

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

**ESTUDO DO REAPROVEITAMENTO DO AÇO AISI 52100**  
**PELA ROTA DE METALURGIA DO PÓ UTILIZANDO**  
**MOAGEM DE ALTA ENERGIA**

**BRUNA HORTA BASTOS KUFFNER**

**Outubro de 2015**

**Itajubá – MG**

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

**BRUNA HORTA BASTOS KUFFNER**

**ESTUDO DO REAPROVEITAMENTO DO AÇO AISI 52100**  
**PELA ROTA DE METALURGIA DO PÓ UTILIZANDO**  
**MOAGEM DE ALTA ENERGIA**

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

**Área de Concentração: Desenvolvimento, Processamento e Caracterização de Materiais.**

**Orientador: Prof. Dr. Geovani Rodrigues**

**Co-Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Rodrigues**

**Outubro de 2015**

**Itajubá – MG**

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

**BRUNA HORTA BASTOS KUFFNER**

**ESTUDO DO REAPROVEITAMENTO DO AÇO AISI 52100**  
**PELA ROTA DE METALURGIA DO PÓ UTILIZANDO**  
**MOAGEM DE ALTA ENERGIA**

Dissertação aprovada por banca examinadora em 23 de outubro de 2015, conferindo ao autor o título de *Mestre em Engenharia de Materiais – Mestrado Profissional*.

**Banca Examinadora:**

Prof. Dr. Geovani Rodrigues (Orientador) – UNIFEI

Prof. Dr. Carlos Alberto Rodrigues (Co-Orientador) – UNIFEI

Prof. Dr. Glauco José Rodrigues de Azevedo – UNIFEI

Prof. Dr. Jorge Luiz Rosa – USP

**Outubro de 2015**

**Itajubá – MG**

# DEDICATÓRIA

*Dedico esta grande conquista aos meus queridos pais Ademar e Flávia, que sempre foram o alicerce do meu crescimento.*

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente gostaria de agradecer a Deus, por ter me proporcionado mais esta oportunidade única em minha vida.

À Flávia e Ademar, que sempre lutaram para que eu pudesse ter tudo o que eles não tiveram.

À Alice, que além do apoio, participou efetivamente na realização desta pesquisa.

À Tiagner, meu maior incentivador. Sem teu apoio, nada disto teria sido possível.

Ao Prof. Dr. Geovani Rodrigues, não apenas por ter sido meu mentor na realização desta dissertação, mas por ter me passado ensinamentos em todas as áreas de desenvolvimento tecnológico.

Ao Prof. Dr. Carlos Alberto Rodrigues, por todo o auxílio fornecido na realização desta pesquisa, principalmente nas áreas de microscopia eletrônica de varredura e tratamentos térmicos.

Ao Prof. Dr. Gilbert Silva, pela paciência e por todo o conhecimento transmitido sobre metalurgia do pó.

Aos técnicos dos laboratórios de caracterização da UNIFEI por toda a colaboração.

A empresa ALCOA de Poços de Caldas – MG pela doação do material utilizado nesta pesquisa.

A Universidade Federal do Pampa – Campus Alegrete (RS) pela autorização para o uso do equipamento de resistência ao desgaste.

A FAPEMIG pelo financiamento desta pesquisa e pela bolsa de estudos.

*“O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis.”*

*(José de Alencar)*

## RESUMO

O aço AISI 52100 é um aço ferramenta utilizado na indústria em diversas aplicações, como na produção de dispositivos de extrusão e na fabricação de rolamentos. Após atingir o final da sua vida útil, estes componentes mecânicos possuem duas possíveis destinações: A refusão ou o descarte em depósitos, sendo ambos considerados processos geradores de poluição ambiental. Optou-se pela rota de metalurgia do pó como alternativa para o reaproveitamento deste aço, produzindo um novo material com resistência mecânica desejável. As etapas realizadas incluem a usinagem do tarugo do aço para a obtenção de seus cavacos, moagem destes em um moinho planetário de alta energia, prensagem uniaxial e sinterização. Foram inseridas porcentagens de 1, 3 e 5 % de alumina durante o processo de moagem do aço AISI 52100, tanto para aumentar a eficiência de moagem quanto à resistência mecânica após a sinterização. As análises da morfologia e granulometria dos pós em diferentes tempos de moagem e composições foram realizadas através dos ensaios de microscopia eletrônica de varredura e análise de tamanho de partículas. Para a avaliação da microestrutura e da resistência mecânica das amostras sinterizadas, foram realizados os ensaios de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, dureza, resistência à compressão e ao desgaste. Os resultados obtidos indicam que, as adições de diferentes porcentagens de alumina aumentam a eficiência de moagem, proporcionando um aumento no volume de partículas localizadas em escala submicrométrica. Dentre todas as composições, àquela com 3% de adição mostrou-se mais eficiente no processo de moagem de alta energia. Além disso, pode-se ressaltar que, o aço AISI 52100 produzido com adição de 3% de alumina pela rota de metalurgia do pó apresentou menor porosidade residual se comparado com o aço moído puro, maior dureza, módulo elástico e resistência ao desgaste.

**Palavras-chave:** Aço AISI 52100, metalurgia do pó, alumina, moagem de alta energia.

## ABSTRACT

The AISI 52100 is a tool steel used in industry for several applications, such as the production of extruders and the fabrication of bearings. After reaching the end of its useful life, these mechanical components have two possible destinations: The remelting or disposal in deposits, both considered processes that generate environmental pollution. The powder metallurgy was chosen as an alternative route to the reuse of this steel, producing a new material with desirable mechanical strength. The steps performed include the machining of the steel billet to the scraps obtainment, milling of the scraps in a high energy ball milling, uniaxial pressing and sintering. Were inserted percentages of 1, 3 and 5% of alumina during the milling process of the steel AISI 52100, with the intention of increase the milling efficiency and the mechanical strength after sintering. The analysis of the morphology and particle size of the powders at different milling times and the compositions were made through scanning electron microscopy and particle size analysis tests. To evaluate the microstructure and mechanical strength of the sintered samples, were performed the optical microscopy, scanning electron microscopy, hardness, compressive strength and wear resistance tests. The results indicate that the additions of different percentages of alumina increase the milling efficiency, resulting in an increase in the volume of particles located at the submicrometer scale. Of all the compositions, that with 3% of alumina addition was shown more efficient to the high energy ball milling process. Moreover, was noted that the AISI 52100 steel produced with 3% of alumina addition through the powder metallurgy route presented lower residual porosity compared to the steel milled pure, greater hardness, elastic modulus and wear resistance.

**Keywords:** AISI 52100 steel, alumina, powder metallurgy, high energy ball milling.

## LISTAS DE FIGURAS

Figura 1 – Microestrutura inicial do aço AISI 52100 após laminação a quente .....	27
Figura 2 – Microestrutura do aço AISI 52100 após tratamento térmico de esferoidização .....	27
Figura 3 – Microestrutura do aço AISI 52100 após tratamento térmico de têmpera .....	28
Figura 4 – Etapas da fabricação de peças via metalurgia do pó .....	30
Figura 5 – Mecanismo de moagem do pó pelos corpos moedores .....	31
Figura 6 – Morfologia das partículas dos pós .....	31
Figura 7 – Mecanismo de moagem no moinho convencional .....	33
Figura 8 – Mecanismo de moagem no moinho attritor .....	33
Figura 9 – Mecanismo de moagem no moinho spex .....	34
Figura 10 – Moinho planetário de alta energia da UNIFEI .....	35
Figura 11 – Movimentação dos jarros no moinho planetário de alta energia .....	36
Figura 12 – Princípio de funcionamento da prensagem uniaxial .....	41
Figura 13 – Princípio de funcionamento da prensagem isostática .....	43
Figura 14 – Empescoçamento entre partículas durante a etapa de sinterização .....	44
Figura 15 – Materiais e métodos: Fluxograma das etapas seguidas .....	51
Figura 16 – Alumina calcinada A-2G .....	52
Figura 17 – Espectrômetro de emissão ótica da IMBEL .....	53
Figura 18 – Processo de usinagem do aço AISI 52100 .....	53
Figura 19 – Cavacos do aço AISI 52100 .....	54
Figura 20 – Moinho planetário de alta energia .....	54
Figura 21 – Prensa uniaxial .....	55
Figura 22 – Forno de sinterização .....	57
Figura 23 – Analisador de tamanho de partículas .....	58
Figura 24 – Microscópio eletrônico de varredura .....	58
Figura 25 – Balança com kit de densidade .....	59
Figura 26 – Microscópio óptico metalúrgico .....	60
Figura 27 – Durômetro .....	61
Figura 28 – Máquina universal de ensaio EMIC .....	61
Figura 29 – Equipamento de resistência ao desgaste .....	62
Figura 30 – Mecanismo de desgaste das amostras .....	63

Figura 31 – Amostra utilizada na análise química do aço AISI 52100 .....	64
Figura 32 – Gráfico dos valores médios das partículas de maior fração volumétrica para cada uma das composições e tempos de moagem .....	66
Figura 33 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 puro após (a) 5 horas de moagem (b) 10 horas de moagem (c) 15 horas de moagem (d) 20 horas de moagem (e) 25 horas de moagem (f) 30 horas de moagem .....	68
Figura 34 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 com 1% de alumina após (a) 5 horas de moagem (b) 10 horas de moagem (c) 15 horas de moagem (d) 20 horas de moagem (e) 25 horas de moagem (f) 30 horas de moagem .....	69
Figura 35 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 com 3% de alumina após (a) 5 horas de moagem (b) 10 horas de moagem (c) 15 horas de moagem (d) 20 horas de moagem (e) 25 horas de moagem (f) 30 horas de moagem .....	71
Figura 36 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 com 5% de alumina após (a) 5 horas de moagem (b) 10 horas de moagem (c) 15 horas de moagem (d) 20 horas de moagem (e) 25 horas de moagem (f) 30 horas de moagem .....	72
Figura 37 – Mapeamento via EDS dos pós do aço AISI 52100. (a) Sem adição de alumina (b) e (c) Com adição de 3% de alumina .....	74
Figura 38 – Composição química do aço AISI 52100 com alumina, obtida via EDS ...	75
Figura 39 – Fotomicrografia do aço AISI 52100 no estado como recebido. Obtida via microscopia ótica.....	76
Figura 40 – Fotomicrografia do aço AISI 52100 sinterizado. (a) Obtida no modo BSD (b) Análise pontual via EDS.....	77
Figura 41 – Fase clara do aço AISI 52100 sinterizado (a) BSD (b) EDS .....	78
Figura 42 – Fase escura do aço AISI 52100 sinterizado (a) BSD (b) EDS.....	78
Figura 43 – Localização da alumina na matriz do aço AISI 52100 sinterizado (a) Modo BSD (b) Mapeamento por EDS (c) Análise pontual via EDS.....	79
Figura 44 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 após sinterização (a) Puro (b) Com alumina. Imagens obtidas via microscopia ótica.....	80
Figura 45 – Fotomicrografia do aço AISI 52100 após sinterização (a) Puro (b) Com 3% de alumina .....	81
Figura 46 – Curvas tensão x deformação do aço AISI 52100 sinterizado puro .....	83
Figura 47 – Curvas tensão x deformação do aço AISI 52100 sinterizado com 3% de alumina .....	84

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Classificação dos aços .....	22
Tabela 2 – Composição química do aço AISI 52100 .....	23
Tabela 3 – Elementos de liga do aço AISI 52100 e propriedades conferidas .....	24
Tabela 4 – Propriedades física, elétrica, mecânica e térmica do aço AISI 52100.....	26
Tabela 5 – Principais agentes de controle de processo de moagem .....	40
Tabela 6 – Propriedades física, mecânica e térmica da alumina .....	47
Tabela 7 – Propriedades da alumina de acordo com o fabricante .....	52
Tabela 8 – Composições usadas no processo de moagem de alta energia .....	54
Tabela 9 – Parâmetros usados na moagem do cavaco do aço AISI 52100 .....	55
Tabela 10 – Composição química do aço AISI 52100 .....	64
Tabela 11 – Tamanho de partículas x volume de partícula .....	65
Tabela 12 – Medidas de densidade a verde e após sinterização .....	76
Tabela 13 – Porcentagem de poros para o aço AISI 52100 puro e com 3% de alumina	80
Tabela 14 – Medidas de dureza do aço AISI 52100.....	82
Tabela 15 – Módulo de elasticidade das amostras sinterizadas.....	83
Tabela 16 – Valores de perda de massa.....	84

# LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

$A_{c1}$ : Temperatura de Transformação 1

ACP: Agentes de Controle de Processo

$Al_2O_3$ : Alumina ou Óxido de Alumínio

BSD: Modo Elétron Retroespalhado

C: Carbono

CO: Monóxido de Carbono

CO<sub>2</sub>: Dióxido de Carbono

E: Módulo de Elasticidade

EDS: Modo Energia Dispersiva

HIP: *Hot Isostatic Pressing* (Prensagem Isostática a Quente)

HB: Dureza Brinell

HRB: Dureza Rockwell B

HV: Dureza Vickers

MEV: Microscopia Eletrônica de Varredura

MP: Metalurgia do Pó

MAE: Moagem de Alta Energia

MPAE: Moinho Planetário de Alta Energia

MMC: *Metal-Matrix Composite* (Compósito Metal-Cerâmica)

rpm: Rotações por Minuto

SE: Modo Elétron Secundário

WC: Carbetto de Tungstênio

wt %: *Weight Percentage* (Porcentagem em Peso)

WC-CO: Carbetto de Tungstênio-Cobalto

$\sigma$ : Tensão

$\varepsilon$ : Deformação

# SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>19</b>
<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>19</b>
1.1 JUSTIFICATIVAS .....	20
1.2 OBJETIVOS .....	20
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>21</b>
<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>21</b>
2.1 AÇO .....	21
2.2 AÇO AISI 52100 .....	23
2.2.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....	23
2.2.2 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DO AÇO AISI 52100 .....	25
2.2.3 PROPRIEDADES .....	26
2.2.4 MICROESTRUTURA .....	27
2.3 IMPACTOS AMBIENTAIS DO AÇO .....	28
2.4 METALURGIA DO PÓ .....	29
2.4.1 OBTENÇÃO DOS PÓS .....	30
2.4.1.1 MOAGEM CONVENCIONAL .....	32
2.4.1.2 MOAGEM EM MOINHO ATTRITOR .....	33
2.4.1.3 MOAGEM EM MOINHO VIBRATÓRIO .....	34
2.4.1.4 MOAGEM DE ALTA ENERGIA .....	34
2.4.1.4.1 VARIÁVEIS DE PROCESSO .....	36
2.4.1.4.1.1 TEMPO DE MOAGEM .....	37
2.4.1.4.1.2 VELOCIDADE DE MOAGEM .....	37
2.4.1.4.1.3 TEMPERATURA DE MOAGEM .....	38
2.4.1.4.1.4 ATMOSFERA DE MOAGEM .....	38
2.4.1.4.1.5 RELAÇÃO MASSA/ESFERA .....	39

2.4.1.4.1.6	AGENTES DE CONTROLE DE PROCESSO .....	39
2.4.1.4.1.7	MECANISMOS DE MOAGEM.....	40
2.4.2	PRENSAGEM.....	41
2.4.2.1	PRENSAGEM UNIAXIAL .....	41
2.4.2.2	PRENSAGEM ISOSTÁTICA.....	42
2.4.2.3	PRENSAGEM ISOSTÁTICA A QUENTE (HIP).....	43
2.4.3	SINTERIZAÇÃO .....	43
2.5	MATERIAIS QUE AUMENTAM A EFICIÊNCIA DE MOAGEM E RESISTÊNCIA MECÂNICA DE PEÇAS SINTERIZADAS .....	45
2.5.1	ENDURECIMENTO POR PRECIPITADOS.....	45
2.5.2	ALUMINA .....	46
2.6	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MAIS UTILIZADAS EM PRODUTOS PRODUZIDOS VIA METALURGIA DO PÓ.....	48
2.6.1	GRANULOMETRIA A LASER.....	48
2.6.2	ANÁLISE POR MICROSCOPIA ÓTICA.....	48
2.6.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	49
2.6.4	MEDIDA DE DENSIDADE PELO MÉTODO DE ARQUIMEDES ....	49
2.6.5	AVALIAÇÃO DA DUREZA .....	50
2.6.6	AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO .....	50
2.6.7	AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE.....	50
<b>CAPÍTULO 3.....</b>		<b>51</b>
<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>		<b>51</b>
3.1	MATERIAIS.....	51
3.2	MÉTODOS .....	53
3.2.1	AVALIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AÇO AISI 52100..	53
3.2.2	USINAGEM.....	53
3.2.3	MOAGEM DE ALTA ENERGIA .....	54
3.2.4	PRENSAGEM UNIAXIAL .....	55

3.2.5	MEDIDAS DE DENSIDADE À VERDE.....	56
3.2.6	SINTERIZAÇÃO .....	57
3.2.7	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS PRECURSORES E DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS .....	57
3.2.7.1	ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS .....	57
3.2.7.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	58
3.2.7.3	MEDIDAS DE DENSIDADE DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS ...	59
3.2.7.4	MICROSCOPIA ÓTICA.....	59
3.2.7.5	MEDIDAS DE DUREZA .....	60
3.2.7.6	MÓDULO DE ELASTICIDADE .....	61
3.2.7.7	RESISTÊNCIA AO DESGASTE .....	62
<b>CAPÍTULO 4.....</b>		<b>64</b>
<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>		<b>64</b>
4.1	ANÁLISE QUÍMICA DO AÇO AISI 52100.....	64
4.2	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS.....	65
4.2.1	ANÁLISE DO TAMANHO DAS PARTÍCULAS .....	65
4.2.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	66
4.2.2.1	AÇO AISI 52100 PURO .....	67
4.2.2.2	AÇO AISI 52100 COM 1% DE ALUMINA .....	68
4.2.2.3	AÇO AISI 52100 COM 3% DE ALUMINA .....	70
4.2.2.4	AÇO AISI 52100 COM 5% DE ALUMINA .....	71
4.2.2.5	LOCALIZAÇÃO DA ALUMINA NAS PARTÍCULAS DO AÇO AISI 52100 APÓS A ETAPA DE MOAGEM .....	73
4.3	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS .....	75
4.3.1	DENSIDADE .....	75
4.3.2	ANÁLISE MICROESTRUTURAL.....	76
4.3.3	POROSIDADE.....	79
4.3.4	DUREZA .....	81

4.3.5	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO .....	82
4.3.6	RESISTÊNCIA AO DESGASTE .....	84
<b>CAPÍTULO 5</b>	.....	<b>85</b>
<b>CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b>	.....	<b>85</b>
5.1	CONCLUSÕES .....	85
5.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	86
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	.....	<b>87</b>

# CAPÍTULO 1

## INTRODUÇÃO

Os aços ferramenta representam uma fatia significativa do mercado de aços especiais, devido a suas excelentes propriedades mecânicas associadas ao relativo baixo custo. São utilizados normalmente na indústria automobilística e na fabricação de ferramentas de corte, moldes e matrizes, por possuírem alta estabilidade dimensional e resistência mecânica sob altas temperaturas. Isto é possível devido à grande quantidade de carbono e elementos de liga que possuem (TANSKI *et al.*, 2014).

O aço AISI 52100 é um aço ferramenta com alto teor de carbono e cromo, utilizado amplamente em componentes mecânicos, podendo-se citar como exemplo as ferramentas para extrusão e os rolamentos. É empregado normalmente em aplicações que exigem alta resistência ao desgaste e a fadiga de contato (JIMENEZ-MELERO *et al.*, 2013; RAHBAR-KELISHAMI *et al.*, 2014).

Uma das maneiras de reaproveitar estes componentes mecânicos que atingiram o final da sua vida útil, e ainda, aprimorar a sua resistência mecânica, é através da técnica conhecida como metalurgia do pó. Esta rota permite a confecção de materiais com geometrias complexas e com os mais variados tipos de composições, vindo a atender a diversas aplicações de mercado. A metalurgia do pó compreende as seguintes etapas: Obtenção dos pós por processo de moagem, prensagem e sinterização do compacto verde (MAHESH *et al.*, 2012; NARASIMHAN, 1996).

Dentre todos os métodos que existem para a fabricação de pós, a moagem de alta energia destaca-se na produção de pós metálicos. Devido ao alto impacto gerado pelas bolas de moagem que estão submetidas a altas velocidades de rotação e frequências de impacto, é possível a obtenção de nanopartículas após longos tempos de moagem. Esta técnica vem sendo utilizada há muitos anos para a produção de ligas, porém, apenas recentemente tem sido aplicada como um método cominutivo para diversos materiais (SURYANARAYANA, 2001).

Uma das maneiras de aumentar a eficiência de moagem de aços produzidos via metalurgia do pó é a introdução de partículas cerâmicas durante o processo de moagem,

como por exemplo, a alumina. Isto ocorre porque a partícula cerâmica da alumina é bastante dura e causa uma região de tensão quando colide com a partícula dúctil do aço, levando esta a romper. Além de aumentar a eficiência de moagem, a adição de partículas cerâmicas à matriz pode aumentar a dureza e a resistência ao desgaste após a sinterização, uma vez dificultam a movimentação das discordâncias se estiverem localizadas em escala nanométrica ou atuam como inibidores de crescimento de grão se não estiverem em escala nanométrica (SCAMANS *et al.*, 2010).

## **1.1 JUSTIFICATIVAS**

A rota de metalurgia do pó é considerada uma técnica benéfica do ponto de vista ambiental, pois promove a reciclagem de aços que atingiram o final da sua vida útil e que seriam descartados em depósitos ou refundidos (tanto a refusão quanto o descarte geram impactos ambientais negativos). Destaca-se também o fato de que praticamente todo o material precursor é utilizado sem que ocorram desperdícios, obtendo-se peças com resistência mecânica aprimorada e geometrias complexas se comparado aos métodos convencionais de fabricação.

Desta forma, esta pesquisa se justifica, pois visa atenuar os problemas ambientais decorrentes da fabricação e do descarte do aço AISI 52100, melhorando a qualidade e a resistência mecânica de peças fabricadas por este processo.

## **1.2 OBJETIVOS**

Os objetivos desta pesquisa são os seguintes:

- Avaliar a eficiência de moagem do aço AISI 52100 por meio da adição de diferentes porcentagens alumina;
- Produção e caracterizações microestrutural e mecânica de amostras do aço AISI 52100 produzidas via metalurgia do pó com e sem adições de alumina, utilizando moagem de alta energia.

## CAPÍTULO 2

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 AÇO

O aço é uma liga metálica formada por ferro e carbono, com teores de C que variam entre 0,008% até 2,11%, sendo que, quando a porcentagem de carbono extrapola 2,11 %, o material deixa de ser aço e passa a ser classificado como ferro fundido. De acordo com sua quantidade de carbono, podem ser denominados baixo, médio ou alto carbono (PANNONI, 2002; SUSAKI, 2009):

- **Aços baixo carbono:** São aços com teores de carbono abaixo de 0,3 %. Possuem grande ductilidade, bons para o trabalho mecânico e soldagem (construção de pontes, edifícios, navios, caldeiras e peças de grandes dimensões em geral). Não são aços temperáveis.
- **Aços médio carbono:** Os aços médio carbono possuem teores de carbono que variam de 0,3 a 0,7 %. Suas aplicações incluem engrenagens, bielas, dentre outros. Quando temperados e revenidos, atingem boa tenacidade e resistência mecânica.
- **Aços alto carbono:** Os aços alto carbono possuem porcentagens de carbono acima de 0,7 %. Destacam-se pela sua elevada dureza e resistência após a têmpera, e são comumente utilizados em molas, engrenagens, componentes agrícolas sujeitos ao desgaste, pequenas ferramentas, dentre outros.

Comercialmente, existem aços-carbono comuns e ligados. A principal diferença entre estes é que nos aços ligados ocorre à inserção de elementos de liga durante o processo de fabricação, sendo os principais elementos utilizados o Cr, Mn, Mo, Ni, Si e V. Cada um dos elementos adicionados nestes aços confere uma propriedade diferente. Os aços liga são denominados de acordo com o seu elemento químico predominante, como por exemplo, os aços-cromo e aços-níquel. Os aços ligados podem ser classificados como aços baixa liga, média liga ou alta liga, dependendo da porcentagem de elementos de liga que possuem em sua composição (COLPAERT, 1974):

○ **Aços baixa liga:** São os mais utilizados na indústria. Possuem teores de elementos de liga inferiores a 5%. Neste caso, os elementos de liga têm a função de aumentar a resistência ao revenido e a temperabilidade.

