

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**

**Escola de Engenharia**

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais**

**PPGEM**

**ASPECTOS TECNOLÓGICOS DA FABRICAÇÃO DE IMÃS PERMANENTES**  
**FUNDIDOS**

**Por**

**CARLOS RAIMUNDO FRICK FERREIRA**

**Engenheiro Operacional Mecânico**

**Dissertação para obtenção do título de Mestre**  
**em Engenharia**

**Porto Alegre**

**1997**

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO**  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**

**Escola de Engenharia**

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais**  
**PPGEM**

**ASPECTOS TECNOLÓGICOS DA FABRICAÇÃO DE IMÃS PERMANENTES**  
**FUNDIDOS**

**Por**

**CARLOS RAIMUNDO FRICK FERREIRA**

**Engenheiro Operacional Mecânico**

**Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais - PPGEM, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia.**

**Área de concentração: Metalurgia de Transformação**

**Porto Alegre**

**1997**

**Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do Título de Mestre em Engenharia e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.**

**Orientador: Prof. Dr. Arno Müller  
PPGEM - UFRGS**

**Banca Examinadora:**

**Prof. Dr. Arno Müller - PPGEM - UFRGS**

**Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini - DEMa - UFSCar**

**Prof. Dr. Renato Machado de Brito - PPGEM - UFRGS**

**Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker - PPGEM - UFRGS**

**Coordenador do PPGEM  
Prof. Dr. Luís Frederico Pinheiro Dick**

**Às minhas filhas  
Ana Carolina e Victória Catharina.**

## AGRADECIMENTOS

Ao *Prof. Dr. Arno Müller* pelos ensinamentos, orientação, confiança e liberdade.

À minha esposa *Berenice* pelo incentivo e colaboração.

Ao *Prof. Dr. João Schmidt* do Instituto de Física da UFRGS pelo empréstimo do equipamento para obtenção das curvas de histerese bem como no auxílio da caracterização magnética das amostras.

Aos amigos e colegas do *Laboratório de Fundação - LAFUN* pela cooperação e companheirismo.

Ao *Laboratório de Metalurgia Física* pela utilização dos microscópios ótico e eletrônico.

À *MULTIPÓ* pela doação de pó de Ferro.

À *FINEP* pelo apoio financeiro.

Aos Professores, Funcionários e Colegas do *PPGEMM* e a todos que de alguma forma ou outra contribuíram na elaboração deste trabalho o meu mais sincero agradecimento.

## ÍNDICE

<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>IX</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>XVIII</b>
<b>LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS .....</b>	<b>XX</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>XXII</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>XXIII</b>
<b>1 - INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>3</b>
2.1 - Imãs Permanentes.....	3
2.1.1 - Ligas Fundidas de Alnico.....	3
2.1.2 - Efeito do Tratamento Térmico.....	8
2.1.3 - Relação de Fases.....	10
2.1.4 - Métodos Para se Obter Grãos Colunares.....	12
2.2 - Microfusão (Fundição de Precisão).....	14
2.2.1 - O Processo.....	16
2.2.2 - A Cera.....	20
2.2.3 - O molde Cerâmico.....	22
2.2.4 - Precisão Dimensional.....	24
2.3 - Fundição e Solidificação.....	25
2.3.1 - Estrutura dos Lingotes.....	26
2.3.2 - Controle da Estrutura do Lingote.....	31
2.3.3 - Solidificação Unidirecional.....	35
2.3.3.1 - Condição para se Obter Solidificação Unidirecional.....	36
<b>3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>40</b>
3.1. Materiais e Métodos Selecionados.....	40
3.1.1 - A liga.....	40

3.1.2 - O Método.....	40
3.1.3 - A Cera.....	43
3.1.3.1 - Obtenção dos Modelos em Cera.....	46
3.1.4 - Fabricação das Lamas Cerâmicas.....	49
3.1.4.1 - Controle das Lamas Cerâmicas.....	50
3.1.5 - Fabricação das Cascas cerâmicas.....	56
3.1.6 - Deceragem e Calcinação.....	57
3.1.7 - Fusão e Vazamento.....	58
3.1.7.1 - Experiências preliminares com Alumínio.....	58
3.1.7.2 - Fusão e vazamento da liga Alnico 5.....	58
3.1.7.3 - Preparação dos Corpos de Prova.....	62
3.1.8 - Técnicas Metalográficas .....	64
3.1.9 - Ataque.....	65
3.1.10 - Avaliação da Composição Química.....	65
3.1.11 - Tratamentos Térmicos.....	65
3.1.12 - Análise Metalográfica e Ensaio Mecânicos.....	66
3.1.13 - Avaliação das propriedades Magnéticas.....	67
<b>4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>70</b>
4.1 - Experiências de solidificação com Alumínio.....	70
4.2 - Experiências com Alnico.....	73
4.2.1 - Composição Química.....	73
4.2.2 - Aspectos Macrográficos .....	74
4.2.3 - Medidas de Densidade.....	79
4.2.4 - Avaliações Metalográficas e Magnéticas.....	80
4.2.4.1 - Bruto de fusão .....	80
4.2.4.2 - Tratadas Térmicamente .....	83
4.2.4.2.1 - Tratamento Térmico Convencional (TTC).....	83
4.2.4.2.2 - Tratamento Termomagnético (TTM) .....	86
4.2.4.2.3 - Tratamento Termomagnético nº 2 (TTM2) .....	89

4.2.4.2.4 - Tratamento Termomagnético nº 3 (TTM3).....	90
4.2.4.2.5 - Tratamento Térmico Especial nº 1 (TTE1) .....	91
4.2.4.2.6 - Tratamento Térmico Especial nº 2 (TTE2). .....	92
4.2.5 - Influência da Usinagem.....	93
<b>5 - CONCLUSÕES.....</b>	<b>97</b>
<b>6 - SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS.....</b>	<b>99</b>
<b>7 - REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>100</b>



## LISTA DE FIGURAS

- FIGURA 1 - (a)** - Curva de histerese típica de um material de imã permanente evidenciando suas propriedades principais.  
**(b)** - Curva de desmagnetização e energia produzida típica de um material de imã permanente. Ref. 4.....4
- FIGURA 2.** Influência da estrutura de grãos nas propriedades magnéticas de alnico 5 fundido.  
 Curva 1 : grãos colunares  $\Rightarrow$   $B_r = 1,30$  T;  $H_c = 49,74$  kA/m,  $\Rightarrow (BH)_{m\acute{a}x.} = 19,89$  kJ/m<sup>3</sup>.  
 Curva 2 : grãos equiaxiais  $\Rightarrow$   $B_r = 1,27$  T;  $H_c = 47,35$  kA/m,  $\Rightarrow (BH)_{m\acute{a}x.} = 18,30$  kJ/m<sup>3</sup>. Ref. 8.....6
- FIGURA 3 -** Macroestrutura de imãs cilíndricos da liga Alnico solidificado unidirecionalmente, evidenciando a relação da percentagem de grãos alinhados na direção do eixo magnético com o produto de energia  $(BH)_{m\acute{a}x.}$ .  
 Tipo 16% alinhado  $\Rightarrow (BH)_{m\acute{a}x.} (= 15,7$  kJ/m<sup>3</sup>,  
 Tipo 36% alinhado  $\Rightarrow (BH)_{m\acute{a}x.} = 17,8$  kJ/m<sup>3</sup>  
 Tipo 68% alinhado  $\Rightarrow (BH)_{m\acute{a}x.} = 19,7$  kJ/m<sup>3</sup>  
 Tipo 73% alinhado  $\Rightarrow (BH)_{m\acute{a}x.} = 20,2$  kJ/m<sup>3</sup>. Ref. 9. ....7
- FIGURA 4 -** Curvas de desmagnetização evidenciando a influência do tratamento térmico sob campo magnético (H) paralelo e perpendicular ao eixo cristalográfico e sem campo para um mesmo material. Ref. 2.....9
- FIGURA 5 -** Diagrama parcial do sistema FeCoNiAl. A linha vertical pontilhada representa a liga Alnico 5. Ref. 22.....10
- FIGURA 6.** Método do metal em excesso. 1- cavidade do molde; 2 - anel circundante; 3 - molde; 4 - base refrigerada. Ref. 29.....12

<b>FIGURA 7</b> - Desenho esquemático de molde com múltiplas cavidade utilizados na produção de ímãs permanentes com estrutura colunar orientada. A base é de cobre refrigerada. Ref. 30.....	12
<b>FIGURA 8</b> - Desenho esquemático do sistema de molde cerâmico vazado no interior do forno para produção de ímãs permanentes com grãos colunares por solidificação unidirecional. Ref. 32.....	13
<b>FIGURA 9</b> - Perseu e a Cabeça de Medusa, estatueta em bronze pesando 3,5 t, fundida pelo processo de microfundição por Benvenuto Cellini.....	15
<b>FIGURA 10</b> - Passos essenciais do processo produtivo de peças microfundidas.....	17
<b>FIGURA 11</b> - Fluxograma esquemático dos processos de conformação de produtos metálicos evidenciando os estágios do processo de solidificação. Ref. 57.....	25
<b>FIGURA 12</b> - Desenho esquemático da macroestrutura de um lingote indicando a zona coquilhada 1 , a zona colunar 2 e a zona equiaxial 3. Ref 60.....	27
<b>FIGURA 13</b> - Representação esquemático do crescimento de uma textura cristalográfica com direção coincidente com a extração de calor. O grão 1, orientado favoravelmente em relação ao grão 2, deverá prevalecer durante o crescimento competitivo. Ref. 59.....	28
<b>FIGURA 14</b> - Variação do tamanho de grão e da orientação preferencial com a distância desde as paredes do molde para um crescimento unidirecional. Ref. 27.....	29
<b>FIGURA 15</b> - Forma dos cristais que crescem a partir de pontos situados ao acaso. a) mesma velocidade de crescimento. b) Cristal A com o dobro da velocidade dos outros. Ref. 27.....	30
<b>FIGURA 16</b> - Evolução da solidificação de um metal puro no interior de um molde. Onde: L - Líquido, S - Sólido, M - Molde e R - Rechupe. Ref. 62.....	31

<b>FIGURA 17</b> - Evolução da solidificação em ligas metálicas. <b>a)</b> liga com amplo intervalo de solidificação. <b>b)</b> liga com pequeno intervalo de solidificação. Ref. 62.....	32
<b>FIGURA 18</b> - Ramo dendrítico mostrando como acontece a variação em composição química no seu interior, $1 < 2 < 3$ onde os números representam a composição. Ref. 62.....	33
<b>FIGURA 19</b> - Algumas heterogeneidades que influenciam nas propriedades das ligas fundidas. Os grãos individuais podem ser do tipo fino, representado em <b>A</b> , grosseiro representado em <b>B</b> , e orientados representado em <b>C</b> . A estrutura interna dos grãos pode apresentar dendritas grosseiras, como em <b>D</b> , dendritas finas, como representado em <b>E</b> ou não apresentar dendritas, como em <b>F</b> . As áreas interdendríticas podem ter: - micro-porosidades representado em <b>G</b> , - segunda fase como em <b>H</b> e - inclusões como representado em <b>I</b> . Ref. 62.....	34
<b>FIGURA 20</b> - Representação esquemática da resistência a fluência x tempo para a liga MAR-M200 obtida por diferentes técnicas de solidificação. Curva 1 Fundição convencional, Curva 2 Solidificação unidirecional e Curva 3 Monocristal. Ref. 65.....	35
<b>FIGURA 21</b> - Análise térmica de uma frente de solidificação plana de grãos colunares. 1. Grãos colunares; 2. Interface sólido/líquido; 3. Paredes laterais do molde superaquecido; 4. Metal líquido; 5. Base refrigerada; $\epsilon$ . Comprimento da zona solidificada. Ref 31.....	36
<b>FIGURA 22</b> - Gráfico de análise térmica evidenciando as condições para solidificação direcional. 1 - Base refrigerada (chill), 2 - Molde e 3 - Frente de solidificação. Ref. 31.....	38
<b>FIGURA 23</b> - Relação entre $K_{dir}$ e $T_{molde}$ , para uma liga da família dos Alnico, na forma gráfica. Ref. 31.....	39

<b>FIGURA 24</b> - Desenho esquemático do Sistema de Solidificação Direcional utilizado neste trabalho.....	40
<b>FIGURA 25</b> - Base de cobre refrigerada, construída especialmente para este trabalho.....	41
<b>FIGURA 26</b> - Base de cobre refrigerada, aberta para evidenciar o canal do fluxo de água.....	41
<b>FIGURA 27</b> - Forno elétrico, utilizado para fabricação das misturas de ceras.....	44
<b>FIGURA 28</b> - Matrizes usadas na obtenção dos modelos em cera.....	46
<b>FIGURA 29</b> - Copo plástico, usado como matriz para obtenção, em cera, da bacia de vazamento e da câmara de nucleação.....	47
<b>FIGURA 30</b> - Árvore de modelos em cera, usados nas primeiras experiências.....	48
<b>FIGURA 31</b> - Misturadores usados na fabricação das lamas cerâmicas.....	49
<b>FIGURA 32</b> - Representação Gráfica do Comportamento da Densidade x Tempo para a Lama Primária.....	52
<b>FIGURA 33</b> - Representação Gráfica do Comportamento da Densidade x Tempo para a lama secundária.....	52
<b>FIGURA 34</b> - Representação Gráfica do Comportamento da Viscosidade x Tempo para a Lama Primária.....	53
<b>FIGURA 35</b> - Representação Gráfica do Comportamento da Viscosidade x Tempo para a Lama Secundária.....	53
<b>FIGURA 36</b> - Representação Gráfica do Comportamento do pH x Tempo para a Lama Primária.....	54

<b>FIGURA 37</b> - Representação Gráfica do Comportamento do pH x Tempo para a Lama Secundária.....	54
<b>FIGURA 38</b> - Representação Gráfica do Comportamento da Temperatura x Tempo para a Lama Primária.....	55
<b>FIGURA 39</b> - Representação Gráfica do Comportamento da Temperatura x Tempo para a Lama Secundária.....	55
<b>FIGURA 40</b> - Drenagem da primeira camada de lama cerâmica.....	56
<b>FIGURA 41</b> - Aspecto de algumas cascas cerâmicas utilizadas neste trabalho após a deceragem e calcinação.....	57
<b>FIGURA 42</b> - Forma dos moldes para cada corrida.....	61
<b>FIGURA 43</b> - a) Desenho esquemático da árvore metálica com indicação dos cortes para separação dos lingotes da câmara de nucleação e da bacia de alimentação. b) Separação dos lingotes em duas metades. c) Corpos de prova usados para avaliação.....	62
<b>FIGURA 44</b> - Diagrama de blocos evidenciando os caminhos seguidos na preparação e avaliação dos corpos de prova.....	63
<b>FIGURA 45</b> - Eletroímã utilizado para magnetização dos corpos de prova. Composto por duas bobinas, cada uma com 2000 espiras. Distância entre ferros de 14 mm.....	68
<b>FIGURA 46</b> - Curva de calibração do magnetômetro de extração. O corpo de prova utilizado como padrão foi uma amostra com 3,424 g de Ni com 99,99 % de pureza.....	69
<b>FIGURA 47</b> - Macrografia externa dos CP's mostrando a influência da temperatura de superaquecimento ( $T_{sup}$ ) sobre o grau de direcionalidade para o caso de Al	

puro bruto de fusão CP1T<sub>sup</sub>=30°C; CP2T<sub>sup</sub>= 78°C; CP3T<sub>sup</sub>=134°C ;  
 CP4T<sub>sup</sub> =159°C. Ataque: água régia fluorada.....71

**FIGURA 48** - Macrografia interna dos CP's 1, 2, 3 e 4 de Al, bruto de fusão, polidos até lixa de granulometria 600 e atacados com água régia fluorada.....72

**FIGURA 49** - Aspecto superficial de alguns dos corpos de prova de Alnico, bruto de fusão, logo após a desmoldagem.....75

**FIGURA 50** - Macrografia interna do CP1, bruto de fusão, da liga Alnico 5. Ataque: Marble's.....77

**FIGURA 51** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 5.1.b no estado bruto de fusão. Em (c) fotomicrografia evidenciando uma matriz de fase  $\alpha$  composta por grãos grosseiros, típicos de uma solidificação lenta, e grande quantidade de fase  $\gamma$ , de forma acicular, precipitando dos contornos para o centro dos grãos. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble. Em (d) imagem obtida por MEV evidenciando a precipitação da fase  $\gamma$  a partir dos contornos dos grãos. Aumento 274x Ataque: Reagente de Marble.....81

**FIGURA 52** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 7.2.b no estado bruto de fusão. Em (c) fotomicrografia evidenciando uma matriz de fase  $\alpha$  composta por grãos grosseiros, típicos de uma solidificação lenta, e grande quantidade de fase  $\gamma$ , de forma acicular, precipitando dos contornos para o centro dos grãos. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble. Em (d) imagem obtida por MEV mostrando em detalhe a precipitação da fase  $\gamma$ . Aumento 549x Ataque: Reagente de Marble.....82

**FIGURA 53** - Desenho esquemático do ciclo adotado para o tratamento térmico convencional (TTC).....83

**FIGURA 54** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 5.2.a após ter recebido tratamento térmico convencional (TTC). Em (c) fotomicrografia mostrando que a fase  $\gamma$  foi quase que totalmente eliminada, restando resquícios somente em alguns contornos de grão. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble. Em (d) imagem obtida por MEV mostrando em detalhes resquícios da fase  $\gamma$  no contorno do grão. Aumento 3869x. Ataque: Reagente de Marble.....84

**FIGURA 55** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 7.1.a após ter recebido tratamento térmico convencional (TTC). Em (c) fotomicrografia mostrando que a fase  $\gamma$  foi quase que totalmente eliminada dos contornos para aparecer dispersa no seio do grão. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble. Em (d) imagem obtida por MEV mostrando o interior do grão e detalhando uma interface planar da fase  $\alpha$ . Aumento 14613x Ataque: Reagente de Marble.....85

**FIGURA 56** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 5.2.b após ter recebido tratamento termomagnético (TTM). Em (c) fotomicrografia mostrando que a matriz  $\alpha$  está praticamente isenta da fase  $\gamma$ . Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble. Em (d) imagem obtida por MEV mostrando o encontro de três grãos onde em cada um se nota a fase  $\alpha + \alpha'$  no plano (100) crescendo com ângulo diferente. Aumento: 3869x. Ataque: Reagente de Marble.....87

**FIGURA 57** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 6.2.c após ter recebido tratamento termomagnético (TTM). Em (c) fotomicrografia mostrando que a matriz  $\alpha$  está praticamente isenta da fase  $\gamma$ , restando somente alguns indícios desta fase nos contornos dos grãos. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble. Em (d) imagem obtida por MEV mostrando detalhe das fases  $\alpha + \alpha'$  no plano (100). Aumento 8061x. Ataque: Reagente de Marble.....88

**FIGURA 58** - (a) Desenho esquemático do ciclo adotado para o Tratamento Termomagnético nº 2 (TTM2), (b) Laço de histerese e (c) Fotomicrografia transversal do CP 6.1.b sujeito a este tratamento térmico. Nota-se a fase parasítica  $\gamma$  dispersa em praticamente toda a matriz. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble.....89

**FIGURA 59** - (a) Desenho esquemático do ciclo adotado para o Tratamento Termomagnético nº 3 (TTM3), (b) Laço de histerese e (c) Fotomicrografia transversal da microestrutura do CP 7.2.d sujeito a este tratamento térmico. Nota-se a fase parasítica  $\gamma$  dispersa em praticamente toda a matriz. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble.....90

**FIGURA 60** - (a) Desenho esquemático do ciclo adotado para o Tratamento Térmico Especial N1 (TTE1), (b) Laço de histerese e (c) Fotomicrografia mostrando a microestrutura transversal do CP 6.1.c submetido a este ciclo de tratamento térmico. Nota-se uma grande quantidade de fase precipitando a partir dos contornos dos grãos. Aumento: 32x. Ataque: Reagente de Marble.....91

**FIGURA 61** - (a) Desenho esquemático do ciclo adotado para o Tratamento Térmico Especial N2 (TTE2), (b) Laço de histerese que não se desenvolveu e (c) Fotomicrografia mostrando a microestrutura transversal do CP 5.1.a submetido a este ciclo de tratamento térmico. Nota-se a matriz  $\alpha$  completamente isenta de fase  $\gamma$ . Aumento: 32x. Ataque: Reagente de Marble.....92

**FIGURA 62** - (a) e (c) Laços de histerese, (b) e (d) Curvas de desmagnetização e produto de energia evidenciando a influência da usinagem nas propriedades magnéticas do Alnico 5. Das curvas (a) e (b) foram retiradas as características magnéticas da amostra CP 8.2.d sem usinagem;  $B_r = 0,880$  T,  $H_c = 33,08$  kA/m e  $(BH)_{max} = 11,28$  kJ/m<sup>3</sup> e das curvas (c) e (d) as características da amostra CP 8 Retificado com usinagem superficial de 1 mm;  $B_r = 0,902$  T,  $H_c = 36,58$  kA/m e  $(BH)_{max} = 15,43$  kJ/m<sup>3</sup>.....93



- FIGURA 63** - Fotomicrografias mostrando a semelhança de microestrutura para as amostras (a) CP 8.2.d, sem usinagem e (b) CP 8. Retificado, usinada. Ambas amostras passaram pelo mesmo ciclo de tratamento térmico TTC. Observa-se a precipitação da fase  $\gamma$  parasítica no seio dos grãos em ambos os casos, o que evidencia a influência da usinagem nas propriedades magnéticas. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble.....94
- FIGURA 64** - Influência da usinagem nas propriedades magnéticas de uma liga Alnico fundida com estrutura semi-colunar. Ref. 14.....95
- FIGURA 65** - No gráfico da figura pode-se observar a relação entre os valores médios das propriedades magnéticas (energia acumulada  $(BH)_{\text{máx}}$  em  $\text{kJ/m}^3$ , força coercitiva  $H_c$  em  $\text{kA/m}$  e indução remanente  $B_r$  em T) com o valor médio da dureza em Rockwel C para as amostras de Alnico 5 obtidas. As amostras submetidas ao tratamento termomagnético, nas condições do sistema desenvolvido, não apresentaram o desempenho esperado pois o campo eletromagnético utilizado nos experimentos não foi suficiente, ou a taxa de resfriamento na passagem do ponto Curie não foi adequada, como pode ser observado pelos valores de  $H_c$  mostrados no gráfico. ....96

## LISTA DE TABELAS

TABELA I - Propriedades magnéticas de alguns materiais magnéticos.....	5
TABELA II - Quantidade de cinzas presente na matéria-prima utilizada para obtenção da mistura de cera.....	43
TABELA III - Composição das primeiras misturas de ceras fabricadas.....	44
TABELA IV - Composição, segunda etapa de desenvolvimento, de misturas de ceras de ceras.....	45
TABELA V - Características das misturas de ceras avaliadas.....	45
TABELA VI - Composição da lama primária utilizada neste trabalho.....	50
TABELA VII - Composição da lama secundária utilizada neste trabalho.....	50
TABELA VIII - Resumo dos parâmetros técnicos e físicos adotados em cada corrida.....	58
TABELA IX - Relação do material, com a respectiva quantidade usada por corrida, para fusão da liga Alnico 5.....	59
TABELA X - Relação entre as corridas, corpos de prova e alguns parâmetros de fundição da liga; temperatura de superaquecimento $T_{sup.}$ , temperatura de vazamento $T_{vaz.}$ , temperatura do molde $T_{mold.}$ , temperatura de adição do alumínio $T_{Al}$ , tempo de inoculação do Al ( $t_{inoc. Al}$ ).....	60
TABELA XI - Composição Química das ligas magnéticas investigadas e para comparação apresenta-se na última linha a composição química típica da liga Alnico 5.....	73

**TABELA XII** - Valores de densidade dos corpos de prova de Alnico medidos pelo método de Arquimedes.....79

**TABELA XIII** - Propriedades Magnéticas e de Dureza para os Corpos de Prova no estado bruto de fusão e Tratados Térmicamente.....83

## LISTA DE SIMBOLOS ABREVIATURAS

**B**, densidade de fluxo magnética ou indução.

**H**, campo magnetizante.

+**B**<sub>máx.</sub>, indução de saturação positiva.

-**B**<sub>máx.</sub>, indução de saturação negativa.

+**H**<sub>máx.</sub>, campo magnetizante máximo positivo.

-**H**<sub>máx.</sub>, campo magnetizante máximo negativo.

(**BH**)<sub>máx.</sub>, máxima energia magnética que um material pode produzir por unidade de volume.

**B**<sub>r</sub>, indução remanente ou residual.

**H**<sub>c</sub>, força coercitiva.

**B**<sub>s</sub>, indução magnética de saturação.

**T**<sub>c</sub>, temperatura Curie.

$\mu$ , permeabilidade magnética.

$\alpha$ , fase magnética de composição rica em FeCo com estrutura cristalina cúbica de corpo centrada (ccc).

$\alpha'$ , fase não magnética de composição rica em NiAl com estrutura cristalina cúbica de corpo centrada (ccc).

$\gamma$ , fase não magnética (parasítica) com estrutura cristalina cúbica de face centrada (cfc).

**CLA**, processo de vazamento usado em microfusão as letras C e L são as iniciais dos nomes dos inventores do processo Chandley e Lamb. A letra A identifica a atmosfera de fusão.

**EVA**, Ethil Vinil Acetate

**S/L**, sólido/líquido

**t**, tempo

$\epsilon$ , posição da interface em relação a distância da base refrigerada

$\rho$ , densidade

**L**<sub>f</sub>, calor latente de fusão

**K**<sub>dir</sub>, critério de direcionalidade

**T**<sub>molde</sub>, temperatura do molde

**T**<sub>sol</sub>, temperatura de solidificação do metal

**T**<sub>sup.</sub>, temperatura de superaquecimento

**T**<sub>vaz.</sub>, temperatura de vazamento

**T**<sub>al</sub>, temperatura de adição do alumínio

$t_{\text{inoc. Al}}$ , tempo de inoculação do Al  
**TTC**, tratamento térmico convencional  
**TTM**, tratamento termomagnético  
**TTM2**, tratamento termomagnético nº 2  
**TTM3**, tratamento termomagnético nº 3  
**TTE1**, Tratamento Térmico Especial nº 1  
**TTE2**, Tratamento Térmico Especial nº 2

## RESUMO

Com o objetivo de se otimizar as propriedades magnéticas de ligas fundidas para ímãs permanentes tipo Alnico, foram realizadas experiências de solidificação controlada visando a obtenção de estrutura colunar orientada. As experiências iniciais foram feitas com Alumínio que serviu de modelo para as experiências com a liga Alnico 5. Apresenta-se uma breve revisão do estado da arte das ligas Alnico, enfatizando-se as técnicas de fundição utilizadas na obtenção de ímãs permanentes, policristalinos e anisotrópicos. Descreve-se a técnica utilizada para a produção de ímãs permanentes com base na liga Alnico 5 com composição nominal 24% Co, 14% Ni, 8% Al, 3% Cu e balanço Fe. São abordadas as condições de fusão da liga, as análises químicas e os tratamentos térmicos realizados em várias amostras.

Os ímãs foram produzidos por solidificação unidirecional, em moldes cerâmicos do tipo casca obtidos pelo processo de microfusão. As amostras foram avaliadas através da obtenção das curvas de histerese magnética, microscopia ótica e eletrônica. Avaliam-se os efeitos de composição, tratamento térmico submetido e características metalúrgicas da liga, nas propriedades magnéticas. Os resultados indicam que as propriedades magnéticas da liga são muito influenciadas pelo tratamento térmico. Os melhores resultados foram obtidos nas amostras que passaram pelo tratamento térmico convencional (TTC).

## ABSTRACT

With the purpose to optimize the magnetic properties of Alnico cast alloys, experiments under controlled solidification aiming the production of oriented structures, have been realized. Aluminum ingots were used in the first tests as a model for the following experiments with Alnico 5 alloy.

The melting conditions to obtain by unidirectional solidification using shell molding investment casting and, the Alnico 5 alloy 8% Al, 14% Ni, 24% Co, 3% Cu and Fe are discussed. The samples were analyzed by optical and electronic microscopy and by hysteresis loop, as well the effects of chemical composition and heat treatment. The results indicate that the heat treatment has a strong influence on the magnetic properties of this alloy and the best results were found in the sample submitted under conventional heat treatment (TTC).

## 1 - INTRODUÇÃO

Os ímãs permanentes constituem uma classe importantíssima e altamente sofisticada de materiais de engenharia com uma vasta aplicação comercial e industrial. As aplicações para ímãs permanentes são amplas e nos campos mais variados. São encontrados em quase tudo que nos rodeiam, indo desde os chamados “ímãs de porta de geladeira” aos utilizados para armazenamento de dados<sup>1</sup>. Um ímã permanente deve ser apto a criar, em uma dada região do espaço, um campo magnético sem perda de energia. Portanto, pode substituir plenamente uma espira elétrica ou um eletroímã. As aplicações dos ímãs permanentes podem ser feitas baseada na interação do campo magnético com outras grandezas físicas do seguinte modo:

- conversão de energia mecânica em energia elétrica e vice-versa: motores elétricos, geradores, alto-falantes, microfones, volantes magnéticos, instrumentos a bobina móvel, tacômetro.
- produção ou transferência de uma força: separadores, chave magnética, brinquedos, aplicações publicitárias, bombas, acoplamentos, sistemas.
- Transformação de energia mecânica em calor: freio a correntes parasitas.
- Alinhamento de um ímã em um campo externo: bússolas, instrumentos a ímã móveis, motores passo a passo.
- Desvio de carga elétrica em movimento: dispositivo a efeito Hall, corretores em tubos catódicos, tubos a ondas progressivas.

Em dispositivos onde se deseja uma indução moderada com um certo volume, utilizam-se cada vez mais ímãs permanentes pois estes não consomem nenhuma energia do circuito e fornecem uma indução perfeitamente estabilizada, além de poderem trabalhar em temperaturas mais elevadas que as bobinas. Em praticamente todas as técnicas que envolvem eletricidade são utilizados materiais magnéticos. Portanto, são de fundamental importância na tecnologia atual.

Grandezas magnéticas tais como, a indução remanente  $B_r$ , o campo coercitivo  $H_c$  assim como o produto  $(BH)_{\max}$  representando a energia estática máxima do ímã, são propriedades que estão relacionadas a estrutura e dimensões dos acionadores elétricos magnéticos que usam ímãs permanentes.



A família das ligas Alnico, liga de Fe-Al-Ni-Co e outros elementos em pequenos percentuais, por apresentarem altos valores de  $B_r$  bem como densidade de energia relativamente elevada, tem diversas aplicações nessa área. Os Alnicos são provavelmente as ligas magnéticas mais versáteis em uso como imã permanente. São obtidos por fusão em fornos de indução de média frequência e vazados em moldes adequados. Suas características magnéticas finais são obtidas após tratamento térmico especial em presença, no caso dos tipos anisotrópicos ou orientados, de forte campo magnético. O efeito deste campo é orientar a fase magnética na direção das suas linhas de fluxo, ressaltando as características magnéticas na direção que deverá corresponder aquela da magnetização final. Os Alnicos possuem  $B_r$  e  $(BH)_{max}$  elevados, o que somados a um baixo coeficiente de temperatura os tornam aptos à aplicações em instrumentos de medida e outros dispositivos de alta precisão.

O controle de impurezas, processo de fabricação e tratamentos térmicos podem de certa forma melhorar as propriedades magnéticas. Um meio de aumentar consideravelmente a magnitude da energia armazenada em imãs permanentes fundidos é a produção destes com estrutura cristalina na direção (100) paralelo ao eixo magnético da peça. Para se obter a direção (100) utiliza-se o método de solidificação unidirecional, pois a natureza anisotrópica dos cristais Al-Ni-Co-Fe, que possuem reticulado ccc, apresentam máxima energia magnética e condutividade térmica nessa direção.

A solidificação unidirecional consiste na extração preferencial de calor por um lado da peça, associado com o aquecimento controlado dos outros durante a solidificação, formando dessa forma um gradiente térmico em uma única direção. Porém, sabe-se que quanto maior for o distanciamento da interface metal/molde, menor será a velocidade de solidificação e menor o gradiente defronte a interface sólido/líquido. Para que isso não ocorra, deve-se tomar medidas tais como pré-aquecimento do molde, alta extração de calor pela base e temperatura de vazamento elevada. Tendo em vista o elevado ponto de solidificação das ligas Alnico (acima de 1400 °C), deve-se vazá-las em temperaturas na faixa dos 1600-1650 °C, o que torna crítico o problema de materiais dos moldes.

O objetivo deste trabalho é desenvolver uma metodologia de fundição unidirecional, em ligas Alnico, para peças de geometria simples. O processo de moldagem adotado será o de microfusão ( fundição de precisão ou cera perdida) com moldes do tipo casca.

## 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

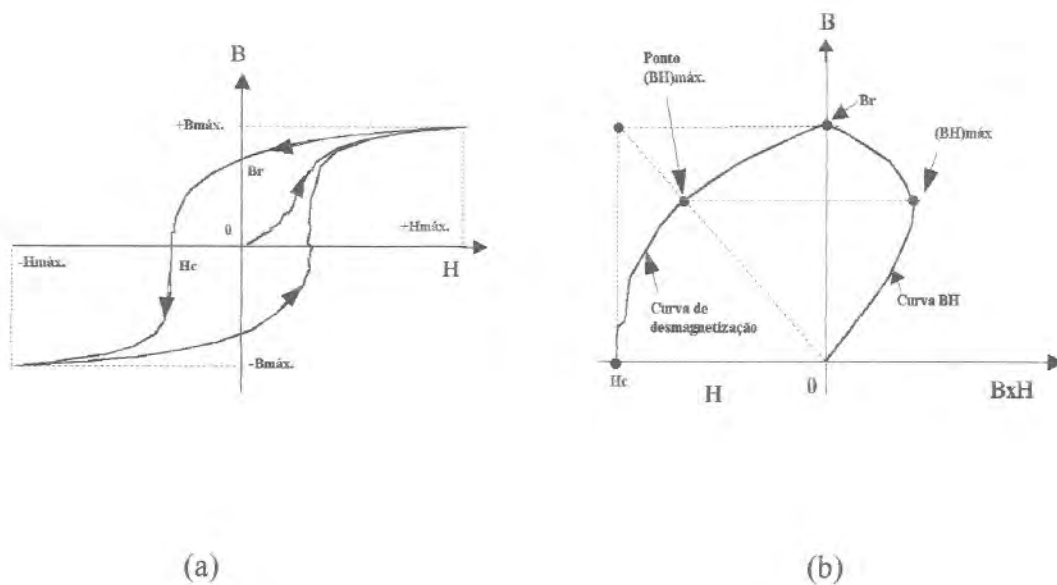
### 2.1 - Imãs Permanentes

A característica de um imã permanente criar um campo magnético sem a intervenção de uma espira de corrente elétrica, é devida a sua estrutura atômica. Os momentos magnéticos dos elétrons de um único átomo interagem e se compõem de modo a criarem, numa região microscópica do material, uma magnetização uniforme e espontânea. Estas regiões, chamadas “domínios de Weis”, estão separadas entre si pelas “paredes de Bloch”. Sua dimensão, forma e orientação dependem da estrutura cristalina do material ( retículo, defeitos, etc...) e das condições externas (temperatura, campo eletromagnético aplicado, etc...) <sup>2,3</sup>.

A polarização dos domínios de Weis, nos imãs permanentes, tem uma forte tendência a se manter orientada segundo uma ou mais direções privilegiadas do retículo cristalino. Estes domínios agem no interior do material como minúsculos imãs permanentes: no estado de desmagnetização do imã (como por exemplo quando submetido a um aquecimento a altas temperaturas), a polarização de um único domínio estará orientada ao acaso, desordenadamente; enquanto que sob efeito de um campo magnético externo a polarização se orienta e, na saturação, estes domínios se orientarão paralelamente e no mesmo sentido do campo externo aplicado.

