

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ENGENHARIA DE MATERIAIS  
MESTRADO PROFISSIONAL**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE COMPÓSITOS DE AÇO  
DUPLEX UNS S31803 COM CARBETO DE CROMO, CARBETO DE  
VANÁDIO E METANOL**

**FLAVIO YUJI ASSAHI**

Itajubá, dezembro de 2020

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM**  
**ENGENHARIA DE MATERIAIS**  
**MESTRADO PROFISSIONAL**

**FLAVIO YUJI ASSAHI**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE COMPÓSITOS DE AÇO**  
**DUPLEX UNS S31803 COM CARBETO DE CROMO, CARBETO DE**  
**VANÁDIO E METANOL**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre Profissional em Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Desenvolvimento, Processamento e Caracterização de Materiais

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dra. Márcia Regina Baldissera Rodrigues  
Co-orientador: Prof. Dr. Geovani Rodrigues

Itajubá, dezembro de 2020

# DEDICATÓRIA

*Primeiramente a Deus que me deu forças para continuar batalhando em busca dos meus sonhos. A minha família pelos ensinamentos, incentivo, amor e apoio incondicional.*

# AGRADECIMENTOS

A Deus, que me deu coragem, força e proteção para continuar batalhando e que me acolheu nos dias mais difíceis.

A toda a minha família, principalmente meus pais Mario Y. Assahi e Maria M. Y. Assahi pelo suporte, ensinamentos e força para continuar a seguir em frente.

A minha companheira Thainah de O. P. Ribeiro por acreditar no meu sucesso e estar sempre ao meu lado nos momentos bons e ruins que passamos juntos.

A minha orientadora Márcia Regina Baldissera Rodrigues e meu co-orientador Geovani Rodrigues, pelo apoio, ajuda e principalmente por todo conhecimento transmitido e confiança no meu trabalho.

Ao todo grupo de pesquisa, em especial o Marcos, Jonas e Claudemiro, dos laboratórios da UNIFEI e meu amigo Claudiney pelo apoio nesta pesquisa e as amizades cultivadas nele.

Aos professores e funcionários da Universidade Federal de Itajubá, os quais tiveram disponibilidade e paciência para auxiliar e apoiar-me nesta jornada.

*“Escolhe um trabalho de que gostes,  
e não terás que trabalhar nem um dia na tua vida.”*

*Confúcio*

## RESUMO

Os aços inoxidáveis duplex (AID), que apresentam microestrutura bifásica com proporções aproximadamente iguais de ferrita e austenita, são amplamente utilizados em componentes de alto desempenho para as indústrias de gás, nuclear, química e papel, devido à sua combinação superior de resistência à corrosão e mecânica. Quando produzido utilizando o processo de metalurgia do pó é possível aprimorar algumas propriedades, como dureza e resistência ao desgaste. Neste trabalho, amostras do aço AID UNS S31803 com adição de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  ou VC e sem adições foram produzidas via metalurgia do pó, utilizando moagem de alta energia. Para isso cavacos do aço AID UNS S31803 foram moídos sem adições, com adição de 3% em peso de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  ou VC e com adição de 3% em peso de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  ou VC adicionando 1% em peso de metanol como Agente Controlador de Processo (ACP), pelos tempos de 20h, 40h e 60h. Os pós moídos por 40h e 60h, foram sinterizados  $1250^\circ\text{C}$  por 1 hora, sob atmosfera de argônio. Os pós foram caracterizados quanto ao tamanho de partículas e à morfologia utilizando as técnicas peneiramento, granulometria a laser e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As fases que compõem a aço foram avaliadas antes e após os processos de moagem por difração de raios X (DRX). Após a sinterização as amostras foram avaliadas quanto à porosidade e densificação, utilizando a técnica de microscopia óptica e o método de Arquimedes, respectivamente. Os resultados mostraram que a adição de carbeto e agente controlador de processo na moagem de alta energia aumentou a eficiência de moagem, pois se observou a obtenção de maior fração volumétrica de partículas menores. Entre as condições estudadas, o aço moído com adições de carbeto de vanádio e metanol foi a mais eficiente. Após a etapa de sinterização as amostras que apresentaram a menor porosidade foi aquela moída com adição de carbeto de vanádio e metanol, apresentando porosidade superficial de 2,19% e densidade de  $5,13 \text{ g/cm}^3$ .

**Palavras-chave:** Moagem de alta energia; carbeto de cromo; carbeto de vanádio; agente controlador de processo; metanol; Aço inoxidável duplex; Metalurgia do pó.

## ABSTRACT

Duplex stainless steels (AID), which have a biphasic microstructure with approximately equal proportions of ferrite and austenite, are widely used in high performance components for the gas, nuclear, chemical, and paper industries, due to their superior combination of corrosion resistance and mechanics. When produced using the powder metallurgy process, it is possible to improve some properties, such as hardness and wear resistance. In this work, samples of AID UNS S31803 steel with the addition of Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> or VC and without additions were produced via powder metallurgy, using high energy grinding. For this purpose, AID UNS S31803 steel chips were milled without additions, with the addition of 3% by weight of Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> or VC and with the addition of 3% by weight of Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> or VC adding 1% by weight of methanol as Process Control Agent (PCA), for the times of 20h, 40h and 60h. The powders milled for 40h and 60h were sintered at 1250°C for 1 hour, under an argon atmosphere. The powders were characterized for particle size and morphology using sieving, laser granulometry and Scanning Electron Microscopy techniques (SEM). The phases that make up steel were evaluated before and after the X-ray diffraction (XRD) grinding processes. After sintering the samples were evaluated for porosity and densification, using the optical microscopy technique and the Archimedes method, respectively. The results showed that the addition of carbides and process controlling agent in high energy grinding increased the grinding efficiency, as it was observed that a larger volume fraction of smaller particles was obtained. Among the conditions studied, steel milled with additions of vanadium carbide and methanol was the most efficient. After the sintering step, the samples with the lowest porosity were those ground with the addition of vanadium carbide and methanol, with a surface porosity of 2.19% and a density of 5.13 g/cm<sup>3</sup>.

**Key words:** High energy grinding; chromium carbide; vanadium carbide; process controlling agent; methanol; Duplex stainless steel; Powder metallurgy.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Microestrutura típica de um aço inoxidável austenítico (1) e microestrutura típica do AID (2). .....	7
Figura 2 - Diferentes formatos possíveis de partícula de pó. ....	10
Figura 3 - Esquema representativo do movimento das esferas no interior do recipiente de moagem. ....	11
Figura 4 - Representação esquemática mostrando as diferentes formas de impacto que podem ocorrer durante a moagem de alta energia (a) impacto sobre cabeça, (b) impacto oblíquo e (c) múltiplos impactos. ....	12
Figura 5 – Compactação do pó metálico. ....	17
Figura 6 - Mecanismo de compactação do pó. ....	18
Figura 7 – Influência do empacotamento de partículas no volume da peça partindo-se de uma mistura bimodal de partículas (finas e grossas). ....	19
Figura 8 - Mistura binária sem interação. Partículas de maior dimensão dominantes. ...	20
Figura 9 - Mistura binária sem interação. Partículas de menor dimensão dominantes. .	20
Figura 10 - Efeito parede exercido pelo grão classe 2 dominantes. ....	21
Figura 11 - Efeito de afastamento exercido pelo grão classe 1 dominante. ....	21
Figura 12 - Etapas da sinterização. ....	22
Figura 13 – Relação entre as propriedades em relação temperatura de sinterização de um metal. ....	23
Figura 14 – Fluxograma dos procedimentos realizados durante os ensaios. ....	24
Figura 15 – Cavaco do aço inoxidável duplex UNS S31803. ....	25
Figura 16 - Moinho de alta energia da marca NOAH NQM-2 localizado no LPCM da UNIFEI. ....	27
Figura 17 – Agitador de peneiras localizado no LPCM da UNIFEI. ....	27
Figura 18 – Analisador de tamanho de partículas localizado no LCE da UNIFEI. ....	28
Figura 19 – Pós dispostos nos cadinhos para o tratamento térmico de alívio de tensões	29
Figura 20 – Prensa uniaxial Schulz localizado no LPCM da UNIFEI. ....	29
Figura 21 – Pastilha formada a partir da prensa uniaxial. ....	30
Figura 22 – Microscópio Óptico localizado no LPCM da UNIFEI. ....	31



Figura 23 – Forno de sinterização da marca NABERTHERM localizado no LPCM da UNIFEI.....	31
Figura 24 – Pastilhas dispostas nos cadinhos de alumina para a sinterização.....	32
Figura 25 - Microscópio eletrônico de varredura. Marca ZEISS, modelo EVO MA15 localizado no LCE da UNIFEI. ....	33
Figura 26 - Difratorômetro da marca PANalytical, modelo X'Pert Pro localizado no LCE da UNIFEI.....	34
Figura 27 – Balança com kit de densidade localizado no LPCM da UNIFEI.....	34
Figura 28 – Micrografia do UNS S31803 moído por (a) 20h, (b) 40h e (c) 60h, obtidas pelo estereoscópio.....	36
Figura 29 – Micrografia do UNS 3CrC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3CrC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente, obtidas pelo estereoscópio.....	37
Figura 30 – Micrografia do UNS 3VC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3VC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente, obtidas pelo estereoscópio.....	39
Figura 31 – Amostra UNS S31803 moída por 20h, 40h e 60h (a), (b) e (c) respectivamente, obtidas pelo MEV.....	40
Figura 32 – Micrografia do UNS 3CrC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3CrC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente obtidas pelo MEV.....	42
Figura 33 – Micrografia do UNS 3VC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3VC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente obtidas pelo MEV.....	43
Figura 34 - Mapeamento dos pós de um aço inoxidável com adição de $Cr_3C_2$ ; (a) Imagem de partida. (b) Mapeamento para identificação de partículas cromo. (c) Espectros de EDX de aço inoxidável duplex para identificação de elementos químicos principais. ....	44
Figura 35 - Mapeamento dos pós de um aço inoxidável com adição de VC; (a) Imagem de partida. (b) Mapeamento para identificação de partículas vanádio. (c) Espectros de EDX de aço inoxidável duplex para identificação de elementos químicos principais...	45
Figura 36– Curva granulométrica de todas as amostras no tempo de 20 horas de moagem. ....	48
Figura 37– Curva granulométrica de todas as amostras no tempo de 40 horas de moagem. ....	48

Figura 38– Curva granulométrica de todas as amostras no tempo de 60 horas de moagem. .....	49
Figura 39 – Resultado de difração a laser do aço UNS S31803 moído por 20h, 40h e 60h (a), (b) e (c) respectivamente.....	51
Figura 40 - Resultado de difração a laser do UNS 3CrC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3CrC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente. ....	52
Figura 41 - Resultado de difração a laser do UNS 3VC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3VC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente. ....	53
Figura 42 – Microestrutura do UNS S31803 sinterizado a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h. ....	55
Figura 43 – Microestrutura do UNS 3CrC sinterizada a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h. .....	55
Figura 44 – Microestrutura do aço UNS 3VC sinterizada a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h. ....	56
Figura 45 – Microestrutura do UNS 3CrC 1M sinterizada a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h. ....	56
Figura 46 – Microestrutura do aço do UNS 3VC 1M sinterizada a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h.....	57
Figura 47 - Difração de raios X de aço inoxidável nas seguintes condições: moagem por 20h, 40h, 60h horas e conforme recebido.....	60

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais propriedades físicas dos aços inoxidáveis com destaque para o aço UNS S 31803.....	5
Tabela 2–Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis com destaque para o AID UNS S 31803.....	6
Tabela 3 - Composição química dos principais aços inoxidáveis com destaque para o AID UNS S 31803.....	6
Tabela 4 - Técnicas de produção do pó metálico e suas características.....	9
Tabela 5 - Características do pó metálico e suas influências.....	9
Tabela 6 - Composição química típica do aço inoxidável dúplex UNS S31803 (% em peso).....	25
Tabela 7 – Composições usadas no processo de moagem de alta energia.....	26
Tabela 9 – Parâmetro D50 e redução no tamanho médio do UNS S31803 e suas adições.....	47
Tabela 8 – Distribuição, parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do UNS S31803 e suas adições.....	50
Tabela 10 – Taxa de porosidade das pastilhas sinterizadas do aço UNS S31803 e suas adições.....	54
Tabela 11 – Valores de densidade à verde, densidade do material sinterizado e densidade pelo método de Arquimedes do aço UNS S31803 e com a adição de outros materiais.....	59

## LISTA DE SIGLAS

- AID – Aço Inoxidável Dúplex;  
AISI – *American Iron and Steel Institute*;  
UNS – *Unified Numbering System*;  
CCC – Cúbica de Corpo Centrado;  
CFC – Cúbica de Face Centrada;  
DRX – Difração de Raios-X;  
MO – Microscópio Óptico;  
MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura;  
MP – Metalurgia do Pó;  
MAE – Moagem de Alta Energia;  
PCA – Agente Controlador de Processo;  
SAE – Sociedade de Engenheiros Automotivos.

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\alpha$  – Fase ferrita;

$\gamma$  – Fase austenita;

$\text{Cr}_3\text{C}_2$  – Carbeto de cromo;

VC – Carbeto de vanádio;

$\text{CH}_3\text{OH}$  – Metanol.

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>i</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>iv</b>
<b>LISTA DE SIGLAS.....</b>	<b>v</b>
<b>LISTA DE SÍMBOLOS.....</b>	<b>vi</b>
<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
1.1 Objetivos.....	2
1.2 Justificativas.....	2
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>3</b>
2.1 Aços .....	3
2.1.1 Aços Inoxidáveis duplex .....	5
2.2 Metalurgia do pó.....	8
2.2.1 Moagem de alta energia.....	8
2.2.1.1 Sistemas de moagem.....	13
2.2.1.2 Variáveis do processo de moagem.....	14
2.2.1.2.1 Adição de carbetos e agente controlador de processo .....	15
2.3 Prensagem uniaxial .....	16
2.3.1 Distribuição de partículas .....	18
2.4 Sinterização.....	22
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>24</b>
3.1 Materiais .....	25
3.2 Métodos .....	26
3.2.1 Moagem de alta energia.....	26
3.2.2 Classificação granulométrica por peneiramento.....	27
3.2.3 Análise de tamanho de partícula por difração a laser .....	28
3.2.4 Tratamento térmico para alívio de tensão.....	28
3.2.5 Prensagem Uniaxial .....	29
3.2.6 Determinação da densidade à verde .....	30

3.2.7	Microscopia Óptica.....	30
3.2.8	Sinterização .....	31
3.2.9	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	32
3.2.10	Difratometria de Raios X.....	33
3.2.11	Densidade das amostras sinterizadas .....	34
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>35</b>
4.1	Morfologia das partículas dos pós .....	35
4.2	Morfologia das partículas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)...	40
4.3	Distribuição das partículas do carbetto nas amostras moídas .....	44
4.4	Granulometria do aço UNS S31803 nas diferentes condições de moagem....	46
4.4.1	Classificação granulométrica pelo método de Peneiramento .....	46
4.4.2	Classificação granulométrica por difração a laser .....	49
4.5	Caracterização do material sinterizado .....	54
4.5.1	Porosidade .....	54
4.5.2	Densidade pelo método de Arquimedes .....	58
4.5.3	Difração de raios (DRX).....	59
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS</b>	
	<b>TRABALHOS.....</b>	<b>61</b>
5.1	Conclusão.....	61
5.2	Sugestões para trabalhos futuros.....	62
<b>6</b>	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>63</b>
<b>7</b>	<b>ANEXOS.....</b>	<b>67</b>

# 1 INTRODUÇÃO

Os metais surgiram em aproximadamente 6500 a.C, com a idade do bronze, e se tornaram materiais de suma importância em qualquer sociedade existente desde então. Seu surgimento acelerou mudanças na evolução das civilizações, e a produção de armas e ferramentas determinou a superioridade aos homens que a dominava (RANIERI, 2010).

Os aços inoxidáveis dúplex (AID) fazem parte de uma classe de materiais com microestrutura bifásica, composta por uma matriz ferrítica e ilhas de austenita, com frações volumétricas aproximadamente iguais dessas fases. Essa classe de materiais é caracterizada por apresentar interessante combinação de elevadas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão e, por isso, é considerada bastante versátil. Os aços inoxidáveis dúplex são, frequentemente, utilizados nas indústrias química e petroquímica, de papel e celulose, siderúrgicas, alimentícias e de geração de energia (SENATORE, *et. al.*, 2007).

Os AID combinam suas boas propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Tem propriedades que ficam entre os aços inoxidáveis austeníticos, ferríticos e aço carbono. Possuem tenacidade maior que os aços inoxidáveis austeníticos, tendo ainda uma boa ductilidade e dureza (BERGLUND, *et. al.*, 1989).

A produção do AID é complexa, em geral feito por fundição sendo composta de uma série de etapas de tratamentos termomecânicos. Em se tratando de um material de alto valor agregado o seu reaproveitamento seria de grande relevância.

A metalurgia do pó (MP) é uma técnica interessante também para a produção, no que consiste na deformação das partículas de pó plasticamente a todo instante, soldadas a frio, fragmentadas, ressoldadas, por meio de esferas de aço inoxidável, e inseridas em um vaso de moagem, geralmente, feito do mesmo material das esferas.

Pela técnica de MP pode-se produzir peças metálicas importante para, dentre outros motivos, o reaproveitamento de cavacos de usinagem – ou seja, um método de reuso de materiais que são “descartes” de outros processos.



Os AID preparados pela rota de MP atraiu a atenção dos pesquisadores devido à sua capacidade de produzir componentes com forma quase líquida, resistência à corrosão superior e uma ampla gama de propriedades mecânicas através de várias seleções de liga e opções de processamento (CHAIRA, 2014).

Esta técnica é esperada como uma alavanca ao futuro do desenvolvimento de materiais de alto desempenho que poderão ser aplicados em condições críticas em produtos tecnologicamente avançados, sendo promissora como grande contribuinte para o futuro da tecnologia e engenharia (PAPINI, 2003).

## **1.1 Objetivos**

O objetivo deste trabalho é avaliar a viabilidade da reciclagem no estado sólido (RSS) do aço inoxidável dúplex via moagem de alta energia de cavacos visando a produção de compósitos com a adição de carbetos de vanádio e de cromo. Para alcançar esta meta, definiu-se alguns objetivos secundários:

- Avaliar a eficiência na moagem da adição de carbetos de cromo e vanádio e o agente controlador de processo metanol;
- Avaliar a influência dos diferentes tempos estabelecidos no processo de moagem, definido por 20h, 40h e 60h;
- Avaliar entre as pastilhas prensadas, a que apresenta a menor porosidade e maior densidade de Arquimedes.

## **1.2 Justificativas**

Os aços inoxidáveis duplex são ligas de Fe-Cr-Ni-Mo-C que contém pelo menos 12% de cromo em massa, o que confere ao aço boa resistência à corrosão. São constituídos de frações volumétricas das fases de ferrita e austenita em proporções de  $50\% \pm 5\%$ , exibindo propriedades mecânicas e de resistência à corrosão superior aos outros aços em uma ampla gama de aplicações (GUNN, 2003). Devido às suas propriedades mecânicas e da resistência a corrosão, essas ligas ferrosas são utilizadas em

larga escala como elementos estruturais, componentes rotativos nas plataformas de exploração de petróleo e em indústrias automobilísticas.

A reutilização dos materiais recicláveis tem como principais objetivos minimizar os impactos ambientais e racionalizar a utilização das cadeias energéticas (DELFORGE, *et al.*, 2007). Uma alternativa para a reutilização de cavacos é a utilização de moagem de alta energia e uma grande vantagem do aço inoxidável é a sua capacidade de ser reciclável.

Este trabalho se destaca por ser uma alternativa para a reutilização de cavacos do AID UNS S31803 através da moagem de alta energia e a produção de compósitos de AID/carbeto. Também possui apelo ambiental, uma vez que pode ser uma alternativa para reciclagem de resíduos que seriam descartados ao meio ambiente.

## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 Aços**

Um aço pode ser considerado ideal quando apresentar, em função da aplicação, alta resistência mecânica e tenacidade, boa forjabilidade e usinabilidade, facilidade de se tratar termicamente, resistência à corrosão, fadiga e nucleação e propagação de trincas, além de ser de baixo custo (PAPINI, 2003).

Existem diversos tipos de aço disponíveis no mercado, e os principais estão agrupados em: Aço Carbono Simples, Aço Retificado, Aço Mola, Aço para Construção Mecânica, Aço Ferramenta e Aço Inox (AÇOS NOBRE, 2019).

A característica química do Aço Carbono Simples é, como o próprio nome diz, a sua simplicidade na composição, produzido apenas com ferro e carbono sem a adição de elementos em quantidades consideráveis. A liga apresenta uma boa usinabilidade, boa forjabilidade e baixa resistência mecânica. Segundo a classificação SAE (*Society of Automotive Engineers*) esse tipo de material começa com a numeração 10, indicando que se trata de aço carbono simples. As características do material variam de acordo com a proporção de carbono presente na liga. Isso é o que indica os dois últimos números da

classificação SAE. Por exemplo, o aço 1020 é composto de ferro com aproximadamente 0,20% de carbono. As aplicações desse tipo de aço incluem peças para a indústria em geral: automobilística, agrícola, máquinas e equipamentos (AÇOS NOBRE, 2019).

O Aço Retificado é formado quando a liga ferro-carbono passa por um processo especial que elimina danos, melhorando o acabamento e a precisão dimensional. Esse tratamento é muito usado para a produção de cilindros hidráulicos, colunas, eixos de máquina e etc. O aço retificado é feito especialmente para as aplicações que exigem um acabamento fino e muito preciso (AÇOS NOBRE, 2019).

O Aço Mola apresenta como característica mecânica alta temperabilidade, boa ductibilidade e baixa soldabilidade pois precisam ser elásticos e resistentes, aguentando tensões sem sofrer deformação permanente. Existem dois tipos de aços mais usados para essa finalidade. A liga de aço-cromo, indicada pela classificação SAE com o número 5XXX, e a liga de aço-cromo-vanádio, indicada pela numeração 6XXX. Estes aços são aplicados principalmente em fabricação de molas, pinos, fixadores e lâminas de corte (AÇOS NOBRE, 2019).

O Aço para Construção Mecânica é produzido especialmente para fabricar peças e engrenagens. Por isso, ele apresenta boa temperabilidade, boa forjabilidade, boa usinabilidade e boa soldabilidade. Para essas aplicações, usa-se liga de ferro, carbono e molibdênio. Essa composição é indicada pela classificação SAE como 4XXX. Outro tipo de aço comum é a liga de níquel, cromo e molibdênio. Essa última é classificada como SAE 8XXX. As aplicações desse aço são para a fabricação de diversos produtos como engrenagens, pinos, buchas, bielas, rolamentos e eixos (AÇOS NOBRE, 2019).

As características mecânicas do Aço Ferramenta são: altamente resistentes e aceitam o trabalho em temperaturas extremas. O aço para a produção de ferramentas é feito em diferentes ligas dependendo da aplicação desejada. Essas ligas se dividem em 4 grandes grupos: usinagem classificada como SAE MXX, trabalhos a quente apresenta a sigla HXX, trabalhos a frio apresenta a sigla DXX, OXX ou SXX e para moldes de plásticos apresenta na sigla a letra PXX (AÇOS NOBRE, 2019).

Os Aços Inoxidáveis são ligas com o teor mínimo de 12% de cromo. Os aços inoxidáveis são geralmente nomeados pelo sistema numérico *American Iron and Steel Institute* (AISI), pelo *Unified Numbering System* (UNS), ou pelo seu nome comercial. No sistema UNS, a designação é feita pela letra S seguida por um número de cinco dígitos,

como no caso o aço inox duplex UNS S31803. Na superfície do aço, se forma uma camada fina, aderente e impermeável. Assim, essas ligas têm excelente resistência a substâncias com potencial de ataque químico. Pelas suas excelentes propriedades, esse material é indispensável em certos componentes da indústria alimentícia, agroalimentar, médica, naval e muitas outras (DAVIS *et. al.*, 1997).

### 2.1.1 Aços Inoxidáveis duplex

O desenvolvimento dos aços inoxidáveis, que foram descobertos na primeira década do século 20, significou um grande avanço na fabricação de materiais resistentes à corrosão. Dentre os aços inoxidáveis desenvolvidos, estão os aços inoxidáveis duplex (AID). Os AID são aços de baixo teor de carbono, ligados principalmente ao cromo, níquel e molibdênio que possuem composição balanceada, de modo a se obter uma microestrutura mista, com frações volumétricas aproximadamente iguais de ferrita e austenita. Estas características os tornam ainda mais resistentes aos efeitos corrosivos e a mudanças bruscas de temperatura (WALDÉN, *et. al.*, 1994).

Os AID são amplamente utilizados em componentes de alto desempenho para as indústrias de gás, nuclear, química e papel devido à sua combinação superior de resistência à corrosão e resistência mecânica, comparados aos aços inoxidáveis mais comuns (WALDÉN, *et. al.*, 1994). A Tabela 1 mostra as principais características físicas dos AID em comparação dos aços inoxidáveis austeníticos (LONDOÑO, 1997).

Tabela 1 – Principais propriedades físicas dos aços inoxidáveis com destaque para o aço UNS S 31803.

<b>Tipo</b>	<b>Grau</b>	<b>Temp.</b>	<b>Módulo Young</b>	<b>Calor Especí- fico</b>	<b>Condu- tividade térmica</b>	<b>Coefficiente de Expansão Térmica Linear</b>	
<b>Unidade</b>	<b>UNS</b>	<b>°C</b>	<b>GPa</b>	<b>J/kg.K</b>	<b>W/m.K</b>	<b>°C</b>	<b>10<sup>-6</sup>/K</b>
<b>Austenítico</b>	S 30400	20	205	520	16	20-100	16
	S 08904	20	205	544	15	20-100	16
<b>Duplex</b>	S 31803	20	200	400	17	20-100	13,5
	S 32550	20	200	450	17	20-200	13,5
	S 32750	20	200	470	16	20-100	13

Fonte: (LONDOÑO, 1997).

Os AID apresentam menores coeficientes de expansão térmica do que os aços inoxidáveis austeníticos, o que os tornam aconselháveis para uso em condições de ciclos térmicos, em temperaturas de aplicação menores do que 300°C. A condutividade térmica também é maior do que nos austeníticos, a qual em conjunto com a baixa expansão térmica os tornam bons candidatos à utilização em trocadores de calor (GIRALDO, 2001).

Os AID apresentam alta resistência ao impacto na temperatura ambiente. Resultados de ensaios de impacto demonstram que os aços duplex apresentam boa tenacidade, porém está limitada a fração volumétrica e a distribuição de ferrita (SENATORE *et. al.*, 2007). No entanto, os AID são menos apropriados que os austeníticos em aplicações acima de 250°C, devido à precipitação de fases que fragilizam a ferrita, e abaixo de -50°C, em virtude da ferrita absorver pouca energia na fratura em baixas temperaturas (CHARLES, 1994). Algumas propriedades mecânicas dos principais aços comerciais estão disponíveis na Tabela 2.

Tabela 2–Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis com destaque para o AID UNS S 31803.

Micro-estrutura	AISI/UNS	Limite de escoamento (MPa)	de Resistência à tração (MPa)	Alongamento mínimo (%)	Dureza Vickers
Austenita	304 L	210	515-680	45	25
	316 L	220	515-820	40	25
Duplex	S 32304	400	600-820	25	25
	S 31803	450	680-880	25	260
	S 32750	550	800-1000	25	290

Fonte: (SENATORE *et. al.*, 2007).

Os AID são ligas de duas fases com elementos de liga principais como o cromo, níquel, manganês e molibdênio. A tabela 3 mostra os principais tipos de aços inoxidáveis, com destaque para os AID e suas respectivas composições químicas (ALVAREZ, 2010).

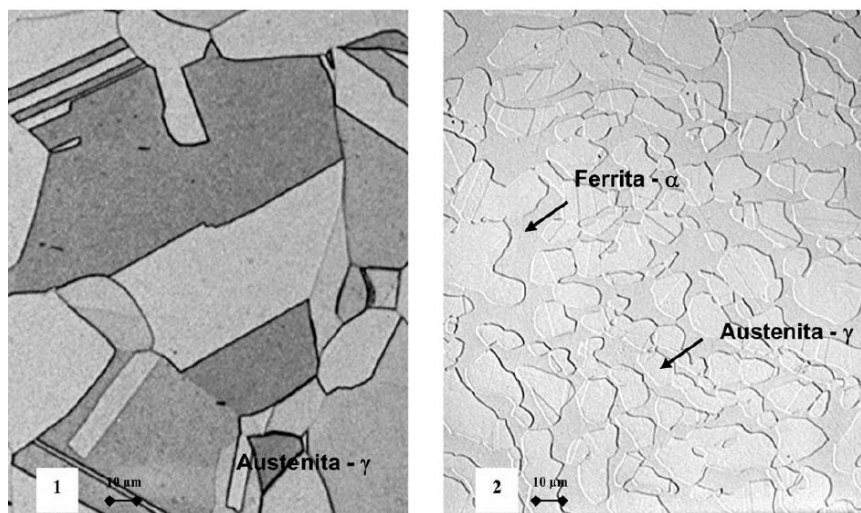
Tabela 3 - Composição química dos principais aços inoxidáveis com destaque para o AID UNS S 31803.

