

## DESENVOLVIMENTO DE UM FORNO VERTICAL DE FUSÃO/SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL PARA OBTENÇÃO DE ESTRUTURAS GROSSEIRAS COLUNARES VISANDO LINGOTES DE SILÍCIO

### **Cleison Luis de Carvalho Webber**

Graduando, Faculdade de Engenharia – FENG, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul – PUCRS, Av. Ipiranga, 6681, C.E.P. 90.619-900, Partenon, Porto Alegre, R.S., Brasil  
cleisonwebber@hotmail.com

### **Arthur B. Beskow**

Mestrando, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais – PGETEMA, FENG, PUCRS  
arthurb@pucrs.br

### **Carlos Alexandre dos Santos**

Professor, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais – PGETEMA, FENG, PUCRS  
carlos.santos@pucrs.br

**Resumo:** *O presente trabalho apresenta o desenvolvimento de um forno de fusão/solidificação para obtenção de lingotes policristalinos via solidificação unidirecional ascendente, estabelecendo uma metodologia com etapas seqüenciais de trabalho que poderão posteriormente ser aplicadas à produção de silício metálico policristalino para utilização em dispositivos fotovoltaicos. O sistema consiste de um forno vertical tubular resistivo e um sistema de solidificação unidirecional ascendente constituído de molde metálico bipartido com base metálica refrigerada e monitorado por termopares estrategicamente posicionados no metal e no molde. A solidificação se dá in situ, ou seja, não há vazamento do metal líquido para preenchimento da cavidade do molde, minimizando efeitos causados pela turbulência do metal líquido. Os primeiros experimentos de solidificação foram realizados com zinco comercialmente puro e alumínio comercialmente puro, monitorando apenas o molde refrigerado e analisando a macroestrutura em relação a unidirecionalidade. Os lingotes obtidos apresentaram estruturas completamente colunares, sem transição colunar-equiaxial.*

**Palavras-Chaves:** *forno de fusão/solidificação unidirecional, solidificação, metais puros.*

## **1. INTRODUÇÃO**

A solidificação dos metais sob taxas de resfriamento convencionais ocorre sempre sob a forma cristalina, onde o início é dado pela formação de pequenos cristais em todos os pontos do fundido que atingiram a temperatura de solidificação. Estes pequenos cristais, também chamados núcleos ou centros de cristalização devem crescer no seio do metal através da solidificação de novas partículas sobre eles, efetuando-se a deposição segundo direções preferenciais, denominadas eixos de cristalização. No caso de metais puros, não ocorre a segregação de soluto durante o crescimento dos núcleos sólidos, e analisando macroscopicamente, pode-se considerar que a interface de solidificação líquido-sólido se desloca de maneira plana. Já no caso das ligas binárias, em função da rejeição de soluto para o líquido e acúmulo deste na frente da interface de solidificação, ocorre à instabilidade da interface, formando protuberâncias sólidas que avançam em direção ao líquido (Garcia, 2001, Muller, 2002). A interface de solidificação passa de plana para uma interface dendrítica, conforme ilustra a Figura 1.

