

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

**PRODUÇÃO DO COMPÓSITO AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX-
CARBETOS POR MEIO DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA**

Claudney de Sales Pereira Mendonça

Itajubá, 18 de maio de 2018

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

Claudney de Sales Pereira Mendonça

**PRODUÇÃO DO COMPÓSITO AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX-
CARBETOS POR MEIO DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA**

**Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em
Materiais para Engenharia como parte dos requisitos para
obtenção do Título de Doutor em Materiais para
Engenharia**

Área de Concentração: Metais

Orientador: Prof. Dr. Gilbert Silva

Co-orientador: Profa. Dra. Mirian de Lourdes Noronha Motta
Melo

Itajubá, 18 de maio de 2018

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

Claudney de Sales Pereira Mendonça

**PRODUÇÃO DO COMPÓSITO AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX-
CARBETOS POR MEIO DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Materiais para Engenharia como parte dos requisitos para conferir ao autor o Título de *Doutor em Materiais para Engenharia*.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Alfeu Saraiva Ramos

Prof. Dr. Rosinei Batista Ribeiro

Prof. Dr. Adhimar Flávio Oliveira

Profa. Dra. Renata Neves Penha

Profa. Dra. Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo

Prof. Dr. Gilbert Silva

**Itajubá
2018**

Dedicatória

*Aos meus pais,
minha esposa Lídia Moraes dos santos
e a minha filha Maria Vitória Soares de Sales Mendonça*

Agradecimentos

Ao meu orientador e amigo, Prof. Dr. Gilbert Silva, por ser parte da minha formação técnica e pessoal nesses anos de doutorado com sua competência profissional, paciência, amizade e conhecimentos transmitidos durante a elaboração desse trabalho

À minha co-orientadora e amiga, Profa. Dra. Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo pelo apoio, e pela sua competência profissional, paciência, amizade e conhecimentos transmitidos durante a elaboração desse trabalho.

Aos técnicos do LMM, laboratório de metalografia e materiais da UNIFEI, pela ajuda e paciência durante a fase experimental.

Aos amigos doutorandos, obrigado pelos bons momentos que vivemos nesta caminhada, com as muitas boas risadas, pela ajuda prestada e pela amizade.

Aos meus pais, Sidney e Cláudia, e aos meus irmãos, Salomão e Mateus, pelo apoio e incentivo; a minha filha Maria Victória, a quem tanto amo.

A minha esposa Lídia, pela paciência, amor e companheirismo nos momentos mais difíceis e também alegres.

À Fapemig pelo custeio da bolsa de doutorado.

À UNIFEI, por tudo que ela me proporcionou!

E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

“Não confunda jamais conhecimento com
sabedoria. Um o ajuda a ganhar a vida;
o outro a construir uma vida.”

Sandra Carey

Resumo

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

A produção de pós de aço inoxidável dúplex com a adição de carbetos por moagem de alta energia é um novo método para a reciclagem de cavacos. Com o aumento do consumo de matéria-prima e energia e da geração de resíduos, a reciclagem é necessária por razões ambientais e industriais. O objetivo deste trabalho foi produzir pós do aço dúplex UNS S31803/SAF 2205 utilizando moagem de alta energia partindo do cavaco, com adição de carbetos como reforços. Para efeito de comparação da eficiência do processo realizou-se a moagem com a adição de carbetos de vanádio, nióbio e titânio e sem adição de carbetos. O carbeto de vanádio apresentou uma maior eficiência no processo de moagem, sendo obtido um tamanho médio das partículas de 46 μm . O planejamento fatorial completo foi utilizado para obter as melhores condições de moagem mecânica de alta energia a partir de cavacos de aço inoxidável dúplex. Os quatro fatores considerados foram tempo, rotação, relação bola / massa e porcentagem de carbeto. Foram utilizados dois níveis para cada fator; tempo (10 e 50 horas), rotação (250 e 350 rpm), relação massa/ esfera (1:10 e 1:20) e porcentagem de carbeto de vanádio (0 e 3% em peso). A análise do tamanho de partícula por microscopia eletrônica de varredura foi utilizada na medição do tamanho de partículas e caracterização dos pós. Com a adição de carbetos no processo de moagem ocorreu uma redução no tamanho médio de partícula em comparação com o material sem adição de carbetos. O tamanho das partículas após a moagem com adição de VC a 3% é 174 vezes menor do que os cavacos iniciais. Dados estatísticos revelaram que a adição de carbetos no processo é o termo mais influente, seguido pelo tempo de moagem. O material foi sinterizado a temperatura de 1200°C e 1250°C por 1 hora. A maior densidade obtida foi de 84% e o valor de dureza obtido foi de 87% em relação à amostra conforme recebido. O material sinterizado apresentou as fases ferrita, austenita. Após o tratamento de alívio de tensão não ocorre a presença da fase martensítica. E a partir da análise das propriedades foi conferido que este método é viável, tornando-se uma rota alternativa para o reaproveitamento de cavacos de um aço inoxidável.

Palavras chave: Aço inoxidável dúplex, reciclagem, moagem de alta energia, carbetos, cavacos, planejamento fatorial completo.

Abstract

Mendonça, C. S. P (2018), Production of composite stainless steel duplex-carbide by high-energy mechanical milling 179 p.

The production of duplex stainless steel powders with the addition of carbides by high energy milling is a new method for the recycling of chips. With increased consumption of raw materials and energy and the generation of waste, recycling is necessary for environmental and industrial reasons. The objective of this work is the production of powders of the duplex steel UNS S31803 / SAF 2205 using high energy milling starting from the chip, with addition of carbides as reinforcements. In order to compare the efficiency of the process, the milling was realized with the addition of carbides of vanadium, niobium and titanium and without addition of carbides. The vanadium carbide was presented a higher efficiency in the milling process, obtaining an average particle size of 46 μm . The complete factorial design was used to obtain the best conditions of high energy mechanical milling from duplex stainless steel chips. The four factors considered were time, rotation, ball / mass ratio and percentage of carbide. Two levels were used for each factor; (10 and 50 hours), rotation (250 and 350 rpm), ball/mass relation (10:1 and 20:1) and percentage of vanadium carbide (0 and 3% by weight). Particle size analysis and scanning electron microscopy were used in the measurement of particle size and characterization of the powders. With the addition of carbides in the milling process there was a reduction in mean particle size compared to the material without carbide addition. Particle size after milling with addition of 3% VC is 174 times smaller than the initial chips. Static data revealed that the addition of carbides in the process is the most influential term, followed by milling time. The material was sintered at 1200° C and 1250° C for 1 hour. The highest density obtained was 84% and hardness value obtained was 87% compared to the sample as received. The sintered material presented the ferrite and austenite phases. After the stress relief treatment does not occur the presence of the martensitic phase. And from the analysis of the properties was verified that this method is feasible, becoming an alternative route for the reutilization of chips of a stainless steel.

Keywords: Duplex stainless steel, recycling, high energy mechanical milling, carbides, chips, The complete factorial design.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1: Influência do elemento níquel na microestrutura dos aços inoxidáveis.....	29
Figura 2-2: Precipitações das fases intermetálicas nos AID e a influência dos elementos de liga na curva tempo-temperatura-transformação (TTT).....	30
Figura 2-3: Microestrutura de um AID UNS S31803 do material como recebido na direção do processo de laminação. Onde: α : ferrita e γ : austenita	31
Figura 2-4: Seção isotérmica a 1200°C do diagrama ternário Fe-Cr-Ni (RAYNOR e RIVLIN, 1988).....	33
Figura 2-5: Seção isotérmica a 1000°C do diagrama ternário Fe-Cr-Ni (RAYNOR e RIVLIN, 1988).....	34
Figura 2-6: Esboço do processo industrial para obtenção do aço inox (dúplex).....	35
Figura 2-7: Diferentes morfologias encontradas para a fase σ após envelhecimento isotérmico: (a) 950°C; (b) 850°C e (c) 750°C.....	37
Figura 2- 8: Precipitação da fase chi e crescimento da fase sigma em um tipo de AID fundido.	38
Figura 2-9: Figura esquemática de eventos que ocorrem durante a colisão entre o pó e as esferas.	42
Figura 2-10: Figura esquemática da evolução microestrutural durante a moagem de um sistema dúctil-frágil. Sistema típico da dispersão com reforço.	44
Figura 2-11(a): Moinho marca SPEX, modelo 8000D. (b) Ilustração do movimento dos agentes moedores.....	48
Figura 2-12: (a) Ilustração do conjunto de braços rotativos do moinho b) Moinho attritor, modelo 1-S.....	49
Figura 2-13: (a) Moinho planetário Fritsch Pulverisette P5. (b) Esquema representando o movimento das esferas dentro do moinho.	50
Figura 2-14. Esquema da compactação uniaxial de pós metálicos (adaptado de ASM METALS HANDBOOKS, 1998).....	52
Figura 2-15: Seis distintos mecanismos que podem contribuir para a consolidação da massa das partículas cristalinas.	54
Figura 2-16: Evolução microestrutural durante o processo de sinterização da mistura de partículas de ferrita e austenita.	55
Figura 2-17: Curva de magnetização (M) versus campo magnético aplicado (H).....	61
Figura 2-18: Efeito principal B com relação à resposta A.	65
Figura 2-19: Interação entre as variáveis. a) Inexistência de interação. b) Presença de interação.	66
Figura 2-20: Superfícies de Resposta (a) modelo linear, (b) modelo de curvatura.....	67
Figura 2-21: Representação de experimentos para o arranjo composto central. a) Arranjo composto circunscrito (CCC). b) Arranjo inscrito (CCI). c) Arranjo de face centrada (CCF)	69
Figura. 3-1: Fluxograma esquemático da rota de desenvolvimento do projeto.	70

Figura 3-2: Aço inoxidável dúplex UNS S31803 na forma de cavacos.....	72
Figura 3-3 (a): Pó de carbeto de nióbio na forma de aglomerados. (b) Pó de carbeto de vanádio na forma de aglomerados. (c) Pó de carbeto de titânio	73
Figura 3-4: Moinho planetário Noah-Nuoya modelo NQM 0,2L presente no LMM da UNIFEI.	74
Figura 3-5: Jarros com adição de carbeto para moagem (a). Detalhe para o cavaco e as esferas grandes e médias (b).	74
Figura 3-6: Microscópio eletrônico de varredura do Laboratório de Caracterização Estrutural da UNIFEI.	80
Figura 3-7: Analisador de tamanho de partículas do Laboratório de Caracterização Estrutural da UNIFEI	81
Figura 3-8: DRX do Laboratório de Caracterização Estrutural da UNIFEI	82
Figura 3-9: Magnetômetro de Amostra Vibrante (MAV) marca Lake Shore.....	86
Figura 3-10: Posicionamento da Amostra para Caracterização Magnética.....	87
Figura 4-1: Amostra como recebida. Ataque químico com reagente Behara.....	88
Figura 4-2: Micrografia dos cavacos do aço inoxidável dúplex, modo elétrons secundário. .	89
Figura 4-3: Micrografia de cavacos de aço inoxidável dúplex, modo elétrons secundários. Imagem ampliada da região de deformação plástica.....	90
Figura 4-4: Partículas do aço inoxidável UNS S31803 sem adição de carbeto de nióbio após (a) 5 horas e (b) 20 horas de moagem	91
Figura 4-5: Partículas do aço inoxidável UNS S31803 com adição de 3% de NbC após (a) 5 horas e (b) 20 horas de moagem.....	92
Figura 4-6: Distribuição volumétrica em função do tamanho de partícula para a moagem com e sem adição do NbC.....	93
Figura 4-7: Difratoograma do aço inoxidável nas condições: (a) conforme recebido; b) após 20 horas de moagem com adição de 3% de NbC, (c) após 20 horas de moagem	94
Figura 4-8: Detalhes de difração de raios X do aço inoxidável UNS S31803 que mostram apenas os picos de fase ferrítica, austenítica e martensita para as regiões entre 50 e 54 °.....	95
Figura 4-9: Curva de magnetização em função do campo magnético aplicado sob diferentes condições: (a) como recebido; (b) após 5 horas de moagem sem carbeto; (c) após 5 horas de moagem com adição de 3% NbC; (d) após 20 horas de moagem com adição de 3% NbC; (e) após 20 horas de moagem sem adição de carbeto	96
Figura 4-10: MEV das partículas de um aço inoxidável dúplex com NbC após 20 horas de moagem no modo ERE (a); Análise EDX de aço inoxidável dúplex para identificação de elementos químicos principais (b).....	98
Figura 4-11: Morfologia das partículas do aço inoxidável UNS S31803 após moagem de alta energia nas condições: (a) sem a adição de carbetos. (b) com adição de 3% de TiC. (c) com adição de 3% de NbC. (d) com adição de 3% de VC.....	100
Figura 4-12: Mecanismo de moagem de cavacos de um aço inoxidável duplex com adição de carbetos.....	101

Figura 4-13: (a):Mapeamento das particulas de um aço inoxidável com adição de VC. (b) Espectro de EDX do AID com adição de 3% VC após moagem por 50 horas.....	103
Figura 4-14: (a): Mapeamento dos pós de um aço inoxidável com adição de TiC; (b) Mapeamento para identificação de partículas Ti. (c) Espectros de EDX de aço inoxidável dúplex para identificação de elementos químicos principais	104
Figura 4-15(a): Mapeamento dos pós do aço inoxidável UNS S31803 com adição de NbC; (b) mapeamento para a identificação de partículas NbC. (c) Espectros de EDX de aço inoxidável dúplex para identificação de elementos químicos principais.	105
Figura 4-16: Distribuição volumétrica em função do tamanho de partículas para moagem sem adição de carbeto e com adições de 1% e 3% de VC.	106
Figura 4-17: Morfologia das amostras de aço inoxidável dúplex submetidas a moagem de alta energia com a adição 1% de carbeto de vanádio: (a) tempo de 10 horas. (b) tempo de 50 horas	107
Figura 4-18: Diagrama de Pareto para o experimento fatorial com 4 fatores.....	110
Figura 4-19: Distribuição normal para o experimento fatorial com 4 fatores.....	111
Figura 4-20: Efeito principal das variáveis tempo, carbeto, relação massa/esfera e rotação do projeto de experimento.	112
Figura 4-21: Efeitos de interação entre as variáveis em estudo: Rotação, tempo de moagem, relação massa/esfera e porcentagem de carbeto.	113
Figura 4-22: Gráfico do cubo (dados ajustados) para os tamanhos de partículas	114
Figura 4-23: Análise de resíduos para o tamanho de partículas.....	115
Figura 4-24: Superfície de resposta do tamanho de partículas com relação a variável carbeto e o tempo de moagem.....	119
Figura 4-25: Contorno do tamanho de partículas com relação a variável carbeto e o tempo de moagem... ..	120
Figura 4-26: Superfície de resposta do tamanho de partículas a partir da interação entre a variável tempo de moagem e a rotação.	121
Figura 4-27: Contorno do tamanho de partículas a partir da interação entre tempo de moagem e a rotação.....	122
Figura 4-28: Superfície de resposta do tamanho de partículas a partir da interação entre a porcentagem de carbeto e a relação massa/esfera	123
Figura 4-29: Contorno do tamanho de partículas a partir da interação entre porcentagem de carbeto e a relação massa/esfera.....	123
Figura 4-30: Superfície de resposta do tamanho de partículas a partir da interação entre a relação massa/esfera e a rotação.....	124
Figura 4-31: Contorno do tamanho de partículas a partir da interação entre a relação massa/esfera e a rotação	124
Figura 4-32: Superfície de resposta do tamanho de partículas a partir da interação entre relação massa/esfera e tempo de moagem	125

Figura 4-33: Contorno do tamanho de partículas a partir da interação entre relação massa/esfera e tempo de moagem.	126
Figura 4-34: Superfície de resposta do tamanho de partículas da variável porcentagem de carbetto e a variável rotação.	127
Figura 4-35: Contorno do tamanho de partículas da variável rotação e a variável porcentagem de carbetto.	127
Figura 4-36: Micrografia dos pós de aço inoxidável dúplex UNS S31803 sem adição de carbetto. Condições de moagem: 250 rpm, relação massa/esfera de 1/10, tempo de moagem de 10 horas (a). tempo de moagem de 50 horas (b)	129
Figura 4-37: Micrografia dos pós de aço dúplex UNS S31803 sem adição de carbetto VC. Condições de moagem: 350 rpm, relação massa/esfera de 1/20, tempo de moagem de 10 horas (a). Tempo de moagem de 50 horas (b)	130
Figura 4-38: Micrografia do aço dúplex UNS S31803(a) Condição de moagem: 250 rpm, relação massa/esfera de 1/10, tempo de moagem de 10 horas. (b) Ampliação maior destacando a presença de partículas submicrométricas.	130
Figura 4-39: Micrografia do aço inoxidável dúplex UNS S31803(a) Condição de moagem: 250 rpm, relação massa/esfera de 1/10, tempo de moagem de 50 horas	131
Figura 4-40: Micrografias dos pós do aço dúplex UNS S31803 com adição de carbetto de vanádio. Condições de moagem de: 350 rpm, relação massa/esfera de 1/20, tempo de moagem de 10 horas (a). Tempo de moagem de 50 horas (b)	132
Figura 4-41: Micrografia de MEV dos pós do aço inoxidável dúplex UNS S31803: Condição de moagem: de 300 rpm, relação massa/esfera de 1/20, tempo de moagem de 50 horas, adição de 3% VC.	133
Figura 4-42: Propriedades magnéticas do aço inoxidável dúplex UNS S31803, nas seguintes condições: (a) Material como recebido; (b) partículas moídas sem adição de carbetto; (c) partículas moídas com adição de 3% de VC	134
Figura 4-43: Morfologia das partículas após a moagem de alta energia de cavacos de aço UNS S31803 com a adição de 3% de VC, nas seguintes condições: (a) sem tratamento de alívio de tensão. (b) Amostras após tratamento de alívio de tensão a temperatura de 1050 ° C /30 minutos.	136
Figura 4-44: Porosidade via imageamento para as amostras sinterizadas a 1200°C por 1 hora, nas seguintes condições: (a) amostras sem tratamento de alívio de tensão; (b) amostras com tratamento de alívio de tensão.	138
Figura 4-45: Difração de raios X do aço inoxidável nas seguintes condições: (a) amostras como recebidas (b); moagem no tempo de 50 horas (c) amostras sinterizado a 1200 ° C durante 1 hora;	139
Figura 4-46: Difração de raios X na região de maior intensidade para os picos da ferrita (110) austenita (111), nas seguintes condições: (a) amostras como recebidas; (b) após moagem por 50 horas.; (c) sinterizado a 1200 ° C durante 1 hora.	140
Figura 4-47: Difração de raios X das amostras sob as seguintes condições: a) como recebido; b) após a moagem; c) após tratamento de alívio de tensão; d) após o processo de sinterização.	141

Figura 4-48: Difração de raios X na região de maior intensidade para os picos ferrita (110) e austenita (111), nas seguintes condições: (a) amostras como recebidas; (b) moagem no tempo de 50 horas.; (c) tratamento de alívio de tensão; (d) sinterizado a 1200 ° C.....	142
Figura 4-49: MEV do aço inoxidável dúplex sinterizado a 1200°C por 1 hora com adição de carbeto de vanádio e submetido anteriormente ao tratamento de alívio de tensão a 1050°C/30 minutos	144
Figura 4-50: a) Distribuição de partículas de vanádio em partículas de aço inoxidável (Mapeamento). (b) Espectro EDX de 3% VC adicionado.....	144
Figura 4-51: a) Microestrutura de aço inoxidável sinterizada a 1250 ° C durante 1 hora, região de porosidade inferior. Figura 4.50: b) Região de maior porosidade. Regiões em vermelho indicam porosidade.....	146
Figura 4-52: Micrografia do aço inoxidável dúplex sinterizado a 1250°C por 1 hora.....	146
Figura 4-53: (a) Distribuição das partículas de vanadio (verde) sobre as partículas do aço inoxidável. (b) Espectro de EDX do aço inoxidável com adição de 3% VC..	147
Figura 4.54: Difração de raios X de aço inoxidável nas seguintes condições: (a) conforme recebido (b) moagem por 50 horas -350 rpm. (c) após o tratamento de alívio de tensão do pó. (d) sinterizado a 1250 ° C durante 1 hora.....	149
Figura 4-55: Difração de raios X na região de maior intensidade para os picos da ferrita (110) e austenita (111), nas seguintes condições: (a) amostras como recebidas (b) moagem no tempo de 50 horas.; (c) tratamento de alívio de tensão (d) sinterizado a 1250 ° C durante 1 hora...	150

LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1: Composição química dos AID	27
Tabela 2-2: Propriedades físicas típicas de alguns aços inoxidáveis dúplex, superdúplex, austeníticos e ferríticos	36
Tabela 2-3: Microdureza Vickers (HV) das fases α/γ formadas a partir de diferentes temperaturas de tratamentos de solubilização	36
Tabela 2-4: Projeto e Análise de Experimentos principais métodos e características fundamentais.....	62
Tabela 2-5: Matriz de planejamento.....	64
Tabela 3-1: Composição química típica do aço inoxidável dúplex UNS S31803 (% em peso)	71
Tabela 3-2: Parâmetros de Moagem de cavacos do aço inoxidável dúplex UNS S31803 com e sem adição de carbeto de nióbio.....	75
Tabela 3-3: Parâmetros de Moagem de cavacos do aço inoxidável dúplex UNS S31803 com adição de TiC, NbC, VC e sem adição de carbetos	76
Tabela 3-4: Parâmetros de Moagem de cavacos do aço inoxidável dúplex UNS S31803 com adição de 0%,1% e 3% de carbeto de vanádio	76
Tabela 3-5: Parâmetros de moagem do projeto de experimento: Rotação, Tempo, Relação massa/esfera e porcentagem de carbeto.....	78
Tabela 3-6: Matriz de experimento do planejamento fatorial para as variáveis: Rotação, tempo, relação massa/bola e porcentagem de carbeto	79
Tabela 4-1: Parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do AID após moagem para o tempo de 20 horas	92
Tabela 4-2: Porcentagem da fase ferromagnética e fases presentes no aço inoxidável duplex sob diferentes condições.....	97
Tabela 4-3: Parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do aço inoxidável dúplex, sem carbeto e com a adição de 3% de VC, TiC e NbC	102
Tabela 4-4: Parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do aço inoxidável dúplex após moagem no tempo de 50 horas, sem carbeto e com a adição de 1% e 3% de carbeto de vanádio.....	106
Tabela 4-5: Parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do aço inoxidável para as variáveis do planejamento de experimento	108
Tabela 4-6: Análise de Variância para o tamanho médio das partículas.....	109
Tabela 4-7: Tamanhos médios de partículas do aço inoxidável para as variáveis do planejamento de experimento (superfície de resposta).....	116
Tabela 4-8: Análise de variância para o experimento de superfície de resposta	117
Tabela 4-9: Valores de densidade verde, densidade do material sinterizado e densidade pelo método de Arquimedes do aço inoxidável com a adição de 3% VC.....	137
Tabela 4-10: Valores das porosidades das amostras calculadas pelo software Olympus	137

Tabela 4-11: Valores de microdureza das amostras, obtidas no microdurômetro Microhardness Tester HV 1000 da marca Digimess, com aplicação de uma carga de 1,96 N.....	137
Tabela 4-12: Valores de densidade a verde, densidade do material sinterizado e densidade teórica do aço inoxidável com adição de 3% VC.....	145
Tabela 4-13: Valores de Microdureza do material sinterizado, do material como recebido...	147

LISTA DE SIGLAS

ABNT NBR – Associação brasileira de normas técnicas;
AID – Aço inoxidável dúplex;
AIF – Aço inoxidável ferrítico;
AISD- Aço inoxidável superdúplex.
AISI- *American Iron and Steel Institute*
ACP's – Agente controlador de processo;
ANOVA – Análise de variância;
AOD- *Argon oxygen decarburisation*
ASM – *American society for metals*;
CCC – Cúbica de corpo centrado;
CFC – Cúbica de face centrada;
CCD- *Central Composite Design*
CCI- Arranjo inscrito
D10; D50; D90 – Distribuição acumulativa de 10, 50 e 90 %;
DOE – *Design of experiments* (planejamento de experimentos);
DRX – Difração de Raios-x;
EDE- Energia de defeito de empilhamento
EDX – Energia dispersiva de Raios-x;
ERE – Modo elétron retroespalhados;
ES – Modo elétron secundário;
H- Campo magnético aplicado
H_c – Campo coercivo
HRB – Dureza Rockwell B
HV: Microdureza Vickers
M – Magnetização
MAV- Magnetômetro de Amostra Vibrante
MO – Microscópio óptico;
MEV – Microscópio eletrônico de varredura;
MP- Metalurgia do pó

MPa – Megapascal

NbC – Carbeto de nióbio;

PRE_N – *Pitting resistance equivalent Number*

rpm – rotações por minuto;

TiC – Carbeto de titânio;

TTT- Tempo-temperatura-transformação

UNS – *Unified numbering system*;

VC – Carbeto de vanádio;

VOD- *Vacuum oxygen decarburisation*

ZTA- zona termicamente afetada

LISTA DE SÍMBOLOS

α – fase ferrita;

γ – fase austenita;

austenita secundaria (γ_2)

α' – martensita α'

ε – martensita ε

CoK_α – radiação monocromática via cobalto;

σ - Fase sigma

χ - Fase chi

H_2SO_4 : ácido sulfúrico

HCl : ácido clorídrico

γ_2 : austenita secundária

δ : ferrita delta

μ : média geral.

X_i - Variáveis independentes

β_i - Coeficiente a serem estimados

k - Número de variáveis independentes

χ_M - Susceptibilidade magnética

μ - Permeabilidade magnética

m_s : massa seca.

m_u : massa úmida.

m_i : massa da amostra imersa.

M_R - Magnetização remanente

M_S - Magnetização de saturação

R_2 - Coeficiente de determinação

R_2 (*adj.*) - Coeficiente de determinação ajustado

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	21
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS	21
1.2 OBJETIVOS	22
1.3 MOTIVAÇÃO	23
2. REVISÃO DA LITERATURA	25
2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS	25
2.2 EFEITOS DOS ELEMENTOS DE LIGA NOS AÇOS INOXIDÁVEIS	28
2.3 AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX	31
2.4 RECICLAGEM DE MATERIAIS	38
2.5 PROCESSO DE METALURGIA DO PÓ.....	40
2.5.1. MOAGEM DE ALTA ENERGIA.....	40
2.5.1.1. Sistema dúctil-dúctil.....	41
2.5.1.2. Sistema dúctil-frágil.....	43
2.5.1.3. Sistema Frágil-frágil.....	44
2.5.2. VARIÁVEIS DO PROCESSO DE MOAGEM.....	44
2.5.3. ADIÇÃO DE CARBETOS NO PROCESSO DE MOAGEM.....	50
2.5.4. PRENSAGEM	51
2.5.5. SINTERIZAÇÃO.....	53
2.6. MARTENSITA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO	58
2.7. CURVA DE MAGNETIZAÇÃO	60
2.8. PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS	62
2.8.1. PLANEJAMENTO FATORIAL	63
2.8.2. SUPERFÍCIE DE RESPOSTA.....	66
3. MATERIAIS E MÉTODOS	70
3.1 MATERIAIS	71
3.2 MÉTODOS	71
3.2.1. OBTENÇÃO DO AÇO NA FORMA DE CAVACOS	71
3.2.2. MOAGEM DE ALTA ENERGIA DE CAVACOS DE UM AID	72
3.3. PROJETO DE EXPERIMENTO - MOAGEM DE ALTA ENERGIA.....	77
3.4. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	80
3.5. COMPACTAÇÃO E SINTERIZAÇÃO	82

3.6.	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL SINTERIZADO	84
3.7.	MEDIDAS DE MICRODUREZA.....	85
3.8.	CARACTERIZAÇÃO PROPRIEDADES MAGNÉTICAS	85
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	88
4.1.	CARACTERIZAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX UNS S31803 NO ESTADO COMO RECEBIDO	88
4.2.	CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DO CAVACO DE UM INOXIDÁVEL DÚPLEX UNS S31803	89
4.3.	MOAGEM DE ALTA ENERGIA DE CAVACOS DE UM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX COM CARBETO DE NIÓBIO.....	90
4.4.	MOAGEM DE ALTA ENERGIA DE CAVACOS DE UM AÇO COM DIFERENTES TIPOS DE CARBETOS.	99
4.5.	PLANEJAMENTO FATORIAL	107
4.6.	SUPERFÍCIE DE RESPOSTA	115
4.7.	MICROESTRUTURA ELETRÔNICA VARREDURA - MOAGEM AÇO INOXIDÁVEL -PROJETO DE EXPERIMENTO.....	128
4.8.	ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS.....	133
4.9.	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL SINTERIZADO A VÁCUO À 1200°C COM E SEM TRATAMENTO DE ALÍVIO DE TENSÃO	135
4.10.	CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL SINTERIZADO A VÁCUO A TEMPERATURA DE 1250°C.	145
5.	CONCLUSÕES	151
6.	TRABALHOS FUTUROS.....	152
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	153
8.	ANEXOS	163
9.	TRABALHOS PUBLICADOS	176

1. INTRODUÇÃO

1.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Os aços inoxidáveis dúplex (AID) são constituídos por frações volumétricas de ferrita e austenita em proporções aproximadamente iguais, exibindo propriedades mecânicas e de resistência à corrosão superior aos outros aços (GUNN, 2003; SILVA e MEI, 2006; YANG *et al.*, 2011). Porém, são materiais que exigem cuidados especiais quando em operação sob o risco de comprometimento de suas propriedades. Neste sentido os aços inoxidáveis dúplex tem sido objeto de diversos estudos devido à diversidade de campos de atuação nos quais eles têm sido empregados.

Além disto, a produção do AID é complexa, sendo composta de uma série de etapas de tratamentos termomecânicos. Em se tratando de um material de alto valor agregado o seu reaproveitamento seria muito relevante e, em geral, é feito por fundição.

No ramo automobilístico, petrolífero e aeronáutico existe a demanda de produção de materiais com propriedades mecânicas diferenciadas de acordo com a aplicação além de baixo custo. Dessa forma, o reaproveitamento de sucatas de um AID atinge dois objetivos, baixo custo de obtenção do produto e apelo ambiental devido ao reaproveitamento de cavacos.

Componentes produzidos por metalurgia do pó (MP) a partir de ligas resistentes à corrosão estão ganhando cada vez mais importância no setor industrial (KLAR; SAMAL, 2007), oferecendo vantagens em relação ao processo convencional, tais como na produção de peças pequenas de formas complexas, geralmente de motores e engrenagens (BAUTISTA *et al.*, 2003). Entretanto, os recentes progressos levaram também para o entendimento de que o processamento adequado e sinterização do aço inoxidável, por meio da MP, são extremamente importantes para uma melhoria das propriedades, podendo satisfazer cada vez mais as aplicações exigidas.

Para melhorar as propriedades mecânicas de aços produzidos via metalurgia do pó, utiliza-se um composto de metal-cerâmica em que a adição de carbeto como reforço é

vantajosa (TRUEMAN, SCHWEINSBERG, HOPE, 1999). Carbetos são compostos formados por átomos de carbono e de metais. Os carbetos apresentam propriedades importantes, como um elevado ponto de fusão (acima de 3000°C), elevada dureza, e boa condutividade elétrica e térmica (GUBERNAT; ZYCH, 2014). Os carbetos agem como concentradores de tensões e bloqueadores de movimentação de discordâncias elevando a resistência mecânica.

Uma grande vantagem do aço inoxidável é a sua capacidade de ser reciclável. A reutilização ou reciclagem de materiais evita o descarte de materiais no meio ambiente, diminui a extração de recursos naturais e o aporte energético na fabricação de inúmeros tipos de peças. (DELFORGE *et al.*, 2007).

Nos dias de hoje, busca-se o reaproveitamento de materiais descartados de outros processos atingindo desta maneira dois objetivos, baixo custo de obtenção do produto e apelo ambiental devido ao reaproveitamento de resíduos, preservando o meio ambiente. O cavaco descartado no processo de usinagem do aço é submetido a moagem com adição de carbetos obtendo-se o pó com dimensões submicrométricas, gerando economia em todas as etapas envolvidas na fabricação do aço.

1.2. OBJETIVOS

O trabalho tem como objetivo a obtenção de um compósito de um aço inoxidável dúplex UNS S31803/carbetos, por meio da moagem de alta energia a partir de materiais descartados do processo de usinagem (cavacos) com e sem adição de carbetos metálicos: vanádio, titânio e nióbio.

Para alcançar tal meta, alguns objetivos secundários foram estabelecidos:

- Avaliar a eficiência da adição de carbetos de vanádio, nióbio ou titânio na moagem de cavacos do aço inoxidável dúplex UNS S31803.
- Avaliar a influência das variáveis tempo, rotação, relação mássica bola/pó, e da adição de carbetos no processo de moagem e sua eficiência na produção de pós.
- Avaliar a influência da pressão de compactação, tempo e temperatura de sinterização na microestrutura e nas propriedades mecânicas do aço inoxidável dúplex /carbetos.

1.3. MOTIVAÇÃO

Os AID apresentam características físico-químicas importantes que tornam estes materiais muito utilizados em indústrias do setor químico, petroquímico, marítimo, nuclear, de papel e celulose devido a excelente resistência à corrosão, soldabilidade e alta resistência em comparação com o aço inoxidável austenítico e ferrítico (SHASHANKA; 2015).

No Brasil e no mundo, a busca pela sustentabilidade de processos e produtos está cada vez mais intensa. Empresas buscam aprimorar seus processos reduzindo cada vez mais a utilização de recursos naturais. A reciclagem é largamente utilizada em materiais metálicos. A redução da utilização dos recursos naturais aliado ao constante crescimento da demanda de produtos, é de extrema necessidade para a sustentabilidade do planeta e das gerações futuras, pois além de reduzir o consumo de energia, minimiza o esgotamento dos recursos naturais disponíveis (CANAKCI; VAROL, 2015; ABRAHIM; LAJIS; ARIFFIN, 2015).

A reutilização dos materiais recicláveis tem como principais objetivos a minimização dos impactos ambientais e racionalização das cadeias energéticas (DELFORGE *et al.*, 2007). O processo de MP é um caminho promissor amplamente utilizado para produzir produtos de alta resistência para a fabricação de peças com formas complexas, com menos material e resíduos. Esta rota torna-se uma técnica vantajosa, já que 95% dos cavacos do metal usinado podem ser recuperados (GRONOSTAJSKI; CHMURA; GRONOSTAJSKI, 2006). Em relação a isto, tem sido crescente a aplicação de metalurgia do pó para a produção de peças de ligas resistentes à corrosão (KLAR; SAMAL, 2007).

A reutilização de resíduos industriais possui diversas vantagens ambientais, como, diferença de consumo de energia e emissão de efluentes. Segundo Padilha (2000) para se produzir metais a partir da reciclagem, é empregado apenas 15% da energia necessária para se obter a mesma quantidade por meio do processamento primário.

Um dos maiores problemas encontrados nas indústrias é o aumento dos custos da matéria-prima utilizadas nos processos de fabricação, assim como o aumento do consumo de energia verificados nos últimos anos o que têm levado os pesquisadores a desenvolver novos métodos que permitam reutilizar os cavacos de usinagem como matéria-prima barata para fabricar componentes mecânicos.

O processo de MP é um caminho promissor amplamente utilizado para produzir produtos de alta resistência para a fabricação de peças com formas complexas, com menos material e resíduos. Os benefícios da conversão direta de sucata em pó de metal e posterior

compactação incluem também uma redução de consumo energético, proteção do ambiente e menor emissão de poluentes no ar.

Na produção de aços inoxidáveis por metalurgia do pó, o tamanho de partícula é um fator importante que afeta a compressibilidade, aumentando a densificação e as propriedades dos produtos sinterizados (SURYANARAYANA, 2001; KURGAN; VAROL, 2010). Em trabalhos recentes, verificou-se que a adição de carbeto no processo de moagem de alta energia de cavacos do processo de usinagem aumenta a eficiência do processo de moagem, gerando uma diminuição do tamanho das partículas (MENDONÇA *et al.*, 2017; DIAS, *et. al.*, 2017; KUFFNER, *et. al.*, 2015).

Este trabalho se destaca por ser uma alternativa para a produção de compósitos de aço inoxidável dúplex/carbeto através do reaproveitamento de cavacos do processo de usinagem. Também possui apelo ambiental, uma vez que pode ser uma alternativa para reciclagem de resíduos que seriam descartados no meio ambiente.

Pelo fato de produzir partículas micro e nanométricas no processo de moagem de alta energia com adição de carbeto, os pós resultantes da moagem podem proporcionar um material sinterizado de alta densidade e propriedades mecânicas bastante significantes quando comparadas ao material fundido.

Além disto, na literatura existe uma escassez de trabalhos disponíveis sobre o efeito de parâmetros de moagem no processamento de resíduos de um AID. Em alguns trabalhos são verificados o efeito da relação massa/esfera e o efeito da rotação durante a síntese de aço inoxidável ferrítico por moagem planetária e de pós de um inoxidável dúplex (SHASHANKA; CHAIRA 2015). Para o melhor conhecimento dos autores, o presente trabalho é o primeiro estudo sobre as respostas de efeitos do tempo de moagem, rotação, relação massa/esfera e a adição de carbeto de vanádio no processo de moagem de cavacos de aços inoxidáveis dúplex.

Assim, as aplicações deste produto compósito podem ser amplas, de modo que requerem uma análise de suas propriedades para embasar sua seleção em determinada aplicação.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1. AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis dúplex são ligas constituídas por duas fases (ferrita/austenita) que consegue aliar as boas propriedades dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos (GUNN, 2003; SILVA; MEI, 2006; FRÉCHARD *et al.*, 2006; GHOSH *et al.*, 2012).

Os AID são definidos como uma liga de ferro (Fe), cromo (Cr) e níquel (Ni) que contém uma estrutura com duas fases ferrita/austenita, com a fase ferrita entre 30% e 70%. A primeira referência de tais ligas aconteceu provavelmente em 1927, quando Bain e Griffith, publicaram dados de um aço com uma estrutura ferrítica/austenítica. Nos anos subsequentes, ocorreu o desenvolvimento de muitas pesquisas na França, Alemanha, Suécia e Estados Unidos explorando tais ligas, inicialmente de materiais fundidos (GUNN, 2003).

A origem dos AID ocorreu na França por volta de 1933, quando um erro de adição de elementos de liga durante a fusão de um aço inox do tipo 18%Cr – 9%Ni – 2,5%Mo, na Companhia Jacob Holtzer, resultou numa composição química contendo 20% Cr – 8%Ni–2,5% Mo, que promoveu uma alta fração volumétrica de ferrita numa matriz austenítica (GUNN, 2003).

Os aços inoxidáveis quando expostos a atmosfera com oxigênio, formam uma camada passiva de óxidos que impedem o contato do metal com a atmosfera agressiva. Desta forma, o desenvolvimento dos aços inoxidáveis significou um grande avanço na fabricação de materiais resistentes a corrosão. Estes representam um papel importante no mundo moderno, mesmo que sua produção represente somente 2,2% do total de produção global de aços (PADILHA.; PLAUT; RIOS, 2007).

Os aços inoxidáveis são geralmente nomeados pelo sistema numérico *American Iron and Steel Institute* (AISI), pelo *Unified Numbering System* (UNS), ou pelo seu nome comercial. Para os aços inoxidáveis é utilizado o sistema UNS, a designação é feita pela letra *S* seguida

por um número de cinco dígitos. Para aços inoxidáveis de elevado teor de níquel (aproximadamente 25 a 35% de níquel, chamados superausteníticos) a letra utilizada é o *N* seguido por cinco números (DAVIS, 1997).

Durante o fim da década de 60 e início dos anos 70, de acordo com (GUNN, 2003) há dois fatores principais para o avanço do desenvolvimento do uso de aços inoxidáveis dúplex: primeiro a escassez do elemento níquel que elevou o preço dos aços austeníticos, combinada com o aumento das atividades da indústria *offshore* que demandaram aços inoxidáveis para trabalhar em meios agressivos. Em segundo, o processo de produção dos aços inoxidáveis aumentou com a introdução dos processos de refinamento *Vacuum oxygen decarburisation (VOD)* e *argon oxygen decarburisation (AOD)*, o que levou a uma melhoria significativa nas propriedades desses materiais. Esta técnica tornou possível obter reduções consideráveis nos níveis de elementos residuais tais como: oxigênio, enxofre, carbono, etc., ao mesmo tempo permitindo um maior controle da composição, especialmente nitrogênio (GUNN, 2003; MENDONÇA; OLIVEIRA; SILVA, 2016; PARDAL, 2009).

A resistência à corrosão por pite ou PRE_N (*Pitting Resistance Equivalent*) de acordo com a Equação 1, trata-se de uma expressão simples que permite comparar, de maneira genérica, a resistência à corrosão de diferentes aços inoxidáveis (GUNN, 2003; SILVA; MEI, 2006; PADILHA; PLAUT, 2009; MENDONÇA; OLIVEIRA; SILVA, 2016).

$$PRE = \%Cr + 3,3 \times \%Mo + 16 \times \%N \quad (1)$$

Em alguns aços inoxidáveis é adicionado ao elemento tungstênio, devendo ser acrescido o valor de 1,65%W na expressão 1, ou seja: (GUNN, 2003; PARDAL, 2009; MENDONÇA; OLIVEIRA; SILVA, 2016).

$$PRE = \%Cr + 3,3 \times (\%Mo + 0,5 \times \%W) + 16 \times \%N \quad (2)$$

Na Tabela 2.1 é mostrado a composição química de alguns aços inoxidáveis de alta liga, da liga lean dúplex, os chamados standard (liga padrão) e os aços superdúplex (AISD).

Várias pesquisas têm sido realizadas com o objetivo de produzir aços inoxidáveis com uma baixa porcentagem de níquel e molibdênio, os chamados aços inoxidáveis Lean dúplex. Este é um aço inoxidável ferrítico-austenítico desenvolvido nos anos 80, uma vez que os

elementos Ni e Mo estão se tornando caros e escassos (TAVARES *et al.* 2014). Nesta classe se destaca o aço UNS S32304. Os aços inoxidáveis Lean dúplex apresentam uma menor resistência à corrosão por pite, em comparação aos outros aços inoxidáveis dúplex, no entanto estes apresentam valores próximos com os da classe austenítica, AISI 304L e 316L. Contudo, a tensão de escoamento σ_e do tipo Lean é o dobro dos aços austeníticos (PARDAL, 2009).

Tabela 2-1: Composição química dos AID.