Microestrutura	AISI/UNS	%C máx	%Cr	%Mn	%Si	%Ni	%Mo	%N
Austenita	304 L	0,03	18,5	1,3	0,5	10	-	-
	316 L	0,03	17,5	1,7	0,4	13	2,6	-
Duplex	S 32304	0,03	23	1	0,5	4,5	-	0,1
	S 31803	0,03	22	1,5	1	5,5	3,1	0,18
	S 32750	0,03	25	1,2	0,8	7	4	0,3

Fonte: (ALVAREZ, 2010).

As fases dos AID são compostas por uma matriz ferrítica (CCC) e ilhas de austenita (CFC). As principais diferenças entre o aço de microestrutura austenita e duplex é mostrado na Figura 1.

Figura 1 - Microestrutura típica de um aço inoxidável austenítico (1) e microestrutura típica do AID (2).



Fonte: (SENATORE *et. al.*, 2007).

A microestrutura do AID pode ser alcançada através do balanceamento dos elementos de liga e de tratamentos termomecânicos. Geralmente, o tratamento termomecânico é realizado em temperaturas entre 1000°C a e 1250°C. Nessa faixa de temperatura, os aços inoxidáveis apresentam um comportamento próximo do equilíbrio estável e metaestável, produzindo uma estrutura lamelar com grãos alongados na direção de laminação e composta por uma matriz ferrítica com ilhas de austenita, sendo de aproximadamente 35-55% de ferrita e 45-65% de austenita (SOLOMON *et. al.*, 1984).

O AID é composto por metais que combinados produz um aço de boas propriedades mecânicas que os tornam um aço de alto valor agregado e grande aplicabilidade no mercado. Atualmente, muitas empresas optam por descartar em depósitos ou refundir algum componente mecânico desse material no final da sua vida útil enquanto o descarte traz grandes problemas ambientais. Devido a sua versatilidade, o seu reaproveitamento se faz necessário tendo como principal foco o baixo custo de obtenção do produto e apelo ambiental devido ao reaproveitamento de resíduos, preservando o meio ambiente.

O reaproveitamento dos cavacos, via metalurgia, do pó do AID UNS S 31803 com a adição de carbetos e metanol por moagem mecânica de alta energia é um novo método para a reciclagem de resíduos. Com o aumento do consumo de matéria-prima e energia, a reciclagem é necessária por razões ambientais e industriais.

## 2.2 Metalurgia do pó

A metalurgia do pó (MP) é uma técnica de fabricação metalúrgica usada na produção de inúmeras peças. É diferenciada dos outros processos devido à falta de um fundido durante o processamento (GHADIRI *et. al.*, 1991). Ela permite a produção de peças com formato definitivo com pequenas tolerâncias, de componentes com características estruturais e físicas específicas.

O processo de fabricação de peças metálicas por meio da MP consiste em uma série de técnicas de processamento para obtenção de pós elementares, incluindo também a moagem de sucatas metálicas para composição uniforme, com fins de compactação desses elementos em ferramental apropriado.

Uma metodologia bastante adequada para a obtenção de mistura homogênea de compostos com redução do tamanho de partículas para aplicações específicas é a moagem de alta energia. Este processo é conhecido como *mechanical alloying* quando se utiliza pós com diferentes composições ou *mechanical milling* quando ocorre moagem de sucatas metálicas ou moagem de pós uniformes (frequentemente estequiométricos) de composição, como metais puros, intermetálicos ou pós pré-ligados, nos quais a transferência de material não é necessária para a homogeneização. Diferencia-se do processo de moagem convencional devido à alta velocidade a que as esferas são submetidas e pode estabelecer, em uma mistura de pós-elementares, um mecanismo simultâneo de “soldagem” e de “fratura” pela ação das colisões das esferas com as partículas de pós dentro do jarro de moagem (SURYANARA, 2001).

### 2.2.1 Moagem de alta energia

A moagem de alta energia (MAE), pode ser denominada um método simples e eficaz no qual produz compostos a partir da mistura e moagem de pós de partida. Tal método é estudado e aplicado desde os anos 60 (ZHANG *et. al.*, 2000).

A dispersão, o tamanho e a distribuição de tamanho das partículas do aço são dependentes dos parâmetros em que foi feita a mistura, a técnica utilizada (LAI *et. al.*, 1998). Isto leva a alterações na microestrutura, refinamento de partículas, microdeformação da rede cristalina e a ocorrência de reações químicas.

Como características principais de pós metálicos temos sua distribuição granulometria, o tamanho das partículas e sua forma. Existem diferentes tipos de obtenção

de pó metálicos, que nos dão diferentes tamanhos, diversas formas, e outras características dos pós, sendo importante para uma peça final com os requisitos especificados.

A Tabela 4 apresenta uma comparação entre as principais técnicas de produção de pó metálico (o tamanho em micrometros ( $\mu\text{m}$ ) indica o diâmetro médio das partículas), enquanto a Tabela 5 indica a característica dos pós e suas influências.

Tabela 4 - Técnicas de produção do pó metálico e suas características.

<b>Técnica</b>	<b>Tamanho, <math>\mu\text{m}</math></b>	<b>Forma</b>	<b>Material</b>	<b>Custo</b>
<b>Atomização a gás</b>	5-40	Esférica	Ligas	Alto
<b>Atomização a água</b>	6-40	Arredondada	Ligas	Moderado
<b>Atomização centrífuga</b>	25-60	Esférica	Ligas	Alto
<b>Atomização a plasma</b>	2-40	Esférica	Ligas	Alto
<b>Carbonyl</b>	0,2-10	Esférica	Elementos	Moderado
<b>Oxi-redução</b>	1-10	Poligonal	Elementos	Moderado
<b>Precipitação</b>	0,1-3	Poligonal	Compostos	Baixo
<b>Moagem</b>	0,1-400	Irregular	Materiais frágeis	Moderado

Fonte: (SENATORE *et. al.*, 2007).

Tabela 5 - Características do pó metálico e suas influências.

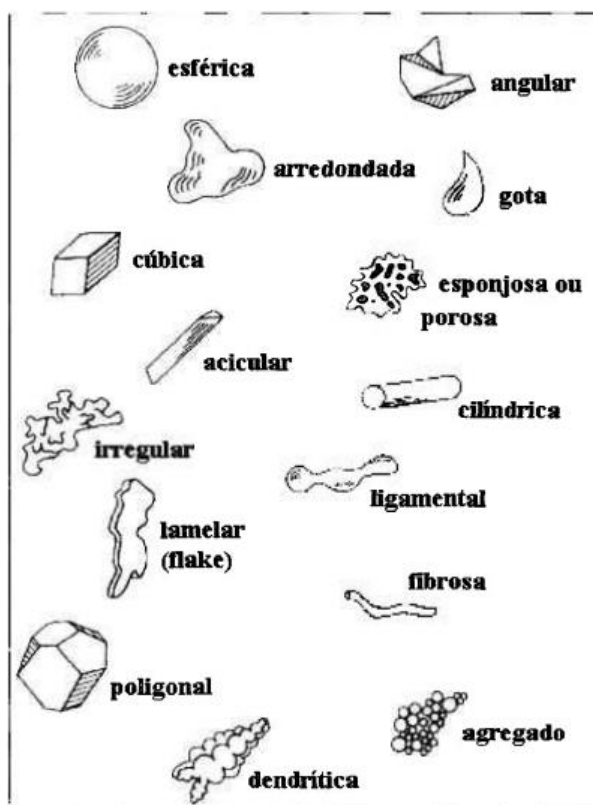
	<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>
<b>Tamanho de partícula pequena</b>	Rápida sinterização, menor defeitos de moldagem, retenção de forma	Extração lenta, maior contaminação, maior contração, alta viscosidade, maior aglomeração
<b>Forma esférica</b>	Alta compactação, baixa viscosidade, melhor fluxo	Baixa resistência mecânica, alto custo, desmoronamento na extração
<b>Larga distribuição</b>	Alta compactação, menor contração na sinterização	Menor quantidade, microestrutura heterogênea, extração lenta

Fonte: (SENATORE *et. al.*, 2007).

As partículas podem ter diversos formatos, entre eles estão: esféricas, aciculares, cúbicas, cilíndricas e esponjosas. Cada formato tem suas especificidades, e na Figura 2 estão demonstrados os diferentes formatos possíveis (SENATORE *et. al.*, 2007).



Figura 2 - Diferentes formatos possíveis de partícula de pó.



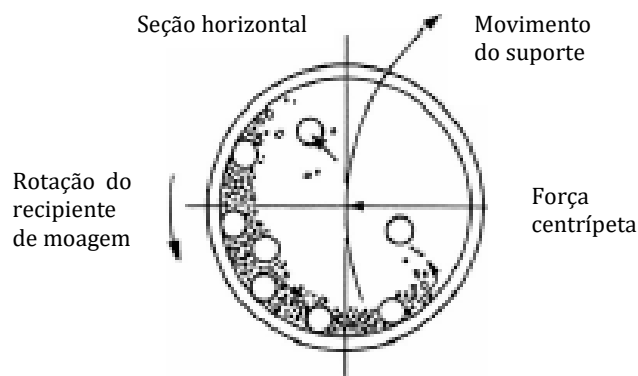
Fonte: (SENATORE *et. al.*, 2007).

Os tipos de moinhos podem ser diferenciados pela sua capacidade, eficiência de moagem, sistema de resfriamento e aquecimento. Entre eles, podemos citar os mais frequente como SPEX, Planetário, Atritor, entre outros (SURYANARA, 2001).

O moinho planetário é utilizado para moagem de alta energia, com capacidade de moer pequenas quantidades de pó em cada moagem. O moinho recebe esse nome por conta do movimento do jarro em seu interior, o qual gira em torno de seu próprio eixo e tem um movimento de translação em torno do eixo do moinho.

O recipiente é colocado em um suporte giratório, o qual faz o recipiente girar em torno do seu próprio eixo, gerando uma força centrípeta, a qual atua nas esferas (cargas) colidindo-as. Como o recipiente e o suporte têm movimentos giratórios contrários, a força centrípeta atua da mesma maneira em direções opostas, representado na Figura 3. Tal movimento faz com que as esferas permaneçam na parte inferior do cadinho, onde provocam colisões entre si e com a parede interna do jarro, o qual provoca a moagem do pó (SURYANARA, 2001).

Figura 3 - Esquema representativo do movimento das esferas no interior do recipiente de moagem.



Fonte: Adaptado de (CHARLES, 1994).

Na escolha do moinho a ser utilizado, deve-se levar em conta o material a ser moído, a sua quantidade e as condições nas quais este material será aplicado (SHAW *et. al.*, 2003).

O tamanho de partícula e sua distribuição influenciam diferentes etapas de um processo produtivo, como por exemplo, a sinterização e ter influencia na microestrutura do material, que por consequência leva-nos a diferenças em sua resistência mecânica, densidade, porosidade, propriedades termo-elétricas, entre outros (SENATORE *et. al.*, 2007).

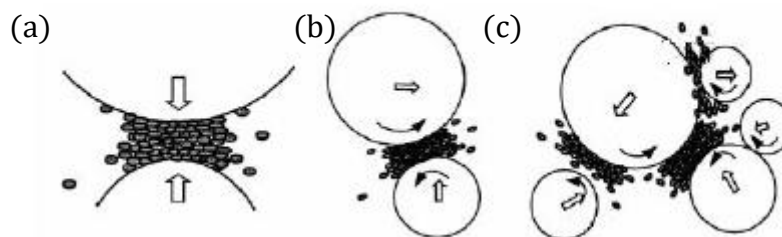
Diferentes técnicas de caracterização física de pós vem sendo desenvolvidas, como o peneiramento, a turbidimetria, velocimetria e o medidor de tamanho de partícula. O diâmetro médio das partículas é um parâmetro importante para a caracterização da partícula, assim como a distribuição granulométrica do pó e o formato do mesmo. Em relação à distribuição, pós com largas margens de tamanho de pó se comportarão de maneira diferente aos pós de tamanho médio mais homogêneo, seja durante o processamento ou nas propriedades finais dos produtos gerados (SENATORE *et. al.*, 2007).

A moagem de alta energia pode ser dividida em algumas etapas, em primeiro inicia com a mistura, ressaltando as quantidades adequadas dos pós de partida. Posterior deve colocar a mistura no jarro de moagem, adicionando as esferas (ou cargas) de moagem, com a proporção massa esfera massa da amostra correta. Ao final da preparação do jarro, este deve ser fechado, em casos de materiais que oxidam deve coloca-los em jarros próprios, que tem a adição de gases inertes. Ao lacrar o jarro, leva-o ao moinho e inicia-se o

processo de moagem, com alguns parâmetros pré-determinados, como tempo de moagem, rotações por minuto, temperatura, tempo de descanso entre a moagem, dentre outros.

O processo de moagem faz com que as esferas colocadas no jarro colidam entre si e com os pós, como é mostrado na Figura 4.

Figura 4 - Representação esquemática mostrando as diferentes formas de impacto que podem ocorrer durante a moagem de alta energia (a) impacto sobre cabeça, (b) impacto oblíquo e (c) múltiplos impactos.



Fonte: (SURYANARA, 2001).

Com o passar do tempo, tende a ter um maior número de repetição dos impactos, levando a soldagem a frio das partículas dos pós e posterior deformação plástica nos compactos, até que estes se tornem encruados, falhando por fadiga. Os fragmentos resultantes deste mecanismo tendem a reduzir seu tamanho até que cheguem a um tamanho intermediário, entre partículas refinadas e os compactos.

No primeiro momento as partículas dúcteis equiaxiais se encontram achatadas. Este achatamento deve-se ao fato de um micro forjamento, resultando partículas com o formato de laminar (SURYANARA, 2001).

No segundo estágio observa-se um aumento do tamanho médio das partículas, o aumento da área de superfície das partículas resulta em uma soldagem a frio dos componentes em pó (SURYANARA, 2001).

Na terceira fase o tamanho de partícula diminui por causa do endurecimento por deformação plástica e as partículas tendem a se tornar equiaxiais (SURYANARA, 2001).

A quarta etapa é chamada de orientação aleatória para a soldagem na qual um número de colônias de orientação aleatória se desenvolve em cada partícula compósita (SURYANARA, 2001). Com o aumento do tempo de moagem, um equilíbrio é atingido, no qual é marcado por um equilíbrio entre a soldagem e a fratura (SURYANARA, 2001).

Para alcançar o tamanho de partículas com o diâmetro médio ou distribuição granulométricas ideais, geralmente são adicionados no sistema de moagem diferentes tipos de materiais para obter diferentes comportamentos durante a moagem. Então o

sistema de moagem pode ser feito através de combinação de três diferentes comportamentos dos materiais e ligas: dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil.

### **2.2.1.1 Sistemas de moagem**

O mecanismo de moagem com componentes de diferentes durezas gera resultados diferentes. No processo de MAE, as partículas dúcteis tendem a se deformarem plasticamente enquanto as partículas frágeis tendem a serem fragmentadas/trituradas (ZHANG, 2004).

No sistema dúctil-dúctil, os componentes metálicos dúcteis sofrem sucessivas soldagens a frio, encruamento e fraturas assumindo a forma de plaquetas ou flocos através de um processo de microforjamento. Para que ocorra a moagem e se caracteriza como um sistema dúctil-dúctil deve ocorrer pelo menos a presença de 15% de componente dúctil durante o processo de moagem, isto ocorre devido ao processo de moagem ocasionar repetitivas ações de soldagem a frio e fratura dos pós, sendo que a soldagem a frio ocorre somente em materiais com comportamento dúcteis (SURYANARAYANA, 2001).

No sistema do tipo frágil-frágil, o processamento de moagem é feito por meio de impactos entre as partículas cerâmicas e os corpos moedores. Durante a moagem de componentes frágeis, aqueles que são mais frágeis tem tendência de fragmentar-se e ficar incorporado na superfície do material que é menos frágil, este evento é análogo ao do sistema de partículas dúcteis (SURYANARAYANA, 2001).

No sistema dúctil-frágil, as partículas do pó metálico de um material dúctil tornam-se achatadas pelas colisões entre o pó e a esfera, enquanto que as partículas do óxido ou intermetálico frágeis ficam fragmentadas/trituradas e se dispersam sobre as partículas dúcteis encruadas devido à colisão ocorrida entre as mesmas e as esferas de moagem. As partículas frágeis cominuídas não estão totalmente dispersas na matriz e tendem a ser aprisionadas pelas partículas dúcteis (ZHANG, 2004).

### 2.2.1.2 Variáveis do processo de moagem

As principais abordagens na quantificação e modelagem da MAE tendem definir: tempo, atmosfera, velocidade, relação massa/bola e quais materiais utilizados (adição de carbetos e agente controlador de processo).

O tempo de moagem é o parâmetro mais importante. Normalmente, o tempo é definido de forma a se obter um estado de equilíbrio entre a fratura e soldagem a frio das partículas de pó. O tempo necessário pode variar dependendo do tipo de moinho utilizado, da velocidade de moagem, da relação massa/esfera e a temperatura de moagem (SURYANARA, 2001).

A atmosfera nos processos de moagem também é um parâmetro de grande importância. Para evitar a contaminação dos pós são utilizados gases inertes, tais como argônio ou hélio. O nitrogênio, em alguns casos não pode ser utilizado no processo para prevenir a contaminação, visto que este gás pode reagir com os materiais (SURYANARA, 2001).

Para a velocidade do processo, estudantes analisaram o efeito da relação massa/esfera (10: 1 e 15: 1) e velocidade de moagem entre (300 e 420 rpm) durante a moagem de um aço inoxidável ferrítico. Os autores observaram que o tamanho de cristalito e tamanho de partículas do aço inoxidável ferrítico reduziram com o aumento da velocidade de moagem e da relação massa/esfera (RAHMANIFARD *et. al.*, 2010). Porém em velocidades muito altas de moagem, um dos problemas decorrentes é o aquecimento do jarro e do material. O superaquecimento gerado nos materiais devido a tempos de moagem elevados acarreta um aumento da soldagem/aglutinação dos pós. Para minimizar este problema, recomenda-se um resfriamento do material decorrente de tempos de paradas de alguns minutos ou horas no processamento de materiais por metalurgia do pó.

A relação entre massa/bola é uma variável importante no processo de moagem, esta relação pode variar numa proporção baixa de 1:1 até 1:200. De um modo geral, a relação de 1: 10 é mais utilizada em um moinho de pequena capacidade. No entanto, quando a moagem é realizada num moinho de grande capacidade, como num moinho attritor, a relação de 1: 50 ou mesmo 1: 100 é utilizada.

### 2.2.1.2.1 Adição de carbetos e agente controlador de processo

Estudos têm sido realizados para a produção de compósitos de uma matriz de metal sinterizado juntamente com partículas cerâmicas incorporadas, denominadas óxidos ou carbetos como por exemplo  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , VC, NbC e TiC. Tais partículas têm atraído interesse, devido as suas excepcionais propriedades mecânicas, físicas e químicas, com o objetivo de aumentar a eficiência da moagem de alta energia e a resistência mecânica do material obtido (SUBRAMANIAN *et. al.*, 1996). Os carbetos são compostos que possuem alta dureza e apresenta grande aplicação em engenharia de superfície. Um dos carbetos mais usados frequentemente é o carbeto de vanádio. O desenvolvimento de estudos sobre este carbeto é limitado devido à sua estrutura mais complexa (PORTOLAN, 2009).

O processo de moagem de materiais dúcteis consiste no processo de soldagem a frio repetida e fraturação (IVASANKARAN *et. al.*, 2011). Um agente controlador do processo (ACP's) pode ser adicionado a moagem para reduzir o efeito da soldagem a frio dos materiais dúcteis e para alcançar o equilíbrio adequado entre a soldagem e a fratura.

Na literatura, há exemplos de uma variedade de ACPs que podem ser adicionados a uma mistura de pós durante a moagem, em quantidades que variam normalmente de 1 a 5% em peso em relação à carga total de pós. Esses aditivos podem ser empregados nos estados sólido, líquido ou gasoso, e são constituídos, notadamente, por compostos orgânicos. Entre os agentes mais comumente empregados, incluem-se: ácido esteárico, heptano, hexano, benzeno, parafina, etanol, metanol, grafite, Poli (etileno-glicol), entre outros. Dentre eles, o ácido esteárico, o etanol, o metanol e o hexano são mais amplamente utilizados (IMOA, 2009).

O princípio de atuação dos ACPs durante a moagem, é a diminuição da soldagem excessiva entre as partículas e evitando a formação de agregados grosseiros e heterogêneos. Os ACPs trazem uma melhoria na eficiência de moagem pela adsorção dos agentes na superfície das partículas dos pós, impedindo o contato direto entre elas. A minimização da excessiva soldagem entre pós metálicos dúcteis ocorre por uma diminuição na “tensão superficial” dos agregados, aumentando a probabilidade de fratura destes (SURYANARA, 2001; LAI *et. al.*, 1998).

Estudos com ACPs verificaram que com o aumento da energia transferida de bolas para as partículas, leva-se menos tempo para formar uma fase amorfa (LEE *et. al.*, 1996).

Como a intensidade da energia entre bolas e a quantidade de ACP aumenta, as interações mecânicas mudam de difusão substitucional para penetração atômica em locais intersticiais. A energia de ativação para cristalização se torna maior como o número de átomos de impureza, especialmente átomos de oxigênio, em aumentos na quantidade de ACP. O mesmo acontece para ligas de alumínio no geral, à medida que a concentração de metanol aumenta, a redução no parâmetro de rede diminui (SHAW *et. al.*, 2003).

Ao correlacionar os estudos apresentados, podemos indicar que a eficiência do metanol como agente controlador de processo se dá basicamente pelo aumento do número de átomos de impureza nas ligas, a quebra de suas moléculas libera átomos dos quais são introduzidos seja por força mecânica e/ou temperatura nas microestruturas dos materiais processados fragilizando-os, assim sendo, existe a possibilidade de maiores quebras e reduções nos tamanhos iniciais das partículas.

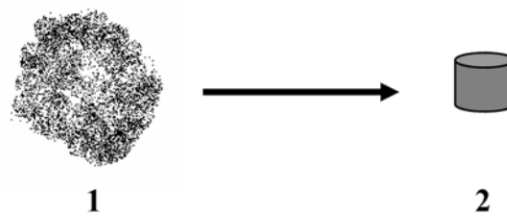
## 2.3 Prensagem uniaxial

A etapa de prensagem é um processo em que acontece a compactação do pó do material, obtendo uma peça com boa densidade e pouca resistência a verde. Existem vários métodos de prensagem, sendo os mais utilizados o uniaxial e o isostático (MILANEZ, *et. al.*, 2011). A prensagem uniaxial é a técnica de conformação mecânica mais utilizada para a compactação de pós de diversos tipos de materiais. Isto decorre do fato deste processo possuir habilidade para conformar rapidamente as peças e com ótimas condições dimensionais (FONSECA, 2008).

A compactação atribui o formato desejado ao pó, conforme a Figura 5. Este processo estabelece as dimensões diminuindo efeitos de altas temperaturas na sinterização, obtendo porosidade desejada e resistência mecânica (MILANEZ *et.al.*, 2011).

O pó é colocado em uma matriz montada em prensa de compressão. As punções de compactação se movimentam, “grudando” os pós uns aos outros em uma espécie de solda fria. O pó prensado é o compactado verde, e ainda não possui ligações fortes entre as partículas, sendo de minucioso manuseio (FONSECA, 2008).

Figura 5 – Compactação do pó metálico.



Fonte: (MILANEZ *et.al.*, 2011).

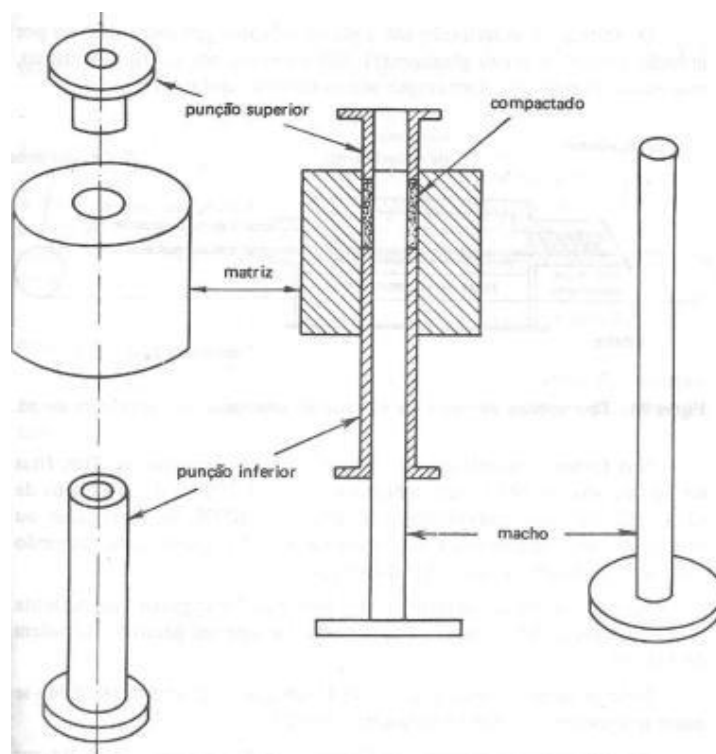
O processo de compactação é dividido em quatro estágios:

- Início da compactação, com a ocorrência de escorregamento e rearranjo das partículas sem que haja deformações plásticas ou fraturas destas;
- Início de deformações locais e fraturas das partículas nos pontos de contato;
- Ocorrem deformações elásticas no compacto devido às maiores pressões no processo de compactação;
- Etapa de ejeção do compacto da matriz. Neste estágio as dimensões do compacto podem aumentar em torno de 5%.

Os principais objetivos da compactação de uma massa de pó, são: conformar o pó em um compactado a verde no formato desejado, atingir um nível de porosidade desejado, atingir um nível de resistência mecânica à verde suficiente para manuseio, proporcionar contato necessário entre as partículas para que a sinterização seja adequada (DE BRITO, 2007). O mecanismo da compactação é mostrado na Figura 6, o qual a amostra é colocada dentro da matriz, e prensada pela ferramenta macho até atingir a pressão desejada. Após atingir a pressão, para obter a amostra, retira-se a punção superior e coloca-se um anel por fora da matriz para que o macho atravesse a matriz obtendo, assim, a amostra por dentro do anel o qual foi adicionado.



Figura 6 - Mecanismo de compactação do pó.



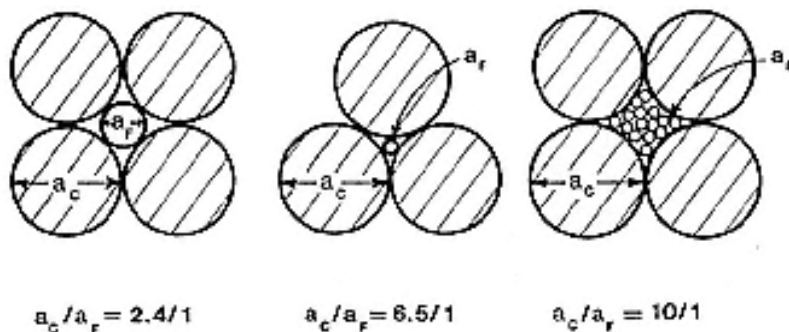
Fonte: (CHIAVERINI, 2001).

### 2.3.1 Distribuição de partículas

Os conhecimentos sobre a distribuição das partículas e o empacotamento têm sido utilizados em diversos tipos de processamento cerâmico, uma vez que proporcionam importantes propriedades aos compactos.

A distribuição granulométrica deve estar dentro da faixa de valores que permita o melhor empacotamento possível das partículas de modo que a densidade obtida seja otimizada e reprodutível. De maneira geral, o volume específico das partículas diminui com o tamanho da partícula. Na prática, o empacotamento máximo é alcançado quando a razão entre os tamanhos de partículas próximas for maior do que 7 e as partículas mais finas são dispersas uniformemente. Partículas mais finas devem ser pequenas o suficiente para entrar em todas as regiões dos interstícios, conforme indicado na Figura 7 (REED, 1995).

Figura 7 – Influência do empacotamento de partículas no volume da peça partindo-se de uma mistura bimodal de partículas (finas e grossas).



Fonte: (REED, 1995).

Se a densidade estiver abaixo da adequada, pode haver elevada quantidade de ar aprisionada entre as partículas, podendo provocar a geração de um tipo característico de defeito, chamada delaminação (CANTE *et. al.*, 2011).

