂMARA
DE ATMOSFERA CONTROLADA E DO PORTA-ELETRODO.

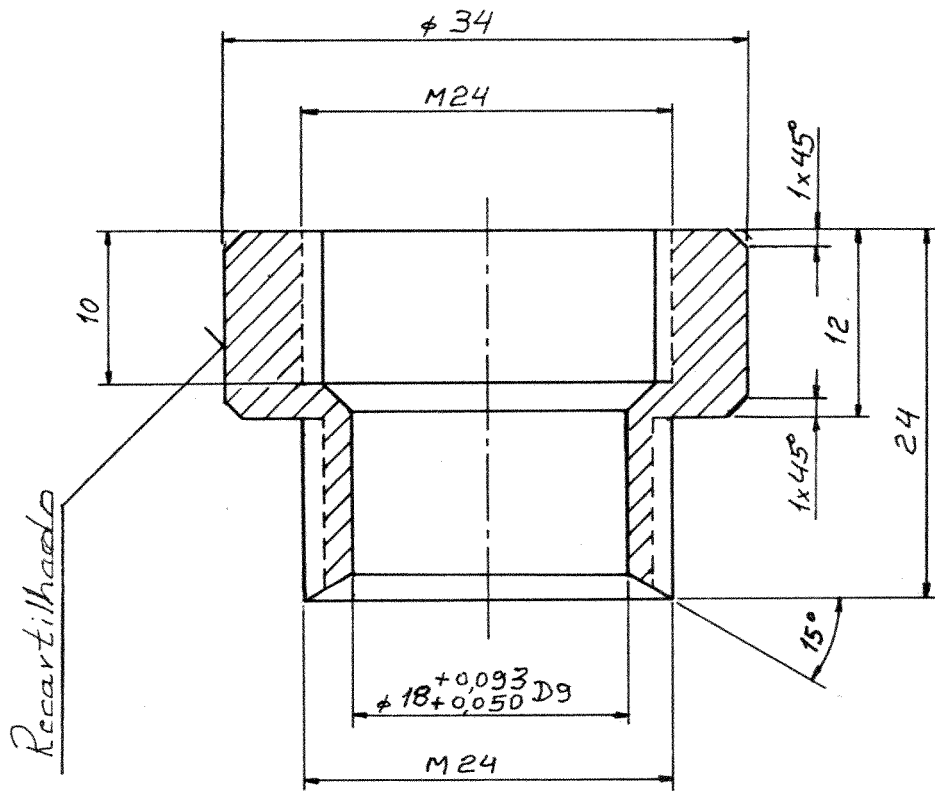
Obs. A numeração das peças correspondem à
da figura 3.3

AIII.1



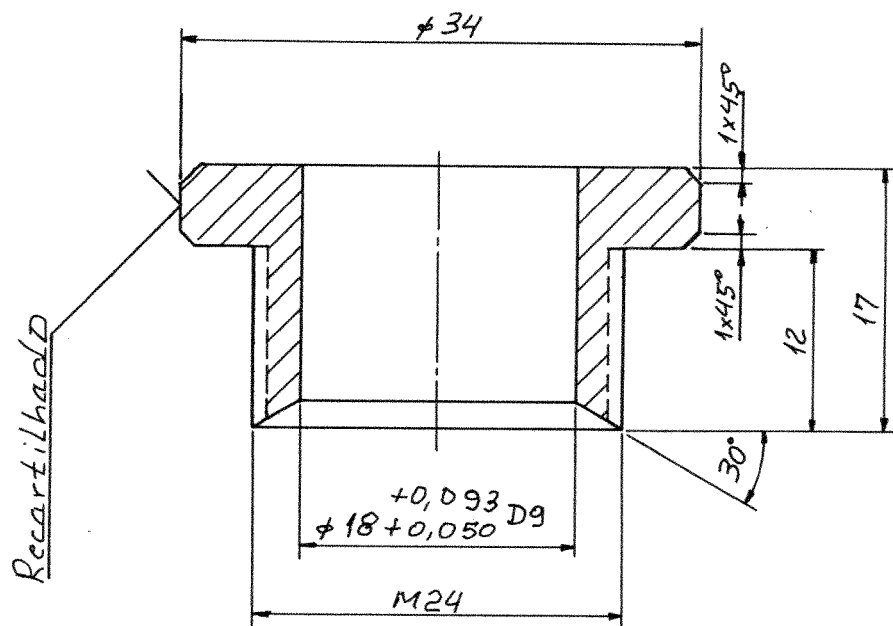
Peca 1

DEM-FEC-UNICAMP				
Nome <i>Buca interior</i>				
Esc. <i>2:1</i>	Data	Materia <i>Latão</i>	Re'	Cod.



Peça 2

DEM-FEC-UNICAMP			
Nome <i>Bucha intermediaria</i>			
Esc. 2:1	Data	Materiais <i>Latão</i>	Re' Cod.



Peça 3

DEM-FEC-UNICAMP

Nome *Bucha superior*

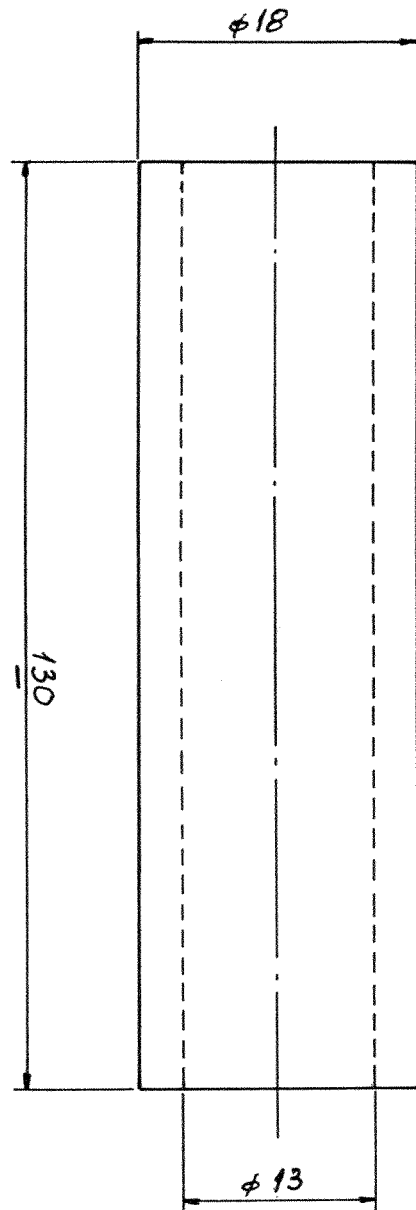
Esc. 2:1

Data

Materia: *Latão*

Ref.

Cod.



Peca 5

DEM-FEC-UNICAMP

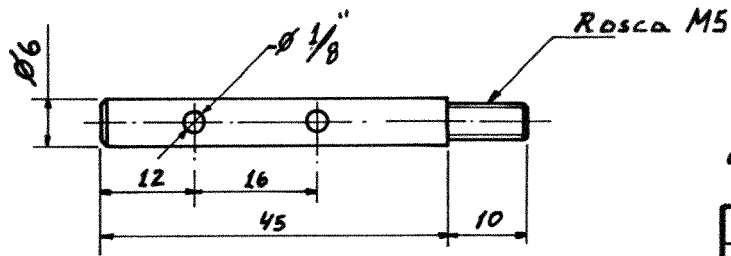
Nome *Bucha isolante*Esc.
1:1

Data

Material
TEFLON

Ref.

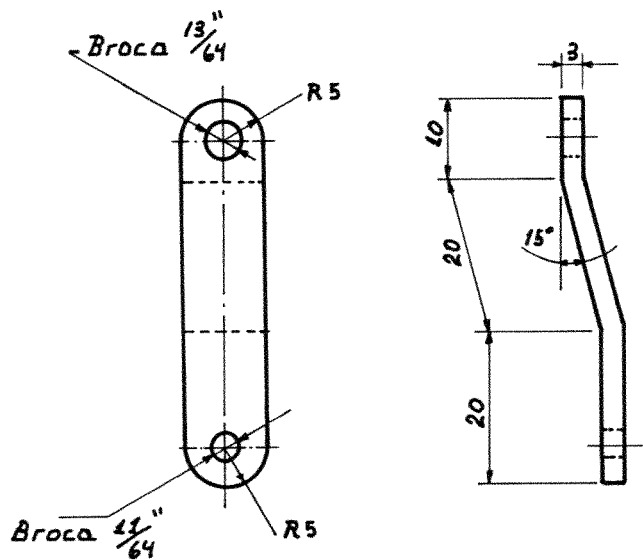
Cod.



Peça 6

eixo da engrenagem

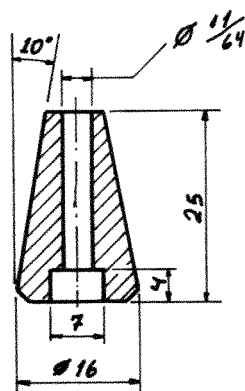
Material	escala
aco ABNT 1020	1:1



Peça 7

braço da manipola

Material	escala
aco ABNT 1020	1:1



Peça 8

manipola

Material	escala
Latão	1:1

DEM-FEC-UNICAMP

Nome

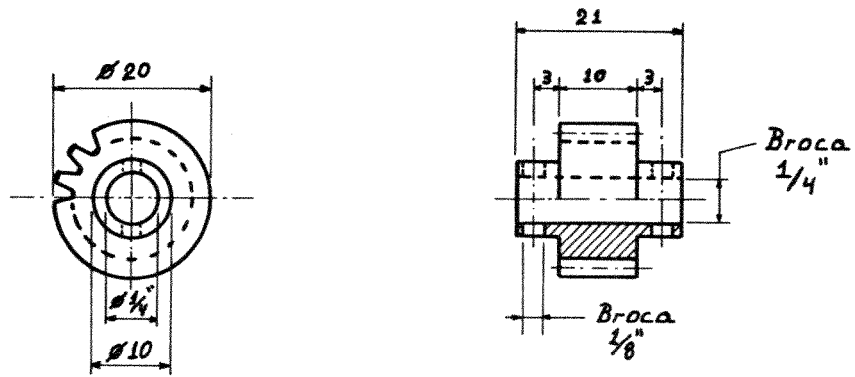
Esc.