Alta liga									
Nome da liga	UNS		C	Cr	Ni	Mo	N	Cu	W
DP-3	S31260		0,03	24,0- 26,0	5,5- 7,5	5,5- 7,5	0,1-0,3	0,2-0,8	0,1-0,5
329	S32900	1.4460	0,08	23,0- 28,0	2,5- 5,0	1,0- 2,0	-----	-----	---
255	S32550	1.4507	0,04	24,0- 27,0	4,5- 6,5	2,9- 3,9	0,1- 0,25	1,5-2,5	----
Standard 22% Cr									
2205	S31803	1.4462	0,03	21,0- 23,0	4,5- 6,5	2,3- 3,5	0,08- 2,0	----	----
2205	S32205	1.4462	0,03	22,0- 23,0	4,5- 6,5	3,0- 3,5	0,14- 2,0	----	----
Liga Lean dúplex									
3RE60	S31500	1,4417	0,03	18,0- 19,0	4,3- 5,2	2,5- 3,0	0,05- 0,1		
2304	S32304	1.4362	0,03	21,5- 24,5	3,0- 5,5	0,6- 1,0	0,05- 0,2	----	----
Uranus 50	S32404		0,04	20,5- 22,5	5,58,5	2,0- 3,0	-----	1,0-2,0	----
Aço superdúplex									
DP 3W	S39274		0,03	24,0- 26,0	6,8- 8,0	2,5-35	0,24- 0,32	0,2-0,8	1,5-2,5
2507	S32750	1.4410	0,03	24,0- 26,0	6,0- 8,0	3,0- 5,0	0,24- 0,32	0,5	----
Zeron 100	S32760	1.4501	0,03	24,0- 26,0	6,0- 8,0	3,0- 4,0	0,2-0,3	0,5-1,0	0,5-1,0
UR 52N+	S32520	1.4507	0,03	24,0- 26,0	5,5- 8,0	3,0- 5,0	0,2- 0,35	0,5-3,0	----

Fonte: (GUNN, 2003; PARDAL, 2009)

Em aplicações para trocadores de calor nos quais a resistência à corrosão dos AISD é baixa para aplicações em altas temperaturas ou para a sua utilização em longos períodos, foram

desenvolvidos os chamados aços inoxidáveis hiperdúplex, substituindo os aços inoxidáveis superausteníticos que possuem altos níveis dos elementos Ni e Mo (JEON *et al.*, 2013).

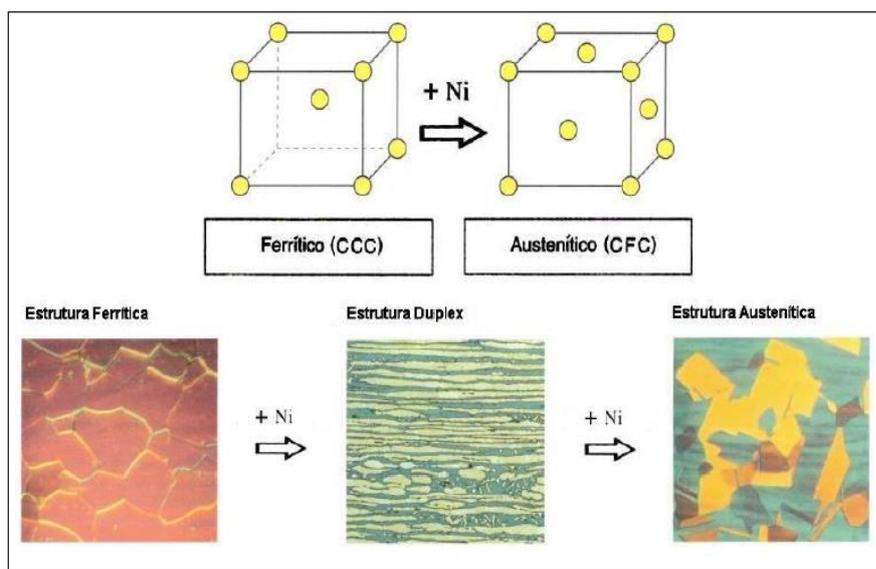
Os aços inoxidáveis são classificados de acordo com os valores de resistência à corrosão por pite ou PRE_N . Em geral, para o aço inoxidável Standard, tais como o UNS S32205, os valores definidos para PRE_N estão por volta de 35. Para os aços AISD tais como o UNS S32750, UNS S32760 e UNS S32550, apresentam um PRE_N de 40-45. Enquanto o aço inoxidável hiperdúplex, tais como o UNS S32707 são definidos como um aço inoxidável de alta liga, com um PRE_N acima de 45 (JEON *et al.*, 2013; KIM *et al.*, 2011; JANG *et al.*, 2011).

2.2. EFEITOS DOS ELEMENTOS DE LIGA NOS AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis possuem uma elevada resistência à corrosão devido ao fenômeno de passivação. Porém, quando esta camada passiva é destruída e as condições são desfavoráveis para a sua regeneração, um aço inoxidável torna-se vulnerável a corrosão atmosférica.

Alguns elementos como o carbono, nitrogênio, cobre, cobalto, além do níquel e do molibdênio, os quais são Gamagênicos, tendem a promover a formação da fase austenítica γ nestes aços. Outros elementos além do cromo, tais como o vanádio, molibdênio, tungstênio, silício, nióbio e alumínio, que são elementos Alfagênicos, tendem a promover a formação da fase ferrítica α nos aços inoxidáveis (LIPPOLD; KOTECKI, 2005; LOPES, 2006). Na Figura 2.1 se observa a influência do elemento níquel na microestrutura dos aços inoxidáveis (PARDAL, 2009).

Figura 2-1: Influência do elemento níquel na microestrutura dos aços inoxidáveis.



(Fonte: PARDAL, 2009).

Outros elementos, além do cromo, tais como titânio, nióbio, molibdênio, etc., podem ser adicionados à microestrutura de um aço, tendo como objetivo o aumento de sua resistência à corrosão e uma melhora de suas propriedades físicas e mecânicas. Abaixo estão ilustrados os efeitos de alguns elementos nas propriedades de um aço inoxidável (GUNN, 2003).

Molibdênio: o efeito benéfico deste elemento é a melhora da resistência à corrosão por frestas destas ligas quando em meios contendo cloretos. Este elemento é um forte formador da fase ferrítica.

Nitrogênio: este elemento tem um múltiplo efeito nas propriedades dos aços dúplex devido a um aumento da resistência à corrosão por pite, a precipitação da austenita e também do aumento da resistência mecânica.

Manganês: Elemento estabilizador da fase austenítica. Aumenta a solubilidade do nitrogênio. A adição de manganês no aço inoxidável aumenta a resistência à abrasão e ao desgaste. O manganês parece que influencia no aumento do intervalo de temperatura aonde ocorre à formação da fase sigma (σ). A ação combinada dos elementos manganês e nitrogênio em modernos AID acabam por melhorar a resistência à corrosão por pites e contraria os problemas associados com o Mn.

Cobre: Em alguns AID com 25% de Cr é adicionado 1,5% de Cu de maneira a se obter uma ótima resistência à corrosão em soluções contendo 70% de ácido sulfúrico (H_2SO_4) a $60^\circ C$.

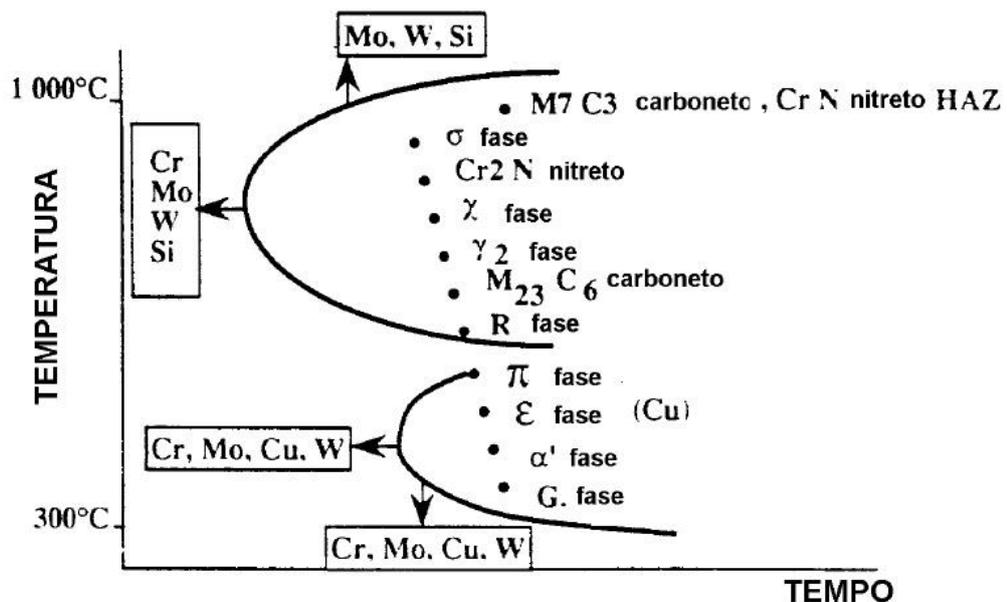
Entretanto, em soluções aquecidas de ácido clorídrico (HCl), uma adição de 0,5% de Cu diminui as taxas de dissolução ativa e de corrosão por frestas. Em geral, a adição do Cu para os AID e AISD é limitado em 2%, pois altos índices acabam por diminuir a ductilidade a quente e podem levar a precipitação de fases intermetálicas de elevada dureza.

Tungstênio: Adições de 2% de tungstênio aumentam a resistência à corrosão por pite. Este elemento favorece a precipitação de compostos intermetálicos em temperaturas entre 700°C e 1000°C, e intensifica a precipitação da austenita secundária (γ_2) no metal de solda.

Silício: É benéfica a sua utilização em serviços utilizando ácido nítrico em concentrações elevadas, pois confere uma melhor resistência à corrosão e também propicia uma maior resistência à corrosão nos AID em altas temperaturas de serviço. No entanto, como o Si é geralmente considerado um forte formador da fase σ , sendo este elemento preferencialmente adicionado numa proporção de até 1% nos AID.

Os elementos de liga podem influenciar a microestrutura e, conseqüentemente, podem ocasionar a precipitação de fases deletérias que podem prejudicar as propriedades mecânicas e magnéticas de um material quando submetidos a altas temperaturas. O diagrama esquemático da Figura 2.2 mostra as possíveis transformações de fases que podem ocorrer nos AID, na faixa de temperatura de 300°C -1000°C.

Figura 2-2: Precipitações das fases intermetálicas nos AID e a influência dos elementos de liga na curva tempo-temperatura-transformação (TTT).



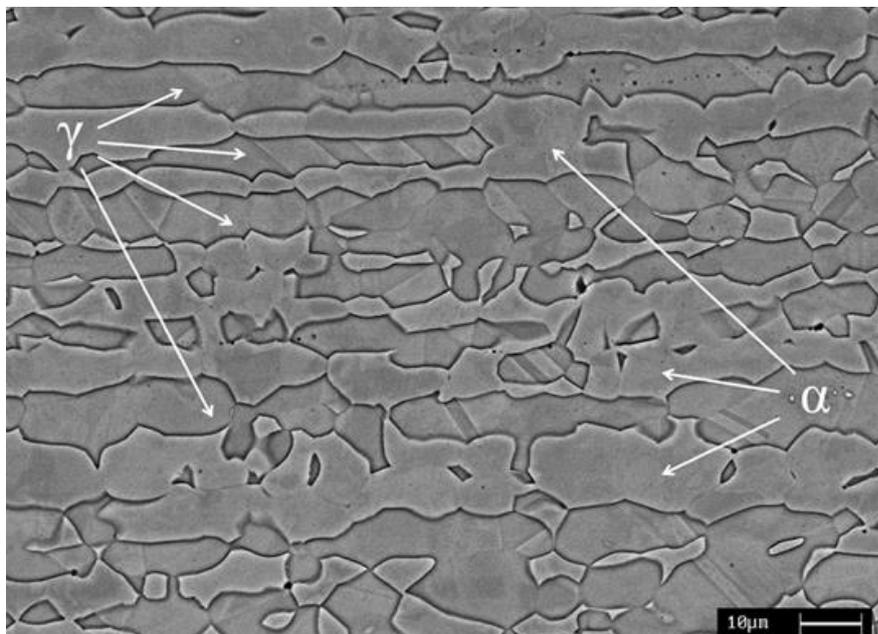
Fonte: CHARLES, 1991.

2.3. AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX

Aços inoxidáveis dúplex, que foram originalmente desenvolvidos na década de 1920, (GUNN, 2003, NOMANI *et al.*, 2013), estão se tornando cada vez mais tradicionais com o aumento de aplicações nas indústrias naval, de construção e de processamento químico devido à sua excelente combinação de propriedades mecânicas e resistência à corrosão (NOMANI *et al* 2013; CHEN; WENG; YANG, 2002).

A microestrutura dúplex pode ser obtida por meio do balanceamento dos elementos gamagênicos e alfa gênicos e de tratamento termomecânico (SENATORE; FINZETTO; PEREA 2007). Os processos termomecânicos são realizados em temperaturas entre 1000°C e 1250°C, apresentam um comportamento próximo do equilíbrio estável, produzindo uma estrutura lamelar com grãos alongados na direção de laminação e composta por uma matriz ferrítica com ilhas de austenita (SENATORE; FINZETTO; PEREA, 2007). Na Figura 2.3, observa-se a microestrutura do AID UNS S31803, no qual verifica-se a presença de ilhas da fase austenítica (γ) na matriz ferrítica (α).

Figura 2- 3: Microestrutura de um AID UNS S31803 do material como recebido na direção do processo de laminação. Onde: α : ferrita e γ : austenita.



Fonte: BREDA *et al.*, 2015.

Os AID são produzidos através do sistema AOD (descarburização por sopro combinado de oxigênio e argônio), apresentando baixos teores de carbono e são imunes à sensitização. Desenvolvimentos recentes tornaram possível o aumento do teor de nitrogênio em aços inoxidáveis, levando ao aumento da resistência mecânica, tenacidade e resistência à corrosão (MAGNABOSCO, 2001).

A estrutura dos aços inoxidáveis dúplex são compostos basicamente por ferro, cromo e níquel, além de elementos com comportamento semelhante a estes dois últimos, gerando o conceito de cromo equivalentes (Equação 3) e níquel equivalentes (Equação 4) (SOLOMON e DEVINE, 1982; MAGNABOSCO, 2001); assim, o estudo da metalurgia física destes aços pode ter início com a análise do sistema ternário Fe-Cr-Ni.

$$C_{req} = \%C_r + \%M_o + 1,5 \cdot \%S_i + 0,5 \cdot \%N_b \quad (3)$$

$$N_{ieq} = \%N_i + 0,5 \cdot \%M_n + 30 \cdot (\%C + \%N) \quad (4)$$

Os AID são aços em que a microestrutura consiste de duas fases principais: austenita (γ) uma fase Cúbica de Face Centrada (CFC) e ferrita (α) uma fase Cúbica de Corpo Centrado (CCC) em proporções praticamente iguais, que pode combinar as boas propriedades da fase γ e α (GUNN, 2003; SILVA; MEI, 2006; SENATORE; FINZETTO; PEREA, 2007; 2007, GHOSH *et al.*, 2012, FRÉCHARD *et al.*, 2006).

A fase γ é responsável por uma relativa ductilidade e resistência a corrosão uniforme; enquanto que a fase α é responsável pela resistência superior, bem como a resistência à corrosão (NOMANI *et al.*, 2013; SAEID *et al.*, 2008; MICHALSKA; SOZAŃSKA, 2005).

Os AID são baseados no diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni (POHL; STORZ; GLOGOWSKI, 2007). No diagrama ternário nota-se a existência de composições nos quais a presença de ferrita e austenita é possível; assim, o desenvolvimento de estrutura dúplex ferrita-austenita pode se dar pela correta escolha de composição e da execução de tratamento térmico de solubilização seguido de resfriamento rápido. Nas Figuras 2.4 e 2.5 são mostradas as seções isotérmicas a 1200°C e 1000°C do sistema Fe-Cr-Ni, respectivamente. O campo das duas fases em equilíbrio que caracteriza a estrutura dúplex aumenta com a redução de temperatura. Os tratamentos de solubilização são realizados nestas faixas de temperaturas.

Usualmente para ligas ferrosas denomina-se por δ (ferrita delta) todo sólido de estrutura cúbica de corpo centrado formado na solidificação; no entanto, muitos autores que estudaram o sistema Fe-Cr-Ni (SOLOMON e DEVINE, 1982; RAYNOR e RIVLIN, 1988; MAGNABOSSCO, 2001) convencionaram a utilização de α para qualquer ferrita formada por reações dependentes de difusão. O ponto marcado na Figura 2.4 e 2.5 aonde se encontra a composição do aço das amostras avaliadas no presente estudo, considerando os critérios de cromo e níquel equivalentes, calculados pela Equação 3 e 4, sendo, 26 % C_{req} e 12,3 % N_{ieq} .

Figura 2-4: Seção isotérmica a 1200°C do diagrama ternário Fe-Cr-Ni (RAYNOR e RIVLIN, 1988).

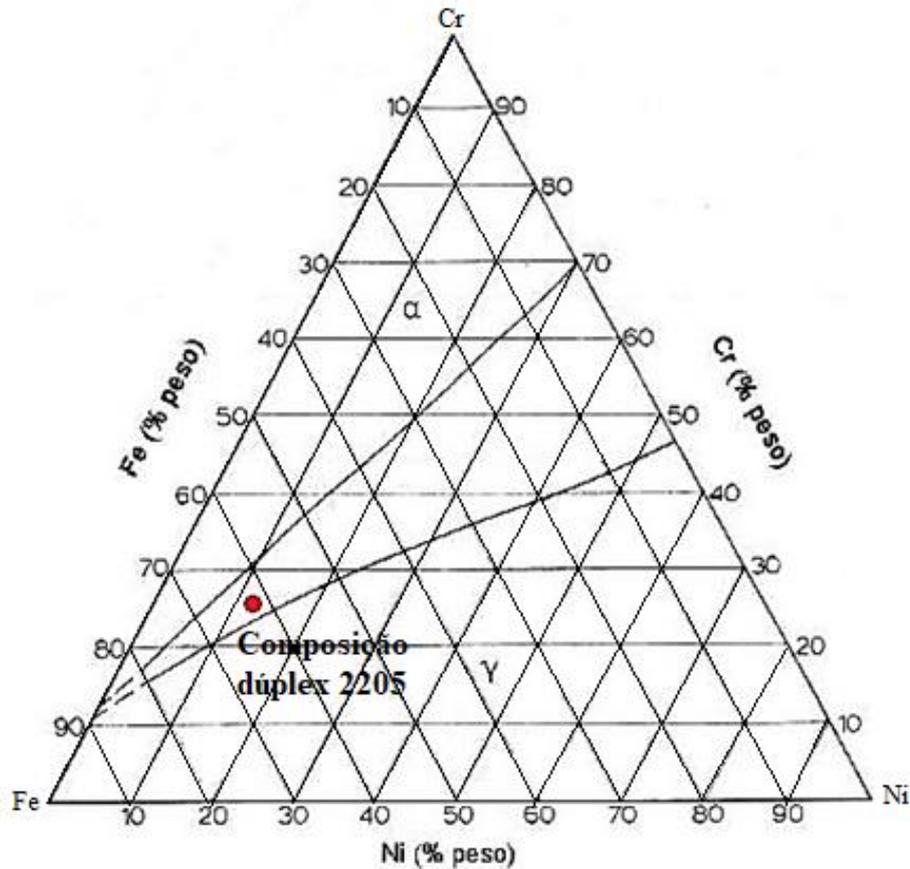
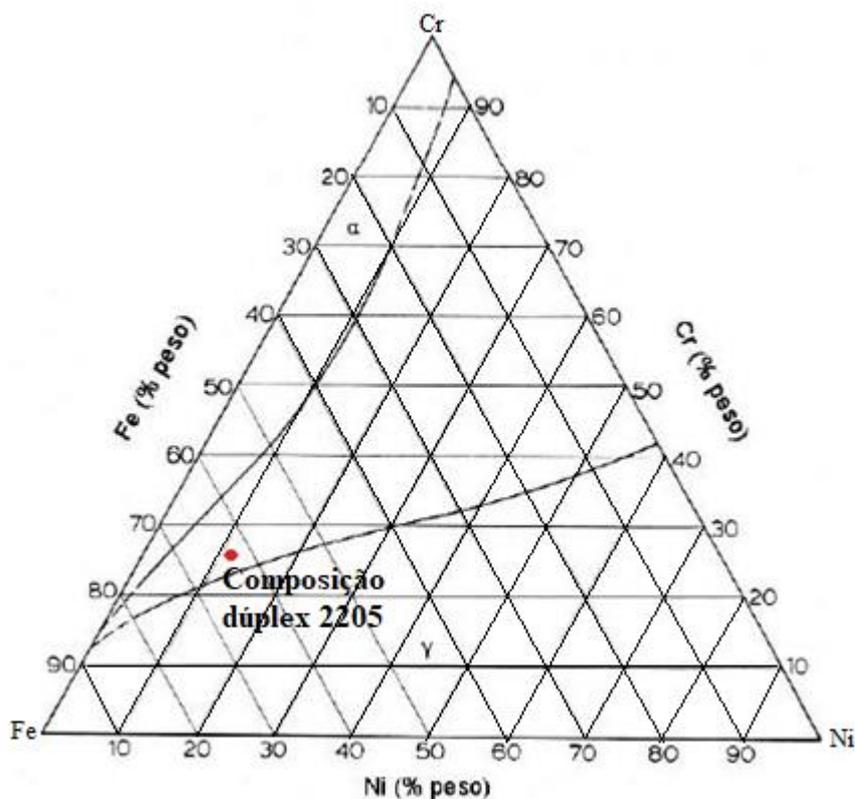


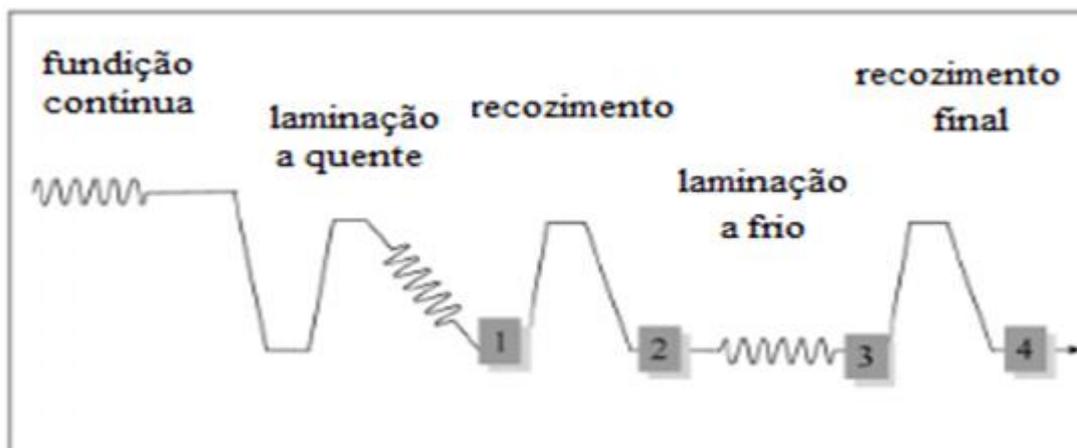
Figura 2- 5: Seção isotérmica a 1000°C do diagrama ternário Fe-Cr-Ni (RAYNOR e RIVLIN, 1988)



A rota de processamento para produzir chapas de AID consiste geralmente nas etapas alternativas de laminação e recozimento (Figura 2.6). O aço se solidifica dentro de uma estrutura ferrítica e austenita que se apresenta em solução sólida. Depois de lingotamento contínuo, o material é laminado a quente a temperatura entre 1000° e 1200°C em vários passes para atingir grande redução de espessura, sendo posteriormente recozido entre 1010 a 1080°C para dissolver os precipitados e para recuperar a ductilidade. Nesta etapa a composição química dos elementos gamagênicos e alfa gênicos são ajustadas para a obtenção de uma estrutura com uma porcentagem igual de ferrita e austenita.