Há alguns modelos teóricos que são aplicados para prever o empacotamento de partículas sendo os mais utilizados os modelos de Andreasen e de Alfred. O modelo de Andreasen apresenta a distribuição de partículas de forma contínua, tendo como limitação a consideração do tamanho de partículas infinitamente pequenos. O modelo de Alfred considera um limite inferior de tamanho de partículas, sendo, portanto, um caso específico do modelo de Andreasen (ORTEGA *et. al.*, 1997). As equações de Andreasen (Equação 1) e Alfred (Equação 2) são apresentadas a seguir:

$$CPFT = 100 \times \frac{D^q}{D_L^q} \quad (1)$$

$$CPFT = 100 \times \frac{D^q - D_S^q}{D_L^q - D_S^q} \quad (2)$$

Onde:

CPFT = porcentagem acumulada com diâmetro inferior a D;

D = diâmetro da partícula;

$D_L$  = diâmetro da maior partícula;

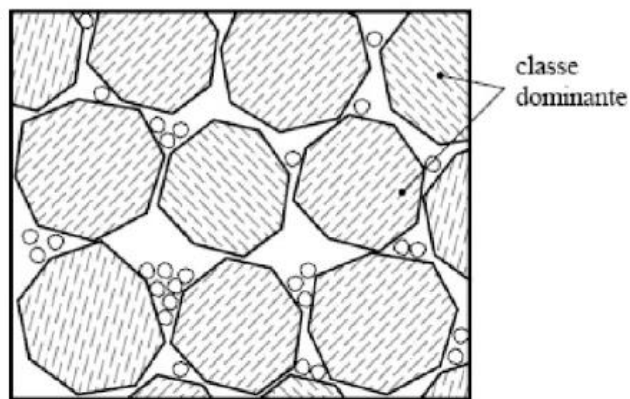
$D_S$  = diâmetro da menor partícula do sistema;

q = módulo ou coeficiente da distribuição. Simulações computacionais mostraram que um valor de 0,37 é o que proporciona a máxima densidade de empacotamento.

Outro conceito importante considerado é que há uma classe dominante de grãos, e que esta classe assegura a continuidade sólida do corpo granular. Desta forma, quando as partículas de maior dimensão são as dominantes, o volume será preenchido como se os grãos menores não estivessem presentes na mistura, como mostrado na Figura 8.

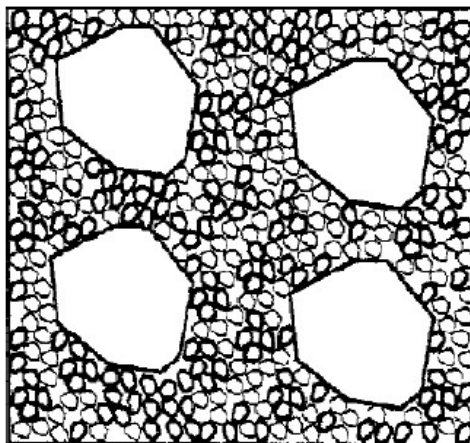
Quando as partículas de menor dimensão são as dominantes, a porosidade dos grãos de maior dimensão será empacotada pelas partículas de menor dimensão, conforme mostrado na Figura 9. Há sempre uma classe dominante em misturas empacotadas, caso contrário, a mistura seria constituída por uma suspensão (todas as classes de grãos estariam flutuando em um líquido) e não um empacotamento (FORMAGINI, 2003).

Figura 8 - Mistura binária sem interação. Partículas de maior dimensão dominantes.



Fonte: (FORMAGINI, 2003).

Figura 9 - Mistura binária sem interação. Partículas de menor dimensão dominantes.



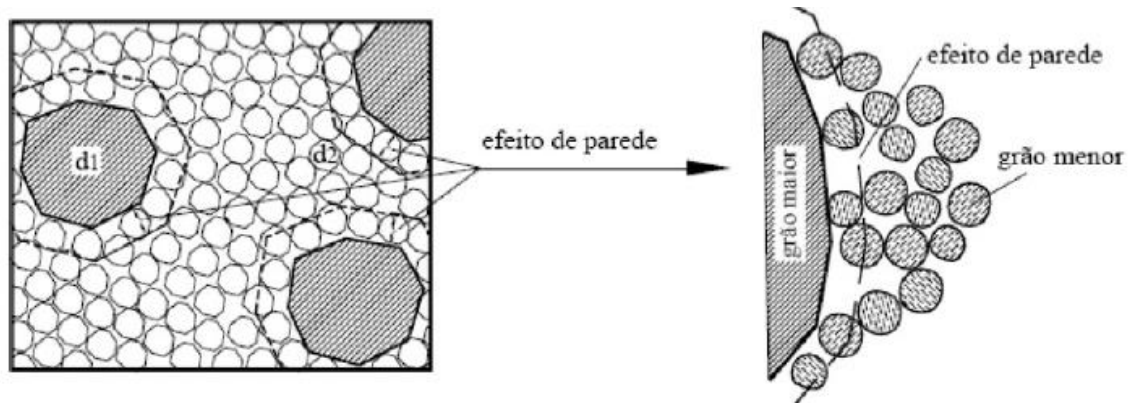
Fonte: (FORMAGINI, 2003).

Quanto à interação dos grãos, há dois efeitos que diminuem a compacidade da mistura e ocorrem em misturas com alto grau de empacotamento, sendo: efeito parede e efeito de afastamento. Sendo considerada a seguinte notação: classe 1 como a classe que consiste em partículas de maior diâmetro e como classe 2 a de partículas de menor diâmetro (FORMAGINI, 2003).

O efeito de parede ocorrerá quando a classe 2 for dominante, e a diferença de tamanho, em relação as partículas menor e maior, for de tal magnitude que torna a

superfície de contato praticamente plana, conforme ilustrado na Figura 10 (FORMAGINI, 2003).

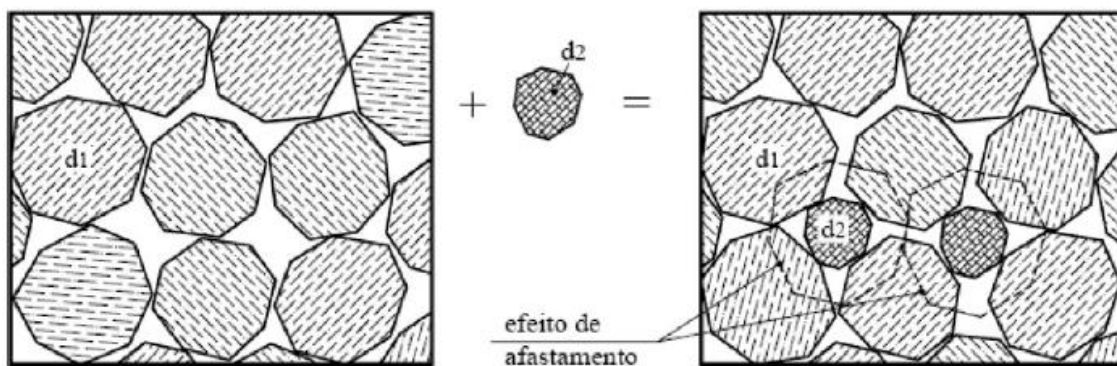
Figura 10 - Efeito parede exercido pelo grão classe 2 dominantes.



Fonte: (FORMAGINI, 2003).

O efeito de afastamento ocorrerá quando a classe 1 é a dominante, e a partícula menor é maior do que o vazio entre os grãos da classe 1, ocasionando um afastamento, conforme ilustrado na Figura 11 (FORMAGINI, 2003).

Figura 11 - Efeito de afastamento exercido pelo grão classe 1 dominante.



Fonte: (FORMAGINI, 2003).

## 2.4 Sinterização

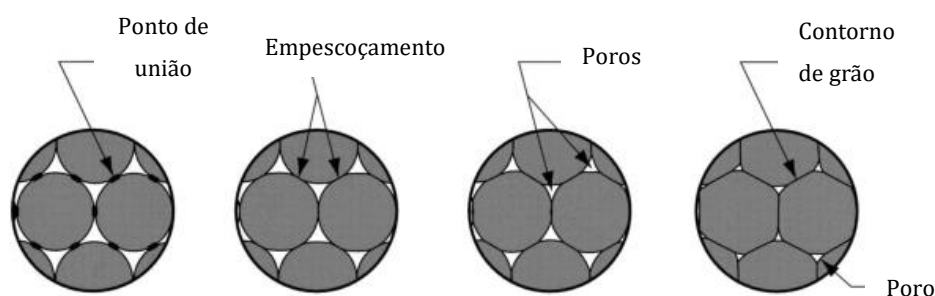
A sinterização é definida como um processo físico, sendo marcado pelo aumento térmico no qual faz com que partículas em contato mútuo, adiquiram resistência mecânica. Durante a sinterização, a porosidade da estrutura é fechada (PORTOLAN, 2009).

A sinterização se dá pelo aquecimento a temperaturas controladas, nunca elevando a acima do ponto de fusão do material a ser sinterizado, além de controlar também a velocidade de aquecimento, o tempo exposto a uma temperatura especificada, velocidade de resfriamento e a atmosfera na qual o material está exposto (PORTOLAN, 2009).

A sinterização é feita normalmente em fornos contínuos com 3 zonas de atuação: aquecimento, manutenção da temperatura e resfriamento. Na primeira etapa que acontecem as ligações químicas e metalúrgicas do pó fazendo com que seja reduzida ou até mesmo eliminada a porosidade do compactado verde. Após a densificação, deve-se cessar a aplicação de temperatura, para que não ocorra crescimento dos grãos e consequentemente, redução da resistência mecânica da peça. Ele agora está com as propriedades típicas de um produto sinterizado (PORTOLAN, 2009).

A sinterização pode ser dividida em quatro partes (Figura 12), são elas: a união das partículas, que se inicia com pontos de contato, os pontos de contato convertem-se em “pescoços”, o tamanho dos poros entre as partículas são reduzidas e os contornos dos grãos se desenvolvem entre as partículas em lugar das regiões de pescoço (FONSECA, 2008).

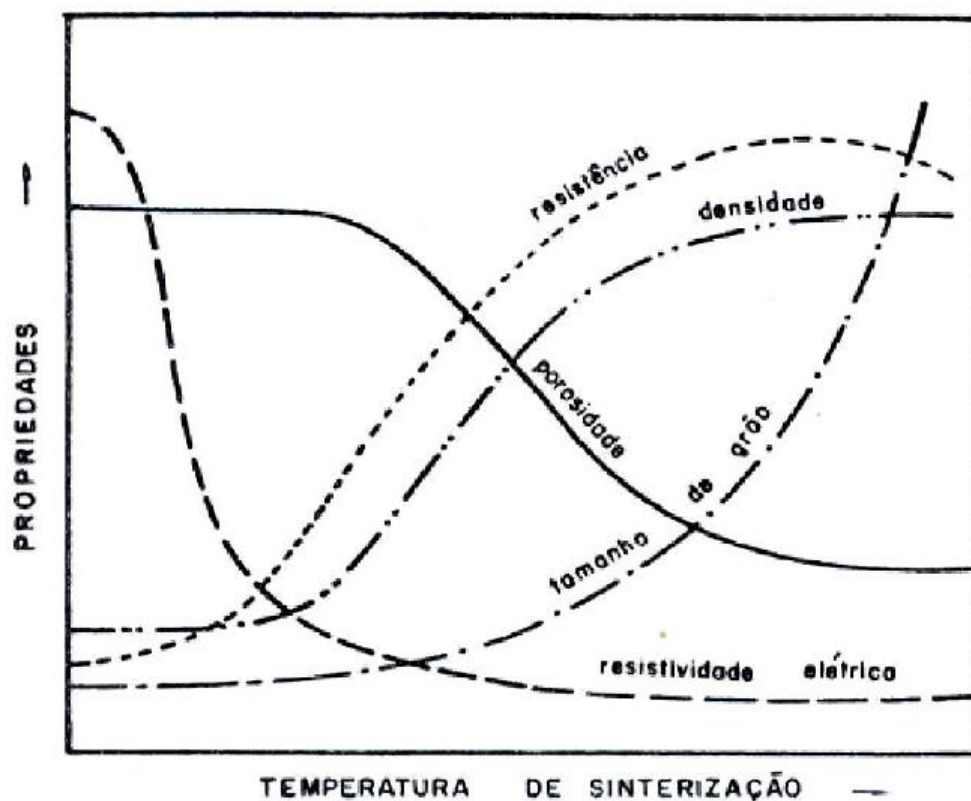
Figura 12 - Etapas da sinterização.



Fonte: Adaptado de (MILANEZ, 2011).

O processo de sinterização é um dos responsáveis por atribuir as propriedades físicas e mecânicas do material em relação a temperatura de sinterização, como observa-se na Figura 13.

Figura 13 – Relação entre as propriedades em relação temperatura de sinterização de um metal.



Fonte: (CHIAVERINI, 2001).

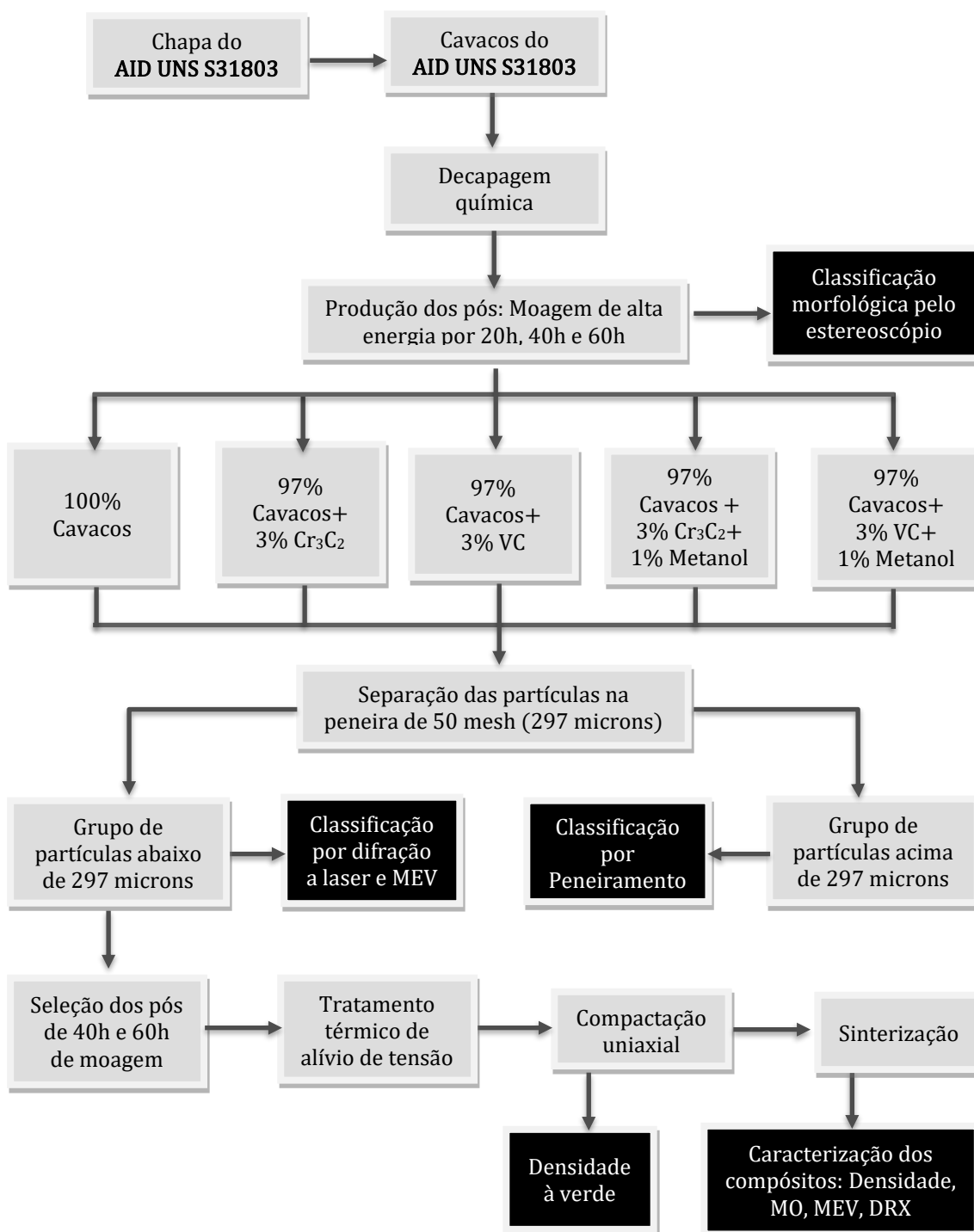
Baixa temperatura de sinterização, tais como 1149°C gera uma redução de óxidos na superfície, das ligações entre as partículas e o progresso do arredondamento dos poros acontecem a taxas relativamente lentas. Para a maioria das aplicações dos aços inoxidáveis processados via metalurgia do pó a temperatura de sinterização está em torno de 1232°C que pode prover uma boa sinterização, resultando em uma satisfatória ductilidade e resistência à tração.

A sinterização ocorrendo próxima a temperatura de 1316°C pode fornecer um aumento das propriedades do material tais como a ductilidade e resistência à tração. Esta temperatura mais alta pode acarretar um aumento da densidade do material. Com temperatura de sinterização mais alta, o tempo de sinterização é menor o que permite uma economia do processo (KLAR *et. al.*, 2007).

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

As etapas realizadas para a caracterização do material estão apresentadas pela Figura 14.

Figura 14 – Fluxograma dos procedimentos realizados durante os ensaios.



### 3.1 Materiais

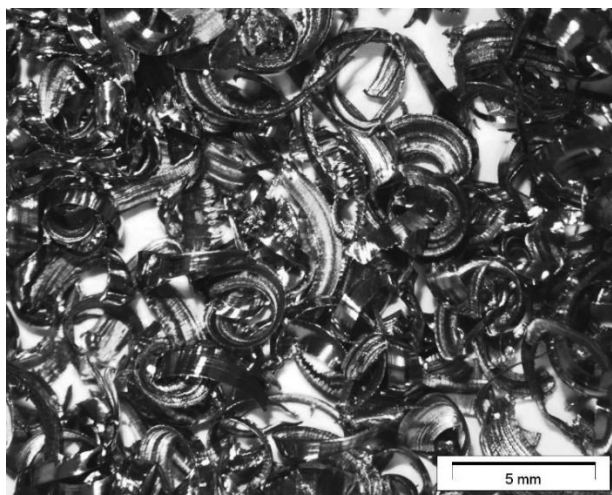
Neste trabalho foi utilizado o aço inoxidável UNS S31803, fornecido pela empresa Aperam em forma de chapas, com tamanho (5x50x160) mm. Observa-se a composição química na Tab. 6.

Tabela 6 - Composição química típica do aço inoxidável dúplex UNS S31803 (% em peso).

%C	%Cr	%Mn	%Ni	%Mo	%Si	%Co	%Cu	%N	%Nb	%Sn	%S	%P	%Fe
0,018	22,22	1,48	5,59	3,08	0,45	0,13	0,28	0,18	0,021	0,012	0,001	0,019	66,50

Esta chapa foi usinada para a obtenção dos cavacos (Fig.15) os quais, para limpeza, foram decapados por um tempo de 10 minutos em uma mistura de Ácido Oxálico, Ácido Fosfórico e Ácido Nítrico. Após a decapagem foram lavados com água corrente e inseridos em uma estufa a 100°C por um tempo de 24 horas.

Figura 15 – Cavaco do aço inoxidável duplex UNS S31803.



Fonte - Autor.

Após a limpeza do cavaco, separou-se 5 amostras: uma sem adições, 1 com adição de carbeto de cromo ( $\text{Cr}_3\text{C}_2$ ), 1 com adição de carbeto de vanádio (VC), 1 com adição de VC + metanol e 1 com adição de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  + metanol. Os carbetos foram adicionados para tornar a moagem mais eficiente e o metanol para reduzir os efeitos da soldagem a frio e alcançar o equilíbrio adequado entre soldagem e fratura.



## 3.2 Métodos

### 3.2.1 Moagem de alta energia

Para obtenção de amostras com as composições desejadas, o pó e os cavacos foram pesados em uma balança de precisão marca SHIMADZU modelo AUY220 com precisão de 4 casas decimais, organizados em 5 diferentes jarros: cada um contendo o aço AID UNS S31803 sem adições; aço com adição de 3% de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ ; aço com adição de 3% de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  e 1% de metanol; aço com adição de 3% de VC e o aço com adição de 3% de VC e 1% de metanol, como observa-se na Tabela 7.

Tabela 7 – Composições usadas no processo de moagem de alta energia.

Composição	Massa de cavacos de UNS S31803 (g)	Massa de carbeto de cromo (g)	Massa de carbeto de vanádio (g)	Massa de Metanol (g)	Massa Total (g)	Sigla
100 % Cavacos de UNS S31803	30,0	-	-	-	30,0	UNS S31803
97% Cavacos de UNS S31803 + 3% Carbeto de cromo ( $\text{Cr}_3\text{C}_2$ )	29,1	0,9	-	-	30,0	UNS 3CrC
97% Cavacos de UNS S31803 + 3% Carbeto de vanádio (VC)	29,1	-	0,9	-	30,0	UNS 3VC
96% Cavacos de UNS S31803 + 3% Carbeto de cromo ( $\text{Cr}_3\text{C}_2$ ) + 1% Metanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ )	28,8	0,9	-	0,3	30,0	UNS 3CrC 1M
96% Cavacos de UNS S31803 + 3% Carbeto de vanádio (VC) + 1% Metanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ )	28,8	-	0,9	0,3	30,0	UNS 3VC 1M

A matéria-prima foi fragmentada e misturada em um moinho planetário de alta energia da marca NOAH NQM-2, na frequência de 350 rpm nos tempos de 20h, 40h e 60h em atmosfera de argônio e relação massa/bola de 1:20.

O processo de moagem de alta energia utilizado foi realizado em um moinho de alta energia (Fig. 16) no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais – LPCM, da Universidade Federal de Itajubá.

Figura 16 - Moinho de alta energia da marca NOAH NQM-2 localizado no LPCM da UNIFEI.



Fonte - Autor.

### 3.2.2 Classificação granulométrica por peneiramento

O ensaio de peneiramento ou peneiração foi utilizado como parte da análise granulométrica das partículas sendo considerado um ensaio de caracterização. O peneiramento foi utilizado para a separação das frações mais grossas dos pós das amostras conhecidas como os cavacos residuais. O equipamento utilizado para o processo foi um agitador de peneiras BERTEL, modelo Eletromagnético, apresentado na Figura 17, no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais – LPCM, da Universidade Federal de Itajubá.

Figura 17 – Agitador de peneiras localizado no LPCM da UNIFEI.



Fonte - Autor.

### 3.2.3 Análise de tamanho de partícula por difração a laser

As partículas de tamanho abaixo de  $297\mu\text{m}$ , foram caracterizadas utilizando o equipamento de difração a laser da marca MICROTAC, modelo S3500 (Fig.18), localizado no Laboratório de Caracterização de Materiais - LCE, da Universidade Federal de Itajubá.

Figura 18 – Analisador de tamanho de partículas localizado no LCE da UNIFEI.



Fonte - Autor.

### 3.2.4 Tratamento térmico para alívio de tensão

Após a moagem, os pós foram submetidos a um tratamento térmico para alívio de tensões. As amostras foram tratadas a  $1050^{\circ}\text{C}$  por 30 minutos, sob atmosfera de argônio. Os pós foram inseridos, separadamente, em um cadinho de alumina, (Fig. 19). Este tratamento teve o objetivo favorecer a etapa de prensagem evitando trincas nos corpos de prova a verde. Este benefício foi verificado por MENDONÇA, 2018 e colaboradores.

Figura 19 – Pós dispostos nos cadinhos para o tratamento térmico de alívio de tensões



Fonte - Autor.

### 3.2.5 Prensagem Uniaxial

Os pós do aço AID UNS S31803 moídos por 40 e 60 horas foram prensadas uniaxialmente na prensa da marca SCHULZ com capacidade máxima de 15 toneladas (Fig. 20), localizada no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais – LPCM, da Universidade Federal de Itajubá.

Figura 20 – Prensa uniaxial Schulz localizado no LPCM da UNIFEI.



Fonte - Autor.

Amostras, na forma de pastilhas, de aproximadamente 2 gramas foram prensadas em uma matriz cilíndrica de 8 mm de diâmetro (Fig. 21), com uma carga equivalente de 750 MPa por 30 segundos. Essa prensagem foi repetida por 3 vezes.

Figura 21 – Pastilha formada a partir da prensa uniaxial.



Fonte - Autor.

### 3.2.6 Determinação da densidade à verde

A densidade à verde foi determinada pela relação entre a massa dos corpos de prova e o seu volume (Eq. 3).

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (3)$$

Onde:

m = Massa da amostra (g)

V = Volume (cm<sup>3</sup>)

$\rho$  = Densidade absoluta da amostra (g/cm<sup>3</sup>)

As massas das amostras foram medidas em uma balança Shimadzu modelo AUY220 com precisão de 4 casas decimais, localizada no LPCM/UNIFEI. As medidas dimensionais foram realizadas por intermédio de um paquímetro analógico da marca KINGTOOLS com resolução de 0,02 mm.

### 3.2.7 Microscopia Óptica

A avaliação da microestrutura do aço no estado como recebido e das amostras sinterizadas foram realizadas via microscopia óptica em um microscópio óptico metalúrgico da marca OLYMPUS modelo BX41M localizado no Laboratório de

Processamento e Caracterização de Materiais – LPCM, da Universidade Federal de Itajubá, conforme mostrado na Figura 22. Para a avaliação da porosidade das amostras sinterizadas foram realizadas análises em campos distintos, utilizando o software computacional Stream Basics.

Figura 22 – Microscópio Óptico localizado no LPCM da UNIFEI.



Fonte - Autor.

### 3.2.8 Sinterização

As amostras foram sinterizadas a 1250°C por 1 hora, sob atmosfera de argônio em um forno da marca NABERTHERM (Fig. 23), localizado no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais – LPCM, da Universidade Federal de Itajubá. A rampa de aquecimento foi de 5°C por minuto até atingir a temperatura de sinterização.

Figura 23 – Forno de sinterização da marca NABERTHERM localizado no LPCM da UNIFEI.



Fonte - Autor.

Para a sinterização as amostras prensadas foram acomodadas separadamente em um cadinho de alumina (Fig. 24).

Figura 24 – Pastilhas dispostas nos cadinhos de alumina para a sinterização.



Fonte - Autor.

### **3.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

A técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada para avaliar o tamanho e morfologia das partículas dos pós. Adicionalmente, com auxílio da técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), foram realizadas medidas de composição química de forma pontual e mapeamento para identificar a distribuição dos carbeto na mistura de pós. Foi utilizado um equipamento da marca ZEISS, modelo EVO MA15 (Fig. 25), localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural – LCE, da Universidade Federal de Itajubá.

Figura 25 - Microscópio eletrônico de varredura. Marca ZEISS, modelo EVO MA15 localizado no LCE da UNIFEL.



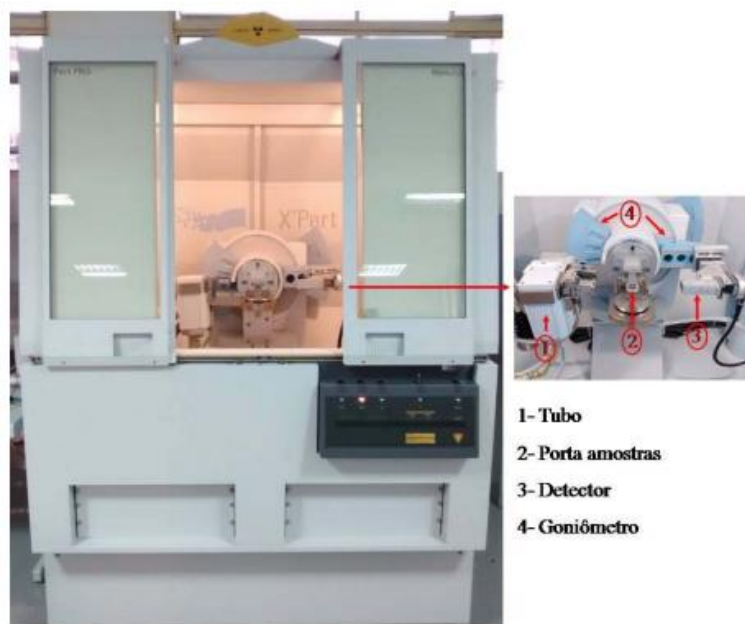
Fonte - Autor.

### 3.2.10 Difratometria de Raios X

Para a identificação das fases presentes nas amostras no estado como-recebido e naquelas após a etapa de moagem foram realizadas medidas de Difração de Raios X (DRX) em um equipamento da marca PANalytical, modelo X'Pert Pro (Fig 26), localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural – LCE, da Universidade Federal de Itajubá. Nessas medidas foi utilizada radiação  $\text{CuK}\alpha$ , varredura de 30 a 110°, passo de 0,02° e tempo de contagem por passo de 0,5s. A identificação dos picos foi feita utilizando o software *Highscore*.



Figura 26 - Difratorômetro da marca PANalytical, modelo X'Pert Pro localizado no LCE da UNIFEI.

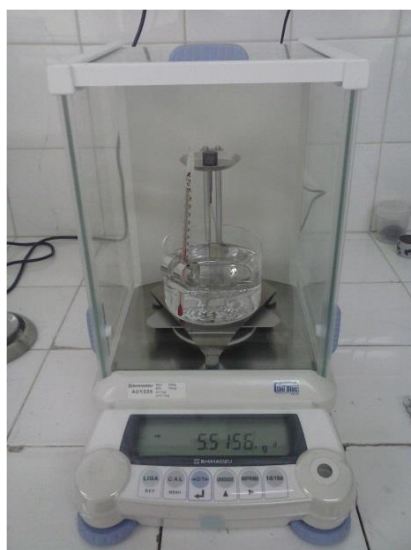


Fonte - Autor.