Data

Material

Re

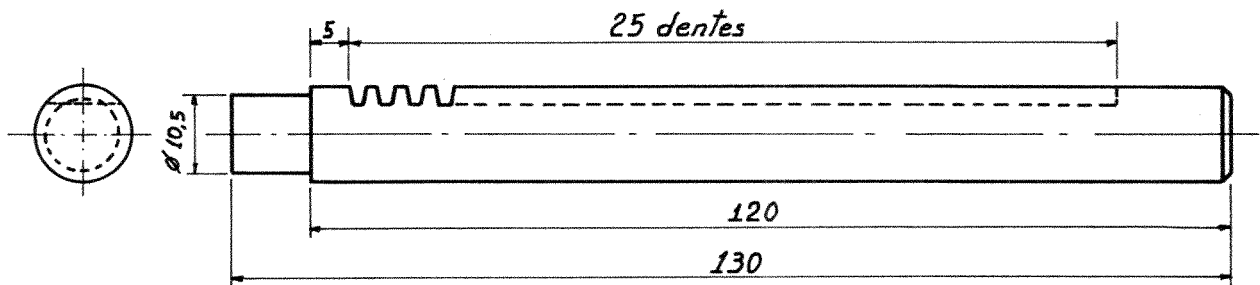
Cod.



modulo 1,25
 Nº de dentes 14
 ϕ externo 20
 ϕ primitivo 17,5
 ϕ interno

Engrenagem esc. 1:1
 Mat. Latão

Peça 9



Peça 10

DEM-FEC-UNICAMP

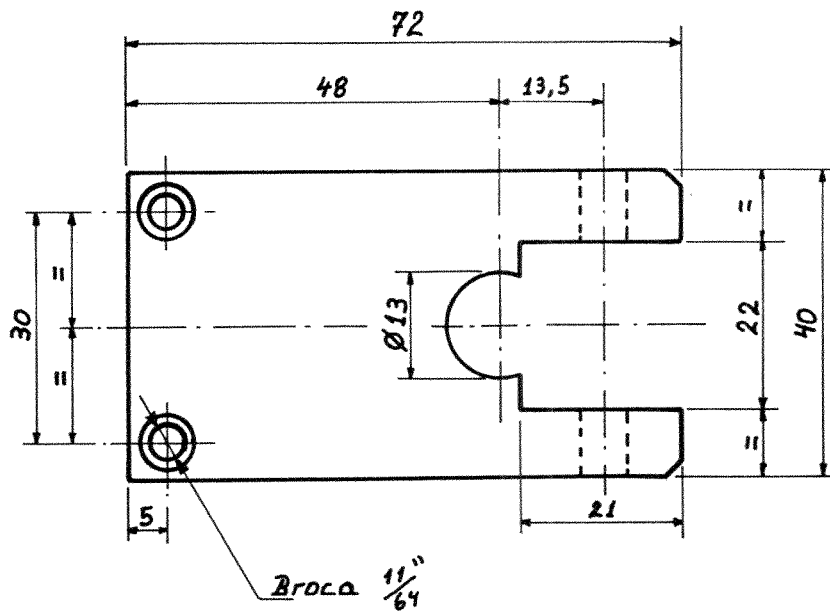
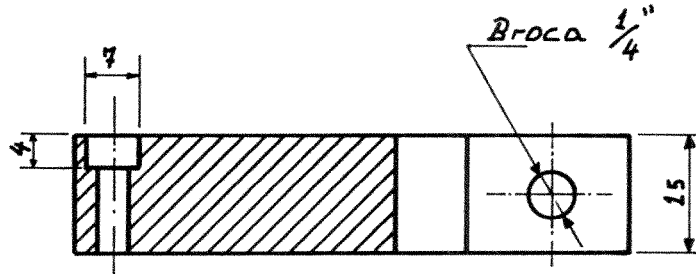
Nome **CREMALHEIRA**

Esc. 1:1 | Data

Material **Latão**

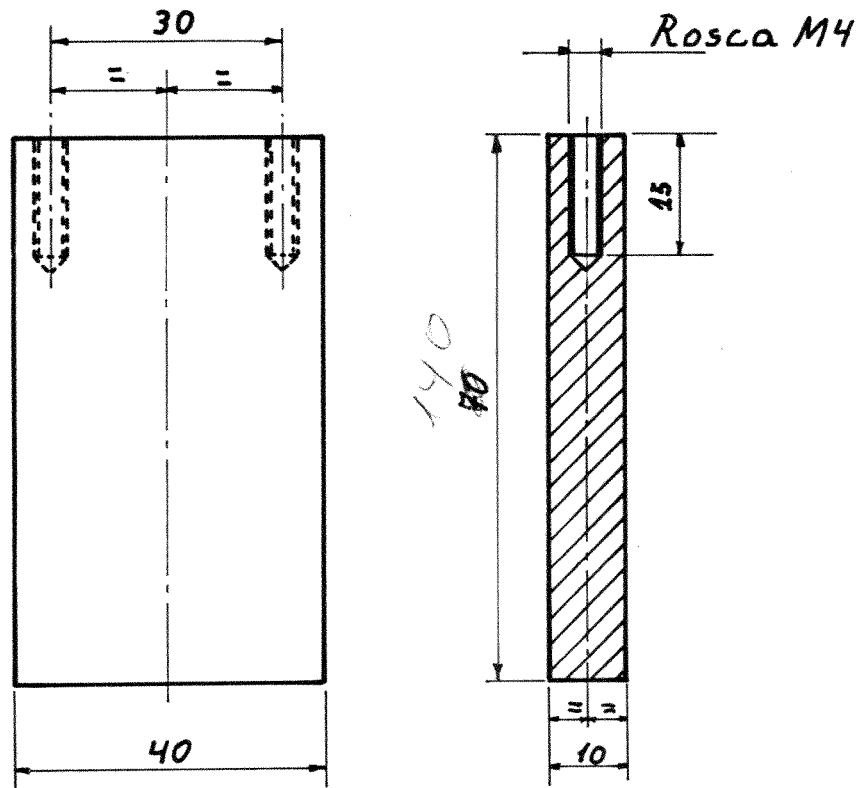
Re.

Cod.



Peça 11

DEM-FEC-UNICAMP				
Nome <i>Porta engrenagem</i>				
Esc. <i>1:1</i>	Data	Material <i>Aço ABNT 1020</i>	Re'.	Cod.



Peca 12

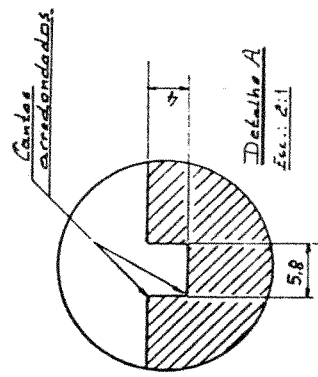
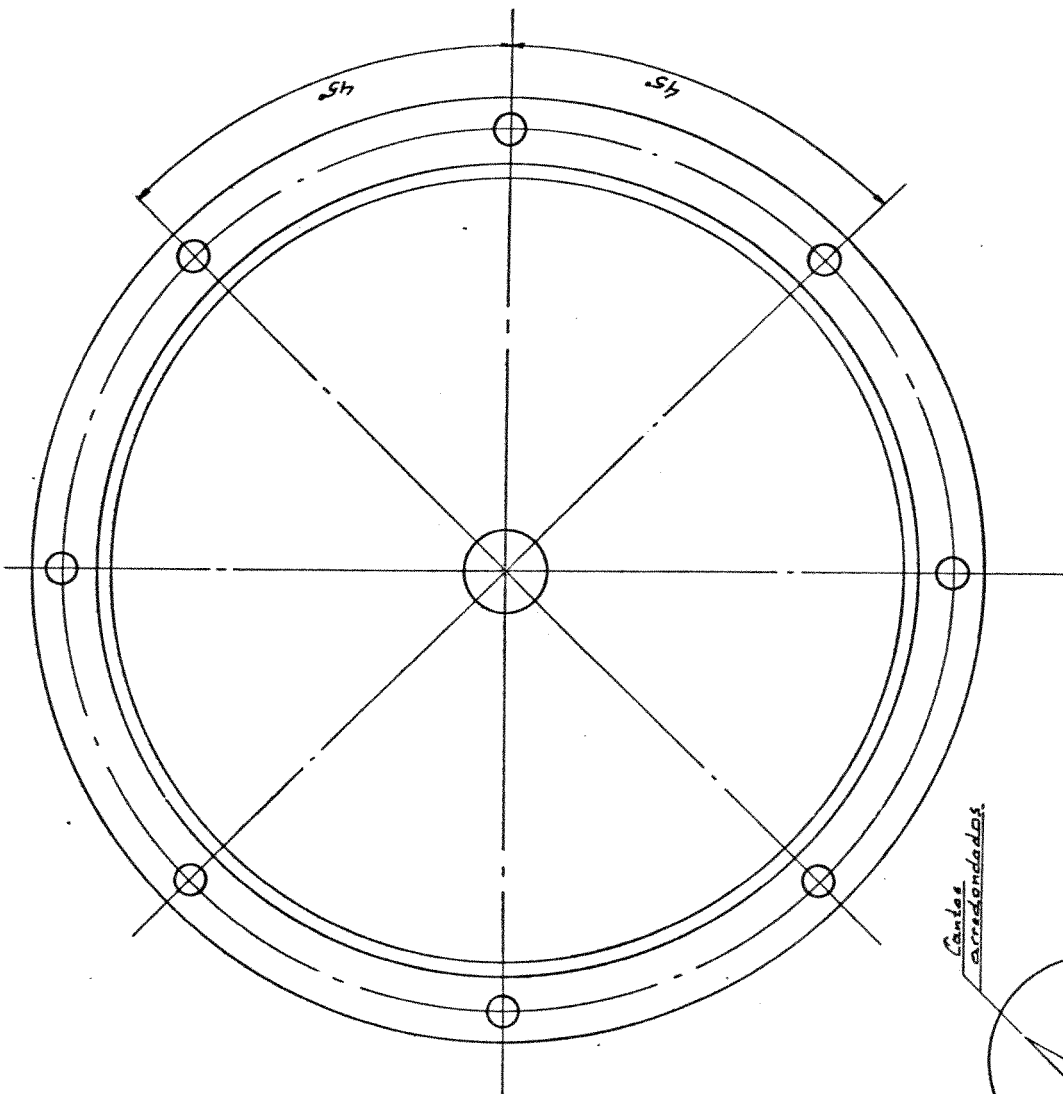
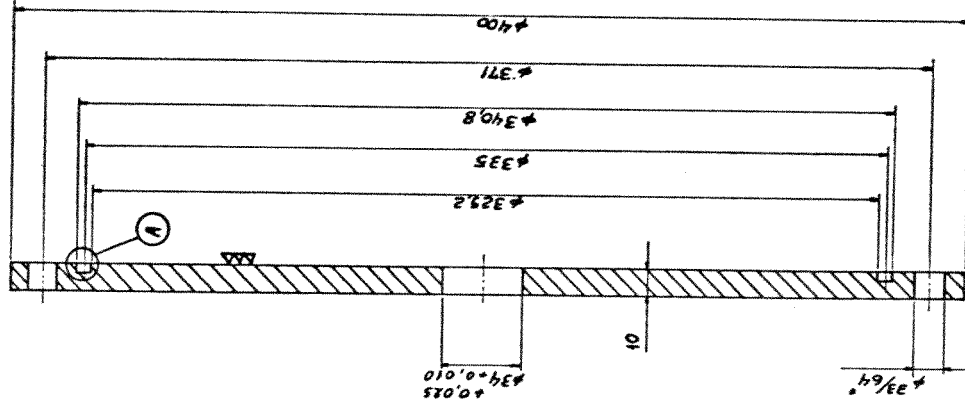
DEM-FEC-UNICAMP			
Nome <i>Base</i>			
Esc. <i>1:1</i>	Data	Material <i>ACO ABNT 1020</i>	Re'
			Cod.