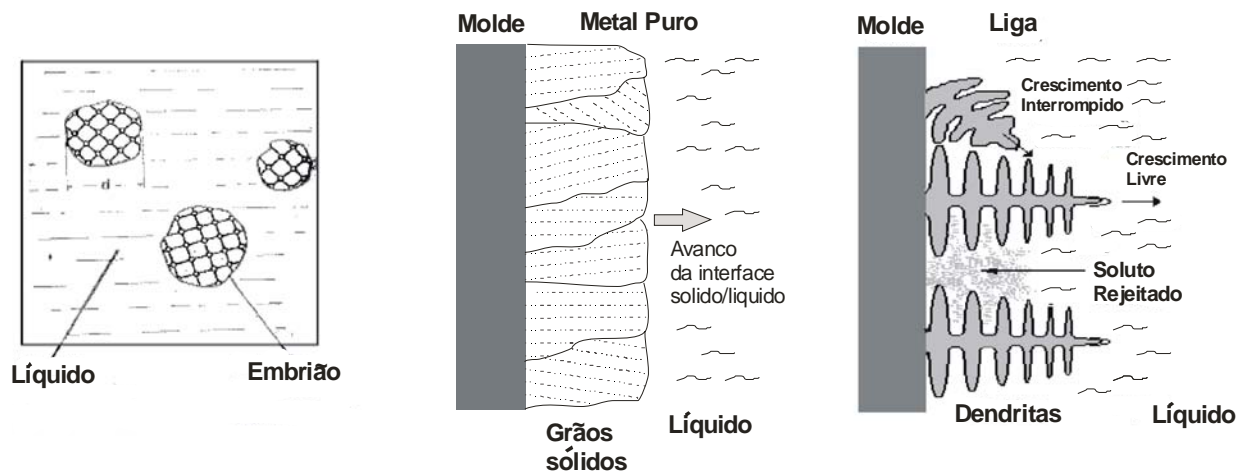


Figura 1 : (A) formação dos primeiros sólidos, (B) metal puro, e (C) liga metálica.

O fenômeno de solidificação, que corresponde à transformação de uma fase líquida para uma fase sólida, consiste de duas etapas distintas que ocorrem sequencialmente:

- Nucleação: modo pela qual a fase sólida surge na fase líquida na forma de pequenos aglomerados cristalinos (embriões). Em função do tamanho inicial destes embriões, eles podem crescer originando um núcleo, ou refundir-se novamente no seio do metal líquido. A nucleação pode ocorrer sob duas condições distintas, em termos termodinâmicos: - Nucleação Homogênea: modo pelo qual a fase sólida surge de forma estável no seio da fase líquida, pela formação de pequenos núcleos cristalinos. Ocorre sem contribuição energética externa; - Nucleação Heterogênea: a fase sólida surge em função de um elemento diferente do líquido. Ocorre com contribuição energética de agentes estranhos ao sistema, como: parede do molde, impurezas, inclusões sólidas, inoculantes, aditivos;

- Crescimento: modo pelo qual os núcleos crescem sob a forma de grãos com orientação cristalográfica definida. Nesta etapa do processo podem ocorrer diferentes fenômenos que corresponderão a defeitos na estrutura cristalina formada. Os tipos de defeitos e a quantidade destes devem influenciar de forma significativa as propriedades mecânicas do componente produzido. O crescimento competitivo traduz o modo pelo qual os núcleos avançam no líquido sob a forma de cristais sólidos.

Na estrutura bruta de solidificação são abordados aspectos como tamanho das regiões e sua transição colunar / equiaxial, morfologia e tamanho médio dos grãos e suas variações em função das condições de solidificação, procurando-se estabelecer validações ou calibrações de leis de crescimento para solidificação em situações de fluxo de calor transitório (Santos, 2001; Siqueira, 2003; Goulart, 2005; Mello, 2005).

O objetivo do presente trabalho consistiu no projeto e construção de um forno vertical de fusão/solidificação unidirecional e a realização de experimentos de solidificação em condições de fluxo de calor transitório, inicialmente para o zinco e alumínio comercialmente puro, para compreensão do processo e posterior adequação para o silício metálico. A abordagem posterior consistirá do levantamento experimental das condições de transferência de calor no sistema metal/molde e molde/refrigeração, passando pela caracterização estrutural após a solidificação e culminando com a determinação experimental das condições de solidificação (velocidade de solidificação e taxas de resfriamento) por meio do levantamento da curvas térmicas obtidas pelos termopares. A partir desses resultados, estabelecer expressões que permitam a previsão da formação macroestrutural em função das condições de solidificação impostas pelo sistema metal/molde. Pretende-se utilizar um modelo numérico que acopla transferência de calor e solidificação, permitindo trazer uma maior compreensão dos efeitos da cinética de solidificação sobre a formação macroestrutural (Spim, 2004; Santos, 1997 e 2001). Correlações entre parâmetros das condições de solidificação e estrutura bruta de solidificação serão efetuadas com o intuito de desenvolver relações qualitativas entre a estrutura e as condições vigentes na solidificação.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 2 apresenta um esquema do forno de solidificação vertical ascendente projetado, em que o metal é fundido e, quando a temperatura do metal líquido atinge um determinado valor especificado, inicia-se a solidificação através do acionamento do ar ou da água de refrigeração na parte inferior do molde. Um conjunto de termopares inseridos dentro do metal em diferentes posições a partir da base permite o registro da evolução térmica durante todo o processo, que será utilizado posteriormente para determinação das variáveis térmicas da solidificação. Nesse tipo de dispositivo, a solidificação se processa em sentido contrário ao da ação da gravidade e, conseqüentemente, o peso próprio do lingote atua no sentido de favorecer o contato térmico com a base refrigerada. Outra vantagem do sistema é a solidificação *in situ* que minimiza a turbulência no metal líquido e a instabilidade da frente de solidificação, mantendo uma morfologia plana.