### 3.2.11 Densidade das amostras sinterizadas

A densidade das amostras sinterizadas foi determinada pelo método de Arquimedes utilizando uma balança Shimadzu modelo AUY220 com precisão de 4 casas decimais localizado no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais – LPCM, da Universidade Federal de Itajubá, conforme mostrado na Figura 27.

Figura 27 – Balança com kit de densidade localizado no LPCM da UNIFEI.



Fonte - Autor.

Para medir a densidade utilizando o método de Arquimedes, as amostras foram submersas em água destilada por 24h e então foram medidas as massas fora d'água, denominada massa seca ( $M_s$ ), e dentro d'água, denominada massa submersa ( $M_i$ ), de acordo com a equação 4:

$$\rho = \frac{M_s \times D_l}{M_u - M_i} \quad (4)$$

Onde:

$\rho$  = Densidade absoluta da amostra ( $\text{g/cm}^3$ )

$M_s$  = Massa da pastilha seca (g)

$M_u$  = massa úmida (g)

$M_i$  = Massa submersa (g)

$D_l$  = Densidade do líquido ( $\text{g/cm}^3$ )

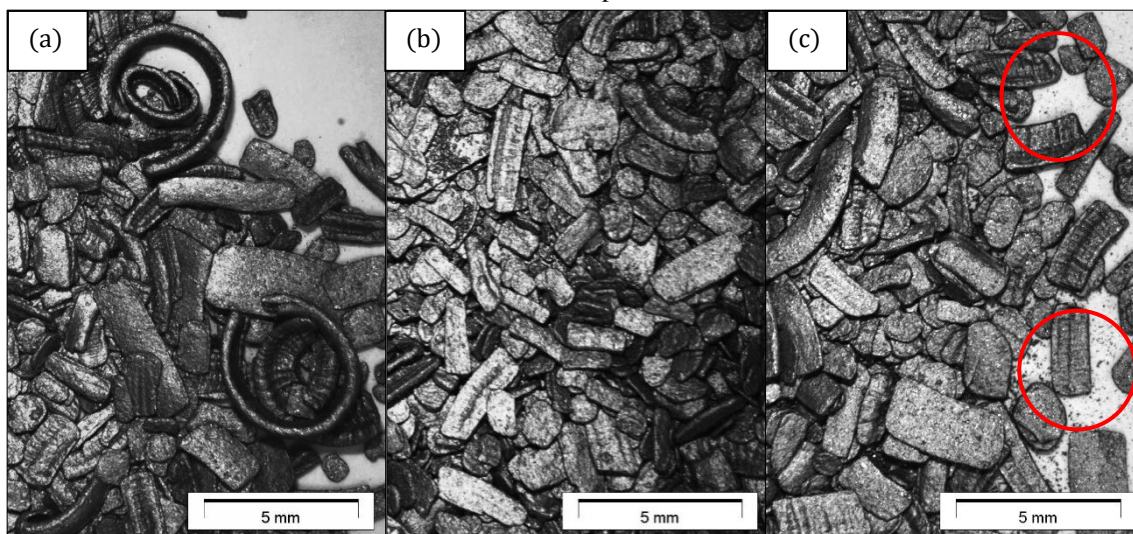
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Morfologia das partículas dos pós

Nas Figuras de 28 a 30, observa-se as micrografias, via estereoscópio, das amostras do aço UNS S31803 para descrever a proporção do tamanhos de partículas e a evolução da moagem de cada mistura.

A Figura 28 mostra a micrografia UNS S31803 moído por 20h, 40h e 60h. Observa-se que quando moído por 20h, Figura 28a, a amostra ainda apresenta uma grande quantidade de cavacos inteiros e ainda retorcidos que é uma característica do cavaco usinado. Após 40h de moagem os cavacos apresentam um tamanho mais uniforme mostrando que a moagem começou a quebrar os cavacos e a mudar a sua morfologia. Após 60h de moagem observa-se que há uma grande heterogeneidade nos tamanhos dos cavacos e observa-se a formação de uma pequena quantidade de pó, ou seja, partículas bem pequenas, as quais são representadas pelos círculos em vermelhos.

Figura 28 – Micrografia do UNS S31803 moído por (a) 20h, (b) 40h e (c) 60h, obtidas pelo estereoscópio.

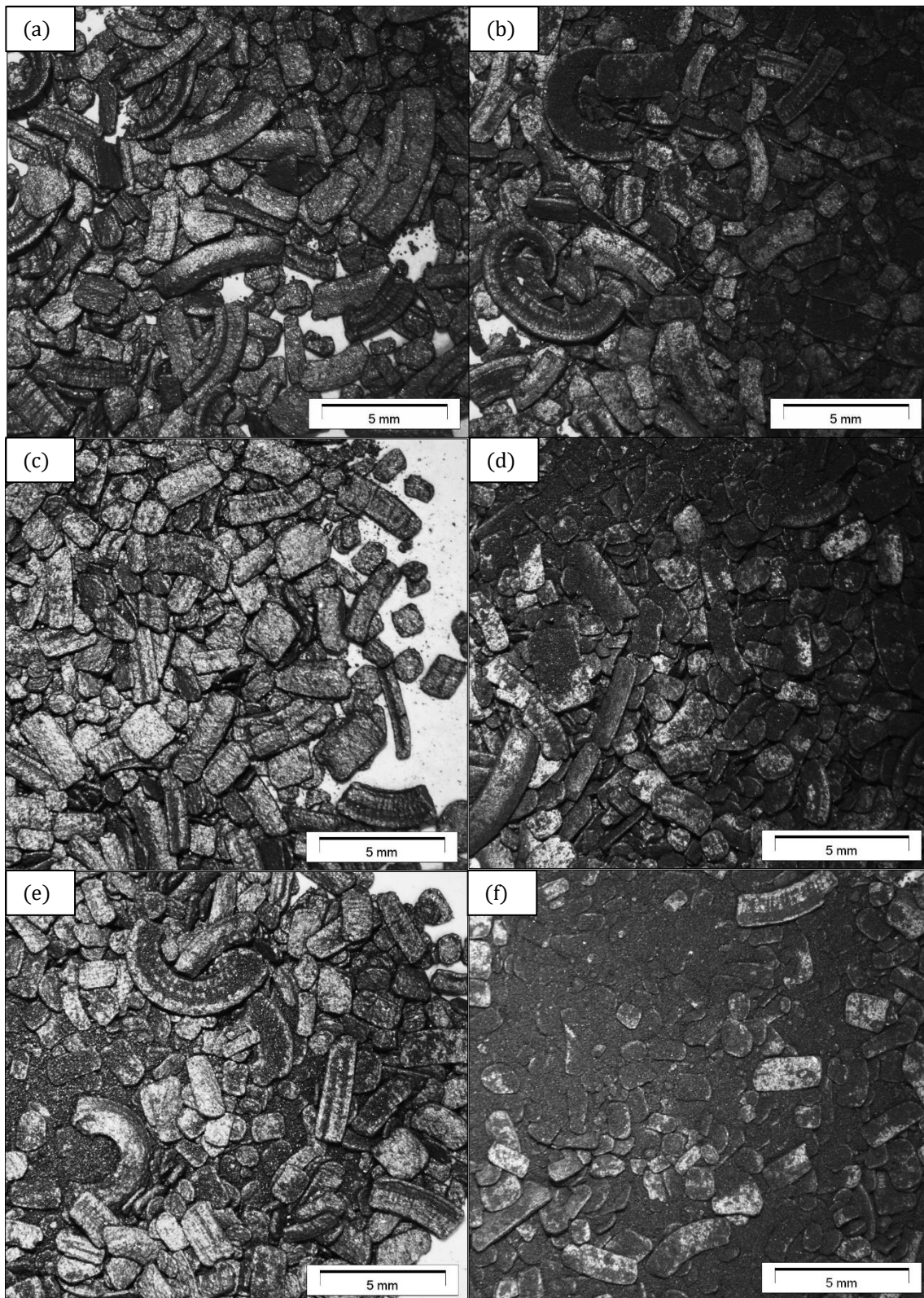


Fonte – Autor.

A Figura 29 mostra as micrografias do UNS 3CrC e do UNS 3CrC 1M moídos por 20h, 40h e 60h. Comparando-se essas amostras com a amostra do UNS S31803, mesmo visualmente, podem-se concluir que a adição do carbeto de cromo e/ou o metanol aumentam significativamente a eficiência de moagem, pois é possível observar a presença de partículas do aço na forma de pó, em quantidades significativas, entre e sobre pedaços de cavacos que ainda não foram transformados em pó o que não foi observado em UNS S31803.

Outra observação importante é quando se faz a comparação entre as amostras UNS 3CrC e UNS 3CrC 1M, as micrografias mostram que para um mesmo tempo de moagem as amostras contendo metanol apresentam maior quantidade de pó entre as partículas maiores. Esse comportamento é o mesmo em todos os tempos de moagem. Adicionalmente, quando se compara as amostras moídas na mesma condição, observa-se que a quantidade de pó aumenta com o tempo de moagem.

Figura 29 – Micrografia do UNS 3CrC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3CrC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente, obtidas pelo estereoscópio.



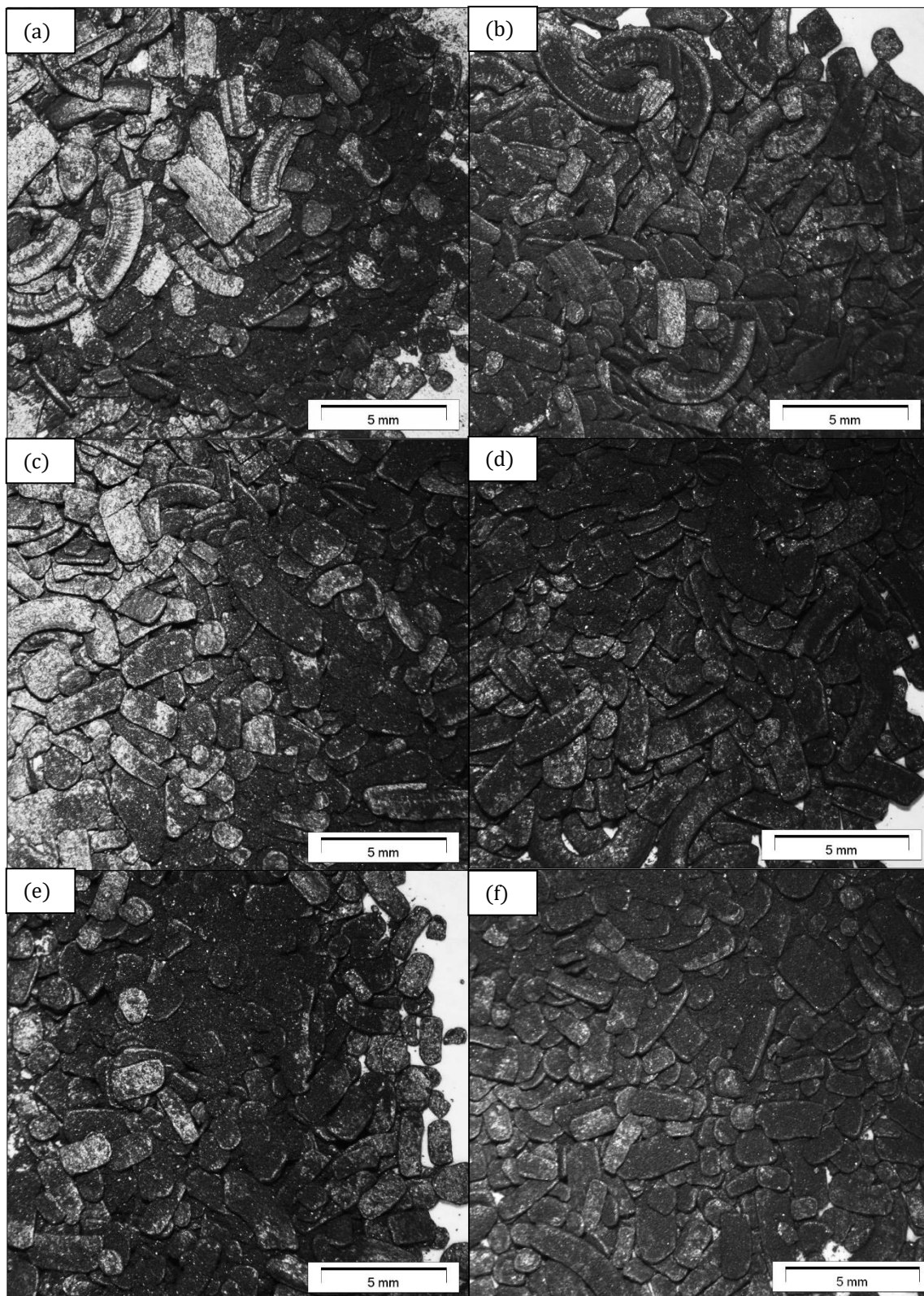
Fonte - Autor.

A Figura 30 mostra as micrografias do UNS 3VC e do UNS 3VC 1M moídos por 20h, 40h e 60h. Comparando-se essas amostras com a amostra do aço UNS S31803, observa-se que a moagem com adição de carbeto de vanádio e/ou metanol é mais eficiente, pois é possível observar a presença de partículas na forma de pó, em quantidades significativas, entre e sobre pedaços de cavacos que ainda não foram transformados em pó o que não foi observado em UNS S31803.

Comparando-se as micrografias das amostras moídas do UNS 3VC e do UNS 3VC 1M pode-se observar que para um mesmo tempo de moagem as amostras contendo metanol apresentam maior quantidade de pó entre as partículas maiores. Entretanto, essa diferença é menor do que aquela observada para as amostras moídas com adição de carbeto de cromo e/ou metanol, mostrando a maior eficiência do carbeto de vanádio frente ao carbeto de cromo.

Comparando-se as 4 condições de moagem, desconsiderando a amostra sem adições, pode-se concluir que a adição de carbeto aumentou a eficiência de moagem em todas as condições estudadas. Observou-se também que o VC é mais efetivo em aumentar a eficiência de quando comparado ao  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ , visto a maior quantidade de pó obtidas em todos os tempos quando se compara as amostras moídas apenas com a adição destes carbetos. Independente do carbeto e em todos os tempos avaliados, observou-se que a adição metanol tornou o processo de moagem ainda mais eficiente.

Figura 30 – Micrografia do UNS 3VC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3VC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente, obtidas pelo estereoscópio.

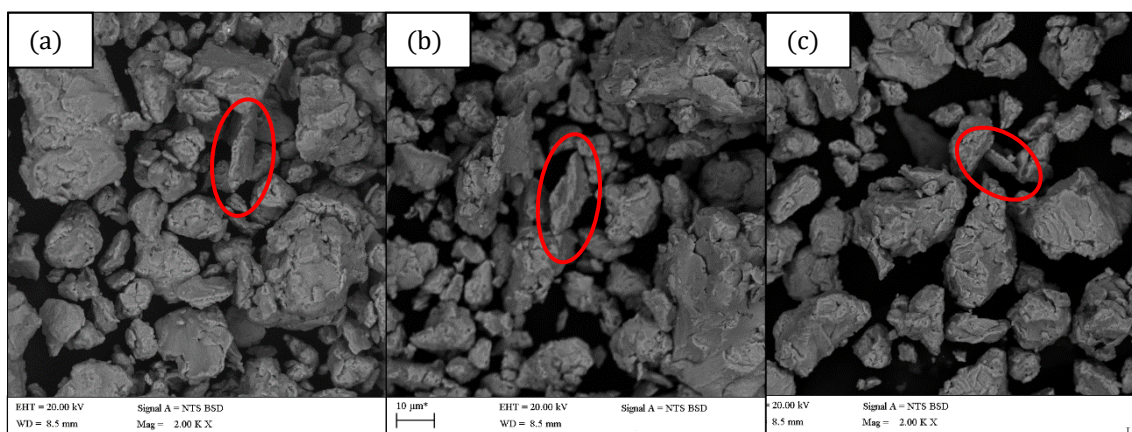


Fonte - Autor.

## 4.2 Morfologia das partículas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Figura 31 mostra a micrografia do UNS S31804 moída nos tempos de 20h, 40h e 60h em 31a, 31b e 31c, respectivamente. É possível observar, em todos os tempos de moagem, uma grande variação no tamanho de partícula e partículas com morfologia arredondada, entretanto, evidencia-se partículas com formato lamelar (círculos vermelhos). Esta característica morfológica estabelece o primeiro estágio da moagem, o qual partículas dúcteis equiaxiais se encontram achatadas/laminares.

Figura 31 – Amostra UNS S31803 moída por 20h, 40h e 60h (a), (b) e (c) respectivamente, obtidas pelo MEV.



Fonte - Autor.

A Figura 32 mostra a micrografia do UNS 3CrC e do UNS 3CrC 1M moídos por 20h, 40h e 60h. Comparando-se com a amostra do UNS S31803 pode-se concluir que a adição do carbeto de cromo e/ou metanol aumenta a eficiência de moagem, uma vez que não se evidencia partículas laminares que estavam presentes na amostra UNS S31803, certificando que o tempo de 20 horas foi o suficiente para suprir a primeira etapa da moagem. A adição de carbeto aumentou a eficiência da moagem, em decorrência do mecanismo de indução de tensões que a partícula frágil dos carbetos gera sobre a partícula dúctil do aço, o que facilita a ruptura. A adição do metanol também ajudou na eficiência da moagem, em consequência da diminuição da soldagem excessiva entre as partículas e evitando a formação de agregados grosseiros.

Outra observação importante é quando se faz a comparação entre as amostras UNS 3CrC e UNS 3CrC 1M. As micrografias mostram que para um mesmo tempo de moagem, as amostras contendo metanol apresentam partículas com diferentes formas e tamanhos.

Nas amostras UNS 3CrC, observa-se partículas regulares com superfície homogênea e dispersas, enquanto que nas amostras UNS 3CrC 1M observa-se partículas menores, principalmente em 40h e 60h, de tamanhos heterogêneos porém as partículas estão em forma de agregados soldadas a frio.

Quando se compara tempos diferentes e mesma condição de moagem, verifica-se uma pequena diminuição no tamanho de partícula mais evidenciada nas amostras contendo metanol. Nas amostras de UNS 3CrC, visualmente, não é possível identificar se o tempo de moagem utilizado foi o suficiente para realizar o ciclo de moagem completo, enquanto nas amostras de UNS 3CrC 1M, a moagem de 60 horas ainda se manteve eficiente para a diminuição no tamanho de partículas.

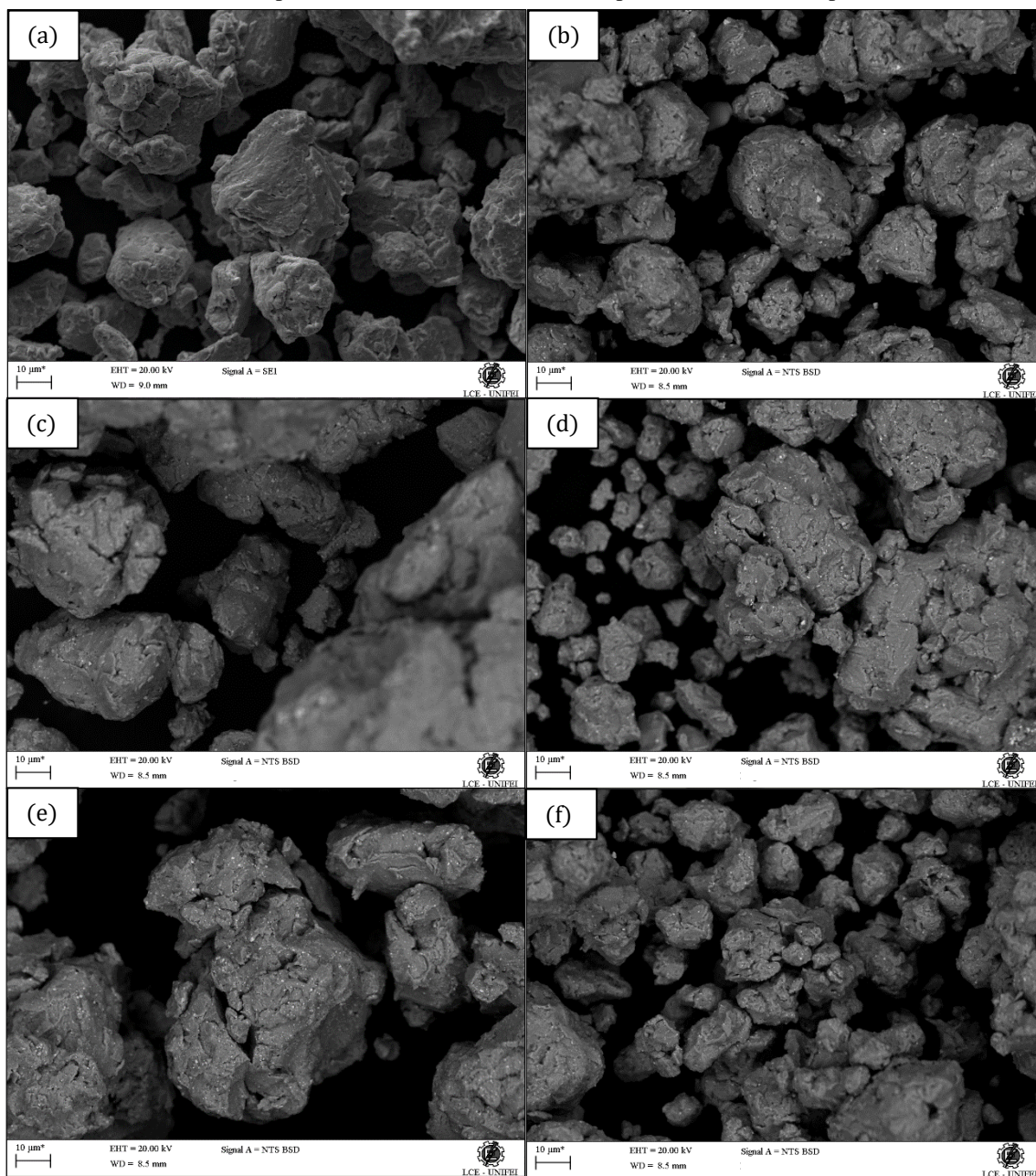
A Figura 33 mostra a micrografia do UNS 3VC e do UNS 3VC 1M moídos por 20h, 40h e 60h. Observa-se que as amostras UNS 3VC 1M apresentam partículas menores e menos aglomeradas, para todos os tempos avaliados. O metanol tornou o processo de moagem mais eficiente desde as primeiras 20 horas de moagem.

Quando se compara a mesma condição de moagem em função do tempo observa-se que a redução do tamanho de partículas é mais visível nas amostras UNS 3VC, principalmente de 20h para 40h. Essa redução é menos visível nas amostras UNS 3VC 1M, porque com o tempo de 20 horas de moagem as partículas possuem menor granulometria, mostrando o aumento da eficiência de moagem com a adição de metanol, principalmente nos tempos iniciais de moagem. Assim, pode-se dizer que o metanol tornou a moagem mais eficiente, e possivelmente, tornou o ciclo de moagem completo nas primeiras 20 horas de moagem, o qual se atinge o equilíbrio entre a soldagem a frio e a fratura.

Comparando-se as amostras do aço moído com apenas a adição de carbetos (UNS 3CrC e UNS 3VC) é possível observar que as amostras UNS 3VC apresentam menor granulometria desde as primeiras 20 horas de moagem.

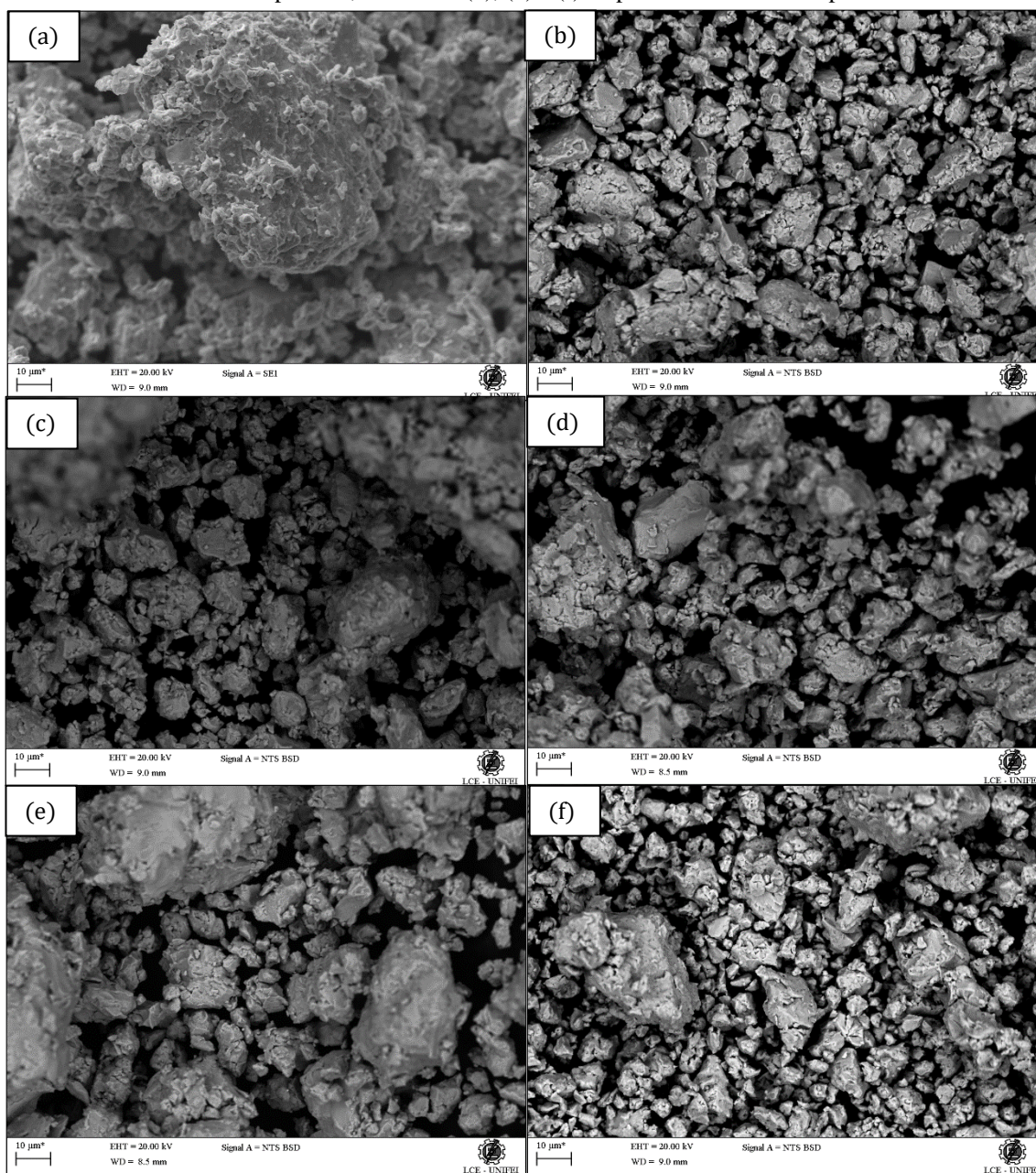


Figura 32 – Micrografia do UNS 3CrC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3CrC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente obtidas pelo MEV.



Fonte - Autor.

Figura 33 – Micrografia do UNS 3VC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3VC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente obtidas pelo MEV.



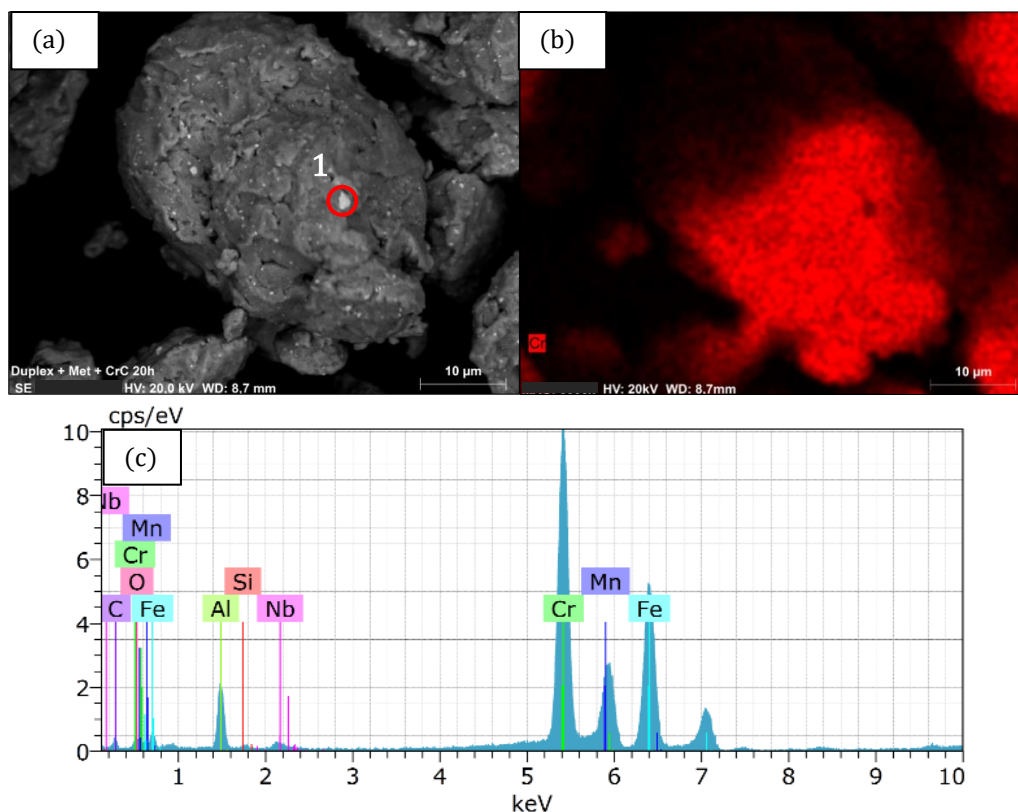
Fonte - Autor.