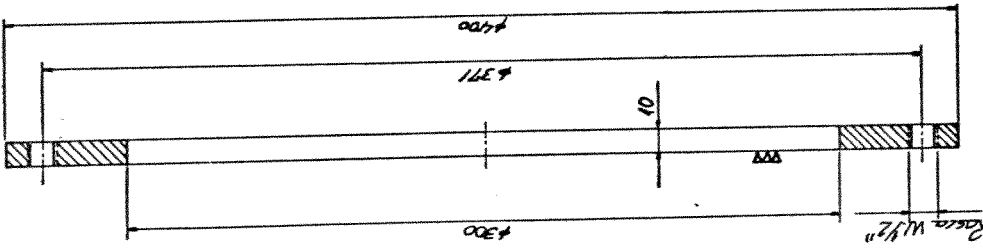
Peça 16

DEM-FEC-UNICAMP

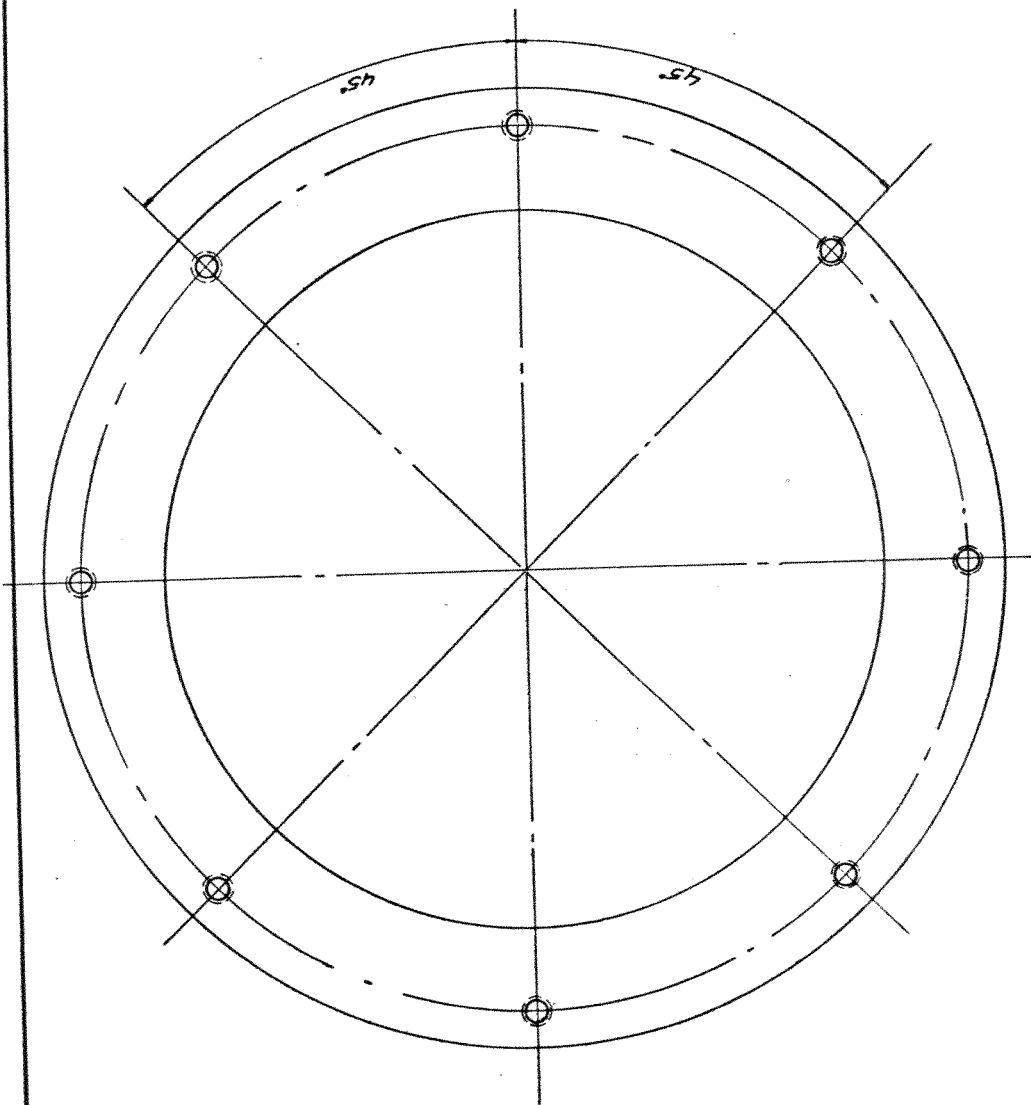
Tampa Superior

Nome: Tabela A
Escala: 1:3.2
Data: _____
Projeto: F50 ABNT-1020
Rev: A0/0005
Cod: A1/0018



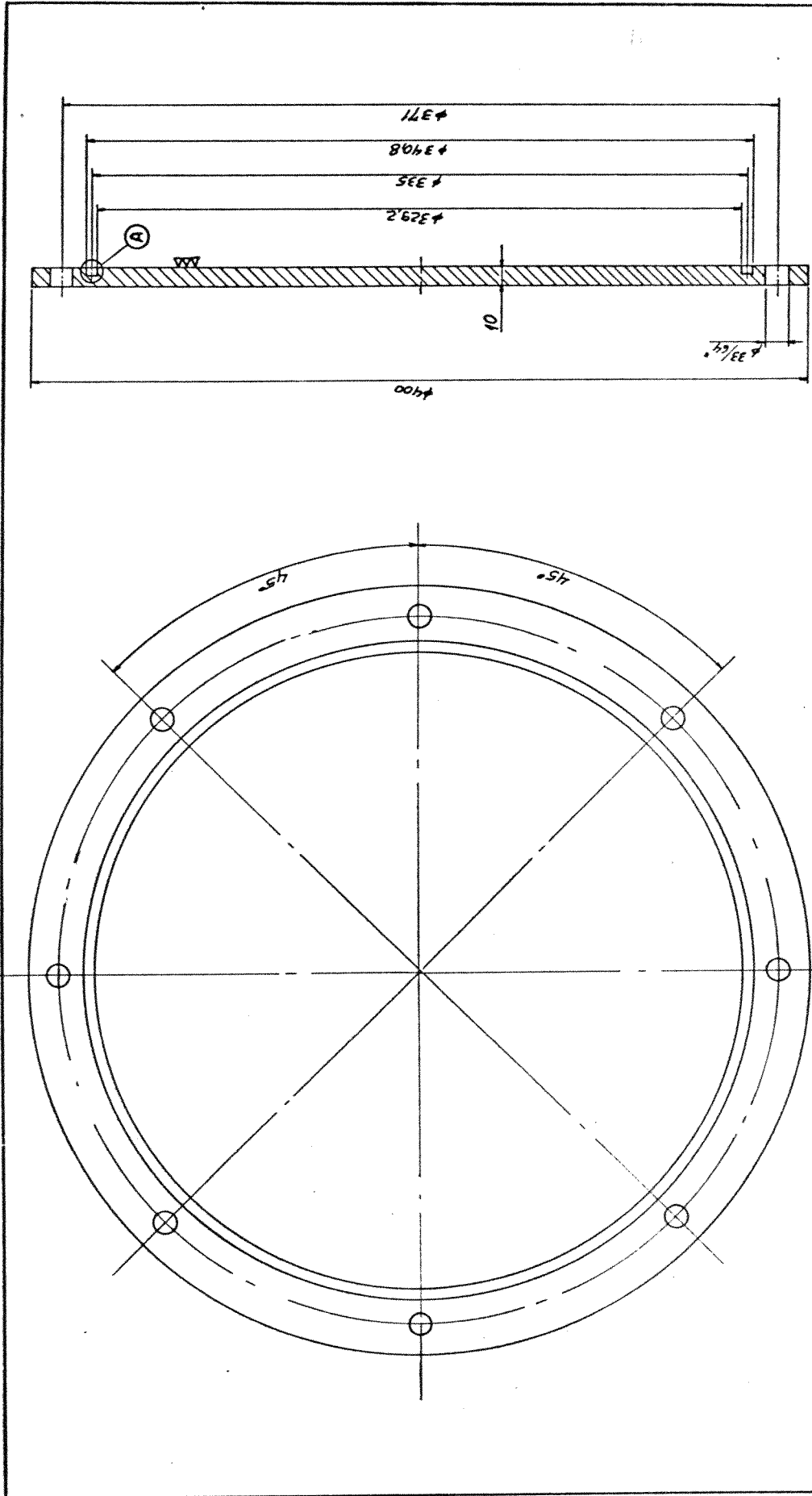


Peça 17



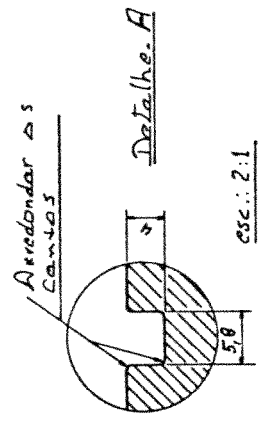
quant. 4 Peças

DEM-FEC-UNICAMP			
Nome		Anel espaçador grande	
Ess. 1:2.2	Data	Rev. A ₀ /0005	Cod. A ₁ /0019
Material		Aço ABNT-1020	



peça 19

DEM-FEC-UNICAMP	
Nome	Tampa Trazadeira
Proj. Nº	A0/0005
Material	ASA-ABNT-1020
Conf. Nº	A1/0020
Escala	1:32