A taxa de resfriamento deve ser alta para evitar a precipitação de fases com uma alta dureza, fragilidade como a fase sigma (σ). Na etapa final o material é laminado a frio até a espessura desejada, sendo posteriormente submetido ao tratamento de recozimento a temperatura de aproximadamente 1000°C, para a obtenção de um aço recristalizado e ajuste de suas propriedades (FARGAS *et al.*, 2008).

Figura 2- 6: Esboço do processo industrial para obtenção do aço inox (dúplex)



Fonte: FARGAS *et al.*, 2008.

O termo aço inoxidável dúplex passou a significar um tipo de aço ligado com 22 a 27% de cromo, 3 a 7% de níquel e até 4, 5% de molibdênio (TOPOLSKA; ŁABANOWSKI, 2009). A fração volumétrica de ferrita aumenta com o aumento da temperatura, de modo que a liga 2205 consiste de uma estrutura totalmente ferrítica na temperatura de 1300 ° C (MOMENI; DEHGHANI; ZHANG, 2012).

Devido ao efeito do refino de grão obtido pela estrutura austenítica - ferrítica e ao endurecimento por solução sólida, estes aços apresentam resistência mecânica superior aos aços inoxidáveis ferríticos e aços inoxidáveis austeníticos.

Uma importante classe dos AID é da grade 2205 (UNS S31803), os quais são utilizados na indústria de óleo e gás m tubos flexíveis para extração de óleo e nas bombas e nas indústrias de papel nos tanques para estocagem de produto, equipamentos e reagentes químicos (LACERDA *et al.*, 2015).

Os AID apresentam um baixo coeficiente de expansão térmica, a condutividade térmica é alta em relação aos aços inoxidáveis austeníticos, combinados com uma alta resistência mecânica (GUNN,2003). A Tabela 2.2 apresenta as propriedades físicas de alguns AID, AISD, austeníticos e ferríticos para temperatura de 20°C (GUNN, 2003). Na Tabela 2.3, se observa a variação da microdureza Vickers nas fases ferrítica e austeníticas a partir de três diferentes temperaturas de solubilização (1060, 1200 e 1300°C).

Tabela 2-2: Propriedades físicas típicas de alguns aços inoxidáveis dúplex, superdúplex, austeníticos e ferríticos.

Tipos de aços inoxidáveis		Módulo de Young (GPa)	Coefficiente de expansão térmica (10^3K^{-1})	Capacidade calorífica específica ($\text{JKg}^{-1}\text{K}^{-1}$)	Condutividade térmica $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
Ferríticos	S40900	205	10	480	22
	S44700	205	10	480	21
Austeníticos	S31603	205	16	520	16
	S31254	205	16	544	15
Dúplex	S31803	200	13	470	14
	S32304	200	13	470	16
Superdúplex	S32750	200	13	470	14
	S32760	190	12,8	482	12,9
	S32520	205	13,5	450	17

Fonte: (GUNN, 2003).

Tabela 2-3: Microdureza Vickers (HV) das fases α/γ formadas a partir de diferentes temperaturas de tratamentos de solubilização.

Temperatura de solubilização ($^{\circ}\text{C}$)	1060	1200	1300
Fase Ferrítica (α)	289 \pm 14	283 \pm 12	347 \pm 15
Fase Austenítica (γ)	396 \pm 16	341 \pm 19	315 \pm 13

(Fonte: LACERDA *et al.*, 2015).

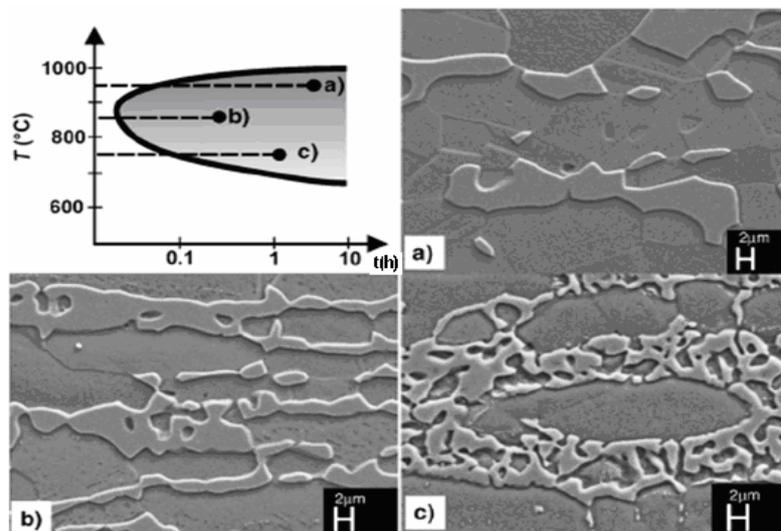
Um dos problemas dos aços inoxidáveis é a precipitação de algumas fases deletérias durante tratamento térmico. Numerosas mudanças estruturais podem ocorrer nos AID e AISD durante tratamento isotérmico (PARDAL, 2009), como a formação das fases chi (χ), sigma, alfa e, também, a precipitação de carbonetos e nitretos que podem comprometer as propriedades

mecânicas e magnéticas devido à instabilidade destes materiais quando expostos a altas temperaturas.

Uma fase que se destaca é a fase σ , sua presença é indesejável nos AID por comprometer tanto a resistência à corrosão quanto a tenacidade, além do grande endurecimento que causa no material (SEDRICKS, 1996, CHEN; WENG; YANG, 2002). Fase sigma apresenta um elevado teor dos elementos Cr e Mo e, geralmente, se forma na temperatura entre 600 e 950°C (SIEURIN; SANDSTRÖM, 2007; MICHALSKA; SOZAŃSKA, 2005; GUNN, 2003).

De acordo com (POHL; STORZ.; GLOGOWSKI, 2007), dependendo da temperatura de trabalho, diferentes morfologias podem ser encontradas para a fase sigma. O material envelhecido em torno de 750°C é formado de uma fase σ com morfologia do tipo “coral” (*coral like structure*), com placas de fase sigma (σ) menores distribuídas sobre forma de rede. Em temperaturas por volta de 850°C, uma estrutura com uma morfologia intermediária é encontrada. Para temperaturas em torno de 950°C resulta na formação de uma fase σ maior. Estas diferentes estruturas podem ser observadas na Figura 2.7.

Figura 2-7: Diferentes morfologias encontradas para a fase σ após envelhecimento isotérmico: (a) 950°C; (b) 850°C e (c) 750°C.



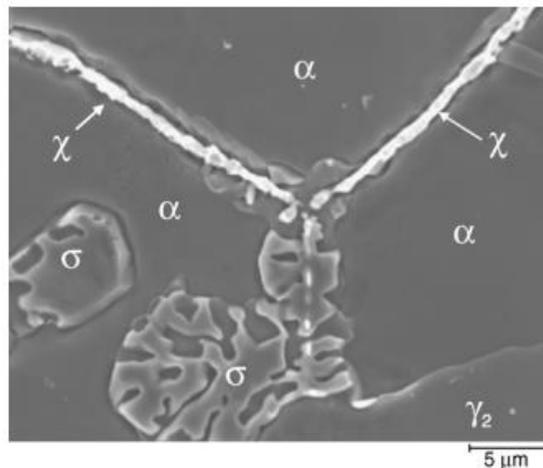
Fonte: (POHL; STORZ; GLOGOWSKI, 2007).

A fase chi (χ) se forma nos contornos entre a interface α/γ e dentro do grão da ferrita. (GUNN, 2003). Assim como a fase σ , ela é uma fase frágil e indesejável num aço por comprometer a tenacidade e a resistência à corrosão. Fase χ é um composto intermetálico que

é comumente relatado a sua formação nos aços inoxidáveis dúplex de Fe -Cr -Mo no intervalo de temperatura entre 700- 900 ° C, embora em pequenas quantidades (GUNN, 2003).

Na Figura 2.8, se observa a formação da fase χ , que se encontra parcialmente dissolvida na fase σ e situada nas fronteiras dos contornos de grãos (POHL; STORZ; GLOGOWSKI, 2007).

Figura 2-8: Precipitação da fase chi e crescimento da fase sigma em um tipo de AID fundido.



Fonte: (POHL; STORZ; GLOGOWSKI, 2007).

2.4. RECICLAGEM DE MATERIAIS

Hoje em dia, a produção de aço inoxidável é um dos mais importantes ramos da indústria metalúrgica em todo o mundo. A produção de aço atingiu aproximadamente 45,8 milhões de toneladas em 2016, acima das 41,5 milhões de toneladas produzidas em 2015 (FAN, et al., 2017). Estes materiais geralmente contêm quantidades consideráveis de metais e materiais de alto valor agregado. Devido à aplicabilidade deste material, o seu reaproveitamento se faz necessário, porém seu reaproveitamento via processo de fundição apresenta um alto custo, devido aos vários processos termomecânicos subsequentes realizados, sendo a rota de processamento de metalurgia do pó uma alternativa para o reaproveitamento do material.

De acordo com (SIMON, et.al., 2017) o processo de metalurgia gera 1.973.750 toneladas métricas / ano, sendo que em um período de dez anos, houve um aumento de cerca de oito vezes a produção de cavacos. Esse aumento na geração de resíduos é comparável ao

valor total do consumo per capita de aço, aço inoxidável, ligas de ferro e alumínio de cerca de 116 kg / pessoa por ano em 2000 para cerca de 150 kg / pessoa por ano de 2014.

Além disto, no final da vida útil de um componente mecânico ele é descartado em depósitos ou refundido, tornando este ciclo dispendioso para a indústria, enquanto o descarte traz problemas ambientais. O aumento dos custos de energia e das matérias-primas utilizadas nos processos de fabricação, que foram verificados nos últimos anos, levou os pesquisadores a desenvolver novos métodos de obtenção desses materiais, sendo uma alternativa a reutilização dos cavacos de usinagem como matéria-prima para a fabricação de novos componentes mecânicos (DOBRZANSKI, et. al, 2007; DELFORGE, et. Al, 2007).

Reciclagem é amplamente utilizado em materiais metálicos. Uma alternativa para reciclagem de materias, com uma produção mais limpa e com uma emissão menor de efluentes é a utilização do processos de metalurgia do pó que oferecem vantagens em relação ao processo convencional, como na produção de pequenas peças de formas complicadas, geralmente de motores e engrenagens (DELFORGE, et., 2007). Esta opção torna-se uma técnica vantajosa, uma vez que 95% dos cavacos de metal usinados podem ser recuperados (GRONOSTAJSKI; CHMURA; GRONOSTAJSKI, 2015).

Nos dias de hoje, busca-se o reaproveitamento de materiais descartados de outros processos atingindo desta maneira dois objetivos, baixo custo de obtenção do produto e apelo ambiental devido ao reaproveitamento de resíduos, preservando o meio ambiente. O cavaco descartado no processo de usinagem do aço é submetido a moagem com adição de carbetos obtendo-se o pó de ordem submicrométricos economizando todas as etapas envolvidas na fabricação do aço. Alguns trabalhos propõe a reutilização de cavacos de materiais, pode-se citar o trabalho de Delforge, 2007 que realizou a sinterização de cavacos de um aço inoxidável dúplex com o pó do mesmo material.

Yonekubo, 2010 utilizou o processo de moagem de alta energia para a produção de pós de um aço inoxidável superdúplex. CNACKSI; VAROL 2015, utilizaram o processo de moagem de alta energia para a produção de pós de uma liga de alumínio aeronáutico Al 7075. Dias, et. al, 2017 utilizaram a moagem de alta energia para a reciclagem de cavacos de uma liga de bronze de alumínio e a utilização de carbetos que aumentaram a eficiência do processo de moagem.

A produção de pós dúplex de aço inoxidável com a adição de carbetos por moagem mecânica de alta energia é um novo método para a reciclagem de cavacos. Com o aumento do

consumo de matéria-prima e energia e da geração de resíduos, a reciclagem é necessária por razões ambientais e industriais.

2.5. PROCESSO DE METALURGIA DO PÓ

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

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

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

2.5.1. MOAGEM DE ALTA ENERGIA

Moagem de alta energia é uma técnica de processamento do pó que permite produção de materiais homogêneos a partir de misturas de elementos de pós (SURYANARAYANA, 2001). Esta rota de processamento tem sido utilizada para sinterizar pós e para reduzir o tamanho de grão de matérias frágeis, podendo obter um produto final com estrutura refinada, atingindo até

mesmo tamanhos nanométricos. Também estas técnicas são usadas para formar ligas metaestáveis, materiais amorfos ou ligas estáveis por meio de misturas de pós-elementares (ATZMON, 1990; YONEKUBO, 2010).

O aumento dos custos da matéria-prima e de energia utilizados nos processos de fabricação verificados nos últimos anos têm levado os pesquisadores a desenvolver novos métodos que permitam reutilizar os cavacos de usinagem como matéria-prima barata para produção de componentes mecânicos. Grandes quantidades de cavacos de usinagem são geradas anualmente no setor industrial. A reutilização dos materiais recicláveis tem como principais objetivos a minimização dos impactos ambientais e racionalização das cadeias energéticas (DELFORGE *et al.*, 2007).

Os aços inoxidáveis dúplex produzidos por MP podem ser obtidos através de dois métodos diferentes. De um lado, a utilização do pó de uma pré-liga com uma composição concebida do material pode ser usado como matéria-prima; por outro lado, através da mistura de uma estrutura ferrítica e austenítica na proporção desejada, é possível alcançar a microestrutura dúplex (CAMPOS *et.al*, 2003).

O processamento de moagem de alta energia pode ser feito através da combinação de três diferentes comportamentos dos metais e ligas: (a) comportamento dúctil-dúctil, (b) comportamento dúctil- frágil, (c) comportamento frágil-frágil.

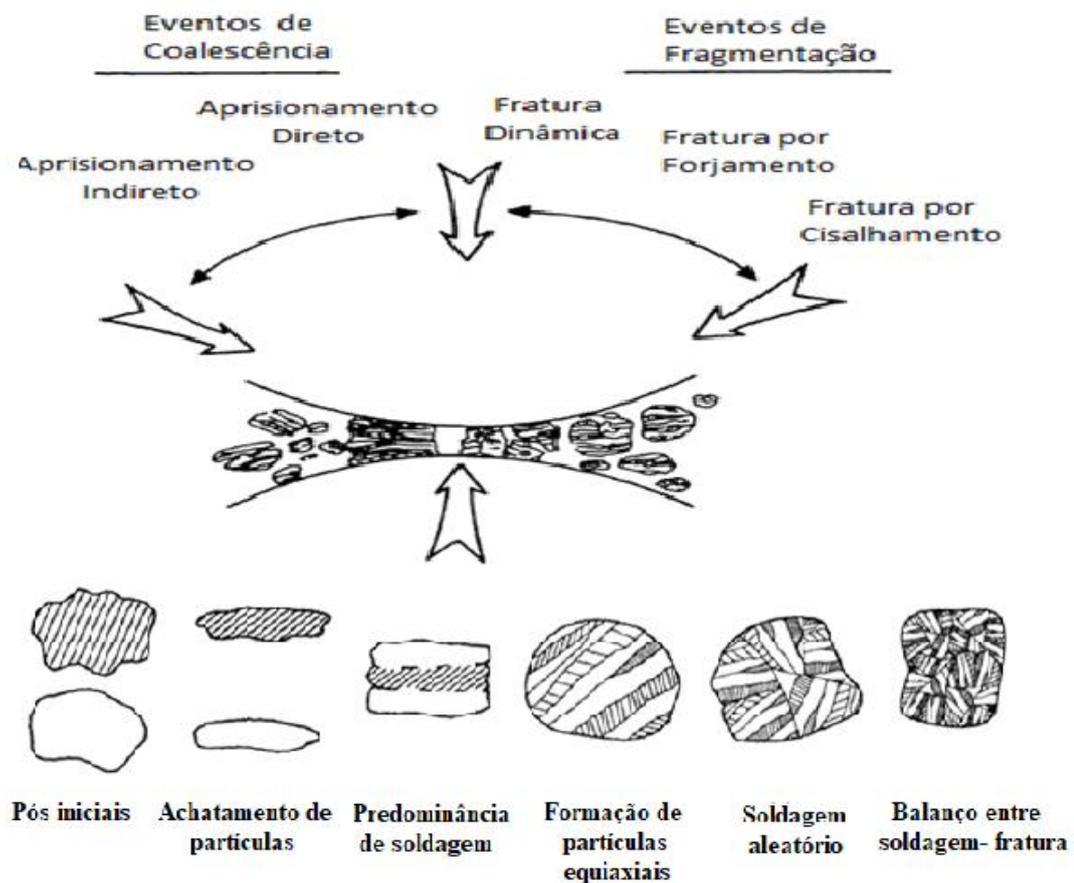
2.5.1.1. Sistema dúctil-dúctil

No processo de MAE do sistema dúctil-dúctil, os componentes metálicos dúcteis sofrem sucessivas soldagens a frio, encruamento e fraturas assumindo a forma de plaquetas ou flocos através de um processo de microforjamento. Para que ocorra a moagem e se caracteriza como um sistema dúctil-dúctil deve ocorrer pelo menos a presença de 15% de componente dúctil durante o processo de moagem, isto ocorre devido ao processo de moagem ocasionar repetitivas ações de soldagem a frio e fratura dos pós, sendo que a soldagem a frio ocorre somente em materiais com comportamento dúcteis (SURYANARAYANA, 2001). A ocorrência de repetidas soldagens e fraturas das partículas de ambos os metais, geram várias transformações, como: Deformação plástica (encruamento), soldagem a frio das partículas, soldagem a frio dos agregados e refinamento da microestrutura dos agregados (GILMAN; BENJAMIN, 1983; SURYANARAYANA, 2001; DIAS, *et. al*, 2017; MENDONÇA, *et. al.*, 2017)

O mecanismo de moagem com componentes dúcteis foi descrito pela primeira vez por Benjamin e Volin, e de acordo com estes a moagem pode ser conveniente dividido em cinco estágios. O processo de moagem pode ser verificado através da Figura 2. 9, quando as partículas dos pós estão confinadas em duas esferas de moagem em colisão. No primeiro estágio as partículas dúcteis equiaxiais se encontram achatadas, de um micro forjamento resultando em partículas com o formato de flakes (MURTY; RANGANATHAN, 1998).

No segundo estágio observa-se um aumento do tamanho médio das partículas, o aumento da área de superfície das partículas resulta em uma soldagem a frio dos componentes em pó, resultando em microestrutura *sandwichlike*. Aumentando o tempo de moagem, o tamanho de partícula diminui por causa do endurecimento por deformação plástica, as partículas tendem a se tornar equiaxiais (terceira fase) (SURYANARAYANA, 2001).

Figura 2-9: Figura esquemática de eventos que ocorrem durante a colisão entre o pó e as esferas.



Fonte: Murty & Ranganathan, 1998.

A quarta etapa é chamada de orientação aleatória para a soldagem na qual um número de colônias de orientação aleatória se desenvolve em cada partícula compósita. A dureza e o tamanho de partícula tendem a atingir uma saturação no estágio final (estado estacionário) sugerindo que a frequência de soldagem e fratura são equilibradas. Ocorre uma diminuição interlamelar em cada partícula com a moagem na quinta fase.