### 4.3 Distribuição das partículas do carbeto nas amostras moídas

A análise da distribuição dos carbetos no pó do aço UNS S31803 foi determinada por mapeamento e multiponto via EDS (Figuras 34 e 35). Os carbetos foram identificados pela presença do vanádio e do cromo, pois o carbono não é detectado devido ao seu baixo peso atômico.

A Figura 34a mostra a micrografia do UNS 3CrC. Observa-se que existem pontos brancos distribuídos pela superfície das partículas do aço e realizou-se a análise de multiponto do ponto 1. A composição química do ponto 1, Figura 34c, o qual observa-se a grande quantidade de cromo, possivelmente representado pelo  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ . Na Figura 34b realizou-se o mapeamento do cromo evidenciando a distribuição homogênea do cromo sobre a superfície das partículas do UNS 3CrC.

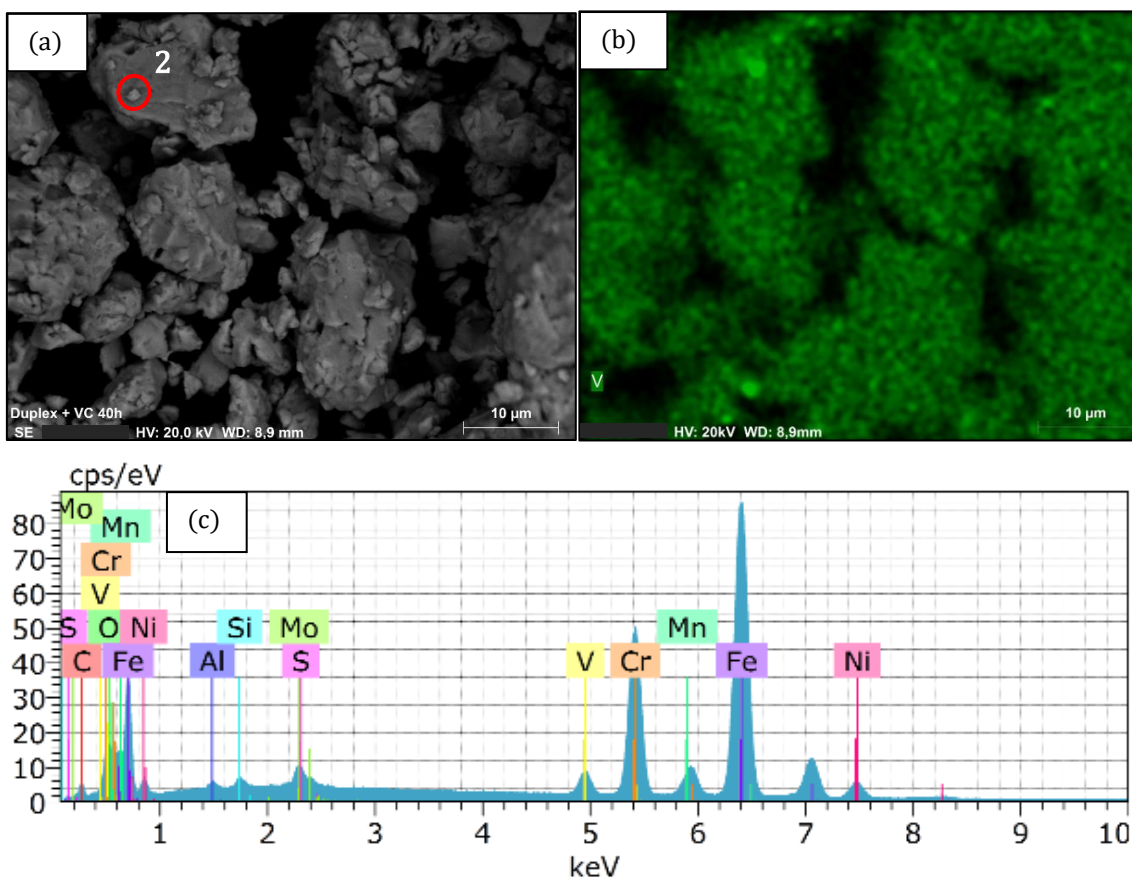
Figura 34 - Mapeamento dos pós de um aço inoxidável com adição de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ ; (a) Imagem de partida. (b) Mapeamento para identificação de partículas cromo. (c) Espectros de EDX de aço inoxidável dúplex para identificação de elementos químicos principais.



Fonte - Autor.

Da mesma forma a Figura 35a mostra a micrografia do UNS 3VC. Observa-se que existem partículas de menor tamanho distribuídos pela superfície de outras maiores. Foi realizado a análise de multiponto em 2. A composição química do ponto 2, Figura 35c, o qual observa-se a grande quantidade de vanádio identificando o VC. Na Figura 35b realizou-se o mapeamento do vanádio evidenciando a distribuição homogênea sobre as partículas do do UNS 3VC.

Figura 35 - Mapeamento dos pós de um aço inoxidável com adição de VC; (a) Imagem de partida. (b) Mapeamento para identificação de partículas vanádio. (c) Espectros de EDX de aço inoxidável duplex para identificação de elementos químicos principais.



Fonte - Autor.

## **4.4 Granulometria do aço UNS S31803 nas diferentes condições de moagem**

Para verificar o tamanho de partículas realizou-se dois tipos de análises: classificação granulométrica por peneiramento e difração a laser. Estes métodos foram utilizados para que a análise do tamanho de partículas seja completa para toda a amostra, uma vez que cada técnica possui uma zona de trabalho ideal para diferentes tamanhos de partícula. Então para partículas grosseiras acima de 297  $\mu\text{m}$ , utilizou-se a classificação granulométrica por peneiramento e para partículas mais finas, abaixo de 297  $\mu\text{m}$ , utilizou-se a técnica de difração a laser.

### **4.4.1 Classificação granulométrica pelo método de Peneiramento**

A classificação granulométrica por peneiramento foi realizado com a finalidade de determinar o tamanho médio e analisar a distribuição acumulativa das partículas mais grosseiras, acima de 297  $\mu\text{m}$ . Realizou-se a separação granulométrica com 4 peneiras com diferentes aberturas: 16 mesh (1190  $\mu\text{m}$ ), 30 mesh (590  $\mu\text{m}$ ), 40 mesh (420  $\mu\text{m}$ ) e 50 mesh (297  $\mu\text{m}$ ). A partir da quantidade de massa retida em cada peneira, foi possível obter os gráficos das Figuras 36 a 38. Os detalhes dos resultados estão disponibilizados no anexo.

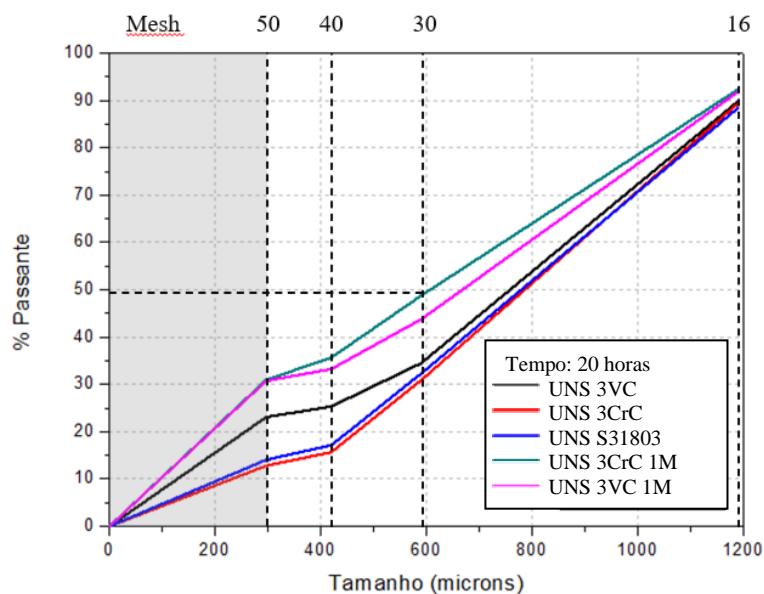
Na Tabela 8 estão o parâmetro D50 e a redução do tamanho de partícula médio das amostras do aço UNS S31803 e suas adições.

Tabela 8 – Parâmetro D50 e redução no tamanho médio do UNS S31803 e suas adições.

<b>Material</b>	<b>Tempo moagem (horas)</b>	<b>D50 (µm)</b>	<b>Redução do tamanho médio (%)</b>
<b>UNS S31803</b>	20	781,28	-
<b>UNS S31803</b>	40	724,31	7
<b>UNS S31803</b>	60	691,23	12
<b>UNS 3CrC</b>	20	787,30	-
<b>UNS 3CrC</b>	40	766,42	3
<b>UNS 3CrC</b>	60	706,26	10
<b>UNS 3CrC 1M</b>	20	606,77	-
<b>UNS 3CrC 1M</b>	40	543,86	10
<b>UNS 3CrC 1M</b>	60	285,21	53
<b>UNS 3VC</b>	20	760,21	-
<b>UNS 3VC</b>	40	637,09	16
<b>UNS 3VC</b>	60	631,08	17
<b>UNS 3VC 1M</b>	20	670,17	-
<b>UNS 3VC 1M</b>	40	669,95	0
<b>UNS 3VC 1M</b>	60	525,81	21

Na Figura 36, observa-se a curva granulométrica acumulativa das amostras que foram moídas por 20 horas. No gráfico, as amostras que obtiveram o melhor desempenho foram as duas que continham metanol, como foi evidenciado nos resultados de difração a laser e nas micrografias do MEV. O metanol trouxe uma melhoria na eficiência de moagem pela adsorção dos agentes na superfície das partículas dos pós minimizando a excessiva soldagem a frio ocorrendo uma diminuição na “tensão superficial” dos agregados, aumentando a probabilidade de fratura destes. Comparando-se as amostras com carbeto porém sem o metanol, observa-se que o UNS 3VC apresentou melhores resultados principalmente para partículas abaixo de 600 µm. A curva da amostra UNS 3CrC se aproximou da curva da amostra UNS S31803, apresentando pouca efetividade nas primeiras 20 horas de moagem.

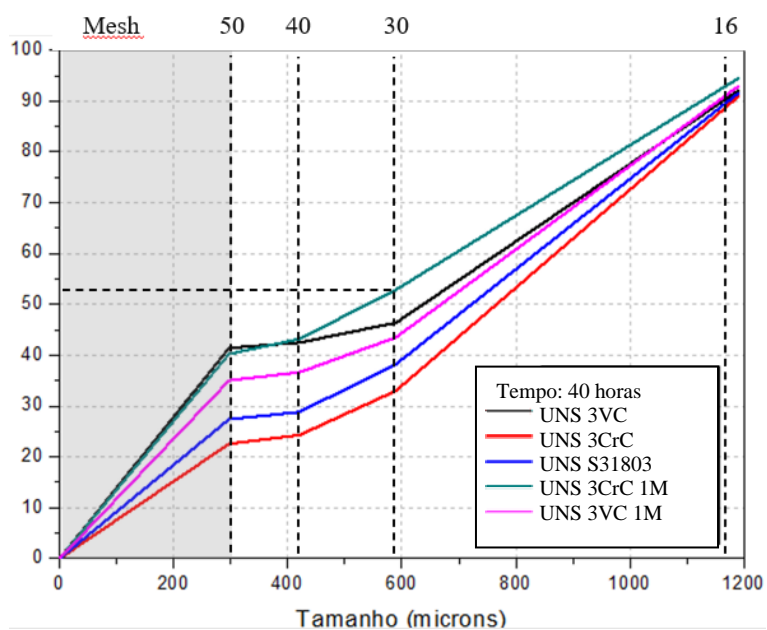
Figura 36– Curva granulométrica de todas as amostras no tempo de 20 horas de moagem.



Fonte - Autor.

Na Figura 37, observa-se a curva granulométrica acumulativa das amostras que foram moídas por 40 horas. No geral, houve a diminuição do tamanho de partícula médio de todas as amostras, e que apresentou a menor redução foi a amostra UNS 3VC com 16% de redução, comparado ao primeiro tempo de moagem.

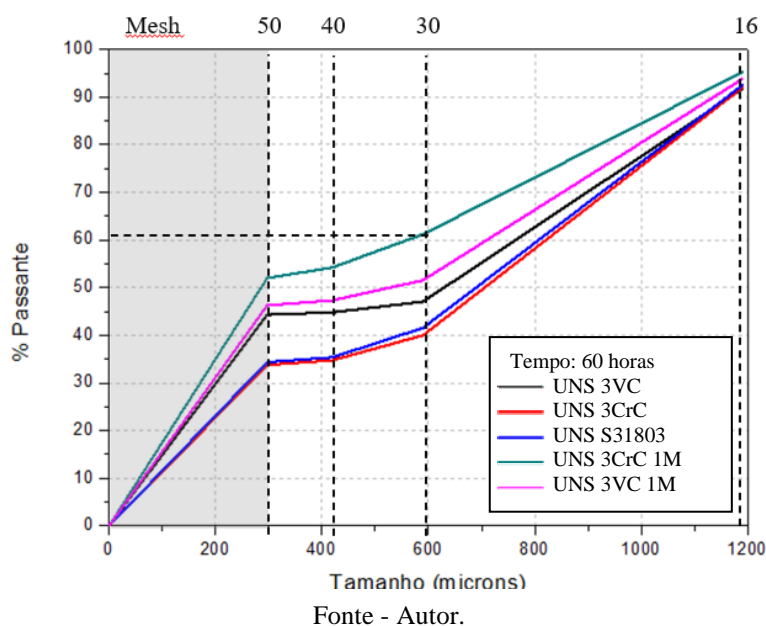
Figura 37– Curva granulométrica de todas as amostras no tempo de 40 horas de moagem.



Fonte - Autor.

Na Figura 38 observa-se a curva granulométrica acumulativa das amostras que foram moídas por 60 horas. Houve a diminuição do tamanho de partícula médio de todas as amostras com destaque para amostra UNS 3CrC 1M com 50% de redução. Comparando-se as amostras UNS S31803 com UNS 3CrC, as curvas são semelhantes apresentando pouca eficiência nas primeiras 20 horas de moagem.

Figura 38– Curva granulométrica de todas as amostras no tempo de 60 horas de moagem.



#### 4.4.2 Classificação granulométrica por difração a laser

O ensaio de análise de tamanho de partículas foi realizado com a finalidade de determinar a distribuição granulométrica dos pós e os principais parâmetros de difração a laser estão resumidos na Tabela 9. São mostrados os valores dos tamanhos de partículas D10, D50 e D90 assim como do tamanho de partícula média e o tipo de distribuição da curva de Gauss para cada condição planejada no projeto de experimento, com a variação dos parâmetros de moagem. Os detalhes dos resultados estão disponibilizados no anexo.

Os pontos sobre a distribuição, designados como D10, D50, D90; correspondem aos tamanhos de partícula a 10, 50, e 90% sobre a distribuição acumulativa, que representam os tamanhos de partícula abaixo dos quais se encontram 10%, 50% e 90% da massa do material.



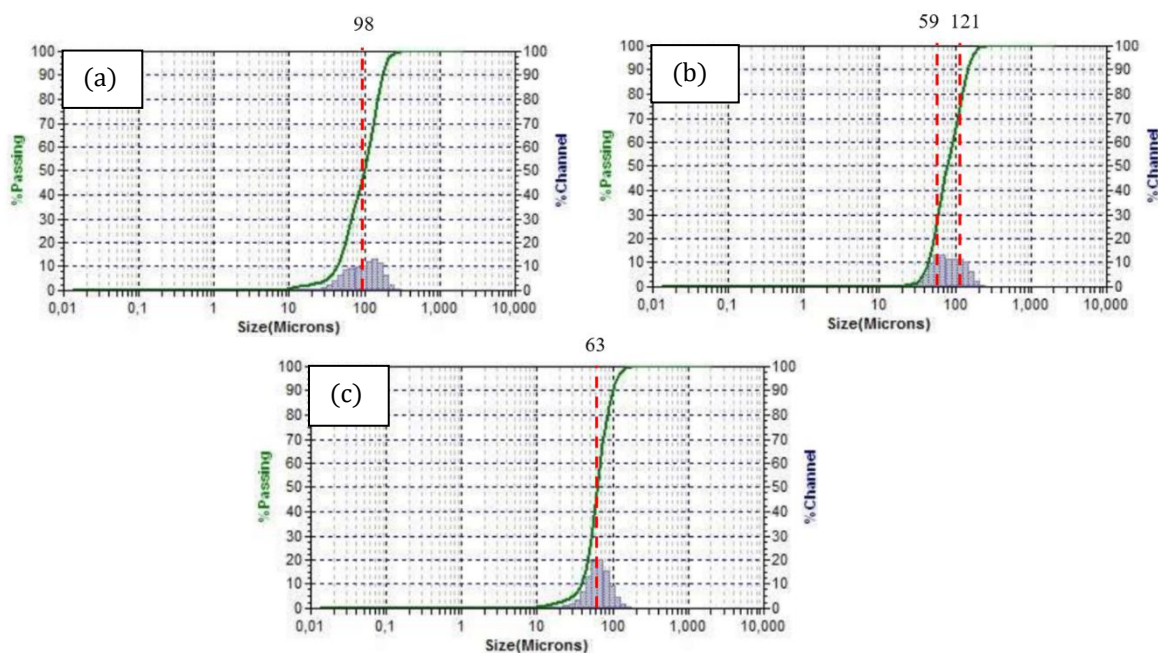
Tabela 9 – Distribuição, parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do UNS S31803 e suas adições.

Material	Tempo moagem (horas)	Distribuição	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)	Média (µm)
UNS S31803	20	Unimodal	43,18	98,11	174,5	98,11
UNS S31803	40	Bimodal	44,27	78,60	146,3	59,08 - 121,5
UNS S31803	60	Unimodal	38,62	63,35	98,61	63,35
UNS 3CrC	20	Unimodal	30,35	71,94	186,9	71,94
UNS 3CrC	40	Unimodal	38,38	71,58	165,1	71,58
UNS 3CrC	60	Unimodal	38,83	58,01	95,41	58,01
UNS 3CrC 1M	20	Unimodal	36,45	57,00	102,4	57,00
UNS 3CrC 1M	40	Unimodal	44,79	69,61	141,1	69,61
UNS 3CrC 1M	60	Unimodal	46,32	70,33	139,2	70,33
UNS 3VC	20	Trimodal	12,58	65,72	203,7	10,83 - 43,65 - 141,8
UNS 3VC	40	Bimodal	11,21	44,18	151,7	11,00 - 51,89
UNS 3VC	60	Bimodal	9,90	33,04	59,74	10,83 - 42,99
UNS 3VC 1M	20	Bimodal	10,55	38,06	119,3	10,90 - 46,62
UNS 3VC 1M	40	Trimodal	10,39	38,01	157,2	11,00 - 40,61 - 161,0
UNS 3VC 1M	60	Trimodal	10,36	34,74	120,0	11,10 - 39,43 - 144,1

Na Figura 39, pode-se observar a curva gaussiana da granulometria da amostra UNS S31803 moída por 20h, 40h e 60h em 39a, 39b e 39c, respectivamente.

Em 20 horas de moagem, a distribuição da curva apresenta-se unimodal com tamanho médio de 98,11 µm com uma curtose achatada (platicúrtica). Em 40 horas de moagem observa-se a formação do segundo pico com 59,08 µm com a mesma curtose achatada finalizando em 60 horas, voltando a apresentar uma distribuição unimodal, com o tamanho de partícula médio em 63,35 µm. A curva apresenta uma curtose delgada (leptocúrtica) e houve uma redução de aproximadamente 35% para o valor médio de partícula se comparado ao primeiro tempo de moagem.

Figura 39 – Resultado de difração a laser do aço UNS S31803 moído por 20h, 40h e 60h (a), (b) e (c) respectivamente.



Fonte - Autor.

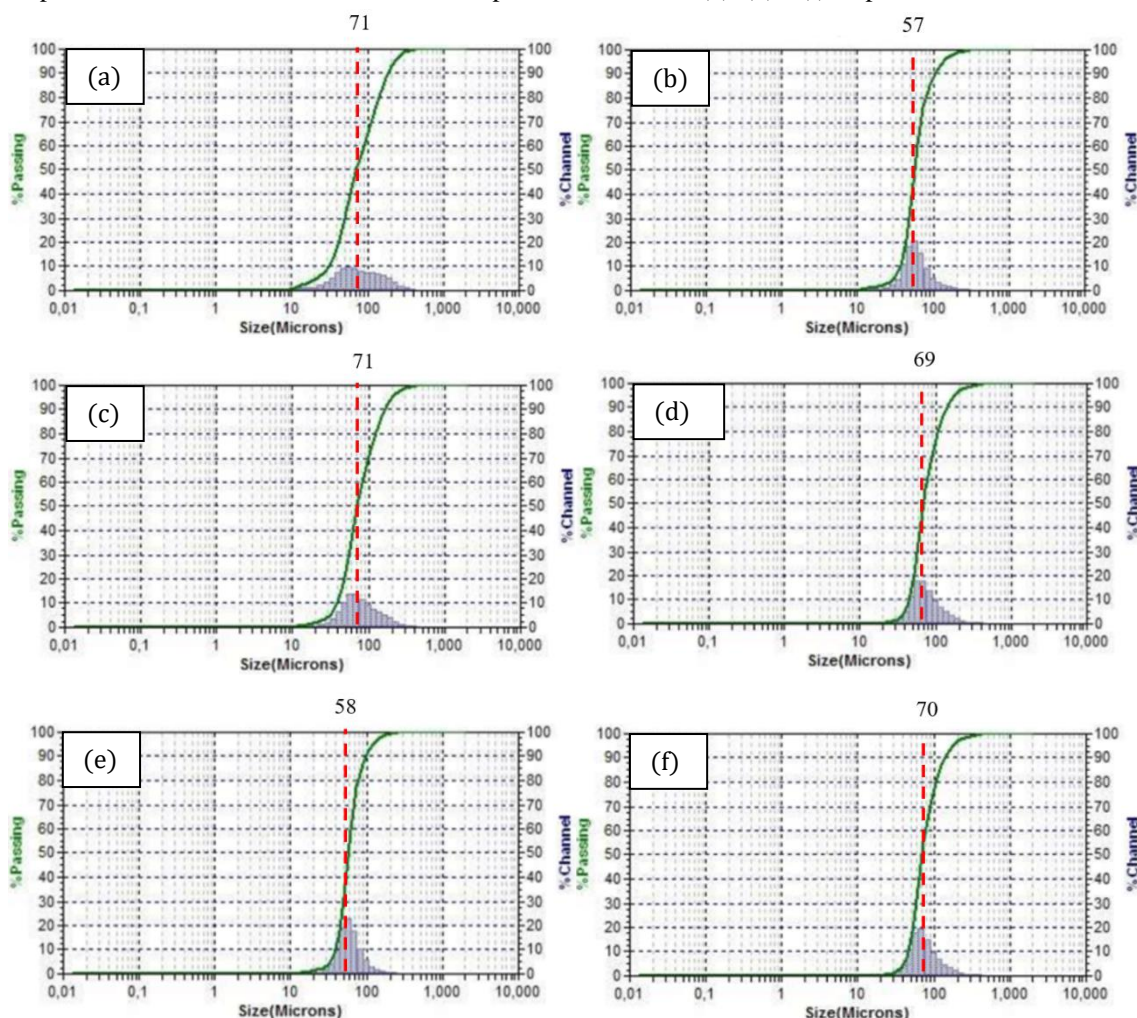
Na Figura 40, observa-se a curva gaussiana da granulometria do aço UNS 3CrC e do UNS 3CrC 1M moídos por 20h, 40h e 60h.

As Figuras 40a, 40c e 40e, são gráficos referentes a amostra de UNS 3CrC nos tempos de 20h, 40h e 60h respectivamente. Independentemente do tempo de moagem, as curvas apresentam uma distribuição unimodal. Observa-se que de 20h para 40h de moagem, não houve grande alteração no tamanho de partícula médio (71  $\mu\text{m}$ ), porém existe um achatamento da curva, passando de uma curtose achatada para delgada. Em 60 horas de moagem, observa-se um achatamento da curva, com o tamanho de partícula médio de 58,01  $\mu\text{m}$ , representando uma redução de aproximadamente 19% comparando-se ao primeiro tempo de moagem.

As Figuras 40b, 40d e 40f, são gráficos referentes a amostra de UNS 3CrC 1M nos tempos de 20h, 40h e 60h respectivamente. Independentemente do tempo de moagem, as curvas apresentam uma distribuição unimodal. Observa-se que com o aumento do tempo de moagem, houve também um aumento do tamanho de partícula médio passando de 57,00  $\mu\text{m}$  para 70,33  $\mu\text{m}$ . A resposta para o aumento se dá pelo fato de aglomerações e soldagem a frio por impacto das partículas do material, uma vez que o metanol tornou a moagem muito eficiente nas primeiras horas de moagem. A soldagem excessiva entre as partículas aumenta a formação de agregados grosseiros e heterogêneos. Comparando-

se com a amostra sem metanol, evidencia-se um tamanho de partícula médio da amostra com metanol de 20h de moagem menor do que a amostra sem metanol moída por 60 horas.

Figura 40 - Resultado de difração a laser do UNS 3CrC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3CrC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente.



Fonte - Autor.

Na Figura 41, observa-se a curva gaussiana da granulometria do UNS 3VC e do UNS 3VC 1M moídos por 20h, 40h e 60h.

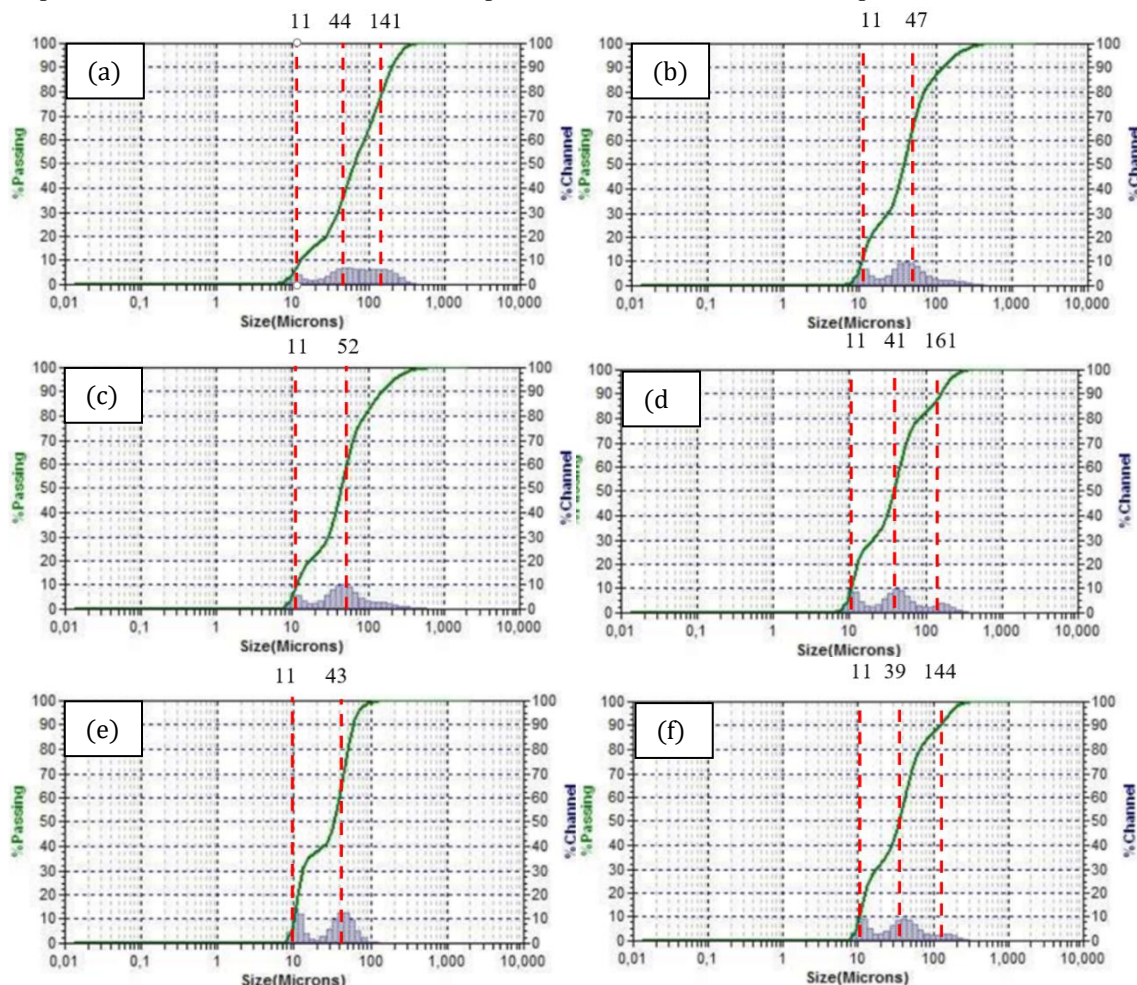
As Figuras 41a, 41c e 41e, são gráficos referentes a amostra de UNS 3VC. Em 20 horas de moagem (Figura 41a), observa-se uma curva bem achatada com uma distribuição trimodal com os picos em 10,83 μm - 43,65 μm - 141,8 μm. Comparando-se com as amostras contendo  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ , observa-se partículas no tamanho de 10 μm, evidenciando uma eficiência na moagem. Nos tempos de 40 e 60 horas de moagem, Figuras 38c e 38e, respectivamente, evidencia-se curvas de distribuição bimodal. As curvas apresentam picos delgados com o achatamento no tempo de 60 horas de moagem. O tamanho de

partícula médio, comparando-se a 20 horas de moagem, passou de 65,72  $\mu\text{m}$  para 33,04  $\mu\text{m}$  representando uma redução de aproximadamente 50%.