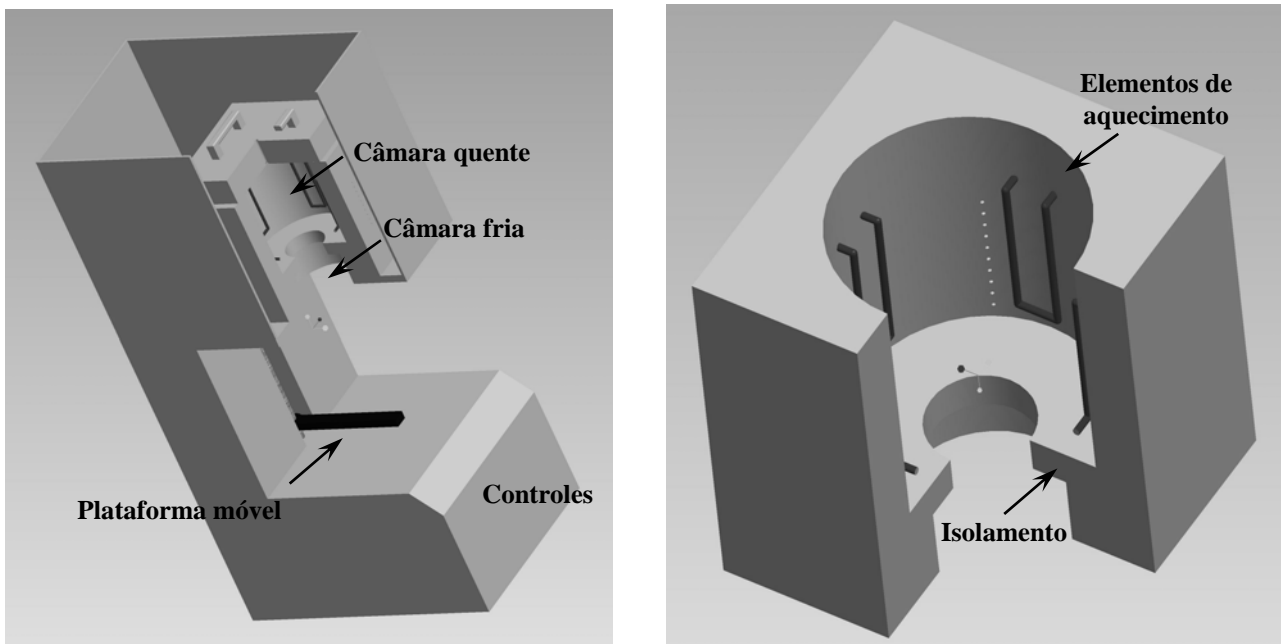


Figura 2 : Projeto conceitual do forno e da câmara quente.

Depois de estabelecidas as dimensões de 100 mm de diâmetro e 200 mm de altura da câmara de aquecimento e uma temperatura de trabalho de 1600°C, foi realizado um desenho técnico utilizando o software ProEngineer. O forno possui forma cilíndrica e é construído em chapas e perfis de aço laminados, garantindo uma estrutura rígida. Opera na posição vertical e tem abertura nas duas extremidades para passagem da lingoteira. A abertura inferior é utilizada para acondicionar a mesa de refrigeração favorecendo a solidificação unidirecional ascendente. O isolamento se dá através de fibra cerâmica, isolante térmico que, devido ao seu baixo peso e alta resistência térmica, proporciona grande rendimento, economia de energia elétrica e baixa inércia térmica.