○ **Aços média liga:** Estes aços possuem teores de carbono entre 5% e 10%. São bastante utilizados para trabalhos a quente, ou quando se necessita de elevada resistência mecânica em temperaturas acima de 500°C.

○ **Aços alta liga:** Nos aços alta liga, os teores de elementos de liga são superiores a 10%. São amplamente usados em solicitações que exigem alta resistência a corrosão e ao desgaste.

Os principais tipos de aços estão apresentados na Tabela 1. Existem ainda aços especiais, não listados nesta Tabela 1, como por exemplo, os aços ferramenta, rápidos, válvula e inoxidáveis (CHIAVERINI, 2007).

Tabela 1 – Classificação dos aços

Denominação AISI	Tipo de Aço
10XX	Aços - Carbono
11XX	Aços de fácil usinagem, com enxofre
13XX	Aços - Manganês (1,75 %)
15XX	Aços - Manganês (1,00 %)
23XX	Aços - Níquel (3,50 %)
25XX	Aços - Níquel (5,00 %)
31XX	Aços Níquel (1,25 %) - Cromo (0,65 %)
33XX	Aços Níquel (3,50 %) - Cromo (1,55 %)
40XX	Aços - Molibdênio (0,25%)
41XX	Aços Cromo (0,50 ou 0,95 %) - Molibdênio (0,12 ou 0,20 %)
43XX	Aços Níquel (1,80 %) - Cromo (0,50 ou 0,80 %) - Molibdênio (0,25) %
46XX	Aços Níquel (1,55 ou 1,80 %) - Molibdênio (0,20 ou 0,25 %)
47XX	Aços Níquel (1,80 %) - Cromo (0,50 ou 0,80 %) - Molibdênio (0,25 %)
48XX	Aços Níquel (3,50 %) - Molibdênio (0,25 %)
50XX	Aços Cromo (0,28 ou 0,40 %)
51XX	Aços Cromo (0,80 ou 0,90 ou 0,95 ou 1,00 ou 1,05 %)
61XX	Aços Cromo (0,80 ou 0,95 %) - Vanádio (0,10 ou 0,15 %)
86XX	Aços Níquel (0,55 %) - Cromo (0,50 ou 0,65 %) - Molibdênio (0,20 %)
87XX	Aços Níquel (0,55 %) - Cromo (0,50 %) - Molibdênio (0,25 %)
92XX	Aços Manganês (0,85 %) - Silício (2,00 %)
93XX	Aços Níquel (3,25 %) - Cromo (1,20 %) - Molibdênio (0,12 %)
97XX	Aços Níquel (0,55 %) - Cromo (0,17 %) - Molibdênio (0,20 %)
98XX	Aços Níquel (1,00 %) - Cromo (0,80 %) - Molibdênio (0,25 %)

Fonte: Chiaverini (2007)

## 2.2 AÇO AISI 52100

### 2.2.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Aços com alto teor de carbono e cromo vêm sendo utilizado na indústria européia desde antes dos anos de 1900. Atualmente são amplamente usados no mundo para a fabricação de rolamentos, roletes, esferas, pistas de rolamento, rolos de calandra, anéis de rolamento e trilhas de rolamento. Apresentam propriedades que os diferenciam dos aços-carbono comuns, como boa resistência a fadiga, elevada dureza e boa estabilidade dimensional e microestrutural, principalmente quando submetidos à ação de altas temperaturas (BOUACHA *et al.*, 2010).

De acordo com norma americana ASTM A295 (1994) o aço AISI 52100 é considerado um aço de alto teor de carbono (hipereutetóide com um percentual de carbono acima de 0,76 %) e baixa liga (máximo de 5,14 % de elementos de liga em sua composição), como indicado na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição química do aço AISI 52100

	C	Cr	Mn	Si	Cu	Ni	Mo	P	S
Mínimo	0,93	1,35	0,25	0,15	0	0	0	0	0
Máximo	1,05	1,60	0,45	0,35	0,30	0,25	1,1	0,025	0,015

Fonte: ASTM A 295 (1994)

A adição de elementos de liga na etapa de refino possui grande importância no que se refere a conferir características distintas a cada um dos vários tipos de aços-liga que existem no mercado, podendo-se citar como exemplo a melhoria na resistência mecânica. Estes elementos podem ser classificados como alfacênicos (contraem o campo austenítico e aumentam a estabilidade da ferrita) ou gamagênicos (expandem o campo austenítico e diminuem as temperaturas críticas  $A_1$  e  $A_3$  no diagrama de fases Ferro-Carbono) (COSTA & MEI, 1988).

Os elementos de liga que compõem o aço AISI 52100 (Tabela 3) são responsáveis por influenciar tanto positivamente quanto negativamente sua microestrutura, e conseqüentemente, sua resistência mecânica. As altas porcentagens de carbono, cromo e elementos de liga conferem importantes propriedades, podendo-se

citar a alta resistência à fadiga, resistência ao revenido, dureza e estabilidade dimensional a altas temperaturas. O carbono não é considerado um elemento de liga, pois é um dos constituintes básicos de todos os aços (ferro e carbono). Entretanto, é responsável por conferir importantes características, como o aumento na dureza, quando adicionado em proporções adequadas (DINIZ, 2005; COSTA & MEI, 1988).

Tabela 3 – Elementos de liga do aço AISI 52100 e propriedades conferidas

<b>Elemento de Liga</b>	<b>Classificação</b>	<b>Influência nas Propriedades</b>
Cromo	Alfagênico	Acelera o crescimento de grão e é formador de carbeto. Melhora a temperabilidade e a resistência a oxidação e corrosão, a altas temperaturas e ao desgaste.
Manganês	Gamagênico	Auxilia na formação de uma microestrutura dura através de têmpera e estabiliza os carbeto. Melhora a temperabilidade, a usinabilidade, a resistência mecânica, a dureza e possui ação desoxidante
Silício	Alfagênico	Possui ação desoxidante e auxilia na fluidez. Aumenta a resistência mecânica, a dureza, a temperabilidade, a resistência à tração e à oxidação sob altas temperaturas.
Cobre	Gamagênico	Melhora a resistência à tração, o limite de escoamento e a resistência a corrosão. Em contrapartida, diminui a elasticidade.
Níquel	Gamagênico	Promove o refinamento dos grãos e diminui a velocidade de transformação na estrutura. Melhora a temperabilidade, a resistência ao impacto, à tração e a ductilidade.
Molibdênio	Alfagênico	Influência na estabilização dos carbeto. Melhora a temperabilidade, a resistência à altas temperaturas, ao desgaste e à tração.
Fósforo	Alfagênico	Aumenta a resistência mecânica, a dureza e a usinabilidade. Em contrapartida, diminui a ductilidade e aumenta a fragilidade.
Enxofre	-	Auxilia na usinabilidade em proporções entre 0,01 % a 0,03 %. Porém, é considerado uma impureza e deve ser limitado a uma faixa inferior a 0,05 %. Em grandes quantidades, diminui a ductilidade, a soldabilidade e a tenacidade.

Fonte: Adaptado de Costa e Mei (1988)

## 2.2.2 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DO AÇO AISI 52100

Normalmente, componentes mecânicos fabricados em aço AISI 52100 atingem o final da sua vida útil pela associação entre efeitos de tensões residuais, aplicadas e micro-concentradas (imperfeições superficiais e/ou inclusões não-metálicas). O desgaste, definido como a perda progressiva de material devido ao movimento relativo entre as superfícies de contato, também é citado como uma das principais causas de falhas em componentes mecânicos fabricados em aço AISI 52100 (BLAU, 1995; SILVA, 2001).

No processo de fabricação, o aço AISI 52100 é normalmente fundido em forno elétrico e passa pelas etapas de forjamento ou laminação a quente, onde é posteriormente submetido a tratamentos térmicos (SILVA, 2001; VATAVUK *et al.*, 2000).

De acordo com Silva (2001) os tratamentos térmicos utilizados no aço AISI 52100 tem a finalidade de conferir propriedades específicas a este aço, como melhoria na conformação, na resistência mecânica e no tamanho dos grãos. Os principais tratamentos térmicos utilizados no aço AISI 52100 são esferoidização, normalização, têmpera e revenimento. A norma brasileira NBR NM 136/2000 detalha os seguintes tratamentos térmicos:

- **Esferoidização:** Utilizado para melhorar a usinabilidade e a conformação mecânica a frio. O que ocorre microestruturalmente neste processo é que os carbeto assumem uma forma esférica ou de pequenos glóbulos, localizando-se dispersos na matriz ferrítica. O procedimento consiste em aquecer o material abaixo da temperatura de transformação ( $A_{c1}$ ) mantendo-a constante, e então, promover o resfriamento. É normalmente realizado em temperaturas em torno de 750 °C em um período de tempo de 15 a 20 horas, onde a peça resfria dentro do forno.
- **Normalização:** Tem a finalidade de homogeneizar a estrutura dos grãos. Microestruturalmente ocorre um aquecimento do material até a zona de austenitização completa, sendo em seguida resfriado ao ar para que aconteça um refinamento da estrutura ferrítica ou perlítica. Realizado normalmente em temperaturas de 870 a 890 °C por em média 1 hora.
- **Têmpera:** Usado para aumento da dureza e da resistência mecânica dos aços. O material é submetido a ciclos térmicos de aquecimento até a zona de austenitização, formando austenita e outros carbonetos (no caso do aço AISI 52100 ocorre uma

austenitização parcial), sendo que após o aquecimento, é resfriado rapidamente, para que seja formada a martensita. Este resfriamento pode ser realizado em óleo, água ou ar. A temperatura usada no procedimento de têmpera é normalmente de 840 a 850 °C, permanecendo por quanto tempo for necessário.

○ **Revenimento:** Realizado com a finalidade de aliviar a dureza extrema obtida na têmpera e aumentar a ductilidade do material. O material é aquecido a uma temperatura inferior a ( $Ac_1$ ), ocorrendo uma ou várias manutenções na temperatura sob um ou vários possíveis resfriamentos até a temperatura ambiente. O material deve ser aquecido a uma temperatura entre 120 a 200 °C, e depois resfriado ao ar.

### 2.2.3 PROPRIEDADES

O aço AISI 52100 é utilizado para a confecção de peças e ferramentas que estarão sujeitas a diversos tipos de esforços mecânicos, normalmente em uma combinação de várias solicitações, como por exemplo, mecânica e térmica (o aquecimento ocorre devido ao atrito de contato que sofre). Assim, é de essencial importância o conhecimento de suas propriedades mecânica, térmica, elétrica e física, para que não ocorram falhas por desgaste ou fadiga durante sua utilização, ou ainda, acidentes que levem a danos físicos ou materiais. A Tabela 4 mostra as principais propriedades do aço AISI 52100 (MATWEB, 2014).

Tabela 4 – Propriedades física, elétrica, mecânica e térmica do aço AISI 52100

<b>Propriedade</b>	<b>Valor</b>
Densidade	7,81 g/cm <sup>3</sup>
Resistividade Elétrica	0,0000219 ohm-cm
Dureza Knoop (Temperado)	875
Dureza Rockwell C (Temperado)	66
Dureza Vickers (Temperado)	848
Dureza Vickers (Recozido)	210
Dureza Vickers (Esferoidizado)	207
Módulo de Elasticidade	210 GPa
Coefficiente de Poisson	0,3
Módulo de Cisalhamento	80 GPa
Coefficiente de Expansão Linear	11,9 µm/m-°C
Condutividade Térmica	46,6 W/m-K

Fonte: Adaptado de Matweb (2014)

## 2.2.4 MICROESTRUTURA

No diagrama de fases ferro-carbono (Fe-C), que fornece importantes informações com relação à temperatura de austenitização e fusão, o aço AISI 52100 situa-se na posição hipereutetóide, com uma porcentagem de C acima da faixa de 0,76% (MARTINS, 2012).

Sua microestrutura após o processo de laminação a quente é tipicamente formada por lamelas de cementita + ferrita (perlita) e cementita livre (Figura 1). Após o tratamento térmico de esferoidização, as lamelas de cementita assumem geometria esférica, o que facilita a conformação mecânica. Na Figura 2 é possível observar pequenas esferas escuras (cementita esferoidizada) e outra fase de coloração clara correspondendo a ferrita. Após a têmpera em óleo ou sal, sua microestrutura transforma-se em martensítica (Figura 3) com aproximadamente 3 a 4 % de cementita não dissolvida e 6 % de austenita retida (MARCOMINI, 2012; BHADESHIA 2012).

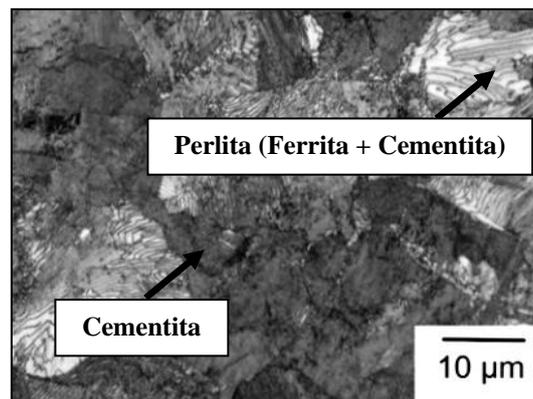


Figura 1 – Microestrutura inicial do aço AISI 52100 após laminação a quente  
Fonte: Bhadeshia (2012)

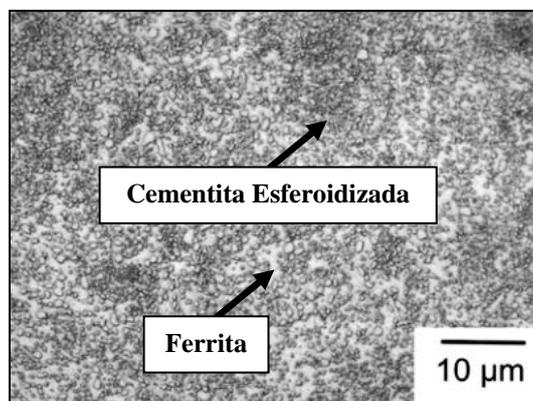


Figura 2 – Microestrutura do aço AISI 52100 após tratamento térmico de esferoidização  
Fonte: Bhadeshia (2012)

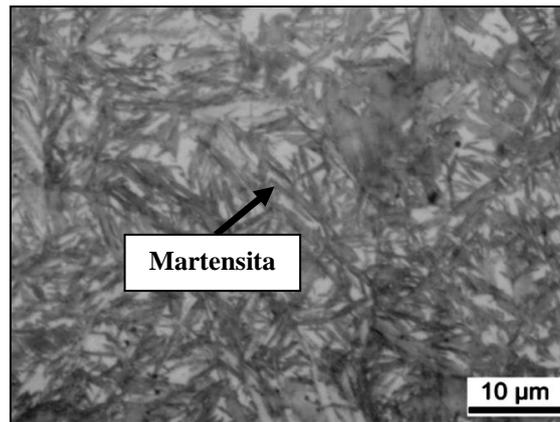


Figura 3 – Microestrutura do aço AISI 52100 após tratamento térmico de têmpera  
Fonte: Jimenez-Melero *et al.* (2013)

### 2.3 IMPACTOS AMBIENTAIS DO AÇO

A reciclagem tem sido um método cada vez mais difundido no mundo para a obtenção de novos materiais a partir de uma matéria prima degradada. Isto ocorre pois os recursos naturais estão cada vez mais escassos e também pela necessidade de se minimizar o descarte de materiais em locais onde não terão uma destinação correta, causando mais impacto negativo sobre o meio ambiente (ORISAKWE, 2012).

Uma das características importantes do aço é a sua capacidade de ser reciclado diversas vezes, inesgotavelmente. Em uma pesquisa mundial recente sobre reciclagem de latas de aço, determinou-se um valor de 63% de reuso deste produto, sendo que em alguns países, este número atinge a casa dos 85%. O limite teórico de recirculação deste é de 100%, porém na prática, este valor não é obtido. No Brasil, todos os anos recicla-se uma média de 5,9 milhões de toneladas de sucata de aço provenientes do mercado interno (ABM, 2008).

Após a sua vida útil, o aço pode ser reciclado de duas maneiras: Por fusão ou metalurgia do pó. A metalurgia do pó, por sua vez, é uma técnica inovadora para a fabricação de peças metálicas, pois não emite nenhum tipo de gás na atmosfera, se comparado ao processo de fundição. Desta forma, utilizando esta rota, obtêm-se ganhos ambientais significativos no que diz respeito a emissões de poluentes atmosféricos. Quando não é reciclado, o aço é estocado em depósitos, o que pode vir a contaminar o meio ambiente com elementos de sua composição, como o cromo no aço AISI 52100, que é considerado um metal pesado de efeito acumulativo (ORISAKWE, 2012).

Contudo, a produção do aço é considerada um processo poluente. As emissões na atmosfera dos gases provenientes do processo de produção ainda continuam sendo a principal questão ambiental abordada no processo siderúrgico. Como ainda não é possível evitar a geração de emissões atmosféricas, estas devem ser mitigadas, a fim de minimizar seus impactos ao ambiente (BOSON, 2008).

A fabricação do coque, que é o combustível das aciarias, é a etapa mais poluente de uma siderúrgica devido à emissão de gases nocivos, como por exemplo, o monóxido de carbono (CO) e o dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>). A taxa mundial de geração de CO<sub>2</sub> no ano de 2010 representou uma faixa de 1510 a 2200 kg/tonelada de aço bruto fabricado nas usinas integradas a coque e de 450 a 600 kg/tonelada de aço bruto fabricado nas usinas semi-integradas (ABM, 2008).

## 2.4 METALURGIA DO PÓ

A Metalurgia do pó (MP) é uma rota que permite a produção de peças por meio da moagem de materiais na forma de cavaco ou pó, prensagem e sinterização. Difere do processo de fundição convencional no fato de não possuir fase líquida, ou possuí-la pouco presente. Destaca-se também a menor temperatura de processamento e menor custo relativo se comparado ao processo de fundição (BRITO *et al.*, 2007).

Esta técnica tem sido amplamente utilizada no mundo para confeccionar diversos tipos de materiais associados, como ligas metálicas, compósitos entre metais e cerâmicos ou ainda, compósitos entre metais e polímeros, combinando as características desejáveis de ambos os materiais em apenas um. Destaca-se também a possibilidade de produzir ligas de difícil obtenção por processos convencionais de fundição, como os metais duros (WC-Co). Estes materiais possuem alto ponto de fusão (acima de 3000 °C), o que inviabiliza a construção de fornos que aqueçam materiais a temperaturas tão elevadas. Chiaverini (1992) e Hassani *et al.* (2014) citam as principais vantagens do uso desta técnica:

- Produção de metais que seriam muito difíceis ou impossíveis de serem conformados pelos processos tradicionais de metalurgia;
- Obtenção de características estruturais especiais, como a porosidade controlada e a resistência mecânica melhorada;
- Obtenção de compósitos feitos através da associação entre metais e não-metais;

- Possibilidade de associar diferentes metais para a obtenção de materiais em que se mantêm as características próprias de cada um dos componentes metálicos;
- Rigoroso controle do produto acabado e eliminação de rebarbas;
- Desperdício de material praticamente nulo.

As etapas seguidas na fabricação de produtos via metalurgia do pó estão exemplificadas no fluxograma da Figura 4.

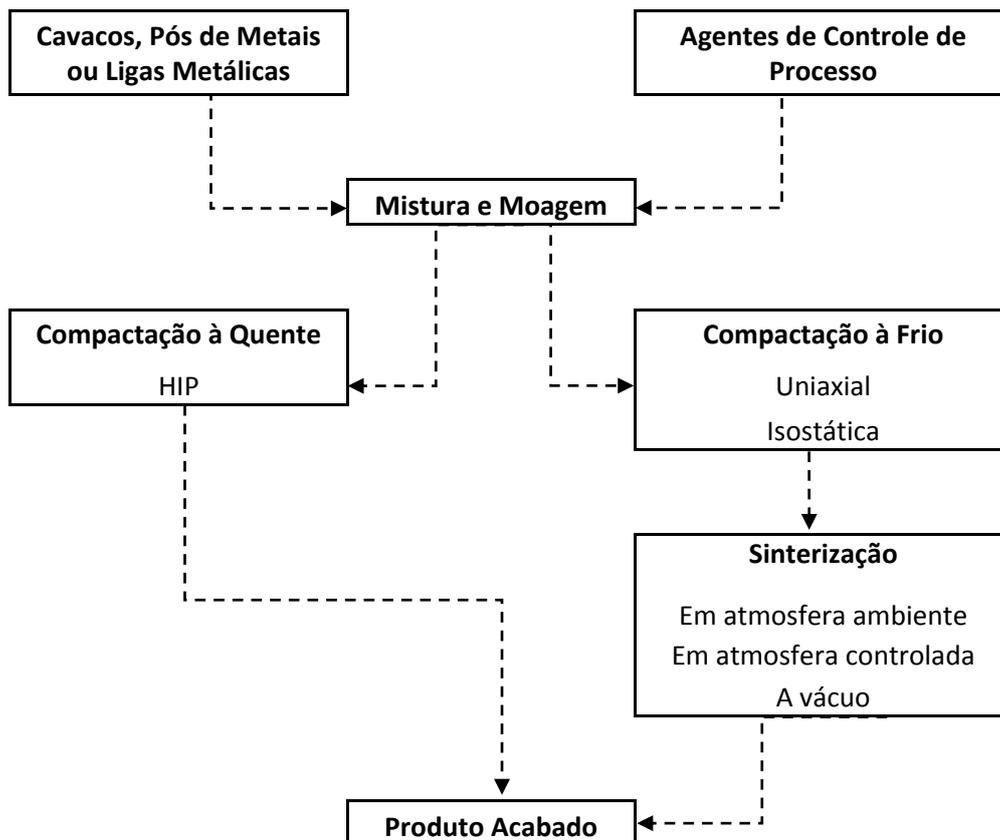


Figura 4 – Etapas da fabricação de peças via metalurgia do pó  
 Fonte: Adaptado de Chiaverini (2007)

#### 2.4.1 OBTENÇÃO DOS PÓS

Na MP, a primeira etapa inicia-se com a obtenção do pó que será posteriormente prensado e sinterizado. Existem diversas técnicas para a produção dos pós, podendo-se citar atomização, eletrólise, pulverização e moagem. Cada um destes processos confere a partícula um tamanho e morfologia peculiar.

No processo de moagem, as partículas dos pós diminuem através da ação das esferas de moagem dentro do moinho que se chocam em alta velocidade com as partículas do material (Figura 5). O processo de cominuição ocorre através da ação simultânea entre atrito, compressão, impacto e abrasão. O grau de enchimento do moinho é definido entre o volume aparente dos corpos moedores, o volume interno do jarro e a massa de material, situando-se normalmente em uma faixa de 20 a 80 %.

A Figura 6 mostra os mais variados tipos de morfologia que podem apresentar as partículas dos pós dos materiais que serão conformados via MP (CHIAVERINI, 1992).