As Figuras 41b, 41d e 41f, são gráficos referentes a amostra de UNS 3VC 1M. Em 20 horas de moagem (Figura 41b), observa-se uma curva bimodal com o tamanho de partícula médio de 38,06  $\mu\text{m}$ . Nos tempos de 40 e 60 horas de moagem Figuras 41d e 41f, respectivamente, evidencia-se curvas de distribuição trimodal. As curvas apresentam picos delgados com o achatamento no tempo de 60 horas de moagem. O tamanho de partícula médio, para 34,74  $\mu\text{m}$  representando uma redução de aproximadamente 9%.

Ao comparar as amostras UNS 3VC e UNS 3VC 1M, verifica que existe menor redução no tamanho de partícula médio, o qual para a amostra sem metanol, a redução foi de 50% e a com metanol foi de 9%. Isto acontece devido as propriedades do metanol, o qual torna a moagem mais eficiente desde as primeiras horas de moagem.

Figura 41 - Resultado de difração a laser do UNS 3VC moídas por 20h, 40h e 60h (a), (c) e (e) respectivamente e do UNS 3VC 1M moídas por 20h, 40h e 60h (b), (d) e (f) respectivamente.



Fonte - Autor.

## 4.5 Caracterização do material sinterizado

Como as amostras moídas por 40 e 60 horas apresentaram menores granulometrias, foram escolhidas para a etapa de sinterização.

### 4.5.1 Porosidade

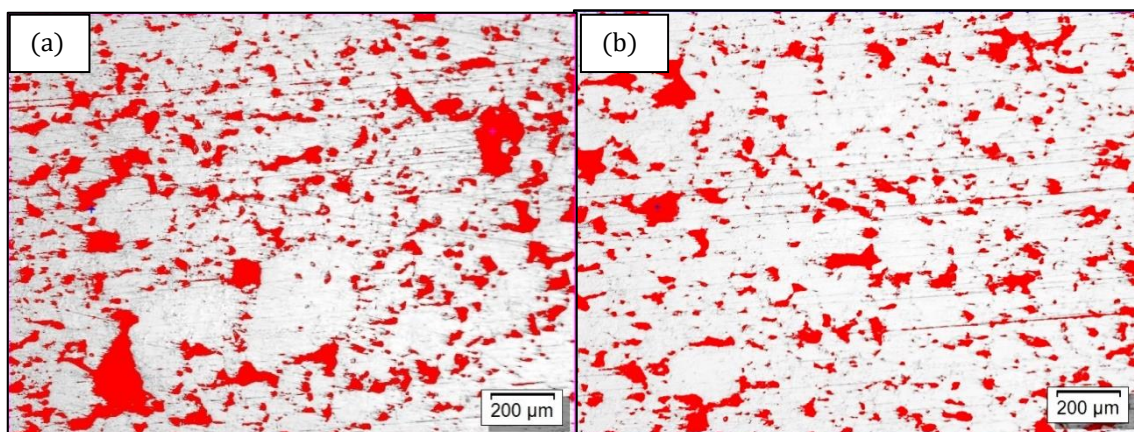
Realizou-se as análises de porosidade nas amostras sinterizadas via microscópio ótico. Na Tabela 10, observa-se a porcentagem de porosidade e o número de poros para cada tipo de amostra.

Tabela 10 – Taxa de porosidade das pastilhas sinterizadas do aço UNS S31803 e suas adições.

Material	Tempo de moagem em horas	Porosidade em %	Número de poros
UNS S31803	40	17,82 ± 2,03	396 ± 78
UNS S31803	60	12,56 ± 1,96	320 ± 67
UNS 3CrC	40	9,57 ± 2,07	396 ± 82
UNS 3CrC	60	8,40 ± 2,01	689 ± 138
UNS 3CrC 1M	40	6,06 ± 2,03	690 ± 141
UNS 3CrC 1M	60	5,34 ± 1,59	507 ± 97
UNS 3VC	40	5,21 ± 2,11	576 ± 133
UNS 3VC	60	3,64 ± 0,75	528 ± 103
UNS 3VC 1M	40	3,35 ± 1,42	463 ± 95
UNS 3VC1M	60	2,19 ± 0,55	354 ± 77

Observa-se na Figura 42 as micrografias das amostras sinterizadas a partir de pastilhas do UNS S31803 moídas por 40h e 60h em 42a e 42b, respectivamente. Nestas micrografias as regiões em vermelho representam a porosidade na amostra. A amostra sinterizada, obtida pelo pó moído por 40h, apresentou porosidade que ocupou uma área de 17,82% enquanto aquela obtida pelo pó moído por 60h apresentou porosidade que ocupou uma área de 12,56%. A taxa de porosidade é relativamente alta para as duas amostras mas observa-se que a amostra moída por 60h (Figura 42b) apresenta poros menores e mais homogeneamente distribuídos.

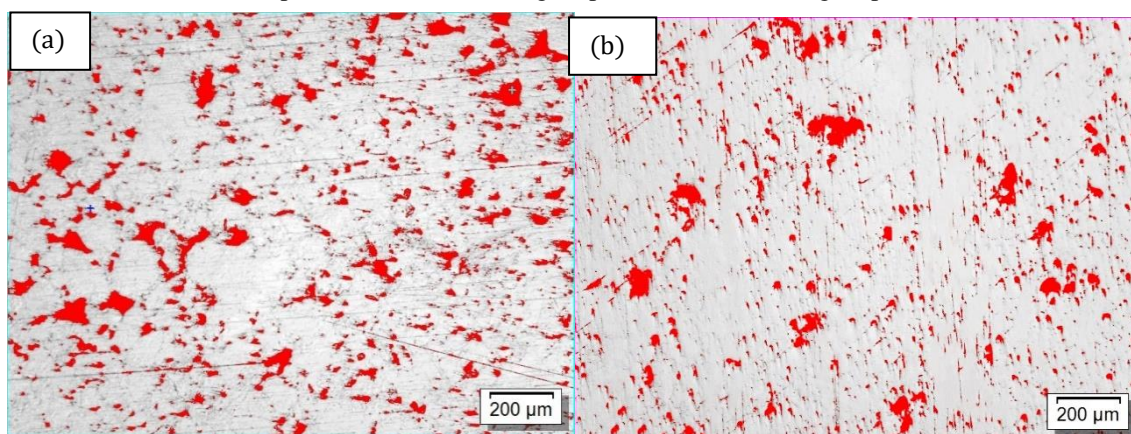
Figura 42 – Microestrutura do UNS S31803 sinterizado a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h.



Fonte - Autor.

A Figura 43 mostra a micrografia das amostras UNS 3CrC sinterizadas a partir do pó do aço moído por 40h e 60h em 43a e 43b, respectivamente. A amostra sinterizada, obtida pelo pó moído por 40h, apresentou porosidade que ocupou uma área de 9,57% enquanto aquela obtida pelo pó moído por 60h apresentou porosidade que ocupou uma área de 8,40%. Em relação a amostra UNS S31803 sem adições, observa-se uma quantidade maior de poros nas amostras contendo cromo, porém com tamanho reduzido.

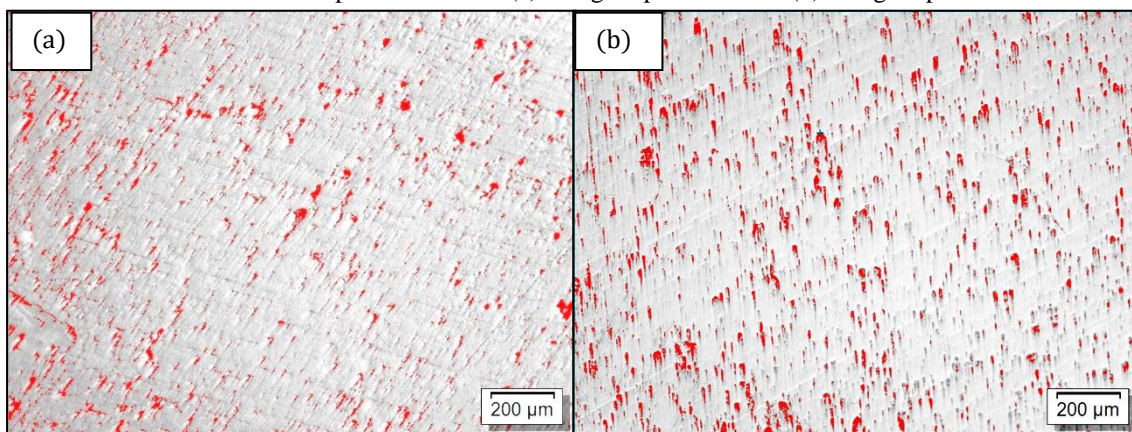
Figura 43 – Microestrutura do UNS 3CrC sinterizada a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h.



Fonte - Autor.

A Figura 44 mostra a micrografia das amostras UNS 3VC sinterizadas a partir do pó do aço moído por 40h e 60h em 44a e 44b, respectivamente. Nestas amostras verificou-se uma grande redução de porosidade em função do tempo de moagem. As amostras sinterizadas a partir do pó do aço moído por 40h apresentaram uma porosidade de 5,21% em área, enquanto aquela obtida a partir do pó do aço moído por 60h apresentou uma porosidade de 3,64%.

Figura 44 – Microestrutura do aço UNS 3VC sinterizada a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h.

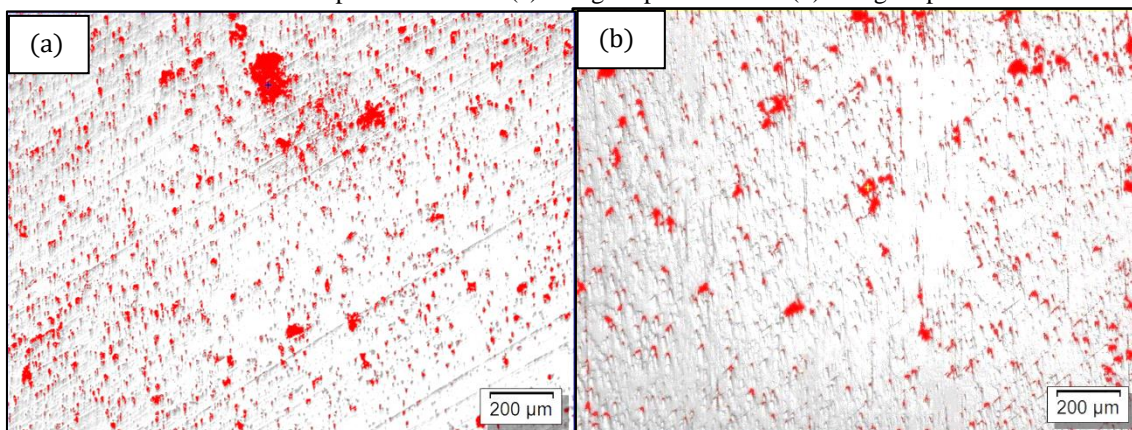


Fonte - Autor.

A Figura 45 mostra a micrografia das amostras UNS 3CrC 1M sinterizadas a partir do pó do aço moído por 40h e 60h. Observou-se que as amostras sinterizadas a partir do pó do aço moído por 40h apresentaram uma porosidade de 6,06% em área enquanto aquela obtida a partir do pó do aço moído por 60h apresentou uma porosidade de 5,34%. Observa-se também que aquela obtida com o pó moído por 40h apresenta porosidade mais heterogênea.

Comparando com as amostras UNS 3CrC, observa-se que a menor granulometria obtida com a adição de metanol melhorou a densificação das amostras.

Figura 45 – Microestrutura do UNS 3CrC 1M sinterizada a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h.

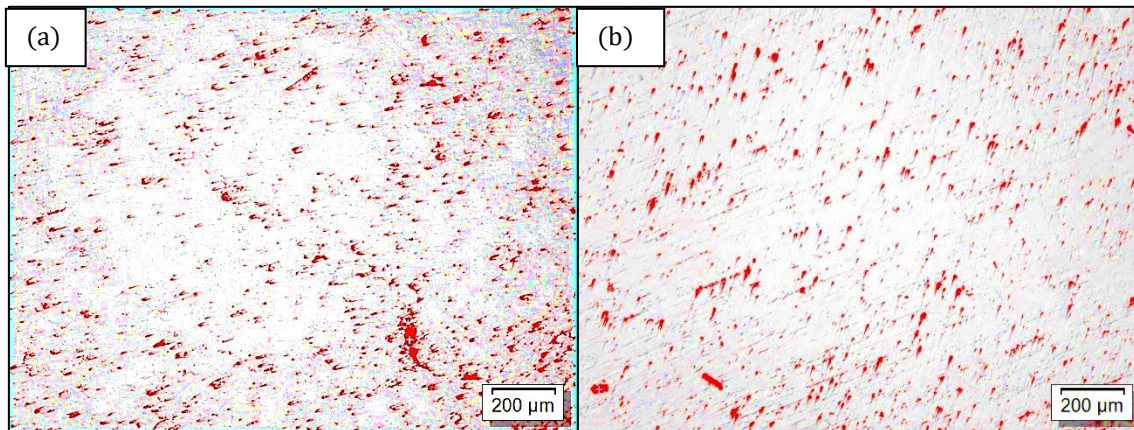


Fonte - Autor.

A Figura 46 mostra a micrografia das amostras UNS 3VC 1M sinterizadas a partir do pó do aço moído por 40h e 60h em 46a e 46b, respectivamente. Os resultados mostraram que as amostras sinterizadas a partir do pó do aço moído por 40h apresentaram

uma porosidade de 3,35% em área enquanto aquela obtida a partir do pó do aço moído por 60 h apresentou uma porosidade de 2,19%.

Figura 46 – Microestrutura do aço do UNS 3VC 1M sinterizada a 1250°C durante 1 hora. As regiões em vermelho indicam porosidade. Em (a) moagem por 40h e em (b) moagem por 60h.



Fonte - Autor.

Estes resultados mostram que a amostra UNS 3VC 1M foi a mais eficiente, entre as combinações avaliadas neste trabalho. Como a adição de VC e metanol proporcionou a obtenção de pós de mais baixa granulometrias, foi também possível obter amostras com baixa porosidade e com ótima homogeneidade no que diz respeito à distribuição e tamanho dos poros. Em todos os casos a adição do carbeto no momento da moagem possibilitou a obtenção de amostras menos porosas, sendo mais eficiente o carbeto de vanádio. Observa-se também que as menores porosidades foram obtidas nas amostras que foram moídas com a adição de metanol, o que deve estar diretamente relacionado com baixa granulometria obtida quando se usa a combinação de carbeto e metanol, destacando-se o UNS 3VC 1M.



## 4.5.2 Densidade pelo método de Arquimedes

Os valores das medidas de densidade a verde e das amostras sinterizadas (método de Arquimedes) são apresentados na Tabela 11.

Os valores estão abaixo do aço produzido pelo processo de fusão, que é de 7,8 g/cm<sup>3</sup>. Esta diminuição da densidade do aço fundido para a amostra sinterizada é esperada devido à maior presença de poros nas peças fabricadas por metalurgia do pó a partir das técnicas e parâmetros adotados no presente estudo.

Observa-se que, apesar de possuírem o maior tamanho de partículas médio, as amostras UNS S31803 apresentaram a maior densidade. Isso acontece ao fato de que, nesse caso, houve boa compatibilidade entre os tamanhos das partículas finas e grossas.

As amostras que apresentaram menor tamanho de partícula médio, as quais tem na sua composição o carvão e metanol, foram as que apresentaram a menor densidade. Neste caso, o excesso de partículas finas diminuiu a densidade de empacotamento desse sistema devido ao efeito parede, que ocorre quando os diâmetros das partículas de duas classes são tão diferentes que a superfície de contato do grão mais grosso funciona como um plano ao contato com os grãos mais finos, aumentando os vazios na região próxima à superfície. E a elevada área superficial decorrente do maior número de partículas finas pode dificultar a obtenção de um compacto denso, devido à elevada fricção interna no processo de compactação. Assim, na etapa de compressão, ao desenvolver as pastilhas, formou-se na superfície pressurizada uma camada mais compacta, o que foi observado na menor taxa de porosidade superficial, e um interior menos compacto ocasionado pela elevada energia superficial que ocorreu devido a elevada fricção interna de compressão.

Tabela 11 – Valores de densidade à verde, densidade do material sinterizado e densidade pelo método de Arquimedes do aço UNS S31803 e com a adição de outros materiais.

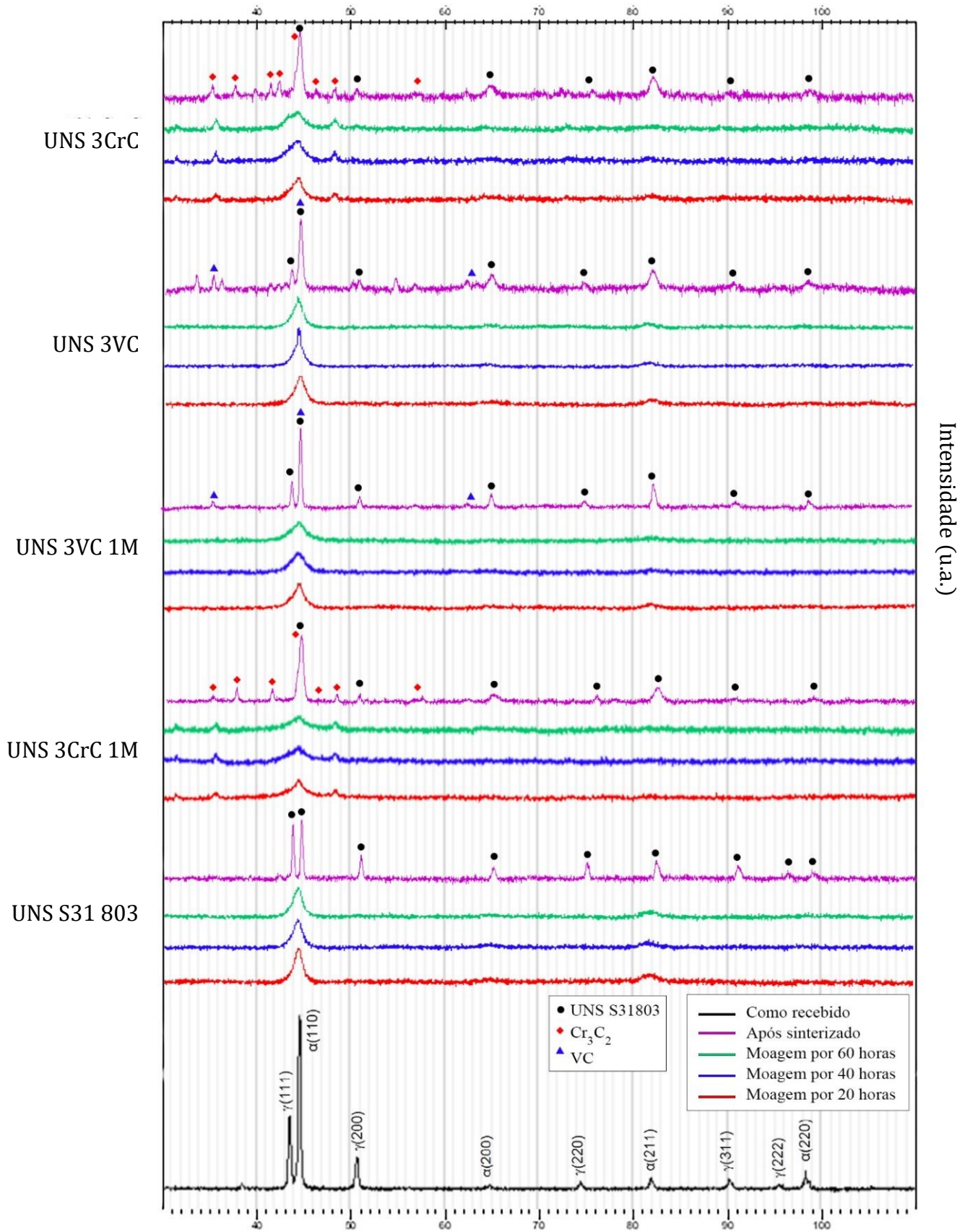
Material	Tempo de moagem em horas	Densidade Verde (g/cm <sup>3</sup> )	à Densidade sinterizado (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade por Arquimedes (g/cm <sup>3</sup> )
UNS S31803	40	5,12 ± 0,04	5,42 ± 0,07	5,82 ± 0,07
UNS S31803	60	5,16 ± 0,03	5,40 ± 0,03	5,71 ± 0,08
UNS 3CrC	40	4,51 ± 0,09	5,02 ± 0,04	5,66 ± 0,10
UNS 3CrC	60	4,72 ± 0,10	5,01 ± 0,05	5,45 ± 0,12
UNS 3CrC 1M	40	4,41 ± 0,03	5,01 ± 0,08	5,64 ± 0,07
UNS 3CrC 1M	60	4,87 ± 0,09	5,06 ± 0,11	5,39 ± 0,04
UNS 3VC	40	4,70 ± 0,02	4,97 ± 0,02	5,30 ± 0,06
UNS 3VC	60	4,27 ± 0,08	4,57 ± 0,05	5,01 ± 0,06
UNS 3VC 1M	40	4,35 ± 0,12	4,87 ± 0,04	5,46 ± 0,11
UNS 3VC1M	60	4,40 ± 0,08	4,72 ± 0,10	5,13 ± 0,08

### 4.5.3 Difração de raios (DRX)

Pela difração de raios X verifica-se as fases presentes nos materiais a serem analisados. Para este estudo o material como recebido deve possuir a estrutura comum do aço Duplex, ou seja, austenita representada pela fase  $\gamma$  (hkl) e ferrita pela fase  $\alpha$  (hkl), na Figura 47. Pode-se observar que, em geral, com o aumento do tempo de moagem verifica-se que os picos alargaram e diminuíram suas intensidades indicando o processo de amorfização e/ou transformação das fases.

Após sinterizado, observa-se uma restauração na forma dos picos com o seu aumento na altura e diminuição da largura. Esse fenômeno ocorre devido aos processos de recuperação e recristalização das fases associado a temperatura de sinterização. O aparecimento de picos nas amostras contendo carbeto é devido a presença de fases presentes associadas ao vanádio e ao cromo.

Figura 47 - Difração de raios X de aço inoxidável nas seguintes condições: moagem por 20h, 40h, 60h horas e conforme recebido.



Fonte – Autor.

## 5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

### 5.1 Conclusão

A moagem de alta energia mostrou-se um eficiente processo para a reutilização do cavaco do aço inoxidável duplex UNS S31803. Assim, pode-se concluir neste trabalho que:

- A adição de carbeto e agente controlador de processo na moagem de alta energia favoreceu a diminuição do tamanho de partícula.
- O metanol tornou o processo de moagem mais eficiente nas primeiras 20 horas de moagem, porém em tempos superiores não houve alterações consideráveis em seus resultados.
- A adição dos carbeto sem o metanol se mostrou mais eficiente para o tempo de 60 horas de moagem.
- Comparando-se os resultados das amostras com a adição de carbeto ( $\text{Cr}_3\text{C}_2$  e VC), o VC apresentou-se mais eficiente, uma vez que pode observar partículas no tamanho de  $10\ \mu\text{m}$  desde as primeiras horas de moagem.
- O material que obteve os melhores resultados de porosidade foi o UNS 3VC 1M em 60 horas de moagem, apresentando apenas 2,19% de porosidade.
- A densidade do material que teve o melhor desempenho foi o UNS S31803 moída por 40 horas, o que representa 74,52% em comparação da densidade ao material como recebido.

## 5.2 Sugestões para trabalhos futuros

- Verificar a influência de 1% de metanol no AID UNS S31803 nos tempos de 20h, 40h e 60h e comparar os resultados da moagem.
- Verificar a influência de outros tipos de carbetos e agentes controladores de processo.
- Realizar um estudo de planejamento fatorial com a variação dos parâmetros de moagem e de sinterização.
- Prensar as pastilhas com diferentes porcentagens de tamanho de partícula para o mesmo material.
- Adicionar algum lubrificante no momento da compressão das pastilhas para diminuir a fricção interna das partículas.
- Realizar o estudo das propriedades mecânicas no material sinterizado.

## 6 REFERÊNCIAS

AÇO NOBRE. [Online] [citado em: 22 de abril de 2019] disponível em: <https://acosnobre.com.br/blog/tipos-de-aco-tabela/>.

ALVAREZ-ARMAS, I. Duplex stainless steels: brief history and some recent alloys, *Recent Patents on Mechanical Engineering*, 7, 2010, pp. 51-57.

BERGLUND, G.; WILHELMSSON, P. Fabrication and practical experience of duplex stainless steels. *Materials & Design*, v. 10, n. 1, p. 23–28, 1989.

CANTE, J.C.; RIERA, M. D.; OLIVER, J; PRADO, J.M.; ISTURIZ, A.; GONZALEZ, C. Flow regime analyses during the filling stage in powder metallurgy process: experimental study and numerical modeling. *Granular Matter.*, v.13, n. 1, p 79-92, 2011.

CHARLES, J. Structure and mechanical properties of duplex stainless steels. In *Conference Duplex Stainless Steels 1994, Glasgow-Scotland, 1994. Paper K1, Proceedings. England, TWI, 1994.*

CHIAVERINI, Vicente. *Metalurgia do pó: Técnica e produtos – 4 ed.* São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001.

COLPAERT, H. *Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. 4ª ed,* São Paulo: Blucher, 2008.

DAVIS, Joseph R. et al. (Ed.). *ASM specialty handbook: heat-resistant materials.* Asm International, 1997.

DE BRITO, Francisco Iranilson Gomes; MEDEIROS, Katarine F.; LOURENÇO, Jorge Magner. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. *Holos*, v. 3, p. 204-211, 2007.

DELFORGE, D. Y. M., FERREIRA, I., DA SILVA, C. G. R., PARIS, E. A. G., MARCELO, A. L., NOVAES, R. H. Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material. Uma nova tecnologia para a reciclagem de metais? *Revista Escola de Minas*, v. 60, n.1, p:95-100, 2007.

FONSECA, R.S. *Sinterização - Metalurgia do Pó.* São Paulo: FATEC - SP, 2008.

FORMAGINI, S. Utilização do modelo de empacotamento compressível de partículas para otimização de misturas granulares, Exame de qualificação para candidatura ao doutorado - Seminário, Programa de Engenharia Civil, COPPE/UFRJ, 2003.

GHADIRI, M., et al. 1991. Particle characterization size and morphology. *The Institute of Metals Series on Powder Metallurgy - An Overview.* London: s.n., 1991. pp. 56-75.

GIRALDO, C. P. S. Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex. Dissertação (Mestrado) – Departamento de Eng. Metalúrgica, Escola Politécnica, U. De São Paulo. São Paulo, 2001.

GUNN, R. N. Duplex stainless steels- Microstructures, properties and applications. Woodheadpublishing, Cambridge, 2003.

GUTIÉRREZ, J.A.E. Extração de ligantes e Sinterização por Plasma de Metal duro. Florianópolis: s.n., 2002.

IMOA. Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels. 2nd ed. International Molybdenum Association (IMOA), 2009.

ISMAR, J. Metalurgia do Pó. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, PB, 2009.

IVASANKARAN, S. et al. X-ray peak broadening analysis of AA 6061100– x– x wt.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite prepared by mechanical alloying. Materials Characterization, v. 62, n. 7, p. 661-672, 2011.

KLAR, E, SAMAL, P. K. Powder Metallurgy Stainless Steels: Processing, Microstructures, and Properties. ASM International, 2007 - 243 p.

LAI, M.O.; LÜ, L. Mechanical alloying. Boston, MA: Kluwer Academic Publishers, 1998.

LEE, W.; KWUN, S. I. The effects of process control agents on mechanical alloying mechanisms in the Ti-Al system. Journal of Alloys and Compounds, v. 240, n. 1–2, p. 193–199, 1996.