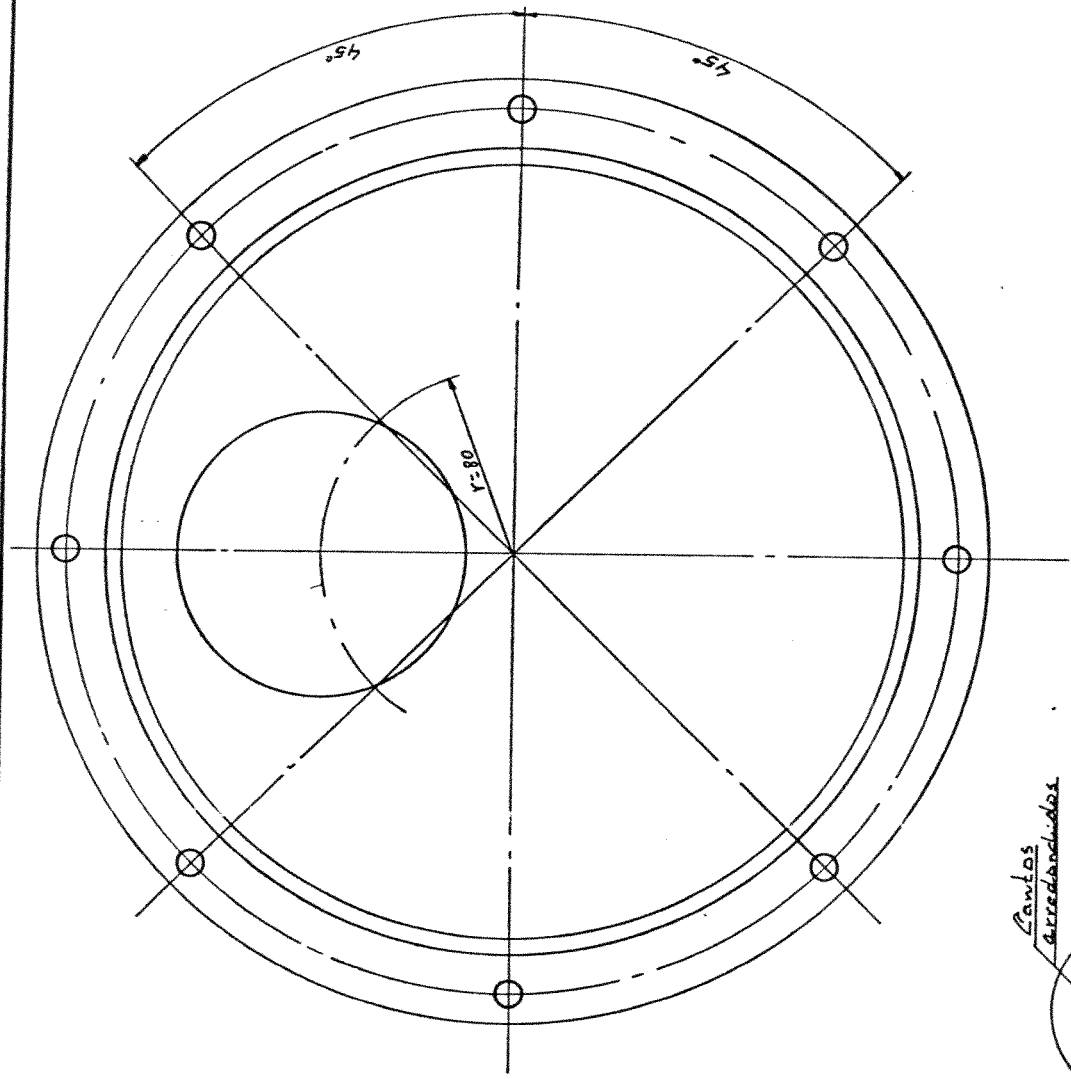


Teca 20

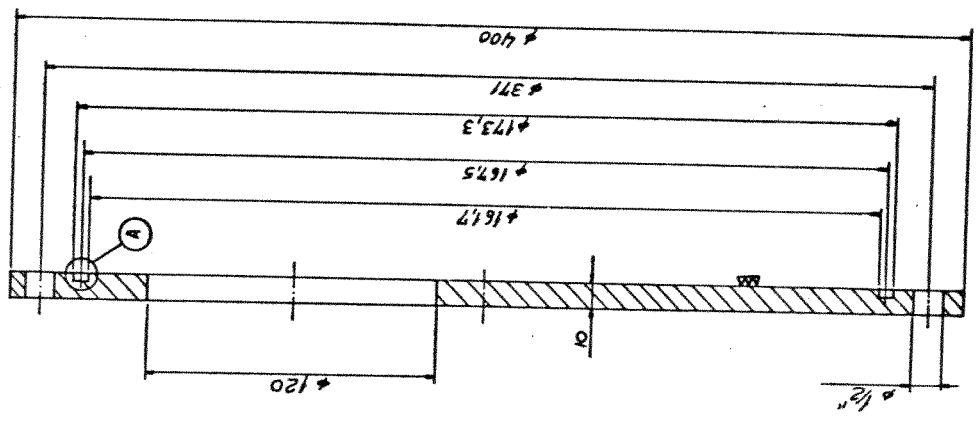
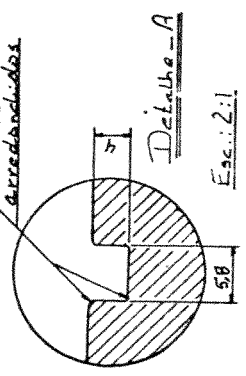
DEM-FEC-UNICAMP

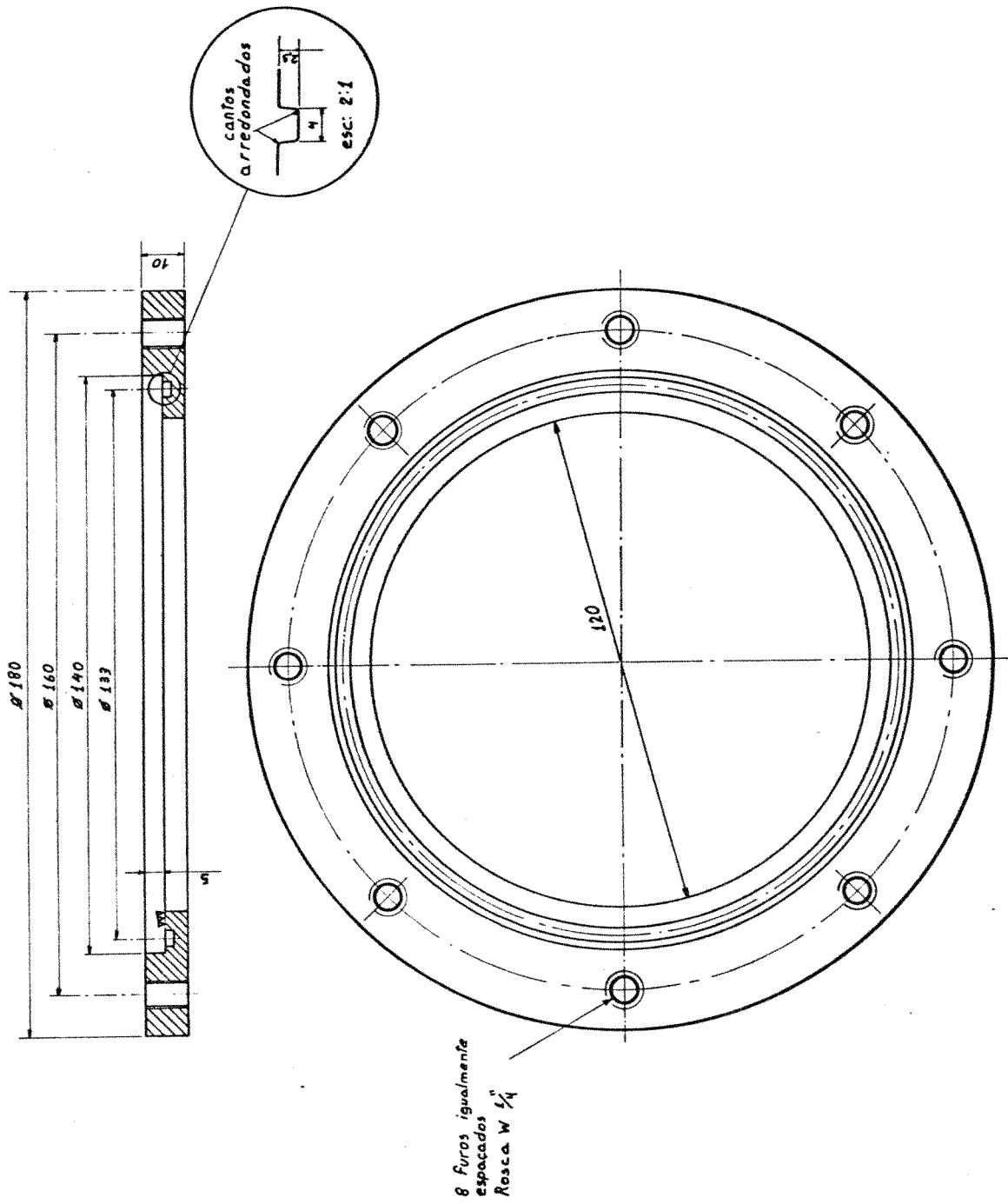
Nome Tamba com Visor

Esc. 1:3,2 Date Material Aço ABNT-1020 Po. A₀/0005 Cod. A₁/0021



Pontas arredondadas





Peça 21

DEM-FEC-III-CAMF

Nome Anel interno do visor

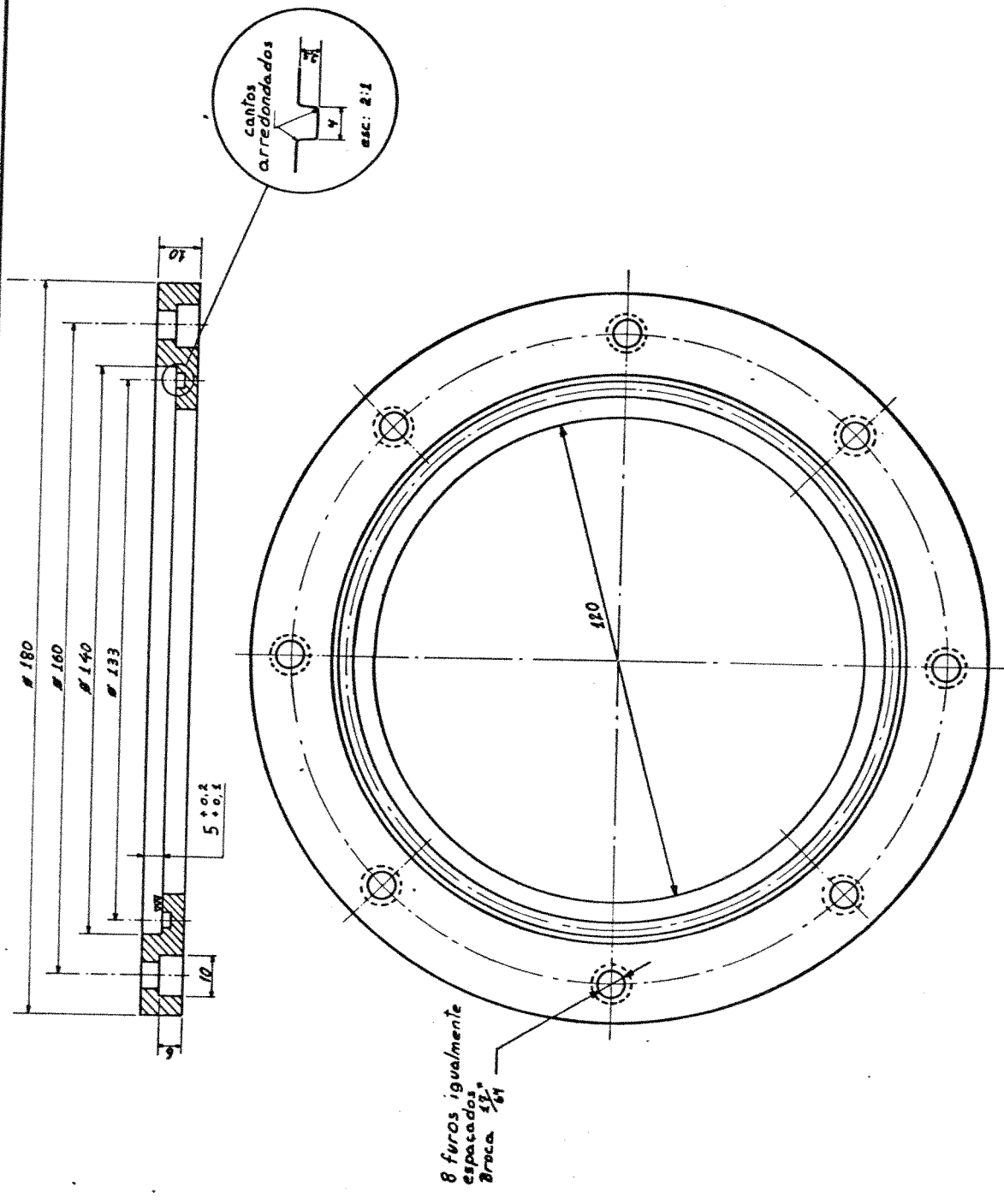
Esc: 1:32	Data	Material Aço ABNT 1020	Rev: A ₀ /0005	Cod: A ₃ /0012
-----------	------	---------------------------	---------------------------	---------------------------