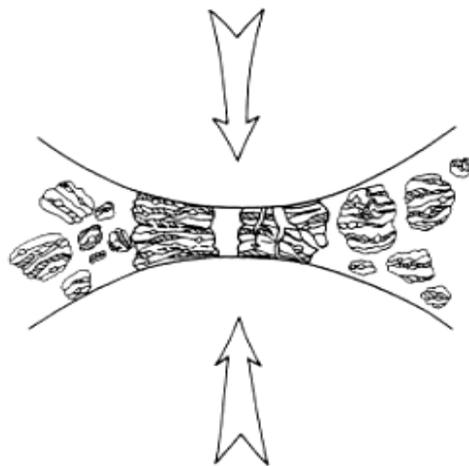


Figura 5 – Mecanismo de moagem do pó pelos corpos moedores  
Fonte: Bhattacharjee (2007)

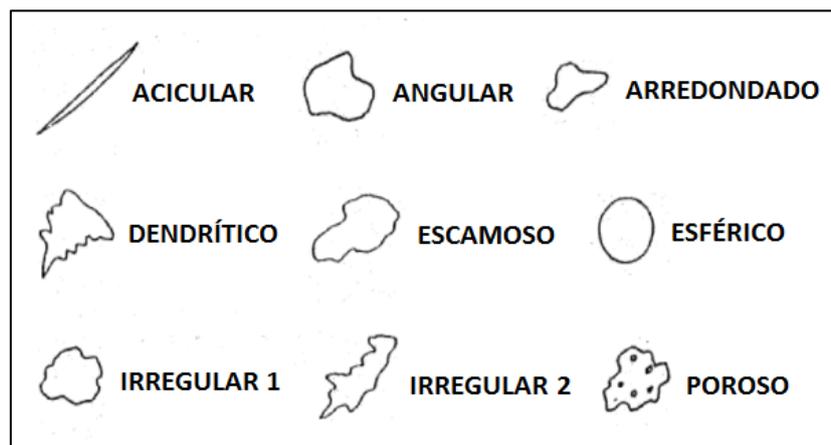


Figura 6 – Morfologia das partículas dos pós  
Fonte: Adaptado de Chiaverini (1992)

De acordo com Chiaverini (1992) cada uma das morfologias de partícula apresentadas na Figura 6 é provenientes de um processo de fabricação diferente:

- Acicular: Decomposição química;
- Angular: Desintegração mecânica;
- Arredondado: Atomização e decomposição química;
- Dendrítico: Eletrólise;
- Escamoso: Moagem ou pulverização;
- Esférico: Carbonila;
- Irregular 1: Atomização e decomposição química;
- Irregular 2: Moagem ou pulverização;
- Poroso: Redução de óxidos.

Com relação ao tamanho destas partículas, deve-se levar em consideração a distribuição da curva granulométrica (tanto dos pontos de vista de compactação quanto de sinterização). Uma distribuição considerada adequada é aquela onde se têm partículas de tamanhos grande, médio e pequeno. Assim, após as etapas de compactação e sinterização, obtém-se um material com o mínimo de porosidade residual possível, e consequentemente resistência mecânica elevada.

Existem diversos tipos de corpos moedores, como bolas, barras, cilindros curtos ou partículas maiores do próprio material (moagem autógena) (SANTOS, 2013).

Dentro do moinho, os corpos moedores ganham movimento através da ação rotativa, planetária, vibratória ou por agitação. Esses processos têm sido utilizados tanto em laboratório quanto na indústria (SANTOS & COSTA, 2005).

Esses equipamentos diferem entre si por sua capacidade volumétrica, energia de impacto entre corpos moedores, eficiência de moagem e a possibilidade do uso de acessórios como sistemas de resfriamento, aquecimento e controle da atmosfera de moagem. Os principais tipos de moinho são o convencional, attritor, spex e os planetários (TAKIMI, 2004).

#### **2.4.1.1 MOAGEM CONVENCIONAL**

Os moinhos convencionais, ou moinhos de baixa energia, foram os primeiros moinhos que surgiram. Neste equipamento, o jarro gira com uma determinada velocidade em torno do seu eixo de revolução. As esferas de moagem caem sob o material, quando atingem uma certa altura, devido à ação da gravidade (Figura 7). Este mecanismo promove a cominuição do material, que é decorrente da ação conjunta entre

impacto e atrito das esferas com o material e as paredes do recipiente. A maior limitação deste tipo de moinho é que, velocidades muito altas implicam na centrifugação das esferas, e a redução granulométrica fica comprometida (JANOT & GUÉRARD, 2005).

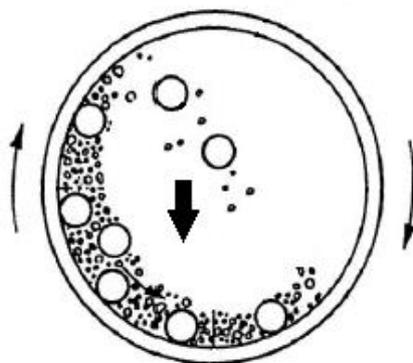


Figura 7 – Mecanismo de moagem no moinho convencional  
Fonte: Adaptado de Suryanarayana (2001)

#### 2.4.1.2 MOAGEM EM MOINHO ATTRITOR

Os moinhos attritor são os que possuem a maior capacidade entre todos os moinhos que existem. O interior do seu jarro suporta uma massa de material que varia entre 0,5 à 40 kg. De acordo com a Figura 8, seu funcionamento consiste em introduzir o material e as esferas de moagem no interior do jarro, com a atmosfera desejada, onde braços propulsores rotacionam estes componentes à uma velocidade desejada, que pode alcançar até 250 rpm. Suas principais vantagens a serem citadas são a alta capacidade de material a ser moído e a velocidade de moagem, sendo 10 vezes superior à do moinho convencional (SURYANARAYANA, 2001).

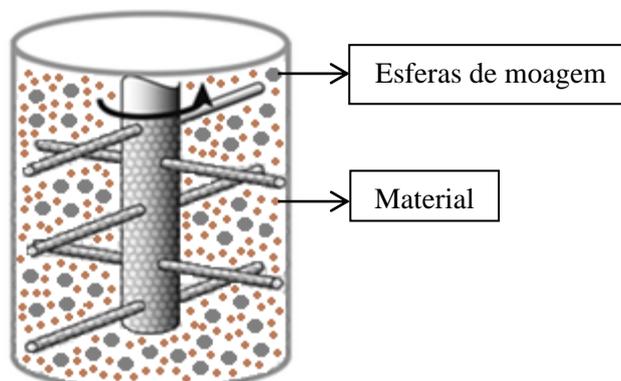


Figura 8 – Mecanismo de moagem no moinho attritor  
Fonte: Adaptado de Blair *et al.* (2014)

### 2.4.1.3 MOAGEM EM MOINHO VIBRATÓRIO

Os moinhos vibratórios, mais conhecidos pela marca spex, são pequenos e possuem pouca capacidade. Seu suporte acopla apenas um jarro, que recebe as esferas de moagem e uma quantidade de material em torno de 10 a 20 g. Seu funcionamento consiste em uma trajetória que se movimenta em três direções perpendiculares (Como é ilustrado pelas setas pretas na Figura 9), com velocidades que podem alcançar até 1200 rpm. De forma geral, são muito eficientes para a obtenção de pós e ligas, porém seu uso se restringe por comportarem pequenas quantidades de material (PEREIRA, 2012).

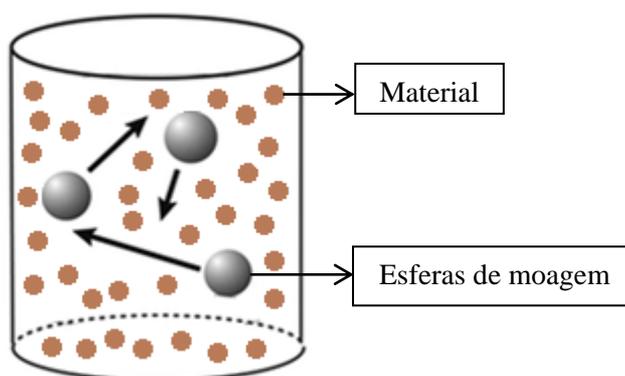


Figura 9 – Mecanismo de moagem no moinho spex  
Fonte: Adaptado de Blair *et al.* (2014)

### 2.4.1.4 MOAGEM DE ALTA ENERGIA

Apesar dos métodos de moagem convencional, attritor e spex serem muito eficientes na produção de pós metálicos, os moinhos planetários de alta energia (MPAE) (Figura 10) têm se destacado. Além de comportarem uma quantidade mediana de massa de material em seus jarros, possuem altas velocidades de rotação, trabalhando de modo diferenciado (através do sistema planetário). Desta forma, possibilitam a produção de pós com partículas localizadas em escala submicrométrica e nanométrica, o que é considerado bastante importante para a redução da porosidade residual de amostras sinterizadas (SURYANARAYANA, 2001).

Os MPAE (Figura 10) têm sido amplamente empregados na fabricação de ligas metálicas, conhecidas como “*Mechanical Alloying*” na literatura. Este processo de formação de ligas consiste em introduzir dois diferentes materiais metálicos no interior

do moinho, onde após um determinado tempo de processamento, uma liga é formada. Recentemente, os moinhos planetários de alta energia (MPAE) têm sido empregados para uma destinação diferente, na fabricação de pós, conhecida como “*Mechanical Milling*”. Materiais metálicos na forma de cavacos são inseridos no interior do jarro de moagem, puros ou com adições de outros materiais cerâmicos (carbetos ou óxidos), onde sofrem reduções granulométricas através do choque com as esferas de moagem (TORRES e SHAEFFER, 2008).



Figura 10 – Moinho planetário de alta energia da UNIFEI

Esta técnica tem se mostrado eficiente para a obtenção de pós. No interior do moinho, diferentes materiais são processados, obtendo-se um produto final homogêneo e com granulometria extremamente reduzida, através de transferência de massa entre os corpos moedores e o material. No momento da moagem, as partículas do material que está sendo processado sofrem deformações contínuas até que atingem seu limite de deformação plástica e rompem (LUCIANO, 2004).

Os MPAE diferem entre si na sua capacidade, eficiência de moagem e arranjos adicionais para resfriamento e aquecimento. Os materiais são misturados na proporção desejada com outros componentes (esferas e agentes de controle de processo) e colocados dentro dos jarros, que são posteriormente afixados no interior do moinho. O processamento é realizado por um determinado período de tempo e velocidade, até que seja obtido o tamanho de partículas e morfologia desejada (TAKIMI, 2004).

O mecanismo de MAE consiste em choques mecânicos que acontecem entre as partículas no material e as bolas ou esferas de moagem. Neste tipo de moinho, seu jarro gira com uma velocidade angular  $w_s$ , em torno do seu próprio eixo, enquanto o suporte gira com uma velocidade oposta à  $w_s$  como mostra a Figura 11. Devido a alta rotação, são capazes de produzir pós submicrométricos e/ou nanométricos (SANTOS & COSTA, 2005).

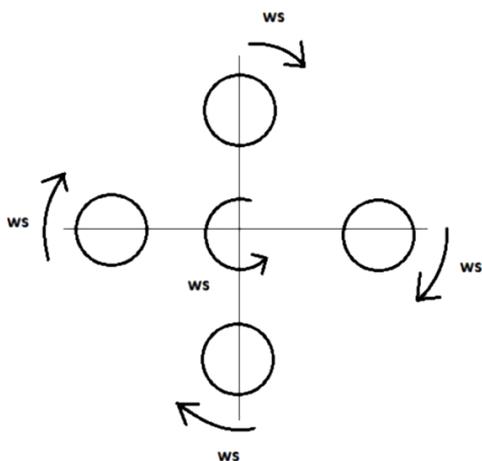


Figura 11 – Movimentação dos jarros no moinho planetário de alta energia  
Fonte: Santos (2013)

#### 2.4.1.4.1 VARIÁVEIS DE PROCESSO

De acordo com Suryanarayana (2001) existem alguns parâmetros ou variáveis de processo que devem ser analisados na etapa de MAE que são de grande importância para o entendimento da microestrutura final do material. Estes parâmetros não se encontram isoladas, estando um dependente do outro. O ideal é que ocorra a otimização destas variáveis, para que o resultado desejado seja obtido com o menor tempo de processo possível. Podem-se citar:

- Tempo de moagem
- Velocidade de moagem;
- Temperatura de moagem;
- Atmosfera de moagem;
- Relação massa/esfera;
- Agentes de controle de processo;
- Meio de moagem;
- Tipo de moinho;

- Tipo de jarro;
- Capacidade do jarro.

De forma geral, as variáveis citadas anteriormente nos itens de 1 a 6 são consideradas as principais variáveis de processo, sendo que alterações nestas implicam em mudanças significativas no resultado final do processo.

#### **2.4.1.4.1.1 TEMPO DE MOAGEM**

O tempo de moagem é uma das variáveis mais importantes do processo de MAE. Normalmente, tempos de moagem avançados promovem mudanças significativas na microestrutura do material, como por exemplo, a amorfização da rede cristalina. É possível mensurar o tempo ideal para que ocorram as maiores reduções granulométricas possíveis, com a possibilidade de obtenção de partículas em escala nanométrica (abaixo de 100 nm) ou submicrométrica (entre 100 e 1000 nm). Como todas as variáveis de moagem são interdependentes, pode-se citar a associação do tempo de moagem com a relação massa/esfera, a velocidade de moagem e o tipo de moinho. Observa-se que alterações nestas variáveis podem resultar em tempos de moagem maiores ou menores para que se atinja o objetivo desejado. (SURYANARAYANA, 1995).

Vale à pena salientar que, prolongar o tempo de moagem do material além do necessário, irá apenas contribuir para maiores possibilidades de formação de fases indesejadas ou contaminação com agentes externos (TORRES, 2009).

#### **2.4.1.4.1.2 VELOCIDADE DE MOAGEM**

Entende-se por velocidade de moagem o número de rotações por minuto (rpm) que o material está sendo submetido no interior dos jarros do moinho durante o processo de MAE. A análise da velocidade correta é de extrema importância para que se possa determinar a melhor condição de moagem dentre todas as possíveis. Velocidades muito altas implicam em maior energia aplicada sob o material. Porém, não é aconselhável arbitrar uma velocidade extremamente alta de rotação para causar a maior redução nas partículas possível. Isto decorre da existência de uma velocidade crítica de moagem, onde acima desta, o mecanismo de cominuição fica prejudicado. Os corpos moedores sofrem centrifugação e ficam aderidos nas paredes internas do jarro,

impossibilitando seu impacto com o material, e conseqüentemente, limitando a capacidade de moagem (KUHRT *et al.* 1993; WATANABE, 1999).

Desta forma, aconselha-se aplicar uma velocidade de moagem que seja a mais alta possível, mas abaixo da crítica, para que não ocorra centrifugação dos corpos moedores e o material consiga sofrer as maiores reduções possíveis em sua granulometria. A determinação desta velocidade é realizada de forma prática, inserindo material nos jarros de moagem e observando a velocidade na qual se inicia o processo de centrifugação (KUHRT *et al.* 1993).

#### **2.4.1.4.1.3 TEMPERATURA DE MOAGEM**

Um dos principais problemas decorrente de altas velocidades de moagem é o aquecimento dos jarros e conseqüentemente do material. O superaquecimento não intencional do material (metal + metal e metal + cerâmico) devido a tempos de moagem prolongados acarreta em soldagem/aglutinação das partículas, devido ao aumento da ductilidade do metal sob temperaturas elevadas. Para evitar este problema, recomenda-se realizar tempos de parada de alguns minutos por hora no procedimento de MAE, para que ocorra o resfriamento do material (TAKIMI, 2004).

A temperatura de moagem pode ser intencionalmente alterada (tanto para aquecimento com energia elétrica quanto para resfriamento com nitrogênio líquido) apenas em alguns estudos que desejam determinar a ocorrência ou não da formação de fases amorfas ou de estruturas nanocristalinas com a variação de temperatura de moagem (HONG *et al.*, 1994).

#### **2.4.1.4.1.4 ATMOSFERA DE MOAGEM**

A atmosfera de moagem correta é essencial para que o material não sofra contaminações e nem oxidação de corrente do contato com o oxigênio aprisionado no interior do jarro. A oxidação do pó metálico é prejudicial ao processo de sinterização, pois a reação de oxidação é altamente exotérmica e acaba liberando a maior parte da energia necessária para que ocorra a difusão atômica (FORSMO *et al.*, 2008).

Para evitar que isto ocorra, realiza-se uma limpeza/purga nos jarros de moagem inserindo gás inerte no seu interior por em média 40 segundos, e em seguida, fechando as válvulas e confinando o gás. Os gases mais utilizados são argônio ou hélio, visto na

literatura que o nitrogênio pode reagir com pós metálicos formando nitretos e o hidrogênio formando hidretos (SURYANARAYANA, 2001).

#### **2.4.1.4.1.5 RELAÇÃO MASSA/ESFERA**

A relação massa/esfera é uma variável muito importante no processo de MAE. Sabe-se que, a massa correta de esferas de moagem em relação à massa de material precursor é o que irá determinar a maior facilidade ou dificuldade de moagem.

Muitos autores indicam uma variação de 1:1 até 200:1, dependendo da capacidade do moinho. O mais usual é arbitrar 1:10 (1 grama de material para 10 gramas de esferas) para moinhos com capacidade menor como o spex, sendo que, esta pode variar de acordo com o material utilizado.

Recomenda-se que a relação massa/esfera seja a maior possível, para diminuir o tempo de processamento. Entretanto, deve-se respeitar a capacidade do jarro, para não prejudicar a eficiência de moagem. O correto é preencher um terço da capacidade do jarro com material, um terço com esferas e deixar um terço deste livre (SURYANARAYANA *et al.*, 1992).

#### **2.4.1.4.1.6 AGENTES DE CONTROLE DE PROCESSO**

Os agentes de controle de processo (ACP) são materiais utilizados no processo de MAE, com a finalidade de evitar a soldagem a frio entre as partículas dos pós metálicos. Esta soldagem decorre do aumento da ductilidade do metal com o aumento de temperatura de moagem, ou ainda da alta taxa de deformação plástica envolvida no processo. Normalmente, os ACP são compostos orgânicos, podendo ser sólidos, líquidos ou gasosos. São adsorvidos na superfície da partícula metálica e atuam como um lubrificante ou agente tenso-ativo, diminuindo a formação de aglomerados. A Tabela 5 ilustra alguns dos principais agentes de controle de processo utilizados e sua quantidade (FRAZIER & KOCZAK, 1987).

Tabela 5 – Principais agentes de controle de processo de moagem

<b>Agente de Controle de Processo (ACP)</b>	<b>Quantidade (wt%)</b>
Ácido Esteárico	1
Etanol	4
Metanol	4
Grafite	0,5

Fonte: Adaptado de Suryanarayana (2001)

#### **2.4.1.4.1.7 MECANISMOS DE MOAGEM**

Além das variáveis de processo, pode-se também atribuir grande importância ao mecanismo de moagem, pois este possibilita a avaliação do comportamento entre partículas, determinando a facilidade ou dificuldade de realizar a MAE do material. Existem 3 modelos de comportamento entre partículas, sendo estes: Sistema dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil. Em cada um destes, a moagem acontece de maneira diferente, sendo dificultada ou facilitada (MINATTI *et al.*, 2012).

Um sistema do tipo dúctil-dúctil é normalmente composto de 2 ou mais materiais metálicos. A moagem neste modelo ocorre devido a sucessivas soldagens a frio e fraturas entre as partículas de ambos os metais. O mecanismo de soldagem a frio pode ser explicado da seguinte maneira na MAE: As esferas de moagem incidem sob o material na forma de impacto, gerando encruamento. O encruamento por sua vez deixa o metal mais duro, pois aumenta o número de discordância na sua microestrutura e dificulta a deformação plástica. Este aumento na dureza devido ao encruamento faz com que o material se torne cada vez mais frágil (mais deformado plasticamente), até que atinge o seu limite de deformação plástica e rompe (BENJAMIN, 1976).

Um sistema do tipo dúctil-frágil (compósito metal-cerâmica), as partículas dúcteis do metal nos estágios iniciais de moagem sofrem encruamento pela ação dos corpos moedores no interior do moinho. As partículas frágeis do material cerâmico causam maior fragmentação das partículas metálicas, pois tendem a ficar presas nos espaços interlamelares constituintes do metal. Nas lamelas onde esta partícula cerâmica se instala, ocorre a formação de tensões aplicadas que juntamente com a ação dos corpos moedores leva o material dúctil à ruptura (LEE & KOCH, 1988).

Diferentemente dos sistemas anteriores, que possuíam partículas dúcteis e proporcionavam diversas soldagens a frio e sucessivas rupturas, no sistema do tipo frágil-frágil o processo de moagem decorre através do choque mecânico entre as

partículas cerâmicas. Têm-se observado na literatura que, quando ocorre a moagem de dois componentes frágeis, o material que é mais frágil tende a fragmentar mais e a ficar incorporado no material que é menos frágil. A moagem acontece até que estas partículas atinjam dimensões tão pequenas que, a partir deste ponto, começam a ter comportamento semelhante ao das partículas dúcteis. Este estágio é chamado de limite de cominuição, e os componentes frágeis não sofrem mais reduções granulométricas após alcançado este patamar (SURYANARAYANA, 2001).

## 2.4.2 PRENSAGEM

A etapa de prensagem é um processo onde acontece a compactação do pó do material, obtendo uma peça com boa densidade e pouca resistência a verde. Esta resistência adquirida deve-se ao entrelaçamento mecânico entre as partes irregulares na morfologia das partículas dos pós após a aplicação de uma pressão compressiva. Alguns fatores aumentam ainda mais a resistência a verde, podendo-se citar aumento da área e rugosidade superficial das partículas, do tamanho das partículas, da oxidação, da contaminação do pó e das adições de lubrificantes. Existem vários métodos de prensagem, sendo os mais utilizados o uniaxial e o isostático (LIBERATI, 2001).

### 2.4.2.1 PRENSAGEM UNIAXIAL

A prensagem uniaxial (Figura 12) 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 (BRISTOT, 2008).

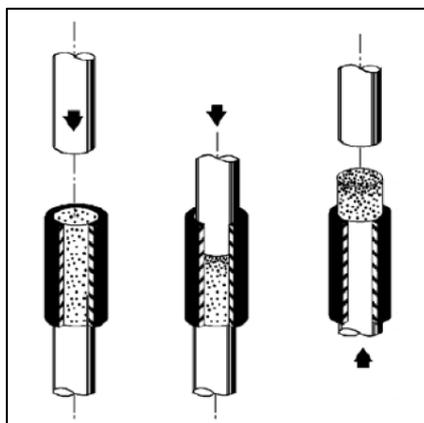


Figura 12 – Princípio de funcionamento da prensagem uniaxial  
Fonte: Amarós (2000)

O processo consiste na aplicação de uma pressão uniaxial sobre uma determinada massa que está contida no interior de uma matriz rígida, de dimensões de acordo com a peça que se deseja obter. A carga aplicada varia de acordo com o material que está sendo compactado, variando normalmente entre 1 a 10 tf. Pode-se citar como principal defeito decorrente do processo de prensagem uniaxial a delaminação, caracterizado por uma fissura transversal no corpo de prova. Após a retirada deste corpo de prova da matriz, a fissura é propagada e o material sofre ruptura. Em caso de delaminação, recomenda-se a prensagem de uma nova amostra, pois, se a peça delaminada for levada posteriormente ao tratamento térmico, irá difundir com uma falha, caracterizando uma peça defeituosa (CAMARGO, 1993; CANTO *et al.*, 2007).

#### **2.4.2.2 PRENSAGEM ISOSTÁTICA**

A prensagem isostática caracteriza-se pela grande uniformidade dimensional, pois confere maior homogeneidade à densidade da peça a verde. Atualmente é o método de prensagem mais utilizado na indústria, principalmente na fabricação de produtos de formatos cilíndrico e esférico. O pó do material é inserido na cavidade da matriz, que é posteriormente selada. A superfície externa da matriz sofre uma força compressiva que é exercida por um fluido pressurizado, gradualmente pela ação de uma prensa isostática (Figura 13) (BRISTOT, 2008; CANTO *et al.*, 2007).

O princípio de compactação deste método é a transmissão de pressão através da lei de Pascal onde a pressão aplicada em um fluido confinado é transmitida igualmente por todo o fluido em todas as direções. Esta é considerada a maior vantagem deste método, onde é possível uma prensagem homogênea do pó sob todas as direções na matriz elastomérica, o que permite a confecção de peças de geometria complexa. Outra vantagem a ser citada é a maior homogeneidade da densidade se comparada com a prensagem pelo método uniaxial, o que permite maior densificação da peça e conseqüentemente, melhores resultados microestruturais e mecânicos após o tratamento térmico de sinterização devido à menor presença de defeitos no interior da peça (CAMARGO, 1993).