O painel de controle é montado em uma caixa metálica e separado do corpo do equipamento para evitar a transmissão de calor para os componentes eletro-eletrônicos. Acondiciona todos os controles, acionamentos, sinalizações e programador de tempo e temperatura. Internamente, encontram-se os fusíveis de proteção dos circuitos de força, de comando e relê de estado sólido. A fiação é isolada com terminais prensados, com identificação nas extremidades. Os elementos de aquecimento são tubos de liga especial que suportam a temperatura do forno e admitem carga de superfície mais elevada, resultando em maior capacidade de produção do forno aliada a maior vida útil. Os terminais dos elementos atravessam a isolação e são conectados uns aos outros na parte externa através de cordoalhas flexíveis, e são protegidos por uma tampa removível.

O forno é controlado através de programador eletrônico microprocessado de tempo e temperatura N1100, com possibilidade de programação de 49 segmentos diferentes de rampa ou

patamar, no aquecimento e resfriamento. Possui memória para 7 programações diferentes e sistema PID. O programador mostra a temperatura em que o forno se encontra tanto durante o aquecimento como no resfriamento. Sua instalação é no sistema “plug-in”. O acionamento de força é feito através de relê de estado sólido, que recebe o sinal do programador para ligar ou desligar os elementos de aquecimento, mantendo assim a temperatura desejada. O RES é montado sobre um dissipador. Não sofre desgaste mecânico (como é o caso da contatora). Ele reduz o efeito da inércia térmica melhorando a homogeneização e economiza energia durante a permanência no patamar. Neste sistema de acionamento, pode-se chavear muitas vezes por segundo, sem causar danos ao equipamento, assegurando que o forno tenha um melhor desempenho.

O forno é equipado com 10 furos laterais de 5 mm cada por onde irá passar os termopares para o controle de temperatura. Analisados os orçamentos das empresas, foi escolhida para a fabricação a empresa Fornos Sanchis, conforme desenho na Figura 3.