A FIGURA 1 (a) mostra uma curva típica de magnetização, com o laço de histerese, para um imã permanente. Verifica-se que partindo do estado desmagnetizado  $\mathbf{H} = \mathbf{B} = \mathbf{0}$  a indução aumenta com o crescimento do campo magnetizante até atingir um ponto de saturação  $+\mathbf{B}_{\text{máx.}}$ , que passa a ser quase constante com  $\mathbf{H}$ . Quando o campo magnetizante decresce para zero e em seguida cresce na direção negativa de  $-\mathbf{H}_{\text{máx.}}$  ( pela inversão da corrente elétrica), o valor da indução, varia desde  $+\mathbf{B}_{\text{máx.}}$  até  $-\mathbf{B}_{\text{máx.}}$ . Se o processo é então invertido de  $-\mathbf{H}_{\text{máx.}}$  para  $+\mathbf{H}_{\text{máx.}}$ , o valor de  $\mathbf{B}$  corresponde a porção do lado direito da curva, completando o chamado “laço de histerese”. Anulado o campo externo os domínios de Weis assumem uma situação de equilíbrio com uma distribuição estatística tal que resulta macroscopicamente em uma magnetização residual diferente de zero. Deste modo o imã permanente apresenta um campo residual que permanece mesmo depois que o campo externo de saturação seja anulado <sup>2,3,4</sup>.

NA FIGURA 1 (b), a porção esquerda, mostrada no segundo quadrante do laço de histerese, é conhecida como curva de desmagnetização e representa a densidade de fluxo magnético de um material magnético em relação a força de desmagnetização. O lado direito constitui o produto de  $\mathbf{B} \times \mathbf{H}$  para cada ponto dessa curva. O máximo valor desse produto, designado por  $(\mathbf{BH})_{\text{máx.}}$ , representa a máxima energia magnética que um material pode armazenar por unidade de volume quando for submetido à um campo magnético externo.



**FIGURA 1 .** (a) - Curva de histerese típica de um material de imã permanente evidenciando suas propriedades principais.  
(b) - Curvas de desmagnetização e do produto de energia típicas de um material de imã permanente. Ref. 4.

Na prática, os fatores importantes para avaliação de imãs permanentes são os valores numéricos de  $B_r$ ,  $H_c$  e a área formada pelo laço de histerese. A área no interior da laço de histerese representa a energia que o material pode armazenar.

Os materiais magnéticos permanentes apresentam um largo laço de histerese, caracterizado por um alto valor de  $H_c$  e  $B_r$ . A diferença principal entre materiais magnéticos de baixa energia (magneticamente moles, baixo  $H_c$ ), e de alta energia (magneticamente duros, alto  $H_c$ ) é representada pelo valor de  $H_c$ .

Na **TABELA 1** são apresentadas algumas constantes de histerese para alguns materiais magnéticos típicos.

TABELA 1 - Propriedades magnéticas de alguns materiais magnéticos. Ref. 2.

Material	* $B_s$ ( T )	$H_c$ ( kA/m)
Cobalto	0,79	0,797
Níquel	0,61	0,056
Alnico 5	* $B_r = 1,31$	50,9

$B_s$  é a Indução de Saturação

$B_r$  é a Indução Remanente

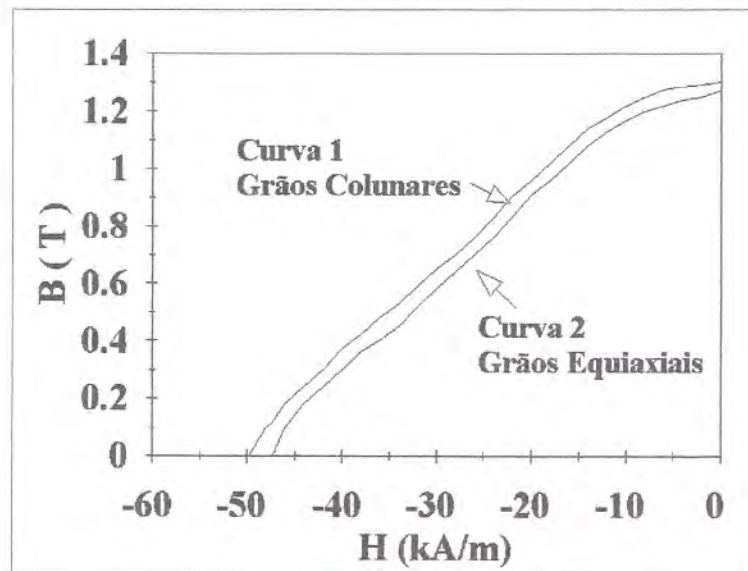
### 2.1.1 - Ligas Fundidas de Alnico

As ligas mais usadas na fabricação de ímãs permanentes são, provavelmente, as pertencentes ao sistema Fe-Ni-Al, as quais tiveram origem no período de 1931-1933 através dos estudos de Mishima<sup>5</sup>. Este descobriu que essas ligas, mesmo no estado bruto de fusão, possuíam propriedades magnéticas, força coercitiva ( $H_c$ ) e indução residual ( $B_r$ ), melhores que as conseguidas nos aços martensíticos, do tipo Cr, CrMn e W, até então usadas como ímãs permanentes. Durante um longo período tentou-se melhorar as propriedades magnéticas das ligas de Mishima através da variação da composição química, porém, sem muito sucesso.

Algumas propriedades de corpos ferromagnéticos, tais como a magnetização de saturação ( $B_s$ ), e a temperatura Curie ( $T_c$ ), são quase que inteiramente independentes da estrutura do material e seus valores constituem um conjunto de dados fundamentais para caracterizar o elemento ou a liga ferromagnética. Entretanto, as propriedades derivadas da curva de magnetização como a permeabilidade ( $\mu$ ), indução residual ( $B_r$ ), força coercitiva ( $H_c$ ) e perdas por histerese, dependem fortemente da estrutura metalúrgica e da história prévia do material<sup>3</sup>.

Além de serem livres de inclusões não metálicas, possuir uniformidade composicional e sanidade interna entre outros requisitos, os imãs permanentes precisam ter textura bem definida<sup>6</sup>. Na maioria dos casos, a textura é obtida produzindo-se a estrutura colunar alinhada com o eixo (100) paralelo ao eixo do imã<sup>7</sup>.

O gráfico da FIGURA 2 evidencia a influência da estrutura nas propriedades magnéticas para o Alnico 5 fundido<sup>8</sup>.



**FIGURA 2.** Influência da estrutura de grãos nas propriedades magnéticas de Alnico 5 fundido.

Curva 1 : grãos colunares  $\Rightarrow B_r = 1,30 \text{ T}$ ;  $H_c = 49,74 \text{ kA/m}$ ,  $\Rightarrow (BH)_{m\acute{a}x.} = 19,89 \text{ kJ/m}^3$ .

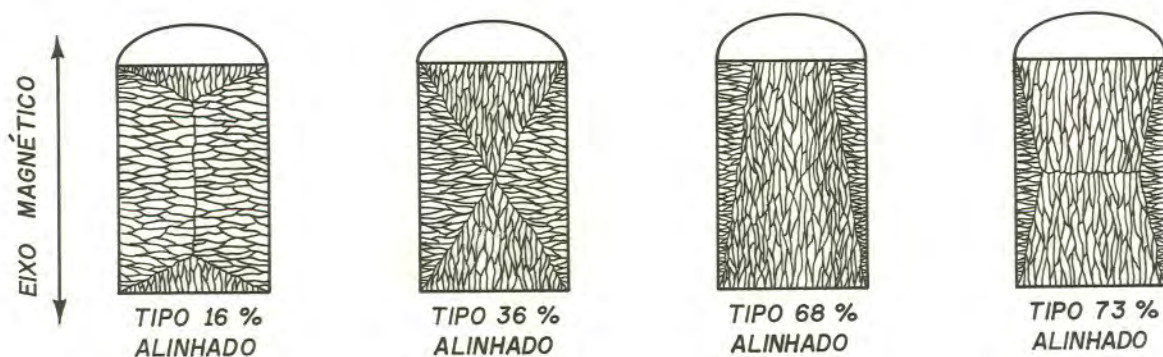
Curva 2 : grãos equiaxiais  $\Rightarrow B_r = 1,27 \text{ T}$ ;  $H_c = 47,35 \text{ kA/m}$ ,  $\Rightarrow (BH)_{m\acute{a}x.} = 18,30 \text{ kJ/m}^3$ . Ref.

8.

Um meio de se obter imãs permanentes com a máxima energia magnética por unidade de volume é produzi-los com uma estrutura cristalina onde predominem grãos orientados na direção de fácil magnetização, anisotrópicos<sup>9,10</sup>. A anisotropia estrutural favorece a anisotropia magnética<sup>11,12</sup>. O uso da anisotropia magnética é particularmente vantajosa em ligas com alta coercitividade, pois, o valor do produto  $(BH)_{max}$  pode ser significativamente aumentado<sup>13,14</sup>. No caso das ligas Alnico, a direção (100) é a mais favorável ao desenvolvimento de grãos colunares, a que resulta nos mais altos valores de indução residual e numa ampla curva de histerese. Estes dois efeitos combinados, mais um pequeno acréscimo na força coercitiva, produzem um significativo aumento no valor do produto  $(BH)_{m\acute{a}x.}$ <sup>9</sup>.

Ebeling e Burr<sup>9</sup>, observaram que ímãs permanentes, Alnico 5, obtidos pela técnica de solidificação unidirecional, melhoravam consideravelmente suas propriedades magnéticas quando a estrutura bruta de fusão apresentava alta percentagem de grãos colunares na direção do eixo magnético. Para comprovar suas investigações esses autores<sup>9</sup> prepararam moldes especiais com materiais de alta condutividade térmica e refratariedade, para retirar calor de maneira controlada, e obter-se assim diversos tipos de estrutura de grão.

A **FIGURA 3** mostra a macroestrutura de diversos lingotes com a percentagem de grãos alinhados favoravelmente e o máximo produto de energia  $((BH)_{\text{máx.}}$  associado a estes.



**FIGURA 3** - Macroestrutura de ímãs cilíndricos da liga Alnico solidificado unidirecionalmente, evidenciando a relação da percentagem de grãos alinhados na direção do eixo magnético com o produto de energia  $(BH)_{\text{máx.}}$ .

Tipo 16% alinhado  $\Rightarrow (BH)_{\text{máx.}} = 15,7 \text{ kJ/m}^3$ ,

Tipo 36% alinhado  $\Rightarrow (BH)_{\text{máx.}} = 17,8 \text{ kJ/m}^3$

Tipo 68% alinhado  $\Rightarrow (BH)_{\text{máx.}} = 19,7 \text{ kJ/m}^3$

Tipo 73% alinhado  $\Rightarrow (BH)_{\text{máx.}} = 20,2 \text{ kJ/m}^3$  . Ref. 9.

### 2.1.2 - Efeito do Tratamento Térmico

No final da década de 30, Oliver e outros<sup>15</sup> estudaram o comportamento das ligas Fe-Ni-Al quando resfriadas sob a ação de um campo magnético e concluíram que a coercitividade era pouco afetada, mas a indução residual e o valor do produto  $(BH)_{\text{máx}}$  aumentavam. As propriedades magnéticas das ligas de Mishima foram cada vez mais melhoradas, particularmente pela adição de Co e Cu<sup>16</sup>, pois estes melhoravam as características da liga após tratamento térmico. Essas ligas passaram a ser conhecidas pelo nome genérico de Alnico.

As ligas Alnico são endurecíveis por precipitação através de técnicas especiais de tratamento térmico. O tratamento térmico básico dos Alnicos, consiste em aquecer a liga a uma temperatura acima do ponto Curie, e manter a mesma nessa temperatura por algum tempo. Em seguida resfriar em velocidades controladas. Aquecer novamente até em torno de 600<sup>o</sup> C e manter na temperatura por um longo período. Este processo aumenta a força coercitiva e o produto de energia.

A aplicação de campo magnético durante o resfriamento das ligas Fe-Ni-Al contendo Co e Cu produziu o ímã permanente anisotrópico Alnico 5<sup>17,18</sup>. O efeito do campo é de orientar a fase magnética na direção que deverá corresponder a magnetização final. A composição nominal do Alnico 5 é 20,0 - 27,5% Co, 12,0 - 15,0 %Ni, 8,0 - 8,5 %Al, 1,5 - 6,5 %Cu e o restante Fe.

Mais recentemente através de técnicas especiais, principalmente microscopia eletrônica, estabeleceu-se que estas ligas quando resfriadas a uma taxa específica, e sob ação de campo magnético são formadas por uma estrutura de duas fases. Uma das quais com estrutura do tipo lâmina e cuja orientação pode ser controlada parcialmente pela orientação cristalina e pela direção do campo aplicado. A possível melhoria nas propriedades magnéticas de ímãs fundidos com estrutura colunar foi descoberta por vários autores<sup>8,9,10</sup> quase que simultaneamente.

A FIGURA 4 faz uma comparação entre o comportamento magnético para tratamento térmico em campo magnético paralelo, perpendicular e sem tratamento termomagnético.

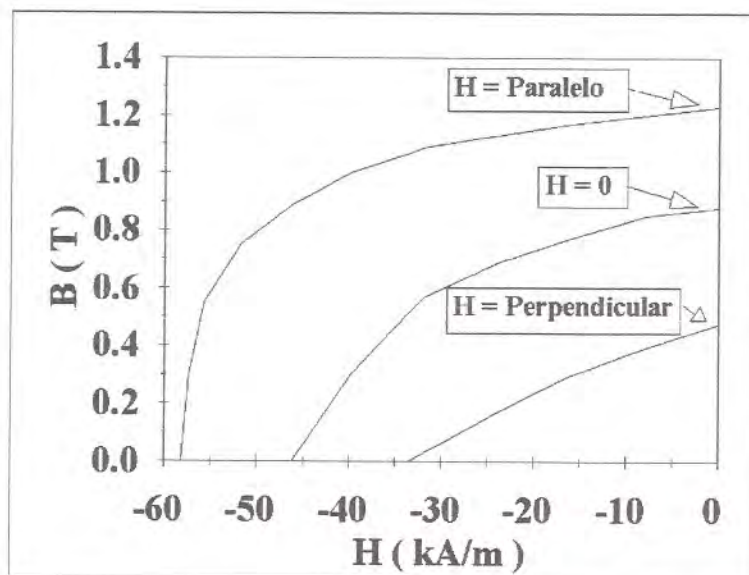
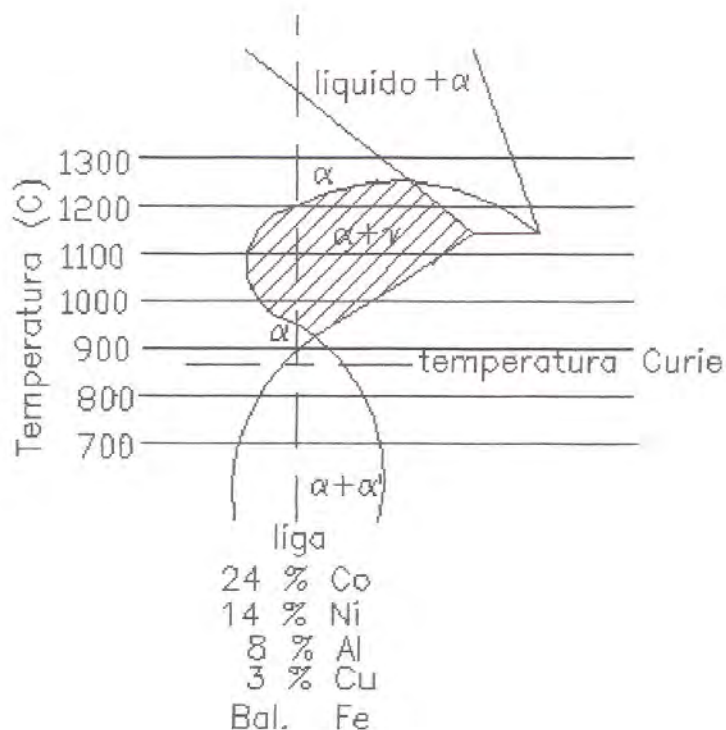


FIGURA 4 - Curvas de desmagnetização evidenciando a influência do tratamento térmico sob campo magnético ( $H$ ) paralelo e perpendicular ao eixo cristalográfico e sem campo para um mesmo material. Ref. 2.



### 2.1.3 - Relação de Fases

Nas ligas Alnico a identificação do carácter cristalográfico das fases presentes no seu estado ótimo de imã ainda está sendo investigada. O primeiro diagrama de fase do sistema FeNiAl foi publicado por Köster<sup>19,20</sup>, que concordando com Mishima<sup>5</sup> concluiu que tais ligas eram constituídas, a altas temperaturas (em torno de 1000°C), por uma única fase  $\alpha$ , com estrutura cristalina cúbica de corpo centrada (ccc), e que na temperatura ambiente coexiste em equilíbrio com uma fase  $\gamma$ , cúbica de face centrada (cfc), não magnética. Mais tarde, estudos feitos com auxílio de Raio X<sup>21</sup>, resultaram numa reestruturação do diagrama de equilíbrio do sistema FeNiAl. De acordo com esses estudos as ligas de Mishima<sup>5</sup> se decompõem à baixas temperaturas, em duas fases ccc:  $\alpha$  e  $\alpha'$ . A FIGURA 5 mostra o diagrama de fase, parcial, para uma liga da família do Alnico 5<sup>21</sup>.



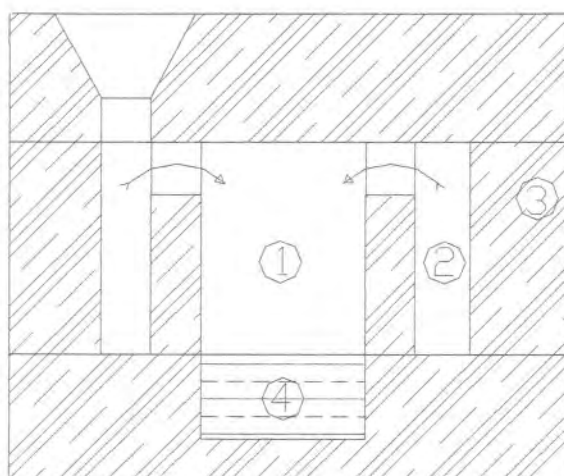
**FIGURA 5** - Diagrama parcial do sistema FeCoNiAl. A linha vertical pontilhada representa a liga Alnico 5. Ref. 22.

Acima de 1200°C e na faixa entre 900-930°C existe uma mono-fase  $\alpha$  (ccc) com uma superestrutura do tipo CsCl. Entre 1200 e 930°C precipita uma fase  $\gamma$  (cfc), parasítica, e por ser danosa às propriedades magnéticas, deve ser evitada. O efeito negativo da presença da

fase  $\gamma$  nas propriedades magnéticas é grande. Um resíduo de 7% de fase  $\gamma$  na estrutura do material, baixa o valor de energia em torno de 25%<sup>22</sup>. Portanto, durante o tratamento térmico, o resfriamento deve ser suficientemente rápido, para evitar a precipitação da fase  $\gamma$ . Abaixo da temperatura Curie, a liga é constituída por duas fases ccc,  $\alpha$  e  $\alpha'$ , que tem uma pequena diferença no parâmetro de rede e não apresenta superestrutura. Atribui-se a alta coercitividade das ligas Alnico a decomposição, a altas temperaturas, da fase  $\alpha$  em  $\alpha + \alpha'$ . Durante o processo de decomposição, ao mesmo tempo em que a estrutura é finamente dividida, grandes tensões internas são formadas<sup>23</sup>. A fase  $\alpha$  é rica em FeCo e se apresenta desordenada. A fase  $\alpha'$  é rica em NiAl e se apresenta ordenada<sup>24,25</sup>.

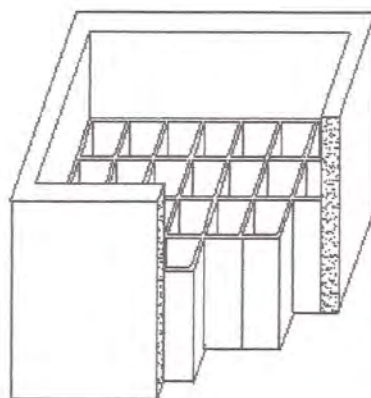
### 2.1.4 - Métodos Para se Obter Grãos Colunares

Os métodos utilizados na obtenção de grãos colunares são baseados no princípio da solidificação direcionada, isto é, o fluxo de calor deve ser predominante na direção desejada do início ao fim da solidificação<sup>26,27,28</sup>. Um dos primeiros métodos utilizados foi o do metal em excesso<sup>29</sup>, cujo molde esquemático pode ser visto na **FIGURA 6**. Nele a perda de calor radial é evitada vazando-se o metal líquido primeiro no anel que circunda a peça para em seguida preencher a cavidade da peça. Todo o sistema é montado sobre uma base refrigerada.



**FIGURA 6.** Método do metal em excesso. 1- cavidade do molde; 2 - anel circundante; 3 - molde; 4 - base refrigerada. Ref. 29.

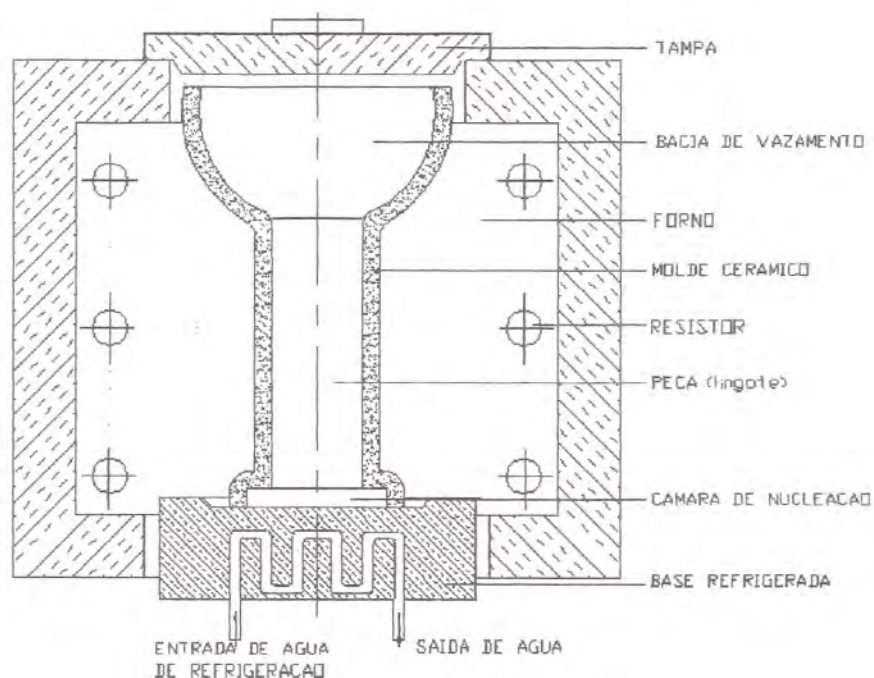
Outro método semelhante é o molde com múltiplas cavidades<sup>30</sup>, tipo favo de abelha, representado na **FIGURA 7**.



**FIGURA 7.** Desenho esquemático de molde com múltiplas cavidade utilizados na produção de ímãs permanentes com estrutura colunar orientada. A base é de cobre refrigerada. Ref. 30.

O sucesso da técnica reside em preencher o molde de paredes fina com metal líquido com elevado superaquecimento. Isto obriga a se trabalhar com materiais de moldagem de ótima qualidade, pois as células com paredes finas devem ser suficientemente refratárias para suportar um prolongado contato com o metal a 1600 - 1800 °C. A produção de moldes do tipo favo de abelha não apresenta maiores problemas para processos tipo microfusão.

Para produzir imãs permanentes com grãos orientados, Kuksin<sup>31,32</sup> utilizou moldes cerâmicos do tipo casca, obtidos pelo processo de microfusão, montados sobre uma base de cobre refrigerada. As paredes laterais, em relação a base, foram aquecidas, em forno do tipo ilustrado na **FIGURA 8**, até a temperatura de fusão da liga. O vazamento era feito com o molde no interior do forno.



**FIGURA 8** - Desenho esquemático do sistema de molde cerâmico vazado no interior do forno para produção de imãs permanentes com grãos colunares por solidificação unidirecional.

Ref. 32.

Hoje a tecnologia de fabricação de imãs colunares incorpora as técnicas de filtração do metal líquido<sup>33</sup>, fusão sob vácuo e lingotamento contínuo. Para a produção de imãs monocristalinos se utiliza o método Bridgman modificado ou o método Czochralski<sup>34</sup>.

## 2.2 - Microfusão (Fundição de Precisão)

Provas arqueológicas encontradas em várias partes do Planeta sugerem que o processo de fundição de precisão por cera perdida tenha iniciado na Idade do Bronze, cerca de 5000 anos A. C.. Na China, artesões da Dinastia Shang (1766 - 1122 A.C.) utilizaram o processo para fabricar objetos artísticos, peças de adorno e ferramentas em bronze com detalhes tão sofisticados e com paredes muito finas, semelhantes as peças de mais alta tecnologia dos nossos dias. Na Europa e na Ásia a história do processo se perdeu até o século XVI. Entretanto, na Colômbia e no México, peças de ouro eram produzidas com esta técnica muito tempo antes da chegada de Colombo<sup>36</sup>.

Na Itália renascentista, o processo de cera perdida foi muito utilizado por Benevenuto Cellini (1500-1571), que em 1540 fundiu em bronze, 3,5 t, a estátua “Perseu e a Cabeça de Medusa” **FIGURA 9**. Cellini aprendeu a técnica através das descrições do monge Thophilus Presbyter<sup>37,38</sup>, autor do mais antigo texto conhecido sobre fundição; “*Schedula Diversarum Artium*”. Vannoccio Biringuccio, contemporâneo de Cellini e chefe da fundição Papal, descreveu com grandes detalhes o processo, em seu livro “*Pirotechenia*”<sup>36</sup>.

O desenvolvimento tecnológico do processo de cera perdida é atribuído ao dentista americano B. F. Philbrook<sup>36</sup>, que no início do século XX utilizou o processo para produzir próteses dentárias em ouro. Porém, ainda foram necessário três décadas até que se descobrissem materiais com refratariedade suficiente para suportar temperaturas adequadas a fusão de ligas ferrosas. Em 1929, na Alemanha, o processo foi utilizado com sucesso na obtenção de ligas Cr-Co-Mo. Mais tarde com o advento da segunda Guerra Mundial, a fabricação de peças de precisão para a indústria bélica se tornou urgente e necessária em grandes quantidades. A processo de fundição de precisão por cera perdida foi a solução encontrada para satisfazer a demanda de peças complexas para armas e para aviação pois minimizava operações de usinagem, soldagem e montagem o que permitiu a fabricação rápida de peças fundidas com alta qualidade tecnológica<sup>36</sup>. O sucesso foi tanto que a indústria se entusiasmou com o processo que a partir daí passou a ter aplicação crescente em quase todos os setores industriais. O processo industrial utilizado inicialmente foi o do molde sólido, mas a partir de 1950 desenvolveram-se as técnicas de molde do tipo casca cerâmica que atualmente são predominantes, intensificou-se o uso do vácuo e observa-se, a cada dia, um aumento do tamanho máximo das peças que podem ser produzidas<sup>38</sup>.

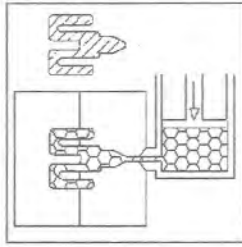


**FIGURA 9** - Perseu e a Cabeça de Medusa, estatua em bronze pesando 3,5 t, fundida pelo processo de microfusão por Benevenuto Cellini.

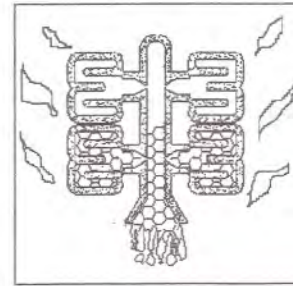
### 2.2.1 - O Processo

O processo de fundição de precisão por cera perdida, também conhecido como “investment casting” ou microfundição, é basicamente uma forma econômica de se fabricar componentes com precisão e bom acabamento superficial. É um processo industrial com rígidos e refinados controles em cada etapa de fabricação. Utiliza um modelo consumível de cera ou plástico para a confecção do molde. O modelo consumível é revestido com material refratário e após é removido por fusão ou queima. O metal é vazado na cavidade antes ocupada pelo modelo para formar a peça desejada. Essencialmente o processo consiste em montar um conjunto “árvore” de modelos consumíveis que pode ser de cera, plástico, etc..., os quais são réplicas exatas da peça final desejada, acrescidas das devidas contrações do processo. Este conjunto é mergulhado em uma lama, composta por um refratário em pó e um ligante líquido, e após a drenagem recebe uma estucagem com refratário em pó, seco. Esta primeira camada irá formar a cavidade superficial do molde. A seguir esta camada primária é reforçada com várias camadas secundárias até formar uma casca com resistência suficiente para suportar a pressão metalostática a que será submetida. Após a secagem e a remoção dos modelos, a casca é cozida e sinterizada a altas temperaturas (+/- 1000 °C) quando então o molde está pronto para receber o metal líquido. Este sistema de moldagem denomina-se processo de molde cerâmico do tipo casca ou “ceramic shell”.

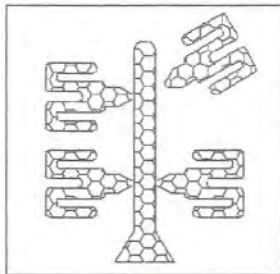
Basicamente, a produção de peças pelo processo pode ser dividida em seis etapas principais que estão esquematizadas na **FIGURA 10** e serão descritas a seguir:



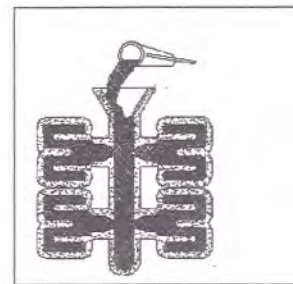
1 - Produção do modelo em cera



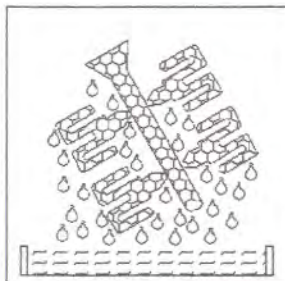
4 - Deceragem e Calcinação



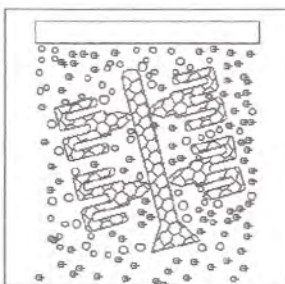
2 - Montagem da árvore (cacho).



5 - Fusão e vazamento



a)

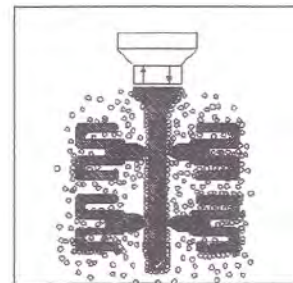


b)

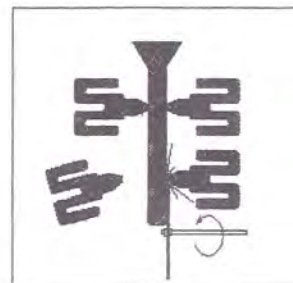
3 - Fabricação do molde.

a) - Imersão em lama cerâmica

b) - Chuveirada com refratário



a)



b)

6 - Limpeza das peças.

a) Desmoldagem.

b) Separação do canal.

**FIGURA 10** - Passos essenciais do processo produtivo de peças microfundidas.



- **1 - produção do modelo** - O início dos trabalhos para a fabricação de um produto por fundição de precisão constitui o próprio projeto da peça e a partir daí o projeto da matriz, a ser usada na obtenção dos modelos de cera, que pode ter uma ou múltiplas cavidade. Pode ser de manuseio manual ou automático. O material da matriz varia desde borracha até aço e é escolhido de acordo com a produção requerida. Para pequenas produções ou situações de laboratório é comum a utilização de borrachas de silicone, epoxi ou metais moles. Nestes casos a cera é geralmente injetada por gravidade. Em produções industriais de larga escala é comum a utilização de matrizes de alumínio ou aço e os modelos são injetados sob pressão. Canais de ataque são incorporados aos modelos, para permitir a união destes com o canal de descida e permitir o escoamento da cera líquida durante a deceragem bem como para facilitar o fluxo do metal líquido durante a operação de vazamento. No projeto da matriz devem ser introduzidos as correções dimensionais necessárias a compensar as contrações e expansões da cera, do molde e do próprio metal.
- **2 - montagem da árvore** - Os modelos injetados são, em seguida, montados em torno de um canal de descida, também de cera, soldados por fusão, com o auxílio de uma espátula aquecida. Acrescenta-se aos modelos/canais de descida uma bacia de vazamento, obtendo-se desta maneira o que se denomina de árvore de modelos. O arranjo e o número de modelos ligados ao canal de descida vão depender do tipo de liga, tamanho e forma da peça a ser produzida, podendo variar de um até mais de cem.
- **3 - fabricação do molde** - Esta operação consiste em mergulhar a árvore de modelos de cera, previamente limpa, em uma lama cerâmica, drená-la e em seguida aplicar sobre esta lama úmida uma camada de refratário granulado seco. A árvore assim capeada é deixada secar em ambiente com temperatura e umidade relativa do ar controladas. A umidade é crítica no que diz respeito a minimização da probabilidade de formação de trincas nos moldes. A temperatura constante é fundamental para manter a umidade relativa do ar e evitar a contração/expansão da cera. Após a secagem, a operação é repetida sucessivamente, usando-se refratários com granulometria cada vez mais grossa, até que se atinja uma casca com espessura suficiente para garantir a resistência mínima para sustentar o recebimento do metal líquido.
- **4 - deceragem e calcinação** - Os modelos de cera podem ser eliminados do molde por diversas maneira; autoclave, queima ao fogo ("Flash"), microondas ou processos químicos.

Sem dúvida as técnicas mais utilizados são a queima ao fogo na qual o molde adequadamente seco é colocado diretamente em um forno com temperatura em torno de 900 °C, e por autoclave de vapor, o qual provoca uma fusão rápida da cera em contato com as paredes e se infiltrará no molde poroso. Assim se amenizam as possibilidades de trincas no molde que se originam quando se aquece a cera lentamente e esta se expande como um sólido. Este processo além de ser o mais seguro a evitar danos ao molde propicia que se recupere mais de 80% da cera utilizada, fator interessante tanto do ponto de vista técnico como econômico. Após a eliminação da cera os moldes são calcinados em fornos com atmosfera oxidante e temperatura da ordem de 1000°C, para queimar os traços de cera restante e para desenvolver a permeabilidade e resistência mecânica do molde antes do vazamento. O tempo de queima deve ser de no mínimo uma hora.

- **5 - fusão e vazamento** - A fusão e obtenção do metal com composição desejada pode ser realizada em forno elétrico, a gás ou em forno de indução e segue o processo metalúrgico normal. Pode ser feito ao ar ou sob vácuo. O vazamento é feito no molde quente e pode ser por gravidade ao ar, sob vácuo, centrifugado ou pelo processo CLA.

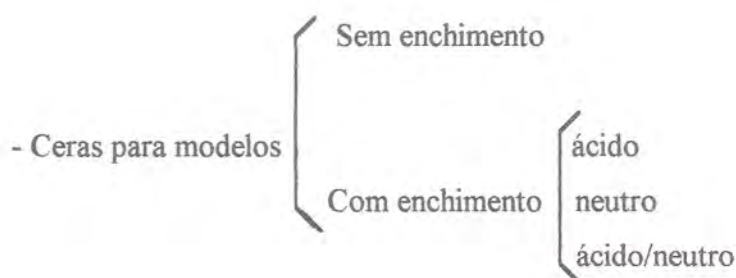
**6 - limpeza das peças** - Após a completa solidificação do metal e com as peças a temperatura ambiente o molde é quebrado, por meio de equipamento vibratório ou jato d'água, para separar a árvore, agora metálica, do material cerâmico. A limpeza posterior é feita por jato de areia ou produtos químicos. As peças são então removidas do canal central por intermédio de corte por disco abrasivo ou serra. Restos do canal e ou rebarbas são eliminadas por lixamento.