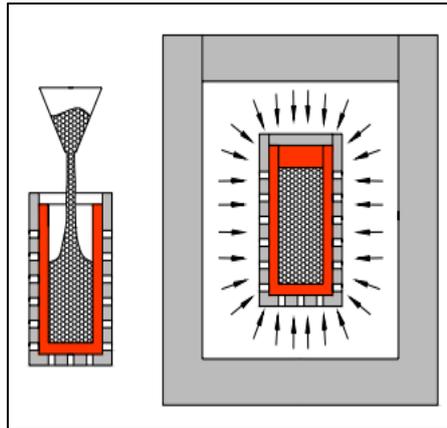


Figura 13 – Princípio de funcionamento da prensagem isostática  
 Fonte: Reed (1995)

#### 2.4.2.3 PRENSAGEM ISOSTÁTICA A QUENTE (HIP)

A prensagem isostática a quente, ou HIP (*Hot Isostatic Pressing*), é um método de prensagem diferenciado dos métodos convencionais. Neste, a amostra é prensada isostaticamente, e ao mesmo tempo em que é prensada, é sinterizada. A principal vantagem desta técnica é a melhor homogeneidade das peças produzidas devido à redução da porosidade, se comparada principalmente ao método de prensagem uniaxial. Conseqüentemente, ocorre uma melhoria na densificação do material, o que resulta em peças com resistência mecânica superior àquelas produzidas pelo método convencional de prensagem e sinterização (PADOVANI, 2011).

#### 2.4.3 SINTERIZAÇÃO

A sinterização é uma etapa posterior à prensagem, é definida como sendo um processo físico ativado sob a ação de temperaturas elevadas, porém abaixo do ponto de fusão do material utilizado como matriz. A peça adquire resistência mecânica através da difusão atômica entre as partículas do material que estão em contato. Pode ser realizada em atmosfera ambiente, inerte ou a vácuo. Durante a sinterização, a porosidade da peça diminui, através da eliminação dos vazios entre as partículas, o que resulta em um corpo rígido e parcialmente denso. As condições de temperatura, rampa de aquecimento e tempo devem ser controladas de acordo com as características de cada material, para que não ocorram defeitos como rupturas, trincas ou difusão incompleta entre as partículas (BRITO *et al.*, 2007).

Existem diversos tipos de fornos que promovem a sinterização da amostra, cada um variando a temperatura que podem atingir. Podem ser elétricos, a gás, por indução ou resistência. Um aspecto primordial é que estes devem trabalhar em atmosfera inerte ou a vácuo, para que não haja oxidação do material durante o processo (SOUSA, 2013).

O mecanismo de difusão durante a etapa de inicial sinterização acontece na forma de empescoamento entre as partículas que estão em contato (Figura 14), o que faz com que aumente a densificação do compacto após o término do processo. Quanto maior for o pescoço, maior foi a difusão que ocorreu entre as partículas (SMITH & HASHEMI, 2013; KUPCHAK *et al.*, 2005; TOFFOLI, 2013).

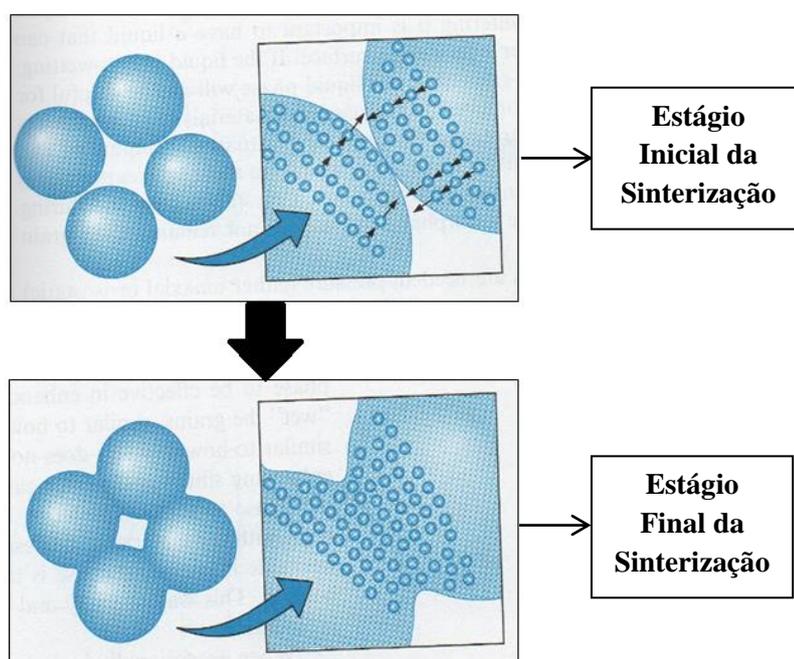


Figura 14 – Empescoamento entre partículas durante a etapa de sinterização  
Fonte: Adaptado de Askeland e Phulé (2006)

Nos estágios intermediário e final da sinterização, o mecanismo que prevalece é a difusão atômica. No estágio intermediário, os poros encontram-se interconectados e mais fechados do que na etapa inicial, e com geometria cilíndrica. Conforme o tempo e a temperatura decorrem, as partículas vão perdendo esta geometria e a densificação da matriz vai aumentando em decorrência da diminuição da porosidade. Na etapa final, a estrutura de poros encontra-se fechada, e cada poro ainda existente é independente do resto da matriz e possui geometria predominantemente esférica. Após a densificação total, deve-se cessar a aplicação de temperatura, para que não ocorra crescimento dos grãos e consequentemente, redução da resistência mecânica da peça (TOFFOLI, 2013).

## **2.5 MATERIAIS QUE AUMENTAM A EFICIÊNCIA DE MOAGEM E RESISTÊNCIA MECÂNICA DE PEÇAS SINTERIZADAS**

Materiais cerâmicos como óxidos e carbetos têm sido amplamente utilizados como adições e/ou substituições em materiais metálicos, com o intuito tanto de melhorar sua resistência mecânica, quanto aumentar a eficiência de moagem via metalurgia do pó (TORRES, 2009).

O acréscimo na eficiência de moagem pode ser explicado da seguinte maneira: A maioria dos aços possui partículas de característica dúctil, e os cerâmicos são extremamente duros. Quando misturados e submetidos a processos de moagem, com o impacto dos corpos moedores as partículas do material cerâmico se colidem com as partículas do material metálico. Esta colisão causa uma região de tensões generalizadas na partícula dúctil, levando esta à ruptura, através da combinação dúctil-frágil. Desta forma, é possível a confecção de pós de granulometria mais fina, se comparados a pós moídos puros, podendo muitas vezes obter pós com granulometria em escala nanométrica (CASTAGNET, 2008; TAKIMI, 2004).

Já o aumento na resistência mecânica pode ser explicado através do movimento das discordâncias. As partículas dos óxidos e carbetos são muito pequenas, e quando a discordância se depara com esta, necessita se dividir para que possa contorná-la, necessitando de maior energia para ultrapassar este obstáculo. Consequentemente, a dureza e resistência mecânica do material aumentam, por adquirirem maior dificuldade de se deformar plasticamente (LEANDRO, 2013).

Pode-se citar como materiais cerâmicos mais comuns utilizados para aumentar tanto a eficiência de moagem quanto a resistência mecânica os carbetos de titânio, nióbio, tungstênio, silício. Dentre os óxidos mais utilizados encontram-se os óxidos de silício e de alumínio (ou alumina) (TORRES & SCHAEFFER, 2008).

### **2.5.1 ENDURECIMENTO POR PRECIPITADOS**

De acordo com Padilha (2000) os precipitados, ou partículas que são inseridas na matriz de um determinado material, exercem grande influência na resistência mecânica, pois, atuam como obstáculos na movimentação das discordâncias. Estes precipitados

podem ou não ter relações de coerência com a matriz, e isto deve ser considerado. Existem 2 tipos de precipitados:

- **Coerente:** Ocorrem em poucos sistemas, nos quais as relações de coerência precipitado x matriz são cristalograficamente possíveis, pois existe continuidade entre os planos cristalinos da matriz e do precipitado. No momento em que as discordâncias estão se movimentando, elas conseguem cortar ou cisalhar o precipitado. Este mecanismo é chamado de endurecimento por precipitação coerente, e é considerado o tipo de precipitado mais eficiente no aumento de resistência mecânica de um material.
- **Incoerente:** É o tipo de precipitado mais comumente encontrado. A continuidade entre os planos cristalinos da matriz e do precipitado é considerada nula. Neste caso, as discordâncias contornam os precipitados no momento da sua movimentação. O endurecimento do material ocorre pelo mecanismo de *Orowan*, comumente chamado de endurecimento por dispersão de partículas incoerentes. As principais técnicas utilizadas na obtenção destes precipitados incoerentes em uma matriz metálica são a solidificação, a precipitação no estado sólido e a metalurgia do pó.

## 2.5.2 ALUMINA

O óxido de alumínio ou alumina ( $Al_2O_3$ ) apresenta diversas propriedades consideradas superiores à maioria dos materiais cerâmicos tradicionais. É utilizada normalmente em aplicações estruturais, uma vez que apresenta estabilidade em altas temperaturas, alta resistência ao desgaste e alto módulo de elasticidade. É amplamente usado na indústria petrolífera e eletrônica. Apresenta diferentes fases cristalinas, porém todas tendem a voltar para a fase alfa mais estável, de estrutura hexagonal (DORE & HUBNER, 1984; LACH *et al.*, 2011).

De acordo com Certec (2014) e Inácio (2010) a alumina é utilizada em vários campos de aplicação como na medicina, construção civil, indústria aeroespacial e metalúrgica. Isto ocorre devido as suas ótimas propriedades tais como:

- Ótima resistência ao desgaste, à corrosão e à altas temperaturas;
- Alto ponto de fusão, dureza, estabilidade e isolamento térmico;
- Quimicamente inerte.

Os valores das propriedades físicas, mecânicas e térmicas são apresentadas na Tabela 6.

Tabela 6 – Propriedades física, mecânica e térmica da alumina

<b>Propriedade</b>	<b>Valor</b>
Densidade	3,96 g/cm <sup>3</sup>
Dureza Knoop	1700 - 2200
Dureza Vickers	1365
Microdureza Vickers	2085
Dureza Mohs	9
Módulo de Elasticidade	370 GPa
Coefficiente de Poisson	0,22
Módulo de Cisalhamento	150 GPa
Ponto de Fusão	2054 °C
Condutividade Térmica	30 W/m-K

Fonte: Adaptado de MatWeb (2014)

Na indústria metalúrgica, a alumina é o óxido mais utilizado em aplicações estruturais avançadas, como reforço em matrizes metálicas de compósitos metal-cerâmica. Esta associação é capaz de criar materiais com propriedades mecânicas superiores aos seus respectivos puros, decorrente da combinação benéfica entre a ductilidade do metal e a alta resistência mecânica da cerâmica. O resultado final é um material com alta dureza, resistência a tração, resistência ao desgaste e módulo de elasticidade (VENCL *et al.*, 2010).

Existem várias técnicas para a fabricação destes compósitos, podendo-se citar anodização, fundição e metalurgia do pó, sendo esta última a mais utilizada na obtenção deste tipo de material devido à ótima uniformidade e homogeneidade entre as partículas do compósito, resistência mecânica superior, maior controle da microestrutura e menor temperatura utilizada no processo. Esta menor temperatura de processamento resulta não apenas em ganhos econômicos, mas também impede a formação de fases indesejadas entre a matriz e o reforço no material sinterizado. As etapas para a confecção de compósitos metal-cerâmica via metalurgia do pó incluem a mistura dos materiais (metálicos e cerâmicos), a prensagem e a sinterização (SAJJADI *et al.*, 2011; POURNADERI *et al.*, 2012 ).

## **2.6 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MAIS UTILIZADAS EM PRODUTOS PRODUZIDOS VIA METALURGIA DO PÓ**

Os ensaios de caracterização são de extrema importância para a avaliação da microestrutura e propriedades mecânicas tanto dos pós, quanto do material sinterizado via metalurgia do pó. As principais técnicas utilizadas em materiais fabricados via MP incluem análises microscópicas, químicas e mecânicas, o que determina a qualidade final da peça.

### **2.6.1 GRANULOMETRIA A LASER**

A técnica mais utilizada para análise de tamanho de partícula é a análise granulométrica a laser. Este ensaio mede as distribuições de tamanho das partículas por meio da variação angular da intensidade da luz, conforme um feixe de laser interage com as partículas dispersas da amostra. As partículas com granulometria maior dispersam a luz em pequenos ângulos em relação ao feixe de laser, já as menores em ângulos maiores. A intensidade da dispersão angular é utilizada para calcular o tamanho das partículas responsáveis por criar o padrão de dispersão, com base na teoria de difusão da luz de Mie. A granulometria das partículas é mostrada como o diâmetro de uma esfera de volume equivalente (MALVERN, 2014).

### **2.6.2 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ÓTICA**

Na técnica de microscopia ótica, é possível a determinação de várias propriedades do material, como análise e quantificação de fases, morfologia, porosidade, presença de inclusões e descarbonetação. Sua ampliação pode atingir até 2000 vezes, sendo que, para ampliações maiores, deve-se utilizar um microscópio eletrônico. Seu funcionamento é baseado na utilização de uma lente ocular e uma objetiva, sendo que cada uma destas produz um determinado grau de aumento. O grau de ampliação final em um microscópio composto é dado pelo produto entre a ampliação da lente ocular pela lente objetiva (MARCHI *et al.*, 2005).

### 2.6.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

O microscópio eletrônico de varredura ou MEV é um dos aparelhos mais utilizados para a análise das características microestruturais de materiais sólidos. Em seu funcionamento, este emite um feixe de elétrons de pequeno diâmetro que promove uma varredura na superfície da amostra, por linhas sucessivas. Um sinal é enviado para o detector a uma tela catódica, sincronizada com o feixe incidente. A imagem que se forma a partir do sinal captado na varredura pode apresentar diversas características, uma vez que a imagem é resultado da amplificação do sinal obtido pela interação do feixe de elétrons com o material constituinte da amostra. Existem diferentes tipos de sinais que podem ser emitidos pela amostra. Os modos mais utilizados para obtenção de imagem são os modos elétron secundário (SE), onde é possível avaliar características de topografia, o elétron retroespalhado (BSD) que mostra a diferença em composição química pelo peso atômico médio e o modo espectroscopia de energia dispersiva (EDS), que consegue determinar os elementos químicos constituintes da amostra (DEDAVID *et al.*, 2007).

### 2.6.4 MEDIDA DE DENSIDADE PELO MÉTODO DE ARQUIMEDES

O ensaio de Arquimedes é um método para a avaliação da medida da densidade em materiais sólidos. Consiste em determinar o valor da massa do fluido ( $m_1$ ) através do uso de uma balança. O corpo-de-prova (CP) submerso no fluido dentro do recipiente exerce no líquido e na balança uma força igual ao empuxo que o líquido provocou sobre o CP. Assim, a massa medida pela balança  $m_2$  é maior que a massa real do fluido  $m_1$ . O peso aparente é a força resultante do somatório vetorial entre a força peso do fluido e do empuxo do líquido sobre o corpo de prova. A densidade do CP é determinada pela Equação 1 (TOGINHO FILHO, 2010).

$$\mu = \frac{m}{\frac{(m_2 - m_1)}{\mu_1}} \quad (1)$$

Onde:

$\mu$ : densidade do corpo de prova;

$\mu_1$ : densidade do fluído;

m: massa do corpo de prova;

$m_1$ : massa do fluído;

$m_2$ : massa do fluído com o corpo de prova imerso neste.

## **2.6.5 AVALIAÇÃO DA DUREZA**

O ensaio de dureza tem como finalidade avaliar a resistência à penetração do material. O procedimento consiste em posicionar um corpo de prova no aparelho de medição, aplicando uma carga através de um penetrador que possui características conhecidas. O resultado do ensaio é dado através da leitura da deformação que o penetrador exerceu sobre a amostra. Existem vários métodos de medição de dureza, podendo-se citar o Brinell, o Rockwell e o Vickers (BERTOL, 2009).

## **2.6.6 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO**

A norma utilizada para a realização do ensaio de compressão em peças metálicas é a norma americana ASTM E09-09. Esta norma especifica que é desejável que o corpo de prova possua altura correspondente ao triplo do valor do diâmetro, porém, não define obrigatoriedade. O procedimento consiste em medir a amostra e inserir os dados de área no equipamento. Em seguida, posicionar a amostra na máquina de ensaio procedendo com a aplicação da carga compressiva, cessando-a assim que o material atingir a ruptura. Com os dados obtidos, calculam-se os parâmetros desejados, como o limite de ruptura e o módulo elástico (ASTM E09-09).

## **2.6.7 AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE**

O desgaste é definido como sendo a perda progressiva de massa da superfície de um material sólido. Pode ser severo ou brando, dependendo das condições de contato da superfície, dureza do material, temperatura de contato e pressão. A resistência ao desgaste é obtida através do ensaio de Tribômetro. Este equipamento simula condições severas de desgaste em peças através do princípio de pino sobre disco, seguindo a norma americana ASTM G99-95 (RADI *et al.*, 2006).

## CAPÍTULO 3

### MATERIAIS E MÉTODOS

As etapas seguidas no capítulo de materiais e métodos estão exemplificadas no fluxograma da Figura 15, e serão descritos nos tópicos posteriores.

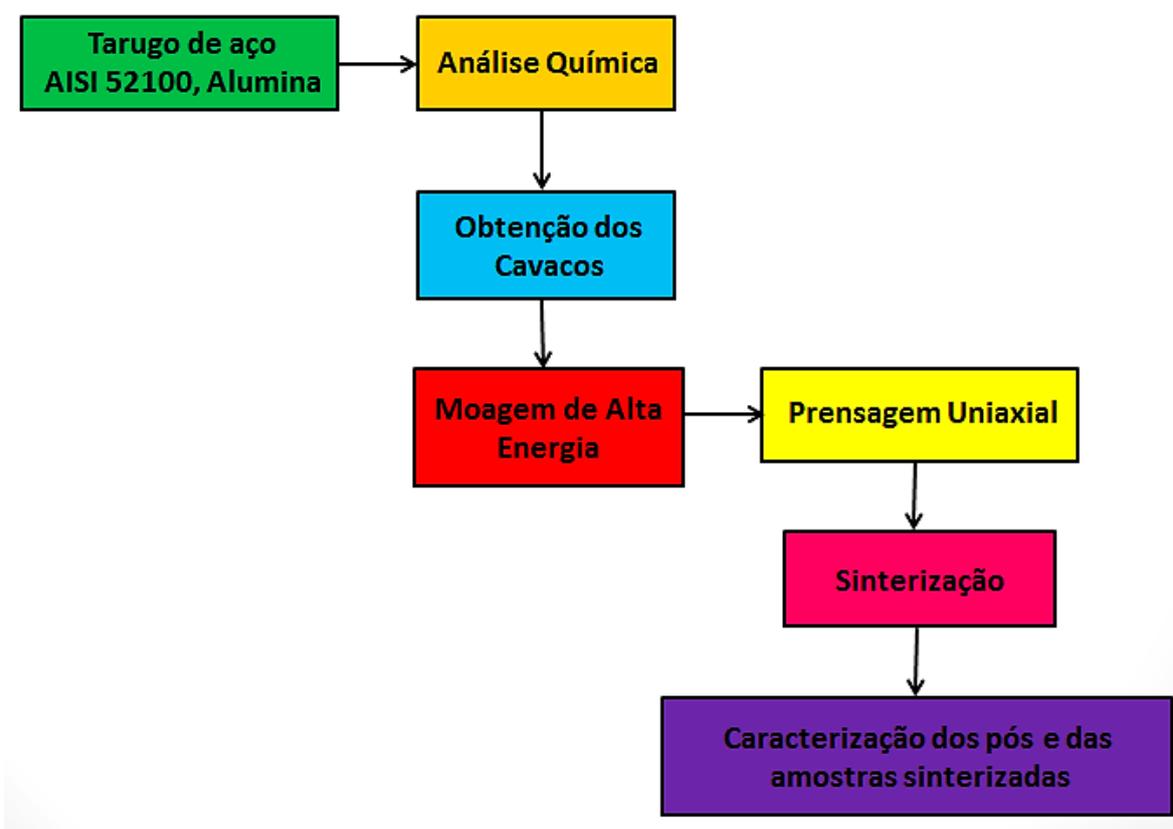


Figura 15 – Materiais e métodos: Fluxograma das etapas seguidas

#### 3.1 MATERIAIS

Neste trabalho foi utilizado o aço AISI 52100 inicialmente na forma de um tarugo com diâmetro de 50,8 mm e comprimento 200 mm proveniente de processo de laminação a quente, fornecido pela empresa RCS Usinagem, da cidade de Itajubá–MG

A Alumina utilizada foi a calcinada do tipo A – 2G (Figura 16), proveniente da empresa ALCOA localizada na cidade de Poços de Caldas – MG. As propriedades

técnicas da alumina encontram-se na Tabela 7. De acordo com ALCOA (2014) este material é produzido industrialmente pela calcinação do hidróxido de alumínio obtido a partir da purificação da bauxita no processo Bayer. Suas partículas constituem-se de aglomerados de cristais de alfa alumina, com baixa área superficial. Este processo confere a alumina calcinada A-2G elevada estabilidade química e térmica.

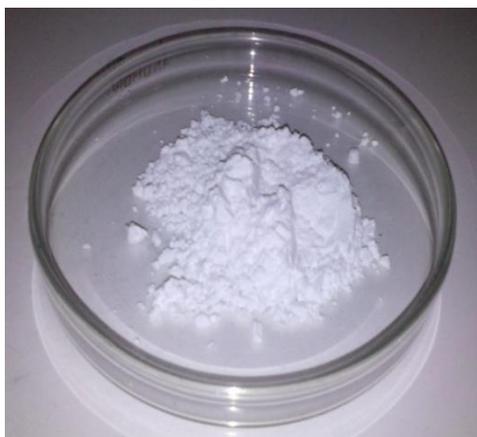


Figura 16 – Alumina calcinada A-2G

Tabela 7 – Propriedades da alumina de acordo com o fabricante

<b>Propriedades</b>	<b>Valores</b>
<b>Análise Química (%)</b>	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	99,1
SiO <sub>2</sub>	0,029
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,027
Na <sub>2</sub> O	0,55
Umidade (300 ° C)	0,16
Perda ao fogo (300 - 1000 ° C)	0,08
<b>Análise Física</b>	
Densidade solta (g/cm <sup>3</sup> )	0,7
Densidade compactada (g/cm <sup>3</sup> )	1,3
Área superficial (m <sup>2</sup> /g)	1,8
<b>Propriedades Cerâmicas</b>	
Densidade a verde (g/cm <sup>3</sup> )	2,43
Densidade pós-queima (g/cm <sup>3</sup> )	3,93
Retração pós-queima (%)	8,97

Fonte: Alcoa

## 3.2 MÉTODOS

### 3.2.1 AVALIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AÇO AISI 52100

Para a avaliação da composição química do aço AISI 52100, foi realizado o ensaio de espectroscopia de emissão ótica. O aparelho utilizado foi um espectrômetro da marca Spectro modelo Spectro Maxx pertencente à empresa IMBEL, como indicado na Figura 17.



Figura 17– Espectrômetro de emissão ótica da IMBEL  
Fonte: Barbosa (2014)

### 3.2.2 USINAGEM

O processo de usinagem do aço AISI 52100 foi realizado em um torno mecânico da UNIFEI com baixa rotação (45 RPM), para que não houvesse oxidação dos cavacos. Outro parâmetro importante utilizado na usinagem foi a ausência de óleo lubrificante, para evitar a contaminação. O avanço da ferramenta de corte para a obtenção do cavaco foi de 1 mm. As Figuras 18 e 19 mostram, respectivamente, o processo de usinagem sem a utilização do lubrificante e os cavacos obtidos.



Figura 18 – Processo de usinagem do aço AISI 52100



Figura 19 – Cavacos do aço AISI 52100

### 3.2.3 MOAGEM DE ALTA ENERGIA

O processo de moagem de alta energia foi realizado no aço AISI 52100 puro e com adições de 1, 3 e 5 % de alumina. Foram processadas 30 gramas de cavaco em cada jarro de moagem, pois esta é a massa máxima que cada jarro comporta de acordo com a densidade deste aço. A Tabela 8 mostra as composições utilizadas.