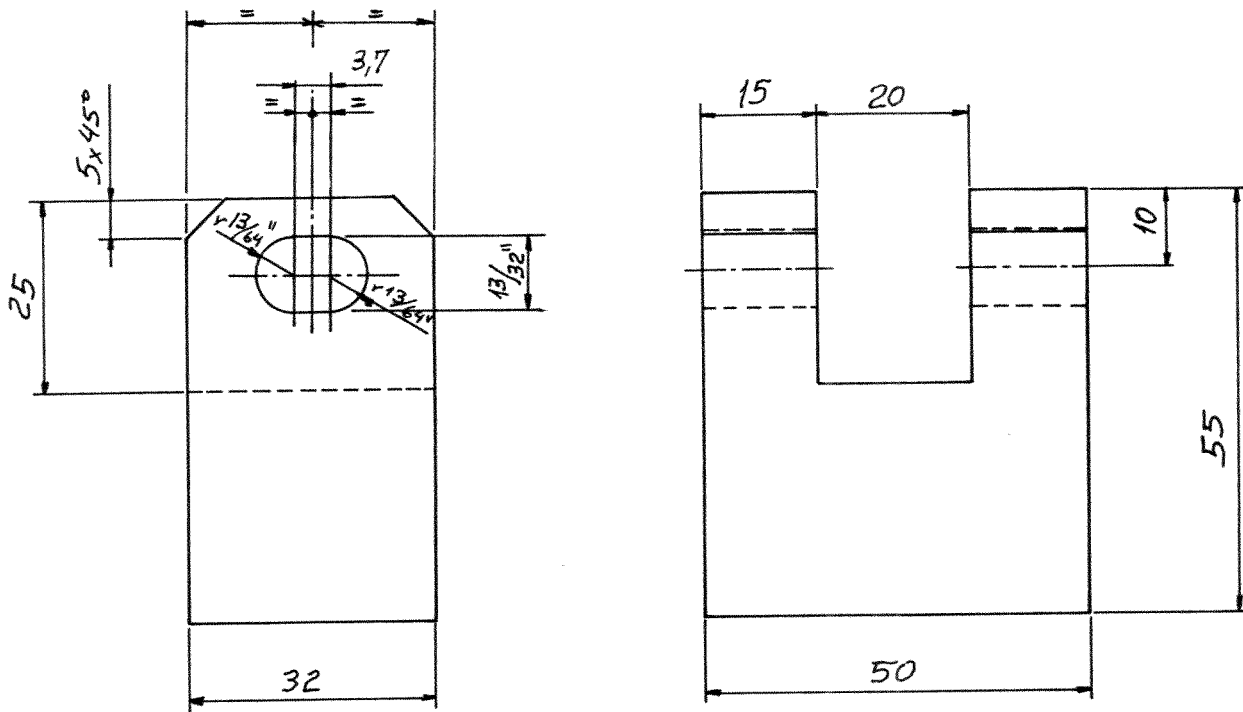
Peca 22

DEM-FEC-UNICAMP

Nome Anel externo do visor

Esc. 1:1.6	Data	Material Aco ABNT 1020	Rv. A ₀ /0005	Cod. A ₁ /0023
------------	------	---------------------------	--------------------------	---------------------------

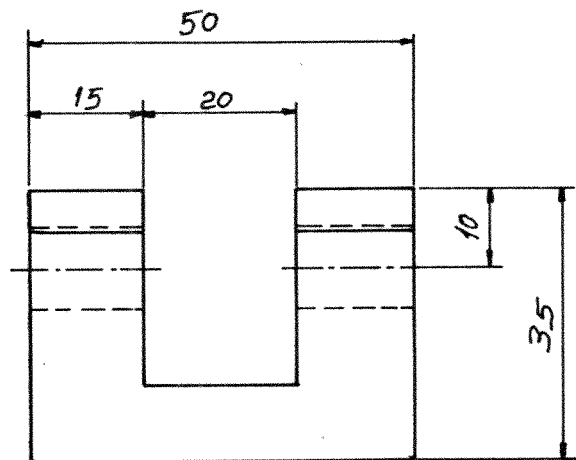
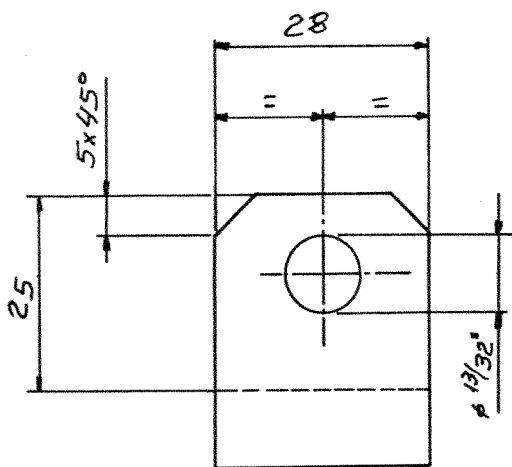




Quant. 2 peças

Peça 23

DEM-FEC-UNICAMP			
Nome Dobradica da camera			
Esc. 1:1	Data	Materiais Aço ABNT-1020	Re ^o
			Cod.



Quant. 2 peças

Peça 24

DEM-FEC-UNICAMP

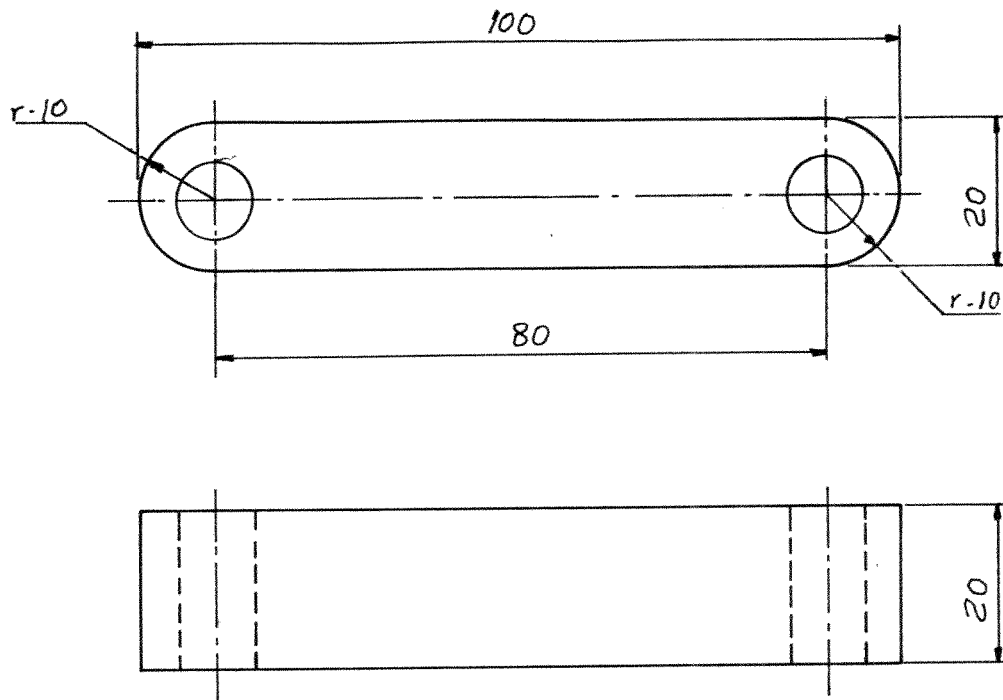
Nome Dobradica da tampa

Esc. 1:1 Data

Materia: Aço ABNT-1020

Re/

Coo.



Quant. 2 peças

Peça 25

DEM-FEC-UNICAMP

Nome Haste da dobradiça

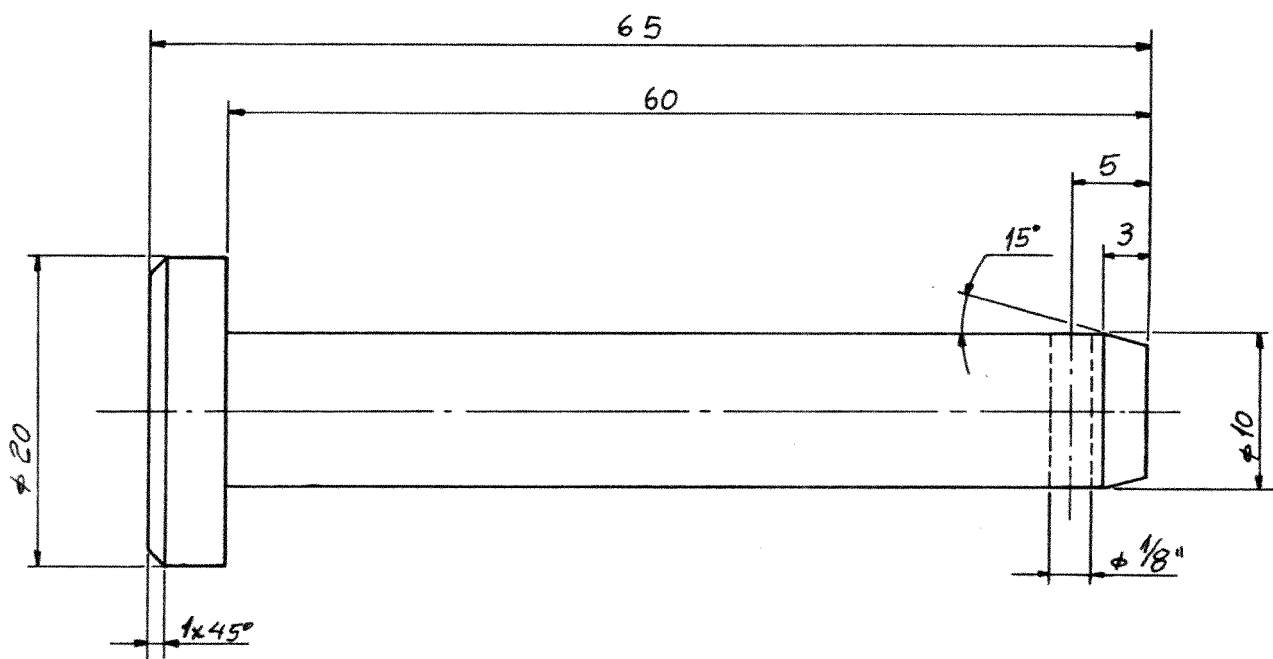
Esc. 1:1

Data

Materia: Aço ABNT-1020

Re'

Coo.