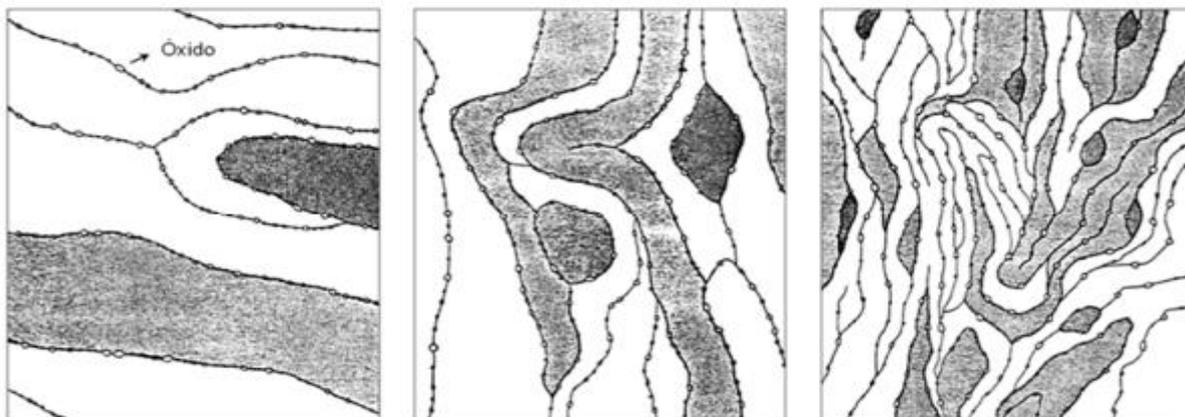
2.5.1.2. Sistema dúctil-frágil

Nas etapas iniciais do processo de moagem, as partículas do pó metálico de um material dúctil tornam-se achatadas pelas colisões entre o pó e a esfera, enquanto que as partículas do óxido ou intermetálico frágeis ficam fragmentadas/trituradas e se dispersam sobre as partículas dúcteis encruadas devido à colisão ocorrida entre as mesmas e as esferas de moagem (ZHANG, 2004). As partículas frágeis cominuídas não estão totalmente dispersas na matriz e tendem a ser aprisionadas pelas partículas dúcteis. O processamento dos materiais dúcteis-frágeis por metalurgia do pó pode ser visualizado através da Figura 2.10, as partículas frágeis tendem a ser fragmentados, tornam-se obstruída pelos constituintes dúcteis e preso em partículas dúcteis. O componente frágil é estreitamente espaçado ao longo do espaçamento interlamelar.

Com o prosseguimento da moagem, ocorre um aumento da dureza das partículas de pó dúctil e, conseqüentemente, as lamelas são refinadas. A composição das partículas individuais converge para a composição global da mistura de pó de partida. Com o prosseguimento da moagem, as lamelas tornam-se mais refinadas, o espaçamento interlamelar diminui, e as partículas quebradiças ficam uniformemente dispersas (SURYANARAYANA, 2001). A próxima etapa é a obtenção da estabilidade entre a deformação, soldagem e fratura, que obtém boa homogeneização e finalizando o processo de ligação mecânica.

O processo de moagem de alta energia pode dar origem a vários fenômenos, como a deformação plástica, com modificação da forma, a soldagem ou fratura das partículas (NOWOSIELSKI, 2005).

Figura 2- 10: Figura esquemática da evolução microestrutural durante a moagem de um sistema dúctil-frágil. Sistema típico da dispersão com reforço.



Fonte: (Suryanarayana, 2001).

2.5.1.3. Sistema frágil-frágil

Nas fases iniciais de MA, pensava-se que a moagem de componentes frágeis/quebradiças resultaria apenas na fragmentação dos componentes individuais para o limite de cominuição sem a formação de qualquer liga. Isto é devido ao fato da ausência de um componente dúctil que impede que o processo de soldagem ocorra. No entanto, foi reportado a ocorrência da formação de fases em sistemas de componentes frágeis/frágeis tais como Si - Ge e Mn - Bi

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

A moagem ocorre até que as partículas obtenham dimensões tão pequenas que, a partir deste ponto, comportam-se como partículas dúcteis. Esta etapa é denominada como limite de cominuição e os componentes frágeis não sofrem mais reduções dimensionais alcançados neste patamar (SURYANARAYANA, 2001).

2.5.2. VARIÁVEIS DO PROCESSO DE MOAGEM

A cinética de formação da liga e outras transformações de fase induzidas durante os processos de moagem dependem da energia transferida para o pó a partir das esferas, durante a

moagem. A transferência de energia é regulada por muitos parâmetros tais como: tempo de moagem, velocidade de moagem, temperatura de moagem, atmosfera de moagem, relação entre massa de material e massa de esferas (MURTY; RANGANATHAN, 1998; SURYANARAYANA, 2001).

Segundo SURYANARAYANA (2001), SHASHANKA; CHIARA, 2015, os parâmetros mais parâmetros ou variáveis envolvidas no processo de moagem de alta energia são:

- Tipo de moinho;
- Rotação da moagem;
- Tempo de moagem;
- Razão entre massa de material e massa de esferas;
- Atmosfera de moagem;
- Agentes controladores de processo (ACP's).

O tempo de moagem é o parâmetro mais importante. Normalmente, o tempo é definido de forma a se obter um estado de equilíbrio entre a fratura e soldagem a frio das partículas de pó. O tempo necessário pode variar dependendo do tipo de moinho utilizado, da velocidade de moagem, da relação massa/esfera e a temperatura de moagem. (SURYANARAYANA, 2001; TORRES; SCHAEFFER, 2010).

O refinamento da estrutura pode ser aproximado por uma função logarítmica do tempo, e depende da energia mecânica absorvida (*input*) no processo enquanto o aumento da deformação plástica dos materiais a ser processado. Em tempos altos de moagem uma condição de equilíbrio é alcançada, marcado pela saturação, obtendo um valor de dureza constante e distribuição de tamanho de partícula constante (BENJAMIN; VOLIN, 1974).

Dias, et.al, 2017 ao realizar a moagem de cavacos de uma liga de bronze de alumínio com a adição de carbetos de nióbio, estes autores verificaram que o aumento do tempo de moagem é um dos fatores mais importantes para a redução das partículas.

A velocidade de moagem é um parâmetro importante no que se refere à eficiência do processo, ou seja, a frequência e a energia cinética dos choques gerados durante a moagem estão diretamente ligadas ao tempo de moagem, uma vez que a velocidade de choque das esferas de moagem depende do tipo de moinho utilizado (CANAKCI; VAROL 2015, SURYANARAYANA, 2001).

No processo de moagem, quanto maior a velocidade dos moinhos, maior a energia entregue ao pó. No entanto, dependendo do tipo de moinho existem certas limitações à

velocidade máxima que podem ser utilizadas. Devido aos processos característicos do moinho de alta energia que envolve deformação repetida, soldagem a frio e fragmentação, mudanças estruturais como diminuição do tamanho do cristalito e acumulação de tensão de rede ocorreram em pós deformados severamente (CANAKCI; VAROL 2015).

Rahmanifard et al. 2010 estudaram o efeito da relação massa/esfera (10: 1 e 15: 1) e velocidade de moagem entre (300 e 420 rpm) durante a moagem de um aço inoxidável ferrítico. Os autores observaram que o tamanho de cristalito e tamanho de partículas do aço inoxidável ferrítico reduziram com o aumento da velocidade de moagem e da relação massa/esfera. Shashanka e Chiara, 2015 estudaram o efeito da velocidade de moagem (64% e 75% da velocidade crítica) durante a moagem num moinho planetário dos pós dos elementos Fe-18Cr-13Ni (dúplex) e Fe-17Cr-1Ni (ferríticos) por 10 horas de moagem, verificaram que o tamanho de partículas obtido para a velocidade crítica de 75% para o AID e aço inoxidável ferrítico (AIF) foi de 3,5 e 2,4 μ m, respectivamente.

Para altas velocidades de moagem, os corpos de moagem ficam aderidos em sua parede interna do jarro devido à força centrífuga, não ocorrendo impacto contra o material a ser moído, portanto torna-se necessário ajustar a velocidade (velocidade crítica) de forma que as esferas alcancem a maior altura possível e, em seguida, caiam sobre o pó em razão da gravidade (SURYANARAYANA, 2001).

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

A relação massa de material e massa de esferas tem uma significativa importância para se alcançar uma determinada fase no processo de moagem. Quanto maior a relação, menor o tempo requerido. Shashanka e Chiara, 2015 estudaram o efeito da relação massa/esfera (1/6 e 1/12) durante a moagem num moinho planetário dos pós dos elementos Fe-18Cr-13Ni (dúplex) e Fe-17Cr-1Ni (ferríticos) para 10 horas de moagem, verificaram que a moagem realizada com uma relação massa/esfera de 1/12 ocorreu uma maior diminuição do tamanho das partículas em comparação com a moagem de 1/6. Estes autores verificaram que para a moagem com uma relação massa/esfera de 1/12 se observou uma rapidez maior na transformação da fase α -Fe para γ -Fe na produção de um aço inoxidável dúplex, devido a maior energia de impacto, aumentando os defeitos gerados e a frequência de colisões no sistema jarro/esfera/pó.

Nos processos de moagem, para evitar a contaminação dos pós, são utilizados gases inertes, tais como argônio ou hélio (MURTY; RANGANATHAN, 1998; SURYANARAYANA, 2001). Nitrogênio, em alguns casos não pode ser utilizado no processo para prevenir a contaminação, visto que este gás pode reagir com os materiais.

O processo de moagem de materiais dúcteis consiste no processo de soldagem a frio repetida e fraturação (SIVASANKARANA et.al., 2011). Um agente controlador do processo (ACP's) pode ser adicionado a moagem para reduzir o efeito da soldagem a frio dos materiais dúcteis e para alcançar o equilíbrio adequado entre a soldagem e a fratura (MURTY; RANGANATHAN, 1998). Os agentes controladores do processo podem estar em diferentes formatos: no estado sólido, líquido ou gasoso, este material evita o processo de soldagem a frio. Os principais ACP's utilizados são os materiais orgânicos, tais como o ácido esteárico, metanol e tolueno.

Shashanka e Chaira, 2015 verificaram através da difração de raios X de um AID produzido via MP a partir dos elementos Fe, Cr e Ni que o tamanho de partícula do AID e AIF submetido a moagem na presença de ácido esteárico durante 10 h ficou em torno de 13 e 14 μm , enquanto que o tamanho de partícula é de 20 e 16 μm , sem a presença de ácido esteárico, respectivamente.

A temperatura de moagem é um parâmetro importante no processo de moagem. A moagem de alta energia é caracterizada por repetidas soldagens e fratura do pó, a extensão do comportamento da fratura e do processo de soldagem está relacionada com o comportamento de deformação do material e da temperatura de moagem. Assim, a natureza das transições de fase durante a moagem são, em grande medida, uma função da temperatura de moagem (MURTY; RANGANATHAN, 1998).

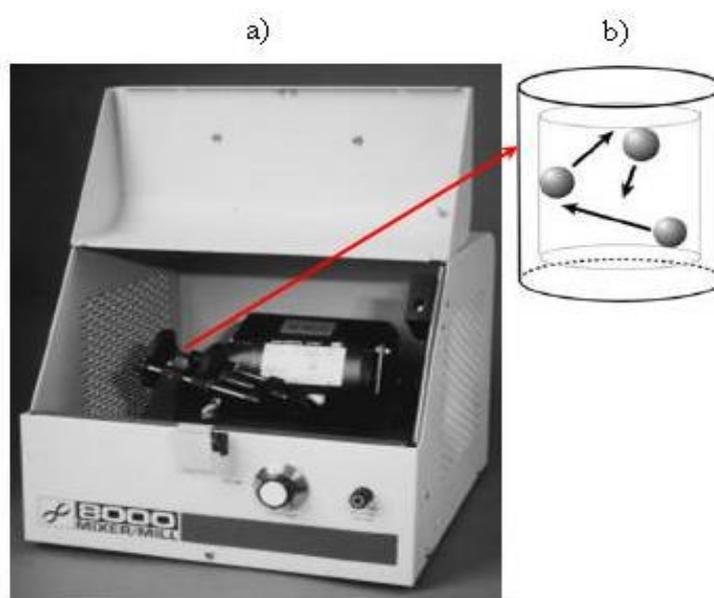
No processamento dos materiais em altas velocidades de moagem, um dos problemas decorrentes é o aquecimento do jarro e do material. O superaquecimento gerado nos materiais devido a tempos de moagem elevados acarreta um aumento da soldagem/aglutinação dos pós. Para minimizar este problema, recomenda-se um resfriamento do material decorrente de tempos de paradas de alguns minutos ou horas no processamento de materiais por metalurgia do pó.

Existem vários tipos de equipamentos que são empregados para realizar moagem de alta energia, os quais se diferem em sua capacidade, velocidade de operação, e a sua capacidade de um controle da operação, fazendo variar a temperatura de moagem e uma diminuição da contaminação do pó. Para o processamento de moagem de alta energia, os moinhos mais

utilizados para o processamento são os do tipo Spex, Attritor e planetário, uma breve descrição dos moinhos serão apresentados a seguir:

- Os moinhos do tipo Spex (Figura 2. 11) são moinhos de alta energia, vibratórios, porém a moagem é limitada a valores de 10-20 g de pó por vezes. Estes moinhos são utilizados para investigações no laboratório e para a finalidade de selecionar a liga estudada (SURYANARAYAMA, 2001). Este moinho pode produzir pequenas quantidades de pós em tempos relativamente curtos, em torno de uma hora. Neste processo as esferas e o material a ser moído são colocadas num jarro, que é agitada a altas frequências em um ciclo complexo que envolve o movimento em três direções ortogonais (MAURICE; COURTNEY, 1990). Devido à alta velocidade gerada e a amplitude dos movimentos, a força de impacto gerada é muito alta, acarretando uma alta energia de moagem.

Figura 2-11(a): Moinho marca SPEX, modelo 8000D. (b) Ilustração do movimento dos agentes moedores.



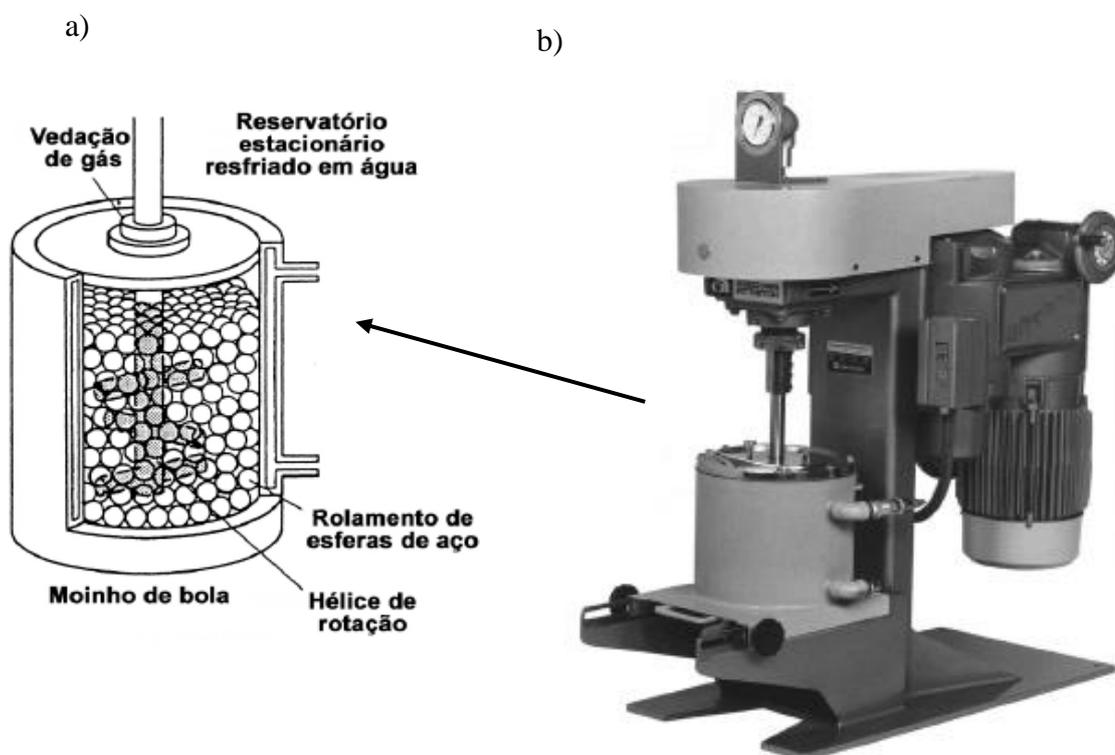
Fonte: (Adaptado: SURYANARAYANA, 2001)

- O moinho tipo Attritor (Figura 2. 12) pode ser usado para produzir volumes moderados de material em tempos moderados, tipicamente, na ordem de algumas horas. Este moinho é constituído de um cilindro e de uma série de hastes horizontais fixadas ao longo deste eixo. O acionamento do moinho faz com que o eixo central e as hastes horizontais girem provocando a

movimentação das esferas de moagem junto ao material a ser moído juntamente com a ação de forças de impacto e cisalhamento que acarretam no processo de moagem.

Estes moinhos de alta energia podem chegar a produção de 40 kg/h numa escala industrial. Neste tipo de moinho, as quantidades de esfera e de pó ou cavacos de um material são mantidas em um tanque vertical estacionário e são agitadas por impulsores radiais a partir de um eixo central rotativo (MAURICE; COURTNEY, 1990).

Figura 2 -12: (a) Ilustração do conjunto de braços rotativos do moinho b) Moinho attritor, modelo 1-S.

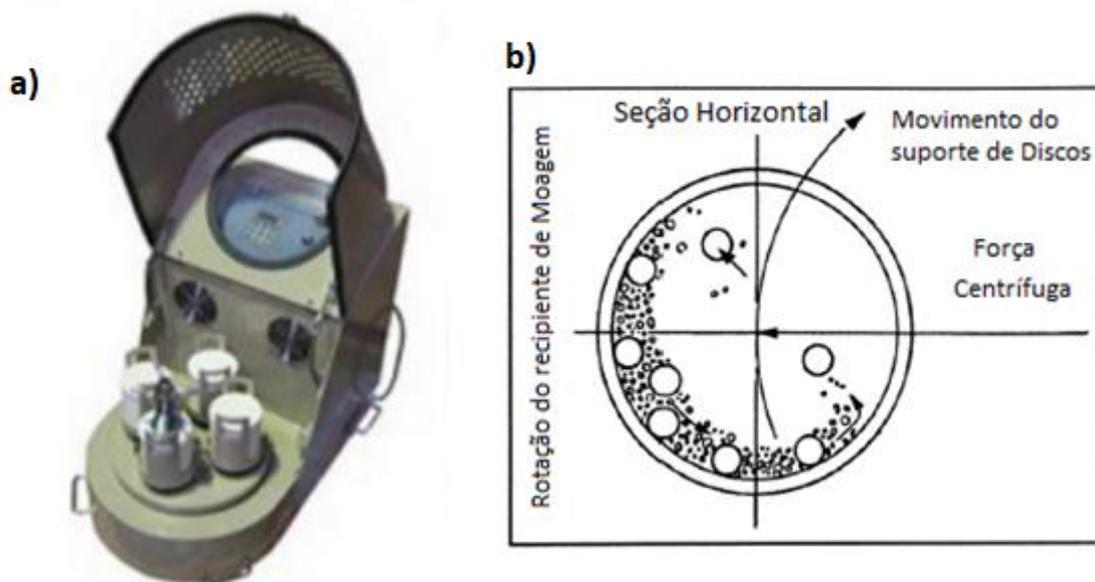


Fonte: Adaptado de (GORRASI; SORRENTINO, 2015; SURYANARAYANA, 2001)

A moagem de alta energia utilizando um moinho planetário consiste em um moinho convencional horizontal de bola, no qual o pó e as esferas são colocados em um jarro no seu interior (> 1 m de diâmetro) (Figura 2. 13). Moinhos do tipo planetário são usados para produzir grandes volumes de pó, os tempos de processamento são tipicamente longos, na ordem de dias ou mais. Estes moinhos são chamados de planetários devido ao movimento de rotação e translação se assemelhar ao movimento dos planetas (planetário).

Nos moinhos planetários os jarros são dispostos sobre uma base de rotação com suporte e um mecanismo de acionamento para rotação em seu próprio eixo. Uma força centrífuga é produzida devido ao movimento de rotação e translação dos jarros em torno do próprio eixo, provoca uma interação das esferas entre si com a parede do jarro e, conseqüentemente, sobre o material a ser moído. A velocidade linear gerada neste tipo de moinho é maior do que a do spex, mas a frequência de impacto é menor. A energia envolvida é menor no moinho planetário comparada com a do spex (SURYANARAYANA, 2001).

Figura 2-13: (a) Moinho planetário Fritsch Pulverisette P5. (b) Esquema representando o movimento das esferas dentro do moinho.



Fonte: Adaptado de (SURYANARAYANA, 2001)

2.5.3. ADIÇÃO DE CARBETOS NO PROCESSO DE MOAGEM

Nos últimos anos, vários estudos têm sido realizados para a produção de compósitos de uma matriz de metal sinterizado juntamente com partículas cerâmicas incorporadas, denominadas óxidos ou carbetos como por exemplo Al_2O_3 , VC, NbC, TiC, WC. Tais partículas têm atraído interesse, devido as suas excepcionais propriedades mecânicas, físicas e químicas, com o objetivo de aumentar a eficiência da moagem de alta energia e a resistência mecânica do material obtido (MADEJ, 2013; SUBRAMANIAN *et al.*, 1996).

Carbetos são compostos em que o carbono é combinado com elementos menos eletronegativos de um metal ou de um semimetal, sendo utilizados no processo de moagem para melhorar as propriedades como a resistência ao desgaste, a partir da adição de carbetos metálicos em partículas dispersos na matriz metálica de produtos obtidos pelo processo de MP. Os carbetos têm uma dureza elevada, assim como um módulo de elasticidade e resistência ao desgaste elevados, boa condutividade elétrica e térmica (GUBERNAT; ZYCH, 2014; KOSOLAPOVA,1971).

Um dos materiais utilizados é o carbeto de nióbio (NbC) que é um composto que apresenta uma alta dureza, boas propriedades químicas, módulo de Young elevado e um ponto de fusão acima de 3000 ° C (MADEJ, 2013; SUBRAMANIAN, et al., 1996).

Outro carbeto utilizado é o carbeto de vanádio (VC) que apresenta elevada dureza, sendo um material importante para aplicações industriais devido à sua excelente resistência a altas temperaturas, alta estabilidade química e térmica, mesmo a altas temperaturas.

Kufffer, et.al,2015 verificaram que a adição de carbeto de nióbio na moagem de alta energia de um aço 52100 no tempo de 20 horas aumentou a eficiência do processo de moagem com uma maior diminuição do tamanho de partículas.