Tabela 8 – Composições usadas no processo de moagem de alta energia

Composições	Massa de aço AISI 52100 (g)	Massa de alumina (g)	Massa total (g)
Puro	30	0	30
1% de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	29,7	0,3	30
3% de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	29,1	0,9	30
5% de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	28,5	1,5	30

A moagem do cavaco do aço AISI 52100 foi em um moinho planetário de alta energia da marca Noah-Nuoya modelo NQM 0,2 L da UNIFEI, como indicado na Figura 20.



Figura 20 – Moinho planetário de alta energia

Os parâmetros utilizados no processo de moagem estão descritos na Tabela 9.

Tabela 9 – Parâmetros usados na moagem do cavaco do aço AISI 52100	
Parâmetro de moagem	Valor adotado
Velocidade de moagem	400 rpm
Relação massa/esfera	1:15
Tempos de moagem	5, 10, 15, 20, 25 e 30 horas
Tempo de parada	Paradas de 15 minutos/hora

Após a etapa de moagem, os pós foram inseridos em um becker com álcool etílico e submetidos ao processo de desaglomeração por ultrassom por 10 minutos. Após este tempo, os pós foram transferidos para placas de petri e colocados em uma estufa por 30 minutos até que secassem completamente. O objetivo deste procedimento foi desaglomerar as partículas que estavam unidas após o processo de moagem.

### 3.2.4 PRENSAGEM UNIAxIAL

Na a etapa de prensagem, foi utilizada uma prensa uniaxial da marca Schulz da UNIFEI (Figura 21).



Figura 21 – Prensa uniaxial

Após análise granulométrica dos pós, foi determinado que dentre todas as composições estudadas, aquela com 3% de adição de alumina e 30 horas de moagem apresentou maior fração volumétrica de partículas em escala submicrométrica, o que

confere maior densificação e resistência mecânica após sinterização. A partir deste resultado, foi possível prosseguir para o procedimento de prensagem,

Foram prensadas uniaxialmente 8 amostras de aço com 3% de alumina e 8 amostras de aço puro (para comparação entre os valores de propriedades mecânicas). As pastilhas foram fabricadas em formato cilíndrico, com massa de 5 gramas, 12 mm de diâmetro e 9 mm aproximadamente de comprimento. No procedimento de prensagem, foi utilizado ácido esteárico na matriz e nos punções para lubrificá-los e evitar que as amostras aderissem durante a prensagem.

Durante a prensagem, utilizou-se 3% em peso de estearato de zinco (0,15 g). O estearato de zinco foi utilizado por ser um ACP que auxilia na prensagem evitando a delaminação. Durante a execução do ensaio, foi aplicada uma carga correspondente a 2 tf, que foi mantida por 30 segundos. Este processo foi realizado 3 vezes a fim de compactar o pó de forma mais eficiente, através da redução da porosidade pela acomodação das partículas do material. Em seguida, as amostras foram retiradas da matriz, onde foram realizadas medidas da densidade a verde.

### 3.2.5 MEDIDAS DE DENSIDADE À VERDE

A densidade à verde foi determinada pela relação entre a massa dos corpos de prova e o seu volume (Equação 2). A massa das amostras foram medidas em uma balança Shimadzu modelo AUY220 com precisão de 4 casas decimais, pertencente a UNIFEI. As medidas dimensionais foram realizadas por intermédio de um paquímetro.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2)$$

Onde:

m = Massa da amostra (g)

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

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

### 3.2.6 SINTERIZAÇÃO

A etapa de sinterização foi realizada sob atmosfera inerte (argônio) em um forno da marca Fortelab da UNIFEI (Figura 22).



Figura 22 – Forno de sinterização

As amostras foram inseridas na câmara do forno sobre uma placa de alumina. A taxa de aquecimento foi de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até atingir  $400^{\circ}\text{C}$ , mantendo esta taxa por 30 minutos, com a finalidade de eliminar todo o estearato de zinco da amostra. O aquecimento foi realizado lentamente para evitar que o estearato volatilizasse muito rapidamente do interior da amostra, o que resultaria em sua ruptura. Decorridos 30 minutos nesta temperatura, a taxa de aquecimento foi alterada para  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até que atingisse  $1200^{\circ}\text{C}$ , onde permaneceu por mais 30 minutos, para que ocorresse a difusão entre as partículas em contato. Após o término do tratamento térmico, as amostras foram resfriadas dentro do forno.

### 3.2.7 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS PRECURSORES E DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS

#### 3.2.7.1 ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Para a determinação da distribuição granulométrica dos pós produzidos, foi realizado o ensaio de análise de tamanho de partículas no equipamento Malvern modelo

Mastersizer 2000 da UNIFEI (Figura 23). As medidas foram realizadas com as amostras diluídas em água destilada.



Figura 23 – Analisador de tamanho de partículas

### 3.2.7.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para o ensaio de microscopia eletrônica de varredura foi utilizado um microscópio da marca Carl Zeiss modelo EVO MA15 da UNIFEI (Figura 24).



Figura 24 – Microscópio eletrônico de varredura

A análise de microscopia eletrônica de varredura do aço AISI 52100 foi realizada em diferentes modos no MEV. No modo elétron secundário (SE), foi possível analisar a morfologia e o tamanho das partículas dos pós obtidos em diferentes tempos de moagem e composições. Nas amostras sinterizadas, foi realizada uma análise da porosidade das amostras. No modo espectroscopia de energia dispersiva (EDS), foi

possível confirmar os elementos químicos constituintes do aço AISI 52100 puro e localizar a alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) na superfície dos pós e na matriz do aço após a sinterização, juntamente com modo elétron retroespalhado (BSD), que identificou a alumina na matriz através de seu peso atômico.

### 3.2.7.3 MEDIDAS DE DENSIDADE DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS

A densidade das amostras sinterizadas foi determinada pelo método de Arquimedes utilizando uma balança Shimadzu modelo AUY220 da UNIFEI (Figura 25).



Figura 25 – Balança com kit de densidade

Para a determinação da densidade, a amostra foi pesada na bandeja interna da balança, sendo em seguida mergulhada em água destilada no interior do cesto de pesagem. No momento em que a amostra não absorveu mais água, foi possível obter o resultado de densidade após a sinterização.

### 3.2.7.4 MICROSCOPIA ÓTICA

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 pertencente a UNIFEI (Figura 26).

Para a avaliação da porosidade nas amostras sinterizadas, foram realizadas análises em 10 campos distintos, utilizando o software computacional Stream Basics. Para a revelação da microestrutura, foi utilizado ataque químico com o reagente nital 4% e um tempo de ataque de 2 segundos.



Figura 26 – Microscópio óptico metalúrgico

### **3.2.7.5 MEDIDAS DE DUREZA**

As medidas de dureza foram realizadas no laboratório de caracterização de materiais da empresa Mahle Metal Leve, localizada na cidade de Itajubá – MG. Com este procedimento, foi possível determinar a dureza das amostras de aço AISI 52100 puro e com alumina, e também foi verificada a dureza do aço como recebido. O equipamento utilizado foi um durômetro da marca Emco modelo M4R 075 (Figura 27). Para a realização do ensaio nas amostras sinterizadas, foi utilizada uma carga de 15,6 kg e um indentador esférico de aço com diâmetro de 2,5 mm. Na amostra fundida, foi utilizada uma carga de 150 kg e um indentador esférico de aço com diâmetro de 1/16”.



Figura 27 – Durômetro

Foram efetuadas 3 medidas de dureza em campos diferentes de cada amostra (do aço como recebido, puro e com 3% de alumina) para que fosse possível determinar a média dos resultados. A dureza das amostras sinterizadas foi determinada na escala Brinell (HB) e do aço fundido na escala Rockwell B (HRB), sendo ambos convertidos para a escala Vickers (HV). Foram utilizadas diferentes escalas, devido a limitação de carga que cada uma apresentava. A escala Vickers foi utilizada para padronização dos valores.

### 3.2.7.6 MÓDULO DE ELASTICIDADE

O ensaio para a determinação do módulo de elasticidade foi realizado em uma máquina universal de ensaio da marca EMIC modelo DL da UNIFEI (Figura 28).



Figura 28 – Máquina universal de ensaio EMIC

As curvas  $\sigma \times \varepsilon$  das amostras de aço AISI 52100 sinterizado com e sem adição de 3% de alumina foram traçadas através dos valores de tensão e deformação obtidos no ensaio de resistência a compressão. O módulo de elasticidade de cada amostra foi determinado com auxílio da Equação 3. Foram ensaiadas 4 amostras de aço AISI 52100 puro e 4 amostras de aço AISI 52100 com alumina, determinando uma média entre os resultados. O ensaio procedeu de acordo com a norma americana ASTM E09 – 09 (Método de teste padrão para ensaio de compressão de materiais metálicos à temperatura ambiente).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (3)$$

Onde:

E = Módulo de elasticidade (GPa);

$\sigma$  = Tensão (MPa);

$\varepsilon$  = Deformação (mm/mm).

### 3.2.7.7 RESISTÊNCIA AO DESGASTE

O ensaio de resistência ao desgaste foi realizado no laboratório de Tribologia da Universidade Federal do Pampa (UNIPAMPA) campus Alegrete – RS. O equipamento utilizado foi um tribômetro da marca Phoenix Tribology modelo SA 800 (Figura 29). O principal objetivo deste ensaio foi determinar se a inserção de alumina na matriz do aço resultou em aumento na resistência ao desgaste.



Figura 29 – Equipamento de resistência ao desgaste

O procedimento consistiu em pesar cada uma das amostras em uma balança analítica de precisão de 4 casas decimais da marca Shimadzu modelo AUY 220 da UNIPAMPA. Em seguida, as amostras foram colocadas no equipamento para a realização do ensaio. Os parâmetros para a realização dos testes foram: Carga de 2 kg, rotação de 50 rpm com velocidade de 9 m/s e um total de 100 ciclos. O disco de desgaste com uma lixa acoplada (de grana 100) girava em torno da amostra, realizando o desgaste através da perda de massa (Figura 30).

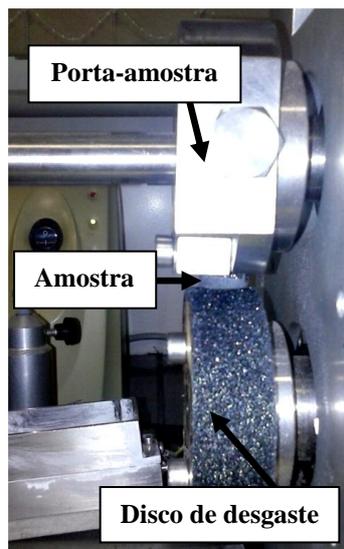


Figura 30 – Mecanismo de desgaste das amostras

Cessados os 100 ciclos, a amostra foi retirada do equipamento e pesada novamente. A determinação da porcentagem de perda de massa, ou resistência ao desgaste, definida através da Equação 4.

$$P = \frac{m_0 - m}{m_0} \cdot 100 \quad (4)$$

Onde:

P = Porcentagem de perda de massa (%)

$m_0$  = Massa inicial (g)

m = Massa final (g)

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 4.1 ANÁLISE QUÍMICA DO AÇO AISI 52100

A análise química do aço AISI 52100 laminado a quente foi realizada em uma amostra de diâmetro de 2 polegadas e espessura de 1 mm (Figura 31).

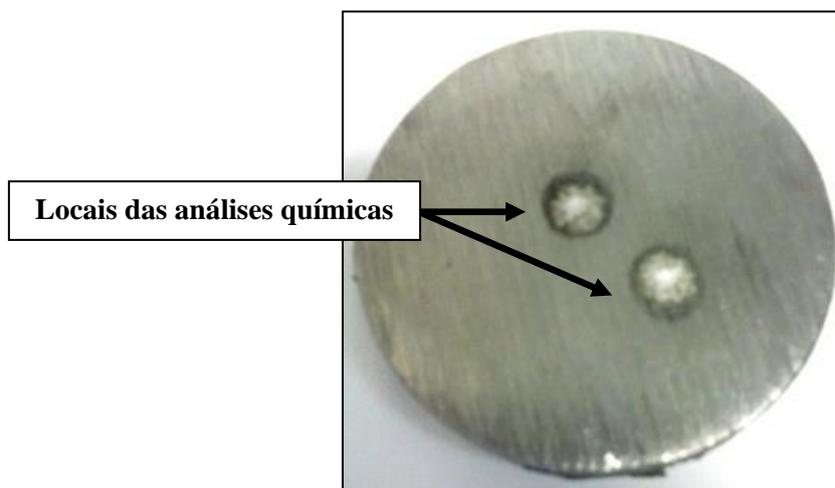


Figura 31 – Amostra utilizada na análise química do aço AISI 52100

Os resultados da análise química estão indicados na Tabela 10. Foi observado que, os resultados obtidos estão de acordo com aqueles especificados na norma americana ASTM A295 (1994) que determina a porcentagem dos elementos químicos que constituem o aço AISI 52100.

Tabela 10 – Composição química do aço AISI 52100

Elemento	C	Cr	Mn	Si	Cu	Ni	Mo	P	S
Concentração (%)	1,01	1,44	0,299	0,21	0,023	0,027	0,002	0,0051	0,0039

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

### 4.2.1 ANÁLISE DO TAMANHO DAS PARTÍCULAS

Após a etapa de moagem de alta energia, os pós do aço AISI 52100 foram submetidas ao ensaio de análise de tamanho de partículas com a finalidade de determinar sua distribuição granulométrica. Com base na Tabela 11, verifica-se que a composição com 3% de alumina apresentou o maior volume de partículas com menor granulometria, para quase todos os tempos de moagem. A Figura 32 ilustra de forma simplificada os valores médios das partículas de maior fração volumétrica, encontrados para cada uma das composições em função do tempo de moagem.

Tabela 11 – Tamanho de partículas x volume de partícula

<b>Tamanho de partícula x Volume de partícula</b>				
<b>Tempo de moagem</b>	<b>Puro</b>	<b>1% de Alumina</b>	<b>3% de Alumina</b>	<b>5% de Alumina</b>
5 horas	<b>749,3 µm - 73,3 %</b>	<b>52,57 µm - 74,4 %</b>	<b>69,87 µm - 45 %</b>	<b>57,54 µm - 75,3 %</b>
	228 µm - 22,9 %	10,99 µm - 25,6 %	35,79 µm - 22,1 %	27,78 µm - 22,9 %
	84,02 µm - 3,8 %	-	11,54 µm - 32,9 %	11,55 µm - 1,8 %
10 horas	696,7 µm - 2,7 %	<b>38,3 µm - 69,7 %</b>	63,21 µm - 23,5 %	<b>42,99 µm - 78,2 %</b>
	<b>56,37 µm - 94,7 %</b>	11,15 µm - 28,9 %	34,99 µm - 17,7 %	13,63 µm - 21,8 %
	12,66 µm - 2,6 %	1,757 µm - 1,4 %	<b>10,53 µm - 58,8 %</b>	-
15 horas	<b>46,51 µm - 87,2 %</b>	<b>41,9 µm - 48,9 %</b>	47,1 µm - 28,9 %	<b>41,21 µm - 57,1 %</b>
	11,15 µm - 12,8 %	10,87 µm - 47,9 %	<b>9,57 µm - 71,1 %</b>	12,79 µm - 42,9 %
	-	2,88 µm - 3,2 %	-	-
20 horas	<b>39,38 µm - 58,2 %</b>	56,1 µm - 22,4 %	66,84 µm - 33,1 %	39,85 µm - 44,7 %
	10,84 µm - 40,5 %	<b>11,4 µm - 56,9 %</b>	<b>10 µm - 40,2 %</b>	<b>11,08 µm - 49,9 %</b>
	3,58 µm - 1,3 %	4,22 µm - 20,7 %	3,77 µm - 26,7 %	6,02 µm - 5,4 %
25 horas	47,38 µm - 42,3 %	<b>105,3 µm - 40,7 %</b>	59,02 µm - 23,2 %	42,79 µm - 26,3 %
	<b>10,59 µm - 52,6 %</b>	10,86 µm - 39,1 %	<b>9,56 µm - 38,8 %</b>	<b>11,08 µm - 54,8 %</b>
	3,27 µm - 5,1 %	3,97 µm - 20,2 %	3,21 µm - 38,2 %	3,88 µm - 18,9 %
30 horas	39,86 µm - 10,4 %	83,42 µm - 10,4 %	46,18 µm - 14,1 %	39,9 µm - 17,5 %
	<b>10,26 µm - 69,7 %</b>	<b>10,04 µm - 41,5 %</b>	<b>10,04 µm - 41,5 %</b>	<b>10,23 µm - 57,6 %</b>
	3,02 µm - 19,9 %	3,58 µm - 27,7 %	3,18 µm - 44,4 %	3,57 µm - 24,6 %

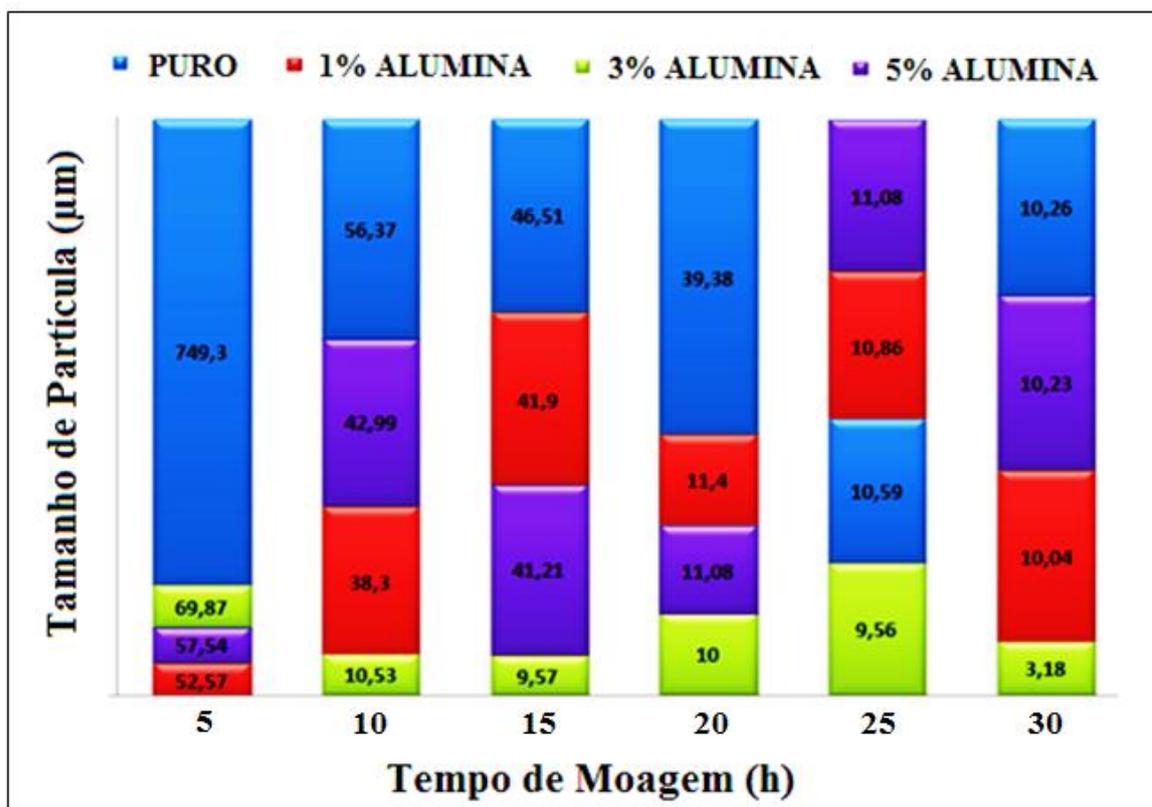


Figura 32 – Gráfico dos valores médios das partículas de maior fração volumétrica para cada uma das composições e tempos de moagem

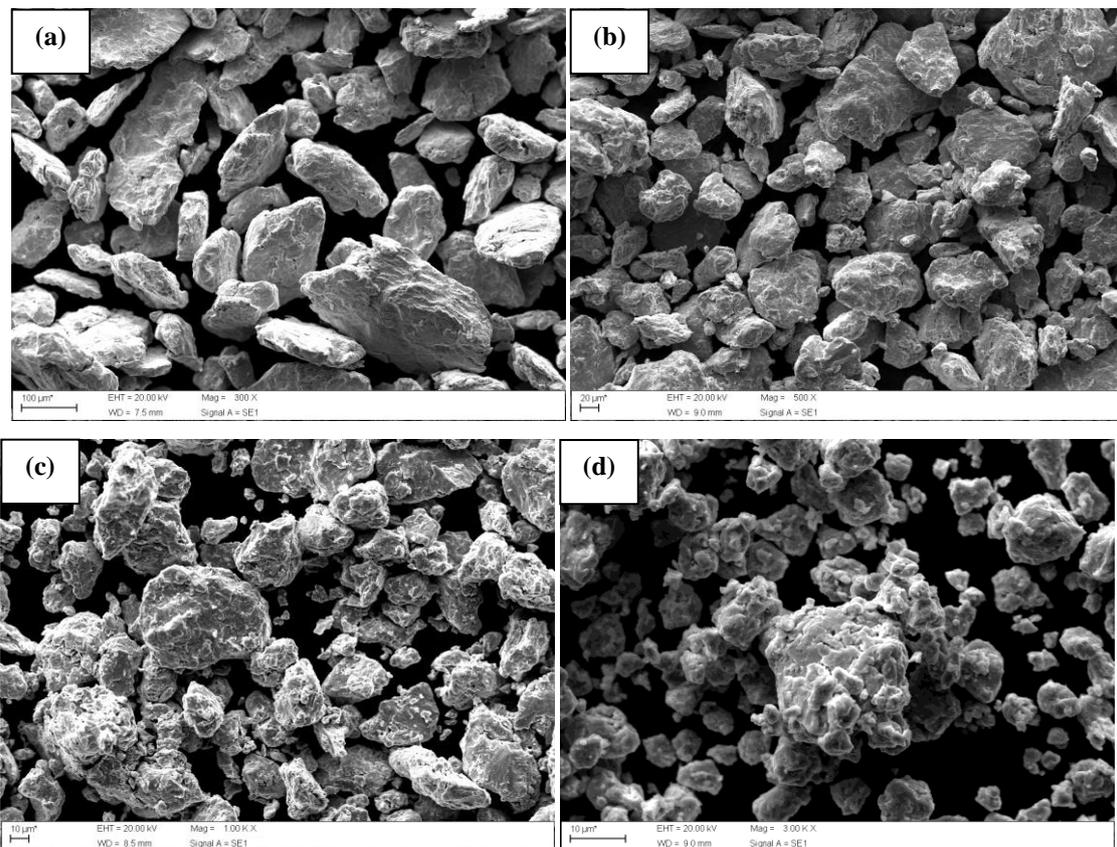
Os resultados comprovam que a adição de alumina aumenta a eficiência de moagem do aço AISI 52100, pois no aço moído puro, só foi possível a obtenção de partículas com granulometria  $\leq 10 \mu\text{m}$  com 25 horas de moagem, enquanto nos aços moídos com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , este valor foi alcançado a partir de 10 horas de moagem.

#### 4.2.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As análises de microscopia eletrônica de varredura dos pós do aço AISI 52100 puro e com 1, 3 e 5% de alumina no modo elétron secundário (SE) foi utilizado para a avaliação da morfologia e tamanho médio das partículas nos tempos de 5, 10, 15, 20, 25 e 30 horas de moagem. Observou-se que os resultados obtidos estão de acordo com aqueles obtidos com os ensaios de tamanho de partículas.

#### 4.2.2.1 AÇO AISI 52100 PURO

As análises de microscopia eletrônica de varredura mostraram que, com 5 horas de moagem, foi possível observar que as partículas adquiriram morfologia acicular e tamanho variando de 50 a 200  $\mu\text{m}$  (Figura 33a). Aumentando o tempo de moagem para 10 horas, observa-se que as partículas sofreram modificação na sua morfologia, de acicular para irregular, com um tamanho médio variando em uma faixa de 40 a 150  $\mu\text{m}$  (Figura 33b). Com 15, 20, 25 e 30 horas de moagem, a morfologia das partículas manteve-se irregular, porém, sua granulometria reduziu gradativamente. Com 15 horas de moagem, o tamanho das partículas variou entre 10 e 70  $\mu\text{m}$  (Figura 33c), com 20 horas variou de 5 a 20  $\mu\text{m}$  (Figura 33d), com 25 horas variou de 3 a 8  $\mu\text{m}$  (Figura 33e) e com 30 horas de moagem, o tamanho das partículas estavam localizadas em uma faixa entre 1 e 6  $\mu\text{m}$  (Figura 33f). Foi possível observar que, a partir de 20 horas de moagem, ocorreu a formação de aglomerados, devido à maior fração volumétrica de partículas submicrométricas.