Quant. 4 peças

Peça 26

DEM-FEC-UNICAMP

Nome Pino da dobradiça

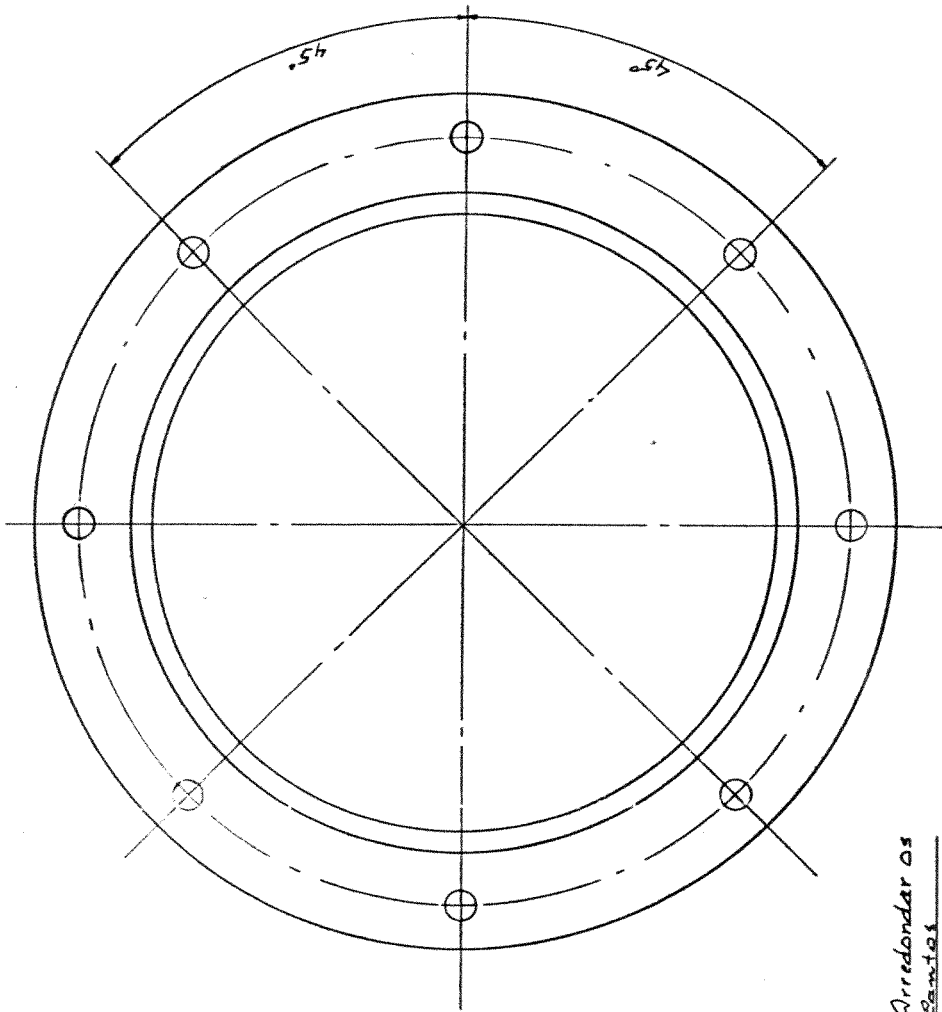
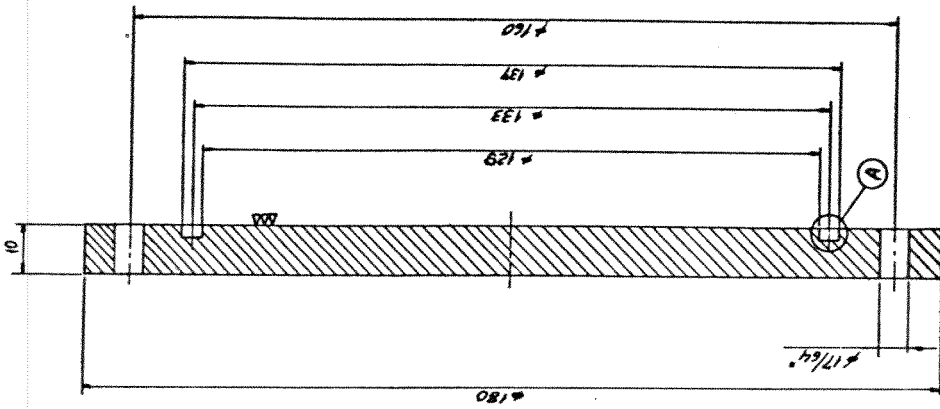
Esc. 2:1

Data

Material
Aço ABNT-1020

Re'

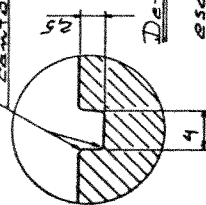
Cod.



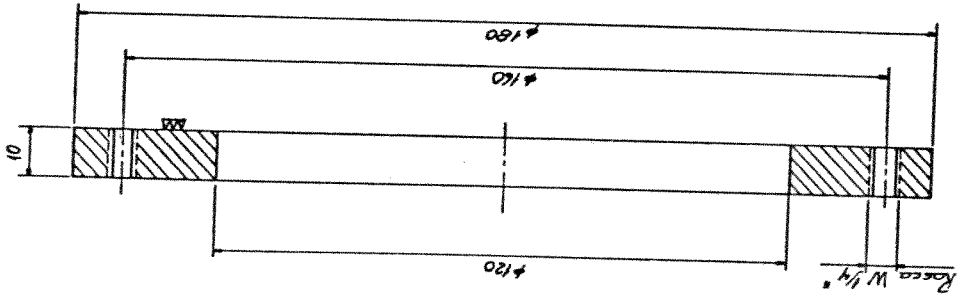
Quant. 2 Peças

Peça 31

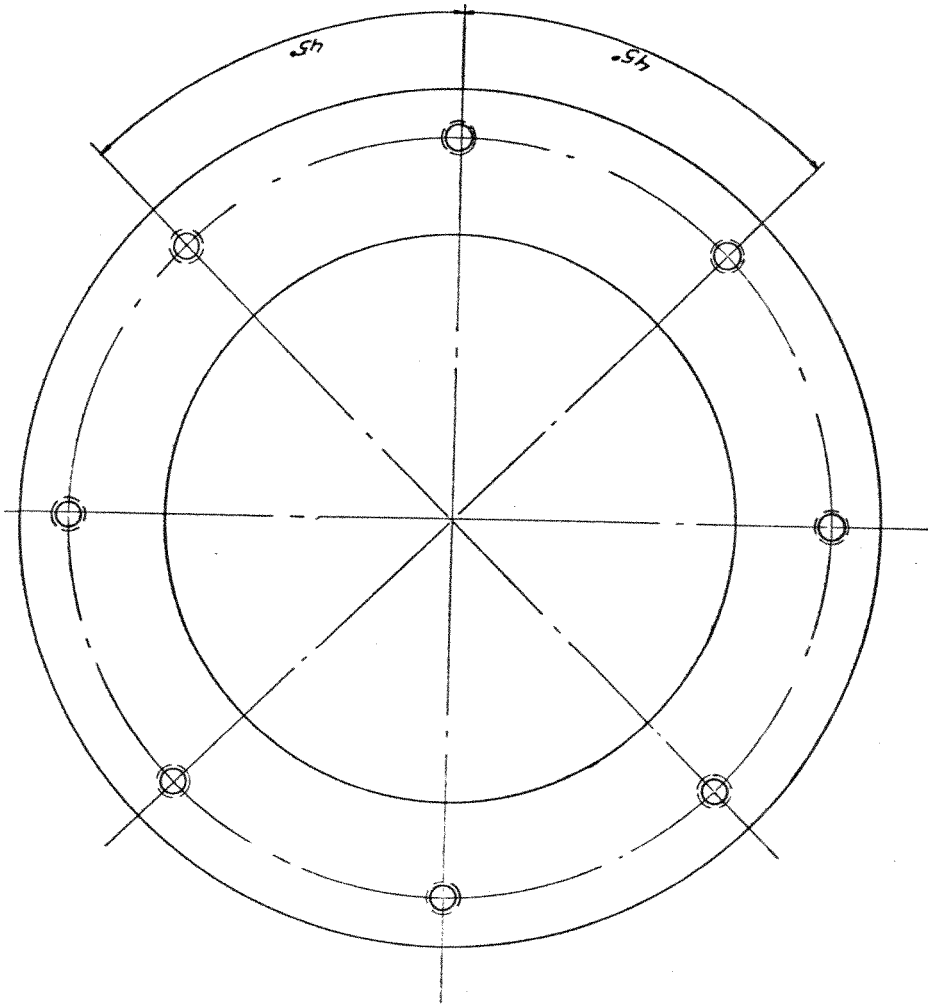
Arredondar as
Bordas



Nome		DEM-FEC-UNICAMP	
Tampa lateral		Re. A0/0005	Cod. A3/0024
Esc. 1:16	Data	MATERIAL	
		R90ABAT 1020	