O aumento da eficiência do processo de moagem pode ser explicado pelo fato da maioria dos aços apresentarem 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 à ruptura, através da combinação do processo dúctil-frágil.

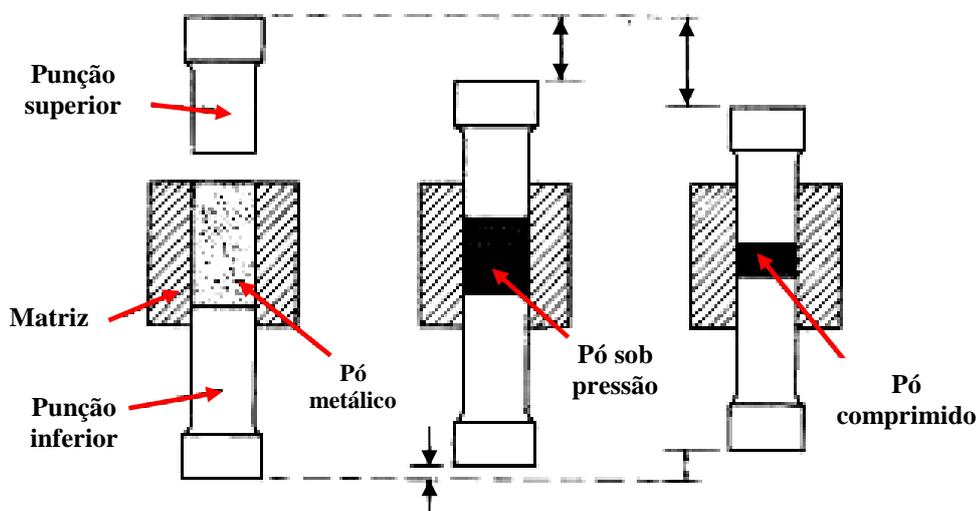
2.5.4. PRENSAGEM

Após a moagem e/ou mistura, o pó passa pelo processo de compactação (moldagem). Neste processo o pó é prensado no interior de uma matriz rígida (composta por uma matriz e dois punções). No interior de matrizes cujas cavidades correspondem normalmente à forma e dimensões das peça final obtem-se o denominado compactado verde (DELFORGE et al.,2007). A compactação de pós metálicos é influenciada por fatores relativos ao ferramental usado no processo de prensagem como o tipo de prensa, de matriz, o método de prensagem ou até o lubrificante utilizado nas paredes da matriz.

Pós de um aço inoxidável dúplex obtidos por meio do processamento de MP devem ser suficiente irregulares na forma para exibir uma boa resistencia do material compactado a verde e ao mesmo tempo, deve deformar facilmente sobre pressão, ocorrendo uma maior ancoragem (KLAR; SAMAL, 2007). O processo de prensagem é dividida em tres estagios: (a) preenchimento do molde/matriz, (b) compactação do pó, (c) extração da matriz. Os métodos mais comuns de prensagem utilizados são a prensagem uniaxial e a prensagem isostática.

Na operação de prensagem uniaxial o pó é compactado por meio da aplicação de pressão na direção uniaxial por meio de uma ou várias punções (BRISTOT; BRISTOT; GRUBER, 2014), sendo a técnica de conformação mecânica mais utilizada para a compactação de pós de diversos tipos de materiais. A prensa uniaxial consiste de um equipamento com uma matriz rígida, aberta ou fechada com dois punções, em que a pressão aplicada sobre o punção superior cria uma força na direção axial ou longitudinal comprimindo o material (KLAR; SAMAL, 2007), como pode ser observado na Figura 2.14.

Figura 2-14: Esquema da compactação uniaxial de pós metálicos (adaptado de ASM METALS HANDBOOKS, 1998).



Fonte: Adaptado de (ASM METALS HANDBOOKS, 1998)

A aplicação da carga pode ser unidirecional, quando somente um dos punções se movimenta no interior da matriz e também pode ocorrer a prensagem bidirecional. Se a espessura da peça que se deseja obter é pequena e sua geometria é simples, a carga pode ser aplicada em apenas um sentido, sendo denominada ação simples.

A utilização de prensagem bidirecional é recomendada quando a peça quando possui uma espessura mais elevada, e geometria complexa, que requer uma uniformidade de compactação. Neste caso, há a aplicação de carga simultânea dos punções, ou seja, tanto o punção superior quanto o inferior se movimentam durante a aplicação de pressão. Durante a extração da peça o atrito gerado entre as partículas do pó e a parede da matriz de compactação pode propiciar o aparecimento de trincas devido as tensões geradas. Um defeito decorrente do processo de prensagem uniaxial é 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.

2.5.5. SINTERIZAÇÃO

A sinterização é a fase final do ciclo de consolidação do pó metálico. Este processo ocorre devido à difusão atômica entre as partículas que estão em contato, assim a peça adquire resistência mecânica. O processamento pode ser realizado em atmosfera ambiente ou controlada (gás inerte ou a vácuo). Durante este processo a porosidade do material diminui, através da eliminação dos vazios existentes entre as partículas, acarretando num aumento da densidade do material.

A sinterização consiste em pós compactados que são submetidos a uma temperatura abaixo de sua temperatura de fusão até suas partículas aderirem umas às outras, promovendo uma mudança microestrutural deste material. O contato circundante entre a superfície das partículas dos aços austeníticos e ferríticos leva à difusão de elementos de liga que durante a fase de resfriamento conduz a diferentes transformações de fase, dependendo da composição do aço (CAMPOS *et al.*, 2003).

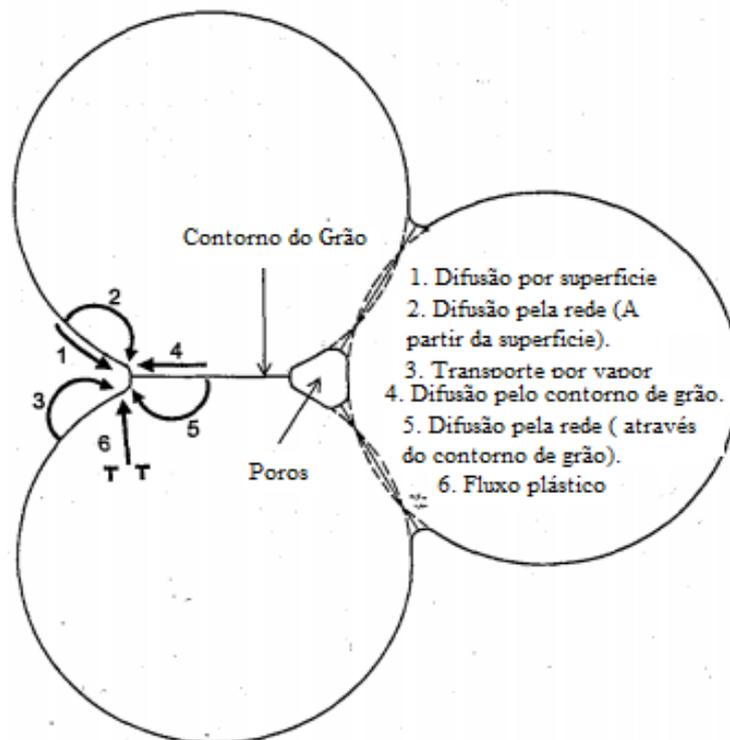
A sinterização por fase sólida está relacionada com a força motriz do processo e a diminuição da energia superficial livre via diminuição da superfície e, para que isto ocorra, é necessário o deslocamento de matéria que sairá das partículas em direção à porosidade, preenchendo-a.

Sinterização no estado sólido normalmente ocorre em três estágios de sequência referidos como estágio inicial, estágio intermediário e estágio final. O primeiro estágio (estágio inicial) consiste de um crescimento relativamente rápido das partículas por difusão. O processo de contração (ou densificação) acompanha o crescimento do empescoamento (RAHMAN, 2003).

O estágio intermediário é caracterizado pela grande densificação do material compactado e pela diminuição do diâmetro dos poros (com formato cilíndrico) interligados. No estágio final de sinterização ocorre o isolamento dos poros nos contornos do grão e eliminação gradual da porosidade. A densificação se presume que ocorre pela redução da sua secção transversal dos poros. Nos estágios final e intermediário da sinterização, o mecanismo que prevalece é o de difusão atômica.

A matéria é transportada de alto potencial químico para as regiões de baixo potencial. Há pelo menos seis diferentes mecanismos de sinterização para os materiais policristalinos, como pode ser esquematizado na Figura 2.15 para um sistema com três partículas sinterizadas. Apenas, certos mecanismos, no entanto, levam à diminuição ou densificação, e é feita uma distinção comumente entre mecanismos de densificação e de não densificação.

Figura 2-15: Seis distintos mecanismos que podem contribuir para a consolidação da massa das partículas cristalinas.



Fonte: Adaptado: (RAHMAN, 2003).

A difusão na superfície, difusão na rede, (mecanismo 1, 2 e 3, respectivamente) levam ao crescimento do pescoço sem a densificação, sendo referido como o mecanismo de não densificação.

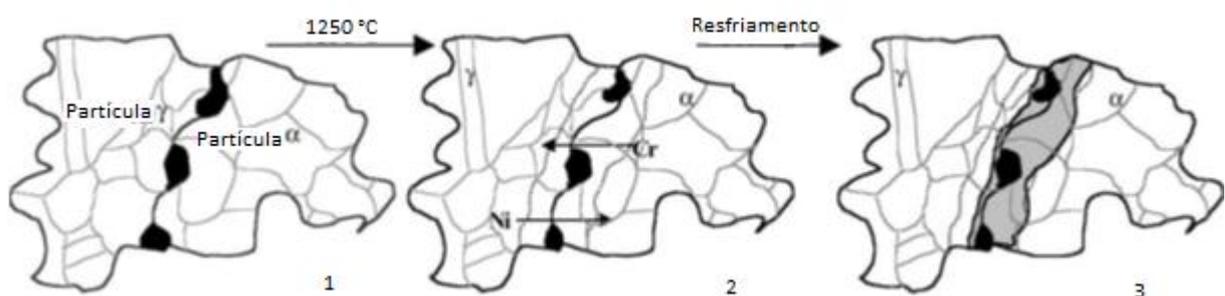
A difusão no contorno de grão e a difusão da rede do contorno de grão para o poro é caracterizado pelos mecanismos 4 e 5, sendo estes os mais importantes mecanismos de densificação em materiais policristalinos cerâmicos. Para o mecanismo 6, o escoamento plástico por movimento de deslocamento também leva ao crescimento do pescoço e densificação, sendo mais comum na sinterização de pós metálicos. Os mecanismos de não densificação não podem ser ignorados porque quando ocorrem, eles reduzem a curvatura da superfície do pescoço e também reduzem a taxa para o mecanismo de densificação.

A redução da energia livre do sistema que está relacionada à superfície dos pós é função da ocorrência do fluxo de matéria em resposta ao potencial termodinâmico de sinterização denominado como mecanismo de transporte de matéria no estado sólido. Em resumo, este processo se desenvolve devido à ação simultânea de uma série de mecanismos, que tem como consequência uma condição mais estável e várias mudanças microestruturais (GERMAN, 1996).

Durante o processo de sinterização nos aços inoxidáveis não ocorre somente à difusão do ferro, mas também a difusão de níquel e cromo, como pode ser observado na Figura 2.16. O contato circundante entre a superfície das partículas dos aços austeníticos e ferríticos leva à difusão de elementos de liga que durante a fase de resfriamento conduz a diferentes transformações de fase (CAMPOS, et.al.,2003).

Quando a sinterização ocorre entre materiais diferentes, o processo torna-se mais complexo, pois envolve inter-difusão de diferentes espécies atômicas e a formação de ligas e fases intermediárias pode ocorrer.

Figura 2-16: Evolução microestrutural durante o processo de sinterização da mistura de partículas de ferrita e austenita.



Fonte: CAMPOS *et al.*, 2003.

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

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

Dobrzánski et. al., 2007, obtiveram um aço inoxidável dúplex através de uma mistura de pós utilizando um aço austenítico de composição (Fe-17Cr-13Ni-2.2Mo) juntamente com pós elementares de Si, Mn e Cu para acertar a composição química do aço, utilizando um misturador tubular. As amostras foram compactadas com pressão de 800MPa e sinterizadas a 1260 ° C em atmosfera de argônio durante 1 hora.

BRYTAN *et al.*, 2009, desenvolveram um aço dúplex inoxidável misturando pó de aço inoxidável ferrítico com concentrações de (16,86% de Cr, 1,15% Si, 0,18% Mn, 0,02% de C) com adição controlada de pós de liga elementares e sintetizaram o material a temperatura de 1250 ° C num forno com atmosfera controlada de argônio, variando-se o tempo de sinterização de 1h até 4h. Estes autores verificaram que o aumento do tempo de sinterização de 1h para 4h propiciou um aumento da densidade de 7,14 g/cm³ para 7,40 g/cm³. Neste trabalho também foi obtido um aumento dos valores de resistência à tração de 680 MPa para 760MPa e o alongamento aumentou de 14 para 18%.

AMINI *et al.*, 2010, sintetizaram pós de aço inoxidável austenítico em moinho de bolas planetário Fritsch com relação massa/esfera de pó de 20:1 e velocidade de moagem de 250 rpm, moídos em atmosfera de argônio durante 144 h. Os resultados mostraram que a atmosfera de moagem, tais como argônio e nitrogênio também pode desempenhar um papel importante na transformação de fase e a amorfização durante o processo de moagem de alta energia das ligas de Fe-Cr-Mn.

YONEKUBO, 2010 obteve uma estrutura superdúplex, partindo de cavacos de usinagem de uma chapa de um aço superdúplex UNS S32250, através da moagem de alta energia,

realizada com moinhos do tipo Spex, Attritor e Planetário. As amostras foram sinterizadas em temperaturas de 1200°C e 1250°C por 1 hora em atmosferas de argônio com 2% de hidrogênio. Observou-se que a moagem realizada no moinho tipo Spex por 16 e 32 horas forneceram menores tamanhos das partículas, seguido pelas moagens no moinho planetário por 100 horas e Attritor por 48 horas. O tratamento realizado em atmosfera de argônio e hidrogênio proporcionou uma diminuição da porosidade nas microestruturas quando comparadas com o tratamento realizado sob atmosfera de argônio.

Garcia et. al., 2012, desenvolveram um aço inoxidável dúplex pela mistura de pós de um aço austenítico AISI 316 L e ferrítico AISI 430L, sendo a porcentagem de AISI 316L ajustada para 25, 50, e 75% em peso. As pré-misturas destes aços foram preparadas num misturador tubular por 30 minutos, sendo compactados a 750 MPa e sinterizados a 1250°C. Em geral, para os aços inoxidáveis dúplex, a resistência à corrosão aumenta quando a taxa de resfriamento da sinterização aumenta. Estes autores verificaram que a composição de 50% de pó de austenita e 50% de pó de ferrita seguido de resfriamento rápido em água apresentou as melhores propriedades de resistência à corrosão.

Abenojar et. al., 2003, realizaram uma avaliação das propriedades mecânicas, de resistência a corrosão e uma análise microestrutural de um aço inoxidável 316L, variando a quantidade de reforços de AlCr₂, Cr₂Ti, VC e SiC de 1,5 a 3% (volume), assim como a atmosfera de sinterização. Os pós foram misturados num moinho rotativo a 80 rpm durante 20 min, compactadas a 700 MPa, e sinterizados a 1230°C. Verificou-se que utilizando compósitos de SiC obteve-se um desempenho ao desgaste alto, especialmente quando se utiliza adição de 3% e sinterização no vácuo ou atmosfera de hidrogênio. Em geral, a utilização de intermetálicos acarreta uma melhora do comportamento de corrosão sem perdas nas propriedades mecânicas.

Tański et. al., 2014, desenvolveram um aço inoxidável dúplex misturando pó de aço inoxidável ferrítico AISI 410L (0.14%Ni, 12.2%Cr, 0.88%Si, 0.09%Mn, 0.04%C) com a adição de pós de elementos de liga tais como Cr, Ni, Mo e Cu para obtenção da composição química de um aço inoxidável dúplex. Verificou-se que o processo de sinterização a temperatura de 1250°C seguido de resfriamento rápido gerou uma microestrutura dúplex de grãos mistos e um equilíbrio entre as fases. O aço inoxidável dúplex sinterizado apresentou boas propriedades mecânicas, tais como de resistência à tração, assim como o alongamento.

Shashanka & Chaira, 2015, desenvolveram um aço inoxidável dúplex e ferrítico partindo da mistura de pós elementares de alta pureza de Fe (99,5%), Cr (99,8%) e Ni (99,5%). A moagem foi realizada num moinho planetário Fritsch (durante 40 horas sob atmosfera de

tolueno para evitar a oxidação). Velocidade de rotação do moinho foi de 300 rpm e a relação de massa/bola de 6:1, sendo sinterizados a temperatura de 1000°C, 1200°C e 1400°C numa atmosfera de argônio num patamar de 1h. Verificou-se que a máxima densidade de 90% e a microdureza máxima de 550 HV foi obtida na temperatura de sinterização de 1400°C.

2.6. MARTENSITA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO

Os aços inoxidáveis dúplex são aqueles que possuem uma microestrutura constituída por duas fases distintas, ferrita (α) ferromagnética e austenita (γ) paramagnética, presentes em quantidades aproximadamente iguais. Porém, estes materiais quando submetidos a deformação plástica pode ocorrer a formação da martensita induzida por deformação.

Durante a moagem de alta energia, as partículas de pó são repetidamente achatadas, soldadas a frio, fraturadas e ressoldadas. As forças do impacto e cisalhamento deformam plasticamente as partículas de pó que levam ao endurecimento e fratura (CANAKCI; VAROL 2015). Estes processos conduzem a redução do tamanho de partícula e homogeneização química e estrutural. Além disso, a moagem de bolas de alta energia gera impactos de alta frequência e de alta energia que causam deformação plástica severa, levando à formação de martensita induzida pela fase de deformação, a partir da fase austenítica

A literatura relata que a estrutura austenítica pode ser decomposta e ocorrer à formação de duas estruturas martensíticas induzidas pela deformação: a estrutura ϵ e α' . A fase ϵ se forma nos planos de estrutura compacta (111) tendo uma estrutura hexagonal compacta, e a fase martensítica α' tem uma estrutura cubica de corpo centrada (CCC) (MÉSZÁROS; PROHÁSZKA, 2005; TALONEM; HÄNNINEM, 2007) sendo também a martensita α' ferromagnética e a martensita ϵ uma fase paramagnética (TAVARES, *et al.*, 2000; BALDO; MÉSZÁROS, 2010);

Para os aços dúplex observa-se na literatura a existência somente da segunda estrutura martensítica, a estrutura α' . De acordo com a literatura e muitos autores relatam a formação da martensita induzida através da deformação em aços inoxidáveis austeníticos, porém estudos relacionados com esta transformação em aços dúplex ainda são pouco abordados.

O comportamento mecânico dos aços dúplex é influenciado pelos diferentes modos de deformação das duas fases. A austenita apresenta uma estrutura CFC com uma baixa Energia de defeito de empilhamento (EDE), apresenta um número menor de sistemas de deslizamentos,

além de sofrer maior encruamento. A estrutura ferrítica apresenta numerosos sistemas de escorregamento, alta EDE e sofre menor encruamento (AGUIAR, 2012; HERRERA; PONGE; RAABE, 2011; RAN *et al.*, 2014).

Durante a deformação plástica ocorre um aumento da quantidade de discordâncias na estrutura cristalina nas duas fases, induzindo transformações microestruturais. Na estrutura austenítica, além da formação de falhas de empilhamento e maclas de deformação, a transformação martensítica induzida por deformação pode ocorrer, estando diretamente relacionada com a energia de defeito de empilhamento e a metaestabilidade da austenita.

Durante a deformação plástica, a austenita e a ferrita podem compartilhar de forma diferente à carga e à deformação, que ocorre a um grau mais elevado na fase austenítica. A taxa elevada de endurecimento da austenita tem sido associada a redução da energia da falha de empilhamento pela presença de nitrogênio e também pela afinidade com Cr que induz a ordenamento atômico de curto alcance. Estes efeitos dificultam deslizamento cruzado e promovem o escorregamento planar, aumentando a taxa de deformação na fase austenítica (JOHANSSON; ODÉN, 2000).

A tensão aplicada num processo de deformação pode ser suficientemente grande para gerar defeitos, como deslocamentos e bandas de cisalhamento na austenita e, assim, contribuir para a nucleação da martensita. A transformação de martensita induzida por deformação nos aços inoxidáveis austeníticos gera grande interesse, porque isto resulta em materiais com uma atrativa combinação de resistência mecânica e ductilidade (SPENCER, *et al.*, 2009). A transformação da martensita induzida por deformação em aços austeníticos pode estar relacionada com a diminuição da energia de defeito de empilhamento.

Segundo (AGUIAR, 2012), a austenita presente nos AID possui uma menor energia de empilhamento do que a austenita dos aços inoxidáveis austeníticos devido a sua composição química. Alguns estudos revelaram que a estrutura austenítica do AID UNS S31803 têm uma metaestabilidade menor que a do aço austenítico da família 304. Conseqüentemente, estes dois aços sendo submetidos ao mesmo nível de deformação resulta numa menor formação de martensita induzida nos AID em relação ao aço inoxidável austenítico (TAVARES *et al.*, 2006).

Durante o processamento via moagem de alta energia, os AID e aço inoxidável austenítico podem gerar a fase martensítica induzida por deformação. Enayati & Bafandeh, 2007, ao realizar a moagem de cavacos de um aço austenítico verificou o surgimento da fase martensítica induzida por deformação.

2.7. CURVA DE MAGNETIZAÇÃO

Os aços inoxidáveis dúplex apresentam em sua composição a fase ferrita e austenita, e durante o processo de deformação ocorre a formação da fase martensítica induzida por deformação. O estudo das propriedades magnéticas se torna importante para entender o comportamento do material quando submetido à deformação plástica.