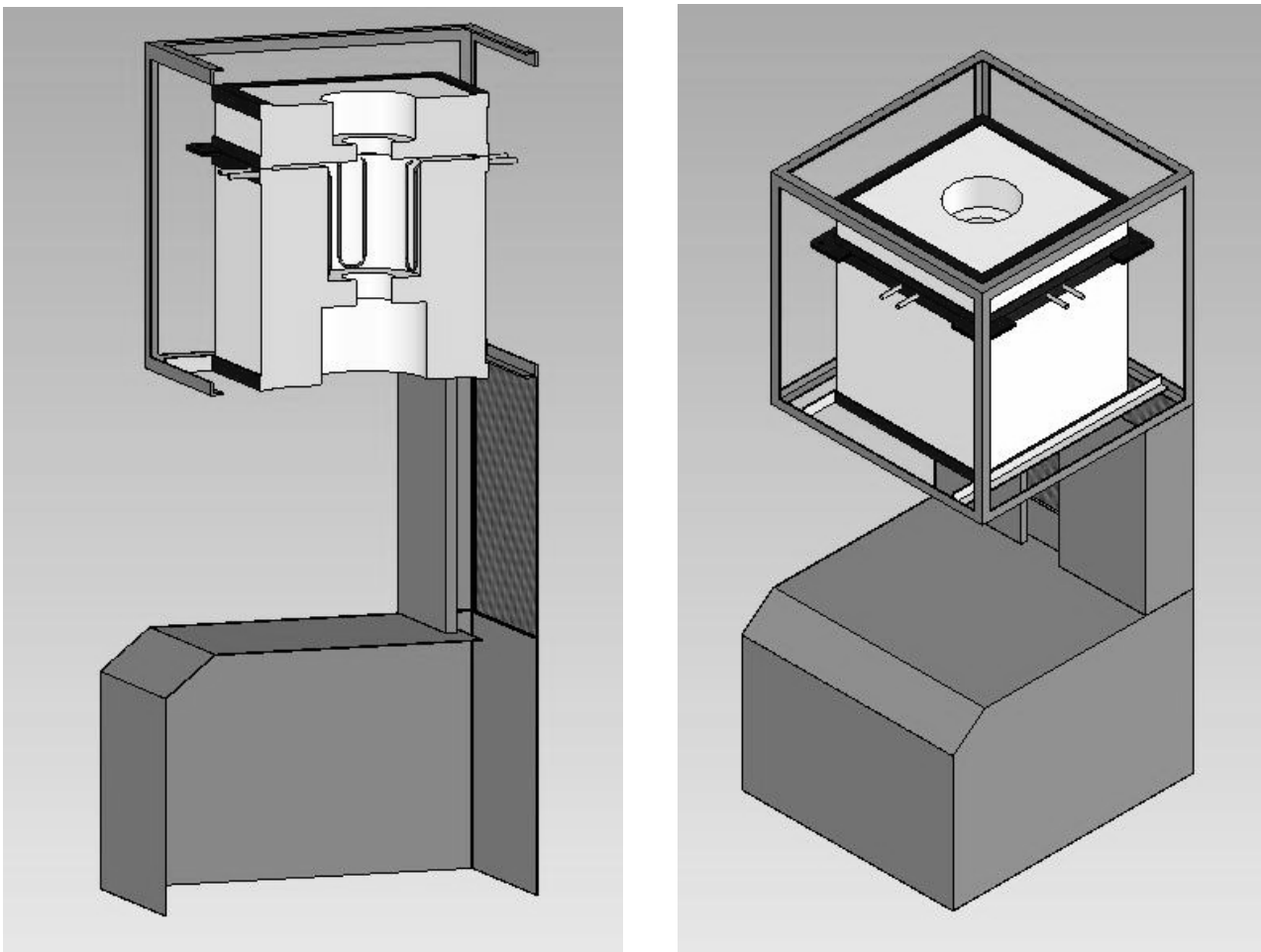


Figura 3 : Representação esquemática do forno de solidificação unidirecional vertical.

Após definidas as dimensões da câmara de trabalho do forno, foi desenvolvido o projeto do conjunto molde ou lingoteira bipartida, fabricada em aço inoxidável austenítico AISI 316, como apresenta a Figura 4. Na base da lingoteira é acoplada a chapa molde (Figura 5), que fecha o fundo do sistema molde, e na chapa molde é fixado o sistema de refrigeração a ar ou água (Figura 6), também confeccionadas em aço inoxidável AISI 316. Para a chapa molde e base refrigerada foram projetadas duas configurações que impõem condições distintas de extração de calor no sistema. O conjunto lingoteira, chapa molde e base refrigerada apóia-se diretamente sobre a plataforma móvel do forno. Todos os desenhos técnicos também foram realizados com o auxílio do software ProEngineer. Todas as dimensões em milímetros.



previamente definidas, bem como a determinação dos principais parâmetros de solidificação e transferência de calor no sistema metal/refrigeração, como a determinação do comportamento dos coeficientes de transferência de calor nas interfaces metal/molde e molde/refrigeração, do início ao final da solidificação.

As análises metalográficas foram realizadas segundo as normas ASTM (ASTM E 3, E 381 e E 112), seguindo a metodologia: escolha da região a ser analisada, corte, embutimento, identificação da amostra, lixamento até a grana #600, ataque com a solução Nital 0,5% para as amostras de zinco e de 0,5% HF para revelação das macroestruturas de alumínio.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 7 apresenta imagens do forno durante a fase de construção, destacando a estrutura externa, o sistema de aquecimento e a cavidade interna da câmara quente.