Peça 32

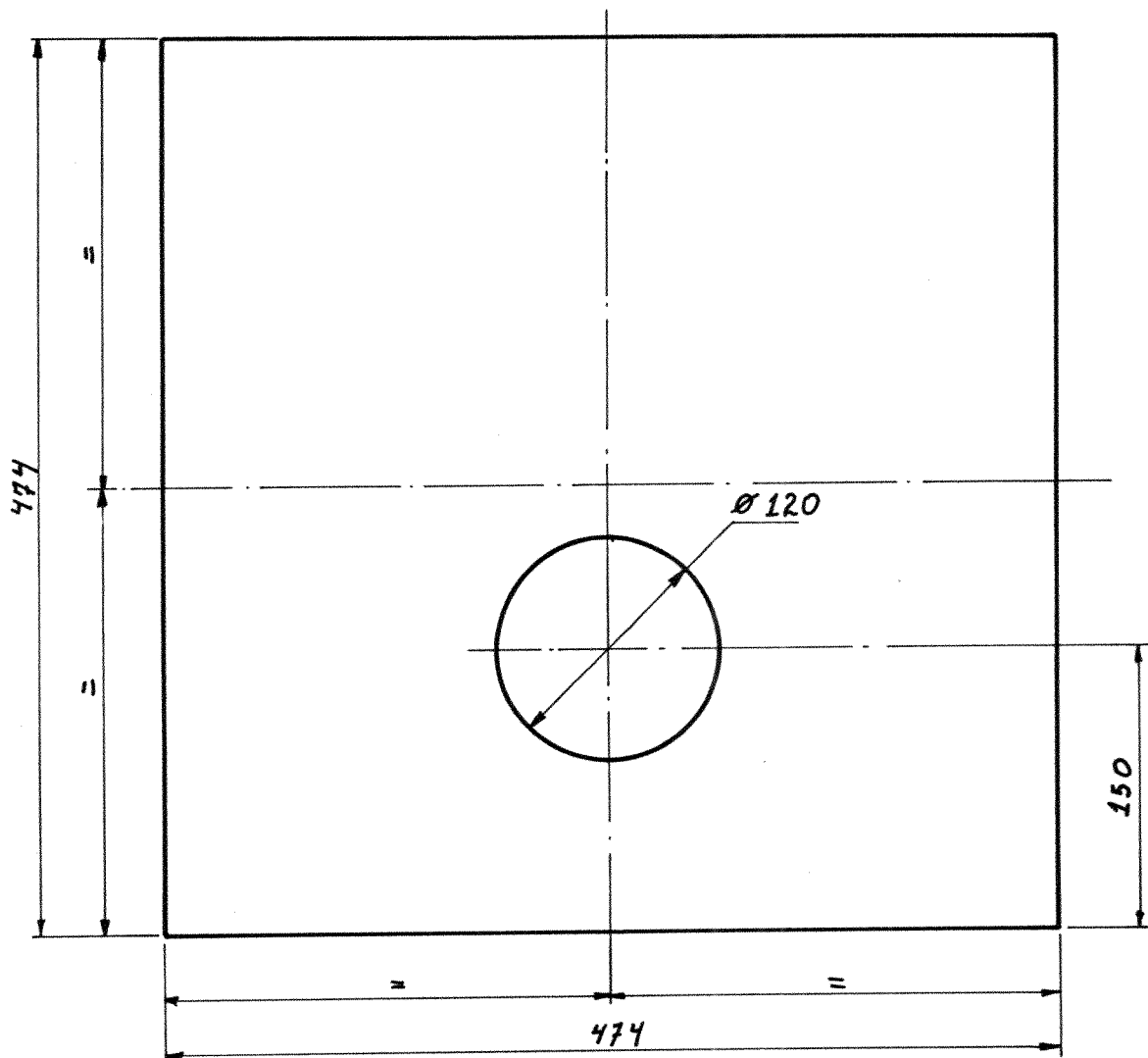


Quant. 2 Peças

DEM-FEC-UNICAMP

Nome Anel espaçador lateral

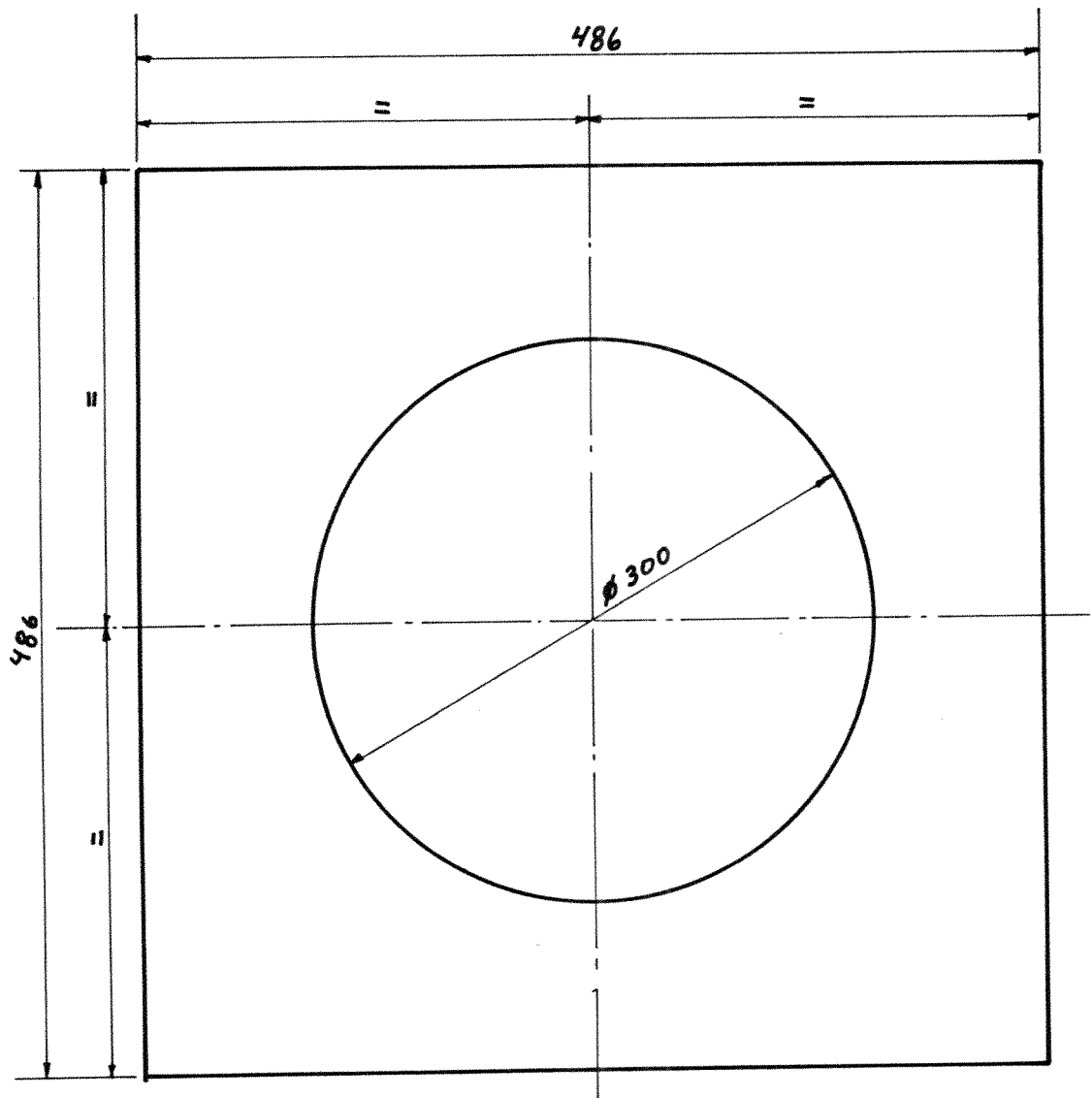
Esc. 1:16 Data
Materia Aço ABNT-1020 Rⁿ A₀/0005 Cod. A₃/0025



Chapa 6 mm
acabamento ∇
Quant. 2 peças

Peça 35

		DEM-FEC-UNICAM		
Nome <i>Lateral direita e esquerda da camera</i>				
Esc. 1:4	Data	Material Aço ABNT 1020	Re'	Cod.



chapa de 6mm
 acabamento ∇
 Quant. 2 peças

Peça 36

DEM-FEC-UNICAMP

Nome *Base Superior e Inferior da camara*

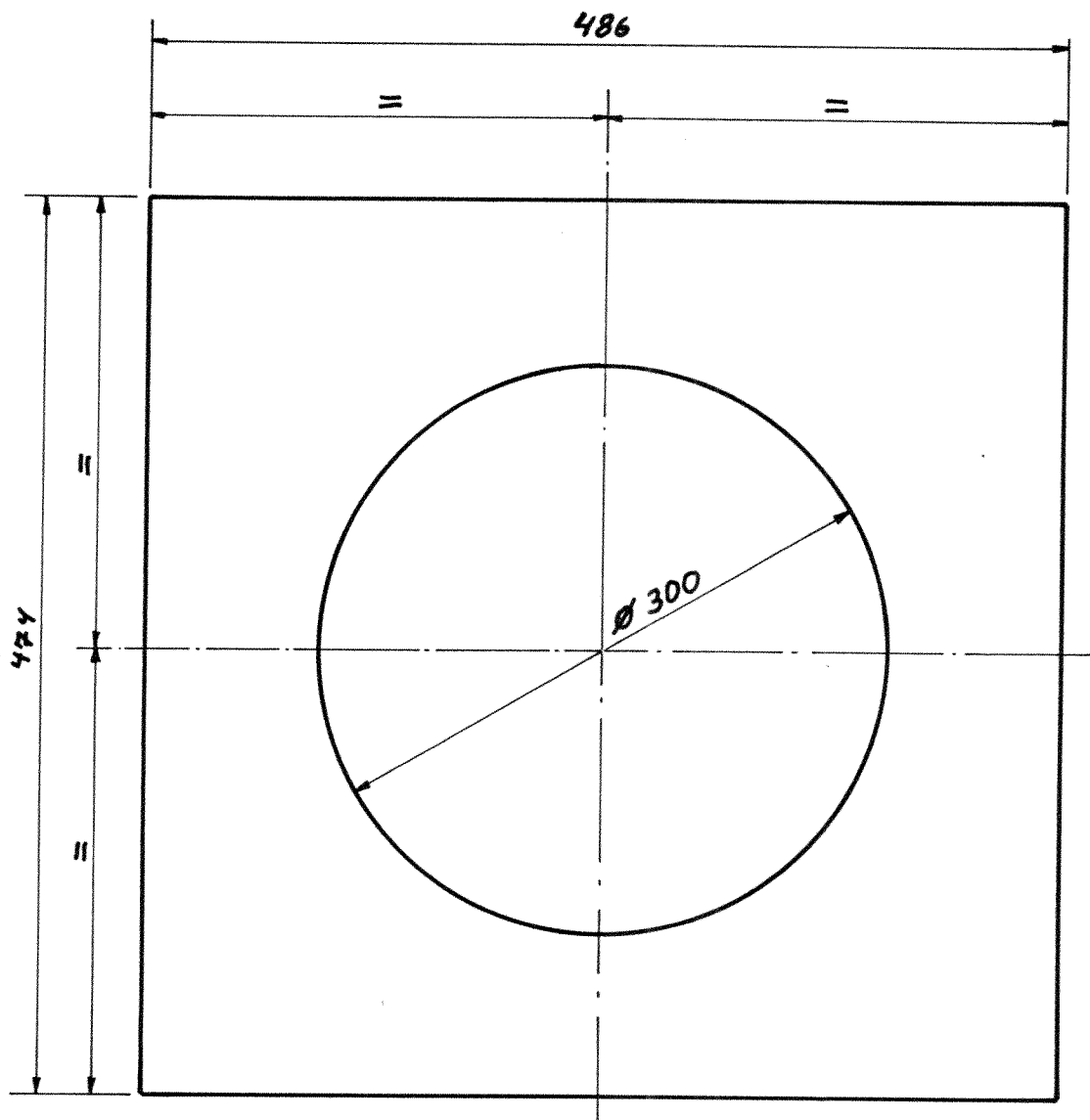
Esc. *1:4*

Data

Material
Aço ABNT 1020

Re'