As peças serão submetidas às operações secundárias, se necessárias, e seguirão para a inspeção final, antes da expedição. Em cada passo do processo podem surgir variáveis que afetam a qualidade final do molde, entre elas podemos citar as propriedades da cera, da casca e da matriz. Todas devem ser cuidadosamente controladas para garantir a qualidade das peças a serem produzidas.

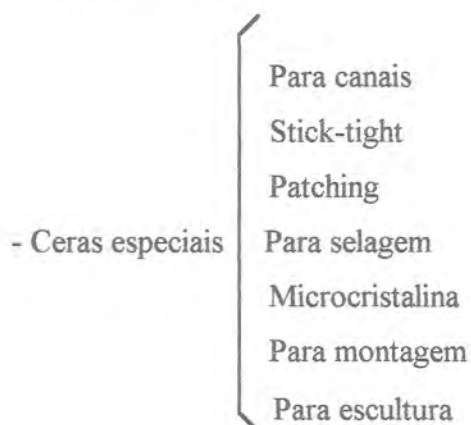
### 2.2.2 - A Cera

Ceras de moldagem são misturas complexas, compostas de vários componentes, tais como ceras derivadas do petróleo, naturais e sintéticas; resinas naturais e sintéticas; enchimentos orgânicos e em certos casos água, formuladas para fim específico: produzir modelos de ótima qualidade<sup>39</sup>.

De acordo com seu uso, as ceras para fundição de precisão podem ser divididas em três grupos principais<sup>40,41,42</sup>, a saber:



- Ceras solúveis



- **Ceras de petróleo** - Parafina e cera microcristalina . A parafina por ser a mais barata, é geralmente a base da maioria das formulações de cera usadas em fundição de precisão. É normalmente selecionada por apresentar características favoráveis, tais como: alta lubrificação, baixa viscosidade e disponível numa variada faixa de ponto de fusão. Cera microcristalina, como a parafina é também disponível com diversos ponto de fusão e dureza. Seu papel principal é fornecer dureza, resistência e um melhor controle de fluxo na injeção. Infelizmente, uma mistura simples de parafina e cera microcristalina tende a ser

farinhenta e sem consistência na hora de injeção do modelo de cera, o que leva a necessidade de incorporar outros ingredientes.

- **Resinas** - São derivadas de fontes naturais, tais como pinheiros, petróleo, alcatrão ou produzidas com base totalmente sintéticas. São encontradas numa vasta gama de ponto de fusão, dureza e cristalinidade. Reduzem a contração de solidificação, tem influência na resistência, rigidez e dureza das misturas de cera.
- **Aditivos** - Os mais comuns são: Cera de carnaúba, polietileno, EVA e ceras sintéticas. Cada qual tem características próprias e influem de maneira diversa as misturas de ceras. Normalmente sua função principal é melhorar as características superficiais dos modelos.

A combinação da matéria prima base e os aditivos deve ser tal que propicie as ceras para modelos características únicas tais como: baixa quantidade de cinzas; boa fluidez para a reprodução de detalhes; contração e expansão baixas; boa estabilidade e reprodutibilidade; compatibilidade com os outros materiais do processo; resistência e dureza adequadas e bom acabamento superficial<sup>43,44,45</sup>.

### 2.2.3 - O molde Cerâmico

A produção de moldes cerâmicos com qualidade assegurada, sem dúvida, pode evitar uma série de defeitos de fundição. Este tema tão abrangente pode ser arbitrariamente dividido em três grandes grupos principais, a saber: 1 - Problemas inerentes ao preparo e controle da lama primária. 2 - Problemas inerentes as operações de drenagem da lama e posterior estucagem. 3 - Problemas inerentes a interação lama e estuco primário<sup>46,47</sup>.

A lama primária ou lama para primeira camada formará a superfície que estará em contato com o metal líquido. Portanto, deverá ser formulada com um refratário em pó que tenha baixa reatividade com o metal e deverá ter propriedades tais que resistam a penetração do metal. Para moldes que irão trabalhar a altas temperaturas silicato de Zircônia,  $ZrSiO_4$ , é o refratário menos reativo, seguindo se a alumina fundida, os aluminossilicatos e a sílica fundida<sup>48</sup>.

O preparo e controle da lama primária tem como objetivo a aplicação de uma camada superficial ao modelo de cera, com adequada densidade, uniformidade de estrutura e espessura dimensional homogênea com refratariedade e resistência mecânica capaz de evitar avarias nos subsequentes estágios de produção até o vazamento e solidificação do metal no molde<sup>49</sup>.

A composição da lama, é de vital importância, ao menos em termos de garantir uma mínima porém satisfatória quantidade de refratário em pó (carga). Se a razão entre o volume de líquido e o volume de sólido é muito elevada a subsequente evaporação do líquido em excesso irá resultar numa camada primária com poros grosseiros o que é propício a gerar trincas no molde. Uma camada assim debilitada facilita a formação de defeitos de fundição, tais como a penetração de metal, inclusões não metálicas, etc. Felizmente a diferença entre as densidades do ligante líquido e do refratário em pó geralmente utilizados é suficientemente grande que a medida da densidade da lama pode indicar com aceitável precisão a razão líquido/sólido presentes. Por outro lado é conveniente salientar que independente da razão sólido/líquido as propriedades de fluxo de uma lama podem variar uma enormidade por uma série de outras razões, muitas das quais ainda não são bem compreendidas, ou até mesmo misteriosas pois muitas vezes usando-se refratário, ligante e aditivos conhecidos, surgem propriedades altamente variáveis<sup>50</sup>.

A monitoria e o controle das propriedades de fluxo constituem-se em um grande problema se comparados com a facilidade de controle através da composição. Se o ligante em uso se apresenta com suas características habituais, porém a lama obtida resulta demasiada fluida ou viscosa após um determinado tempo de homogeneização dos componentes líquido/sólido incorporados nas proporções pré determinadas, o problema pode ser oriundo de uma variação nas propriedades do refratário. É perigoso tentar corrigir uma situação deste gênero, pois uma adição excessiva de refratário em pó, em uma lama muito fluida, pode gerar serias conseqüências nas propriedades do molde. As lamas devem sempre ser preparadas segundo uma composição pré determinada e com as quantidades dos componentes rigorosamente pesados. Nunca misturar quantidades desconhecidas de ingredientes até que a viscosidade atinja um valor adequado. A composição devera ser mantida constante, mediante controles diários da densidade. Os ajustes necessários deverão ser feitos segundo uma metodologia pré estabelecida. Para compensar a inevitável evaporação do solvente deve se adicionar somente água destilada para lamas a base de sílica sol e álcool para lamas a base de silicato de etila. Problemas de drenagem da lama e interação lama/estuco primário tem efeitos nas propriedades do molde. Para a produção de moldes com características sempre idênticas a permeabilidade e o módulo de ruptura são as propriedades mais freqüentemente controladas. A camada primária tem maior impacto na permeabilidade, quanto maior o número de camadas primárias, menor será a permeabilidade. A resistência da casca é função da espessura e, portanto, pode ser controlada pelo número de revestimento secundário<sup>51,52</sup>. Desta maneira o programa de revestimento deve ser tal que a resistência não interfira na permeabilidade do molde. Junta fria, gás, porosidade devido ao ar retido e fusão incompleta são, por exemplo, defeitos geralmente atribuídos a permeabilidade da casca, que é, segundo a literatura<sup>52,53</sup> afetada pelo refratário em pó da lama primária, pelo estuco primário, pela granulometria do estuco secundário e pela temperatura de cozimento (firing do molde)<sup>54,55,56</sup>.

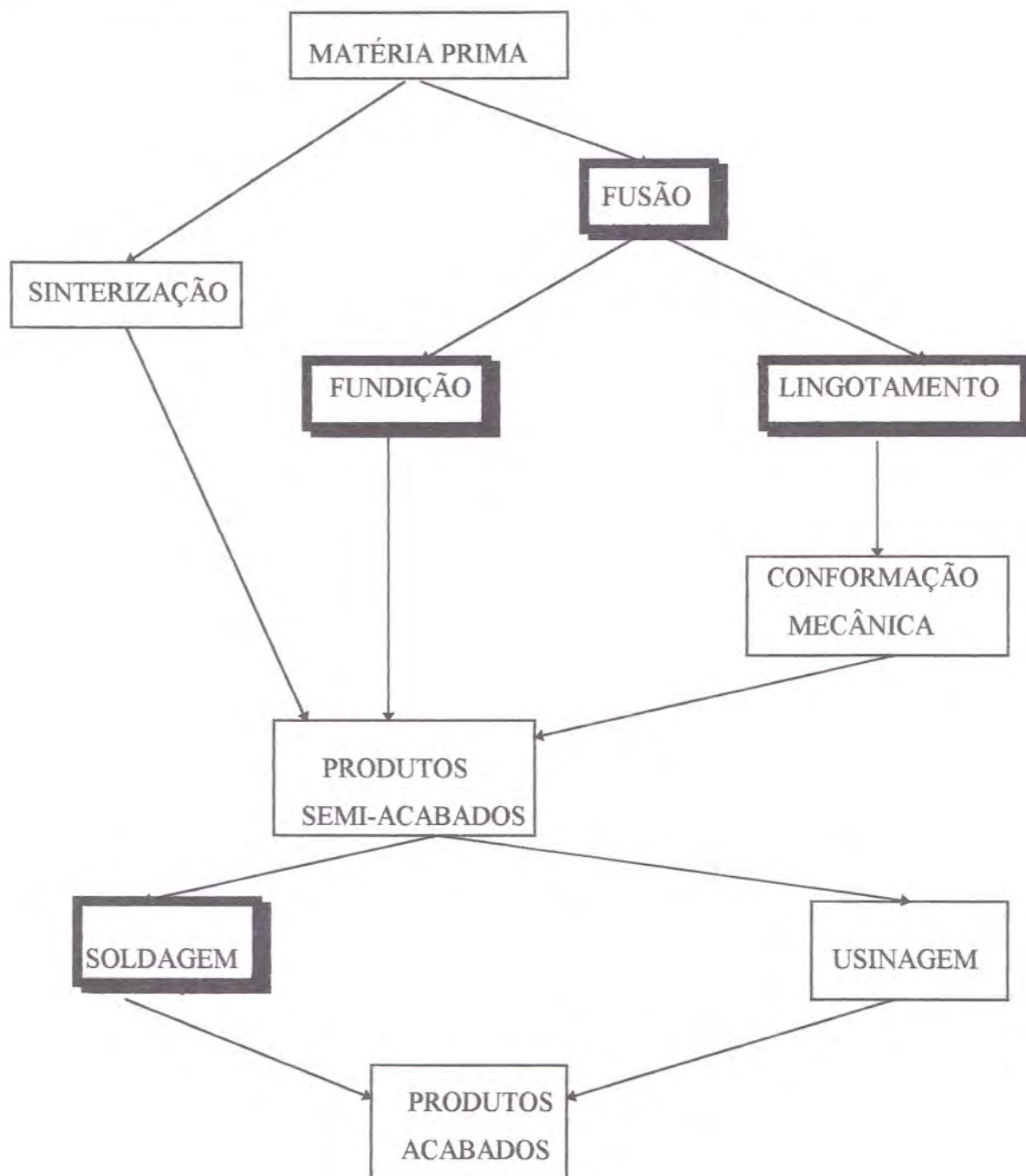
#### 2.2.4 - Precisão Dimensional

Como regra geral se estabelece uma variação de  $\pm 0,075$  mm em 25 mm, como tolerância para a fundição de precisão. Se compararmos com a tolerância aceitável para a fundição em moldes de areia que está em torno de 0,75 a 3,0 mm em 25 mm, vê-se que o termo “precisão” se refere a comparação com outros processos de fundição.

A manutenção de tolerâncias dimensionais apertadas é governada por vários fatores, entre eles podemos citar: temperatura da cera, temperatura da matriz, pressão de injeção, composição e temperatura de queima do molde. O tamanho, a forma da peça e a liga a ser usada determinam as tolerâncias providas pelo processo. Em outras palavras, se deve prestar muita atenção na consistência dimensional entre o modelo e a peça obtida, que depende fundamentalmente da natureza do molde empregado. É necessário levar em consideração as contrações e dilatações devidas a variação térmica e ou a mudanças de fases que estão sujeitos os componentes do molde. Algumas especificações típicas são tolerância linear, planicidade, paralelismo e rugosidade.

### 2.3 - Fundição e Solidificação

Com a única exceção dos produtos conformados pela metalurgia do pó, a fabricação de produtos metálicos envolve em pelo menos algum de seus estágios o processo de solidificação<sup>57</sup>, conforme pode ser visto no diagrama de blocos da **FIGURA 11**.



**FIGURA 11** - Fluxograma esquemático dos processos de conformação de produtos metálicos evidenciando os estágios onde ocorrem o processo de solidificação. Ref. 57.



O fenômeno pelo qual um sólido cristalino começa a se formar e a crescer no interior de um líquido é conhecido pelo nome de solidificação ou cristalização. Trata-se, portanto, de um processo de nucleação e crescimento. No intervalo de transformação sólido/líquido (S/L) acontecem interações físicas, químicas e térmicas que afetam profundamente a estrutura do material resultante e como consequência a interação estrutura/propriedades<sup>27</sup>.

### 2.3.1 - Estrutura dos Lingotes

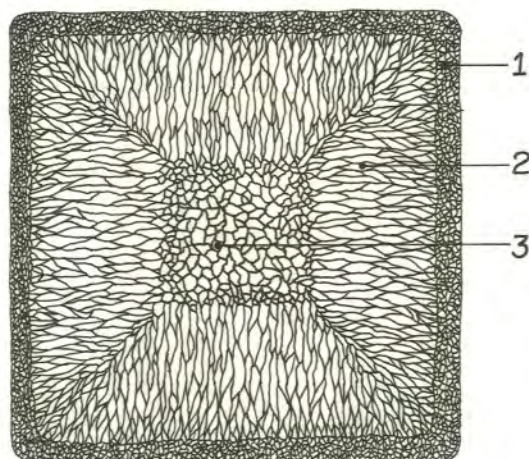
Os metais e ligas podem ser conformados a partir do estado líquido, por solidificação em moldes adequados, dando origem a produtos cujas características estruturais e propriedades são definidas e próprias do processo. De acordo com o processo utilizado na obtenção de produtos fundidos, estes podem ser divididos em dois grandes grupos<sup>58</sup>:

- “**peças fundidas**”- aquelas que são utilizadas tal como se obtém do processo de solidificação. Suas propriedades estão condicionadas pela estrutura de fundição. Nessas peças só poderá haver uma leve modificação superficial por usinagem, quando necessário, e sua estrutura só será modificada se for submetida a algum tratamento térmico.
- “**Lingotes**” - são fundidos de geometria simples e que serão transformados posteriormente em barras, chapas, etc..., através de deformações plásticas por processos de laminação, trefilação, extrusão, etc... que modificarão profundamente sua estrutura. Porém, sempre se conservará algum efeito hereditário da estrutura bruta de fusão, isto é, porosidades, segregação, tamanho de grão e a textura do lingote<sup>59</sup>.

A estrutura macroscópica de uma peça ou lingote real é formada fundamentalmente por três zonas distintas: uma externa chamada “coquilhada” ou “chill”, formada por grãos poligonais, pequenos e sem orientação cristalográfica preferencial. Um pouco mais para o interior do lingote se estende uma zona “colunar” ou “basáltica” formada por grãos alongados para a região central, geralmente com uma orientação cristalográfica preferencial, gerando uma textura, na direção de crescimento. Por último, na zona central, podemos encontrar uma região denominada “equiaxial”. Estes grãos apresentam características semelhantes aos da zona coquilhada, mas com um tamanho consideravelmente maior.

Em função da composição química da liga e dos parâmetros com que se tem executado o processo de fundição do metal, podem estar ausentes uma ou duas das zonas mencionadas. Por exemplo, é possível obter um lingote 100% colunar ou 100% equiaxial.

A **FIGURA 12** ilustra esquematicamente a macroestrutura de um lingote. Em seguida discute-se a origem e o desenvolvimento das diferentes zonas da macroestrutura.

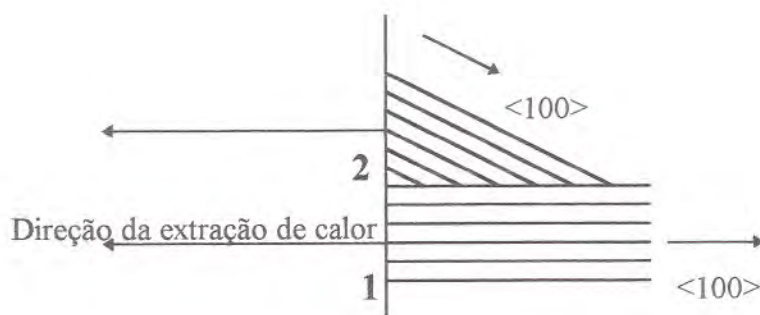


**FIGURA 12** - Desenho esquemático da macroestrutura de um lingote indicando a zona coquilhada 1, a zona colunar 2 e a zona equiaxial 3. Ref 60.

- zona 1 - periférica de grãos pequenos e com geometria equiaxial denominada de zona “chill” ou coquilhada. A formação desta zona está fortemente vinculada a rápida extração de calor

através das paredes do molde e ao fluxo convectivo do líquido. Uma explicação clássica para a formação da zona coquilhada é que quando o metal líquido entra em contato com as paredes de molde, que está a uma temperatura inferior, ocorre um resfriamento brusco dando origem a uma nucleação copiosa<sup>59,60</sup>.

- zona 2 - intermediária composta por grãos alongados e com forte direcionalidade, que aparentemente tem origem na anterior. Os grãos desta zona apresentam medidas longitudinais muito maiores que as transversais e devido a isto é conhecida como estrutura colunar. A zona colunar é formada por cristais originados nas paredes do molde, que crescem de forma competitiva em direção ao centro do lingote, isto é, na direção oposta ao fluxo de calor, o que favorece a orientação preferencial. Por ser um crescimento marcadamente direcional, apresenta uma textura cristalográfica bem definida. A orientação preferencial que se desenvolve é sempre aquela que corresponde ao crescimento dendrítico, perpendicular as paredes do molde. No caso das ligas com estrutura cúbica esta direção é a (100). Os cristais que dão origem a zona colunar tem orientação casual, mas à medida que vão crescendo, prevalecem aqueles com orientação mais favorável<sup>59,60</sup>, crescimento competitivo, conforme ilustrado na **FIGURA 13**.



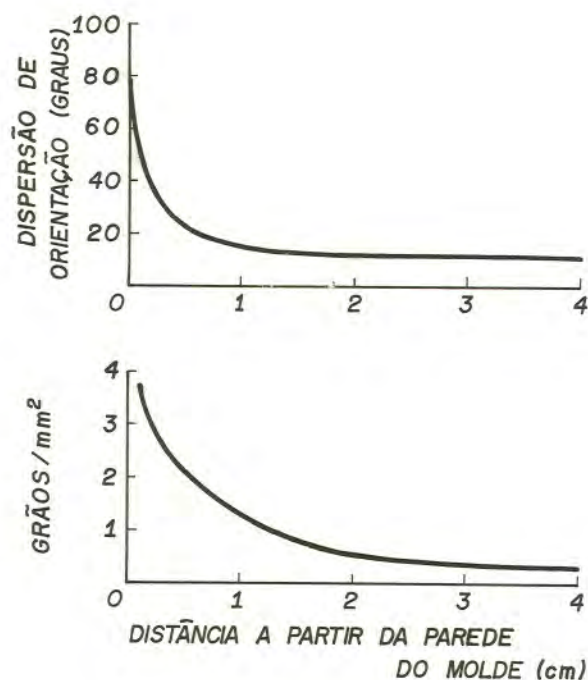
**FIGURA 13** - Representação esquemática do crescimento de uma textura cristalográfica com direção coincidente com a extração de calor. O grão **1**, orientado favoravelmente em relação ao grão **2**, deverá prevalecer durante o crescimento competitivo. Ref. 59.

Segundo Chalmers<sup>27</sup>, a formação e o desenvolvimento da textura, formada pelo crescimento colunar, sofre uma variação na orientação preferencial e no tamanho do grão, em

função da distância a partir das paredes do molde. Os grãos que originam a zona colunar tem orientações casuais, mas a medida que vão crescendo, aqueles que tem as direções preferenciais de crescimento ao longo das linhas de fluxo de calor, vão eliminando aos demais, por ser-lhes mais fácil o avanço. A consequência deste processo de seleção é que a secção transversal dos grãos aumenta na direção do centro da peça e se origina uma textura cristalográfica, o que pode provocar anisotropia nas propriedades do metal.

Pode-se considerar os grãos colunares como monocristais que crescem unidirecionalmente e suas subestruturas estão sujeitas às condições de crescimento unidirecional.

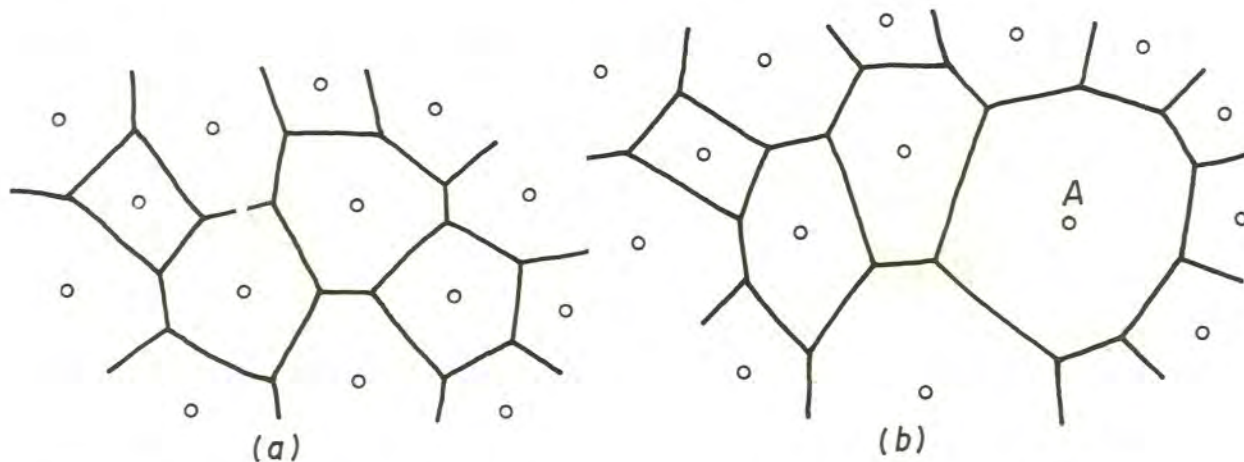
Na **FIGURA 14** pode ser visto um esquema de como varia a orientação preferencial e o tamanho de grão num crescimento colunar, em função da distância das paredes do molde.



**FIGURA 14** - Variação do tamanho de grão e da orientação preferencial com a distância desde as paredes do molde para um crescimento unidirecional. Ref. 27.

A coincidência entre a textura e o tamanho de grão é explicada por Chalmers<sup>27</sup> nas seguintes bases: a FIGURA 15 representa uma seção transversal da zona colunar, paralela as paredes do molde. Em (a) os grãos crescem a partir dos pontos de nucleação todos com a mesma velocidade. Já em (b) o grão A cresce com velocidade duas vezes maior que os outros.

Nota-se que o grão que cresce mais rápido, além de ser o maior, possui um número maior de lados, neste caso oito, enquanto a média dos outros é seis.



**FIGURA 15** - Forma dos cristais que crescem a partir de pontos situados ao acaso. a) mesma velocidade de crescimento. b) Cristal A com o dobro da velocidade dos outros. Ref. 27.

De acordo com Smith<sup>61</sup>, os grãos com maior número de lados tendem a crescer as custas daqueles com menor número de lados. Em consequência disso, à medida que a estrutura colunar se desenvolve, os grãos mais favoravelmente orientados, que crescem mais rápido, aumentam de tamanho eliminando os grãos com orientação menos favorável, originando uma textura de grãos paralelos. No que diz respeito ao tipo de subestrutura de segregação que apresentam os grãos colunares, deve-se levar em conta que a geometria de extração de calor corresponde aproximadamente à unidirecional. Em virtude disso, cada grão pode ser considerado, grosseiramente, como um monocristal que cresce unidirecionalmente. Ao final do crescimento da zona colunar, o gradiente térmico no líquido desaparece, dando origem a zona equiaxial.

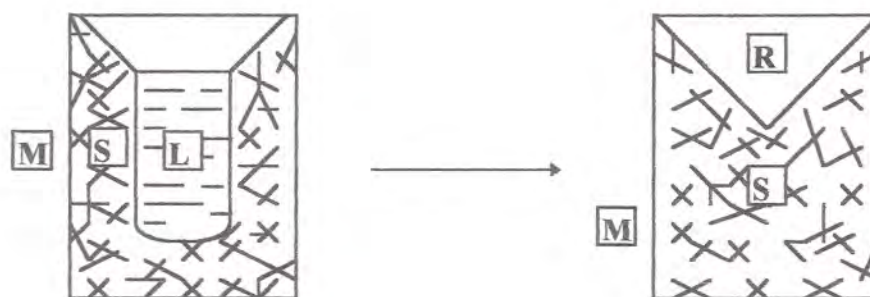
- zona 3 - equiaxial, central, com grãos que apresentam características semelhantes aos da zona coquilhada, porém com um tamanho consideravelmente maior<sup>60,61</sup>. São formados com resfriamento e velocidade de crescimento lentos. Originados por solidificação extensiva. A densidade desta zona é menor que a da zona colunar por apresentar grandes quantidades de

microrechupes e porosidades. Os grãos equiaxiais não apresentam textura cristalográfica definida. Os grãos equiaxiais são normalmente referidos como tendo uma razão equiaxial igual a um, resultado de um crescimento tridimensional uniforme.

O mecanismo de formação e o volume que cada zona ocupa, estão relacionados com os parâmetros do processo como a composição química, temperatura do banho, temperatura de vazamento, tamanho e forma do molde bem como a capacidade de extração de calor do mesmo.

### 2.3.2 - Controle da Estrutura do Lingote

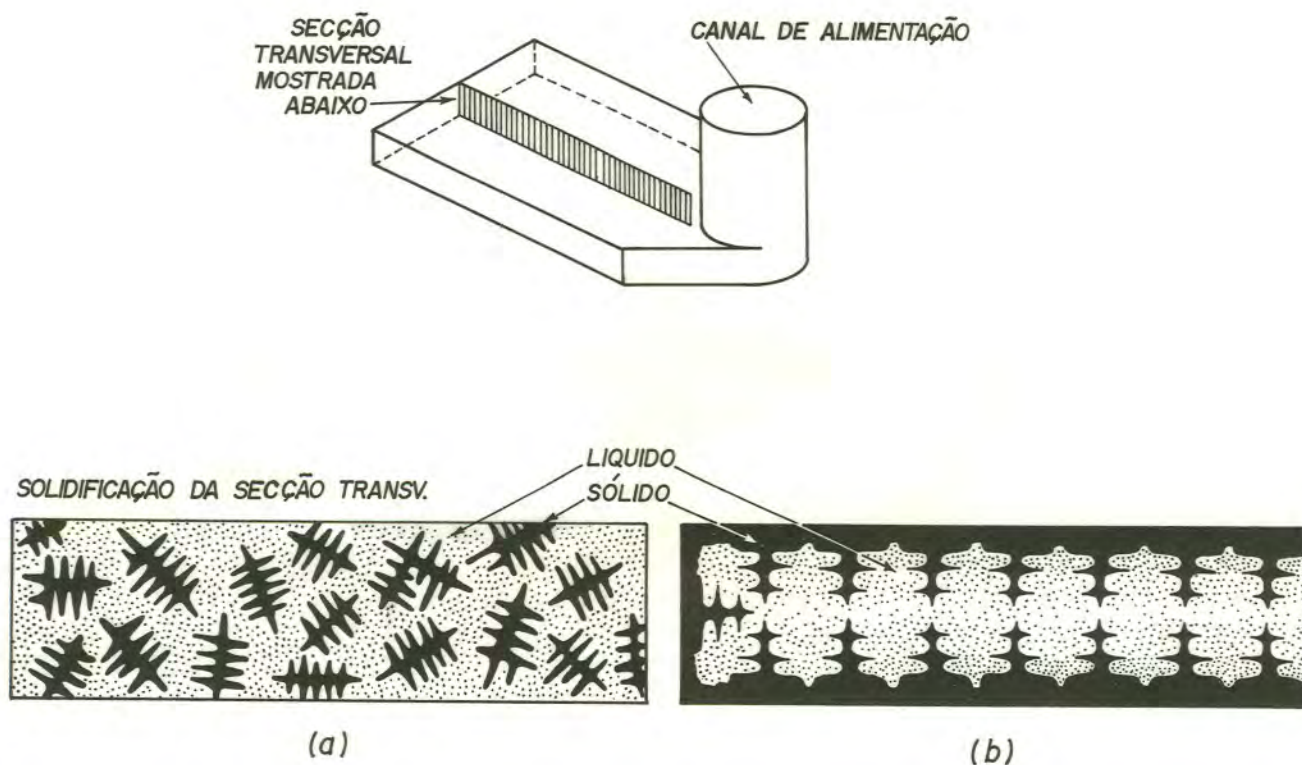
Quando um metal puro solidifica por choque térmico, no interior de um molde, a solidificação acontece de forma progressiva a partir das paredes do molde, que estão mais frias, e evolue para o centro do lingote. Durante a transformação líquido/sólido a maioria dos metais sofre contração volumétrica, devido à maior densidade da fase sólida. O efeito imediato desta contração (rechupe), é que o lingote solidificado tem volume menor do que o líquido que o gerou<sup>62</sup>. A **FIGURA 16** exemplifica o que foi dito.



**FIGURA 16** - Evolução da solidificação de um metal puro no interior de um molde. Onde: L - Líquido, S - Sólido, M - Molde e R - Rechupe. Ref. 62.

Acontece que nem todas as peças são feitas com metal puro. A grande maioria das peças comerciais são feitas de ligas com mais de um componente metálico e o processo de solidificação é muito mais complexo e interessante.

Para exemplificar como solidificam as ligas, vamos considerar um lingote plano que solidifica em molde de areia, como o da **FIGURA 17**. O canal de alimentação é colocado em uma das extremidades do lingote para que o rechupe ocorra nele. Se a liga for do tipo que solidifica com amplo intervalo de temperatura, o gradiente térmico será pequeno em relação ao intervalo de solidificação e são formados pequenos cristais, que crescem quase simultaneamente, no interior do líquido. O fundidor chama este tipo de solidificação de extensiva ou pastosa. Examinando-se a secção transversal de um lingote assim solidificado em um microscópio, pode se ver algo parecido com o esboço da **FIGURA 17a**. Os cristais que se formam tem a aparência de árvore (dendrita)<sup>63</sup>. Na evolução da solidificação as dendritas crescem até que se encostem umas nas outras e a partir daí começa a solidificar o metal líquido dos interstícios dendríticos de composição mais rica.

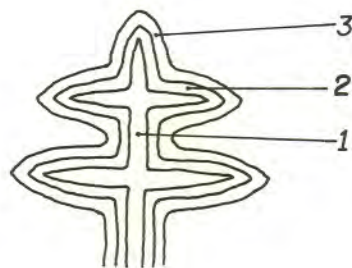


**FIGURA 17.** Evolução da solidificação em ligas metálicas. **a)** liga com amplo intervalo de solidificação. **b)** liga com pequeno intervalo de solidificação. Ref. 62.

Se ao contrário, a liga solidifica com estreito intervalo de temperatura, como nos aços de baixa liga, a solidificação se comporta entre a de um metal puro e a de uma liga pastosa. O primeiro sólido a se formar, neste caso como num metal puro, é nas paredes do molde, mas em seguida começam a se formar as dendritas que irão crescer de forma extensiva, como nas ligas pastosas. Esta configuração está esboçada na **FIGURA 17b**.

O interesse principal do fundidor reside no controle das heterogeneidades químicas e ou estruturais resultantes da solidificação dendrítica de ambos os tipos de ligas exemplificados em linhas anteriores. Essas heterogeneidades influenciam as propriedades finais das peças e que, portanto, devem ser controladas<sup>62</sup>. Uma das principais heterogeneidades resultantes da solidificação é a porosidade, que pode ser do tipo grosseira, originada principalmente por um sistema inadequado de alimentação, ou microporos que podem ser de dois tipos principais; os oriundo dos gases dissolvidos no metal líquido e que não tem tempo de serem expelidos para fora do lingote ficando retidos entre os ramos dendríticos e os que são oriundos da contração volumétrica, estes mais difíceis de serem eliminados.

Outro tipo de heterogeneidade que pode aparecer em ligas fundidas é a microsegregação interdendrítica que pode causar uma variação da composição no interior das células dendríticas. Na maioria das ligas comerciais, o primeiro sólido a se formar no seio do líquido é consideravelmente mais pobre em elementos de liga do que o líquido, conforme a frente de solidificação vai progredindo a composição no sólido vai aumentando, resultando ramos dendríticos com composição química variando do interior para a superfície<sup>62</sup>. Este fenômeno está esboçado na **FIGURA 18**.

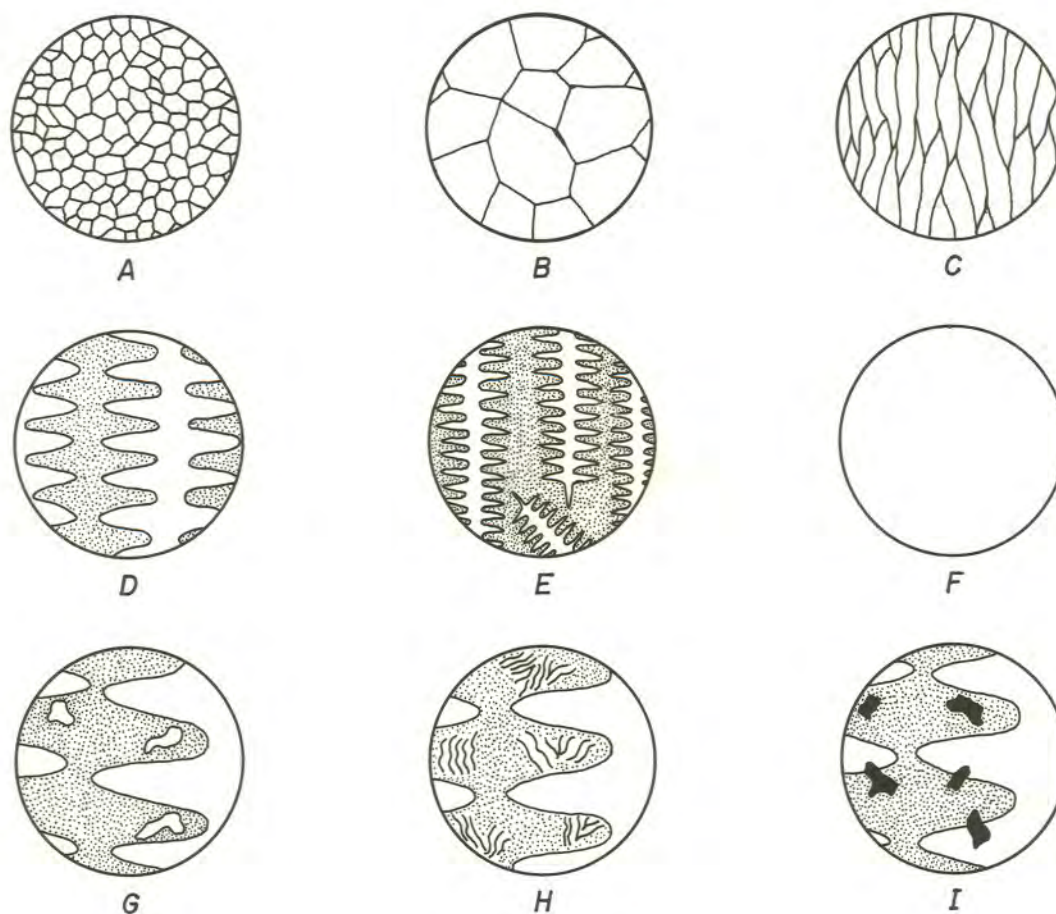


**FIGURA 18** - Ramo dendrítico mostrando como acontece a variação em composição química no seu interior,  $1 < 2 < 3$  onde os números representam a composição. Ref. 62.