LONDOÑO, A. J. R. Estudo da precipitação de nitreto de cromo e fase por sigma por simulação térmica da zona afetada pelo calor na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex. Dissertação (Mestrado) – Departamento de Eng. Metalúrgica da Escola Politécnica da USP, São Paulo, 1997.

MENDONÇA, C. S. P (2018), Produção do compósito aço inoxidável dúplex-carbetos por meio de moagem de alta energia, 179 p.

MILANEZ, P.A. e NETO, V.B. Metalurgia do pó. Univeresidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 2011.

ORTEGA, S. F.; PILLEGI, G. R.; SEPÚLVEDA, P.; PANDOLFELLI, C. V. Influência dos modelos de Alfred e de Andreasen sobre a microestrutura e densidade a verde de compactos cerâmicos obtidos por colagem ou prensagem. Cerâmica, v. 43, p. 283-284, 1997.

PAPINI, C.J. Estudo comparativo de métodos de determinação do tamanho de partícula. Dissertação para obtenção de mestrado em Ciências na Área de tecnologia nuclear - Universidade de São Paulo, 2003.

PINTO, G.B. Análise do efeito do tempo de moagem de alta energia no tamanho de cristalito e microdeformação da rede cristalina do WC-Co. Dissertação apresentada para obtenção do mestrado em Tecnologia de materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, 2008.

PORTOLAN, E. Propriedades estruturais e mecânicas de carbetos obtido por magnetron sputtering reativo. Tese para obtenção de mestrado em Materiais. Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, RS, 2009.

R, S.; CHAIRA, D. Phase transformation and microstructure study of nano-structured austenitic and ferritic stainless-steel powders prepared by planetary milling. *Powder Technology*, v. 259, p. 125–136, 2014.

RAHMANIFARD, R.; FARHANGI, H. NOVINROOZ, A.J. Optimization of mechanical alloying parameters in 12YWT ferritic steel nanocomposite, *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2010) 6853–6857.

RANIERI, A. Caracterização mecânica e microestrutural do aço com estruturas multifásicas e tratamento de nitrocarbonetação a plasma. Guaratinguetá: Unesp, 2010.

REED, J.S. Principles of ceramic processing, second edition. John Wiley & Sons, 1995. Cap. 13, particle packing characteristics. p. 215-226.

SENATORE, M., FINZETTO, L., PEREA, E. Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L. *Revista Escola de Minas*, 60(1), 175-181, 2007.

SHAW, L. et al. Effects of process-control agents on mechanical alloying of nanostructured aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 34, n. January, p. 159–170, 2003.

SOLOMON, H.D., DEVINE, T.M. Duplex stainless steels - a tale of two phases. IN: LULA, R. A. (Ed.) *Proc. Conf. Duplex Stainless Steels'82*, ed.ASM, Materials Park, OH, EUA, 1984, p.693-756.

SUBRAMANIAN, C.; STRATFORD, K.N; WILKS, T.P.; WARD L.P. On the design of coating systems: Metallurgical and other considerations. *Journal of Materials Processing Technology*. v. 56, n. 1–4, pp. 385-397. 1996.

SURYANARA, C. Mechanical alloying and milling: progress in Materials Science. 2001. WALDÉN, B., NICHOLLS, J.M. The Sandvik duplex family of stainless steel. Summary of data. Publicação S-51-53 da AB Sandvik Steel, Suécia. Abril 1994.

ZHANG, D. L. 2004. Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling. *Progress in Materials Science*. 2004. Vol. 49, pp. 537-560.

ZHANG, F. L, WANG, C. Y e ZHU, M. Nanostructures WC Co Composite powder prepared by high energy Ball milling. 2000.



ZHAO, C.; JAIN, M. K.; BRUHIS, M.; LAWCOCK, R. An integrated study of die powder fill, transfer and compaction process using digital image correlation method. Powder Technology, v. 208, n.1, p. 225-230, 2011.

## 7 ANEXOS

## Classificação granulométrica por peneiramento:


Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3VC	20	16	1,19	1190	2,6371	10%	2,6371	23,3561	90%
UNS 3VC	20	30	0,59	590	14,3866	55%	17,0237	8,9695	35%
UNS 3VC	20	40	0,42	420	2,3885	9%	19,4122	6,581	25%
UNS 3VC	20	50	0,297	297	0,5774	2%	19,9896	6,0036	23%
UNS 3VC	20	>50	0	0	6,0036	23%	25,9932	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3VC	40	16	1,19	1190	2,17185	8%	2,17185	25,0269	92%
UNS 3VC	40	30	0,59	590	12,969	48%	15,14085	12,0579	46%
UNS 3VC	40	40	0,42	420	1,0242	4%	16,16505	11,0337	42%
UNS 3VC	40	50	0,297	297	0,2685	1%	16,43355	10,7652	41%
UNS 3VC	40	>50	0	0	10,7652	40%	27,19875	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3VC	60	16	1,19	1190	2,0176	8%	2,0176	22,3386	92%
UNS 3VC	60	30	0,59	590	10,8775	45%	12,8951	11,4611	47%
UNS 3VC	60	40	0,42	420	0,5442	2%	13,4393	10,9169	45%
UNS 3VC	60	50	0,297	297	0,1322	1%	13,5715	10,7847	44%
UNS 3VC	60	>50	0	0	10,7847	44%	24,3562	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3CrC	20	16	1,19	1190	2,7552	11%	2,7552	23,2599	89%
UNS 3CrC	20	30	0,59	590	15,2153	58%	17,9705	8,0446	31%
UNS 3CrC	20	40	0,42	420	3,9697	15%	21,9402	4,0749	16%
UNS 3CrC	20	50	0,297	297	0,7408	3%	22,681	3,3341	13%
UNS 3CrC	20	>50	0	0	3,3341	13%	26,0151	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3CrC	40	16	1,19	1190	2,2416	9%	2,2416	22,2621	91%
UNS 3CrC	40	30	0,59	590	14,1676	58%	16,4092	8,0945	33%
UNS 3CrC	40	40	0,42	420	2,15	9%	18,5592	5,9445	24%
UNS 3CrC	40	50	0,297	297	0,4166	2%	18,9758	5,5279	23%
UNS 3CrC	40	>50	0	0	5,5279	23%	24,5037	0	0%

Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3CrC	60	16	1,19	1190	1,95	8%	1,95	22,3792	92%
UNS 3CrC	60	30	0,59	590	12,648	52%	14,598	9,7312	40%
UNS 3CrC	60	40	0,42	420	1,2748	5%	15,8728	8,4564	35%
UNS 3CrC	60	50	0,297	297	0,2495	1%	16,1223	8,2069	34%
UNS 3CrC	60	>50	0	0	8,2069	34%	24,3292	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS S31803	20	16	1,19	1190	3,4033	12%	3,4033	25,9707	88%
UNS S31803	20	30	0,59	590	16,4809	56%	19,8842	9,4898	32%
UNS S31803	20	40	0,42	420	4,457	15%	24,3412	5,0328	17%
UNS S31803	20	50	0,297	297	0,9104	3%	25,2516	4,1224	14%
UNS S31803	20	>50	0	0	4,1224	14%	29,374	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3CrC 1M	20	16	1,19	1190	2,5357	8%	2,5357	30,7473	92%
UNS 3CrC 1M	20	30	0,59	590	14,5094	44%	17,0451	16,2379	49%
UNS 3CrC 1M	20	40	0,42	420	4,3606	13%	21,4057	11,8773	36%
UNS 3CrC 1M	20	50	0,297	297	1,5671	5%	22,9728	10,3102	31%
UNS 3CrC 1M	20	>50	0	0	10,3102	31%	33,283	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3VC 1M	20	16	1,19	1190	2,5144	8%	2,5144	28,4259	92%
UNS 3VC 1M	20	30	0,59	590	14,8928	48%	17,4072	13,5331	44%
UNS 3VC 1M	20	40	0,42	420	3,2373	10%	20,6445	10,2958	33%
UNS 3VC 1M	20	50	0,297	297	0,7799	3%	21,4244	9,5159	31%
UNS 3VC 1M	20	>50	0	0	9,5159	31%	30,9403	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS S31803	40	16	1,19	1190	2,5315	8%	2,5315	27,2712	92%
UNS S31803	40	30	0,59	590	15,8825	53%	18,414	11,3887	38%
UNS S31803	40	40	0,42	420	2,8069	9%	21,2209	8,5818	29%
UNS S31803	40	50	0,297	297	0,4183	1%	21,6392	8,1635	27%
UNS S31803	40	>50	0	0	8,1635	27%	29,8027	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira (µm)	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3CrC 1M	40	16	1,19	1190	1,7509	6%	1,7509	29,8034	94%
UNS 3CrC 1M	40	30	0,59	590	13,1075	42%	14,8584	16,6959	53%
UNS 3CrC 1M	40	40	0,42	420	3,0777	10%	17,9361	13,6182	43%
UNS 3CrC 1M	40	50	0,297	297	0,9073	3%	18,8434	12,7109	40%
UNS 3CrC 1M	40	>50	0	0	12,7109	40%	31,5543	0	0%

Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira ( $\mu\text{m}$ )	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3VC 1M	40	16	1,19	1190	1,9893	7%	1,9893	25,8648	93%
UNS 3VC 1M	40	30	0,59	590	13,7477	49%	15,737	12,1171	44%
UNS 3VC 1M	40	40	0,42	420	1,9218	7%	17,6588	10,1953	37%
UNS 3VC 1M	40	50	0,297	297	0,4336	2%	18,0924	9,7617	35%
UNS 3VC 1M	40	>50	0	0	9,7617	35%	27,8541	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira ( $\mu\text{m}$ )	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS S31803	60	16	1,19	1190	2,2045	8%	2,2045	26,7877	92%
UNS S31803	60	30	0,59	590	14,7477	51%	16,9522	12,04	42%
UNS S31803	60	40	0,42	420	1,7807	6%	18,7329	10,2593	35%
UNS S31803	60	50	0,297	297	0,3012	1%	19,0341	9,9581	34%
UNS S31803	60	>50	0	0	9,9581	34%	28,9922	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira ( $\mu\text{m}$ )	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3CrC 1M	60	16	1,19	1190	1,6085	5%	1,6085	32,1304	95%
UNS 3CrC 1M	60	30	0,59	590	11,4765	34%	13,085	20,6539	61%
UNS 3CrC 1M	60	40	0,42	420	2,3474	7%	15,4324	18,3065	54%
UNS 3CrC 1M	60	50	0,297	297	0,7552	2%	16,1876	17,5513	52%
UNS 3CrC 1M	60	>50	0	0	17,5513	52%	33,7389	0	0%
Material	Tempo (h)	Mesh	Peneira (mm)	Peneira ( $\mu\text{m}$ )	M retida (g)	% M retida (g)	M retida acumulada (g)	M passada (g)	% passada
UNS 3VC 1M	60	16	1,19	1190	1,6856	6%	1,6856	25,4461	94%
UNS 3VC 1M	60	30	0,59	590	11,4578	42%	13,1434	13,9883	52%
UNS 3VC 1M	60	40	0,42	420	1,1462	4%	14,2896	12,8421	47%
UNS 3VC 1M	60	50	0,297	297	0,2864	1%	14,576	12,5557	46%
UNS 3VC 1M	60	>50	0	0	12,5557	46%	27,1317	0	0%

# Resultado da granulometria por difração a laser:

## UNS S31 803 - 20h

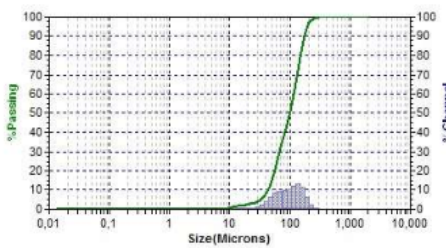


10.6.2

03/17/2020 08:41  
DB Rec: 3720

Bluewave  
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	104,1			10,00	43,18	98,11	100,0	107,00
MN(um)	17,76			20,00	56,37			
MA(um)	71,51			30,00	68,41			
	3,40E			40,00	82,20			
CS	02			50,00	98,11			
SD	65,48			60,00	114,7			
				70,00	131,5			
Mz	102,7			80,00	145,9			
nc	61,57			90,00	174,5			
sk1	0,1833			95,00	196,2			
Kg	0,881							



Warnings: NONE


### SOP Name: AÇO INOX DUPLEX(\*)

Distribution	Volume	Run Time	2D Sec	Fluid	CURRENT	CARBIDE	
Progression	Standard	Run	1 of 1	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,1051
Up Edge(um)	2000	Particle	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Frame: L1.L2	0,9923,995
Low Edge(um)	0,0107	Transparency	Reflecting	Below Residual:	0	HS2 Residual:	1,024%
Residuals	Enabled	Part. Ref. Index:	NA			Pipe:	90 %
#Channels	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	NA
Analysis Mode	BLUEWAVE					Usonic Time:	NA
Filter	Enabled	DB Record:	3720	Recalc Status:	Original	Serial Number:	35922
Analysis Cam	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac\FLUX 10.6.2\Database\101 Database.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,75	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	2,39	99,25	0,687	0,00	0,00
209,3	6,37	96,86	0,578	0,00	0,00
176,0	11,42	90,49	0,486	0,00	0,00
148,0	13,25	79,07	0,409	0,00	0,00
124,4	11,89	65,82	0,344	0,00	0,00
104,6	10,15	53,93	0,2890	0,00	0,00
87,99	9,50	43,78	0,2430	0,00	0,00
73,99	9,33	34,28	0,2040	0,00	0,00
62,22	8,33	24,95	0,1720	0,00	0,00
52,32	6,12	16,62	0,1450	0,00	0,00
44,00	3,76	10,50	0,1220	0,00	0,00
37,00	2,11	6,74	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,18	4,63	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,69	3,45	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,46	2,76	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,39	2,30	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,44	1,91	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,55	1,47	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,55	0,92	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,37	0,37	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00

---

## UNS S31 803 - 40h

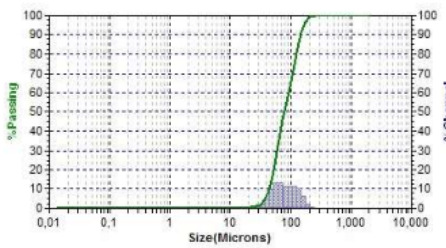


10.6.2

03/17/2020 08:49  
DB Rec: 3721

Bluewave  
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	88,31			10,00	44,27	121,5	42,5	59,22
MN(um)	47,22			20,00	52,60			
MA(um)	71,26			30,00	60,06			
	3,40E			40,00	68,35			
CS	02			50,00	78,60			
SD	41,10			60,00	91,55			
				70,00	106,7			
Mz	88,81			80,00	123,3			
nc	39,83			90,00	146,3			
sk1	0,327			95,00	165,2			
Kg	0,838							

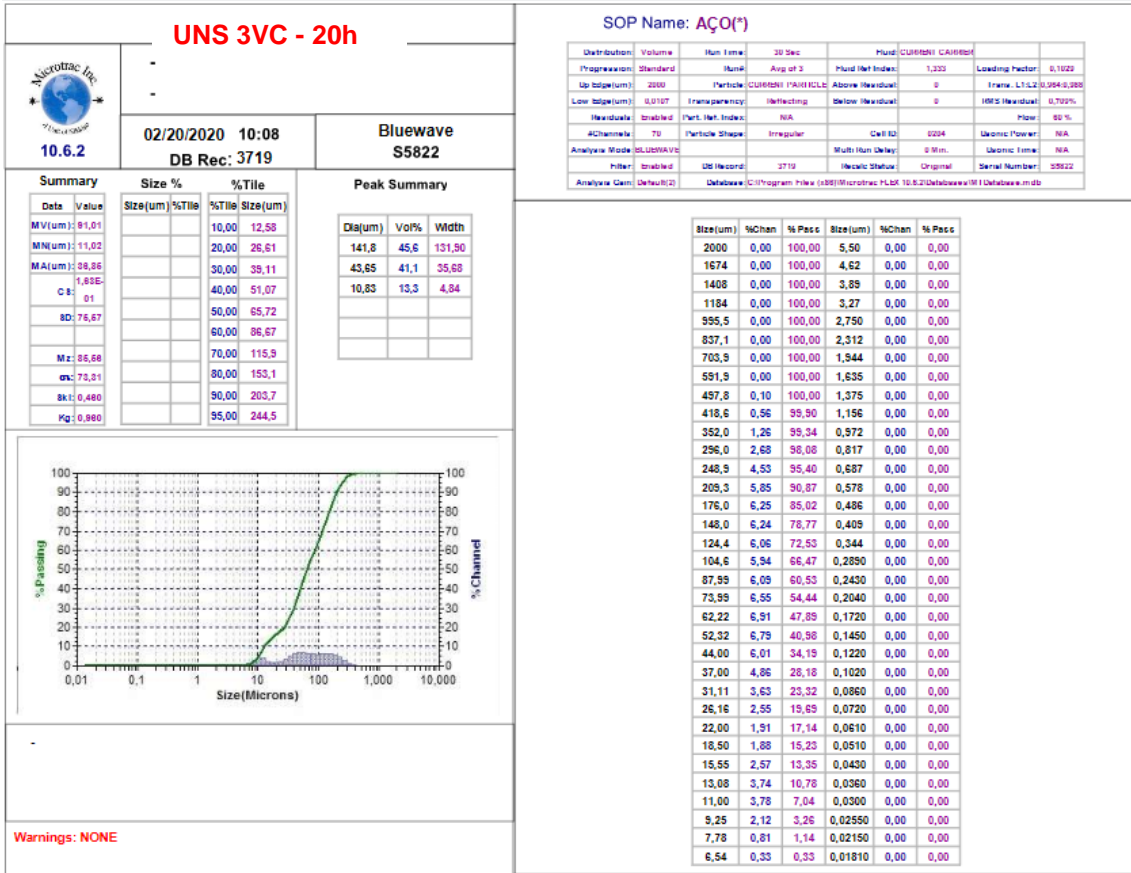
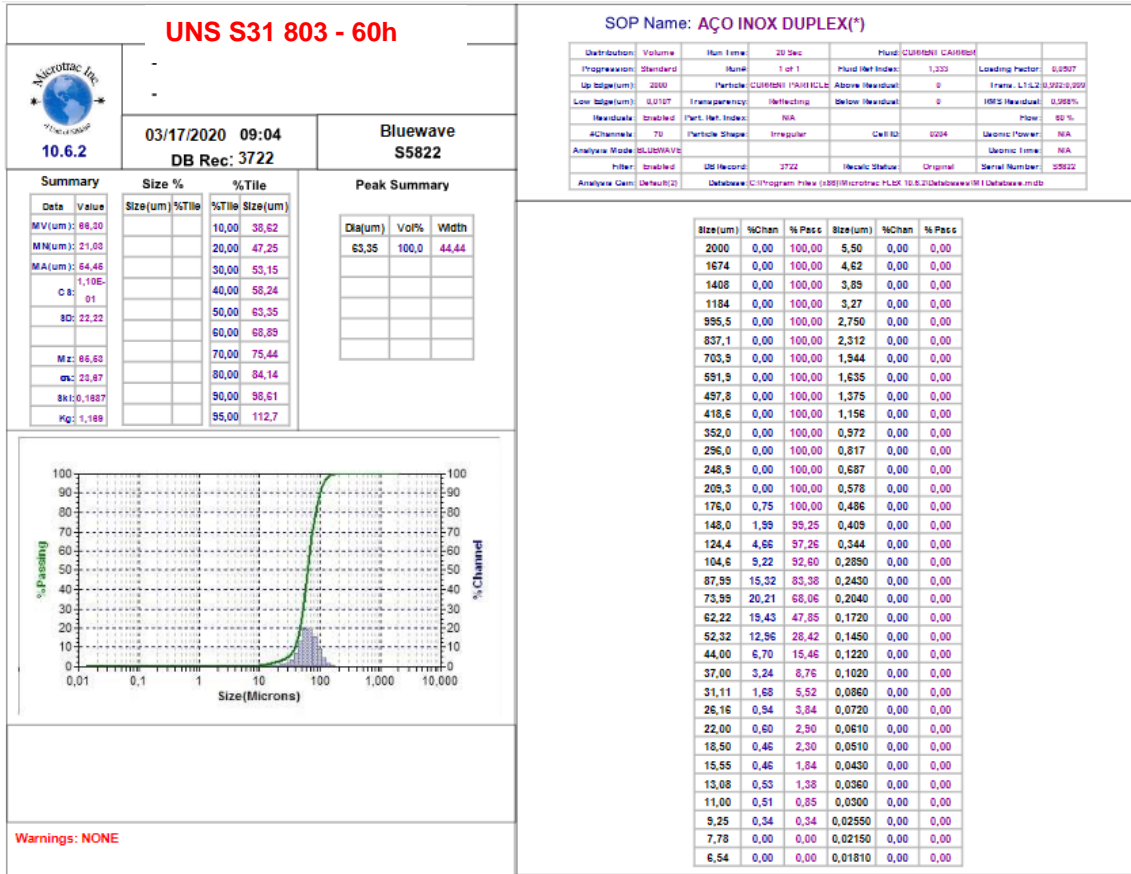


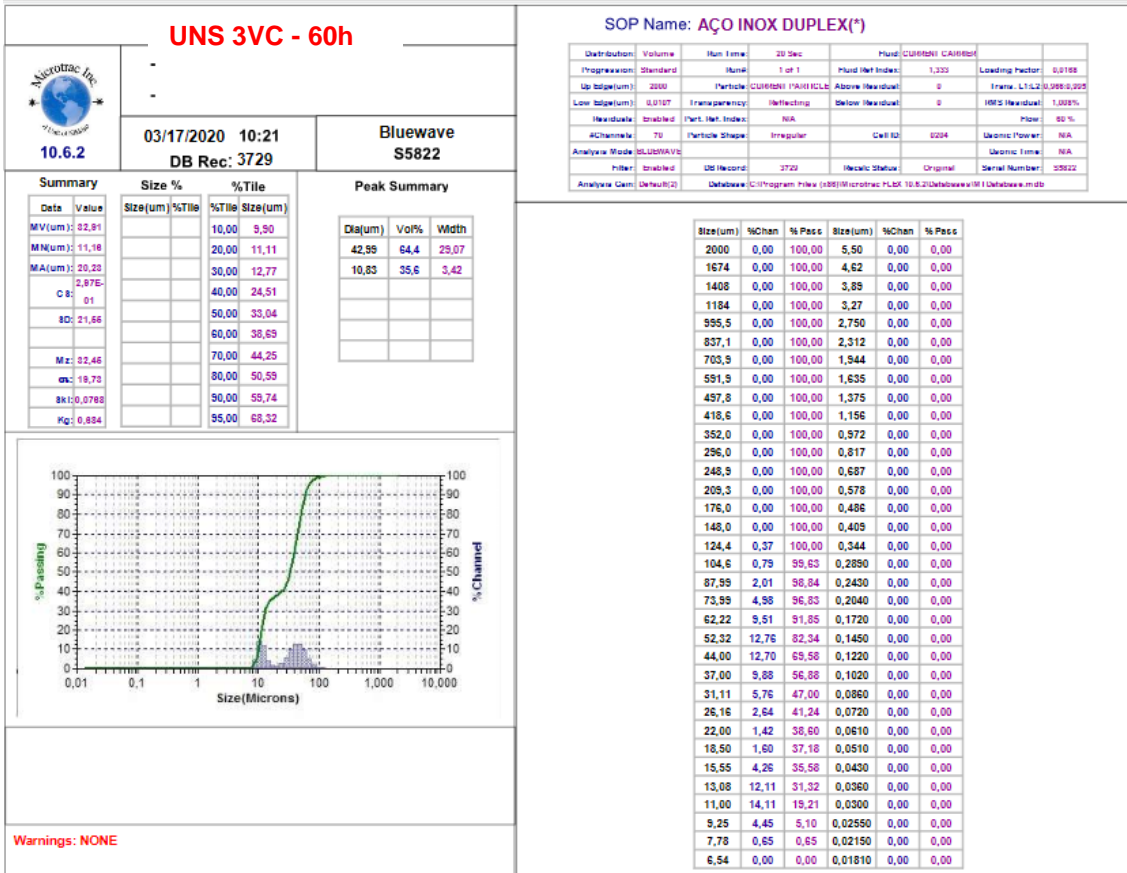
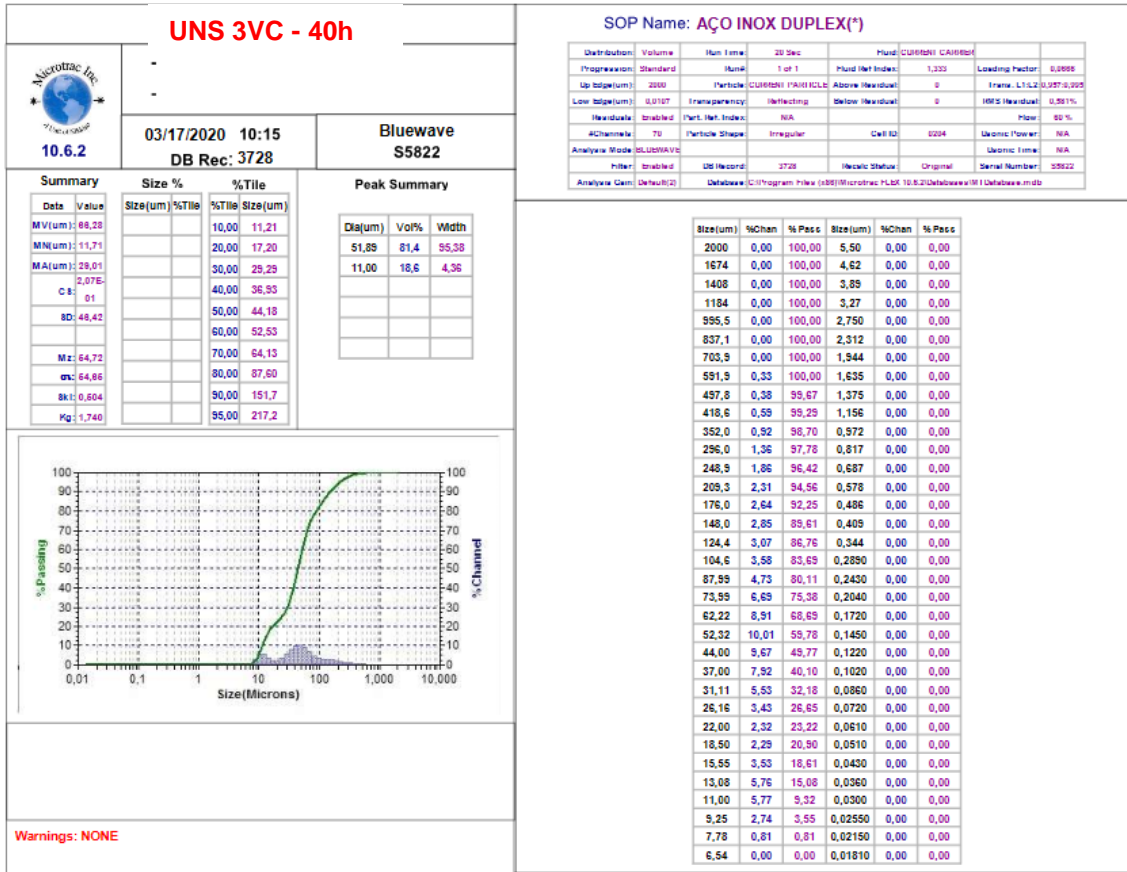
Warnings: NONE