Segundo Giraldo (2007) e Gontijo (2007), na avaliação dos materiais ferromagnéticos deve-se considerar o comportamento que estes materiais apresentam na presença de um campo magnético externo, o qual pode ser representado pela curva magnetização versus campo magnético aplicado. A Figura 2.17 mostra estas características.

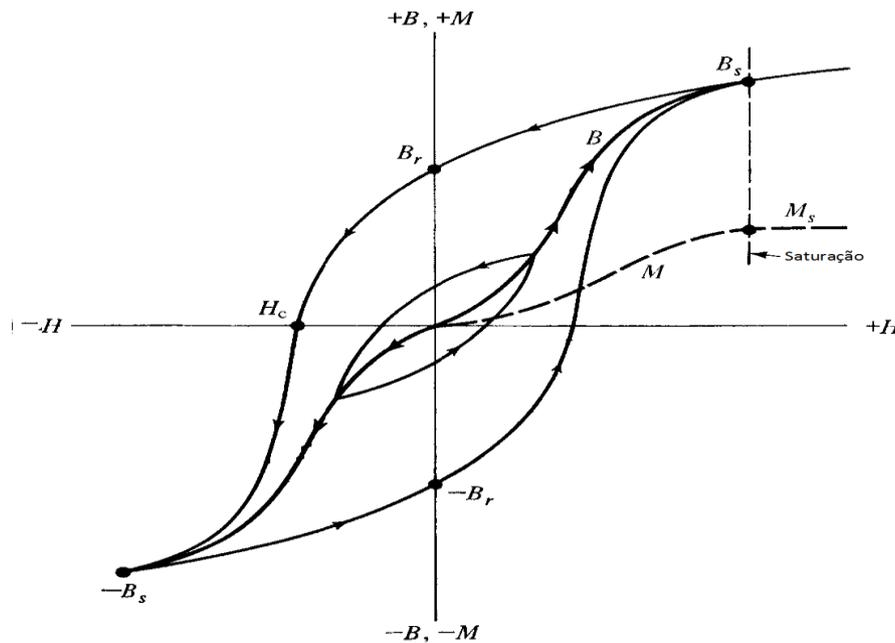
Em um gráfico $M(H)$, a perda é a área do ciclo de histerese. A forma e o tamanho da curva de magnetização versus campo magnético aplicado variam de acordo com a composição e condições metalúrgicas do material, sendo considerado como um método magnético de monitoração de materiais.

Segundo Giraldo (2007) e Cullity e Graham (2009) existem alguns parâmetros importantes que decorrem da curva de histerese, que são:

- M_R é a magnetização remanente e representa a indução numa amostra após ter aplicado um campo magnético até a saturação e tê-lo tirado. A magnetização remanente M_R ou B_R é a máxima magnetização residual de um material que é submetido à curva de histerese (GONTIJO, 2007). Para um campo aplicado nulo existe um campo residual, chamado de remanência, onde, mesmo na ausência de um campo magnético externo, o material permanece magnetizado.
- μ : Representa a permeabilidade magnética de um material; este parâmetro indica o quanto um material é permeável quando submetido a um campo magnético externo. Geralmente, uma alta permeabilidade induz um alto magnetismo e um pequeno campo de força aplicado (De ANTÔNIO, 2003). A razão entre a densidade do fluxo magnético (B) e o campo magnético aplicado é denominada de permeabilidade μ (CULLITY; GRAHAM, 2009).
- χ_M : É a susceptibilidade magnética e representa a capacidade que o material tem de ficar magnetizado sobre a ação de um campo magnético externo (H). Se χ_m for positivo, o material será paramagnético e a indução magnética se reforçará pela presença do material, enquanto que,

se χ_m for negativo, o material será diamagnético e a indução se enfraquecerá. A susceptibilidade indica o quanto um material é sensível quando submetido a um campo magnético (SPALDIN, 2003).

Figura 2-17: Curva de magnetização (M) versus campo magnético aplicado (H).



Fonte:(Cullity; Graham, 2009)

- H_c é o campo coercivo e indica o campo reverso que deve ser aplicado para reduzir a magnetização (M) à zero (CULLITY; GRAHAM, 2009). O campo coercivo é um parâmetro utilizado para distinguir se o material possui comportamento magneticamente duro ou magneticamente mole.

- M_s é a magnetização de saturação, é um parâmetro que indica a máxima orientação dos domínios perante o campo magnético externo. Assim uma alta magnetização induz uma força aplicada, aumentando, desta forma, a eficiência mecânica para o controle de alguns componentes como solenoides (De ANTÔNIO, 2003). Em relação às curvas de magnetização, é importante salientar que quanto maior a área do ciclo de histerese magnética, mais duro magneticamente é o material.

2.8. PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

Os experimentos planejados são uma ferramenta importante para a melhoria do processo. Utilizando planejamento de experimentos é possível determinar que subconjuntos de variáveis dos processos têm a maior influência no processo.

As técnicas utilizadas no projeto e análise dos experimentos são o planejamento fatorial completo, o planejamento fatorial fracionado, método de Taguchi e a metodologia de superfície de resposta. A Tabela 2.4 traz de maneira resumida as principais características relacionadas a análise dos experimentos.

Tabela 2.4: Projeto e Análise de Experimentos principais métodos e características fundamentais.

Projeto Experimental	Vantagens	Desvantagens	Aplicações
Fatorial completo 2^K	Uma varredura completa da região estudada analisando todos os fatores e respectivos níveis.	Não ocorre variação intermediária. Trabalha com dois níveis. - Requer um alto número de corridas para problemas com grande número de variáveis.	Processos em que já se tem um conhecimento prévio e onde a realização das corridas não demandam maior tempo.
Fatorial completo fracionado 2^{K-1}	As vantagens são na minimização de custos computacionais e tempo, requer um número menor de corridas.	Para a escolha da melhor fração a ser analisada requer conhecimento especializado do processo sobre investigação.	Processo utilizado em que se pretende um pré-conhecimento e onde a literatura é limitada.
Taguchi	Este método permite a análises com muitas variáveis de entrada com um número extremamente reduzido de experimentos	Fornecer uma ideia preliminar do processo, entretanto pode apresentar modelos matemáticos não confiáveis.	Processos onde há o mínimo ou quase nenhum conhecimento prévio de comportamento.
Superfície de Resposta	São utilizadas para modelar e analisar variáveis de um problema nos quais a resposta de interesse é influenciada por muitos termos e a resposta alcance um valor ótimo	Pode apresentar erros na extrapolação dos pontos (+2) e (-2) já que são realizadas poucas corridas nestes níveis.	Otimização de processos principalmente bem conhecidos e com baixas dispersão

A elaboração de uma pesquisa ou a investigação de um determinado processo nas diversas áreas das ciências é realizada via análise experimental científica para definir sua particularidade. Em trabalhos de investigação experimental muitas das vezes os pesquisadores são levados a tomar decisões baseados em observações do fenômeno que se está estudando. Deve-se decidir se um novo método que está sendo proposto é melhor do que métodos já utilizados. Deve-se escolher entre um conjunto de alternativas quais devem continuar ou quais devem ser desprezadas. O objetivo do projeto de experimento é a otimização do processo, determinar quais variáveis apresentam o melhor desempenho no processo.

2.8.1 PLANEJAMENTO FATORIAL

Muitos experimentos envolvem o estudo dos efeitos de dois ou mais fatores. O modelamento fatorial são os mais eficientes para este tipo de experimento. Experimento fatorial é utilizado para reduzir o número de experimentos, tempo, custo do processo global (GOTTIPATI; MISHRA, 2010), e para obter a melhor resposta do menor tamanho de partícula utiliza-se o planejamento de experimento. O planejamento fatorial é utilizado na fase inicial do planejamento de experimento, quando ocorre a necessidade de definir quais os fatores mais importantes e estudar os efeitos sobre a variável resposta que foi escolhida.

De acordo com Galdámez, 2002 o planejamento fatorial é utilizado na fase inicial do planejamento de experimento, quando ocorre a necessidade de definir quais os fatores mais importantes e estudar os efeitos sobre a variável resposta que foi escolhida.

Em um planejamento fatorial são investigados as influências de todos os fatores experimentais de interesse e os efeitos de interação das respostas de interesse. O planejamento fatorial pode ser usado para determinar uma resposta de superfície simples que são lineares para todos os fatores investigados, sendo amplamente utilizados para investigar os efeitos de fatores experimentais e as interações entre esses fatores, ou seja, como o efeito de um fator varia com o nível dos outros fatores em uma resposta (MONTGOMERY, 2009). Um experimento comum utilizado com todos os fatores de entrada fixado em dois níveis cada. Estes níveis são chamados de "alta" e "baixa" ou "+1" e "-1", respectivamente. Se existem fatores k cada um em dois níveis, o fatorial total tem 2^k experimentos.

A Tabela 2.5 mostra a matriz de planejamento, as colunas representam o conjunto de fatores investigados ($x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$), e as linhas representam os experimentos que devem ser

realizados, variando-se os níveis de fatores nos valores máximo (+1) e mínimo (-1), sendo esta forma de organização do experimento de ordem padrão.

Tabela 2. 5: Matriz de planejamento.

N° Teste	Fatores de controle			Ordem de Teste	Resposta (y _i)
	x ₁	x ₂	x ₃		
1	-1	-1	-1	6	y ₁
2	+1	-1	-1	8	y ₂
3	-1	+1	-1	1	y ₃
4	+1	+1	-1	2	y ₄
5	-1	-1	+1	5	y ₅
6	+1	-1	+1	3	y ₆
7	-1	+1	+1	4	y ₇
8	+1	+1	+1	7	y ₈

O procedimento utilizado para o experimento apresenta três fatores (x₁, x₂ e x₃), para cada um dos parâmetros testados com dois níveis (-1, +1). A matriz para o planejamento de experimento fatorial 2³ sendo representado pela Tabela 5, sendo a resposta dos ensaios descritas pela coluna y_i e a ordem de realização dos testes é feita de forma aleatória (DEVOR; CHANG; SUTHERLAND,1992; MONTGOMERY, 2009).

Suponha que três fatores A, B e C, cada um com 2 níveis, o modelo experimental com oito combinações pode ser exibido por um cubo existe sete graus de liberdade entre as oito combinações no design 2³ dos quais três estão associados com os efeitos principais, quatro graus de liberdade estão associados com as interações; cada uma com AB, AC e BC e uma com ABC. O modelo fatorial completo pode ser escrito como (Expressão 5)

$$y = \mu + A + B + C + AB + AC + BC + ABC + \varepsilon \quad (5)$$

Onde: μ : é uma média geral.

ε : o termo aleatório que se supõe NID (0; σ^2).

O método generalizado utilizado para estimar os efeitos principais e de interação dos fatores é descrito por (DEVOR; CHANG; SUTHERLAND,1992; MONTGOMERY,2009). Os

efeitos principais são referentes a mudança de uma resposta média quando o nível de um fator é alterado de um valor mínimo (-1) para um valor máximo (+1) e os outros fatores são mantidos constantes. O procedimento consiste em multiplicar os resultados da coluna de resposta (y_i) pelos valores +1 e -1 associados a coluna x_i da matriz experimental correspondente ao efeito principal que se deseja estimar. Os valores serão somados e divididos pela metade do número de ensaios realizados, conforme ilustrado pela expressão 6.

$$E_i = \sum y_i * x_i / (N / 2)$$

Onde :

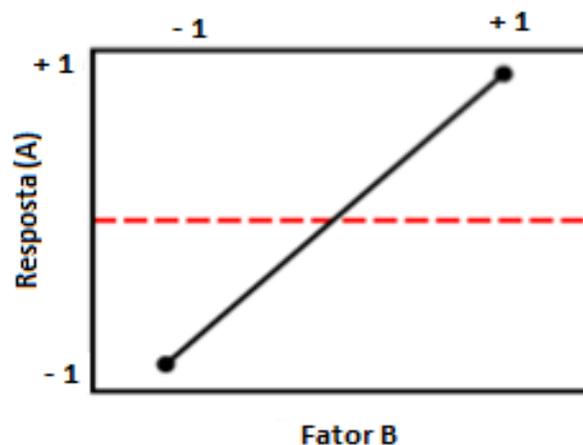
E_i = Efeito estimado.

N = Número total de experimentos.

$\sum y_i * x_i$ = Soma dos resultados (y_i) do experimento multiplicados pela coluna x_i . (6)

A Figura 2.18 representa a forma gráfica do efeito principal. As parcelas de efeito principal representam os resultados da análise de regressão. Ele mostra apenas os fatores que foram importantes no intervalo de confiança de 95 %. Os principais efeitos representam a variação média das respostas em função da mudança do nível (-1, +1) de um fator X_1 no qual os outros fatores são mantidos constantes.

Figura 2-18: Efeito principal B com relação à resposta A.

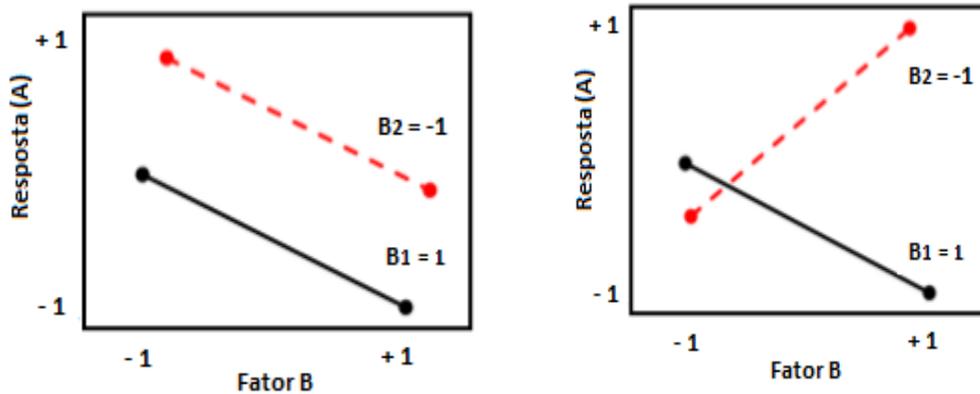


Fonte: (Adaptado MONTGOMERY, 2009)

O efeito de interação pode ser ilustrado graficamente no qual o efeito do fator A depende dos níveis do fator B. Na Figura 2. 19.a nota-se que as retas B_1 e B_2 são praticamente paralelas,

o que indica que os fatores A e B não interagem significativamente, enquanto o gráfico da Figura 2.19 b, as retas B_1 e B_2 não são paralelas, o que indica a interação entre os fatores A e B.

Figura 2 -19: Interação entre as variáveis. a) Inexistência de interação. b) Presença de interação.



Fonte: (Adaptado MONTGOMERY, 2005)

2.8.2. SUPERFÍCIE DE RESPOSTA

A metodologia de superfície de resposta trata de técnicas estatísticas e matemáticas úteis no desenvolvimento, melhorias e otimização de processos, tendo também importantes aplicações em projetos, desenvolvimentos e formulações de novos produtos, bem como na melhoria dos projetos de produtos existentes (MYERS: MONTGOMERY: COOK, 2009).

Em grande parte dos processos que envolvem os processos industriais as relações existentes entre as respostas e as variáveis independentes são desconhecidas, assim sendo, o primeiro passo consiste na busca de uma aproximação adequada para representar as respostas de interesse como função das variáveis em estudo. As funções polinomiais, geralmente são utilizadas para descrever as relações entre as variáveis. Sendo a resposta modelada por uma função linear, a relação aproximada pode ser representada pelo modelo de primeira ordem, conforme demonstrado pela Equação 7:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon \quad (7)$$

Onde: y- resposta de interesse

X_i - Variáveis independentes

β_i - Coeficiente a serem estimados

k - Número de variáveis independentes

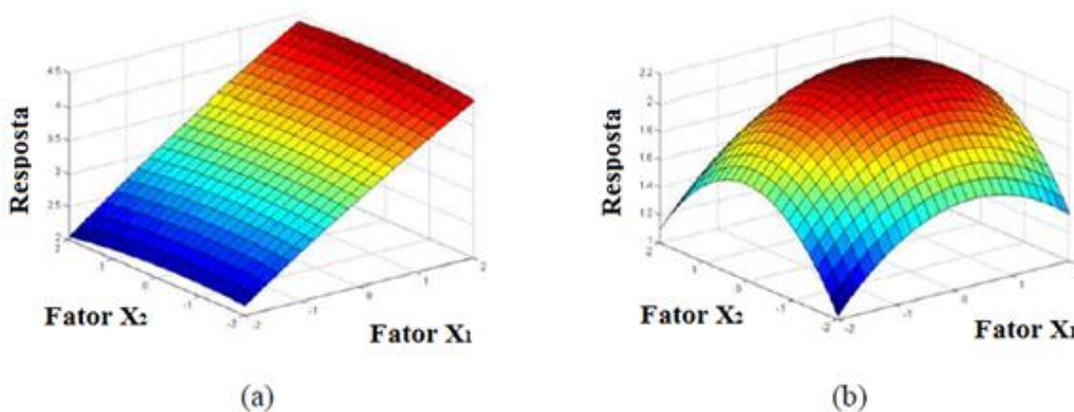
ε - Erro experimental.

O sistema apresentando curvatura, assim um polinômio de maior grau deve ser utilizado, como o modelo de segunda ordem (Equação 8).

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum \sum \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (8)$$

Muitos problemas envolvendo a superfície de resposta utilizam uma ou ambas dessas aproximações. A análise é feita em termos de uma superfície ajustada. O objetivo da superfície consiste numa otimização das respostas, busca-se, sempre que possível representa-lo por meio dos modelos de segunda ordem, já que a curvatura obtida define a localização de um ponto estacionário. A resposta de interesse quando obtida apresentar um comportamento linear, deve-se utilizar das informações do modelo de primeira ordem para obter a região de curvatura. A Figura 2. 20.a ilustra o modelo de primeira ordem, de uma superfície de resposta plana e na Figura 2. 20.b é mostrado a superfície de resposta para um modelo de segunda ordem, o sistema é modelado por uma superfície com curvatura.

Figura 2-20: Superfícies de Resposta (a) modelo linear, (b) modelo de curvatura.



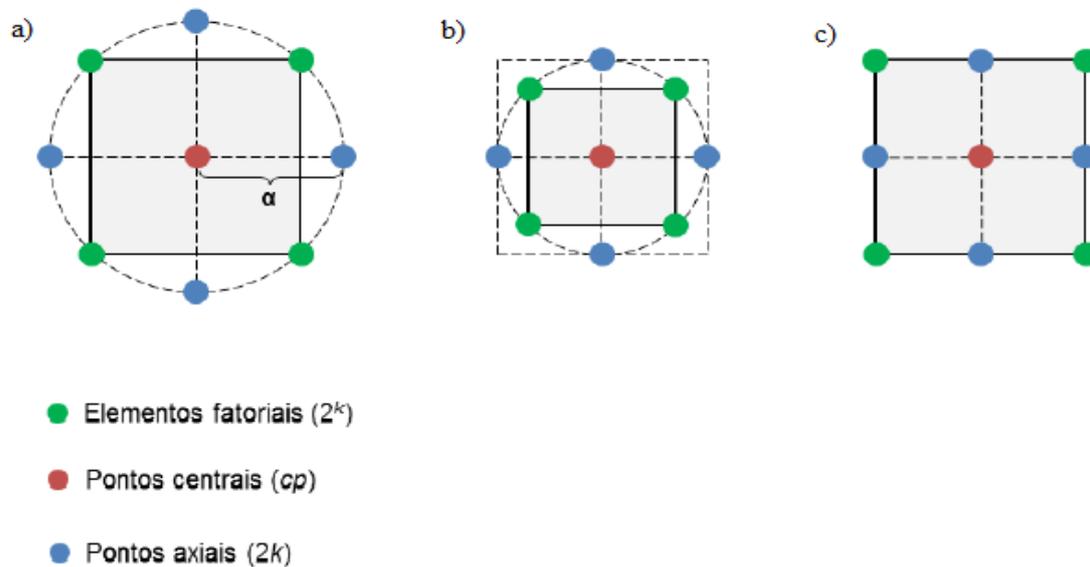
Fonte: (Adaptado Montgomery, 2009, Gomes 2013).

Para a obtenção dos coeficientes definidos pelos modelos pode ser obtida com a utilização do método dos mínimos quadrados ordinário, no qual se constrói uma função aproximada que relaciona a resposta de interesse com as variáveis existentes no processo. A análise da significância estatística deve ser verificada através de um procedimento de ANOVA, permite também verificar quais os termos do modelo são significativos e quais são negligenciados; o ajuste é representado pelo coeficiente de determinação (R^2) que representa o percentual de variação na resposta sendo explicado pelo modelo construído. Associado ao coeficiente de determinação, encontra-se o R^2 ajustado.

Para a modelagem das funções de superfície de resposta, o arranjo experimental mais utilizado para a coleta dos dados é o arranjo composto central (Central Composite Design – CCD) (MONTGOMERY, 2009; GOMES, 2013), sendo utilizado recomendado quando o planejamento fatorial necessitar de experimentação sequencial. Isto porque estes projetos podem incorporar informações de um experimento fatorial apropriadamente planejado (GANGULI, 2002). O arranjo CCD é formado por três grupos distintos de elementos experimentais: um fatorial completo (2^k) ou um fatorial fracionário (2^{k-p} , p a fração desejada do experimento), um conjunto de Pontos Centrais “Center Points” e, adicionalmente, um grupo de níveis extras denominados Pontos axiais “*Axial points*” ou *StarPoints*. Em função da localização dos pontos axiais, o CCD pode ser circunscrito, inscrito ou de face centrada (Figura 2.21).