A precipitação de uma segunda fase é outra heterogeneidade do tipo segregação que pode aparecer em peças fundidas. Geralmente é um composto intermetálico que reduz as propriedades mecânicas do fundido. Em ligas de multicomponentes pode ocorrer ainda segregação de segunda fase mais complexas que a primeira. Um exemplo importante são as inclusões não metálicas provenientes dos tratamentos químicos usados no banho com o intuito de minimizar a porosidade proveniente de gases<sup>62</sup>.

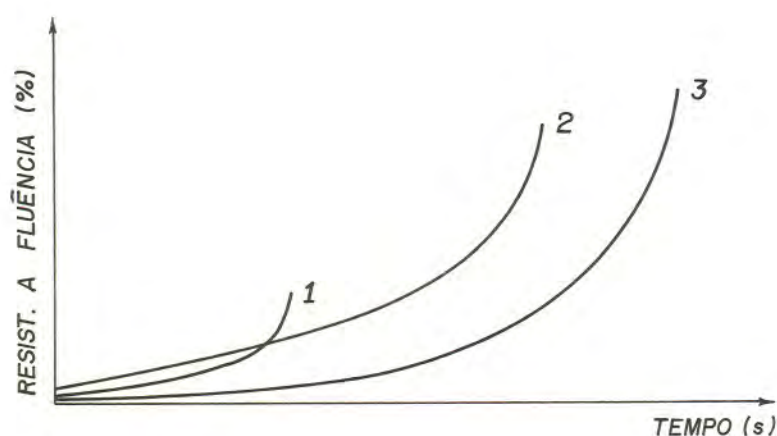
Do ponto de vista tecnológico, muitas vezes é conveniente a obtenção de estruturas completamente colunares ou equiaxiais, para melhorar propriedades mecânicas, elétricas e ou magnéticas e para tanto são utilizados processos especiais de solidificação. Na **FIGURA 19** são apresentadas várias estruturas e suas heterogeneidades mais comuns.



**FIGURA 19** - Algumas heterogeneidades que influenciam nas propriedades das ligas fundidas. Os grãos individuais podem ser do tipo fino, representado em **A**, grosseiro representado em **B**, e orientados representado em **C**. A estrutura interna dos grãos pode apresentar dendritas grosseiras, como em **D**, dendritas finas, como representado em **E** ou não apresentar dendritas, como em **F**. As áreas interdendríticas podem ter: - microporosidades representado em **G**, - segunda fase como em **H** e - inclusões como representado em **I**. Ref. 62.

### 2.3.3 - Solidificação Unidirecional

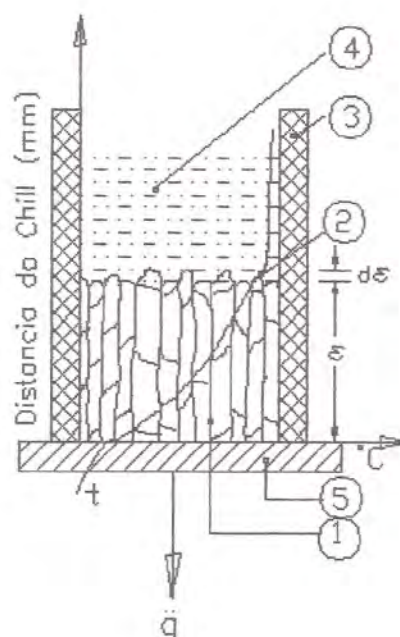
Através da solidificação unidirecional pode se obter estruturas completamente colunares com grãos orientados na direção do fluxo de calor. Tais estruturas apresentam algumas propriedades físicas e mecânicas melhores que as obtidas por solidificação convencional. Por exemplo, a indução magnética de alguns tipos de imãs permanentes é da ordem de 50 % maior na direção do crescimento unidirecional<sup>59</sup>. Conseqüentemente, é cada vez maior o interesse da indústria de fundidos em desenvolver e aplicar técnicas de solidificação controlada<sup>26,64,65</sup>. As palhetas de turbina, usadas em motores a jato, obtidas por solidificação unidirecional, apresentam melhores propriedades mecânicas, melhor resistência a fluência tanto a temperatura ambiente como em altas temperaturas, do que as obtidas por técnicas convencionais. Na **FIGURA 20** são comparadas as resistências a fluência para a liga MAR-M200 (0,15% C, 9,0% Cr, 12,5% W, 10% Co, %, 5,0% Al, 2,0% Ti, 1,0% Cd, 0,015% B e 0,05 Zr) obtidas por diferentes técnicas<sup>65</sup>.



**FIGURA 20** - Representação esquemática da resistência a fluência x tempo para a liga MAR-M200 obtida por diferentes técnicas de solidificação. Curva 1 Fundição convencional, Curva 2 Solidificação unidirecional e Curva 3 Monocristal. Ref. 65.

### 2.3.3.1 - Condição para se Obter Solidificação Unidirecional.

Para se obter direcionalidade é necessário que o fluxo de calor seja predominante na direção desejada do início ao fim da solidificação e não deve existir nucleação no líquido em frente a interface sólido/líquido. Por outro lado, sabe-se que conforme interface S/L vai se afastando das paredes do molde a velocidade de solidificação e o gradiente térmico na frente da interface vão diminuindo<sup>27,28</sup>. Para evitar que a velocidade de solidificação e o gradiente térmico em frente a interface S/L não diminuam é preciso tomar algumas precauções, tais como: pré aquecer os moldes, dar um alto grau de superaquecimento ao metal líquido e obter alta taxa de extração de calor na direção desejada. Este último pode ser obtido com auxílio de uma base refrigerada. A **FIGURA 21** esboça um sistema para obtenção de grão colunares evidenciando a análise térmica com seus parâmetros fundamentais<sup>31</sup>. A temperatura do molde **3** está acima da temperatura do metal líquido fazendo desta forma que a frente de solidificação avance somente a partir da base refrigerada **5**.



**FIGURA 21** - Análise térmica de uma frente de solidificação plana de grãos colunares.

1. Grãos colunares; 2. Interface sólido/líquido; 3. Paredes laterais do molde superaquecido; 4. Metal líquido; 5. Base refrigerada;  $\epsilon$ . Comprimento da zona solidificada. Ref 31.

Na **FIGURA 21** pode-se observar três zonas distintas para o metal, a saber: na **Zona 4** está completamente líquido, na **Zona 1** completamente solidificado e na **Zona 2**, interface S/L, está solidificando. A extensão de cada uma destas zonas dependem dos vários fatores já mencionados e pode ser determinada para um tempo  $t$ , a partir do vazamento. No estado estacionário o calor transferido na interface sólido/líquido deve ser igual ao calor extraído pelo sistema metal/molde. Então em referência a **FIGURA 21** pode-se escrever que:

$$q = \rho L_f d\varepsilon / dt = (T_{sol} - T_0) / (A\varepsilon - B) \quad (1)$$

onde:  $\rho$  é a densidade do metal,

$L_f$  o calor latente de fusão,

$\varepsilon$  a posição da interface em relação a distância da base refrigerada,

$t$  o tempo,

$T_{sol}$  a temperatura de solidificação,

$T_0$  temperatura do molde, e

$A$  e  $B$  constantes que dependem do tipo do molde e do metal.

Da expressão (1) pode-se calcular a velocidade de solidificação ( $V_s$ ) pelo avanço da interface S/L em relação ao eixo  $x$ , no tempo  $t$ , isto é:

$$V_s = d\varepsilon / dt = (T_{sol} - T_0) / \rho L_f (A\varepsilon + B) = C / (A\varepsilon + B) \quad (2)$$

onde:  $C = (T_{sol} - T_0) / \rho L_f$

Considerando-se que para  $t = 0 \Rightarrow x = 0$  e para  $t = t \Rightarrow x = \varepsilon$ , então a equação (2) pode ser rearranjada como:

$$A\varepsilon (d\varepsilon / dt) + B (d\varepsilon / dt) - C = 0 \quad (3)$$

Cuja solução é do tipo:

$$\varepsilon = (-B + \sqrt{B^2 + 2ACt}) / A \quad (4)$$

A equação (4) pode ser reescrita como:

$$\varepsilon = \sqrt{D^2 + Ft} - D \quad \text{mm} \quad (5)$$

Onde:  $D = B / A$  e  $F = C / A$

As condições para se obter solidificação unidirecional, em lingotes fundidos, podem ser expressas por um critério de direcionalidade  $K_{dir}$ <sup>31</sup>. Pela FIGURA 22, pode-se definir  $K_{dir}$  como sendo a razão entre a velocidade de avanço da frente de solidificação **3** na direção do chill **1**, pela velocidade da frente de solidificação na direção do molde **2**, e pode ser representado pela seguinte equação;

$$K_{dir} = \frac{\varepsilon_x (T_{sol} - T_{chill})}{\varepsilon_\theta (T_{sol} - T_{molde})} \quad (6)$$

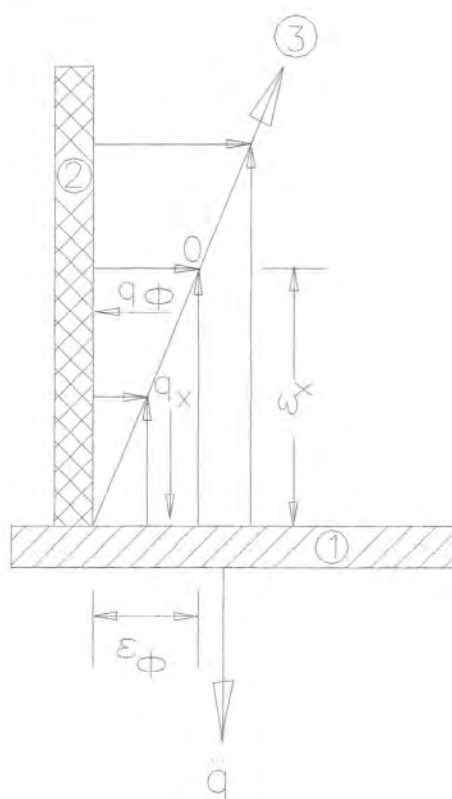
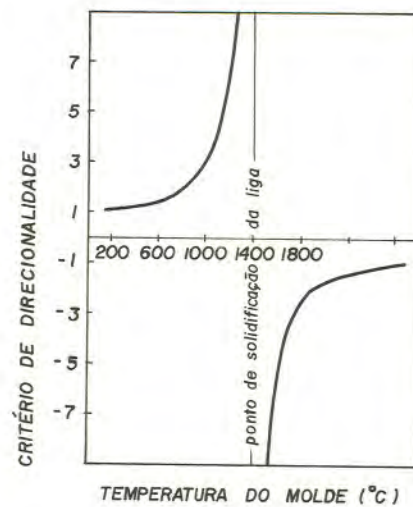


FIGURA 22 - Gráfico de análise térmica evidenciando as condições para solidificação direcional. 1 - Base refrigerada (chill), 2 - Molde e 3 - Frente de solidificação. Ref. 31.

A relação entre  $K_{dir}$  e a temperatura do molde  $T_{molde}$ , para uma liga da família dos Alnico, pode ser vista graficamente na **FIGURA 23**. Verifica-se que o fator de direcionalidade cresce rapidamente, tendendo a infinito, à medida que  $T_{molde}$  se aproxima do valor  $T_{sol}$ , onde fica evidenciado que a temperatura ótima do molde é a temperatura de solidificação do metal, isto é,  $T_{molde} = T_{sol}$ .



**FIGURA 23** - Relação entre  $K_{dir}$  e  $T_{molde}$ , para uma liga da família dos Alnico, na forma gráfica. Ref. 31.

### 3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

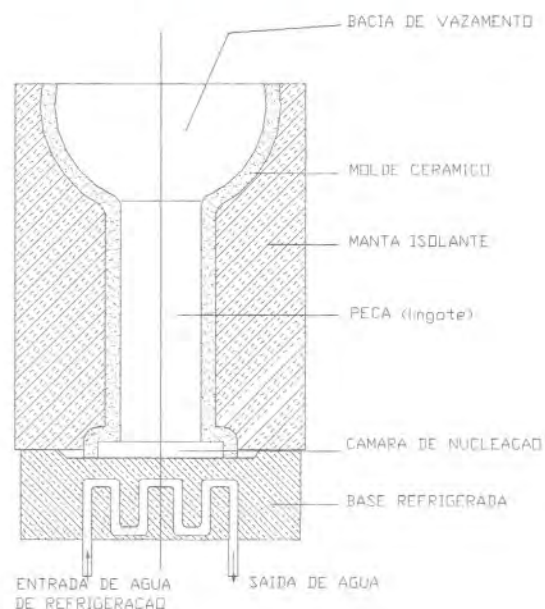
#### 3.1. Materiais e Métodos Seleccionados

##### 3.1.1 - A liga

Escolheu-se estudar como liga magnética o Alnico 5, de composição em peso: 20,0 - 27,5% Co, 12,0 - 15,0 %Ni, 8,0 - 8,5 %Al, 1,5 - 6,5 %Cu e o restante Fe<sup>66</sup>. O Alnico 5 apresenta propriedades magnéticas, tais como a indução residual ( $B_r$ ), força coercitiva ( $H_c$ ) e produto de energia  $(BH)_{max}$ , melhores do que a maioria dos outros imãs permanentes comerciais, constituindo-se, desta forma, em uma das mais adequadas ligas à aplicação como imã permanente. Além do mais o Alnico 5 é uma liga tipicamente obtida por fundição e pode ser obtido em praticamente todas as formas.

##### 3.1.2 - O Método

O método de fabricação adotado para este trabalho foi a solidificação unidirecional vertical e ascendente, visando minimizar a convecção térmica e forçar o crescimento de uma estrutura direcional. Na **FIGURA 24** está ilustrado um esquema do sistema utilizado.



**FIGURA 24** - Desenho esquemático do Sistema de Solidificação Direcional utilizado neste trabalho.

Um molde cerâmico aquecido, tipo casca, com as paredes laterais isoladas termicamente com uma manta isolante, foi colocado sobre uma base de cobre refrigerada com água, para provocar a extração de calor predominante pela base. A **FIGURA 25** mostra uma fotografia da base de cobre refrigerada fechada e a **FIGURA 26** da base aberta, evidenciando o canal de água, de forma elíptica, projetado e construído desta forma para minimizar o fenômeno de cavitação.



**FIGURA 25** - Base de cobre refrigerada, construída especialmente para este trabalho.



**FIGURA 26** - Base de cobre refrigerada, aberta para evidenciar o canal do fluxo de água.



O sucesso da técnica reside em preencher o molde de parede fina com metal líquido com elevado superaquecimento. Isto obriga a se trabalhar com excelente material de moldagem, na fabricação do molde, pois as paredes finas devem ser suficientemente refratárias para suportar um prolongado contato com o metal a 1600 - 1700 °C. A produção de moldes que satisfaçam esta condição não é problema para o processo de microfusão ou cera perdida.

Para testar a eficiência do sistema de solidificação adotado, foram realizadas experiências preliminares com alumínio de pureza comercial. A escolha deste foi devido a seu fácil manuseio em laboratório.

### 3.1.3 - A Cera

Iniciou-se o desenvolvimento de cera para modelos a partir de dados da literatura internacional. De acordo com a disponibilidade no mercado foram primeiramente selecionados os diversos compostos (matéria prima) para compor a mistura, como breu, parafina, cera mineral, cera de carnaúba e etileno acetato de vinila (EVA). Cada composto foi avaliado quanto aos teores de cinzas presente. Os valores dos teores de cinzas presentes nas matérias-primas das misturas podem ser vistos na **TABELA II**.

**TABELA II** - Quantidade de cinzas presente na matéria-prima utilizada para obtenção da mistura de cera.

Matéria-prima	% de Cinzas
Cera de Carnaúba	0,147
Parafina	0,006
Breu	0,090
EVA	0,038
Cera Microcristalina	0,005

Nota-se que os componentes que mais cinzas apresentaram foram a cera de carnaúba e o breu, ficando, ambos, com um valor percentual um pouco acima do recomendado pela literatura<sup>67</sup> ( 0,05 a 0,08%) para as misturas de cera utilizadas na obtenção de modelos para microfusão. Todos os outros ficaram dentro ou abaixo do especificado, o que os torna aptos como matéria prima para fabricação de misturas de cera para obtenção de modelos para microfusão.

Com o objetivo de desenvolver uma mistura de cera adequada para fazer modelos para microfusão, testaram-se várias formulações, variando-se a porcentagem de seus componentes de acordo com as propriedades inerentes de cada um.

Para a obtenção da mistura de cera foi projetado e construído um forno resistivo elétrico, do tipo poço, mostrado na **FIGURA 27**, com capacidade para fabricação de 10 kg de cera, com potência de 3500 W. A temperatura do forno foi controlada através de um termostato e a da cera líquida com um termômetro de mercúrio.



**FIGURA 27** - Forno elétrico, utilizado para fabricação das misturas de ceras.

Foram elaboradas, inicialmente, dez tipos de misturas, cujas composição estão listadas na **TABELA III**.

**TABELA III** - Composição das primeiras misturas de ceras fabricadas.

Componentes	Composição das Misturas, % em peso									
	cera 1	cera 2	cera 3	cera 4	cera 5	cera 6	cera 7	cera 8	cera 9	cera 10
EVA	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	2,0	3,0	3,0	-	5,0
Breu	10,0	20,0	10,0	20,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	25,0
Carnaúba	25,0	25,0	25,0	20,0	35,0	35,0	32,0	32,0	32,0	30,0
Parafina	60,0	50,0	55,0	50,0	20,0	20,0	35,0	30,0	30,0	30,0
Cera Mineral	-	-	5,0	5,0	10,0	13,0	-	5,0	8,0	10,0

As misturas de cera foram avaliadas, inicialmente, pela sua consistência e homogeneidade e foram todas descartadas.

Elaborou-se mais seis novas composições de cera, as quais são apresentadas na **TABELA IV**, até se obter uma que satisfizesse as propriedades exigidas pelo modelo escolhido para a fabricação dos imãs.

**TABELA IV** - Composição, segunda etapa de desenvolvimento, de misturas de ceras de ceras.

Componentes	Composição das misturas, % em peso					
	H4	R3	MI	SL	CR	V2
Breu	44	44	53	55	46	38
EVA	6	6	1.33	5	4,5	6
Parafina	23	30	23	20	29	30
Carnaúba	15	8	10.7	10	11	14
Microcristalina	12	12	12	10	9,5	12

Estas novas misturas foram todas aprovadas quanto a consistência e homogeneidade e foram avaliadas quanto a quantidade de cinzas, soldabilidade e ponto de fusão. Na **TABELA V** são apresentados os valores das propriedades das misturas de cera avaliadas.

**TABELA V** - Características das misturas de ceras avaliadas

Ceras	Quantidade de Cinzas (%)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Ponto de Fusão (°C)
MI	0,07	1,0	66
H4	0,05	1,0	73
CR	0,04	1,0	68
R3	0,05	1,0	67
SL	0,11	1,0	72
V2	0,07	1,0	70

A cera que apresentou as melhores características para a elaboração dos modelos para este trabalho foi a cera CR. Esta foi escolhida por apresentar a menor quantidade de cinzas (0,04%), ter boa soldabilidade e ponto de fusão relativamente baixo ( $68^{\circ}\text{C}$ ).

### 3.1.3.1 - Obtenção dos Modelos em Cera.

Para obtenção dos modelos de cera foi sempre observado o seguinte procedimento:

- fundir a cera e elevar a temperatura da mesma até  $70^{\circ}\text{C}$ ;
- aspergir a matriz com silicone em aerosol, para facilitar a desmoldagem;
- vaziar a cera lentamente, minimizando assim a turbulência;
- vibrar o molde para facilitar o desprendimento de bolhas de ar do interior da cera;
- aguardar a solidificação então desmoldar.

As matrizes para a produção dos modelos de cera, com secção quadrada e redonda, foram confeccionadas inicialmente com tubos de aço bipartidos e posteriormente com borracha de silicone como mostra a **FIGURA 28**.



**FIGURA 28** - Matrizes usadas na obtenção dos modelos em cera.

Para a obtenção da bacia de alimentação e da câmara de nucleação, foram utilizados copos plásticos do tipo "drink", ilustrados na **FIGURA 29**. O vazamento da cera foi feito por gravidade. Para facilitar a desmoldagem, tanto as matrizes de aço como os copos plásticos tiveram as paredes internas impregnadas com silicone em aerosol.



**FIGURA 29** - Copo plástico, usado como matriz para obtenção, em cera, da bacia de vazamento e da câmara de nucleação.

Após a obtenção dos modelos em cera, estes foram montados formando a “árvore” de modelos. Para verificar a influência da forma e dimensões da peça fundida no comprimento da zona colunar utilizaram-se três tipos de árvore. Os dois primeiros tipos de configuração simples compostos por somente um lingote com secção cilíndrica ou retangular. O terceiro tipo de árvore composto por vários lingotes com secção cilíndrica e retangulares. A união da bacia de alimentação/lingote/câmara de nucleação foi realizada com o auxílio de uma espátula quente e cera líquida.

Na **FIGURA 30** pode ser visto a configuração simples das primeiras árvores de cera utilizadas neste trabalho.



**FIGURA 30** - Árvores de modelos em cera, usadas nas primeiras experiências.

Após a montagem da árvore, esta passou por um processo de limpeza que consiste em lavagem em água corrente, seguido de um banho de imersão em tricloroetileno e por uma lavagem em álcool isopropílico para cessar a reação tricloroetileno/cera. As árvores de modelos foram deixadas secar por, no mínimo, 12 horas em ambiente climatizado (temperatura de 20-22 C e umidade relativa do ar entre 50-60 %) , antes de seguir para o revestimento cerâmico.

### 3.1.4 - Fabricação das Lamas Cerâmicas

As lamas cerâmicas, primária e secundária, foram preparadas diretamente em misturadores especialmente projetados e construídos para tal. Os misturadores mostrados na **FIGURA 31**, possuem as seguintes características técnicas: capacidade 34,5 l e velocidade de 31,5 RPM.



**FIGURA 31** - Misturadores usados na fabricação das lamas cerâmicas.

Os dois tipos de lamas preparados são constituídos, basicamente, por um ligante líquido e um pó refratário que difere quanto a granulometria e a composição. Foram testados dois tipos de ligantes, a saber: sílica coloidal (30%) a base de água e silicato de etila hidrolizado. Optou-se pela sílica coloidal a base d'água por esta ser menos tóxica e não ser inflamável. Como refratário de carga, foi sempre utilizado o silicato de zircônio ( $ZrSiO_4$ ) em pó, pois segundo a literatura<sup>46,47,48</sup> além de oferecer uma boa resistência mecânica é o que apresenta menor reatividade com a maioria dos metais e ligas. Como material de estuque se utilizou chamota silício aluminoso por este apresentar boa compatibilidade com o silicato de zircônio.



Na fabricação das lamas, primeiramente colocou-se o ligante no misturador, em seguida, com o misturador ligado, adicionou-se, lentamente, o pó refratário para obter-se uma mistura homogênea e evitar a formação de pelotas. Após a adição de todo o pó foi adicionado um agente de molhamento. Antes de ser usada, a lama ficou durante 24 horas sendo homogeneizada nos misturadores, em ambiente apropriadamente climatizado. As **TABELAS VI e VII**, representam, respectivamente, as composições das lamas primária e secundária utilizadas neste trabalho.

**TABELA VI** - Composição da lama primária utilizada neste trabalho.

Constituinte	Porcentagem em peso (%)
Zirconita ALM	78
Sílica coloidal	22
Agente de molhamento	1 cc

**TABELA VII** - Composição da lama secundária utilizada neste trabalho.

Constituinte	Porcentagem em peso (%)
Zirconita A-200	75,5
Sílica coloidal	24,5
Agente de molhamento	1 cc

#### **3.1.4.1 - Controle das Lamas Cerâmicas**

Para assegurar lamas com propriedades requeridas ao processo, foram realizados controles sistemáticos dos parâmetros essenciais, tais como: a) controle da densidade , b) controle da viscosidade , c) controle do pH e d) Temperatura da lama. Todos os testes foram realizados conforme procedimento determinado pelo Investment Casting Institut ICI<sup>68</sup>. Após os resultados dos testes, quando necessário, as lamas foram corrigidas.

##### **a) Controle da Densidade (Peso Específico):**

A medida da densidade fornece uma indicação da razão dos componentes solido/liquido da lama. Uma densidade alta, por exemplo, indica que a lama esta provavelmente com um alto teor de refratário em pó. O comportamento da densidade, ao

longo do tempo, das lamas primária e secundária podem ser vistos nos gráficos das **FIGURAS 32 e 33**, respectivamente.

#### **b) Controle da Viscosidade:**

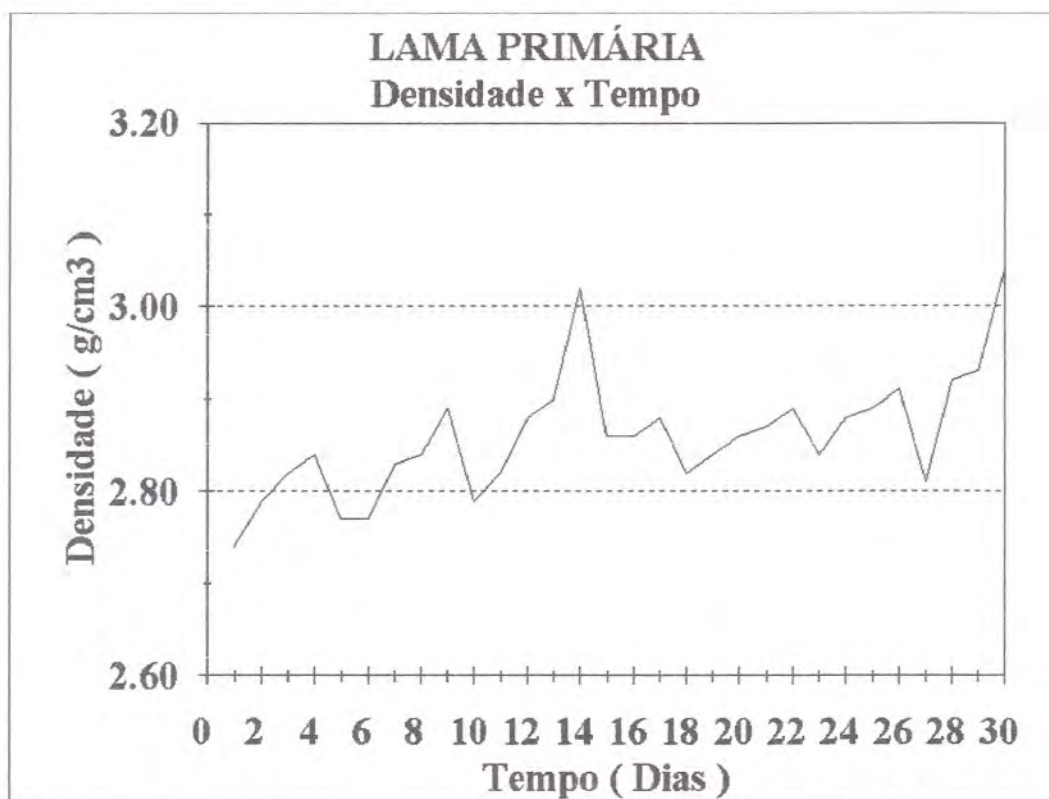
A viscosidade pode ser vista como um bom indicador da qualidade de lamas cerâmicas. Por exemplo, se uma determinada lama com densidade na faixa especificada apresenta-se com uma viscosidade muito elevada isto pode ser uma clara indicação que esteja ocorrendo uma gelificação e, portanto, esta lama pode estar em fim de vida. Ou, por outro lado, quando no caso de utilização de aditivos uma indicação que estes estejam perdendo efeito. Esta lama deve ser devidamente corrigida. Para a medida da viscosidade das lamas cerâmicas em estudo utilizou-se o "flow cup method", com copo Zahn nº 5 para a lama primária e copo Zahn nº 4 para a lama secundária. O comportamento quanto a viscosidade dessas lamas podem ser vistos nos gráficos das **FIGURAS 34 e 35**, respectivamente.

#### **c) Controle do pH:**

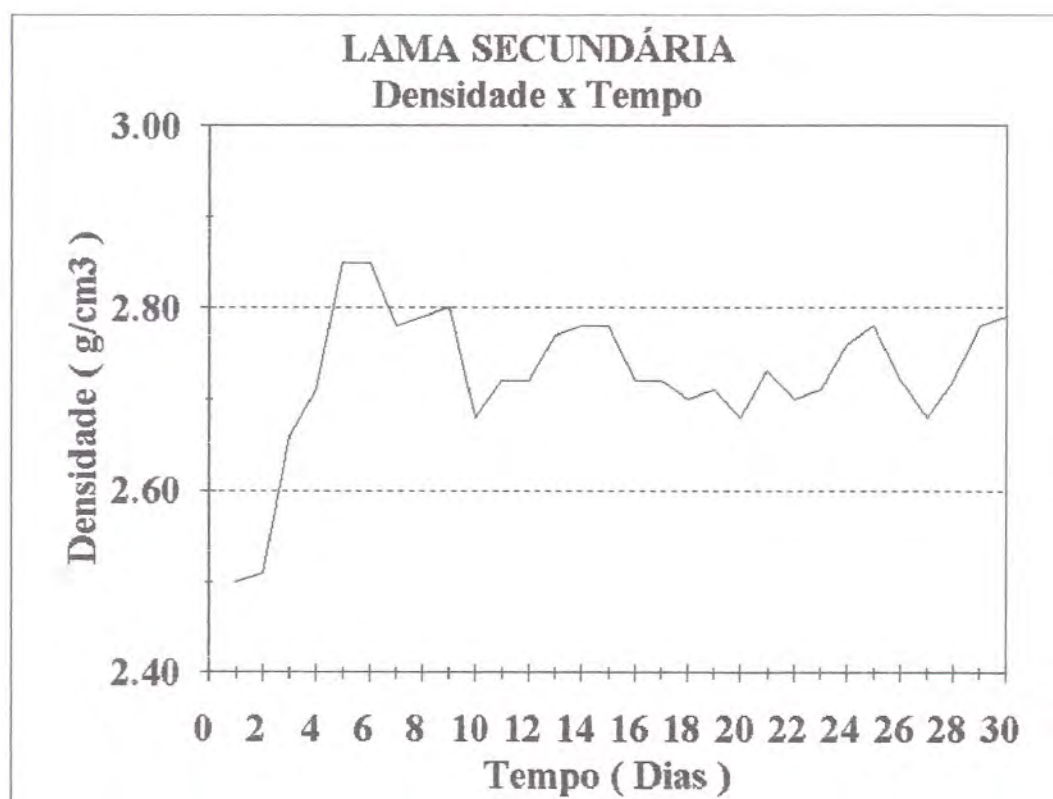
A monitoração do pH foi realizada com auxílio de papel indicador e as medidas foram feitas diretamente no recipiente de produção. Para lamas a base de água sílica sol um pH abaixo de 9,0 indica um provável envelhecimento, gelificação e/ou contaminação química. O comportamento quanto a viscosidade dessas lamas podem ser vistos nos gráficos das **FIGURAS 36 e 37**. São apresentados os valores do pH para as lamas primária e secundária, respectivamente.

#### **d) Controle da Temperatura das Lamas:**

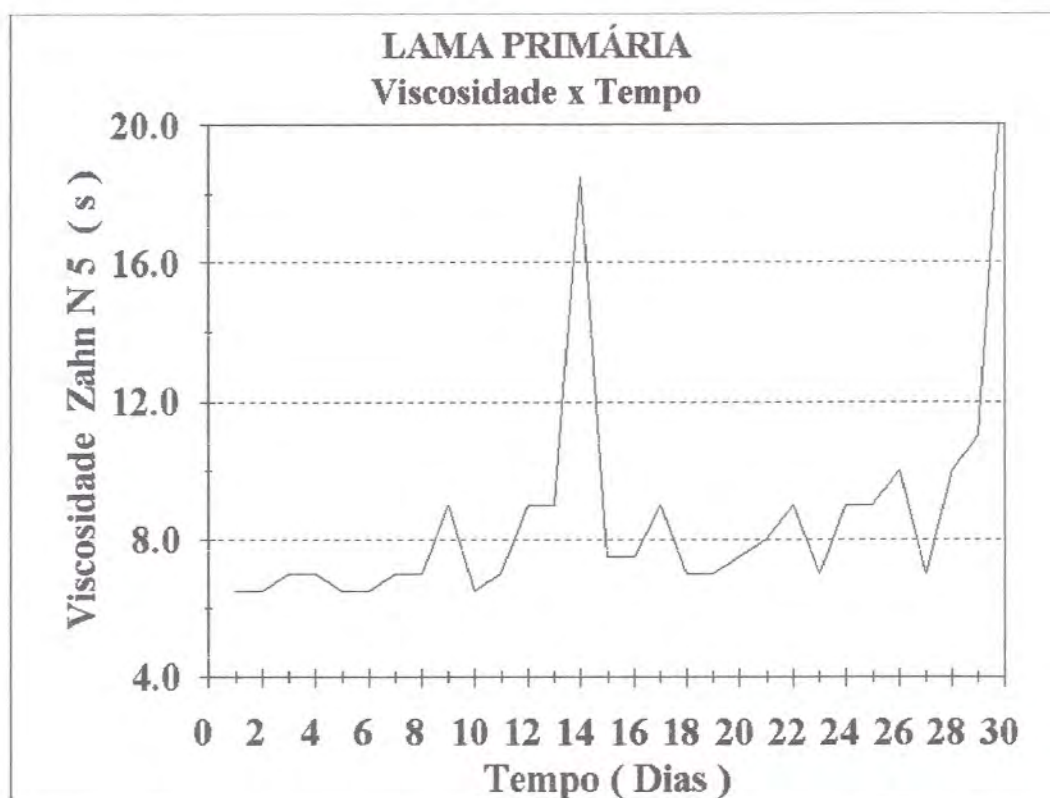
O controle da temperatura é um fator importante no que diz respeito a manutenção das características de uma lama por um maior tempo possível. Lamas a base de sílica sol quando sujeitas a temperaturas superiores a 25 C, principalmente naquelas em que se usam aditivos plastificantes, apresentam um crescimento bacteriológico que reduz significativamente sua vida útil. As temperaturas das lamas primária e secundária usadas neste trabalho são apresentadas em forma gráfica nas **FIGURAS 38 e 39**.