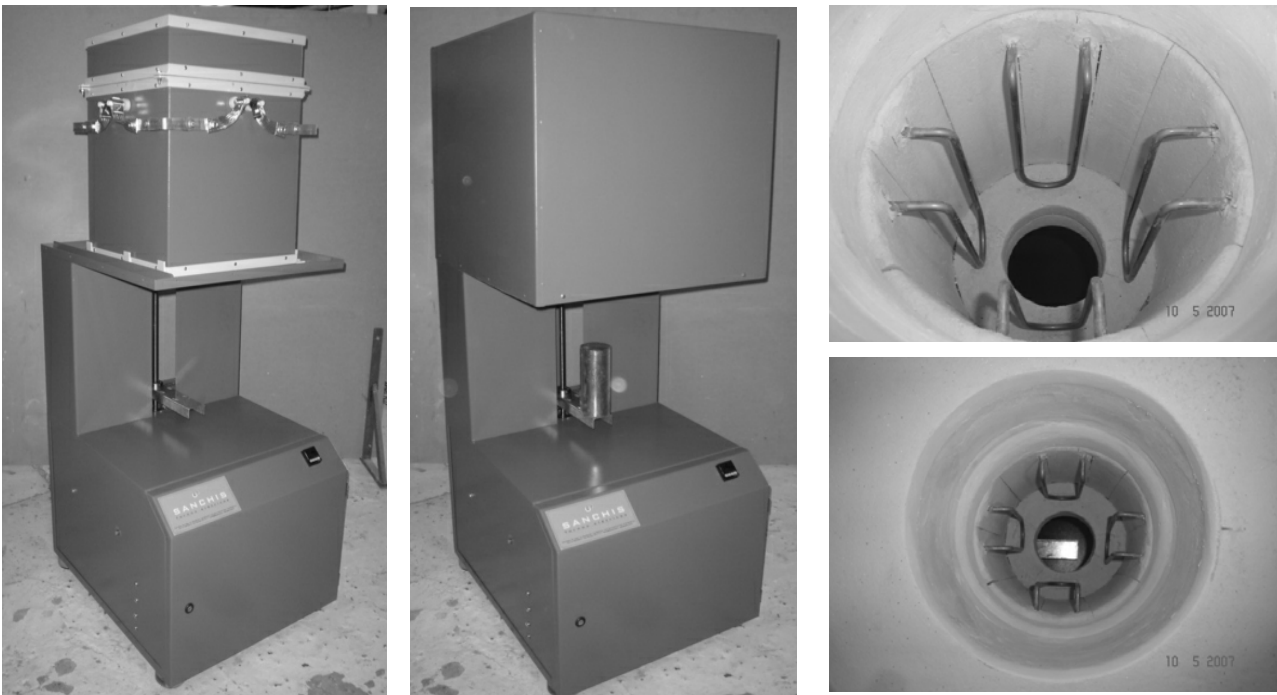


Figura 7 : Forno em fase de construção na Fornos Sanchis.

A Figura 8 mostra macrografias dos lingotes de zinco e alumínio puros obtidos após solidificação unidirecional. Conforme se observa, as macroestruturas apresentaram-se completamente colunares, demonstrando a eficiência do sistema de refrigeração do conjunto chapa molde e base refrigerada. Para os experimentos iniciais, foram adotadas as seguintes condições iniciais: Para o Zn – temperatura de vazamento: 520 °C, temperatura da água de refrigeração: 19 °C, comprimento do lingote: 120 mm, Para o Al - temperatura de vazamento: 720 °C, temperatura da água de refrigeração: 18 °C, comprimento do lingote: 120 mm. Em ambos os casos foram utilizadas condições de refrigeração máxima à água.

Conforme relatado na literatura, a transição colunar-equiaxial depende de vários fatores associados ao processo de solidificação, tais como composição química do metal ou liga, material e temperatura do molde, temperatura de vazamento do metal líquido, coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde, presença de nucleantes e correntes convectivas no banho, entre outros, os quais serão analisados sequencialmente.

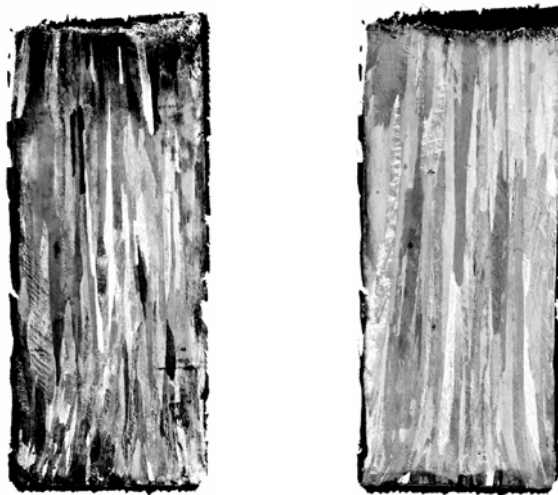


Figura 8 : Macroestruturas : lingote de zinco puro e lingote de alumínio puro.

#### 4. CONCLUSÕES

Conforme observou pelas práticas experimentais iniciais e pela caracterização das macroestruturas dos lingotes solidificados, o sistema forno de fusão/solidificação e lingoteira refrigerada para solidificação in situ comportou-se de maneira bastante satisfatória, permitindo operações seguras e bem controladas. Futuros experimentos serão realizados com monitoramento do metal durante a solidificação, levantamento das curvas de resfriamento, variação dos parâmetros de refrigeração e caracterização macroestrutural, objetivando estruturas colunares grosseiras.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq, pelo financiamento de um Projeto Universal e pela concessão de bolsa de iniciação científica, e a PUCRS. Agradecem também à Sérgio Domingos Alegre, técnico mecânico da Faculdade de Engenharia da PUCRS, pelo auxílio no desenvolvimento dos projetos.