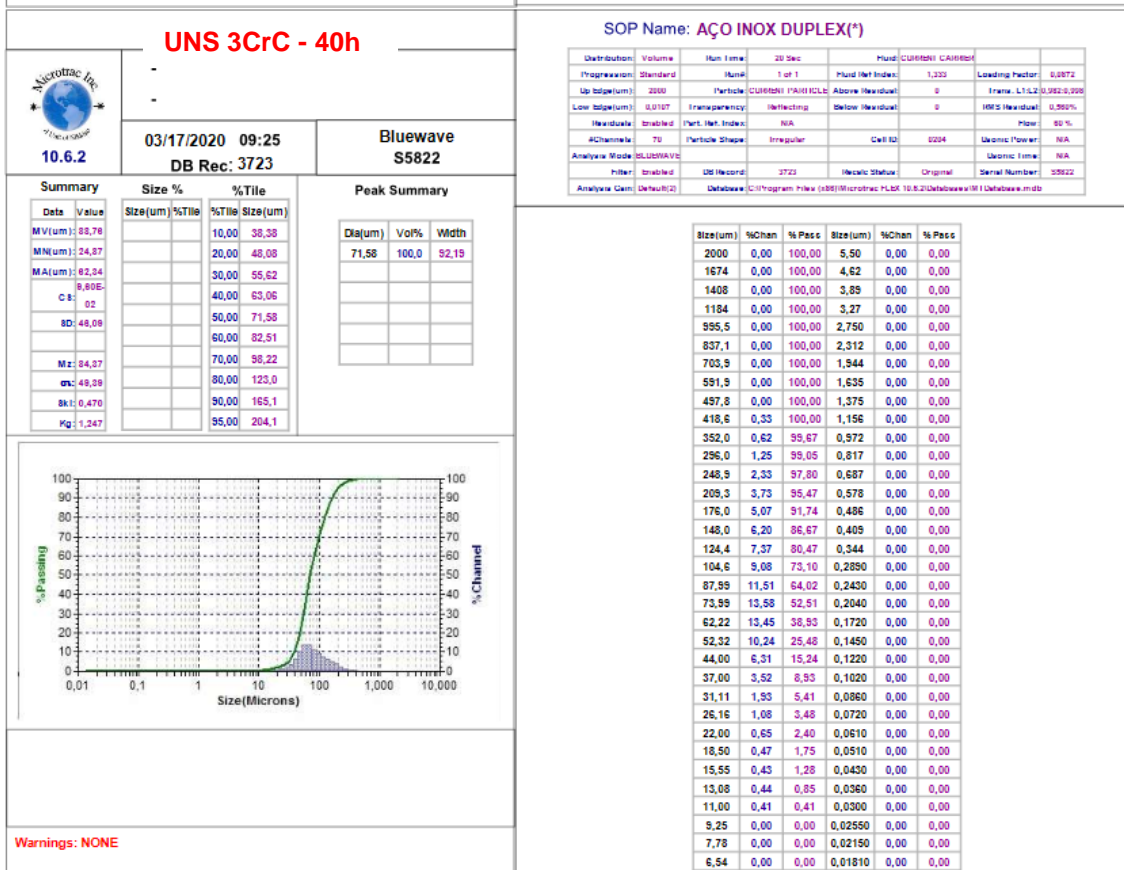
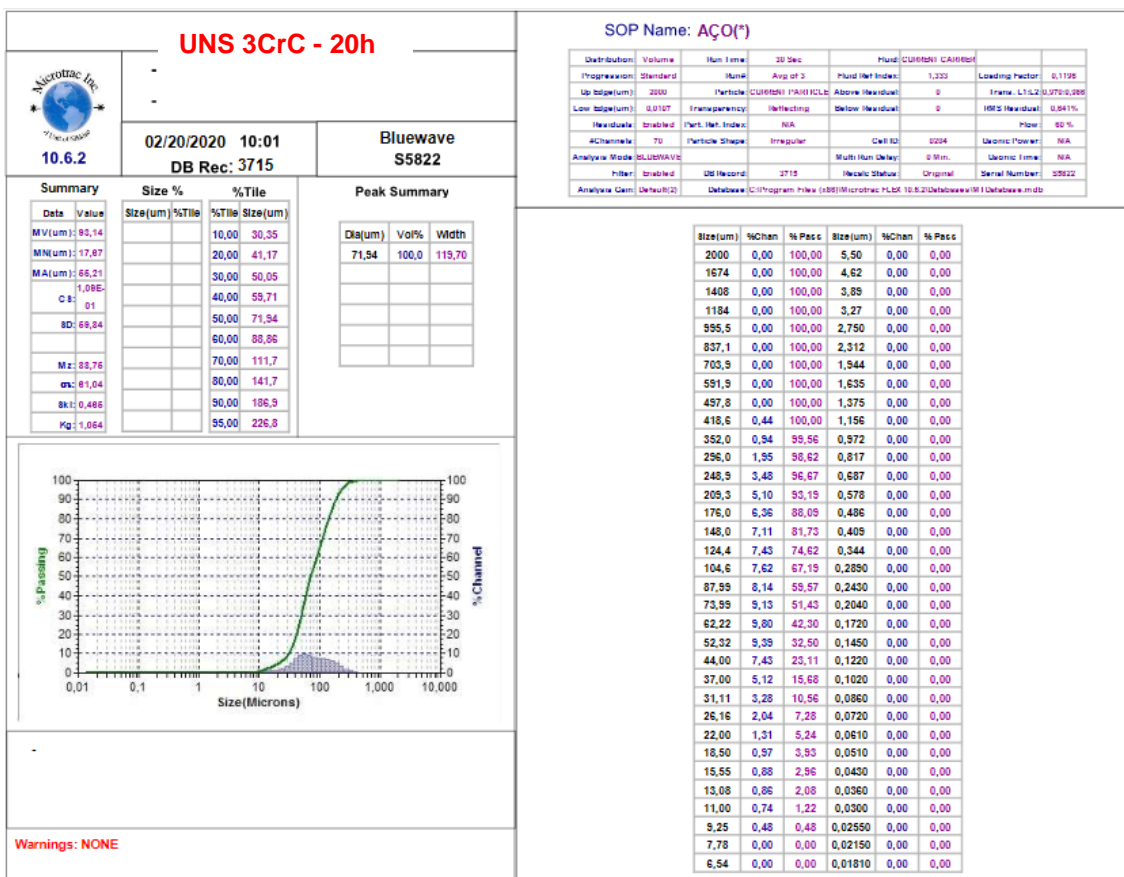
### SOP Name: AÇO INOX DUPLEX(\*)

Distribution	Volume	Run Time	2D Sec	Fluid	CURRENT	CARBIDE	
Progression	Standard	Run	1 of 1	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,1024
Up Edge(um)	2000	Particle	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Frame: L1.L2	0,9923,995
Low Edge(um)	0,0107	Transparency	Reflecting	Below Residual:	0	HS2 Residual:	1,024%
Residuals	Enabled	Part. Ref. Index:	NA			Pipe:	90 %
#Channels	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	NA
Analysis Mode	BLUEWAVE					Usonic Time:	NA
Filter	Enabled	DB Record:	3721	Recalc Status:	Original	Serial Number:	35922
Analysis Cam	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac\FLUX 10.6.2\Database\101 Database.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,00	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,77	100,00	0,687	0,00	0,00
209,3	2,43	99,23	0,578	0,00	0,00
176,0	6,17	96,80	0,486	0,00	0,00
148,0	10,31	90,63	0,409	0,00	0,00
124,4	11,65	80,32	0,344	0,00	0,00
104,6	11,22	68,67	0,2890	0,00	0,00
87,99	11,60	57,45	0,2430	0,00	0,00
73,99	13,06	45,85	0,2040	0,00	0,00
62,22	13,16	32,75	0,1720	0,00	0,00
52,32	9,92	19,63	0,1450	0,00	0,00
44,00	5,36	9,71	0,1220	0,00	0,00
37,00	2,41	4,35	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,08	1,94	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,54	0,86	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,32	0,32	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,00	0,00	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,00	0,00	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,00	0,00	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,00	0,00	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,00	0,00	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00



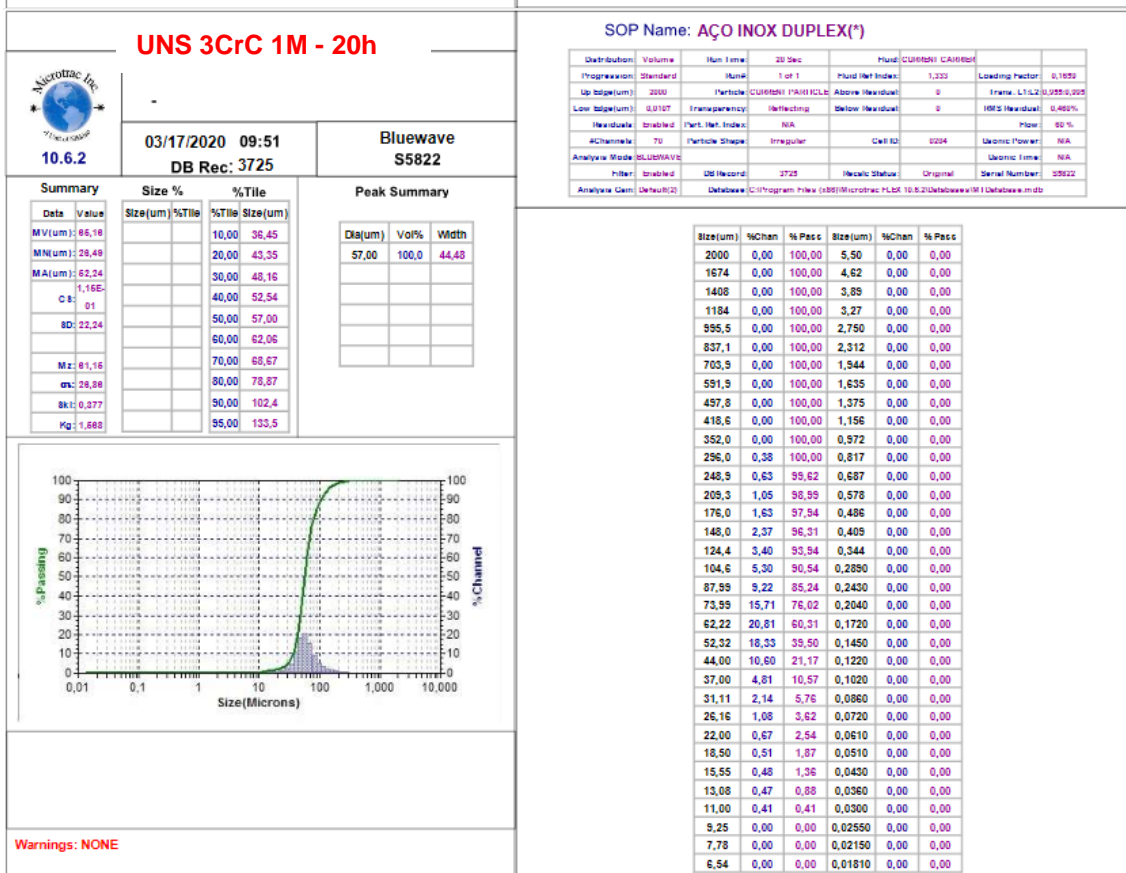
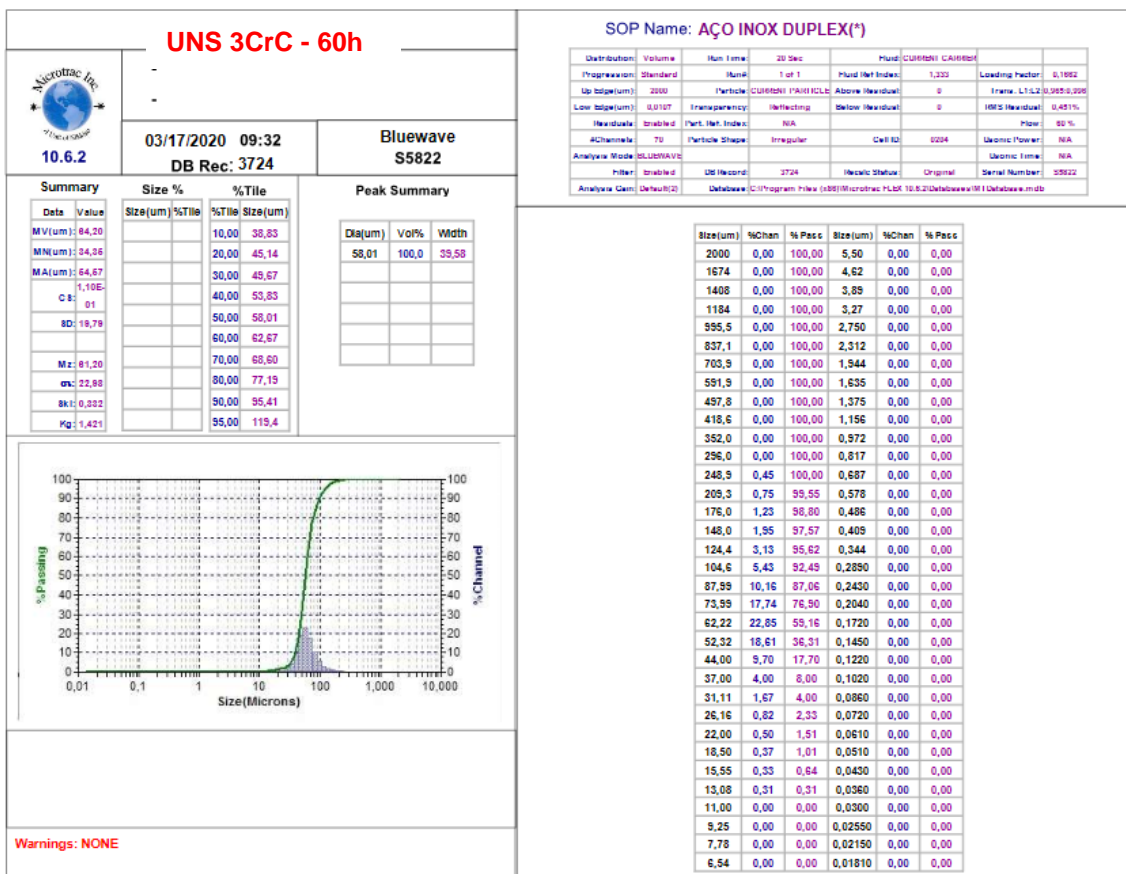





**Size(um) %Chan %Pass**

2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,33	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,62	99,67	0,972	0,00	0,00
296,0	1,25	99,05	0,817	0,00	0,00
248,9	2,33	97,80	0,687	0,00	0,00
209,3	3,73	95,47	0,578	0,00	0,00
176,0	5,07	91,74	0,486	0,00	0,00
148,0	6,20	86,67	0,409	0,00	0,00
124,4	7,37	80,47	0,344	0,00	0,00
104,6	9,08	73,10	0,2890	0,00	0,00
87,99	11,51	64,02	0,2430	0,00	0,00
73,99	13,58	52,51	0,2040	0,00	0,00
62,22	13,45	38,93	0,1720	0,00	0,00
52,32	10,24	25,48	0,1450	0,00	0,00
44,00	6,51	15,24	0,1220	0,00	0,00
37,00	3,52	8,93	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,93	5,41	0,0860	0,00	0,00
26,16	1,08	3,48	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,65	2,40	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,47	1,75	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,43	1,28	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,44	0,85	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,41	0,41	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,00	0,00	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00





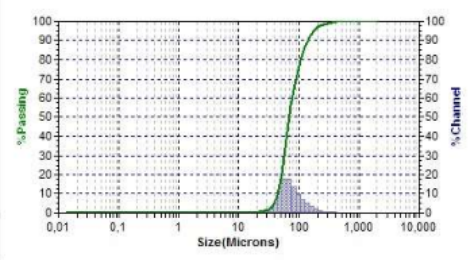
### UNS 3CrC 1M - 40h



03/17/2020 09:58  
DB Rec: 3726

Bluewave  
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	84,18	10,00	44,75	10,00	44,75	65,61	100,0	67,53
MN(um)	47,82	20,00	52,00	20,00	52,00			
MA(um)	87,41	30,00	57,67	30,00	57,67			
Cs	8,90E-02	40,00	63,32	40,00	63,32			
SD	83,78	50,00	69,61	50,00	69,61			
		60,00	77,34	60,00	77,34			
Mz	73,86	70,00	88,26	70,00	88,26			
mc	88,28	80,00	106,1	80,00	106,1			
sk1	0,484	90,00	141,1	90,00	141,1			
kg	1,413	95,00	180,2	95,00	180,2			




Warnings: NONE

### SOP Name: AÇO INOX DUPLEX(\*)

Distribution	Volume	Run Time	20 Sec	Fluid	CURBEN	CARBEN	Loading Factor		
Progression	Standard	None	1 of 1	Fluid Net Index:	1,333		0,4285		
Up Edge(um)	2000	Particle	CURBEN PARTICLE	Above Residual:	0	Frame: L1:42	0,928(0,987)		
Low Edge(um)	0,0107	Transparency	Reflecting	Below Residual:	0	IRIS Residual:	0,328%		
Residuals	Enabled	Part. Net. Index:	NA			Flow:	80 %		
#Channels	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Ultronic Power:	NA		
Analysis Mode	BLUEWAVE	Filter:	Enabled	DB Record:	3726	Recalc Status:	Original		
Analysis Cam	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac\FLEX 10.6.2\Database\1M Database.mdb					Serial Number:	35822

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
955,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,38	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,55	99,62	0,972	0,00	0,00
296,0	0,85	99,07	0,817	0,00	0,00
248,9	1,36	98,22	0,687	0,00	0,00
209,3	2,21	96,86	0,578	0,00	0,00
176,0	3,44	94,65	0,486	0,00	0,00
148,0	4,97	91,21	0,409	0,00	0,00
124,4	6,85	86,24	0,344	0,00	0,00
104,6	9,58	79,39	0,2890	0,00	0,00
87,99	13,76	69,81	0,2430	0,00	0,00
73,99	17,91	56,05	0,2040	0,00	0,00
62,22	17,63	38,14	0,1720	0,00	0,00
52,32	11,41	20,51	0,1450	0,00	0,00
44,00	5,20	9,10	0,1220	0,00	0,00
37,00	2,09	3,90	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,94	1,81	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,52	0,87	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,35	0,35	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,00	0,00	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,00	0,00	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,00	0,00	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,00	0,00	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,00	0,00	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00

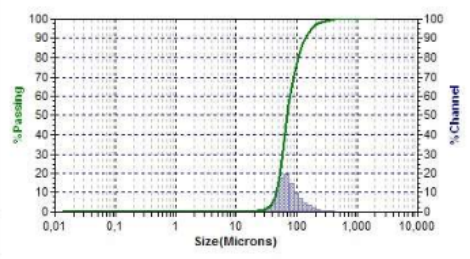
### UNS 3CrC 1M - 60h



03/17/2020 10:05  
DB Rec: 3727

Bluewave  
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	84,86	10,00	46,32	10,00	46,32	70,33	100,0	64,36
MN(um)	49,43	20,00	53,36	20,00	53,36			
MA(um)	88,63	30,00	58,87	30,00	58,87			
Cs	8,80E-02	40,00	64,34	40,00	64,34			
SD	82,18	50,00	70,33	50,00	70,33			
		60,00	77,69	60,00	77,69			
Mz	73,81	70,00	87,91	70,00	87,91			
mc	88,80	80,00	104,7	80,00	104,7			
sk1	0,481	90,00	135,2	90,00	135,2			
kg	1,448	95,00	178,1	95,00	178,1			

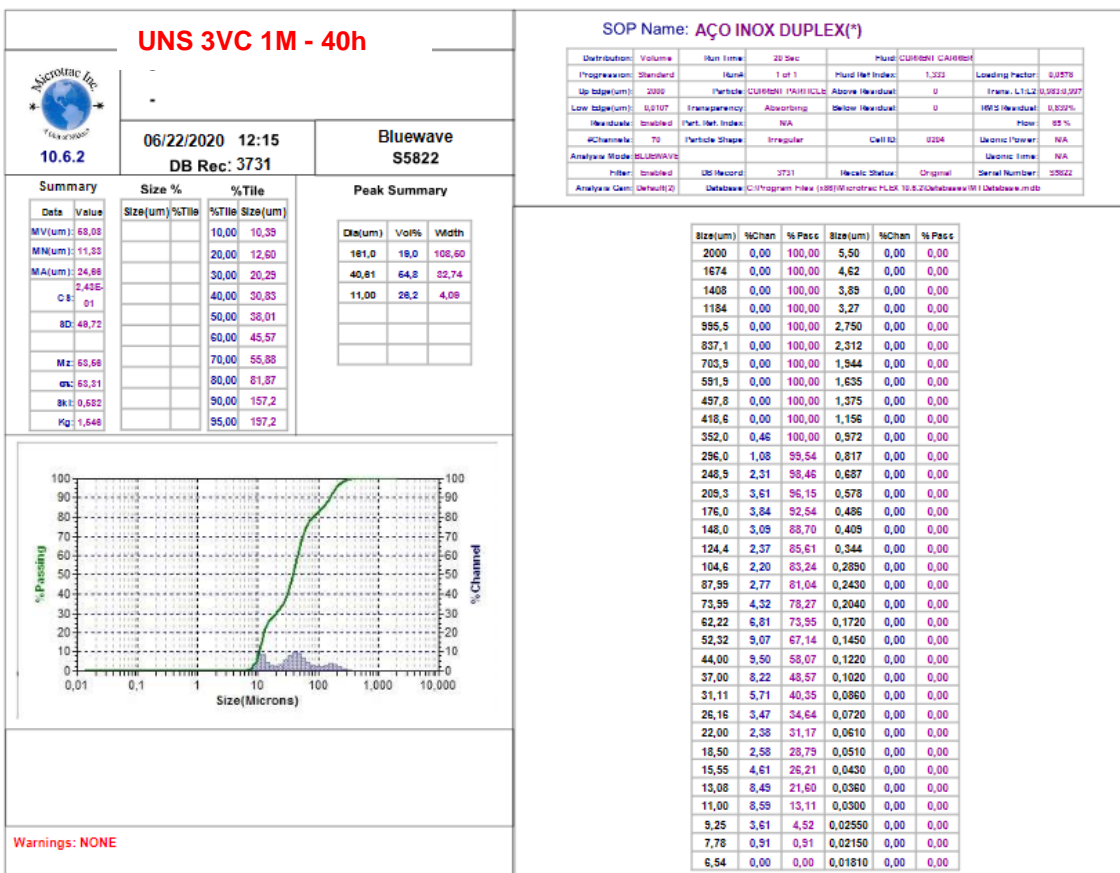
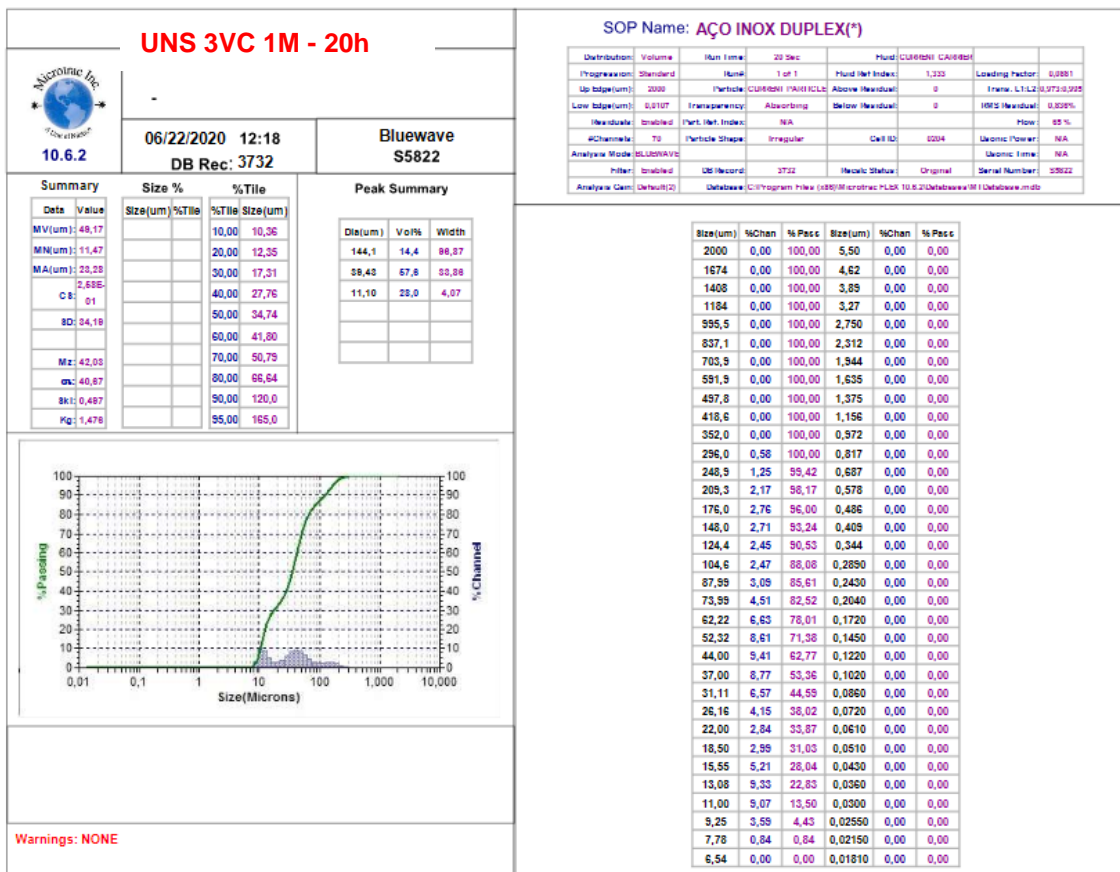


Warnings: NONE


### SOP Name: AÇO INOX DUPLEX(\*)

Distribution	Volume	Run Time	20 Sec	Fluid	CURBEN	CARBEN	Loading Factor		
Progression	Standard	None	1 of 1	Fluid Net Index:	1,333		0,4275		
Up Edge(um)	2000	Particle	CURBEN PARTICLE	Above Residual:	0	Frame: L1:42	0,928(0,987)		
Low Edge(um)	0,0107	Transparency	Reflecting	Below Residual:	0	IRIS Residual:	0,323%		
Residuals	Enabled	Part. Net. Index:	NA			Flow:	80 %		
#Channels	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Ultronic Power:	NA		
Analysis Mode	BLUEWAVE	Filter:	Enabled	DB Record:	3727	Recalc Status:	Original		
Analysis Cam	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac\FLEX 10.6.2\Database\1M Database.mdb					Serial Number:	35822

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
955,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,35	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,53	99,65	0,972	0,00	0,00
296,0	0,83	99,12	0,817	0,00	0,00
248,9	1,33	98,29	0,687	0,00	0,00
209,3	2,13	96,96	0,578	0,00	0,00
176,0	3,30	94,63	0,486	0,00	0,00
148,0	4,80	91,53	0,409	0,00	0,00
124,4	6,78	86,73	0,344	0,00	0,00
104,6	9,58	79,95	0,2890	0,00	0,00
87,99	14,70	70,07	0,2430	0,00	0,00
73,99	19,17	55,37	0,2040	0,00	0,00
62,22	17,99	36,20	0,1720	0,00	0,00
52,32	10,64	18,21	0,1450	0,00	0,00
44,00	4,40	7,57	0,1220	0,00	0,00
37,00	1,67	3,17	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,75	1,50	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,44	0,75	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,31	0,31	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,00	0,00	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,00	0,00	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,00	0,00	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,00	0,00	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,00	0,00	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00



**UNS 3VC 1M - 60h**

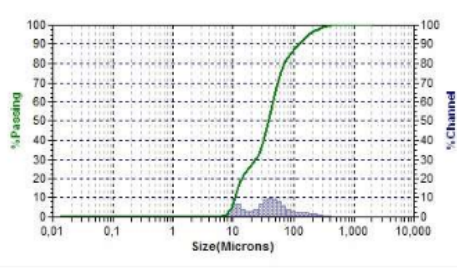


10.6.2

06/22/2020 12:09  
DB Rec: 3730

Bluewave  
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dist(um)	Vol%	Width
MV(um)	54,33			10,00	10,55	48,82	77,2	73,00
MN(um)	11,12			20,00	13,68	10,80	22,8	4,42
MA(um)	26,51			30,00	23,82			
CS	2,37E-01			40,00	31,53			
SD	36,48			50,00	38,06			
				60,00	45,45			
				70,00	55,06			
Mz	44,45			80,00	71,25			
en	43,78			90,00	119,3			
Sk1	0,488			95,00	181,2			
Kg	1,806							



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO INOX DUPLEX(\*)

Distribution	Volume	Run Time	20 Sec	Fluid	CURRENT	CAUSE	
Progression	Standard	None	1 of 1	Fluid Net Index:	1,235	Loading Factor:	0,1147
Up Edge(um)	2000	Particle	CURRENT PARTICLE	Above Net(um)	0	Frame: L1-L2	0,9840,994
Low Edge(um)	0,0107	Transparency	Absorbing	Below Net(um)	0	180% Net(um)	0,982%
Net(um)	Enabled	Part. Net. Index:	NA			Flow:	85 %
#Channels	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Ultronic Power:	NA
Analysis Mode	BLUEWAVE					Ultronic Time:	NA
Filter	Enabled	DB Record:	3730	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5822
Analysis Gen:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac PLX 10.6.2\Database\10 Database.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,38	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,62	99,62	0,972	0,00	0,00
296,0	1,01	99,00	0,817	0,00	0,00
248,9	1,48	97,99	0,687	0,00	0,00
209,3	1,83	96,51	0,578	0,00	0,00
176,0	2,01	94,68	0,486	0,00	0,00
148,0	2,12	92,67	0,409	0,00	0,00
124,4	2,38	90,55	0,344	0,00	0,00
104,6	2,97	88,17	0,2890	0,00	0,00
87,99	4,09	85,20	0,2430	0,00	0,00
73,99	5,80	81,11	0,2040	0,00	0,00
62,22	7,78	75,31	0,1720	0,00	0,00
52,32	9,34	67,53	0,1450	0,00	0,00
44,00	9,77	58,19	0,1220	0,00	0,00
37,00	9,06	48,42	0,1020	0,00	0,00
31,11	6,80	38,36	0,0860	0,00	0,00
26,16	4,27	32,56	0,0720	0,00	0,00
22,00	2,80	28,29	0,0610	0,00	0,00
18,50	2,68	25,49	0,0510	0,00	0,00
15,55	4,12	22,81	0,0430	0,00	0,00
13,08	6,87	18,69	0,0360	0,00	0,00
11,00	7,05	11,82	0,0300	0,00	0,00
9,25	3,39	4,77	0,02550	0,00	0,00
7,78	1,02	1,38	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,36	0,36	0,01810	0,00	0,00