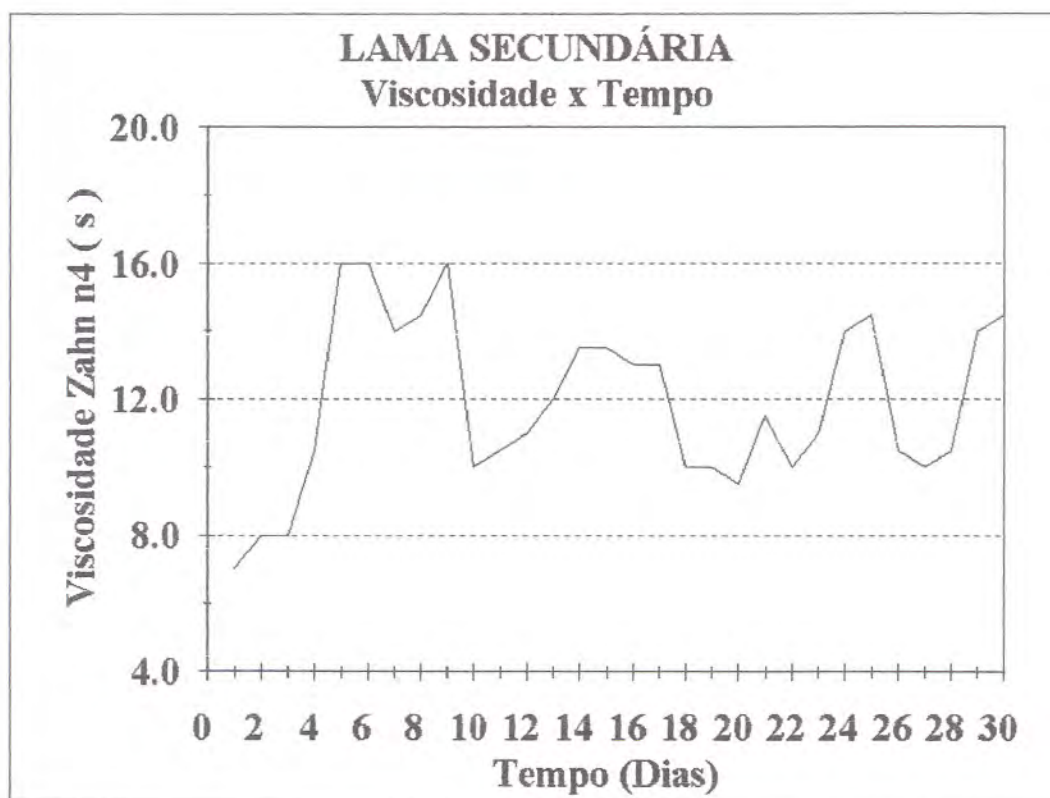
**FIGURA 32** - Representação Gráfica do Comportamento da Densidade x Tempo para a Lama Primária.



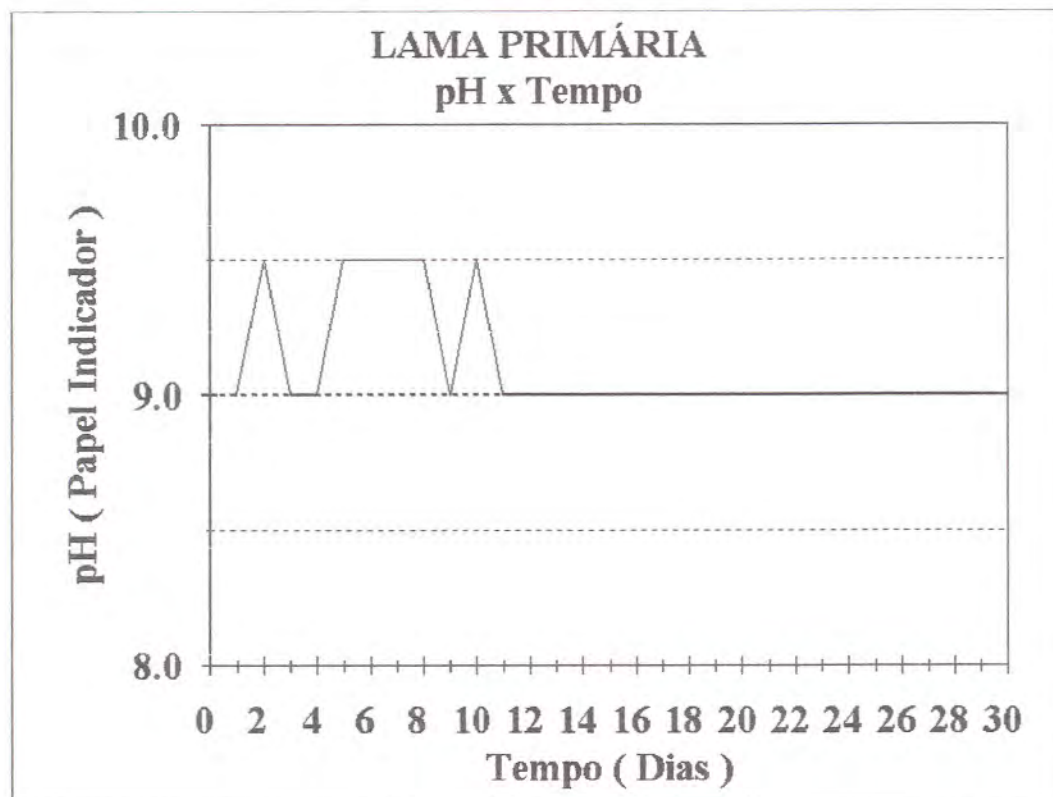
**FIGURA 33** - Representação Gráfica do Comportamento da Densidade x Tempo para a lama secundária.



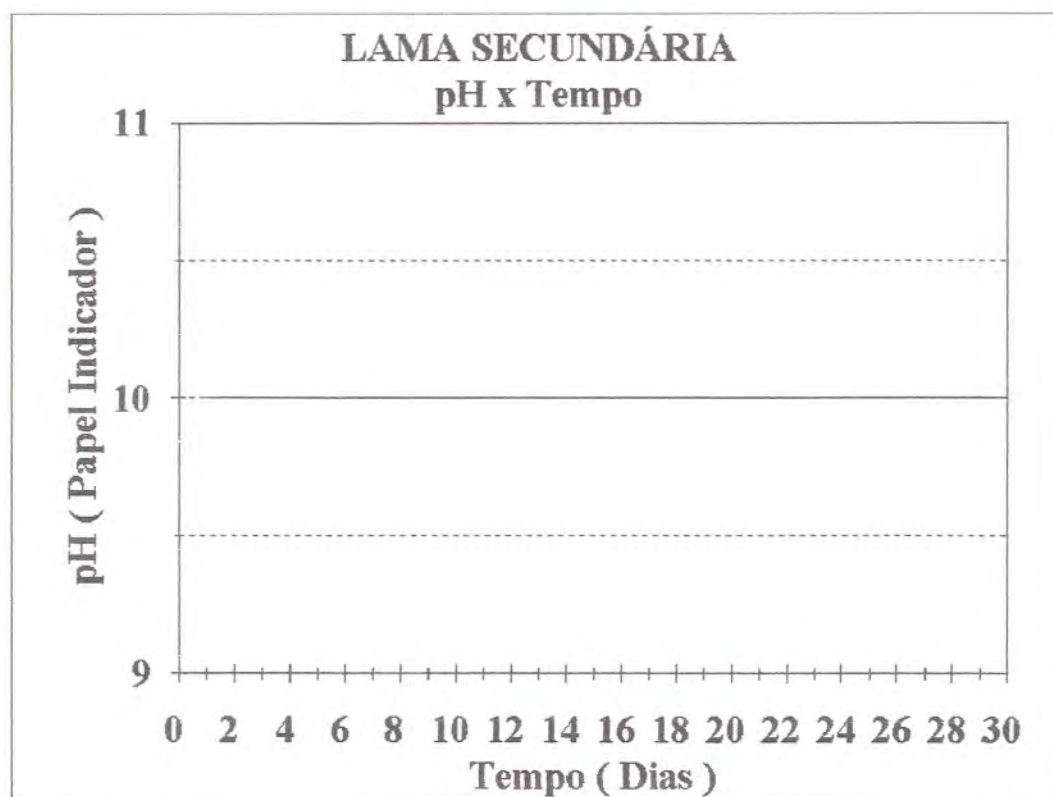
**FIGURA 34** - Representação Gráfica do Comportamento da Viscosidade x Tempo para a Lama Primária.



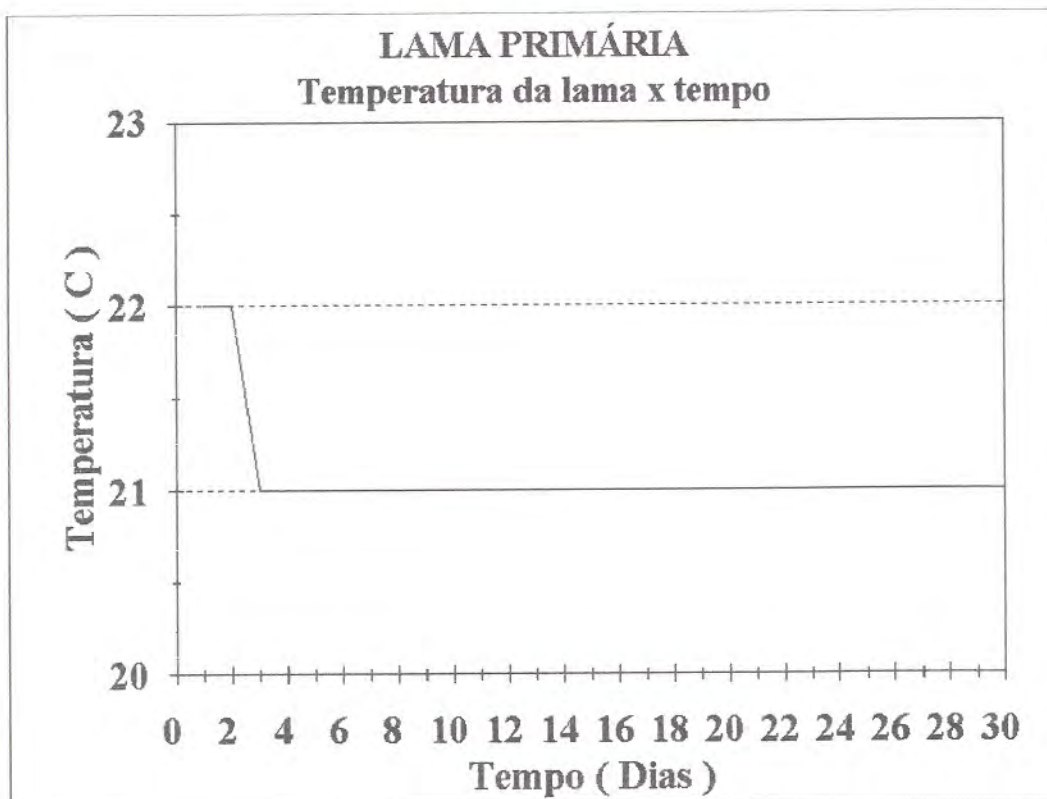
**FIGURA 35** - Representação Gráfica do Comportamento da Viscosidade x Tempo para a Lama Secundária.



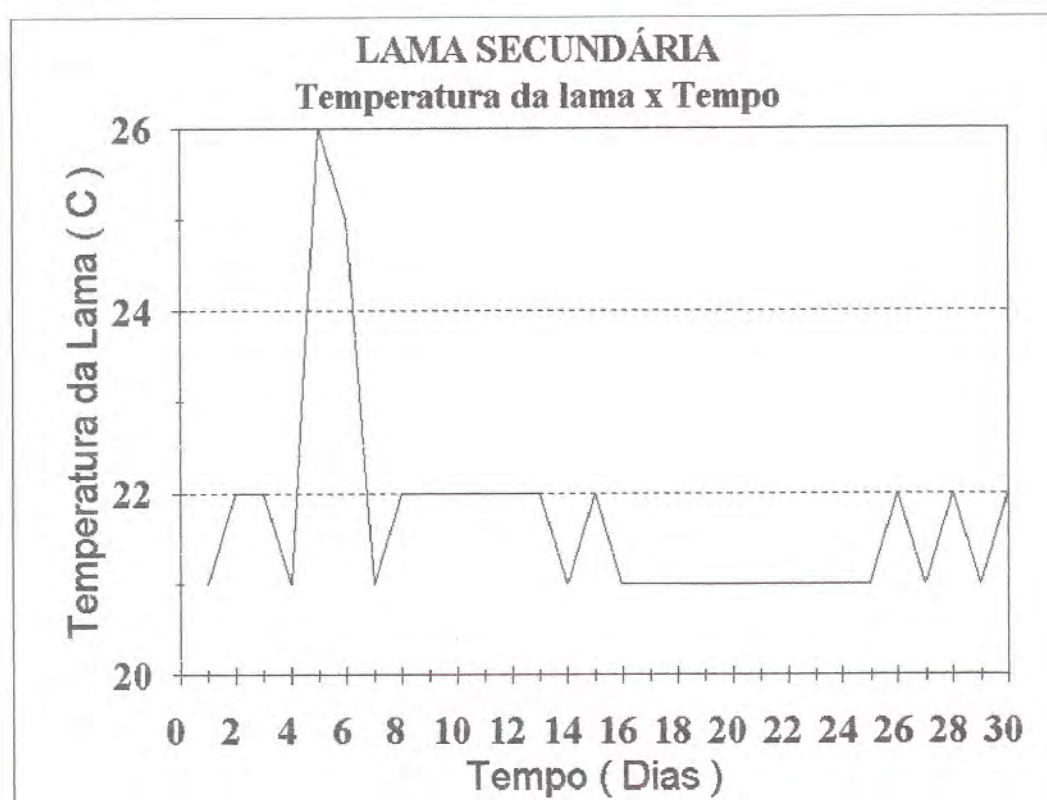
**FIGURA 36** - Representação Gráfica do Comportamento do pH x Tempo para a Lama Primária.



**FIGURA 37** - Representação Gráfica do Comportamento do pH x Tempo para a Lama Secundária.



**FIGURA 38** - Representação Gráfica do Comportamento da Temperatura x Tempo para a Lama Primária.



**FIGURA 39** - Representação Gráfica do Comportamento da Temperatura x Tempo para a Lama Secundária.

### 3.1.5 - Fabricação das Cascas cerâmicas.

Para fabricação dos moldes foram utilizadas lamas refratárias a base de silicato de zircônio ( $ZrSiO_4$ ) ligado com sílica coloidal em meio aquoso. Para a estucagem das primeiras camadas utilizou-se um chuveiro de areia de zirconita de fundição ( $ZrSiO_4$ ) malha 80/120 mesh. As camadas subseqüentes, secundárias, foram estucadas em leito fluidizado com chamota sílico-aluminoso de granulometria 16/30 mesh. As camadas foram construídas sobre a árvore de modelos de cera. As árvores de modelos de cera, previamente limpas, foram mergulhadas na lama primária, conforme pode ser visto na **FIGURA 40**, para receber a primeira camada. Após a drenagem da lama, as árvores de modelos receberam através de um chuveiro, uma camada de estuco. Todas as cascas foram feitas com oito camadas, sendo duas primárias e seis secundárias. Após o tempo requerido para secagem, em ambiente climatizado: temperatura variando entre 19 e 22 °C e umidade relativa do ar entre 50 e 60 %, as cascas seguiram para a deceragem e calcinação.



**FIGURA 40** - Drenagem da primeira camada de lama cerâmica.

### 3.1.6 - Deceragem e Calcinação.

A deceragem foi feita pelo método “flash” em um forno do tipo mufla, com um canal na base por onde escorre a cera líquida até um reservatório com água, especialmente construído para isso. Após a deceragem as cascas foram calcinadas, no mesmo forno, por um período de 2 horas em temperaturas entre 900 e 1000 °C. Os moldes cerâmicos utilizados tiveram um bom desempenho, pois todos se comportaram muito bem, tanto quanto a resistência mecânica, refratariedade bem como a reações metal/molde.

A fotografia da **FIGURA 41** apresenta a forma de algumas cascas, deceradas e calcinadas, utilizadas no trabalho.



**FIGURA 41** - Aspecto de algumas cascas cerâmicas utilizadas neste trabalho após a deceragem e calcinação



### 3.1.7 - Fusão e Vazamento

#### 3.1.7.1 - Experiências preliminares com Alumínio

Para testar o sistema foram realizadas experiências preliminares com alumínio de pureza comercial. A fusão foi feita em forno de indução de média frequência com cadinho de grafita. Foram feitas sete corridas, sendo que em cada corrida foi vazado um molde composto por um lingote com secção quadrada ou cilíndrica medindo respectivamente 16x16 mm e  $\varnothing$  20 mm por 80 mm de comprimento.

Para verificar a influência da temperatura dos moldes na formação da zona colunar foram utilizados moldes com ou sem isolamento exotérmico nas paredes laterais. A TABELA VIII apresenta um resumo dos parâmetros técnicos e físicos adotados em cada corrida.

TABELA VIII - Resumo dos parâmetros técnicos e físicos adotados em cada corrida.

Corrida Nº	C. Prova	Paredes laterais isoladas	Secção	T <sub>Sup.</sub> (°C)	T <sub>Vaz.</sub> (°C)	T <sub>mold.</sub> (°C)
1	CP1	não	cilíndrica	30	690	800
2	CP2	sim	cilíndrica	78	738	800
3	CP3	não	quadrada	134	794	800
4	CP4	sim	quadrada	159	819	800
5	CP5	não	cilíndrica	159	819	800
6	CP6	sim	quadrada	195	855	800
7	CP7	sim	cilíndrica	185	845	800

Após a solidificação e o resfriamento, os lingotes foram desmoldados e preparados para exames macrográficos.

#### 3.1.7.2 - Fusão e vazamento da liga Alnico 5.

A fusão foi realizada em um forno de indução de média frequência. O cadinho, com capacidade para 8,0 kg de liga, foi construído com refratário vibrado a seco à base de alumina eletrofundida. Foram realizadas quatro corridas. A primeira corrida realizada com a liga Alnico serviu, também, para a sinterização do cadinho. Foi utilizada uma carga de 6,0 kg de liga. O

cadinho foi inicialmente carregado com ferro e um pouco de cobalto, ao iniciar a fusão foi adicionado o restante do cobalto e, em seguida, o níquel. Quando o Fe-Co-Ni estavam completamente fundidos foi adicionado o Cu. Elevou-se a temperatura do banho, foi retirada a escória e adicionado o Al. A temperatura foi aumentada até o superaquecimento desejado, e o metal foi vazado nos moldes cerâmicos pré aquecidos. Da corrida nº 1 obteve-se o lingote (CP 1), vazado em um molde cerâmico simples obtido a partir de um modelo de cera com secção quadrada medindo 16 x 16 mm e 80 mm de comprimento. A seguir o forno foi religado e o restante da liga superaquecida a uma nova temperatura. Após foi vazado o segundo lingote (CP 2) de secção circular com  $\varnothing$  21 mm e 80 mm de comprimento.

Calculou-se uma nova carga de liga, agora com 5,0 kg. Para preparação da liga procurou-se adotar sempre a mesma metodologia da corrida nº 1. Foram realizadas mais três corridas. Em cada corrida foram vazados dois moldes.

A **TABELA IX** relaciona a composição adotada para a elaboração da liga em cada corrida. As adições foram feitas na forma de metais nominalmente puros.

**TABELA IX** - Relação do material, com a respectiva quantidade usada por corrida, para fusão da liga Alnico 5.

Metal e forma	Corrida nº 1 Quantidade (g)	Corrida nº 2 Quantidade (g)	Corrida nº 3 Quantidade (g)	Corrida nº 4 Quantidade (g)
Fe em pó	3000	2525	2525	2525
Co em escama	1440	1200	1200	1200
Ni em chapa	840	700	700	700
Al em fio	440	441	424	438
Cu em fio	180	150	150	150

As variáveis controladas foram: temperatura de superaquecimento ( $T_{sup.}$ ), temperatura de vazamento ( $T_{vaz.}$ ), temperatura e forma do molde ( $T_{mold.}$ ), temperatura de adição do alumínio ( $T_{Al}$ ) e tempo de inoculação do Al ( $t_{inoc. Al}$ ).

A fusão e o vazamento foram feitos ao ar. Os parâmetros técnicos e físicos adotados, bem como a identificação dos corpos de prova fundidos com a respectiva origem, estão resumidas na **TABELA X**.

**TABELA X** - Relação entre as corridas, corpos de prova e alguns parâmetros de fundição da liga; temperatura de superaquecimento  $T_{sup.}$ , temperatura de vazamento  $T_{vaz.}$ , temperatura do molde  $T_{mold.}$ , temperatura de adição do alumínio  $T_{Al}$ , tempo de inoculação do Al ( $t_{inoc. Al}$ ).

Corrida N°	C. Prova	$T_{Al}$ (°C)	$t_{inoc. Al}$ (min.)	$T_{Sup.}$ (°C)	$T_{Vaz.}$ (°C)	$T_{mold.}$ (°C)
1	CP1	1536	17	1692	1570	900
	CP2	1536	-	1700	1580	900
2	CP3	1631	6	1700	1657	900
	CP4	1631	16	1742	1610	900
3	CP5	1658	11	1749	1658	1000
	CP6	1658	22	1712	1712	1000
4	CP7	1742	7	1678	1631	1000
	CP8	1742	20	1742	1685	1000

As temperaturas de adição do alumínio, de superaquecimento ( $T_{sup.}$ ) e de vazamento ( $T_{vaz.}$ ) da liga foram medidas com termopar de Pt/PtRh-10% encapsulado com quartzo.

Na corrida n° 2 foram obtidos os CP's 3 e 4 com secção quadrada e cilíndrica, medindo, respectivamente, 26 x 26 mm e  $\varnothing$  36 mm por 50 mm de comprimento. Nas corridas n° 3 e 4 o metal foi vazado em moldes compostos por cinco lingotes cada um. Da corrida n° 3 foram obtidos os CP's 5 e 6 e na corrida 4 os CP's 7 e 8. Nos CP's 5 e 7 todos os lingotes são cilíndricos medindo  $\varnothing$  12 mm x 50 mm de comprimento. Nos CP's 6 e 8 os lingotes externos eram cilíndricos, com as mesmas dimensões, e os lingotes do centro tinham a secção quadrada medindo 11x11x50 mm de comprimento.

A FIGURA 42 mostra um desenho esquemático da forma dos moldes utilizados em cada corrida.

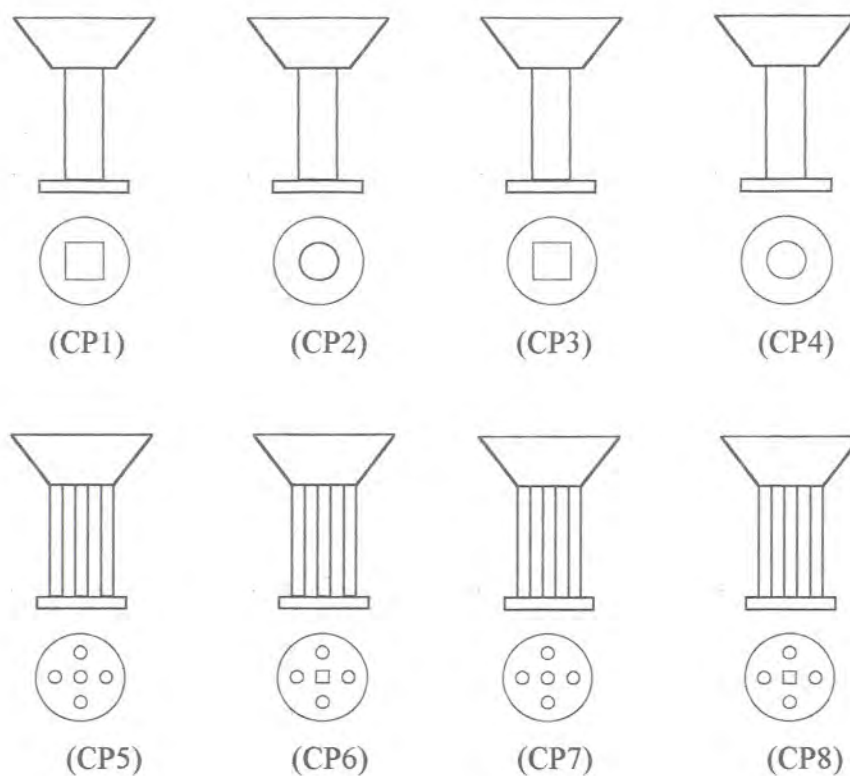
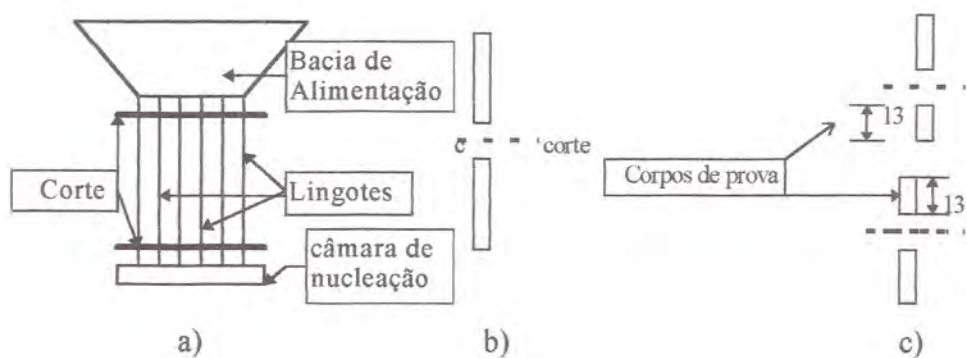


FIGURA 42 - Forma dos moldes para cada corrida.

Após a solidificação, esperou-se os moldes esfriarem sendo feita, então, a desmoldagem. Seguiu-se a preparação dos corpos de prova para os tratamentos e testes.

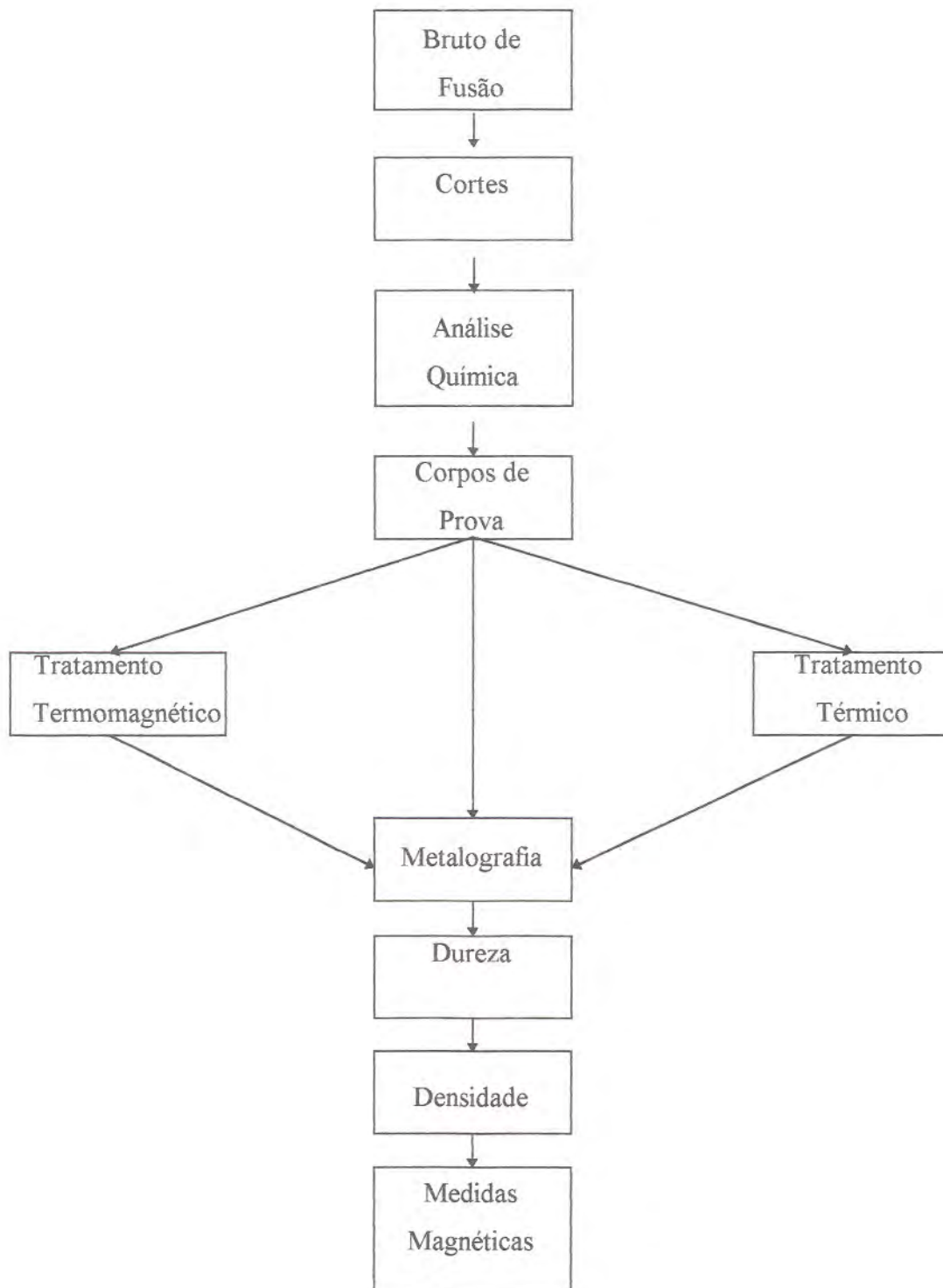
### 3.1.7.3 - Preparação dos Corpos de Prova

Com o auxílio de um disco de corte os lingotes foram separados da bacia de vazamento e da câmara de nucleação, conforme **FIGURA 43a**. Uma amostra de cada CP seguiu para análise química, enquanto os CP1 e CP2 foram então seccionados longitudinalmente e analisados metalograficamente. O restante dos lingotes foram seccionados ao meio, **FIGURA 43b**., e a partir da face central, mediu-se 13 mm para o próximo corte em cada uma das metades obtidas anteriormente, **FIGURA 43c**. com isso resultaram corpos de prova com aproximadamente 13 mm de comprimento que seguiram para o tratamento térmico, tratamento termomagnético, análise metalográfica, dureza e avaliação magnética.



**FIGURA 43** - a) Desenho esquemático da árvore metálica com indicação dos cortes para separação dos lingotes da câmara de nucleação e da bacia de alimentação. b) Separação dos lingotes em duas metades. c) Corpos de prova usados para avaliação.

O diagrama de blocos da **FIGURA 44**, ilustra o rastreamento do procedimento de avaliação.



**FIGURA 44** - Diagrama de blocos ilustrando os caminhos seguidos na preparação e avaliação dos corpos de prova.

### 3.1.8 - Técnicas Metalográficas

Devido a sua composição as ligas de Alnico são duras e frágeis, de modo que o corpo de prova para análise deve ser retirado pela fratura ou corte em disco abrasivo ou ambos. Quando se utiliza disco abrasivo deve se ter extrema cautela para evitar que a amostra se fragmente. Para se ter sucesso no corte, baixas velocidades e fluxo refrigerante adequado devem ser usados.

Em função da alta dureza, o lixamento e o polimento constituem-se em tarefas difíceis e lentas, conseqüentemente é conveniente trabalhar com amostras relativamente pequenas. A face a ser observada não deve exceder a  $7,0 \text{ mm}^2$ . Para amostras pequenas é aconselhável o embutimento. A Baquelite é o material mais freqüentemente usado, mas outros materiais podem ser usados.

O lixamento é normalmente feito com auxílio de carbeto de silício progressivamente até 600 mesh. O lixamento grosseiro pode ser feito a seco, porém para abrasivos com granulometria menores do que 400 mesh é aconselhável usar fluxo de querosene ou óleo fino de máquina.

### 3.1.9 - Ataque

As ligas Alnico são resistentes a ataques por muitos produtos químicos, e requerem um ataque relativamente forte. Reagente de Marble's ( 10 g  $\text{CuSO}_4$ , 50 ml  $\text{HCl}$ , 50 ml  $\text{H}_2\text{O}$ ) é o mais freqüentemente usado, pois além de evidenciar os contornos dos grãos, que são grosseiros dispostos em matriz  $\alpha$ , normalmente o principal microconstituente, também revelam a presença da fase  $\gamma$  e sulfetos. Vazios como porosidades e micro-rechupes são normalmente observados sem ataque<sup>35</sup>.

### 3.1.10 - Avaliação da Composição Química

A composição química da liga (Fe, Co, Ni, Al e Cu) foi determinada via espectrometria de absorção atômica, o C e o S via combustão.

### 3.1.11 - Tratamentos Térmicos

Para avaliar a influência da temperatura nas propriedades magnéticas da liga Alnico 5, foram realizados vários ciclos de tratamentos térmicos<sup>8,40,69,70,71,72,73</sup>, sendo um convencional, três termomagnéticos e dois especiais.

No tratamento térmico convencional (TTC) as amostras foram homogeneizadas a uma temperatura de 1300 °C durante 30 minutos, visando a total transformação na mono-fase  $\alpha$ , a seguir foram resfriadas até 960 °C a uma taxa de 3 °C/s para prevenir a precipitação da fase  $\gamma$  parasítica. Em seguida foram resfriadas até 600 °C a uma taxa de 6,7 °C/s para a decomposição da fase  $\alpha$  em  $\alpha + \alpha'$ . Logo após foram submetidas ao revenido à temperatura de 560 °C durante 23 horas para promover o equilíbrio químico entre as fases  $\alpha$  e  $\alpha'$ . Finalmente foram resfriadas ao ar até a temperatura ambiente.

No tratamento termomagnético (TTM) as amostras foram homogeneizadas a 1300 °C durante 30 minutos e resfriadas até 960 °C a uma taxa de 3 °C/s, em seguida resfriadas até 600 °C sob a ação de um campo magnético da ordem de 2000 Oersted, a uma taxa de 6,7 °C/s. Seguiu-se um revenido a 560 °C durante 23 horas e, logo após, foram resfriadas ao ar até a temperatura ambiente.

Algumas amostras foram selecionadas para serem submetidas a dois outros tipos de tratamento termomagnéticos, identificados como tratamento termomagnético nº 2 (TTM2) e tratamento termomagnético nº 3 (TTM3).

No TTM2 as amostras foram homogeneizadas a 1300 °C durante 30 minutos e resfriadas em água a 55 °C. Reaquecidas até 930 °C e mantidas nesta temperatura durante 85 minutos. Após foram resfriadas ao ar, sob ação de um campo magnético de aproximadamente 2000 Oersted durante 15 minutos, até a temperatura ambiente.

No (TTM3) as amostras foram homogeneizadas a 1300 °C durante 30 minutos e resfriadas em água a 85 °C, reaquecidas até 930 °C e mantidas nessa temperatura durante 55 minutos. Após foram resfriadas ao ar, sob ação de um campo magnético de aproximadamente 2000 Oersted durante 15 minutos. Em seguida foram revenidas a 580 °C durante 18 horas e, logo após, foram resfriadas ao ar até a temperatura ambiente.



Os tratamentos térmicos especiais foram dois: Tratamento Térmico Especial nº 1 (TTE1) e Tratamento Térmico Especial nº 2 (TTE2). No TTE1 as amostras foram aquecidas a temperatura de 950 °C, durante 16 minutos. Resfriadas ao ar, sob a ação de um campo magnético da ordem de 2000 Oersted, até aproximadamente a temperatura de 600 °C. Em seguida foram revenidas a 540 °C durante 18 horas. No TTE2 as amostras foram homogeneizadas a 1300 °C durante 30 minutos e a seguir foram temperadas em água a 90 °C. Este resfriamento rápido visava não permitir a precipitação da fase  $\gamma$ , e obter uma estrutura ccc homogênea.

Para as avaliações da influência dos tratamentos térmicos sobre o material, foram utilizadas análises de microestrutura através de metalografia ótica e eletrônica, ensaios de dureza, medida de densidade e medidas magnéticas.

### **3.1.12 - Análise Metalográfica e Ensaio Mecânicos**

A medição de dureza foi executada com o auxílio de um durômetro Rockwell C. Utilizou-se como penetrador um cone de diamante com ângulo de ponta de 120° e ponta arredondada com raio de 0,2 mm. A pré carga foi de 10 kgf e carga total de 150 kgf.