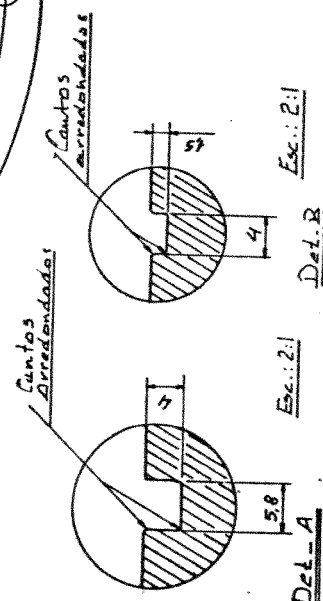
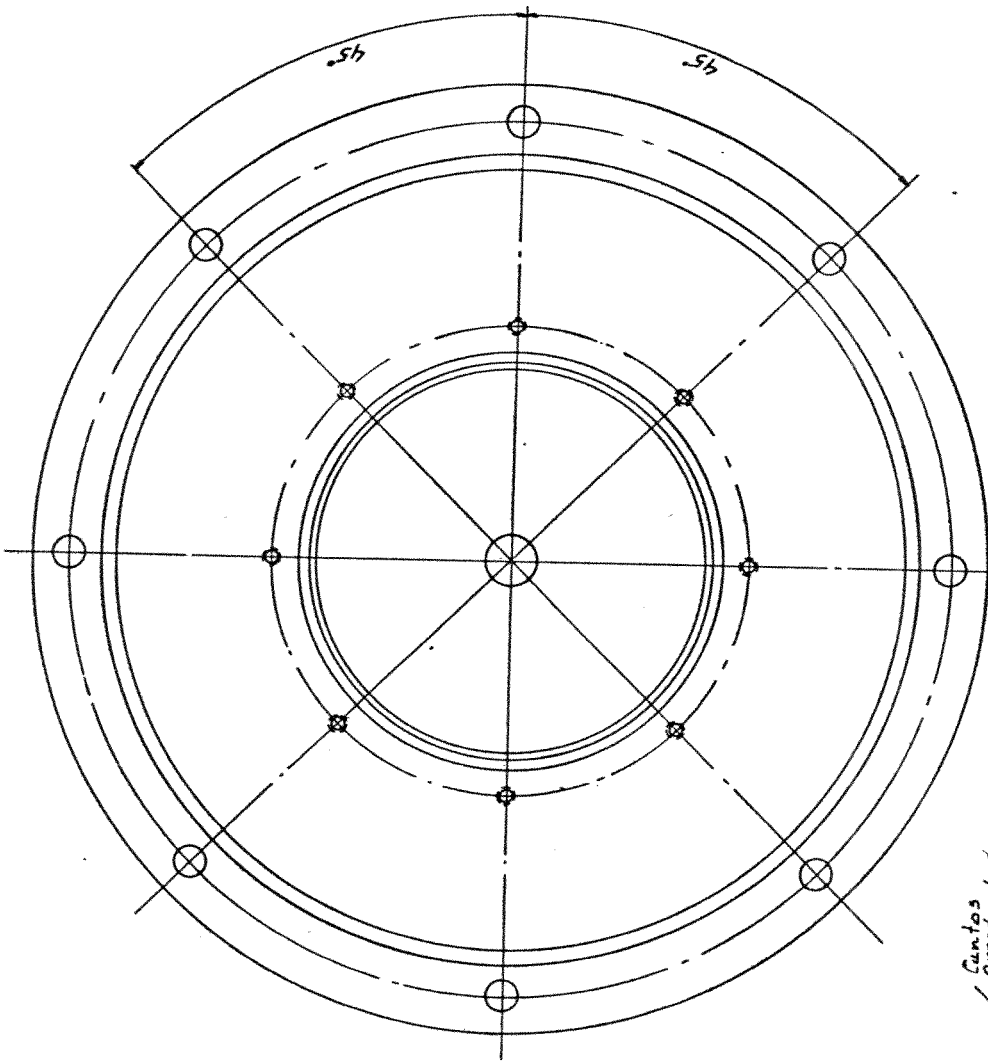
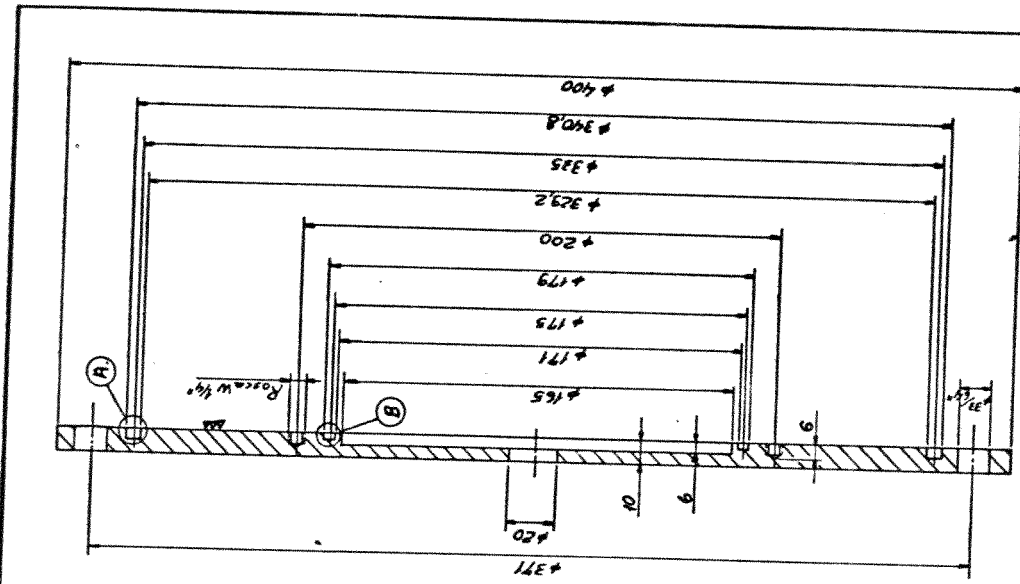
Cod.



Chapa de 6 mm
 acabamento ∇
 Quant. 2 peças

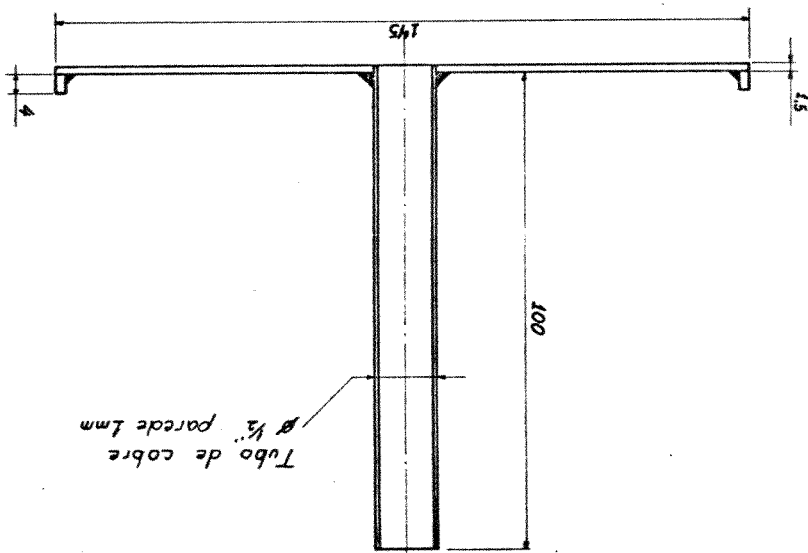
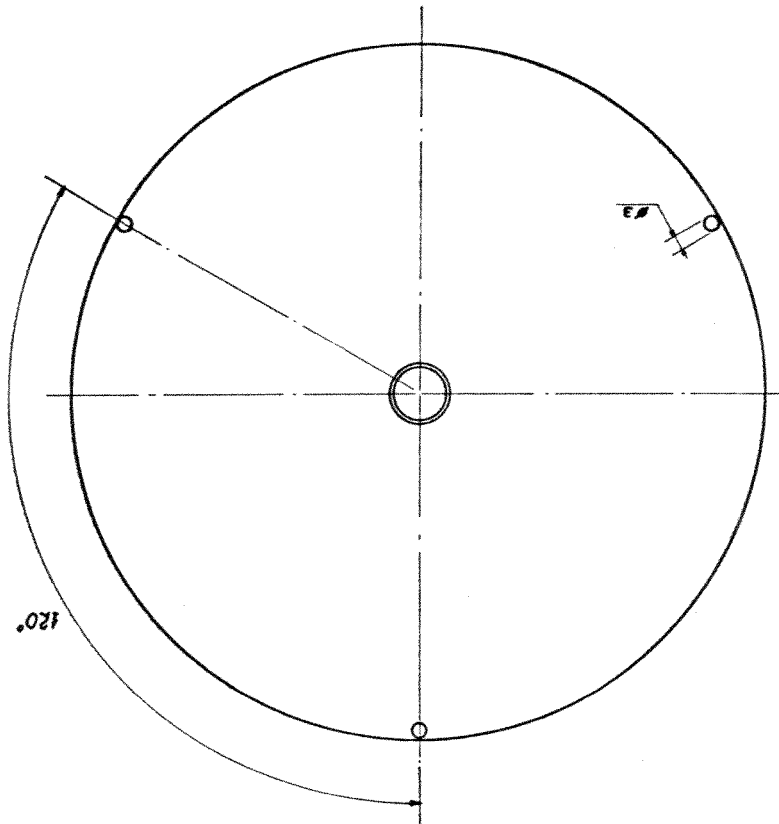
Peça 37

DEM-FEC-UNICAMP				
Nome <i>Frente e fundo da camera</i>				
Esc. <i>1:4</i>	Data	Material <i>Aço ABNT 1020</i>	Re'	Cod.



Peca 38

DEM-FEC-UNICAMP			
Nome	Tampa interior		
Esc.	1:32	Data	
Material	Aço ABNT 1020		
		Proj.	A ₁ /0026
		Cod.	A ₁ /0026



DEM-FEC-UNICAMP			
Nome	Entrada de agua	Proj. A0/0005	Cont. A3/0027
Esc. 1:16	Data	Materia	

Peca 43

DEM-FEC-UNICAMP

Nome *Fixador do Cadinho*

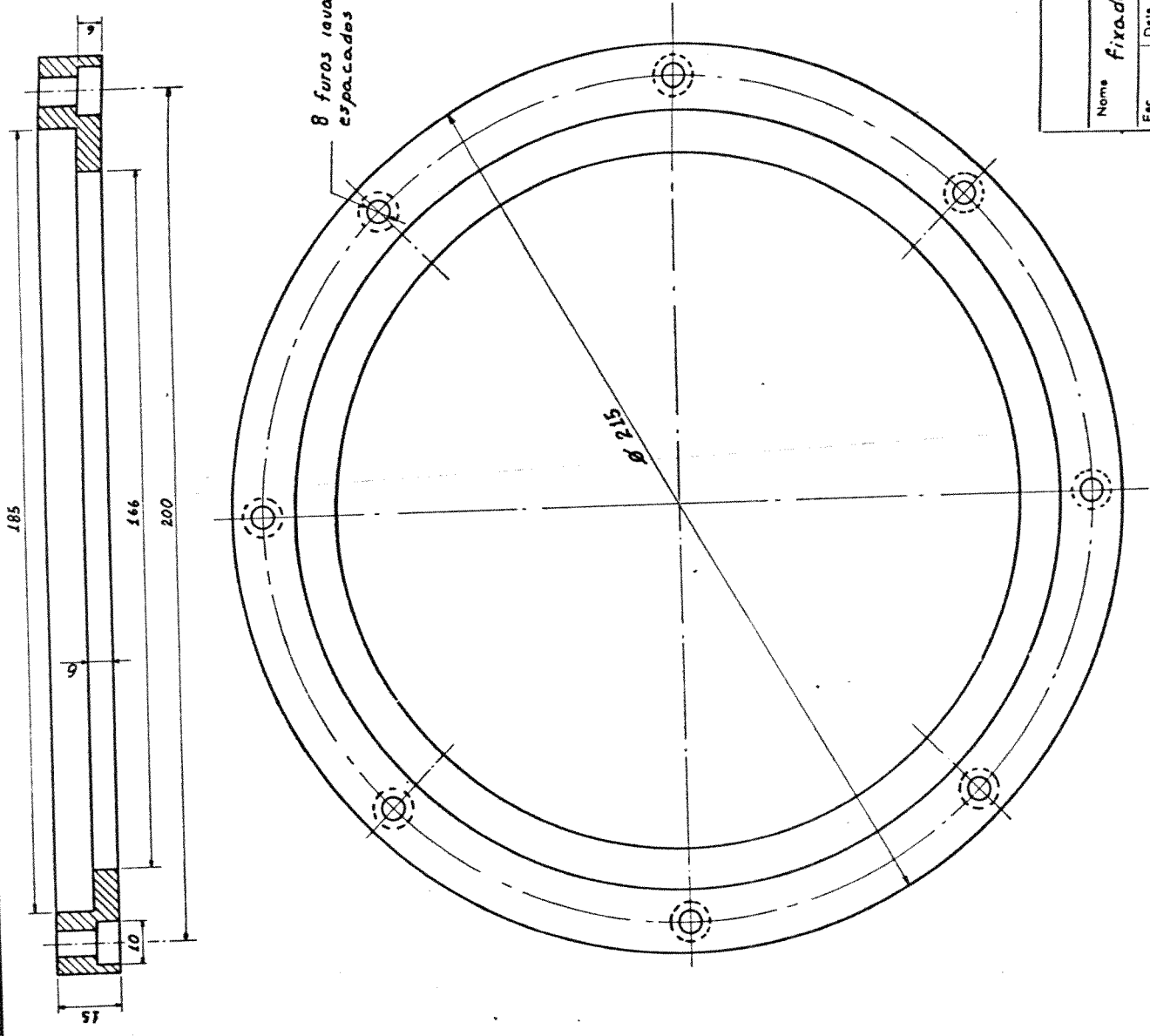
Esc. 1:16

Data

Material
Aço ABNT 1020

Ref. A₀/0005

Cod. A₃/0028



8 furos igualmente espaçados de $\frac{15}{64}$ "