#### 6. REFERÊNCIAS

- ASTM E 3-95 Practice for Preparation of Metallographic Specimens, 1980, ASM, USA.
- ASTM E 381-85 Method of Macroetching Testing Steel Bars, Billets, Blooms and Forgings, 1985, ASM, USA.
- ASTM E 112-96 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, 1996, ASM.
- Garcia, A., 2001, “Solidificação dos Metais: Princípios e Aplicações”; Editora da Unicamp, 1ª Ed., Campinas, Brasil.
- Goulart, P.R., 2005, “Variáveis Térmicas de Solidificação, Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Hipoeutéticas Al-Si”, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Dissertação de Mestrado.
- Mello, M.L.N., Santos, C.A., Penhalber, C.A., 2002, “Determinação Numérica/Experimental do Coeficiente de Transferência de Calor na Interface Metal/Molde durante a Solidificação do Aço Inoxidável AISI 304”, Revista Matéria, Vol. 10, N. 1, pp. 545-557.
- Muller, A., 2002, “Solidificação e Análise Térmica dos Metais”, Editora da UFRGS, 1ª Ed., Porto Alegre, Brasil.
- Santos, C.A., 1997, “Influência das Taxas Direcionais de Resfriamento na Evolução da Solidificação em Sistemas Metal/Molde”, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Dissertação de Mestrado.

- Santos, C.A., 2001, “A Inserção de Técnicas de Inteligência Artificial na Modelagem Matemática do Lingotamento Contínuo de Aços”, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Tese de Doutorado.
- Santos, C.A.; Quaresma, J.M.V.; Garcia, A., 2001, “Determination of Transient Interfacial Heat Transfer Coefficients in Chill Mold Castings”, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 319, N. 1-2, pp. 174-186.
- Siqueira, C.A., Cheung, N., Garcia, A., 2003, “The Columnar to Equiaxed Transition During Solidification of Sn–Pb Alloys”, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 351, pp. 126–134.
- Spim, J.A., Santos, C.A., 2004, “Modelagem Matemática da Solidificação”, M & M - Metalurgia e Materiais, Vol. 60, N. 1, pp. 698-701.

## **DEVELOPMENT OF A VERTICAL UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION FURNACE TO OBTAIN COLUMNAR MACROSTRUCTURES IN METALS**

### **Cleison Luis de Carvalho Webber**

Faculty of Engineering – FENG, Pontifical Catholic University of Rio Grande do Sul – PUCRS, Av. Ipiranga, 6681, C.E.P. 90.619-900, Partenon, Porto Alegre, R.S., Brazil  
cleisonwebber@hotmail.com

### **Arthur B. Beskow**

Pos-Graduation Program in Materials Engineering and Technology – PGETEMA, FENG, PUCRS  
arthurb@pucrs.br

### **Carlos Alexandre dos Santos**

Pos-Graduation Program in Materials Engineering and Technology – PGETEMA, FENG, PUCRS  
carlos.santos@pucrs.br

**Abstract:** *This work presents the development of a vertical unidirectional solidification furnace to obtain columnar macrostructures in zinc and aluminum pure metals, and silicon posterior. The main design criteria were to ensure a dominant unidirectional heat flow during solidification. This objective was achieved by adequate refrigeration of the chill and isolation of the casting chamber. The heat was extracted only through a water-cooled bottom, promoting upward directional solidification. A stainless steel mold was used having an internal diameter of 50 mm, height 180 mm and a wall thickness of 12 mm. The bottom part of the mold was closed with 10mm stainless steel sheet. The metals are melted in situ and the lateral electric heaters had their power controlled in order to permit a desired superheat to be achieved. To begin solidification, the electric heaters are disconnected and at the same time the water flow is initiated. Temperatures in the mold and in the casting are monitored during solidification via the output of a bank of type K thermocouples, (1.6mm diameter) accurately located with respect to the metal/mold interface. Initial experiments were performed with Zn and Al pure metals. Longitudinal specimens were cut from the center of the solidified casting. In any case examined, macrostructures were completely columnar.*

**Keywords:** *unidirectional furnace, solidification, pure metals.*