Para as medidas de densidade utilizou-se o método de Arquimedes. O corpo cuja densidade se quer conhecer é equilibrado em um dos braços de uma balança, ou seja, é pesado no ar. Em seguida o corpo é mergulhado totalmente em uma quantidade conhecida de água. A balança, então, se desequilibra devido ao empuxo. A seguir basta reequilibrar a balança, retirando peso, e determinar seu volume. Para se obter a densidade basta dividir o peso do corpo no ar pela perda de peso na água.

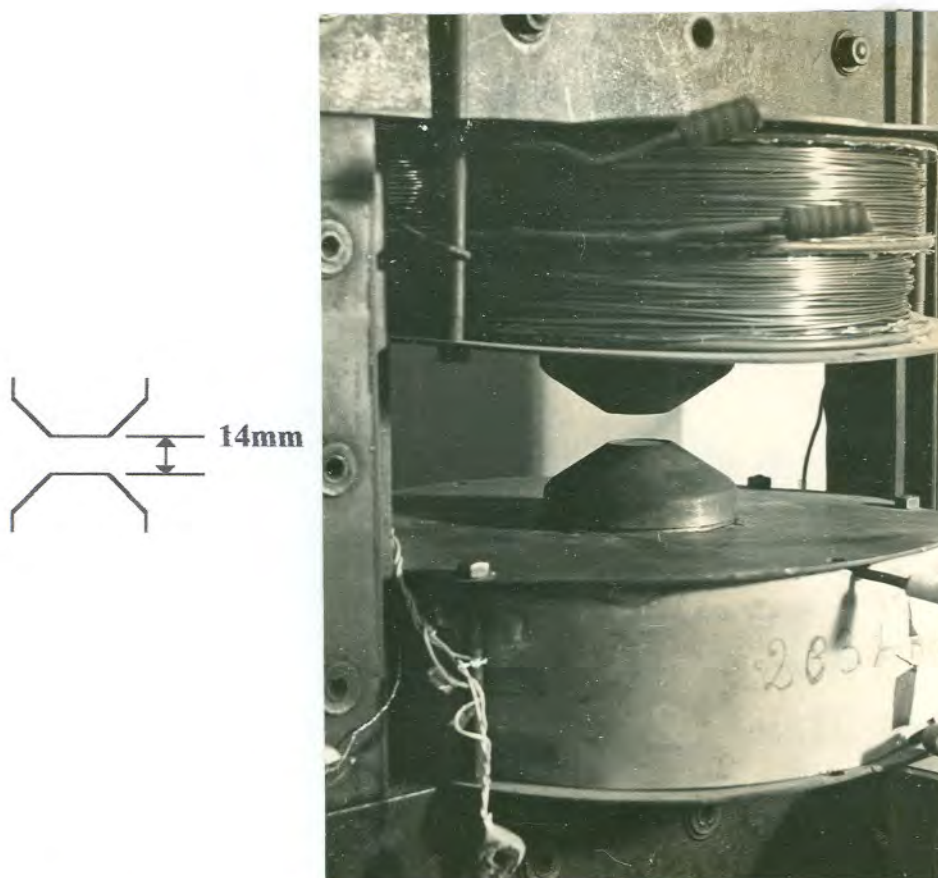
O exame ao microscópio ótico foi precedido pela preparação convencional das amostras, como: - lixamento grosseiro, até retificar a face. Foi feito a seco com lixa rotativa de 120 mesh. A partir de 200 mesh, progressivamente até 600 mesh foram lapidadas com lixas d'água. Como abrasivo foi sempre utilizado o carbetto de silício. O polimento foi realizado em discos rotativos recobertos com feltro. Como abrasivo utilizou-se alumina com granulometria de 0,05  $\mu\text{m}$ . Para o ataque químico fez-se uso do reagente Marble's, com a seguinte composição: 10 g  $\text{CuSO}_4$ , 50 ml  $\text{HCl}$ , 50 ml de  $\text{H}_2\text{O}$  destilada. Após várias experiências

determinou-se que o tempo ideal de ataque para as não poderia ultrapassar a sete segundos. Após o ataque, as amostras foram imediatamente lavadas em água corrente, para cessar a ação do reagente.

A preparação das amostras avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram preparadas do mesmo modo, exceto no polimento que em lugar de abrasivo de óxido de alumina utilizou-se uma solução de sílica coloidal a base d'água com adição de hipoclorito de sódio (NaClO) até formar um gel.

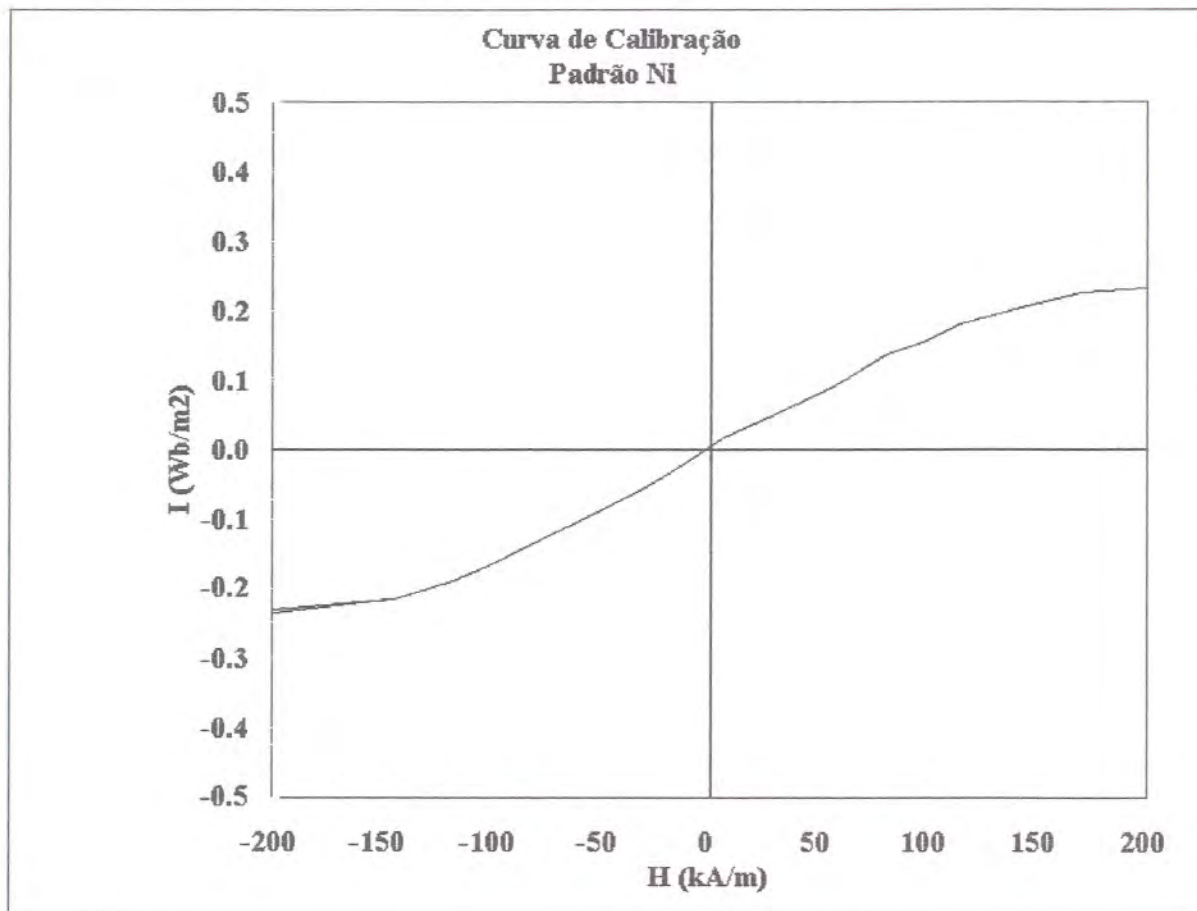
### **3.1.13 - Avaliação das propriedades Magnéticas**

Inicialmente tentou-se a caracterização magnética dos corpos de prova segundo o método balístico, utilizando um eletroimã de duas bobinas com distância entre ferros de 14 mm. Este mesmo eletroimã serviu para a magnetização a frio e para o tratamento termomagnético das amostras avaliadas. A **FIGURA 45** mostra a foto do eletroimã utilizado. O método balístico não foi aprovado para a caracterização das amostras.



**FIGURA 45** - Eletroímã utilizado para magnetização dos corpos de prova. Composto por duas bobinas, cada uma com 2000 espiras. Distância entre ferros de 14 mm.

Em uma segunda etapa a caracterização magnética foi realizada em um magnetômetro com campo de 637 kA/m. O método utilizado foi o da extração. É o método mais simples e direto. Consiste em extrair a amostra desde o centro da espira captora até uma posição distante, produzindo, assim, uma variação de fluxo que corresponde ao fluxo de B. A aquisição de dados foi feita diretamente por um computador acoplado ao sistema. Para a calibração do equipamento utilizou-se como amostra padrão o níquel, pois este possui uma magnetização de saturação específica  $\sigma$  bem conhecida,  $\sigma_s = 54,39$  EMU/g, ou  $I_s = 484,1$  EMU/cm<sup>3</sup> ( $I_s = 0,61$  Wb/m<sup>2</sup>/cm<sup>3</sup>). A **FIGURA 46** mostra a curva de magnetização do Ni, utilizada como padrão para as medidas magnéticas de todos os corpos.



**FIGURA 46** - Curva de calibração do magnetômetro de extração. O corpo de prova utilizado como padrão foi uma amostra com 3,424 g de Ni com 99,99 % de pureza.

## 4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

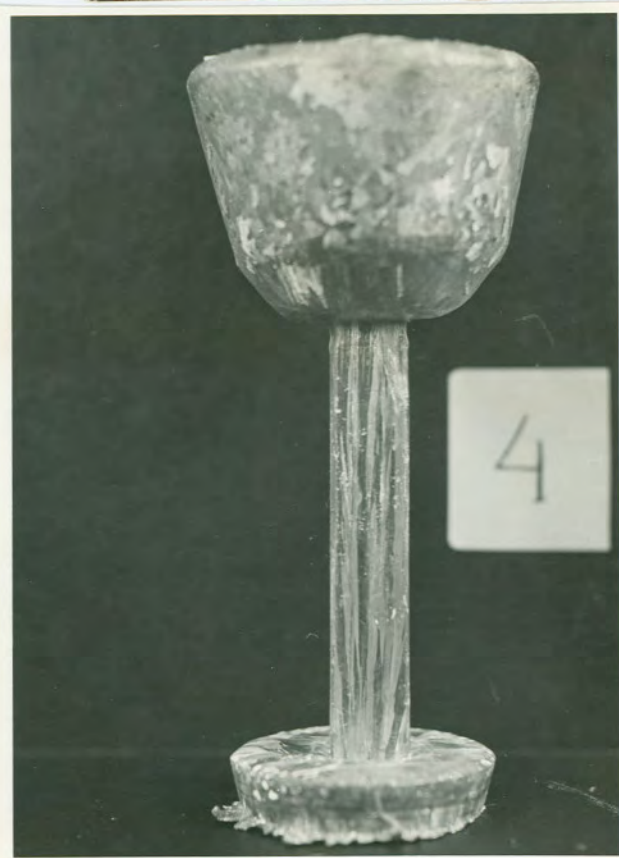
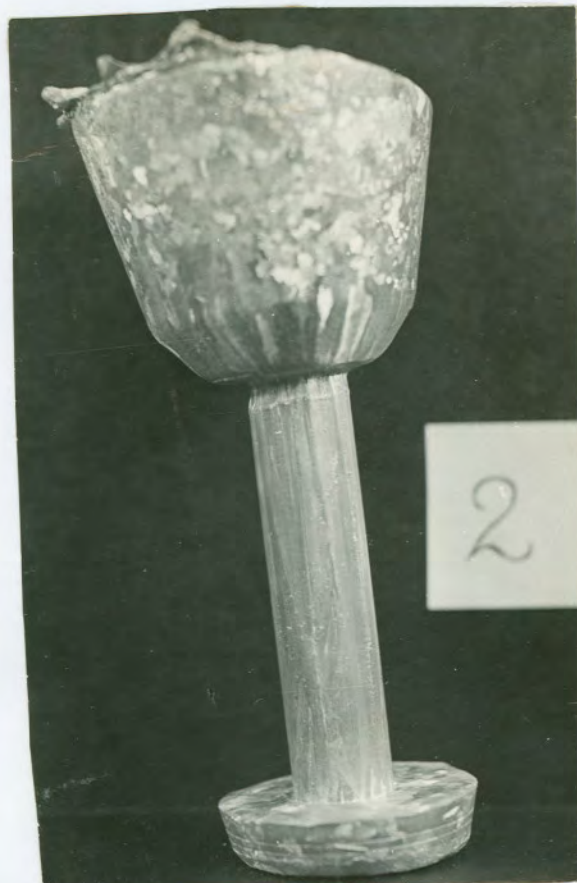
### 4.1 - Experiências de Solidificação Unidirecional com Alumínio

Nas **FIGURAS 47 e 48** são apresentados os lingotes de Al no estado bruto de fusão, solidificados unidirecionalmente de acordo com o sistema descrito. Nota-se a influência do grau de superaquecimento sobre o grau de direcionalidade para moldes com temperatura de 800 °C. Verifica-se que um superaquecimento ( $T_{sup}$ ) de 30° C (CP1) foi insuficiente para criar uma estrutura direcional de longo alcance, a zona colunar é somente visível em uma extensão em torno de 2 cm a partir da base refrigerada, logo a seguir predominam grãos equiaxiais, o que foi facilmente conseguida com  $T_{sup}$  maior (CP's 2,3 e 4). Pode-se ver que nestas amostras a extensão da zona colunar acontece em praticamente todo o lingote. Nota-se também que os grãos colunares nas amostras CP3 e CP4 são mais finos, aciculares, do que os grãos da amostra CP2. Atribui-se esta diferença na textura à temperatura de superaquecimento, pois os CP's 3 e 4 foram vazados com um superaquecimento de 134 °C e 159 °C respectivamente e o CP2 com 78 °C.

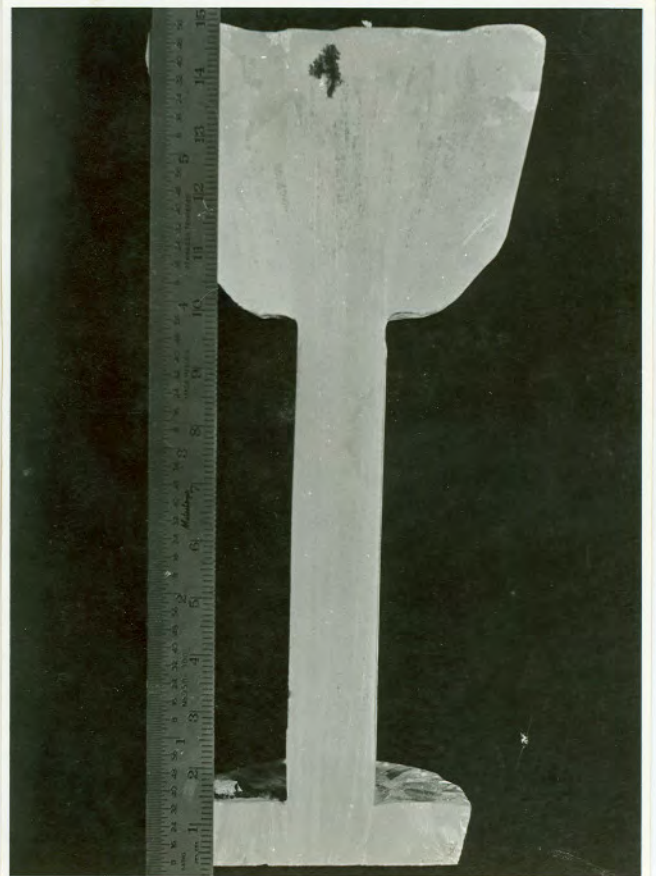
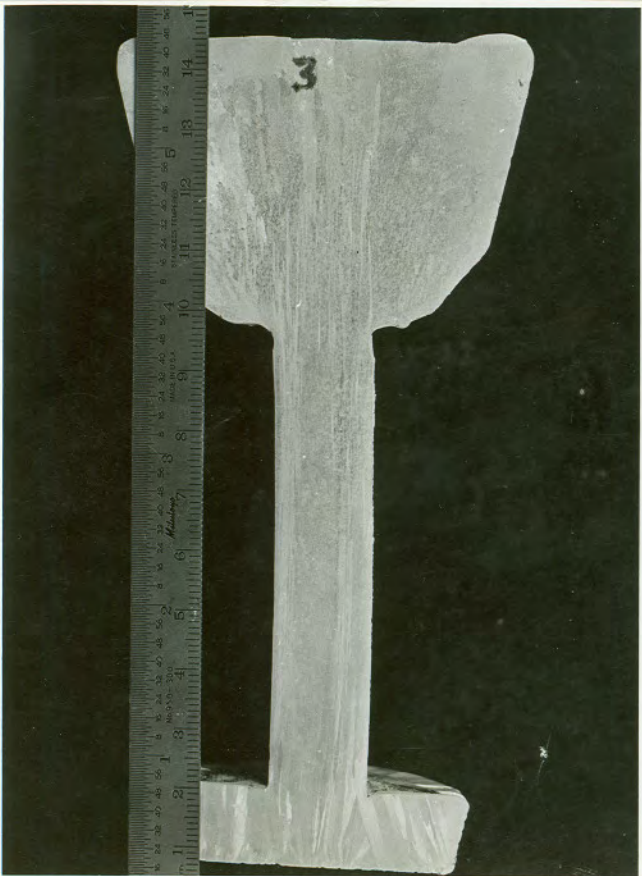
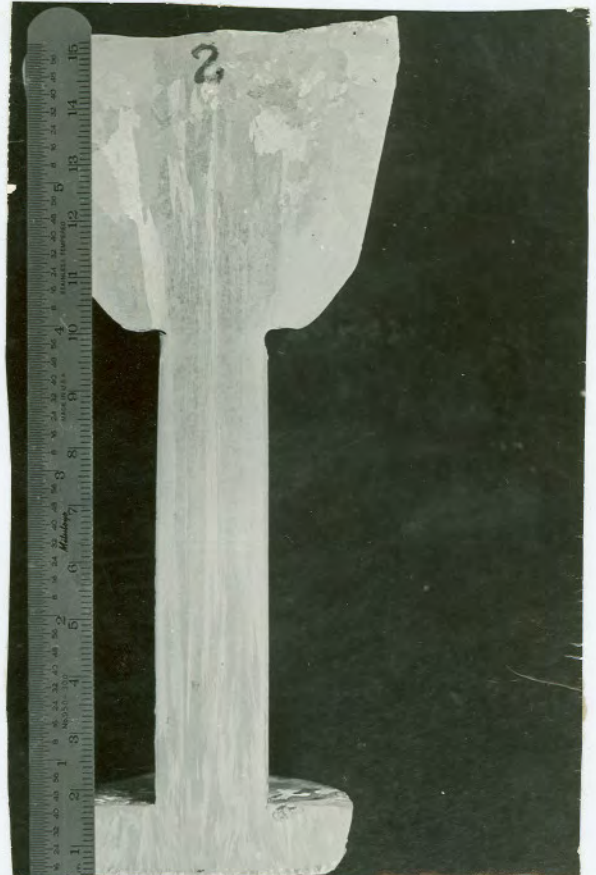
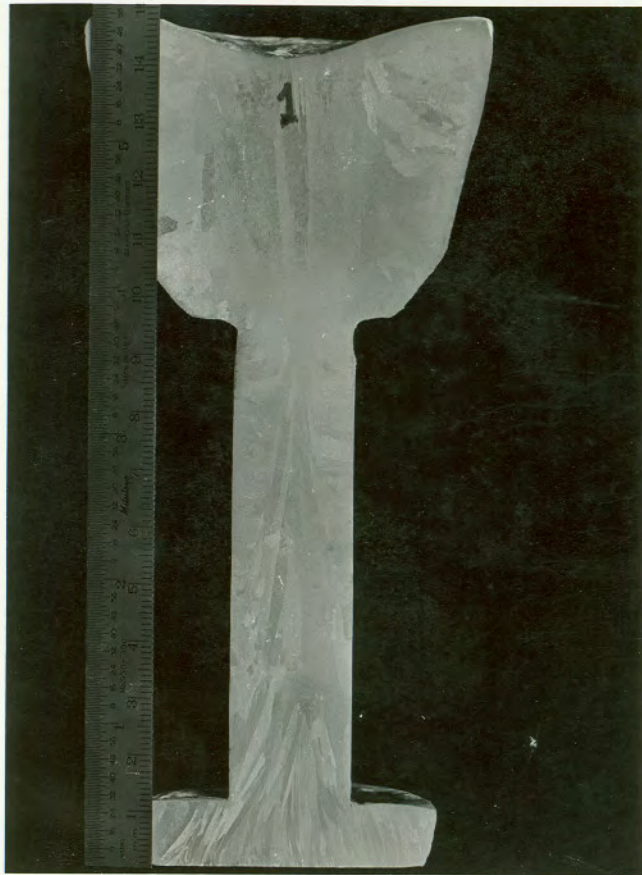
Na **FIGURA 48** são apresentadas as macroestruturas internas desses lingotes, cortes longitudinais. O crescimento dos grãos ocorreu conforme previsto pela teoria<sup>27,28</sup>, tendo havido nucleação copiosa<sup>59,60</sup> e refinada na câmara de nucleação junto a base refrigerada, seguindo-se um crescimento competitivo que produziu grãos colunares de até 12 cm de comprimento como pode ser visto nas amostras CP2 e CP4. Nota-se, também, que houve crescimento lateral dos grãos de Al dentro do massalote, confirmando o funcionamento do sistema.

Na macrografia da amostra CP1 nota-se que apesar de ter havido nucleação copiosa na câmara de nucleação, os grãos colunares atingiram somente 3 cm de comprimento, e tem uma aparência de leque com o vértice no centro da peça, e logo a seguir foram suprimidos por grãos que nuclearam a partir das paredes laterais do molde.

Na macrografia da amostra CP 3 nota-se grãos colunares muito finos em toda a extensão da peça. A diferença na textura das amostras é atribuída a temperatura de superaquecimento. Os lingotes restantes tiveram comportamento similar.



**FIGURA 47** - Macrografia externa dos CP's mostrando a influência da temperatura de superaquecimento ( $T_{sup}$ ) sobre o grau de direcionalidade para o caso de Al puro bruto de fusão CP1 $T_{sup}=30^{\circ}\text{C}$ ; CP2 $T_{sup}=78^{\circ}\text{C}$ ; CP3 $T_{sup}=134^{\circ}\text{C}$ ; CP4 $T_{sup}=159^{\circ}\text{C}$ . Ataque: água régia fluorada.



**FIGURA 48** - Macrografia interna dos CP's 1, 2, 3 e 4 de Al, bruto de fusão, polidos até lixa de granulometria 600 e atacados com água régia fluorada.

## 4.2 - Experiências com Alnico

### 4.2.1 - Composição Química

Na TABELA XI são apresentadas as composições químicas ( % em peso) para os oito corpos de prova obtidos das quatro corridas, percebe-se que com exceção da corrida 2, na qual as amostras CP's 3 e 4 se apresentam com o percentual de Al fora do especificado, todas os outros corpos de prova estão dentro dos limites de composição química indicados pela literatura para a liga Alnico 5. Verificou-se plenamente a possibilidade de um perfeito controle químico das cargas produzidas em forno de indução.

TABELA XI - Composição Química das ligas magnéticas investigadas e, para comparação, apresenta-se na última linha a composição química típica da liga Alnico 5.

Corrida	Amostra	Composição química ( % em Peso)						
		Co	Ni	Al	Cu	Fe	C	S
1	1	24,62	15,70	6,58	2,94	55,65	0,034	0,022
	2	24,57	15,18	6,15	2,97	55,55	0,026	0,020
2	3	21,45	12,84	15,46	2,63	47,16	0,040	0,030
	4	24,02	15,58	3,48	3,10	50,96	0,075	0,045
3	5	23,12	13,87	7,93	2,90	52,18	0,046	0,042
	6	22,64	14,47	7,86	2,83	52,19	0,059	0,038
4	7	22,72	15,82	7,71	3,05	50,70	0,065	0,041
	8	23,83	14,27	7,83	2,95	51,09	0,042	0,048
Alnico 5		20-27,5	12-15	8-8,5	1,5-6,5	50-55	0,05 máx.	



#### 4.2.2 - Aspectos Macrográficos

Na **FIGURA 49** são apresentados os aspectos superficiais de algumas amostras de Alnico 5 no estado brutos de fusão. Conforme pode ser visto todos os corpos-de-prova apresentaram um bom aspecto superficial, demonstrando que os moldes cerâmicos, do tipo casca, utilizados, apresentaram desempenho satisfatório, pois resistiram bem a ação das altas temperaturas de vazamento do metal líquido ( $1700^{\circ}\text{C}$ ) bem como apresentaram resistência suficiente para suportar a pressão metalostática a que foram submetidos, tanto na obtenção de seções quadradas como cilíndricas, com configuração simples (1 lingote por molde) ou em configurações complexas (mais de 1 lingote por molde).



**FIGURA 49** - Aspecto superficial de alguns dos corpos de prova de Alnico, bruto de fusão, logo após a desmoldagem.

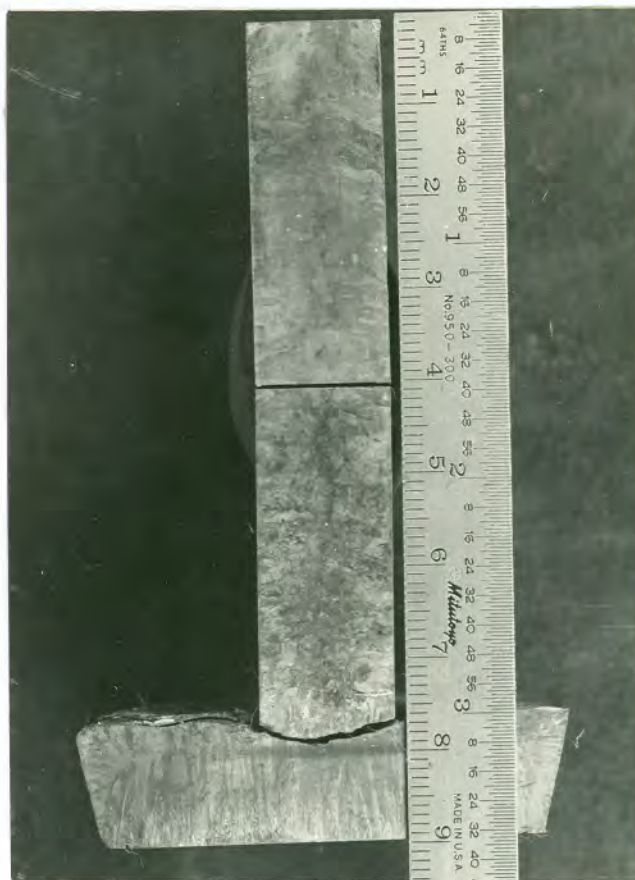
Os lingotes, CP1 com secção retangular e CP2 com secção cilíndrica, ambos obtidos da corrida 1, tiveram um bom comportamento quanto a fragilidade a quente. Não houve trinca em nenhum deles.

Nota-se que o CP3, com secção quadrada, obtido da corrida 2, apresenta-se com uma superfície externa mais esbranquiçada que as dos demais. Sua estrutura interna, observada onde houve fratura mecânica devido a fragilidade a quente, próxima a câmara de nucleação, é composta por grãos extremamente grosseiros e brilhantes, livre de defeitos, porém muito frágil, não permitindo o corte. Atribui-se esta grande fragilidade ao excesso de Al presente.

O CP8, composto por 5 lingotes com secção cilíndrica, obtido da corrida 4, apresentou-se com estrutura menos frágil que o CP3, porém mais frágil que os CP's 1 e 2. Notou-se em todos os lingotes, onde houve fratura mecânica devido a fragilidade a quente, porosidades de contração que iniciavam na câmara de nucleação e se desenvolviam por dois terços da sua extensão. Os demais corpos-de-provas (5, 6 e 7) obtidos em moldes compostos por vários lingotes também apresentaram vazios centrais, sempre iniciando na câmara de nucleação e se estendendo para o interior. Segundo Hansen<sup>9</sup>, esses vazios ou cavidades são resultados da oclusão de gases absorvidos pelo metal líquido durante a fusão que não tiveram tempo de migrar para fora durante a solidificação do metal.

Para verificação da sanidade interna dos lingotes fundidos, estes foram separados, por corte, primeiramente da bacia de vazamento e da câmara de nucleação conforme esquematizado na **FIGURA 43a**.

Na **FIGURA 50** vê-se o CP1 cortado longitudinalmente. Nota-se que este apresenta uma boa sanidade interna em toda sua extensão. Verifica-se que houve nucleação copiosa na câmara de nucleação, junto a coquilha, onde a taxa de resfriamento é grande, a liga solidificou na forma de finos cristais aciculares. Conforme a distância da base refrigerada aumenta a taxa de resfriamento diminui, seguindo-se um crescimento competitivo unidirecional que não ultrapassou 1 cm. Não havendo portanto inoculação na peça que se desenvolveu com estrutura mista (equiaxial-colunar) a partir das paredes do molde. Atribui-se a pequena extensão da zona colunar conseguida a um  $K_{dir}$  muito pequeno devido, principalmente, a baixa temperatura do molde<sup>31</sup>. Se a temperatura do molde é muito baixa cristais começam a se formar a partir das paredes do molde obstruindo o crescimento dendrítico de grãos colunares.



**FIGURA 50** - Macrografia interna do CP1, bruto de fusão, da liga Alnico 5. Ataque: Marble's

Conforme aumenta a distância da frente de solidificação em relação a base o crescimento dendrítico é gradualmente suprimido devido a redução do fluxo de calor do metal líquido para a base refrigerada. Isto aumenta a probabilidade de crescerem ramificações dendríticas laterais as quais irão suprimir o crescimento na direção do eixo principal. Quando a taxa de fluxo de calor ao longo do eixo principal tende à zero ou se iguala ao fluxo de calor nas outras direções, cessa o crescimento de grãos colunares. Este modelo de estrutura foi observado em quase todos os demais corpos de prova analisados. Exceção feita ao CP4 que apresentou uma zona colunar mais longa. Supôs-se que devido a espessura efetiva, isto é a razão entre a área da secção transversal e o perímetro, do CP4 ser maior que a dos outros corpos de prova. Pois segundo Kuksin<sup>32</sup> a zona colunar aumenta conforme aumenta a espessura efetiva. O efeito positivo do aumento da espessura efetiva no comprimento da zona colunar pode ser explicado como segue: a parte inferior do molde aquecido tem uma razoavelmente mais baixa temperatura, abaixo da linha líquidus da liga, antes do vazamento. Para que se formem cristais com estrutura colunar orientada é necessário que a temperatura do molde seja maior que a temperatura líquidus da liga logo após o vazamento. Portanto, as

condições de resfriamento para solidificação direcional, para se obter uma zona com cristais colunares, dependem principalmente da temperatura do molde, da secção da peça e da temperatura de vazamento da liga. O final do crescimento de cristais colunares pode ser explicado pelo fato que conforme aumenta a distância da base refrigerada, o gradiente médio de temperatura durante a cristalização diminui. Com base nesses dados e por observação pode ser estabelecida uma relação matemática entre a extensão da zona solidificada  $\epsilon$  com o tempo  $t$  pela seguinte equação experimental:  $\epsilon = 25,5\sqrt{t} - 8,5$  (mm) válida para moldes estacionários<sup>32</sup>.

### 4.2.3 - Medidas de densidade

A TABELA XII apresenta os valores medidos da densidade para a maioria dos corpos de prova avaliados. Segundo a literatura<sup>74</sup>, a densidade da liga Alnico 5 fundida está em torno de 7,41 g/cm<sup>3</sup>.

TABELA XII - Valores de densidade dos corpos de prova de Alnico medidos pelo método de Arquimedes

Corrida N°	Corpo de Prova	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )
1	CP1	–
	CP2	–
2	CP3	6,76
	CP4	7,7
3	CP5	7,32
	CP6	6,92
4	CP7	7,34
	CP8	7,30

O CP3, que apresentou uma estrutura mais homogênea e livre de vazios é também o que apresenta-se com a maior densidade (7,70 g/cm<sup>3</sup>). Já o CP4 que se apresenta com a menor densidade (6,76 g/cm<sup>3</sup>) foi o que apresentou a maior quantidade de vazios.

Comparando as densidades dos CP's 5, 6, 7 e 8 nota-se que o CP6 é o que se apresenta com a menor densidade e, coincidentemente, também é o que apresentou a maior quantidade de vazios. Supõe-se que estes vazios sejam oriundos da perda do controle da temperatura na frente de solidificação devido, principalmente a; - a alta taxa de extração de calor pela base de cobre refrigerada com água, - pela baixa temperatura do molde o que permite nucleação a partir das paredes do mesmo e - a falta de desgaseificação.

A amostra CP 7 que se apresenta com uma maior densidade (7,34 g/cm<sup>3</sup>), é também aquela que se apresenta com uma maior quantidade de Ni e Cu e a menor quantidade de Al e Fe. Segundo Frolov et al<sup>74,75,76</sup> em ligas FeNiAlCu um simultâneo aumento na quantidade de Cu e Ni e uma diminuição na quantidade de Al e Fe promove uma redução na quantidade de vazios (rechupes).

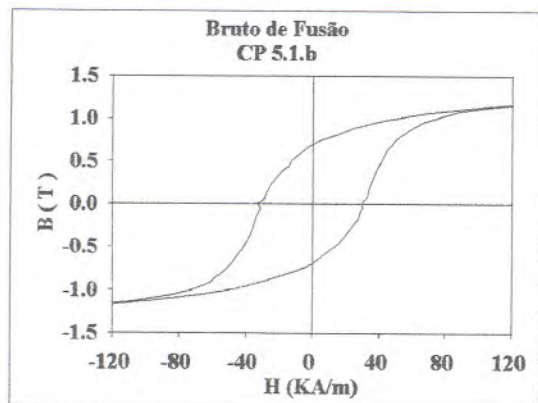
#### 4.2.4 - Avaliações Metalográficas e Magnéticas

##### 4.2.4.1 - Bruto de fusão

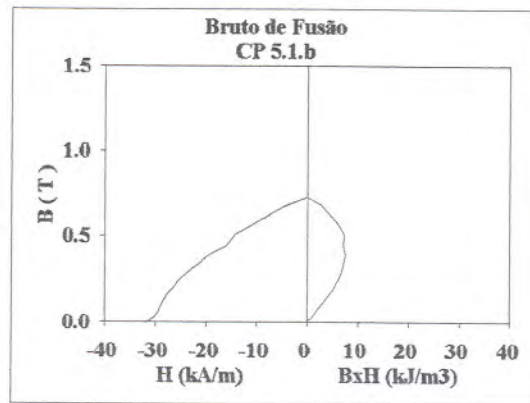
As melhores propriedades magnéticas das ligas Alnico são obtidas em microestrutura composta por uma fase  $\alpha + \alpha'$ . Um grande problema encontrado na produção de ímãs permanentes de Alnico com propriedades magnéticas ótimas é a obtenção da liga com uma microestrutura monofásica, pois estas ligas apresentam uma grande suscetibilidade à formação de multifases, normalmente duas, mesmo no estado bruto de fusão.

Nas FIGURAS 51 e 52 são apresentadas as microestruturas transversais das amostras CP 5.1.b e CP 7.2.b de Alnico no estado bruto de fusão e suas respectivas curvas de histerese, de desmagnetização e produto máximo de energia. Os Valores de  $H_c$ ,  $B_r$  e de  $(BH)_{\text{máx}}$  estão plotados na TABELA XIII. Nota-se que as amostras apresentam curva de histerese com certa simetria, típicas de ímãs permanentes, e uma grande quantidade de fase  $\gamma$  (austenita) precipitando a partir dos contornos para o centro dos grãos, que são grosseiros típicos de solidificação lenta em moldes cerâmicos com as paredes laterais isoladas com material exotérmico.