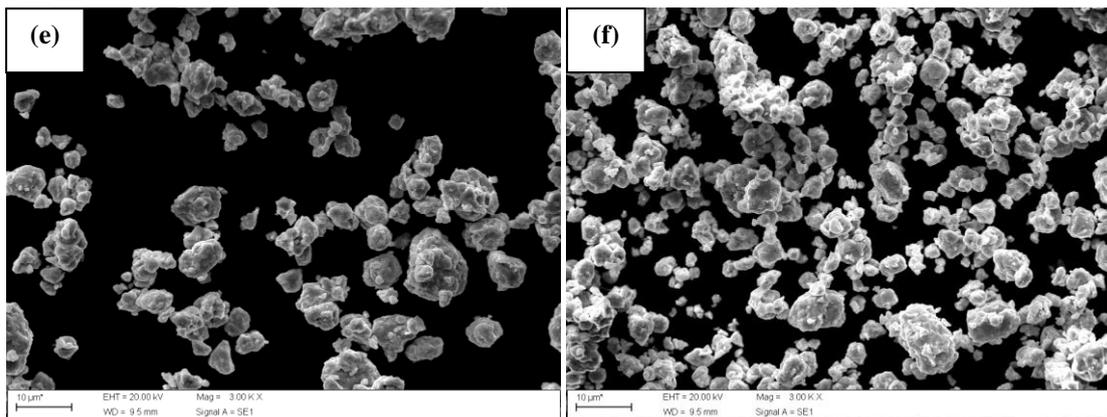


Figura 33 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 puro após (a) 5 horas de moagem (b) 10 horas de moagem (c) 15 horas de moagem (d) 20 horas de moagem (e) 25 horas de moagem (f) 30 horas de moagem

#### 4.2.2.2 AÇO AISI 52100 COM 1% DE ALUMINA

Os resultados mostraram que com 5 horas de moagem, as partículas do aço moído com 1% de alumina apresentavam morfologia de flocos (Figura 34a), diferentemente do aço moído puro, que apresentava morfologia acicular. O tamanho das partículas com este tempo de moagem ficou localizada na faixa de 90 a 400  $\mu\text{m}$ . Aumentando o tempo de moagem para 10 horas, as partículas modificaram sua morfologia de flocos para irregular (Figura 34b), apresentando um tamanho médio entre 10 e 70  $\mu\text{m}$ . Com tempos de moagem de 15, 20, 25 e 30 horas, a morfologia das partículas manteve-se irregular, porém, com uma granulometria gradativamente reduzida. Com 15 horas, as partículas apresentavam tamanho variando entre 5 e 70  $\mu\text{m}$  (Figura 34c), com 20 horas entre 1,6 e 25  $\mu\text{m}$  (Figura 34d), com 25 horas entre 1,3 e 32  $\mu\text{m}$  (Figura 34e), e por fim, com 30 horas, entre 0,8 e 13  $\mu\text{m}$  (Figura 34f).

Desta forma, observou-se que a adição de 1% de alumina melhorou a eficiência de moagem do aço AISI 52100, pois quando se compara com os mesmos tempos de moagem do aço moído puro, foi possível verificar que o aço com 1% de alumina apresentou maiores reduções granulométricas. Salienta-se também que, no aço moído por 30 horas com 1% de alumina, observam-se partículas com tamanho abaixo de 1  $\mu\text{m}$ , o que não obteve-se no aço puro. Para todos os tempos de moagem, o tamanho das partículas do aço puro estão maiores do que o aço com 1% de alumina, o que constata sua eficiência no processo de MAE. Foi possível verificar também que com 15 horas de

moagem, iniciou-se a formação de aglomerados devido à significativa redução do tamanho das partículas.

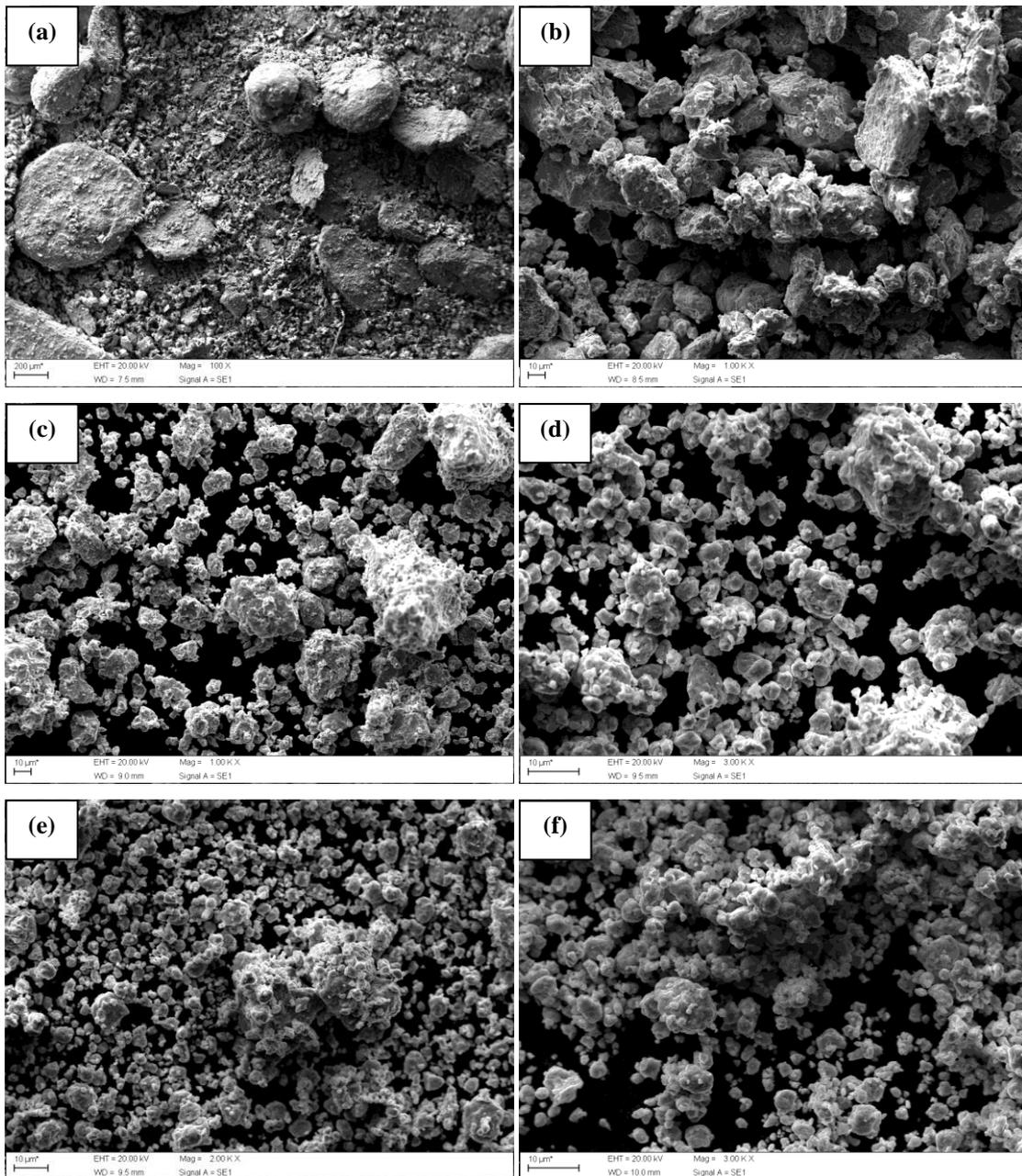
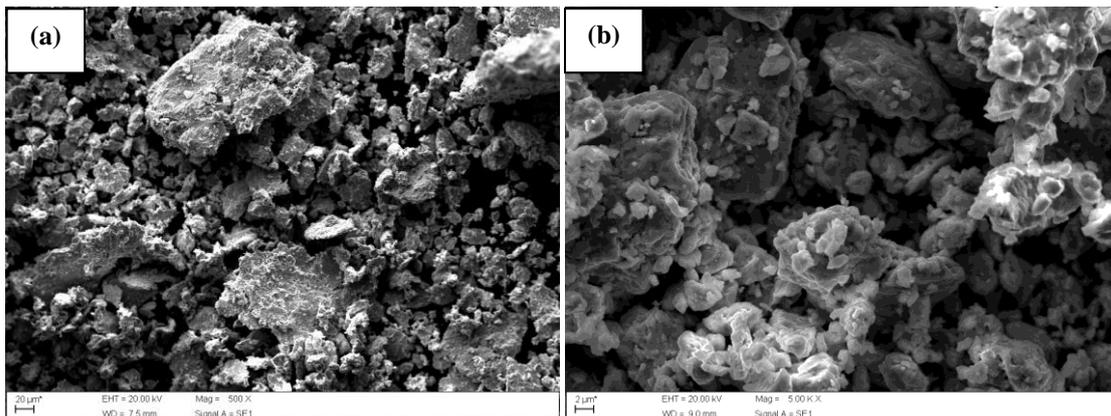


Figura 34 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 com 1% de alumina após (a) 5 horas de moagem (b) 10 horas de moagem (c) 15 horas de moagem (d) 20 horas de moagem (e) 25 horas de moagem (f) 30 horas de moagem

#### 4.2.2.3 AÇO AISI 52100 COM 3% DE ALUMINA

Aumentando-se a porcentagem de alumina de 1% para 3%, observou-se que com 5 horas de moagem as partículas continuavam apresentando morfologia de flocos, e o tamanho das partículas apresentou valores na faixa de 10 a 175  $\mu\text{m}$  (Figura 35a). Com 10 horas de moagem, a morfologia foi alterada para irregular, e o tamanho das partículas apresentou tamanho entre 1,5 e 18  $\mu\text{m}$  (Figura 35b). Nos tempos de moagem de 15, 20, 25 e 30 horas, a morfologia das partículas era predominantemente irregular, com tamanhos variando entre 1,3 e 47  $\mu\text{m}$  para 15 horas (Figura 35c), 0,9 e 10  $\mu\text{m}$  para 20 horas (Figura 35d), 0,6 e 13  $\mu\text{m}$  para 25 horas (Figura 35e), e de 0,5 e 11  $\mu\text{m}$  para 30 horas de moagem (Figura 35f).

Avaliando-se o tamanho das partículas, foi possível observar o aumento da eficiência de moagem com o aumento da porcentagem de alumina de 1% para 3%, visto que para todos os tempos de moagem, as partículas encontravam-se com granulometria menor do que aquelas encontradas no aço com adição de 1% de alumina. Observou-se também que a formação de aglomerados iniciou-se a partir de 10 horas de moagem, diferentemente do aço moído com 1% de alumina, que iniciou a formação de aglomerados apenas com 15 horas, devido à diminuição do tamanho das partículas em menores tempos de moagem.



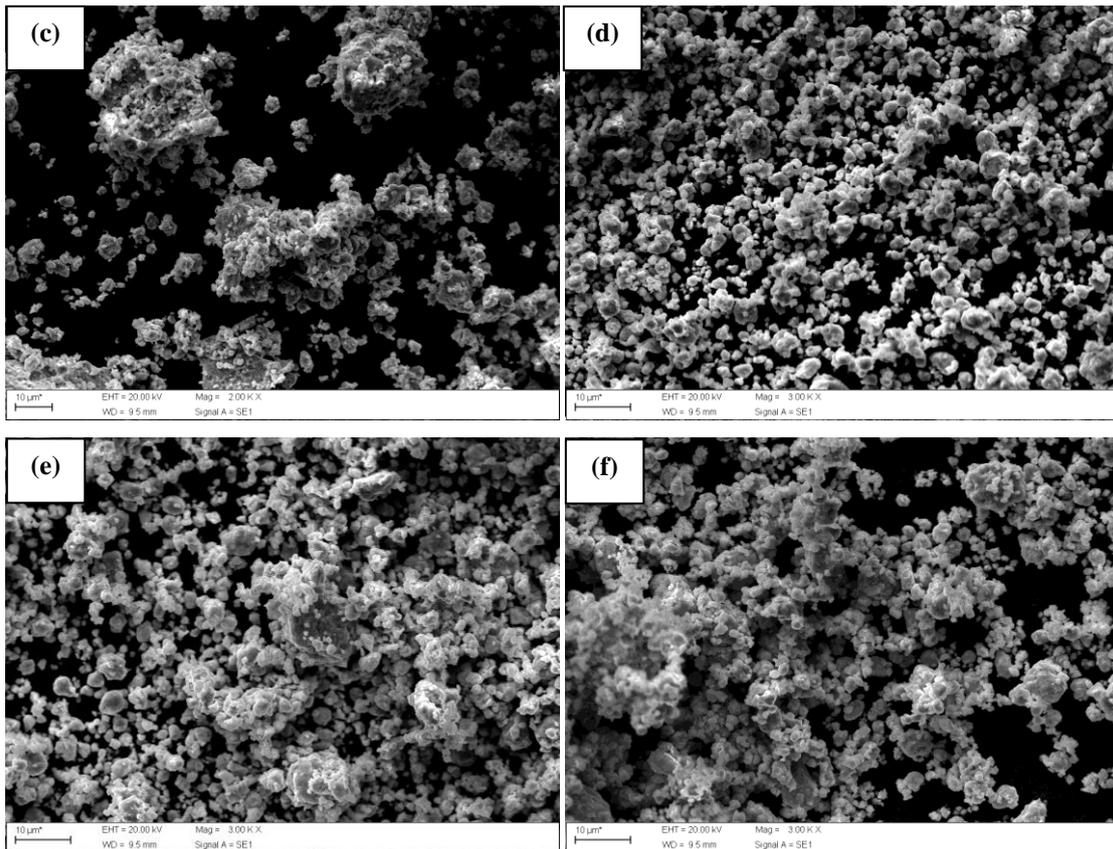


Figura 35 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 com 3% de alumina após (a) 5 horas de moagem (b) 10 horas de moagem (c) 15 horas de moagem (d) 20 horas de moagem (e) 25 horas de moagem (f) 30 horas de moagem

#### 4.2.2.4 AÇO AISI 52100 COM 5% DE ALUMINA

Os resultados mostraram que com 5 horas de moagem, as partículas do pó apresentavam morfologia de flocos, e tamanho de partículas entre 16 e 220  $\mu\text{m}$  (Figura 36a). Com 10 horas de moagem, as partículas apresentavam morfologia irregular, com granulometria variando de 5 a 60  $\mu\text{m}$  (Figura 36b). Nos tempos de moagem de 15, 20, 25 e 30 horas, a morfologia das partículas manteve-se irregular, porém seu tamanho diminuiu gradativamente. Com 15 horas, o tamanho das partículas variaram de 5 a 40  $\mu\text{m}$  (Figura 36c), com 20 horas entre 1,5 e 25  $\mu\text{m}$  (Figura 36d), com 25 horas entre 1,3 e 9  $\mu\text{m}$  (Figura 36e), e com 30 horas, entre 0,7 e 8  $\mu\text{m}$  (Figura 36f).

Foi observado que, o aumento da porcentagem de alumina de 3% para 5% reduziu a eficiência da moagem. Entretanto, foi mais eficiente quando comparada à moagem do aço puro e com 1% de alumina. Em comparação com a moagem utilizando 3% de alumina, observou-se que para os mesmos tempos de moagem obtiveram-se

partículas com maior granulometria. Observou-se também que a formação de aglomerados iniciou-se com 15 horas de moagem, diferentemente do aço com 3% de alumina que iniciou a formação de aglomerados com 10 horas de moagem.

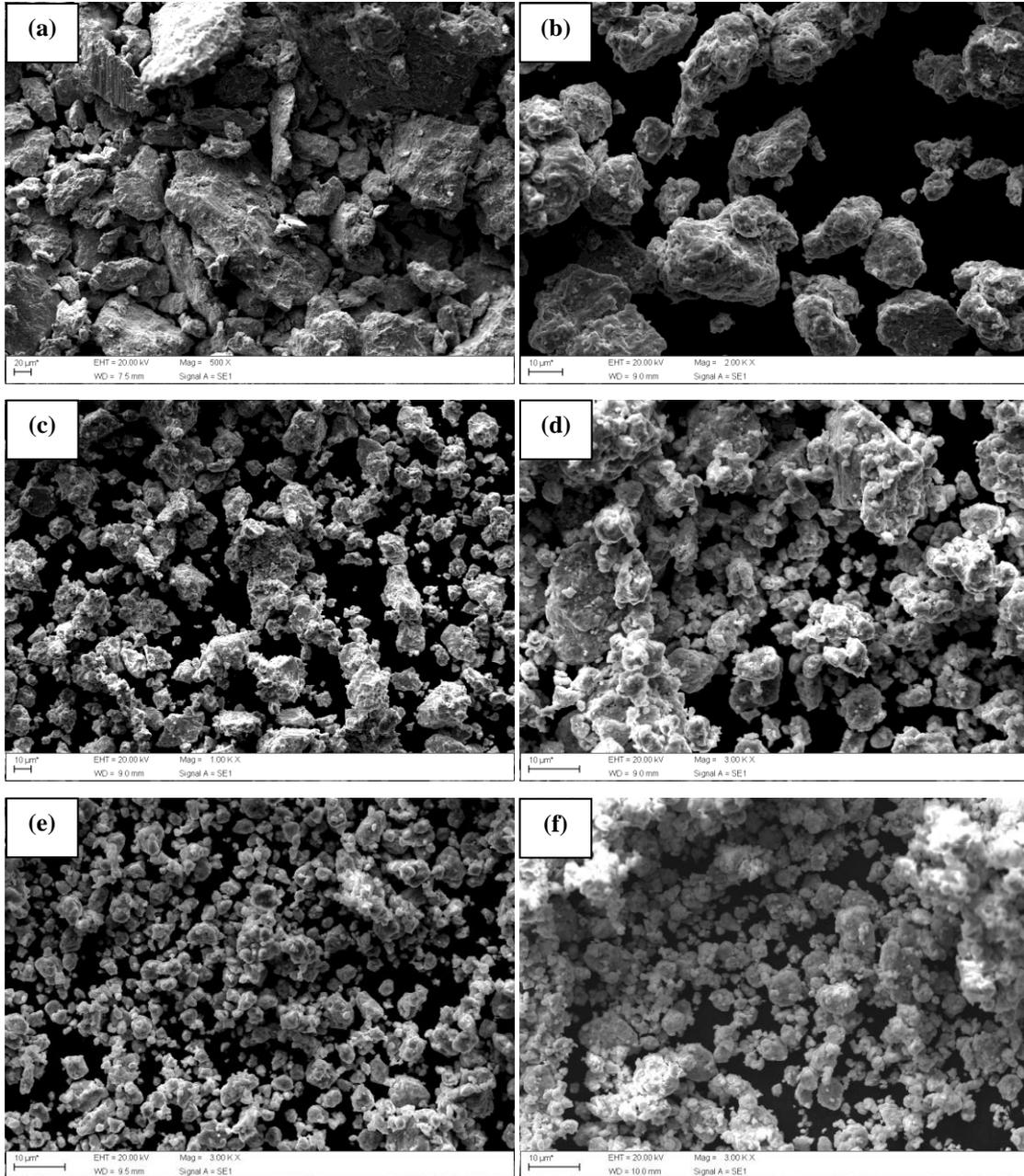


Figura 36 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 com 5% de alumina após (a) 5 horas de moagem (b) 10 horas de moagem (c) 15 horas de moagem (d) 20 horas de moagem (e) 25 horas de moagem (f) 30 horas de moagem

Após a análise dos processos de moagem utilizando ou não a alumina, foi possível constatar que todas as porcentagens de adição de alumina aumentou a eficiência de moagem se comparadas à moagem do aço puro, em decorrência do

mecanismo de indução de tensões que a partícula frágil da alumina gera sobre a partícula dúctil do aço, o que facilita a ruptura. Com relação a estas porcentagens, a que demonstrou ser mais eficiente dentre todas foi a de 3% de alumina, pois ela proporcionou maiores reduções granulométricas, não apenas em menores tempos de moagem, mas para todos os tempos de moagem, se comparadas ao aço puro, com 1% e 5% de adição de alumina, pois dentre todas as composições, esta foi a que apresentou maior volume de partículas localizadas em escala submicrométrica.

A principal observação quanto à morfologia foi de que, as partículas do aço AISI 52100 tendem a assumir geometria irregular com tempos de moagem a partir de 10 horas, tanto no aço moído puro, quanto com adições de alumina. Com 5 horas de moagem, é predominante a morfologia acicular no aço puro, e nas composições com alumina, morfologia de flocos.

Após a análise dos tamanhos de partículas e morfologia dos pós, optou-se por produzir amostras apenas com a melhor condição de moagem, ou seja, o pó moído com 30 horas e adição de 3% de alumina, pois foi a condição que apresentou partículas de menor granulometria o que acarretará em maior densificação e resistência mecânica após a sinterização.

#### **4.2.2.5 LOCALIZAÇÃO DA ALUMINA NAS PARTÍCULAS DO AÇO AISI 52100 APÓS A ETAPA DE MOAGEM**

A análise do aço AISI 52100 com 3% de alumina no modo espectroscopia de energia dispersiva (EDS) determinou os elementos químicos constituintes desta composição através de mapeamento. Nas Figuras 37a e 37b, observam-se pontos de colorações diferentes, sendo cada um destes pontos correspondente a um elemento químico. Na Figura 37a (moagem sem adição de alumina) observa-se apenas a presença dos elementos químicos constituintes do aço. Na Figura 37b (moagem com adição de alumina), além dos elementos químicos do aço, é possível notar pontos de tonalidade vermelha correspondentes ao elemento químico alumínio, que indica a presença da alumina na superfície das partículas do pó. Estas partículas de tonalidade vermelha estão em destaque na Figura 37c. Observa-se a boa homogeneidade na dispersão das partículas de alumina. A presença da alumina também é indicada no gráfico da Figura 38, onde são apresentados os elementos químicos que formam a composição do aço e o elemento alumínio presente na composição da alumina.