A orientação magnética preferencial é resultado da precipitação direcional, abaixo de  $900^\circ\text{C}$ , de partículas sub-microscópicas da fase  $\alpha'$ . Pequenas quantidades de precipitados da fase  $\gamma$  obstruem a formação da fase  $\alpha'$  e dificultam a orientação magnética. Portanto, por ser espúria às propriedades magnéticas, a fase  $\gamma$  deve ser totalmente eliminada através de tratamento térmico adequado.



(a)



(b)



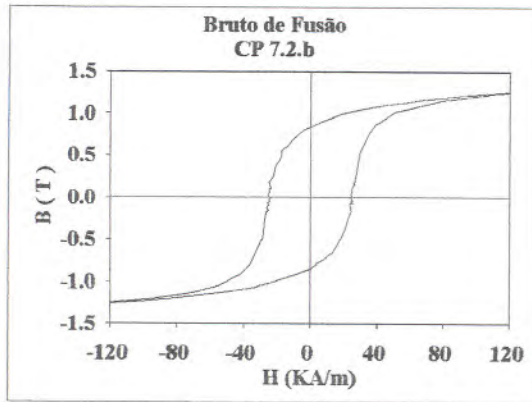
(c)



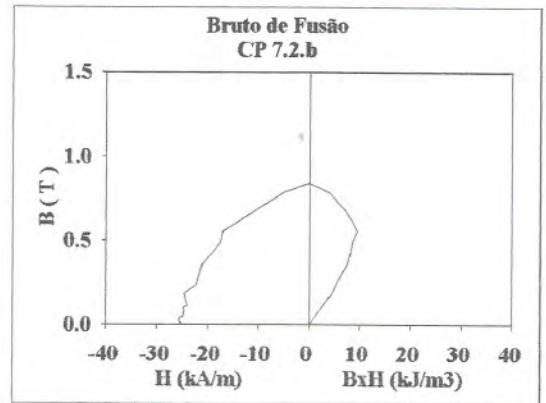
(d)

**FIGURA 51** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 5.1.b no estado bruto de fusão. Em (c) fotomicrografia evidenciando uma matriz de fase  $\alpha$  composta por grãos grosseiros, típicos de uma solidificação lenta, e grande quantidade de fase  $\gamma$ , de forma acicular, precipitando dos contornos para o centro dos grãos. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble. Em (d) imagem obtida por MEV evidenciando a precipitação da fase  $\gamma$  a partir dos contornos dos grãos. Aumento 274x Ataque: Reagente de Marble

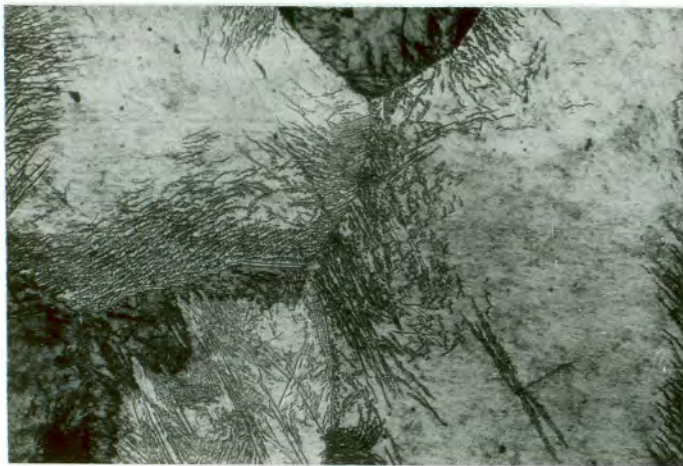




(a)



(b)



(c)



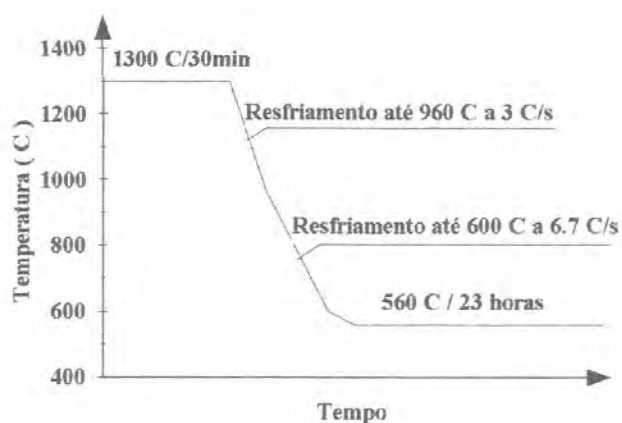
(d)

**FIGURA 52** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 7.2.b no estado bruto de fusão. Em (c) fotomicrografia evidenciando uma matriz de fase  $\alpha$  composta por grãos grosseiros, típicos de uma solidificação lenta, e grande quantidade de fase  $\gamma$ , de forma acicular, precipitando dos contornos para o centro dos grãos. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble. Em (d) imagem obtida por MEV mostrando em detalhe a precipitação da fase  $\gamma$ . Aumento 549x Ataque: Reagente de Marble

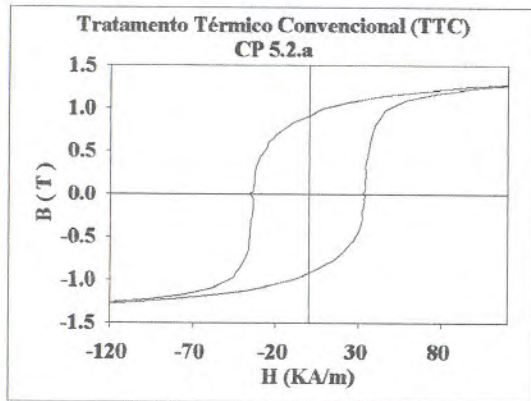
#### 4.2.4.2 - Influência dos vários tipos de Tratamentos Térmicos

##### 4.2.4.2.1 - Tratamento Térmico Convencional (TTC)

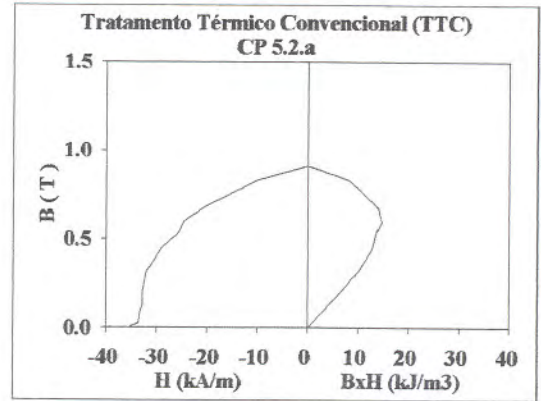
O ciclo adotado para este tratamento térmico, mostrado na **FIGURA 53**, apresentou uma relativa eficiência na diminuição da quantidade de fase  $\gamma$ . Nas **FIGURAS 54 e 55** são apresentadas as microestruturas transversais das amostras de Alnico (CP 5.2.a e CP 7.1.a) que passaram por este tratamento térmico e suas respectivas curvas de histerese, de desmagnetização e produto máximo de energia. Observando as fotomicrografias das **FIGURAS 54 c 55 c**, nota-se que a fase  $\gamma$  foi quase que totalmente eliminada, restando resquício desse microconstituente somente em alguns contornos de grãos. Na **FIGURA 54 d** é mostrado detalhe da fase  $\gamma$  nos contornos dos grãos. Pela forma observada, nota-se que a fase  $\gamma$  está se retraindo, provavelmente por que o tempo de homogeneização tenha sido insuficiente. A **FIGURA 55 d** mostra em detalhe uma interface planar da fase  $\alpha$ . Quanto ao tamanho dos grãos, não foram observadas grandes modificações. Houve um aumento significativo na dureza e nas propriedades magnéticas das amostras submetidos a este ciclo de tratamento térmico quando comparadas as amostras no estado bruto de fusão. A **TABELA XIII** apresenta os valores dessas propriedades. A amostra que apresentou melhor desempenho magnético foi o CP 7.1.a, com produto de energia igual a  $14,76 \text{ kJ/m}^3$ .



**FIGURA 53** - Desenho esquemático do ciclo adotado para o tratamento térmico convencional (TTC).



(a)



(b)



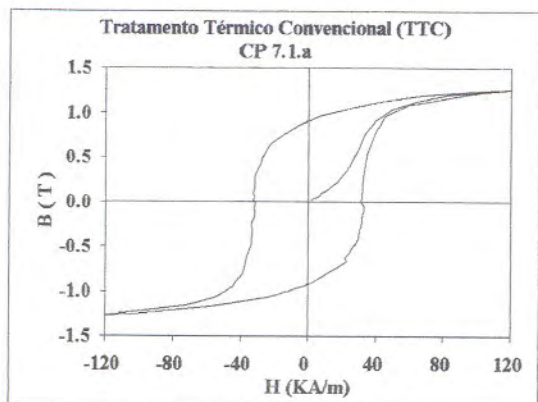
(c)



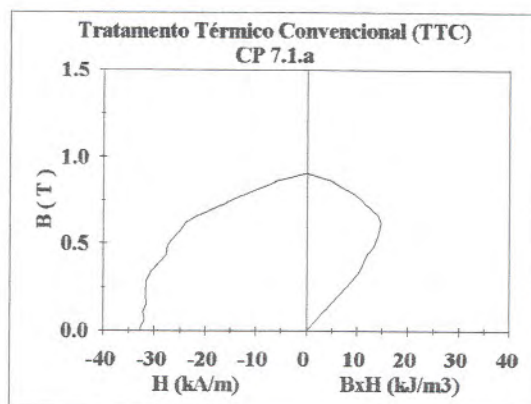
(d)

**FIGURA 54** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 5.2.a após ter recebido tratamento térmico convencional (TTC). Em (c) fotomicrografia mostrando que a fase  $\gamma$  foi quase que totalmente eliminada, restando resquícios somente em alguns contornos de grão. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble.

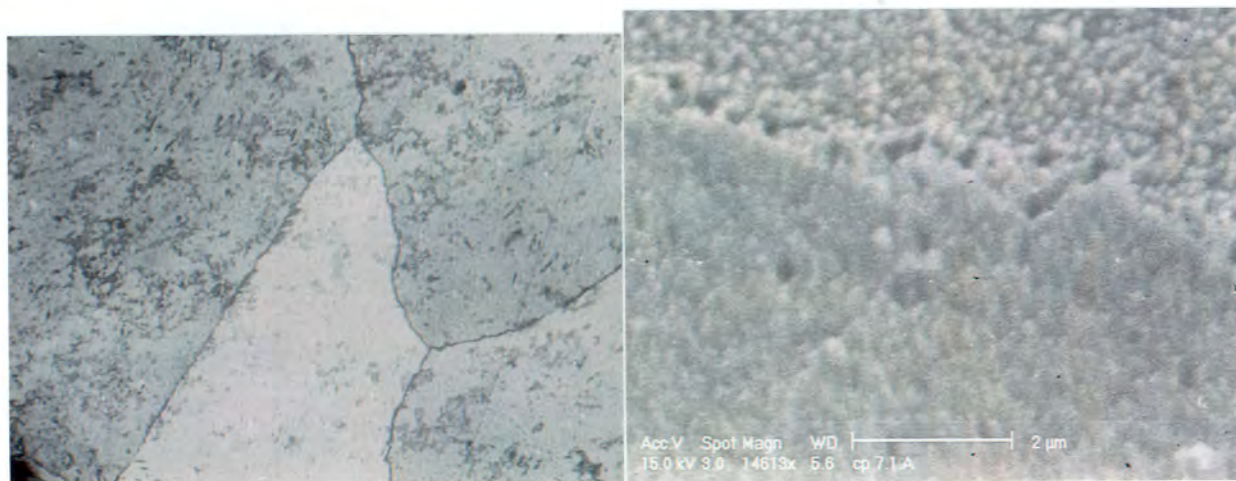
Em (d) imagem obtida por MEV mostrando em detalhes resquícios da fase  $\gamma$  no contorno do grão. Aumento 3869x. Ataque: Reagente de Marble.



(a)



(b)



(c)

(d)

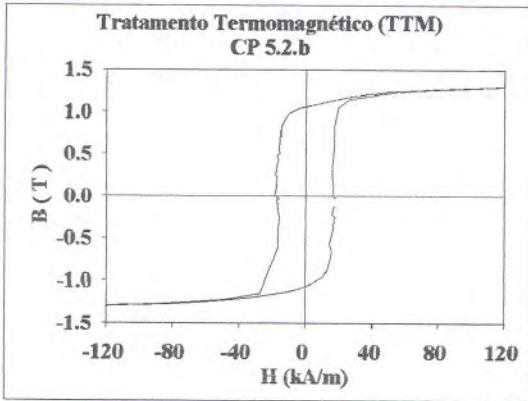
**FIGURA 55** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 7.1.a após ter recebido tratamento térmico convencional (TTC). Em (c) fotomicrografia mostrando que a fase  $\gamma$  foi quase que totalmente eliminada dos contornos para aparecer dispersa no seio do grão. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble. Em (d) imagem obtida por MEV mostrando o interior do grão e detalhando uma interface planar da fase  $\alpha$ . Aumento 14613x Ataque: Reagente de Marble

#### 4.2.4.2.2 - Tratamento Termomagnético (TTM)

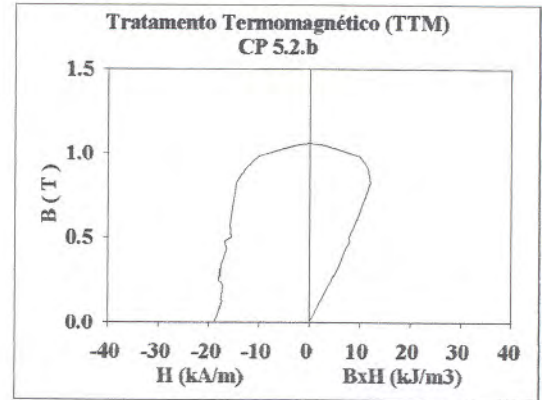
O ciclo deste tratamento térmico, TTM, é idêntico ao TTC descrito anteriormente, exceto que no TTM as amostras foram sujeitas a ação de um campo magnético na faixa de temperatura entre 900 e 600 °C.

As fotomicrografias das **FIGURAS 56 e 57** mostram as microestruturas dos corpos de prova sujeitas a este ciclo de tratamento térmico e suas respectivas curvas de histerese, de desmagnetização e produto de energia. Comparando as fotomicrografias das **FIGURAS 56 e 57** com as das **FIGURA 54 e 55** praticamente não se nota diferença alguma quanto a distribuição da fase  $\gamma$ . O que leva a supor que o campo magnético não exerce influência na decomposição desta fase. Se compararmos as propriedades magnéticas na **TABELA XIII** das amostras submetidas ao TTC com as submetidas ao TTM não se notam grandes diferenças.

Segundo Luborsky<sup>24</sup> a forma alongada e uniforme da fase magnética e, conseqüentemente, as propriedades magnéticas ideais só são conseguidas quando o Alnico 5 é submetido a um campo magnético sob tratamento isotérmico. No nosso caso as amostras foram submetidas a campo magnético sob resfriamento contínuo a uma taxa de resfriamento muito alta 6,7 °C/min. O que nos leva a concluir que o campo aplicado às amostras não teve o resultado esperado.



(a)



(b)



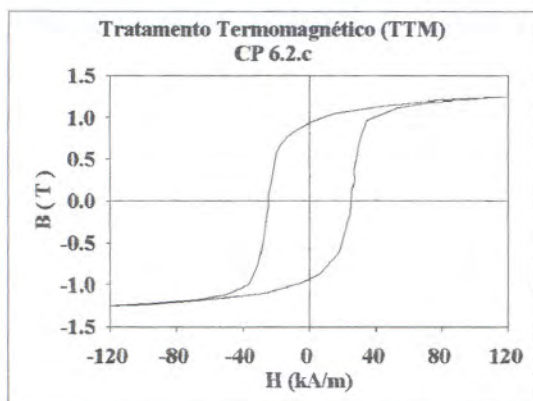
(c)



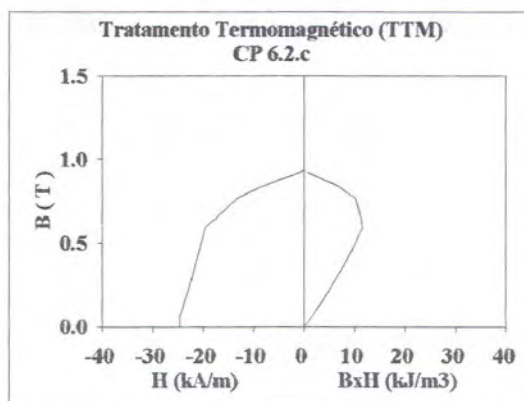
(d)

**FIGURA 56** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 5.2.b após ter recebido tratamento termomagnético (TTM). Em (c) fotomicrografia mostrando que a matriz  $\alpha$  está praticamente isenta da fase  $\gamma$ . Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble.

Em (d) imagem obtida por MEV mostrando o encontro de três grãos onde em cada um se nota a fase  $\alpha + \alpha'$  no plano (100) crescendo com ângulo diferente. Aumento: 3869x. Ataque: Reagente de Marble



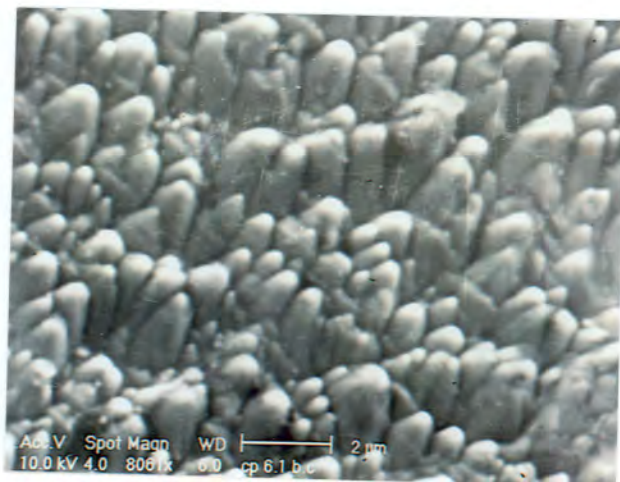
(a)



(b)



(c)



(d)

**FIGURA 57** - (a) laço de histerese, (b) curvas de desmagnetização e produto de energia para a amostra CP 6.2.c após ter recebido tratamento termomagnético (TTM).

Em (c) fotomicrografia mostrando que a matriz  $\alpha$  está praticamente isenta da fase  $\gamma$ , restando somente alguns indícios desta fase nos contornos dos grãos. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble.

Em (d) imagem obtida por MEV mostrando detalhe das fases  $\alpha + \alpha'$  no plano (100). Aumento 8061x. Ataque: Reagente de Marble

#### 4.2.4.2.3 - Tratamento Termomagnético n° 2 (TTM2)

A FIGURA 58 mostra em (a) um desenho esquemático do ciclo utilizado neste tratamento térmico e em (b) o laço de histerese e em (c) a fotomicrografia da microestrutura da amostra CP 6.1.b sujeita a este ciclo. Nota-se que fase  $\gamma$  está dispersa em praticamente toda a matriz. Supõe-se que o aquecimento e a manutenção na temperatura de 930 °C, que a amostra se sujeitou após a tempera foi responsável pela grande precipitação de  $\gamma$ . Olhando os valores plotados na TABELA XIII vê-se que a dureza do CP 6.1.b diminuiu se comparada a dureza do CP 6.2.d no estado bruto de fusão. Nota-se que o laço de histerese não se desenvolveu. Consideramos este tipo de tratamento térmico ineficiente.

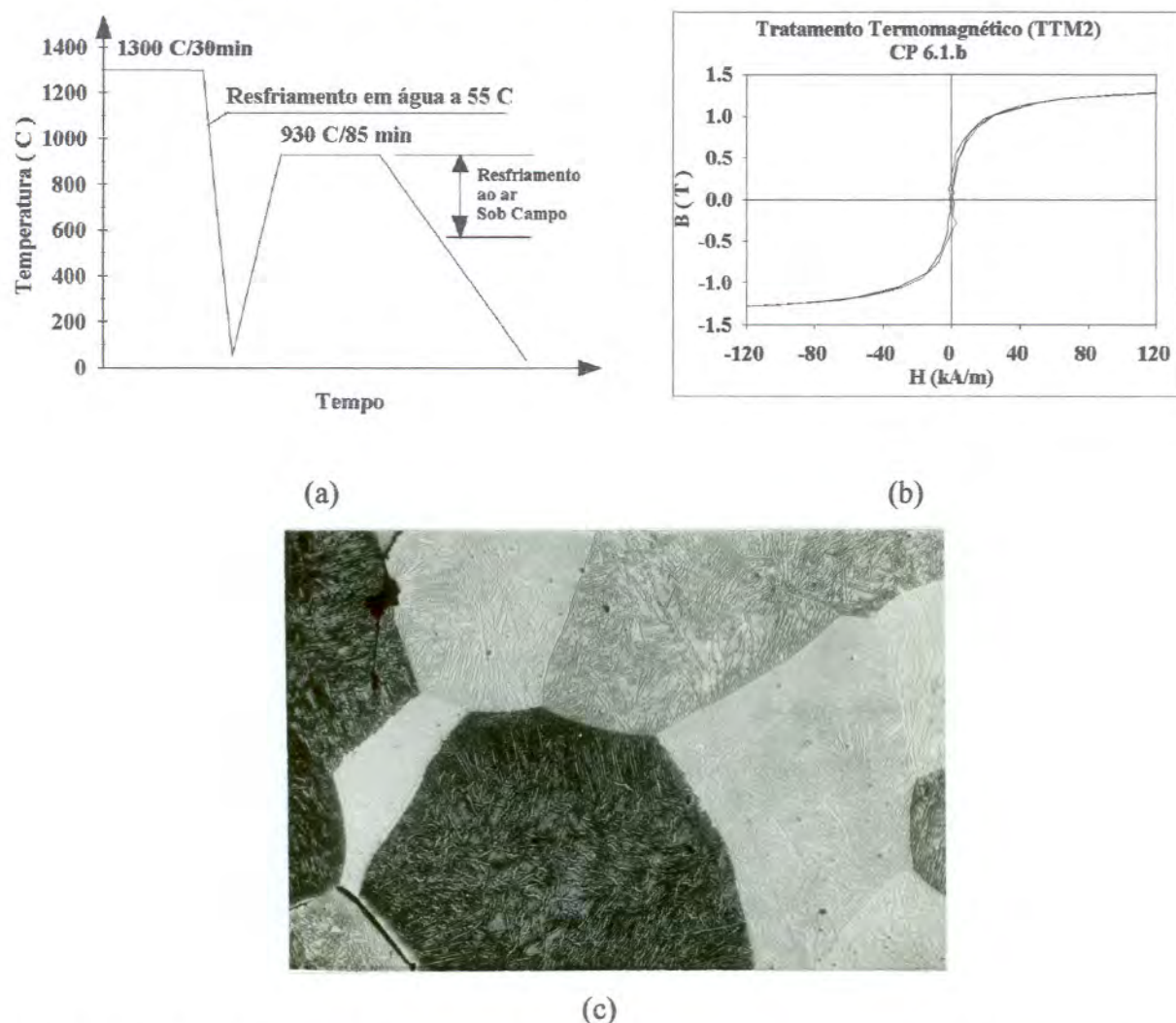
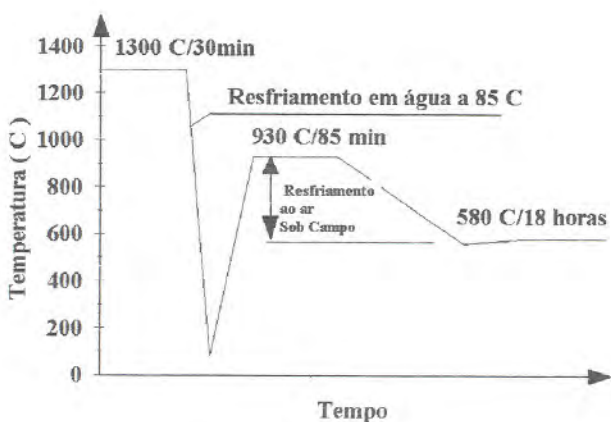


FIGURA 58 - (a) Desenho esquemático do ciclo adotado para o Tratamento Termomagnético n° 2 (TTM2), (b) Laço de histerese e (c) Fotomicrografia transversal do CP 6.1.b sujeito a este tratamento térmico. Nota-se a fase parasítica  $\gamma$  dispersa em praticamente toda a matriz. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble.

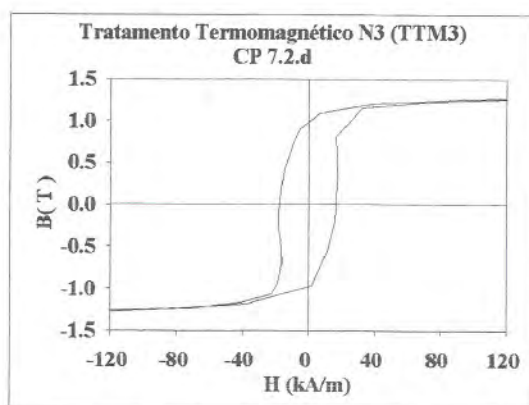


#### 4.2.4.2.4 - Tratamento Termomagnético n° 3 (TTM3)

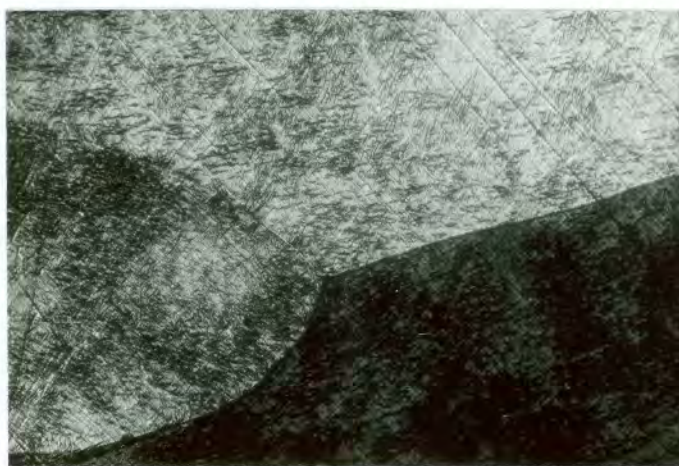
Na **FIGURA 59** em (a) é mostrado um desenho esquemático do ciclo para este tratamento térmico em (b) Laço de histerese e (c) a fotomicrografia mostra a microestrutura da amostra CP 7.2.d sujeita a este ciclo. A diferença deste ciclo para o TTM2 é que neste a amostra foi submetida a um revenido após a têmpera, o que já evidencia o desenvolvimento do laço de histerese (b). Pela fotomicrografia (c) nota-se que a fase parasítica está um pouco mais dispersa no seio do grão desta amostra do que na fotomicrografia da figura 57. Pela TABELA XIII pode-se ver que houve um aumento na dureza e nas propriedades magnéticas, porém ainda muito baixas. Este tratamento também foi considerado inadequado.



(a)



(b)

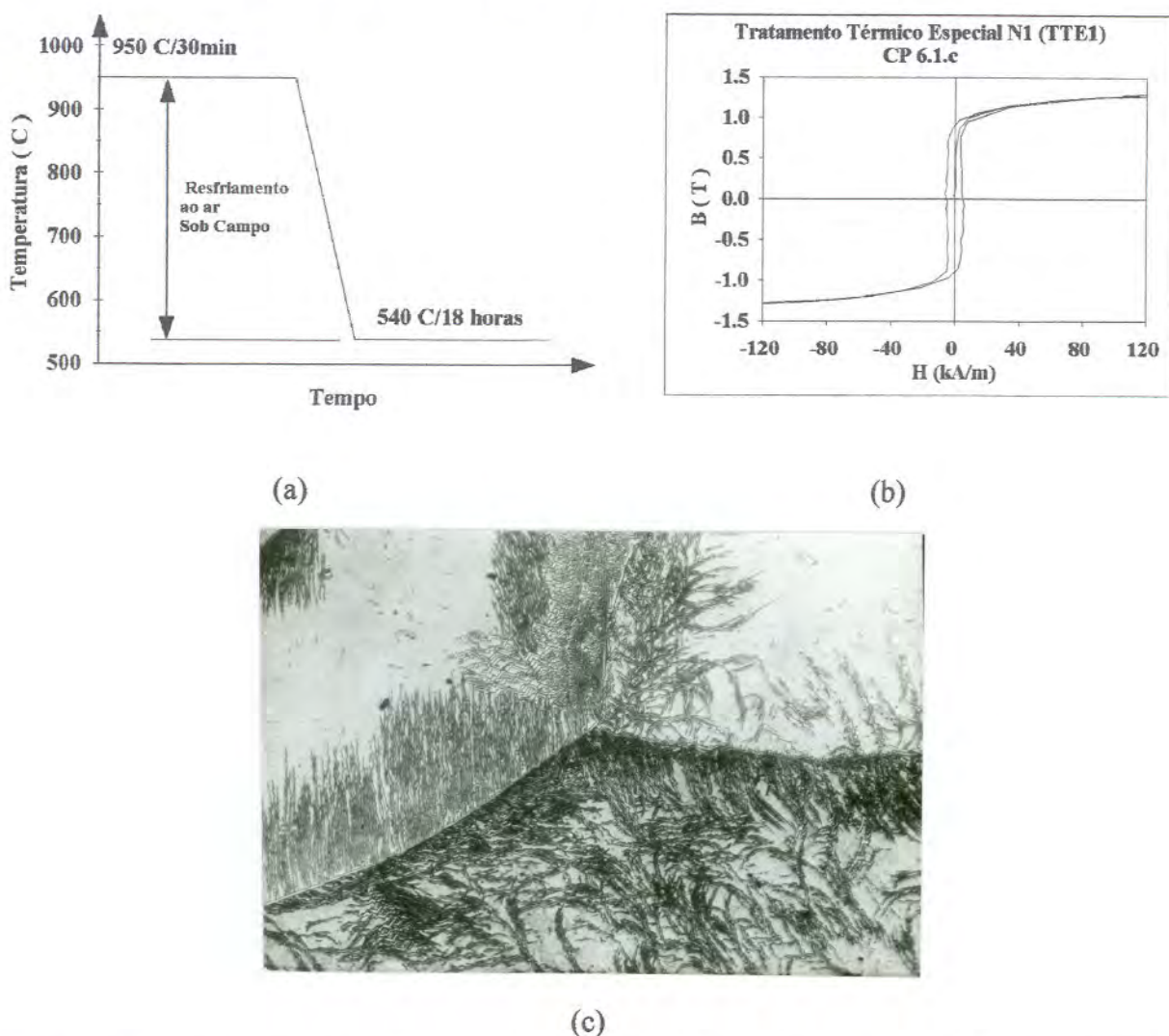


(c)

**FIGURA 59** - (a) Desenho esquemático do ciclo adotado para o Tratamento Termomagnético n° 3 (TTM3), (b) Laço de histerese e (c) Fotomicrografia transversal da microestrutura do CP 7.2.d submetido a este tratamento térmico. Nota-se a fase parasítica e dispersa em praticamente toda a matriz. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble.

#### 4.2.4.2.5 - Tratamento Térmico Especial nº 1 (TTE1)

Na FIGURA 60 (a) é mostrado um desenho esquemático do ciclo para este tratamento térmico, em (b) pode se ver o laço de histerese e em (c) a microestrutura do corpo de prova (CP 6.1.c) sujeitado a este ciclo de tratamento térmico. Neste ciclo não houve estágio de homogeneização das fases. Nota-se que a fase parasítica precipita em grande quantidade dos contornos dos grãos. Pela TABELA XIII percebe-se que as propriedades magnéticas ficaram muito baixas. Este tratamento também mostrou-se ineficaz.



**FIGURA 60** - (a) Desenho esquemático do ciclo adotado para o Tratamento Térmico Especial N1 (TTE1), (b) Laço de histerese e (c) Fotomicrografia mostrando a microestrutura transversal do CP 6.1.c submetido a este ciclo de tratamento térmico. Nota-se uma grande quantidade de fase precipitando a partir dos contornos dos grãos. Aumento: 32x. Ataque: Reagente de Marble.

#### 4.2.4.2.6 - Tratamento Térmico Especial n° 2 (TTE2).

Na FIGURA 61 (a) é mostrado um desenho esquemático do ciclo para este tratamento térmico, em (b) pode se ver o laço de histerese, é interessante notar que  $H_c$  e  $B_r$  são praticamente nulos, e em (c) a microestrutura do corpo de prova (CP 5.1.a) submetido a este ciclo. Não se nota nenhum resquício visível da fase parasítica. O que indica que a velocidade de resfriamento é fundamental para a evitar a precipitação da fase  $\gamma$ . Nota-se que o tratamento térmico afeta profundamente o laço de histerese do Alnico 5. Supõe-se que a fase ferromagnética não se desenvolveu nesta amostra devido a ela não ter sofrido revenido. Segundo a literatura<sup>78</sup> existe indicativo de uma mudança significativa na composição e ou estrutura da fase ferromagnética durante o tratamento térmico.