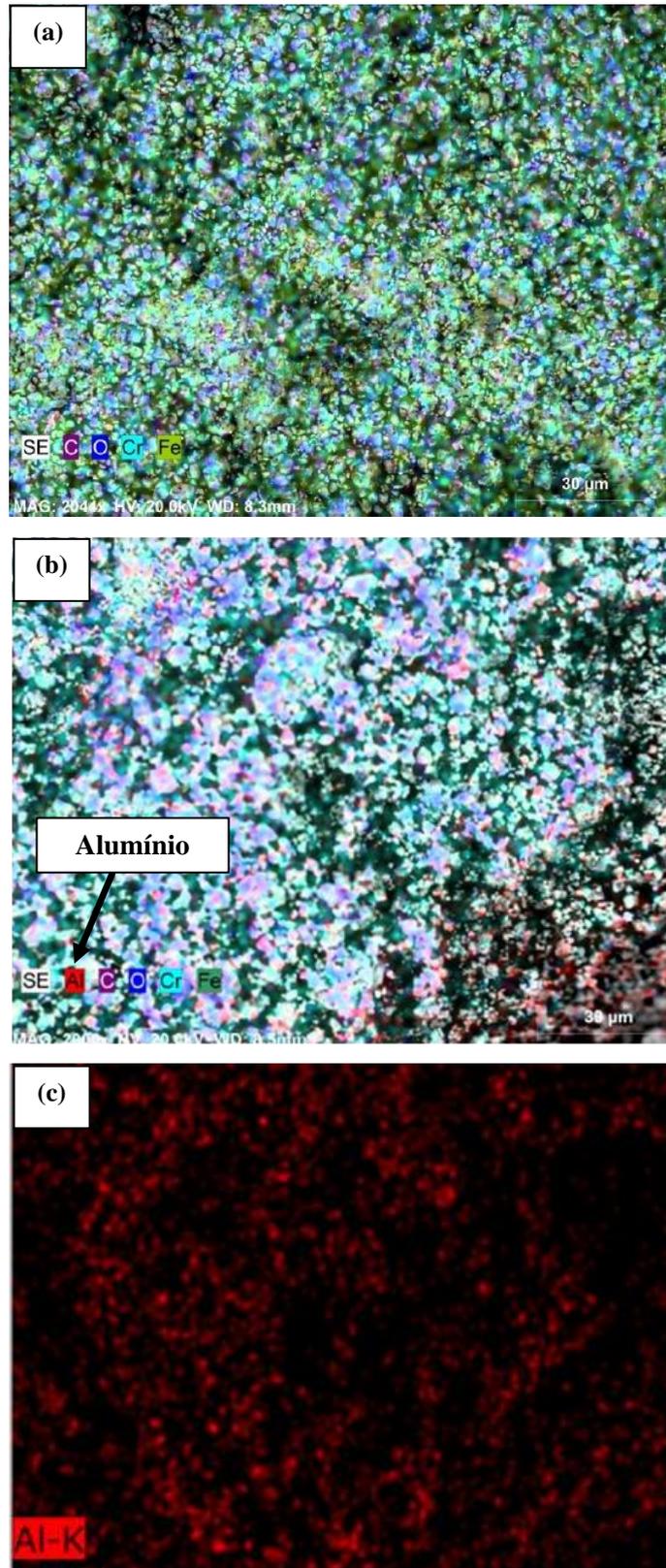


Figura 37 – Mapeamento via EDS dos pós do aço AISI 52100. (a) Sem adição de alumina (b) e (c) Com adição de 3% de alumina

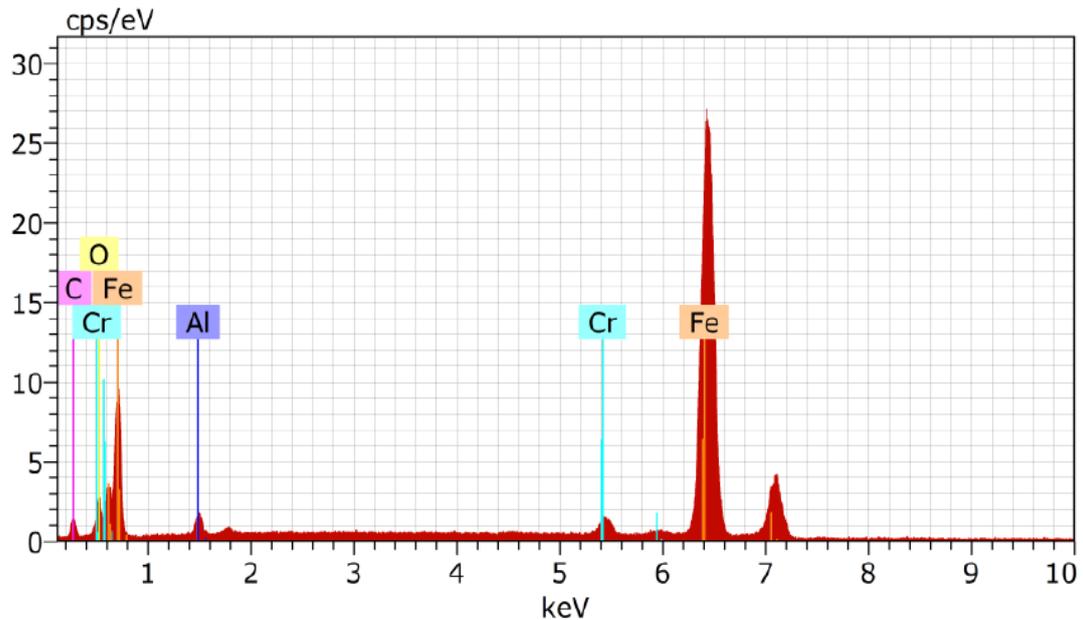


Figura 38 – Composição química do aço AISI 52100 com alumina, obtida via EDS

## 4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

### 4.3.1 DENSIDADE

As medidas de densidade foram realizadas nas peças à verde logo após a prensagem, e pelo método de Arquimedes após a etapa de sinterização. A comparação direta entre as duas medidas teve o intuito de avaliar a densificação do compacto antes e após a etapa de sinterização.

De acordo com a Tabela 12, observa-se que a média das densidades a verde foi de 4,82 g/cm<sup>3</sup> para as amostras de aço puro e de 4,85 g/cm<sup>3</sup> para as amostras com adição de alumina. Após a sinterização, a média das densidades das amostras produzidas com alumina foi de 5,30 g/cm<sup>3</sup>, enquanto as amostras sem esta adição apresentaram uma média de 5,40 g/cm<sup>3</sup>, valores inferiores àquele do aço produzido via processo de fusão, que é de 7,81 g/cm<sup>3</sup> (MATWEB, 2014). Este decréscimo na densidade do aço fundido para o sinterizado é esperado devido à maior presença de poros nas peças fabricadas via metalurgia do pó.

Tabela 12 – Medidas de densidade a verde e após sinterização

Amostra	Puro		Com 3% de alumina	
	Densidade à verde (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade das amostras sinterizadas (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade à verde (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade das amostras sinterizadas (g/cm <sup>3</sup> )
1	5,15	5,43	4,7	5,08
2	4,72	5,55	4,9	5,28
3	4,7	5,65	4,8	5,16
4	4,95	5,36	4,96	5,05
5	4,55	5,42	4,86	5,33
6	4,72	5,32	4,94	5,39
7	4,9	5,19	4,75	5,99
8	4,87	5,28	4,9	5,15
Média	4,82	5,40	4,85	5,30
Desvio Padrão	0,19	0,15	0,09	0,30

## 4.3.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

### 4.3.2.1 AÇO AISI 52100 NO ESTADO COMO RECEBIDO

A microestrutura do aço AISI 52100 no estado como recebido foi avaliada utilizando microscopia ótica. Após o ataque químico (Figura 39), foi possível observar uma matriz ferrítica (de tonalidade clara) e a presença de cementita esferoidizada (esferas escuras) com dimensões de 0,75 µm.

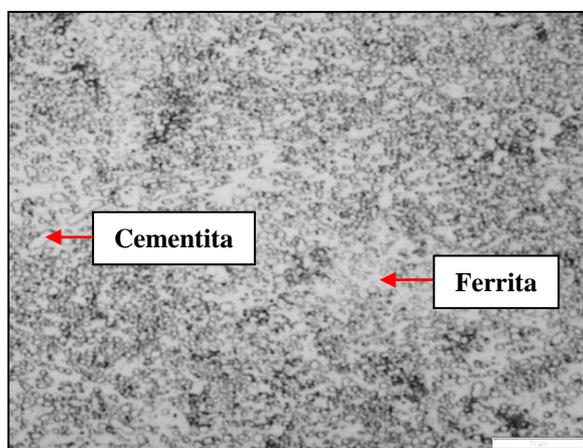


Figura 39 – Fotomicrografia do aço AISI 52100 no estado como recebido. Obtida via microscopia ótica

#### 4.3.2.2 AÇO AISI 52100 SINTERIZADO

A análise microestrutural via MEV mostrou que o aço AISI 52100 é constituído por uma matriz ferrítica e pela fase  $(\text{FeCr})_3\text{C}$ , além da presença de poros. A matriz ferrítica e a fase  $(\text{FeCr})_3\text{C}$  são identificadas, respectivamente, como regiões claras e escuras na Figura 40a. As regiões em preto correspondem aos poros.

A Figura 40b mostra os pontos onde foram realizadas as análises de EDS para identificação das fases. Foi possível observar que, a fase clara é composta quase que inteiramente pelo elemento químico Ferro (Figura 41), indicando assim que correspondia a uma matriz ferrítica. A fase mais escura apresentou os elementos químicos Ferro, Cromo e Carbono (Figura 42), correspondendo a uma fase de  $(\text{FeCr})_3\text{C}$  que precipitou no momento da sinterização.

De acordo com Beswick (1987), o aço AISI 52100 esferoidizado possui carbonetos de cromo estáveis que são praticamente insensíveis a tempos e temperaturas de austenitização, pois não conseguem se dissolver. A tendência microestrutural do aço AISI 52100 após o tratamento térmico de austenitização é precipitar uma fase composta de  $(\text{FeCr})_3\text{C}$ , uma vez que o cromo tende a migrar para o centro do carboneto. Assim, têm-se um aço composto por uma matriz ferrítica e uma fase precipitada de  $(\text{FeCr})_3\text{C}$ .

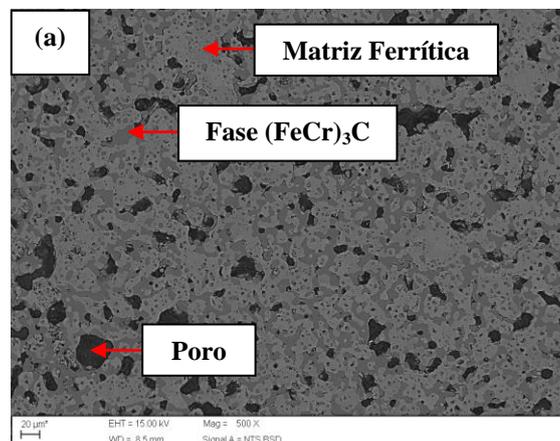


Figura 40 – Fotomicrografia do aço AISI 52100 sinterizado. (a) Obtida no modo BSD  
(b) Análise pontual via EDS

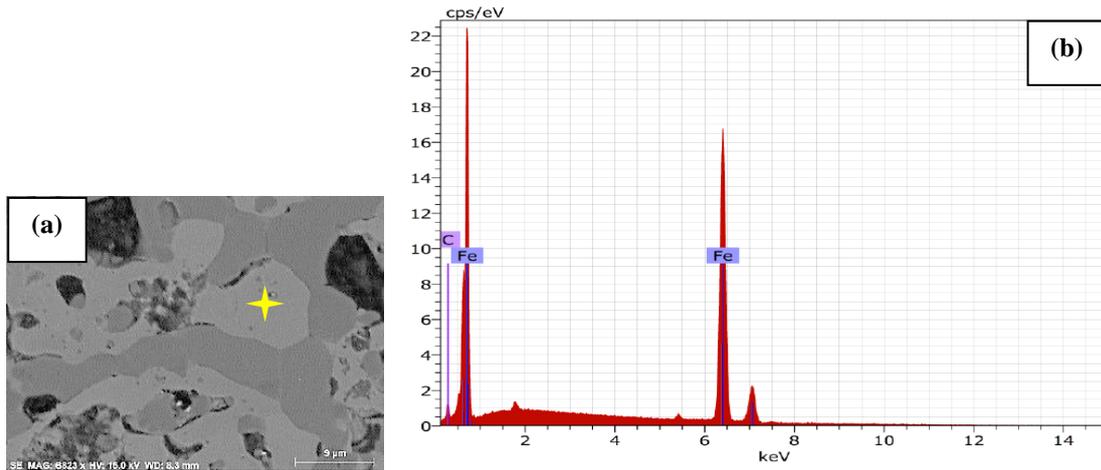


Figura 41 – Fase clara do aço AISI 52100 sinterizado (a) BSD (b) EDS

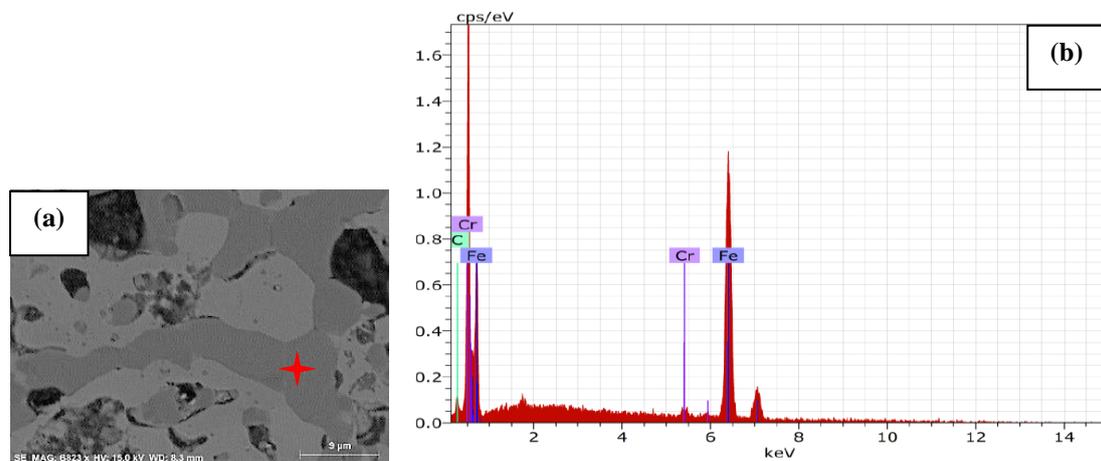


Figura 42 – Fase escura do aço AISI 52100 sinterizado (a) BSD (b) EDS

A localização das partículas de alumina na matriz do aço AISI 52100 foi realizada através dos modos BSD e EDS. É possível observar na Figura 43a pelo modo BSD, que as partículas de alumina encontram-se como pontos de coloração mais escura que a matriz, devido ao seu menor peso atômico. Nas Figuras 43b e 43c, é possível comprovar através de mapeamento em EDS que os mesmos pontos escuros encontrados na Figura 43a localizam-se como regiões de alta concentração de alumínio (coloração vermelha), elemento que está presente apenas na alumina.

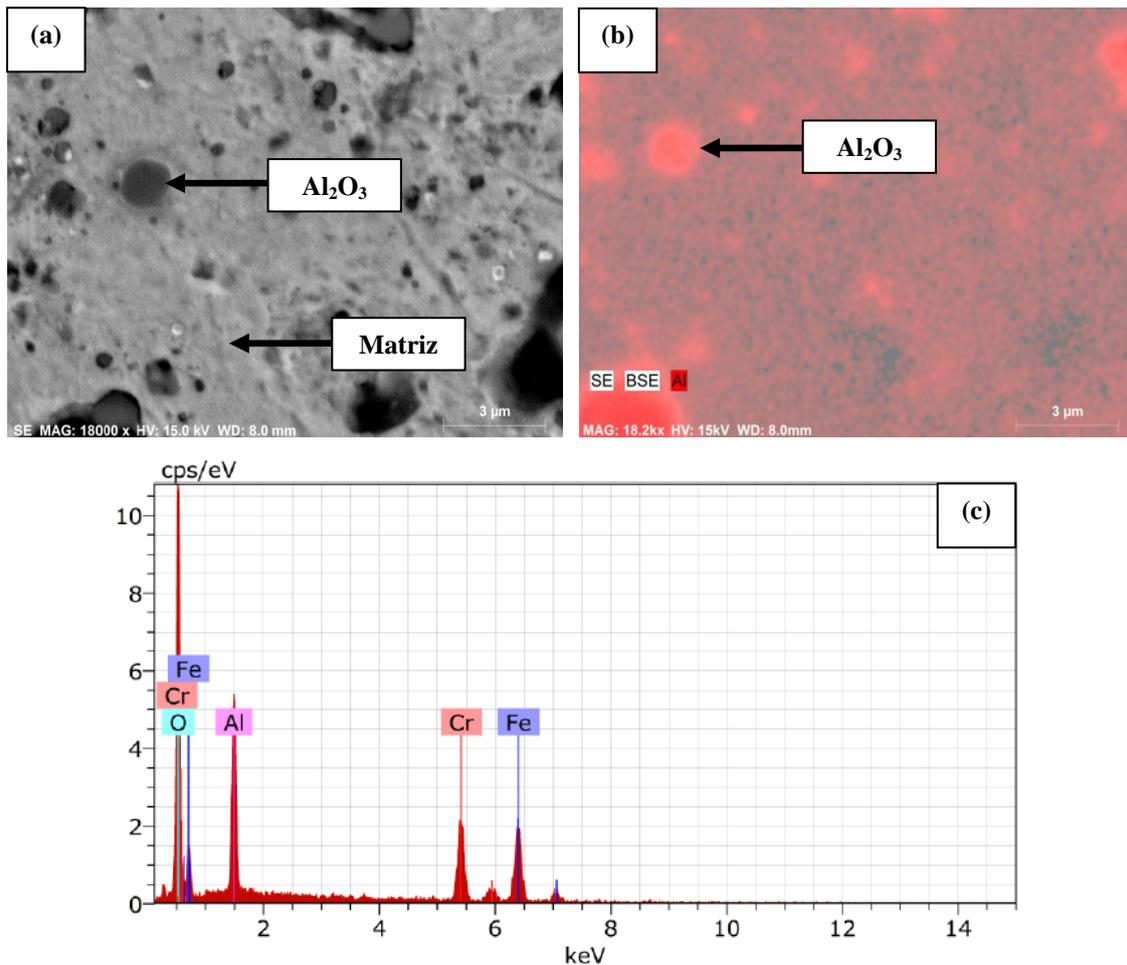


Figura 43 – Localização da alumina na matriz do aço AISI 52100 sinterizado (a) Modo BSD (b) Mapeamento por EDS (c) Análise pontual via EDS

### 4.3.3 POROSIDADE

Os resultados da porosidade das amostras sem e com a adição de alumina são apresentados na Figura 44 e na Tabela 13. Observa-se através de análise em microscopia ótica que as amostras puras (Figura 44a) apresentam maior porosidade residual se comparadas com as amostras do aço com adição de 3% de alumina (Figura 44b). A Tabela 13 mostra os valores de porosidade encontrados para ambos os materiais. O aço AISI 52100 puro apresentou uma média de porosidade de 13,67 %, enquanto o aço com 3% de alumina apresentou uma média de 9,56 %. É notada uma redução de em média, 30 % na porosidade nas amostras confeccionadas com adição de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

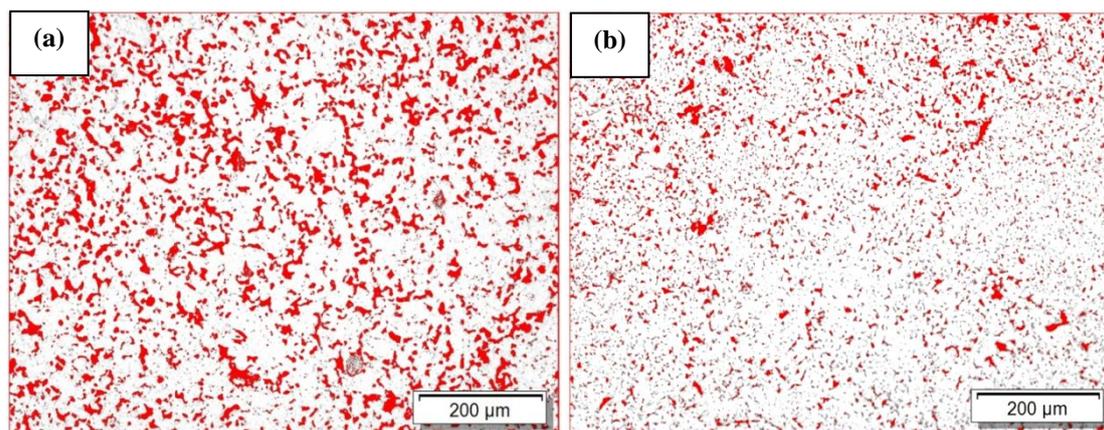


Figura 44 – Fotomicrografias do aço AISI 52100 após sinterização (a) Puro (b) Com alumina. Imagens obtidas via microscopia ótica

Tabela 13 – Porcentagem de poros para o aço AISI 52100 puro e com 3% de alumina

<b>Porcentagem de poros do aço AISI 52100 após sinterização (%)</b>		
<b>Medidas</b>	<b>Puro</b>	<b>Com 3% de Alumina</b>
1	13,15	10,98
2	12,22	11,28
3	17,73	11,4
4	13,45	6,4
5	10,86	9,53
6	12,15	9,53
7	10,6	9,19
8	14,7	7,58
9	16,51	10,86
10	15,3	8,85
Média	13,67	9,56
Desvio Padrão	2,36	1,65

A análise do tamanho dos poros via microscopia eletrônica de varredura, das amostras do aço AISI 52100 puro e com 3% de alumina estão indicadas nas Figuras 45a e 45b. É possível observar que, para ambas as amostras, o tempo e temperatura de sinterização foram eficientes, pois a densificação ocorreu de forma homogênea. Entretanto, apesar da sinterização ter sido eficiente para ambas as amostras, a porosidade apresenta-se de forma diferenciada. Na amostra de aço puro (Figura 45a), a porosidade é mais acentuada, com poros de dimensões que variam em uma faixa de 8 a 8 µm. Já no aço com alumina (Figura 45b), os poros possuem dimensões que variam em uma faixa de 3 a 37 µm.

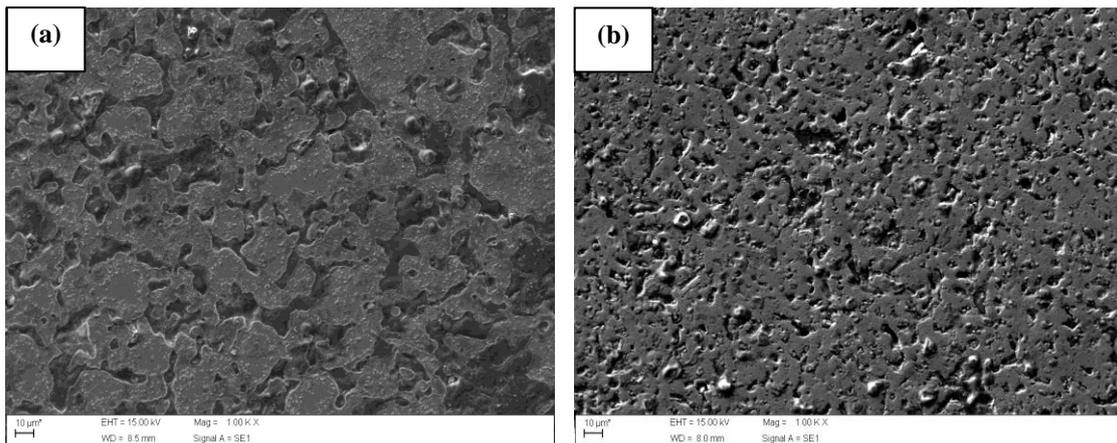


Figura 45 – Fotomicrografia do aço AISI 52100 após sinterização (a) Puro (b) Com 3% de alumina

É observado tanto no microscópio ótico quanto no microscópio eletrônico de varredura que a porosidade nas amostras produzidas com aço AISI 52100 puro é mais acentuada do que naquelas produzidas com adição de alumina. Isto decorre da maior densificação que ocorreu no aço com alumina. Esta densificação foi maior devido às partículas do pó do aço com alumina estarem em menor granulometria e possuírem maior área superficial do que o pó do aço moído puro. Isto facilita a difusão atômica e a densificação no momento da sinterização, resultando em uma microestrutura mais refinada e menos porosa, como é observado na Figura 45b.

#### 4.3.4 DUREZA

A Tabela 14 mostra os resultados das medidas de dureza Vickers das amostras sinterizadas e do aço no estado como recebido, ou seja, produzido via processo de fundição. É possível observar que as amostras de aço AISI 52100 via metalurgia do pó sem adição de alumina apresentaram um valor médio de dureza de 59,8 HV, enquanto as amostras produzidas com adição de 3% de alumina apresentaram um valor médio de 69,6 HV, representando um acréscimo de 14 % na dureza das amostras produzidas com a adição de alumina. A amostra do aço produzido via processo de fundição apresentou uma dureza de 178,67 HV, valores muito superiores àqueles encontrados para as amostras sinterizadas, o que já era esperado devido à presença de porosidade nas amostras produzidas pelo processo de metalurgia do pó (sinterizadas). O aumento da dureza nas amostras com alumina é atribuído à alta dureza da partícula cerâmica, o que contribui para o aumento da dureza de toda a amostra. Outro fator que contribui para o

aumento da dureza da peça é que a alumina causa um refinamento dos grãos. Como sua granulometria está localizada na escala submicrométrica, ela é considerada um precipitado incoerente e atua como uma barreira física, impedindo o crescimento dos grãos no momento da sinterização.