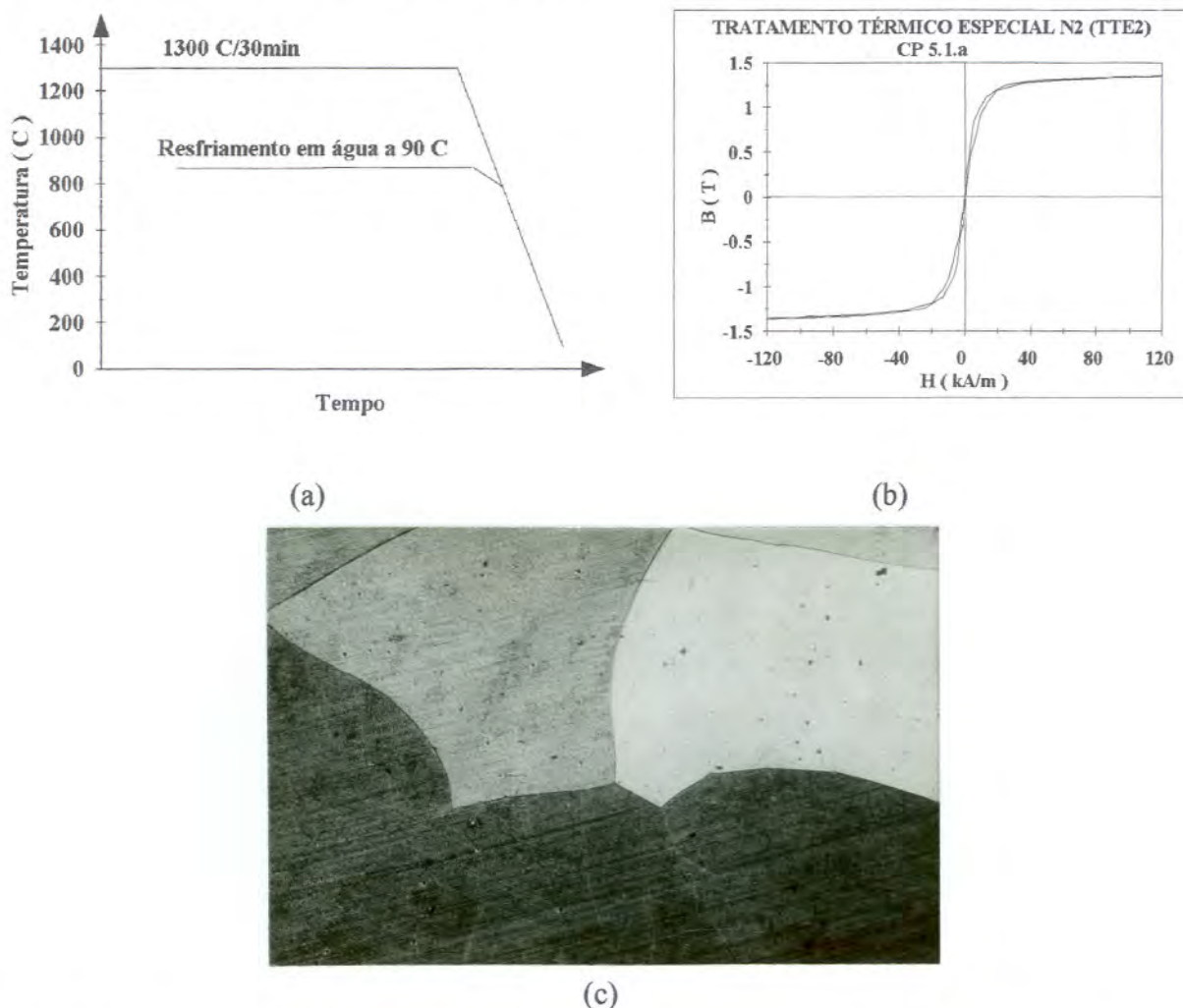
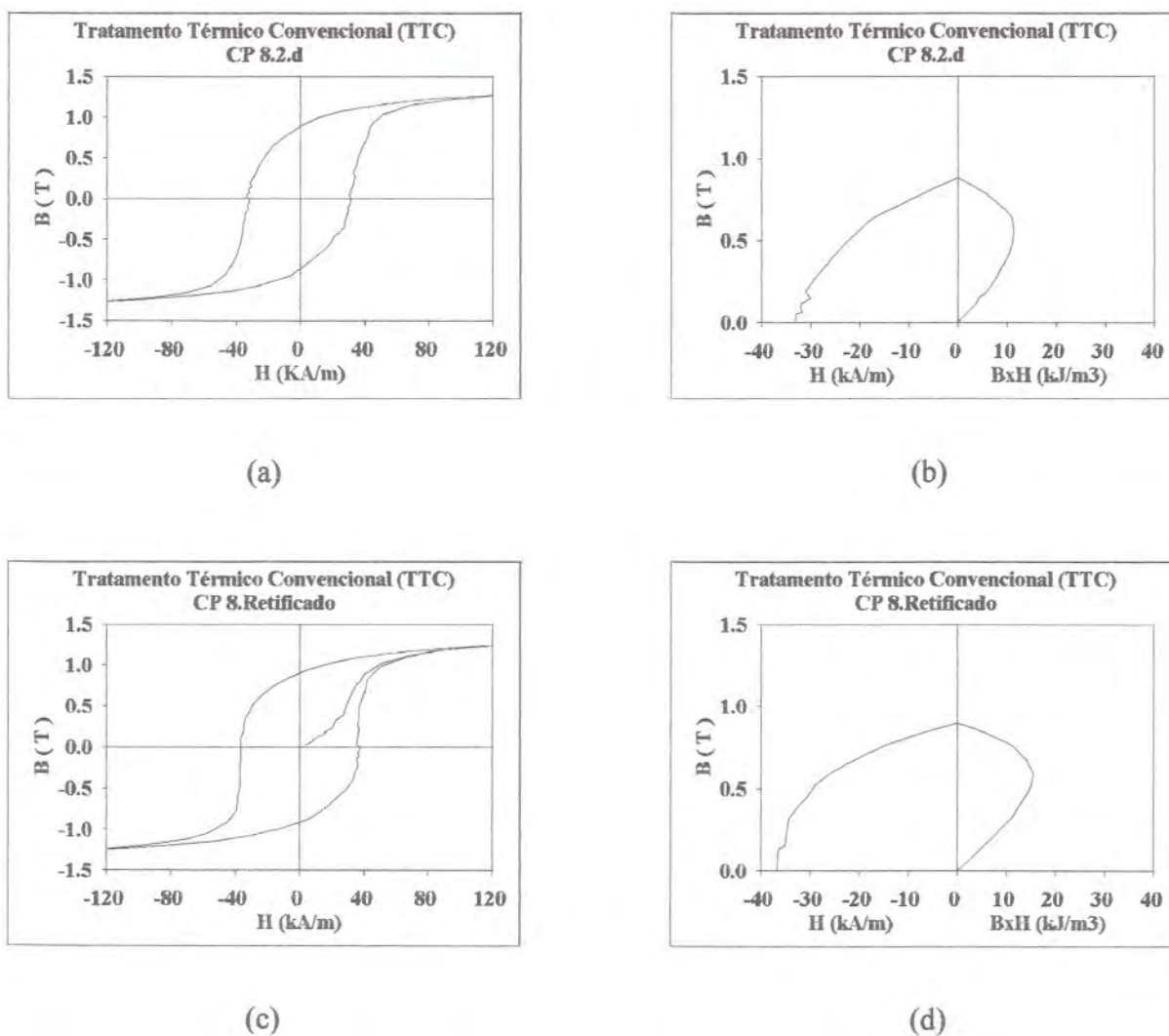


FIGURA 61 - (a) Desenho esquemático do ciclo adotado para o Tratamento Térmico Especial N2 (TTE2), (b) Laço de histerese que não se desenvolveu e (c) Fotomicrografia mostrando a microestrutura transversal do CP 5.1.a submetido a este ciclo de tratamento térmico. Nota-se a matriz  $\alpha$  completamente isenta de fase  $\gamma$ . Aumento:32x. Ataque: Reagente de Marble.

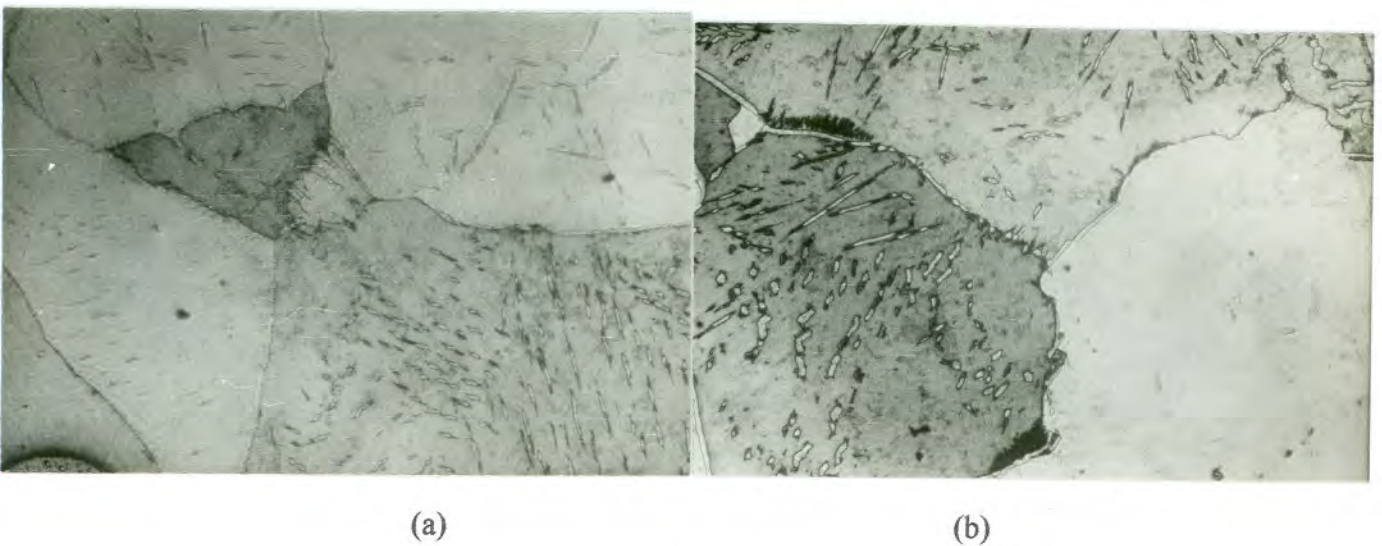
#### 4.2.4.3 - Influência da Usinagem nas Propriedades Magnéticas

As amostras que sofreram usinagem (retífica) após o tratamento térmico apresentaram melhores valores de  $(BH)_{\max}$  do que as não retificadas nas mesmas condições. Na FIGURA 62 em (a), (b), (c) e (d) é mostrada o laço de histerese e a curva de desmagnetização e produto de energia para os CP 8.2.d e CP 8 Retificado respectivamente.



**FIGURA 62** - (a) e (c) Laços de histerese, (b) e (d) Curvas de desmagnetização e produto de energia evidenciando a influência da usinagem nas propriedades magnéticas do Alnico 5. Das curvas (a) e (b) foram retiradas as características magnéticas da amostra CP 8.2.d sem usinagem;  $B_r = 0,880$  T,  $H_c = 33,08$  kA/m e  $(BH)_{\max} = 11,28$  kJ/m<sup>3</sup> e das curvas (c) e (d) as características da amostra CP 8 Retificado com usinagem superficial de 1 mm;  $B_r = 0,902$  T,  $H_c = 36,58$  kA/m e  $(BH)_{\max} = 15,43$  kJ/m<sup>3</sup>.

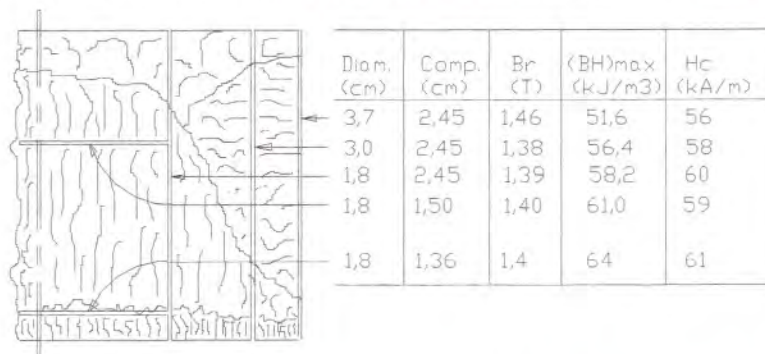
Na **FIGURA 63** podem ser vistas as fotomicrografias das microestruturas dessas mesmas amostras, onde se revelam, nos dois casos, a fase  $\gamma$  parasítica dispersa na matriz da mesma forma. Entretanto, o CP 8.2.d, que não sofreu usinagem nas laterais, apresenta um valor para o produto de energia 37% menor do que o valor do produto de energia apresentado pela amostra retificada (CP 8 Retificado). Percebe-se que a influência da usinagem no produto  $(BH)_{max}$  é bastante acentuado.



**FIGURA 63** - Fotomicrografias mostrando a semelhança de microestrutura para as amostras (a) CP 8.2.d, sem usinagem e (b) CP 8.Retificado, usinada. Ambas amostras passaram pelo mesmo ciclo de tratamento térmico TTC. Observa-se a precipitação da fase  $\gamma$  parasítica no seio dos grãos em ambos os casos, o que evidencia a influência da usinagem nas propriedades magnéticas. Aumento 32x. Ataque: Reagente de Marble.

Para o caso de peças vazadas em moldes cerâmicos, como foi o caso das amostras citadas, constatou-se a grande influência da usinagem da camada externa, o que pode ser devido ao crescimento de grão a partir das paredes laterais do molde bem como de inclusões não metálicas provenientes do mesmo. A influência da usinagem superficial da camada que fica em contato com o molde na eficiência de ímãs Alnico com estrutura parcialmente colunar foi relatada por Gould<sup>14</sup> e Siska<sup>77</sup>.

Como pode ser visto na **FIGURA 64**, com um mínimo de usinagem somente nas paredes laterais de um ímã com estrutura parcialmente colunar o produto de energia  $(BH)_{\max}$  é somente  $51,6 \text{ kJ/m}^3$ , porém quando com uma usinagem sucessiva nas laterais e uma usinagem nas faces se retiram porções desorientadas o produto de energia aumenta para  $64 \text{ kJ/m}^3$ .



**FIGURA 64** - Influência da usinagem nas propriedades magnéticas de uma liga Alnico fundida com estrutura semi-colunar. Ref. 14.

A **TABELA XIII** apresenta os valores de dureza para as amostras avaliadas no estado bruto de fusão e tratadas térmicamente. Nesta tabela estão também relacionados os valores da indução remanente  $B_r$ , da força coercitiva  $H_c$  e do produto de energia  $(BH)_{\max}$  obtidos das curvas de histerese da respectiva amostra.

**TABELA XIII** - Propriedades Magnéticas e de Dureza para os Corpos de Prova no estado bruto de fusão e Tratados Térmicamente.

Corpo de Prova	Tratamento Térmico	Dureza (RC)	Propriedades Magnéticas		
			H <sub>c</sub> (kA/m)	B <sub>r</sub> (T)	$(BH)_{\max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )
CP 5.1.b	Bruto de Fusão	46,0	32,9	0,727	7,52
CP 7.2.b	“ “ “	48,5	25,6	0,838	9,44
CP 5.2.a	TTC	53,0	35,3	0,913	13,72
CP 7.1.a	“	52,0	32,7	0,900	14,76
CP 8.2.d	“	53,0	33,08	0,880	11,28
CP 8 Retificado	“	53,5	36,58	0,902	15,43
CP 5.2.b	TTM	52,0	18,85	1,060	12,01
CP 6.2.c	“	53,5	24,60	0,930	11,57
CP 6.1.b	TTM2	46,0	1,18	0,260	0,18
CP 7.2.d	TTM3	52,0	17,50	0,980	6,84
CP 6.1.c	TTE1	-	5,05	0,908	-

A FIGURA 65 mostra de forma gráfica a relação entre os valores médios das propriedades magnéticas com o valor médio da dureza em Rockwell C para as amostras avaliadas neste trabalho.

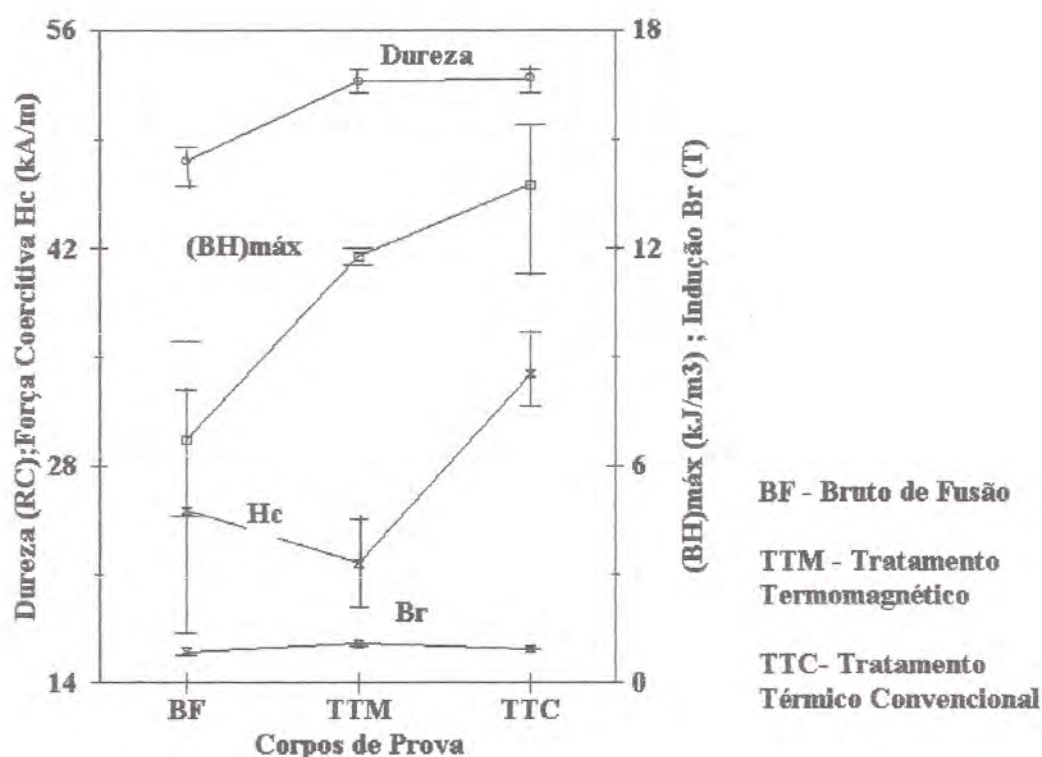


FIGURA 65 - No gráfico da figura pode-se observar a relação entre os valores médios das propriedades magnéticas (energia acumulada  $(BH)_{máx}$  em  $\text{kJ/m}^3$ , força coercitiva  $H_c$  em  $\text{kA/m}$  e indução remanente  $B_r$  em T) com o valor médio da dureza em Rockwell C para as amostras de Alnico 5 obtidas. As amostras submetidas ao tratamento termomagnético, nas condições do sistema desenvolvido, não apresentaram o desempenho esperado pois o campo eletromagnético utilizado nos experimentos não foi suficiente, ou a taxa de resfriamento na passagem do ponto Curie não foi adequada, como pode ser observado pelos valores de  $H_c$  mostrados no gráfico.

## 5 - CONCLUSÕES

Com base nos experimentos realizados, dentro das condições experimentais aqui investigadas, e nas técnicas de avaliação utilizadas, pode-se concluir que:

- 1 - Produziram-se e caracterizaram-se ímãs permanentes microfundidos na liga Alnico 5.
- 2 - As experiências preliminares, de solidificação unidirecional, com Alumínio de pureza comercial, mostraram que a base de Cobre refrigerada com água, em combinação com a casca refratária, atende às exigências necessárias para a produção de peças, de geometria simples, com grãos orientados unidirecionalmente até 130 mm de comprimento. Entretanto mostrou-se deficiente para a fabricação de peças, com a mesma geometria, em ligas de Alnico 5. Atribuiu-se o insucesso a um baixo  $K_{dir}$  da liga Alnico em relação ao molde e a base refrigerada.
- 3 - A formulação para a composição da cera escolhida como mais adequada, para a obtenção dos modelos, foi a CR cuja composição, em peso, é de 46% Breu, 29% Parafina, 11% Cera de Carnáuba, 9,5% Cera Microcristalina e 4,5% EVA.
- 4 - A composição das lamas escolhidas, mostrou-se adequada para a construção de moldes cerâmicos, do tipo casca, com paredes finas com resistência mecânica, a verde e a quente, suficientes para resistir a pressão metalostática e um prolongado contato com o metal a 1650 °C e facilitar a desmoldagem à temperatura ambiente.
- 5 - Os equipamentos projetados e construídos mostraram-se eficientes para o propósito deste trabalho.
- 6 - Os métodos de controle adotados foram suficientes e adequados para permitir uma boa uniformidade da viscosidade, densidade, pH e temperatura das lamas utilizadas na obtenção dos moldes cerâmicos do tipo casca.
- 7 - O método utilizado na elaboração da liga Alnico 5 mostrou-se adequado pois a compensação das perdas de material durante a fusão foram perfeitamente compensados como mostram os resultados das análises químicas.



8 - Pelas curvas de histerese e de energia, obtidas pelo método de extração, pode se ver que as propriedades magnéticas do Alnico 5 são sensíveis as mudanças estruturais provocadas pelo tratamento térmico e/ou pelas diferentes velocidades de resfriamento a que a liga é submetida.

9 - As análises metalográficas realizadas por microscopia ótica e eletrônica podem ser utilizadas como ferramenta importante de avaliação quantitativa da dureza magnética da liga Alnico 5, pois a presença da fase  $\gamma$  (paramagnética) pôde ser perfeitamente identificada e está relacionada com a baixa coercitividade da liga.

10 - É possível obter ímãs de Alnico 5, com qualidade aceitável, em moldes cerâmicos, tipo casca, obtidos pela técnica de microfusão.

## 6 - SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Para aperfeiçoamento do conhecimento e domínio das tecnologias de obtenção de ímãs permanentes, da técnica de solidificação direcional bem como do processo de fundição de precisão, sugere-se os seguintes temas para futuros trabalhos:

Correlacionar a microestrutura metalúrgica obtidas por diferentes taxas de resfriamento durante a solidificação, com as propriedades magnéticas de ligas de Alnico.

Estudar os efeitos da adição de Si, Zr, Nb, Ti e S na formação de grãos colunares da liga Alnico e nas suas propriedades magnéticas.

Utilizar a técnica de Bridgman visando a obtenção de monocristais de Alnico.

Aprimorar o método de tratamento térmico utilizado, visando taxas mais estreitas de resfriamento e aquecimento, para otimizar as propriedades magnéticas da liga Alnico.

Estudar modelos de solidificação que permitam produzir ligas magnéticas com textura colunar onde as dendritas cresçam paralelas a direção de solidificação.

Desenvolver técnicas de microfundição que permitam a obtenção de novos materiais para ímãs permanentes tais com a liga emergente Neodímio-Ferro-Boro a qual está revolucionando as áreas de aplicação de ímãs permanentes.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [ 1 ] - LIVINGSTON, J. D. Magnets on the Rise. **Technology Review**, Vol. 99, p. 32. 1996.
- [ 2 ] - BOZORTH, R. M. **Ferromagnetism**. D. Van Nostrand Company, INC - New York - 1951.
- [ 3 ] - GIRON, V. S. El Magnetismo y Sus Aplicaciones en la Metalurgia. **Rev. Metal. CENIM**, Vol. 19, N<sup>o</sup> 2, p. 80-95, 1983.
- [ 4 ] - RUDER, W. E. et al. **Metals Handbook**. Properties and Selection of Metals, ASM, 8<sup>th</sup> Edition, V. 1, p. 779-785, 1961.
- [ 5 ] - MISHIMA, T. Magnet Steel Containing Nickel and Aluminium. **U. S. Patent 2.027994**. March 9, 1931.
- [ 6 ] - BELIKOV, B. A.; ZABOLOTSKII, A. A. Conditions for the Casting of Texturised Magnets. **Russian Castings Production**, N<sup>o</sup> 10, p. 468-470, 1967 .
- [ 7 ] - GRATSIANOV, YU. A.; GERASIMENKO, A. A. Production of Cast Magnets. **Russian Castings Production**, N<sup>o</sup> 6, p. 254-255, 1965 .
- [ 8 ] - EBELING, G. P. Method of Making Cast Alnico Magnets. **US Patent 2,578,407** , 1951.
- [ 9 ] - EBELING, D. G.; BURR, A. A. Effects of Macrostructure on the Performance of Alnico Permanent Magnets. **Journal of Metals**, vol. 5, p. 537-544, April, 1953.
- [ 10 ] - GOULD, J. E. Magnets With Columnar Crystallization. **Cobalt**, Vol. 23, p. 82-87, June, 1964 .
- [ 11 ] - CAMPBELL, P.; AL-MURSHID, A. The Effect of Magnitization distribution Within Anisotropic Alnico Magnets Upon Field Calculation. **I.E.E.E. Transactions on Magnetics**, Vol. Mag. 16, N<sup>o</sup> 5, Sept. 1978.

- [ 12 ] - HOSELITZ, K.; McCAIG, M. Anisotropic Permanent Magnet Alloys. **Nature**, N° 164, p. 581-582, 1949.
- [ 13 ] - CAMPBELL, P.; AL-MURSHID, A. A Model of Anisotropic Alnico Magnets for Field Computation. **I.E.E.E. Transactions on Magnetism**, Vol. Mag. 18, N° 3, May 1982 .
- [ 14 ] - BARAN, W. Core Magnet Assembly With Anisotropic Alnico Permanent Magnets. **I.E.E.E. Transactions on Magnetism**, Vol. Mag. N° 6, p. 2498-2501, November, 1983.
- [ 15 ] - OLIVER, D. A.; SHEDDON, J. W. Cooling of Permanent Magnet Alloys in a Constant Magnetic Field. **Nature**, N° 142, 209, 1938.
- [ 16 ] - BETTERIDGE, W. Nickel-Iron-Aluminium Permanent Magnet Alloys. **Journal of the Iron and Steel Institute**. Vol. 139, 187-208, 1939.
- [ 17 ] - JONAS, G. B. Permanent Magnet and Method of Making the Same. **U.S. Patent 2,295,082**, Sept.8, 1942.
- [ 18 ] - HANSEN, J. R. Permanent Magnets and Alloys Therefor. **U.S. Patent 2,499,861**. Appl. March 16, 1948
- [ 19 ] - De VOS, K. J. Microstructure of Alnico Alloys. **Journal of Applied Physics**. Vol. 37, N° 3, p. 1100, March, 1966 .
- [ 20 ] - DE VOS, K. J. Alnico Permanent Magnet Alloys. **Magnetism and Metallurgy**, Vol. 1, p. 473-512, 1969.
- [ 21 ] - WENNY, D. H.; OLSEN, K. M. Casting of Alnico VII With Improved Physical Properties. **Journal of Applied Physics**, Vol. 29, N° 3, p. 504 - 505, March, 1958.

- [ 22 ] - STEINORT, E. et al. The Formation of Monocrystalline Alnico Magnets by Secondary Recrystallization Methods. **Journal of Applied Physics**, Sup.to Vol. 33, N° 3, March, 1962 .
- [ 23 ] - MARCON, G.; PEFFEN, R.; LEMAIRE, H. Fe-Ni-Al Phase Diagram in Alni Type Permanent Magnets Related Area. **I.E.E.E Transactions on Magnetism**, Vol. Mag. 14, N° 5, Sept. 1978 .
- [ 24 ] - PRY, R. H.; LUBORSKY, F. E. Permanent Magnets e Permenents Magnets in Use Today. **Journal of Applied Physics**, Vol.37,N 3, March, 1966 .
- [ 25 ] - HAO, S. M. et al. Miscibility Gap in Fe-Ni-Al and Fe-Ni-Al-Co Systems. **Metallurgical Transactions**, Vol. 15A, p. 1820-1828, October, 1984 .
- [ 26 ] - VERSNYDER, F. L.; SHANK, M. E. The Development of Columnar Grain and Single Crystal High Temperature Materials Through Directional Solidification. **Materials Science and Engineering**. N° 6, p. 213-247, March, 1970.
- [ 27 ] - CHALMERS, B. **Principles of Solidification**. New York, Jonhn Wiley & Sons, 1964.
- [ 28 ] - FAINSTEIN, D. E.; BILONI, H. Principios Basicos de Solidificacion de Metales y Aleaciones. Argentina, **C.N.E.A.**, 1969.
- [ 29 ] - McCAIG, M. Recent Developments in Permanent Magnetism. **Journal of Applied Physics**, Vol. 35, N° 3, two Parts - Part 2, March, 958-965, 1964.
- [ 30 ] - LOBYNTSEV, E. S.; GALUSHKO, I. M.; PRAVOVEROVA, I. Method of Making Magnets with Grain-Oriented Structures. **Russian Castings Production**, N° 10, p. 405, 1974
- [ 31 ] - KUKSIN, A. S. Influence of Casting Technology on the Length of the Columnar Zone in Magnet Alloy YuNDK 25BA. **Russian Castings Production**, N° 10, p. 480-482, 1963 .
- [ 32 ] - KUKSIN, A. S. Producing Alloy Castings With an Oriented Columnar Structure. **Russian Castings Production**, N° 11, p. 500-503, 1964 .

- [ 33 ] - SHKLENNIK, YA. I. et al. Filtration of Magnet Alloy. **Russian Castings Production**, N<sup>o</sup> 5, p. 207-208, 1972.
- [ 34 ] - LARICHKINA, R. YA.; SERGEEV, V. V.; KAZENNIKOVA, A. P. Structure of Single Crystals in the Fe-Co-Ni-Al-Cu-Ti System. **Russian Castings Production**. N<sup>o</sup> 12, p. 557-558, 1968 .
- [ 35 ] - **Metals Handbook**. Metallography, Estructures and Phase Diagrams. ASM, 8<sup>th</sup> Edition, V. 8, 1961
- [ 36 ] - KROHN, B. R. The Art and Science of Investment Casting. **Modern Casting**, p. 22-26. dez. 1984.
- [ 37 ] - ALLENDORF, H. Präzisionsgiessverfahren mit Ausschmelzmodellen. Leipzig, **VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie**, p. 328, 1960.
- [ 38 ] - MacGIBBON, J., at al. Review of Precision Casting. **FWP Journal**, p. 21-35, Julio, 1989.
- [ 39 ] - WILLIAMS, R. B. **Pattern Technology-Review of Investiment Casting Wax**, Technical paper, Blayson Olefines Ltd,1-15, 1992.
- [ 40 ] - BOOTH, J. H. W. Pattern Waxes for Investment Casting. **Foudry Trade Journal**, December, 1962, pp 707-711.
- [ 41 ] - SHCHGLOVITOV, L. A.; IVANICHENKO, L. P. Optimun Pattern Wax Composition. **Russiam Castings Production**, June, 1972.
- [ 42 ] - SAUNDERS, A. New Waxes for Investment Casting. **XIX EICF Conference on Investment Casting**. Palma, 1982.
- [ 43 ] - GOUVÊA, J. A.; GALUPPO, H. P. Caracterização de ceras para modelos de fundição de precisão, **ABM**, VOL 31, n.215, pp 639-644, 1985.

[ 44 ] - SARGENT, E. H. G. Wax Models for Use in the Investment Casting Process. **Foudry Trade Journal, August**, pp 123-131, 1957.

[ 45 ] - VEDANA, I. ; FERREIRA, C. F. ; MÜLLER, A. A Cera como Material para Fabricação de Modelos para o Processo de Microfusão. **Anais 12º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**. pp 1404-1407, Águas de Lindóia - SP, 8 a 11 de dezembro de 1996.

[ 46 ] - TAYLOR, P. R.; LIBOUTON, J. M. Quality Control of Slurry Materials for Ceramic Shell Moulding. 18<sup>TH</sup> **European Investment Casters Fedeation Conference**. Estocolmo, jun. 1978.

[ 47 ] - TAYLOR, P. R. Problems of Primary Coat Quality Control for Ceramic Shell Moulding. 27<sup>TH</sup> **Annual Conference of the American Investment Casting Institute**. Chicago, Out. 1979.

[ 48 ] - FEAGIN, R. C. Casting of Reactive Metals Into Ceramic Molds. **Sixth World Conference on Investment Casting**. Washington, 1984.

[ 49 ] - TAYLOR, P. R. A Rationalized Approach to Slurry Composition Control for Ceramic Shell Moulding. **Fourth World Conference on Investment Casting**. ICI, Amsterdam, 1976.

[ 50 ] - HENDRICKS, M. J. An Analysis of Ceramic Shell Materials - **21st European Conference on Investment Casting**. Lugano, Switzerland - June, 1990.

[ 51 ] - HENDRICKS, M. J.; HSU, D. W. D. Environmental Conditions And Shell Materials Impact On Shell Integrity. - **22nd European Conference on Investment Casting**. 1991.

[ 52 ] - HENDRICKS, M. J.; ENGELHARDT, D. R. Ceramic Shell Permeability - **38th Annual Meeting of the Investment Casting Institut**. 1990.

- [ 53 ] - CHANDLEY, G. D.; ROSTOKER, D. Use of Foamed Ceramic Nodules to Increase Shell Permeability. Maiorca - 1982.
- [ 54 ] - FERREIRA, C. R. F. Revestimento Cerâmico: Controle de Qualidade de Lamas e Caracterização de Moldes Cerâmicos do Tipo Casca Para Fundição de Precisão. - **Relatório Técnico** - Microfusione Italiana. Setembro, 1992.
- [ 55 ] - D'AMBROSIO, M.P.; FERREIRA, C.R.F. Caracterização de moldes cerâmicos do tipo casca: Permeabilidade a quente e MOR, **I workshop Brasileiro de Fundição de Precisão**. Vol. II , Porto Alegre, nov. 1993.
- [ 56 ] - HALSEY, G. **To Recommend a Technique for the Determination of Permeability of Ceramic Shell Moulds**. Monsanto, Confidential Report. December, 1970.
- [ 57 ] - GARCIA, A. **Desenvolvimento e verificação Experimental de um Modelo Matemático para Análise da Solidificação Unidirecional de Metais**. Tese de Doutorado, Campinas, 1978, Universidade Federal de Campinas, Faculdade de Engenharia.
- [ 58 ] - BILONI, H. Estruturas de los Lingotes. **C.N.E.A**, Argentina, 1969
- [ 59 ] - BILONI, H. Estado Atual da Pesquisa na Area da Solidificação de Metais e Ligas. **Metalurgia**, Vol. 26, N<sup>o</sup> 155, p. 803-823, Outubro, 1970.
- [ 60 ] - BOWER, T. F.; E FLEMINGS, M. C. Formation of the Chill Zone in Ingot Solidification. **Trans. TMS-AIME**, vol. 239, p. 216-219, 1967.
- [ 61 ] - SMITH, L.; BEELEY, P. R. Solidification of Metals. **Iron and Steel Institute**, Conference a Brighthon, p 330, 1967.
- [ 62 ] - FLEMINGS, M. C. Casting Metals. **Science and Technology**. N<sup>o</sup> 84, p. 12-24, Dez. 1968.



- [ 63 ] - NORTHCOTT, L.; THOMAS, D. E. Dendritic Structures. Part I - The Influence of Crystal Orientation. **Journal of the Institute of Metals**. Vol. 65, p. 205-216, 1939 .
- [ 64 ] - PIEARCEY, B. J.; VERSNYDER, F. L. A Breakthrough in Making Turbine Components - Directional Solidification and Single Crystals. **Metals Progress**. N° 5, Vol. 90, p. 66-72, nov, 1966.
- [ 65 ] - KHAN, M. H. La Solidification Dirigée. **Fonderie**, n° 12, pp. 17-23, 1980.
- [ 66 ] - CRONK, E. R. Recent Developments in High-Energy Alnico Alloys. **Journal of Applied Physics**. Vol.37, N° 3, p. 1097 - 1100, March, 1966 .
- [ 67 ] - WILLIAMS, R. B. **Pattern Technology Review of Investment Casting Wax**. Blayson Olefines Ltd. Technical Papers. pp 1-14. 1992.
- [ 68 ] - Ceramic Test Procedures. - **Investment Casting Institute**. 1979.
- [ 69 ] - TENZER, R. K. Influence of Various Heat Exposures on Alnico V Magnets. **Journal of Applied Physics**, Vol.30,N 4, April, 1959 .
- [ 70 ] - ZIJLSTRA, H. Magnetic Annealing of Ticonal G Magnet Steel. **Journal of Applied Physics**.S up.to Vol. 32, N° 3, p. 194S- 196S, March, 1961.
- [ 71 ] - KRONENBERG, K. J. Crystal Lattice Investigation of the Permanent Magnet Precipitate in Various Alnico Materials. **Journal of Applied Physics**, Sup. to Vol. 32, N° 3, p. 196S - 198S, March, 1961.
- [ 72 ] - DURAND-CHARRE, M., BRONNER, C., LAGARDE, J.P. Relation Between Magnetic Properties and Crystallographic Texture of Columnar Alnico 8 Permanent Magnets. **I.E.E.E. Transactions on Magnetism**, Vol. Mag. 14, N° 5, Sept., p. 797-799, 1978.
- [ 73 ] - ZHU, F. et al. FIM Atomprobe Studies of Permanent Magnets. **I.E.E.E Transactions on Magnetism**, Vol. Mag. 20, N° 20, p. 1619-1621, September, 1984 .

- [ 74 ] - FROLOV, M. M.; ELAGINA, V. YA.; KURNOSOV, I. M. Volumetric Shrinkage of Magnet Alloys. **Russian Castings Production**, N<sup>o</sup> 1, p. 30-31, 1970 .
- [ 75 ] - FROLOV, M. M. Casting Properties of Alloys for Permanent Magnets. **Russian Castings Production**, N<sup>o</sup> 9, p. 440-441, 1970 .
- [ 76 ] - FROLOV, M. M. Influence of Melting Conditions on Quality of Alloy YuNDK24. **Russian Castings Production**, N<sup>o</sup> 3, p. 93-94, 1972.
- [ 77 ] - SISKA, M. Classic Alnico Alloys With Controlled Crystallization. **Slevarenstvi**, Vol. 5 N<sup>o</sup> 29, p.179-181, May , 1981 .
- [ 78 ] - SHTRIKMAN, S.; TREVES, D. On the Alnico Problem. **Journal of Applied Physics** .Vol.37, N<sup>o</sup> 3, p. 1103 - 1105, March, 1966 .