Tabela 14 – Medidas de dureza do aço AISI 52100

<b>Medidas</b>	<b>Como recebido (Fundido)</b>	<b>Puro (Sinterizado)</b>	<b>Com 3% de alumina (Sinterizado)</b>
1	178	56,30	65,00
2	179	65,00	78,80
3	179	58,30	65,00
Média	178,67	59,87	69,60
Desvio Padrão	0,58	4,56	7,97

#### 4.3.5 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

As Figuras 46 e 47 mostram as curvas tensão x deformação de 4 amostras do aço AISI 52100 sinterizado puro e 4 amostras do aço AISI 52100 sinterizado com 3% de alumina, respectivamente. Utilizando estas curvas, foi possível obter o valor do módulo de elasticidade (E) de cada uma das amostras ensaiadas e estes resultados estão mostrados na Tabela 15. As curvas tensão x deformação foram plotadas a partir dos dados obtidos no ensaio de resistência a compressão.

Verifica-se que as amostras puras apresentaram um valor médio de módulo de elasticidade de 1,77 GPa, enquanto as amostras com alumina apresentaram um valor médio de 2,43 GPa. Isto representa um acréscimo de 27,16% no módulo de elasticidade das amostras puras. As amostras produzidas puras possuem porosidade em média 30% maior do que as amostras produzidas com alumina, o que acarretou em um módulo elástico menor. Comparando com o módulo de elasticidade do aço como recebido, que é de 210 GPa, é possível observar que o módulo de elasticidade das amostras produzidas via metalurgia do pó é bastante inferior, devido a presença de porosidade que estas amostras apresentam.

Tabela 15 – Módulo de elasticidade das amostras sinterizadas

<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>		
<b>Amostra</b>	<b>Puro</b>	<b>Com 3% de Alumina</b>
1	1,79	2,45
2	1,79	2,41
3	1,71	2,41
4	1,77	2,44
Média	1,77	2,43
Desvio Padrão	0,038	0,021

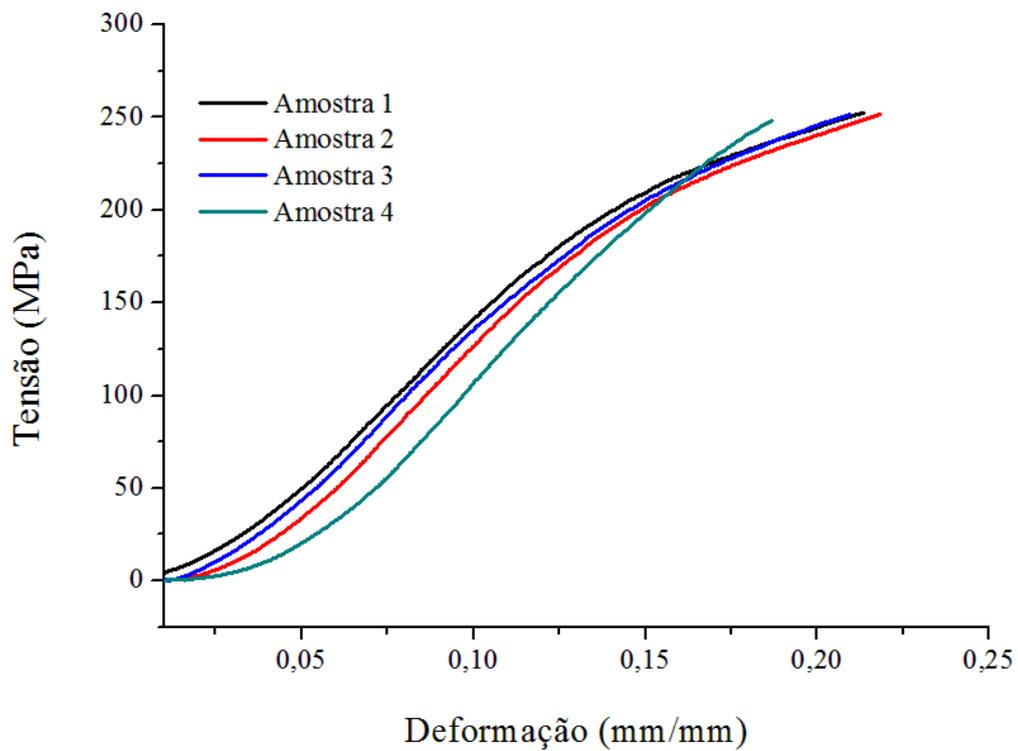


Figura 46 – Curvas tensão x deformação do aço AISI 52100 sinterizado puro

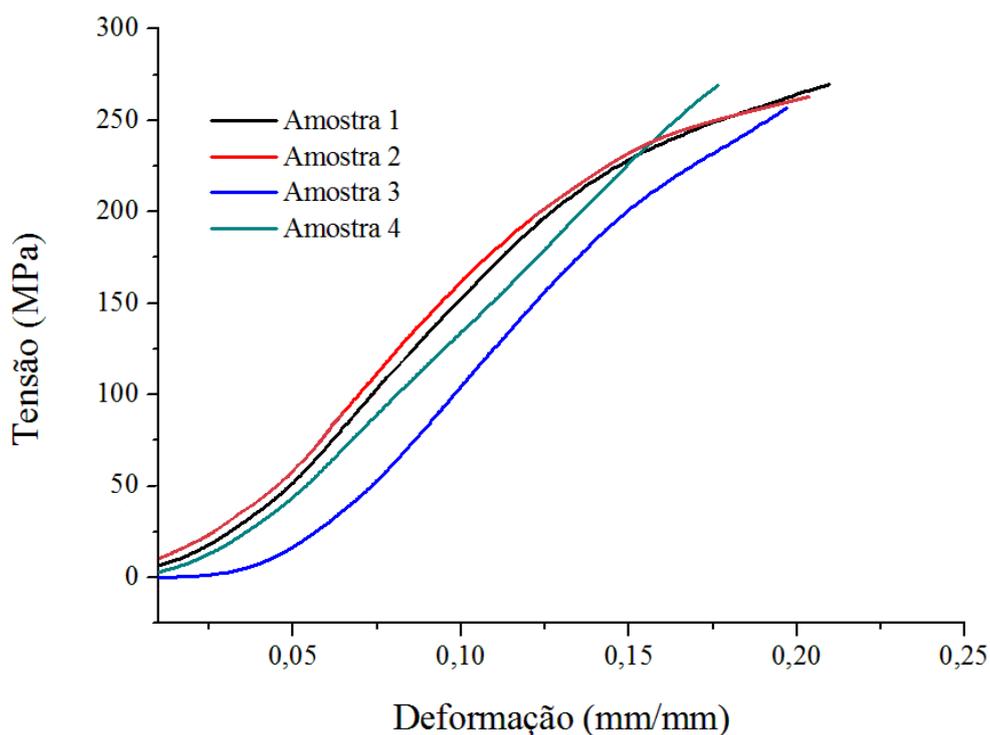


Figura 47 – Curvas tensão x deformação do aço AISI 52100 sinterizado com 3% de alumina

#### 4.3.6 RESISTÊNCIA AO DESGASTE

Com base na Tabela 16, verifica-se que o aço AISI 52100 com adição de alumina apresentou melhor resistência ao desgaste do que este aço sem adição de alumina. Observa-se uma perda de massa de em média 9,73% para as amostras puras, e 8,25% para as amostras com alumina, ou seja, o aço com adição de alumina perdeu cerca de 15,21% a menos de massa durante o ensaio. A melhoria na resistência ao desgaste das amostras com alumina é atribuída à alta resistência ao desgaste que a partícula deste material cerâmico possui e a menor porosidade destas amostras.

Tabela 16 – Valores de perda de massa

Amostra	Perda de massa (%)	
	Puro	Com 3% de alumina
1	10,12	8,75
2	9,48	8,67
3	9,59	7,33
Média	9,73	8,25
Desvio padrão	0,34	0,80

## **CAPÍTULO 5**

# **CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

### **5.1 CONCLUSÕES**

Após a análise dos resultados obtidos no estudo do reaproveitamento do aço AISI 52100 pelo processo de metalurgia do pó com moagem de alta energia, foi possível concluir que o processo de moagem de alta energia dos cavacos do aço AISI 52100 é eficiente, sendo possível a obtenção de partículas em escala submicrométrica a partir de 10 horas de moagem. A adição de alumina no processo de moagem de alta energia melhora a eficiência de moagem. Dentre todas as porcentagens de adição estudadas, a adição de 3% de alumina foi a que apresentou maior eficiência de moagem, além de apresentar uma boa homogeneidade de dispersão nas partículas.

A adição de partículas de alumina, além de melhorar a eficiência do processo de moagem, alterou positivamente propriedades como dureza, módulo elástico e resistência ao desgaste. Foi observado um aumento significativo nos valores obtidos para estas propriedades nas amostras contendo 3% de alumina. Este aumento foi resultado da maior densificação das amostras e a presença de partículas de alumina, que apresentam alta dureza, dispersas homogeneamente na matriz do aço sinterizado.

Com relação à porosidade, concluiu-se que as amostras com alumina apresentaram menor porosidade do que as amostras puras. Além disso, o tamanho dos poros nas amostras puras foram maiores do que aqueles encontrados nas amostras com alumina. Quanto aos valores de densidade, tanto à verde quanto após sinterização, não houve mudanças significativas nos valores encontrados, quando se compara as amostras com e sem adição de alumina.

## 5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados apresentados, é sugerido para possíveis trabalhos futuros:

- Análise mecânica e microestrutural de amostras de aço AISI 52100 produzidas via metalurgia do pó com diferentes carbetos;
- Determinação da resistência mecânica do aço AISI 52100 produzido via metalurgia do pó com diferentes tempos de sinterização e métodos de prensagem;
- Realização de tratamentos térmicos posteriores à sinterização, como têmpera e revenimento.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 136 - Tratamentos térmicos de aço - Terminologia e definições** – Rio de Janeiro: ABNT (2000).

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **The Science and engineering of materials**. 5ª ed., Toronto, 2006.

AMARÓS, A. J. L. A. **Operação de prensagem: Considerações técnicas e a sua aplicação industrial – Parte I: O preenchimento das cavidades do molde**, Instituto de Tecnologia Cerâmicas, Universidad de Valência, 2000.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA, MATERIAIS E MINERAÇÃO (ABM). **Estudo prospectivo do setor siderúrgico**, Brasília, 2008.

ASTM A295 – 94 - **Standard specification for high-carbon anti-friction bearing steel**, ASTM International, 1994.

ASTM E09 – 09 - **Standard test methods of compression testing of metallic materials at room temperature**, ASTM International, 2009.

ASTM G99 – 95a - **Standard test method for wear testing with a pin-on-disk apparatus**, ASTM International, 2000.

BARBOSA, L. M. **Influência da taxa de aquecimento no tratamento térmico de solubilização da liga Al 7075**. 2014. 85 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2014.

BENJAMIN, J. S. **Mechanical alloying**, Scientific American, v. 234, p. 49–48, 1976.

BERTOL, H. C. **Determinação de critérios para aceitação de medições de dureza realizadas com durômetros portáteis em regiões de solda.** 2009. 85 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

BESWICK, J. M. **The effect of chromium in high carbon bearing steels,** Metallurgical Transactions A, v. 18a, p. 1897–1906, 1987.

BHADESHIA, H. K. D. H. **Steels for bearings,** Progress in Materials Science, v. 57 p. 268–435, 2012.

BHATTACHARJEE, K. K. S. S. **Study on the effect of high energy ball milling (a nano material process) on the microstructure and mechanical properties of a (Al-Si-Fe-Cu) alloy.** 2007. 41 p. Tese (Doutorado) – National Institute of Technology Rourkela, Rourkela, 2007.

BLAIR, R. G.; CHAGOYA, K.; BILTEK, S.; JACKSON, S.; SINCLAIR, A.; TARABOLETTI, A.; RESTREPO, D. T. **The scalability in the mechano-chemical syntheses of edge functionalized graphene materials and biomass-derived chemicals,** Royal Society of Chemistry, v. 170, p. 223–233, 2014.

BLAU, J. P. **Friction, lubrication and wear technology,** ASM Handbook. v.18, p. 20, 1995.

BOSON, P. H. G. **Panorama do setor siderúrgico,** Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração (ABM), Brasília, 2008.

BOUACHA, K.; YALLESE, M. A.; MABROUKI, T.; RIGAL, J. F. **Statistical analysis of surface roughness and cutting forces using response surface methodology in hard turning of AISI 52100 bearing steel with CBN tool,** International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, v. 28, p. 349–361, 2010.

BRISTOT, V. M. **Ferramental para prensagem hidráulica de esferóides de alumina.** 2008. 91 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

BRITO, F. I. G.; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. **Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó**, *Holos*, v. 3, p. 1–8, 2007.

CAMARGO, A. C. **Comparação das características de corpos de alumina, a verde e após sinterização, obtidos pelos processos de prensagem uniaxial, prensagem isostática e prensagem uniaxial e isostática**. 1993. 206 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 1993.

CANTO, R. B.; SCHIMITT, N.; CARVALHO, J.; BILLARDÓN, R. **Simulação do processo de prensagem uniaxial do PTFE**, Universidade de São Paulo, 2007.

CASTAGNET, M. **Avaliação da compressibilidade da mistura de pós de nióbio e alumínio ativadas mecanicamente**. 2008. 81 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto de pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2008.

CENTRO DE GESTÃO E ESTUDOS ESTRATÉGICOS (CGEE), **Siderurgia no Brasil 2010-2025**, Brasília, 2010.

CERTEC. **Alumina**. Disponível em: <<http://www.ceramiccertec.com.br/>>. Acesso em: 02 Mai. 2014.

CHIAVERINI, V. **Metalurgia do pó**. 4<sup>a</sup> ed., São Paulo, 2007.

CHIAVERINI, V. **Metalurgia do pó: Técnica e produtos**. 3<sup>a</sup> ed., São Paulo, 1992.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 3<sup>a</sup> ed., São Paulo, 1974.

COSTA E SILVA, A. L. V.; MEI, P. R., **Aços e ligas especiais**. 2<sup>a</sup> ed., São Paulo, 1988.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura**, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, 2007.

DINIZ, E. O. **Análise da influência do nióbio na microestrutura e propriedades mecânicas da barra chata temperada e revenida para aplicação em feixes de mola.** 2005. 85 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

DORE, E.; HUBNER, H. W. **Alumina-processing, properties and applications.** 1ª ed., New York: Springer-Verlag, 1984.

FORSMO, S. P. E; FORSMO, S. E.; SAMSKOG, P. O.; BJÖRKMAN, B. M. T. **Mechanisms in oxidation and sintering of magnetite iron ore green pellets,** Powder Technology, v. 183, p. 247–259, 2008.

FRAZIER, W. E.; KOCZAK, M. J. **Mechanical and thermal stability of powder metallurgy aluminum-titanium alloys,** Scripta Metallurgica, v. 21, p. 129–134, 1987.

HASSANI, A.; BAGHERPOUR, E.; QODS, F. **Influence of pores on workability of porous Al/SiC composites fabricated through powder metallurgy + mechanical alloying,** Journal of Alloys and Compounds, v. 591, p. 132–142, 2014.

HONG, L. B.; BANSAL, C.; FULTZ, B. **Steady state grain size and thermal stability of nanophase Ni<sub>3</sub>Fe and Fe<sub>3</sub>x (x = Si, Zn, Sn) synthesized by ball milling at elevated temperatures,** Nano Structured Materials, v. 4, p. 949–956, 1994.

INÁCIO, M. A. **Desenvolvimento de compósitos cerâmicos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e ZrO<sub>2</sub>.** 2010. 99 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2010.

JANOT, R.; GUÉRARD, D. **Ball milling in liquid media: Applications to the preparation of anodic materials for lithium-ion batteries,** Progress in Materials Science. v. 50, p. 1–92, 2005.

JIMENEZ-MELERO, E.; BLONDE, R.; SHERIF, M. Y.; HONKIMAKI, V.; VAN DIJK, N.H. **Time-dependent synchrotron x-ray diffraction on the austenite decomposition kinetics in SAE 52100 bearing steel at elevated temperatures under tensile stress,** Acta Materialia, v. 61, p. 1154–1166, 2013.

KUHRT C.; SCHROPF H.; SCHULTZ L.; ARZT E. **Mechanical alloying for structural applications**, Materials Park, OH: ASM International, p. 269, 1993.

KUPCHAK, L.; ANTUNES, S. R. M.; PARIZOTTO, M. V.; TEBCHERANI, S. M.; SETTI, D.; PIANARO, S. A.; ANTUNES, A. C. **Investigation of the sintering kinetics for initial stage in SnO<sub>2</sub>:ZnO system**, Cerâmica, v. 51, n. 319, 2005.

LACH, R.; HABERKO, K.; BUČKO, M. M.; SZUMERA, M.; GRABOWSKI, G. **Ceramic matrix composites in the alumina/5–30 vol.% YAG system**, Journal of the European Ceramic Society, v. 31, p. 1889–1895, 2011.

LEANDRO, R. M. **Influência do tempo e da temperatura de solubilização no tamanho de grão austenítico e ferrítico, e na fração de ferrita de um aço inoxidável dúplex UNS 31803**. 2013. 75 p. Dissertação (Mestrado) – Centro Universitário da FEI, São Bernardo dos Campos, 2013.

LEE, P. Y.; KOCH, C. C. **Formation of amorphous Ni-Zr alloy powder by mechanical alloying of intermetallic powder mixtures and mixtures of nickel or zirconium with intermetallics**, Journal of Materials Science, v. 23, p. 2837–2845, 1988.

LIBERATI, J. F. **Compactação isostática a quente do pó de aço rápido AISI M2**. 2001. 80 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

LUCIANO, A. **Síntese e caracterização de compostos obtidos por moagem de alta energia do sistema Fe-Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**. 2004. 141 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2004.

MAHESH, K.; SANKARAN, S.; VENUGOPAL, P. **Microstructural characterization and mechanical properties of powder metallurgy dual phase steel preforms**, Journal of Materials Science & Technology, v. 28, p. 1085–1094, 2012.

MALVERN. **Difração Laser**. Disponível em: <<http://www.malvern.com/>>. Acesso em: 03 Jun. 2014.

MARCHI, E. C. S.; CASTRO, D. M. **Revisão de microscopia**. 2005. 25 p.

MARCOMINI, J. B. **Caracterização da nova liga Fe-C-Mn-Si-Cr: Fragilização da martensita revenida e curvas de revenimento**. 2012. 182 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

MARTINS, U. A. **Refino de grão na transformação austenítica em aço rolamento previamente conformado a frio**. 2012. 107 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2012.

MATWEB. **AISI 52100 Steel**. Disponível em: <<http://www.matweb.com/>>. Acesso em: 06 Mai. 2014.

MATWEB. **Corundum, aluminum oxide, alumina, 99,9 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**. Disponível em: <<http://www.matweb.com/>>. Acesso em: 06 Mai. 2014.

MINATTI, J. L.; FURLAN, G. M. C.; RODRIGUES JR, D. **Obtenção e caracterização de pós de Ti-13Nb-13Zr por moagem de alta energia para aplicações biomédicas**, VI Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico, Atibaia, 2012.

NARASIMHAN, K. S. **Recent advances in ferrous powder metallurgy**, Advanced Performance Materials, v. 3, p. 7–27, 1996.

ORISAKWE, O. E. **Other heavy metals: Antimony, cadmium, chromium and mercury**, Toxicity of Building Materials, p. 297–333, 2012.

PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia**. 1ª ed. Curitiba: Editora Hemus, 2000.

PADOVANI, U. **Influência dos parâmetros de prensagem isostática a quente na microestrutura e na resistência à fadiga de compósitos WC-Co.** 2011. 123 p. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2011.

PANNONI, F. D. **Aços estruturais,** São Paulo, 2002.

PEREIRA, J. I. **Síntese de ligas NiCrAlC por moagem de alta energia.** 2012. 94 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2012.

POURNADERI, S.; MAHDAVI, S.; AKHLAGHI, F. **Fabrication of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites by in-situ powder metallurgy (IPM),** Powder Technology, v. 229, p. 276–284, 2012.

RADI, P. A.; SANTOS, L. V.; BONETTI, L. F.; RODRIGUES, G. C.; TRAVA-AIROLDI, V. **Estudo do coeficiente de atrito e do desgaste de titânio e de filme de DLC,** Anais do 12º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA, v. 12, p. 1–7, 2006.

RAHBAR-KELISHAMI, A.; ABDOLLAH-ZADEH, A.; HADAVI, M. M.; SERAJ, R. A.; GERLICH, A. P. **Improvement of wear resistance of sprayed layer on 52100 steel by friction stir processing,** Applied Surface Science, v. 316, p. 501–507, 2014.

REED, J. S. **Principles of ceramics processing.** 2ª ed. New York: John Wiley & Sons, 1995.

SAJJADI, S. A.; TORABI, P. M.; EZATPOUR, H. R.; SEDGHI A. **Fabrication of A356 composites reinforced with micro and nano Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles by a developed compo-casting method and study of their properties,** Journal of Alloys Compounds, v. 511, p. 226–231, 2012.

SANTOS, L. L. **Estudo do efeito da moagem de alta energia sobre a sinterização do carbetto de boro.** 2013. 108 p. Trabalho de conclusão de curso (Graduação) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2013.

SANTOS, M. A. P.; COSTA, C. A. **Moagem de pós de carbetto de silício em moinho planetário**, Cerâmica, v. 51, p.392–397, 2005.

SCAMANS, G. M.; BIRBILIS, N.; BUCHHEIT, R.G. **Corrosion of aluminum and its alloys**, Shreir's Corrosion, v. 3, p. 1974–2010, 2010.

SILVA, P. R. T. **Análise do comportamento em fadiga do aço SAE 52100 sob diferentes condições microestruturais**. 2001. 135 p. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J. **Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais**. 5ª ed. Porto Alegre: McGraw Hill Brasil, 2013.

SOUSA, W. O. **Relatório de processos de fabricação mecânica**, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão, São Luís, 2013.

SURYANARAYANA, C.; CHEN, G. H.; FROES, F. H. **Milling maps for phase identification during mechanical alloying**, v.26, p. 1727–1732, 1992.

SURYANARAYANA, C. **Does a disordered  $\gamma$ -TiAl phase exist in mechanically alloyed Ti-Al powders?**, Intermetallics, v. 3, p. 153–160, 1995.

SURYANARAYANA, C. **Mechanical alloying and milling**, Progress in Materials Science, v. 46, p. 1–184, 2001.

SUSAKI, K. **Fundentes e escorificantes**, Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração (ABM), Brasília, 2009.

TAKAMI, A. S. **Obtenção de superligas NiCrAlY nanoestruturadas por moagem de alta energia e sua aplicação por aspersão térmica hipersônica (HVOF)**. 2004. 91 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2004.

TANSKI, T.; LABISZ, K.; BRYTAN, Z.; JONDA, E.; SROKA, M. **Thermal fatigue influence of laser treated tool steel surfasse**, Procedia Engineering, v. 74, p. 429 – 442, 2014.

TOFFOLI, S. **Teoria da Sinterização**. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

TOGINHO FILHO, D. O. **Catálogo de experimentos do laboratório integrado de física geral**, Departamento de Física – Universidade Estadual de Londrina, 2010.

TORRES, C. S. **Estudo da moagem de alta energia e sinterização de metal duro WC-Ni**. 2009. 81 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

TORRES, C. S.; SHAEFFER, L. **Sinterização de WC-Co com atmosfera de argônio, preparado em moinho atritor**, 18º CBECiMat– Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Porto de Galinhas, 2008.

VATAVUK, J.; BÔRRO JR., A.; CAMPOS, C. S.; MONTEIRO, W. A.; PALA, P. **Estudo do efeito da temperatura de austenitização no fenômeno de fragilização por revenimento de um aço AISI 5160**, Revista Mackenzie de Engenharia e Computação, v. 1, p. 127-138, 2000.

VENCL, A.; BOBIC I.; AROSTEGUI S.; BOBIC B.; **Structural, mechanical and tribological properties of A356 aluminium alloy reinforced with AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SIC and SIC + graphite particles**, Journal of Alloys and Compounds, v. 506, p.631–639, 2010.

WATANABE, H. **Critical rotation speed for ball milling**, Powder Technology, v. 104 p. 95–99, 1999.