Para o arranjo composto circunscrito (CCC) os pontos axiais estão a uma distância α dos pontos centrais. Este arranjo requer cinco níveis para cada fator. O arranjo inscrito (CCI) é adequado para situações nas quais os limites especificados não podem ser extrapolados, quer por medida de segurança, quer por incapacidade física de realização. Neste caso, o CCI utiliza os níveis dos fatores como pontos axiais e cria um fatorial completo ou fracionado dentro desses limites. Um CCI também requer cinco níveis. O arranjo de face centrada (CCF) caracteriza-se por dispor os pontos axiais sobre o centro de cada face do espaço fatorial, ou seja, $\alpha = +1$ ou -1 . Requer três níveis para cada fator (GOMES, 2013).

Figura 2-21: Representação de experimentos para o arranjo composto central. a) Arranjo composto circunscrito (CCC). b) Arranjo inscrito (CCI). c) Arranjo de face centrada (CCF)

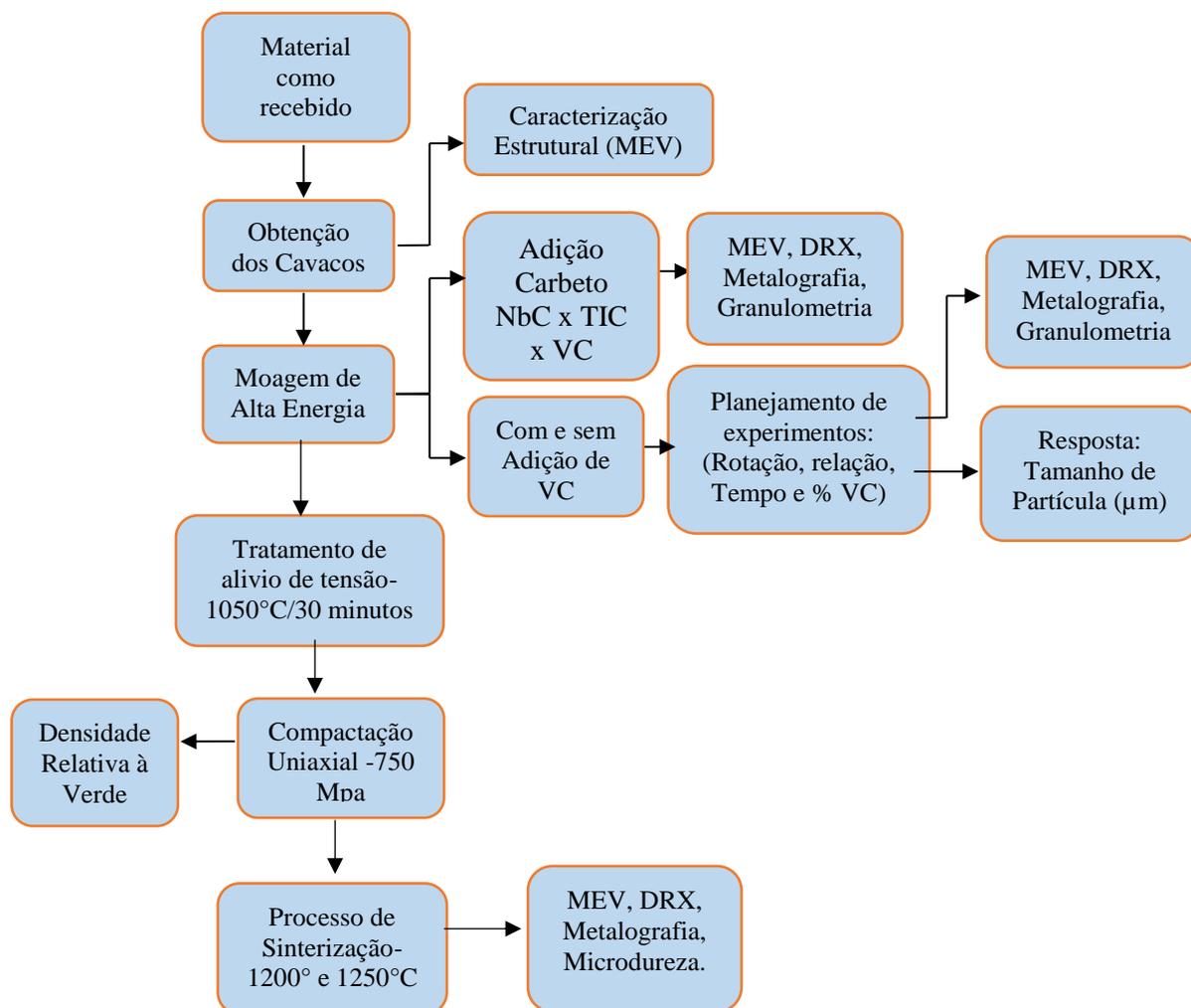


Fonte: Adaptado: (Gomes, 2013)

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, são apresentados os procedimentos experimentais e técnicas de caracterização, utilizados no trabalho. Na Figura 3.1 é mostrado um fluxograma experimental que descreve a rota de desenvolvimento deste trabalho.

Figura 3-1: Fluxograma esquemático da rota de desenvolvimento do projeto.



3.1. MATERIAIS

Neste trabalho foi utilizado o aço inoxidável UNS S31803, fornecido pela empresa Aperam em forma de chapas, com espessura de 5 mm, cuja composição química está sendo mostrada na Tabela 3.1:

Tabela 3.1: Composição química típica do aço inoxidável dúplex UNS S31803 (% em peso).

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

3.2 MÉTODOS

Neste capítulo, os métodos experimentais utilizados para transformar o cavaco da liga de um AID e a produção de um novo compósito aço inoxidável UNS S 31803/ carbetto serão detalhados, além das técnicas aplicadas na caracterização desse novo material.

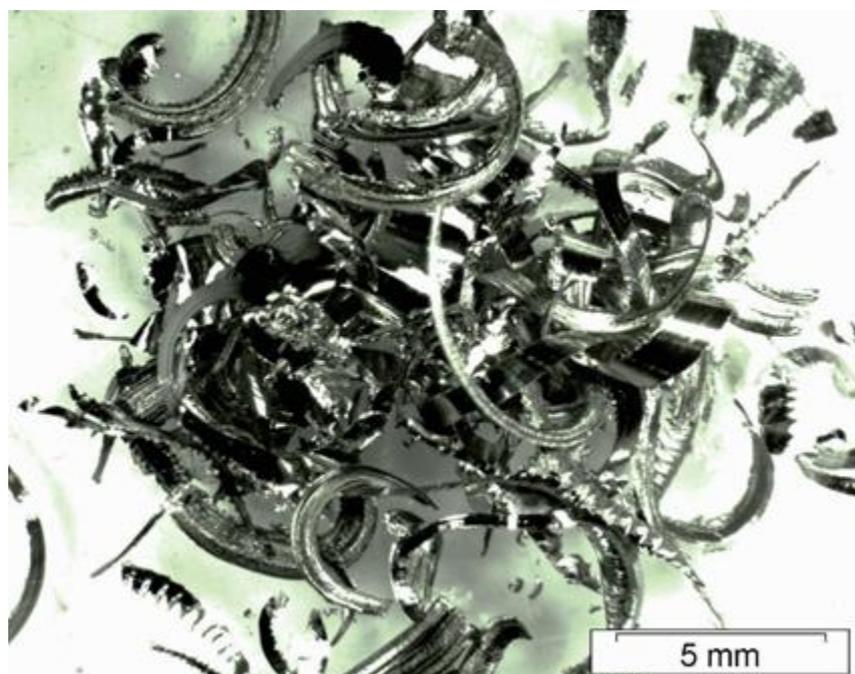
Todos os equipamentos empregados na fase experimental encontram-se disponíveis nos laboratórios do departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Itajubá.

A definição dos parâmetros relacionados à moagem de alta energia e à sinterização se deu via pesquisa bibliográfica sobre ligas metálicas com os temas MP, moagem de alta energia, compactação, sinterização e cavacos. A partir desse referencial, foram determinados os parâmetros mais relevantes da moagem: tempo de moagem, rotação, relação massa/esfera e porcentagem de carbetto.

3.2.1 Obtenção do aço na forma de cavacos

Os cavacos da liga do AID UNS S31803 foram obtidos por fresamento da chapa do material, com baixa rotação, 45 rpm, para evitar a oxidação dos rejeitos e sem o uso de lubrificantes para evitar a contaminação. Com a obtenção dos cavacos foi possível realizar sua caracterização microestrutural via metalografia. Na Figura 3.2. é mostrada uma micrografia obtida via estereoscópio para descrever a proporção média dos tamanhos dos cavacos. Estes são classificados como do tipo emaranhados quebradiços.

Figura 3-2: Aço inoxidável dúplex UNS S31803 na forma de cavacos.



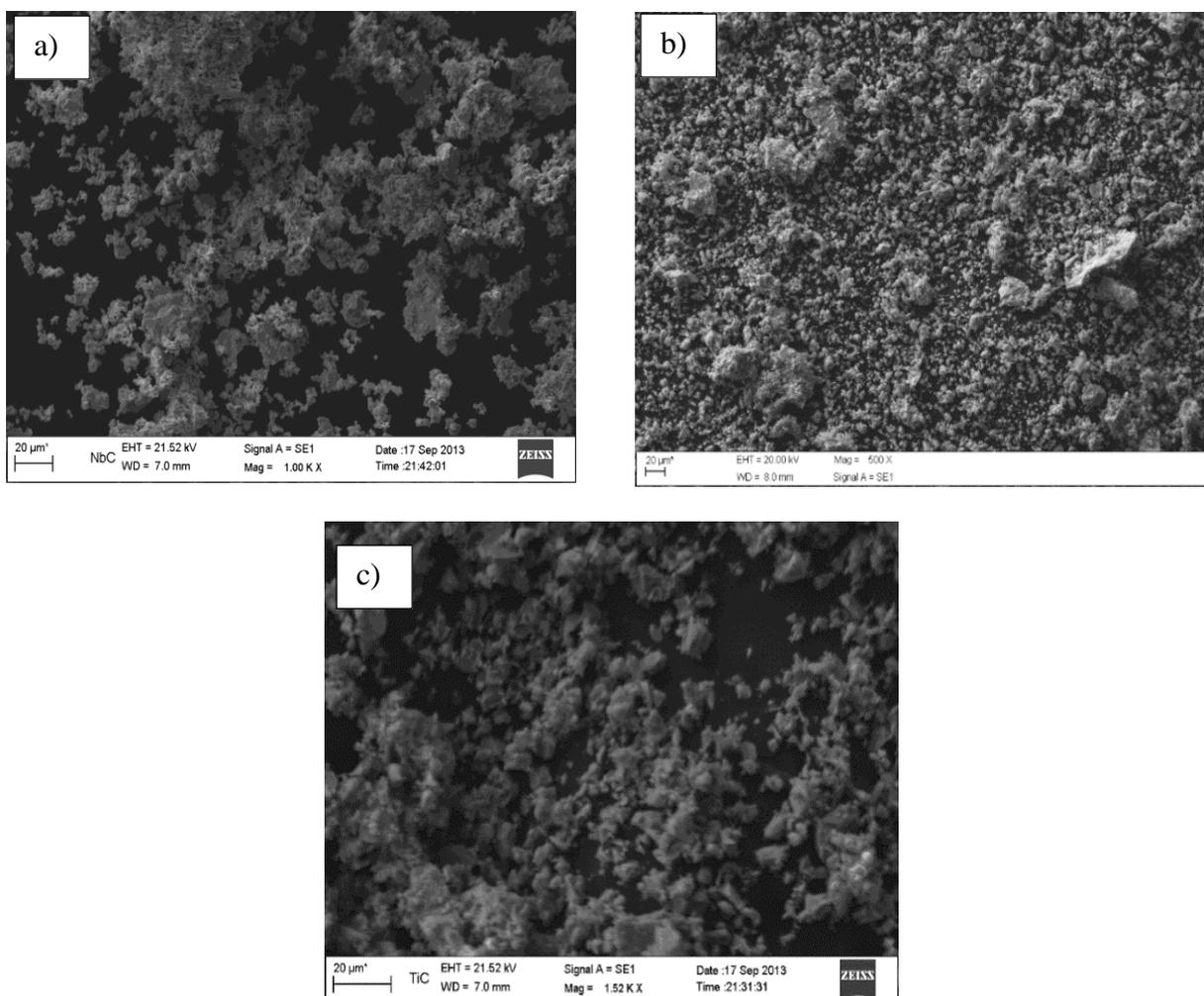
Fonte: Autoria própria.

3.2.2 Moagem de alta energia de cavacos de um AID

Para o processo de moagem foi adicionado os carbeto de vanádio, nióbio ou titânio e para efeito de comparação foi realizada a moagem sem adição de carbeto. A Figura 33.a, b e c apresenta as micrografias dos pós de carbeto de nióbio, carbeto de vanádio e titânio, respectivamente, fornecidos pela empresa Hermann C. Starke.

Nas Figuras 3.3 a, b e c é possível observar que as partículas se apresentam na forma de aglomerados, com morfologia irregular e tamanhos médios de partículas entre 20 e 40 μm , compostos de partículas maiores (aglomeradas) e partículas menores com tamanhos próximos de nanômetros.

Figura 3-3 (a): Pó de carbeta de nióbio na forma de aglomerados. (b) Pó de carbeta de vanádio na forma de aglomerados. (c) Pó de carbeta de titânio



Fonte: Autoria própria.

Os cavacos do aço inoxidável dúplex foram submetidos a moagem de alta energia em um moinho planetário de alta energia da marca Noah-Nuoya, modelo NQM 0,2L (Figura 3.4). Este equipamento se encontra no laboratório de materiais metálicos do Instituto de Engenharia Mecânica da UNIFEI.

Figura 3-4: Moinho planetário Noah-Nuoya modelo NQM 0,2L presente no LMM da UNIFEI.

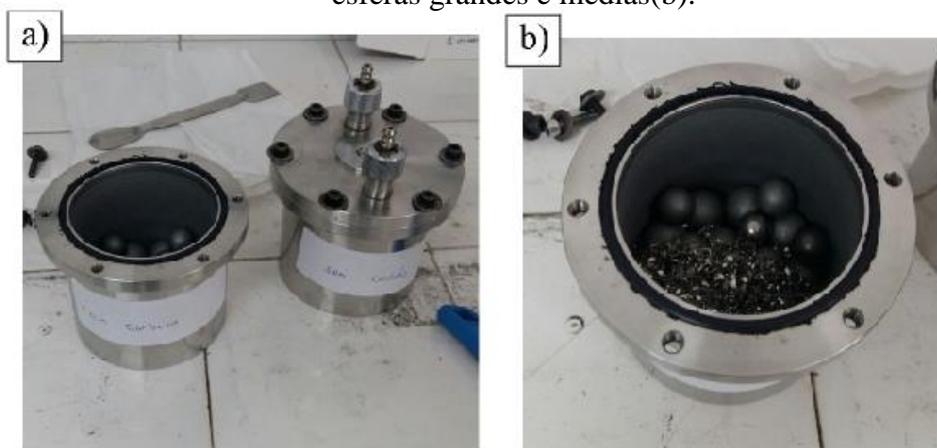


Fonte: Autoria própria.

Para o processo de moagem foram colocados 10g de cavaco em cada jarro. Utilizou-se dois tamanhos de esferas de aço inoxidável, denominadas grande (diâmetro de 19mm) e média (diâmetro de 14mm). A esfera grande tem o papel de quebrar o cavaco, enquanto a esfera média ajuda a reduzir o tamanho de partícula. A Figura 3.5 ilustra o processo de moagem.

Os jarros de aço inoxidável foram inseridos no moinho de alta energia, e regulou-se os parâmetros de moagem: rotação relação massa/esfera, tempo de moagem, intercalando os sentidos de hora em hora (com paradas de 15 minutos).

Figura 3-5: Jarros com adição de carvão para moagem (a). Detalhe para o cavaco e as esferas grandes e médias(b).



Fonte: Autoria própria.

Como relatado anteriormente, o objetivo do trabalho é a reutilização do cavaco de um do aço inoxidável dúplex UNS S31803 e produção de pós do mesmo material com e sem a adição de carbetos. Na literatura foi verificado que a adição de carbetos no processo de moagem aumenta a eficiência do processo de moagem (DIAS, et.al, 2017, MENDONÇA, et.al, 2017; KUFFNER, et.al., 2015).

Para alcançar tais objetivos, este trabalho foi dividido em quatro etapas, que serão detalhadas a seguir:

- 1º etapa: Para verificar a possibilidade de moagem e reaproveitamento do cavaco do referido aço inoxidável, foi realizado o processo de moagem com e sem a adição de carbeto de nióbio. Na Tabela 3.2 estão detalhados os parâmetros de moagem utilizados no processo. Kuffner, et. al., 2015 verificaram a possibilidade de obter pós de um aço inoxidável partindo de cavacos com adição de carbeto de nióbio utilizando o processo de moagem de alta energia. Dias, et.al., 2017 realizaram a moagem de uma liga de bronze de alumínio com adição de carbeto de nióbio, obtendo partículas com tamanhos micrométricos.

Tabela 3.2: Parâmetros de Moagem de cavacos do aço inoxidável dúplex UNS S31803 com e sem adição de carbeto de nióbio.

Composição	Parametros de moagem			
	Tempo (horas)	Rotação (Rpm)	Relação massa/esfera	Porcentagem de carbeto (%- peso)
Com adição de NbC	20	350	1/15	3
sem adição de NbC	20	350	1/15	0

Durante a moagem não foi adicionado ácido esteárico, mesmo este atuando no processo como um desaglomerante que evita que o processo de moagem seja afetado pela soldagem a frio excessiva das partículas dos pós. Porém, ele age como um lubrificante e acarretaria um aumento do tempo de moagem.

Na moagem com adição de NbC, a cada 5 horas de moagem, amostras foram retiradas para avaliação do material quanto a evolução do tamanho de partículas no processo. Foram escolhidos 4 tempos de moagem para caracterização.

- 2º etapa: Depois de verificada a possibilidade da moagem de cavacos do aço inoxidável dúplex com e sem adição de carbeto, foi realizada a moagem com três diferentes carbetos,

carbeto de vanádio (VC), carbeto de Nióbio (NbC) e o carbeto de titânio (TiC). Esta etapa consiste em escolher o carbeto que apresente maior eficiência no processo de moagem na redução do tamanho de partículas. Os parâmetros de moagem estão detalhados na Tabela 3.3.

Tabela 3.3: Parâmetros de Moagem de cavacos do aço inoxidável dúplex UNS S31803 com adição de TiC, NbC, VC e sem adição de carbetos.

Composição	Parametros de moagem		
	Tempo (horas)	Rotação (Rpm)	Relação massa/esfera
UNS S31803 sem carbeto	50	350	1/20
UNS S31803+ 3% TiC	50	350	1/20
UNS S31803+ 3% NbC	50	350	1/20
UNS S31803+ 3% VC	50	350	1/20

- 3ª etapa: Após a moagem para a escolha do carbeto que apresenta maior eficiência, foi realizada a moagem com a variação da quantidade de carbetos de vanádio de 0%, 1% e 3% em peso do material. Esta etapa consiste em escolher a quantidade de carbeto a ser utilizada no planejamento de experimento para a moagem. Os parâmetros de moagem desta etapa são detalhados na Tabela 3.4:

Kuffner et.al, 2015, variaram a porcentagem de carbeto no processo de moagem de 0%, 1% e 3% em peso do material ao realizar a moagem de cavacos de um aço AISI 52100, verificando a maior eficiência no processo de moagem com o aumento da porcentagem de carbeto.

Tabela 3.4: Parâmetros de Moagem de cavacos do aço inoxidável dúplex UNS S31803 com adição de 0%,1% e 3% de carbeto de vanádio.

Composição	Parametros de moagem		
	Tempo (horas)	Rotação (Rpm)	Relação massa/esfera
UNS S31803 sem carbeto	50	350	1/20
UNS S31803+ 1% VC	50	350	1/20
UNS S31803+ 3% VC	50	350	1/20

Após a verificação da eficiência do processo de moagem e obtenção do menor tamanho de partículas com a adição de carbeto de vanádio. Realizou-se a moagem utilizando o planejamento de experimento para estabelecer os efeitos que os parâmetros de rotação, relação massa/esfera e adição de carbetos acarretam no processo de moagem. Como relatado anteriormente, foi verificado que existe uma escassez de trabalhos disponíveis sobre o efeito de parâmetros de moagem de cavacos de aço inoxidável dúplex.

Ressalta-se que o presente trabalho é o primeiro estudo relacionado aos efeitos do tempo de moagem, rotação, relação massa/esfera e principalmente do efeito da adição de carbetos no processo de moagem de cavacos de aços inoxidáveis dúplex e também nas propriedades mecânicas do compósito aço inoxidável/carbeto obtido.

3.3. PROJETO DE EXPERIMENTO - MOAGEM DE ALTA ENERGIA

Esta etapa consiste na análise das variáveis do processo de moagem do cavaco do AID, utilizando o planejamento fatorial. Os parâmetros de moagem a serem variados são: a rotação, relação massa/esfera, tempo de moagem e porcentagem de carbeto de vanádio. Neste caso, utilizou-se o material que apresentou a maior eficiência no processo de moagem com a diminuição do tamanho de partículas. As análises estatísticas foram conduzidas através do software Minitab 17.

Os valores obtidos como entrada para os parâmetros de moagem, tais como relação massa/esfera, rotação, tempo e porcentagem de carbeto, foram baseados em trabalhos de: Shashanka & Chaira, 2015 que desenvolveram um aço inoxidável dúplex num moinho planetário Fritsch no tempo de 40 horas e com a velocidade de rotação do moinho foi de 300 rpm. Yonekubo, 2010 reaproveitaram um aço inoxidável superdúplex através da moagem de cavacos de usinagem e produziram o pó em um moinho planetário, na relação massa-esfera de 1/16, num tempo de 100 horas, na rotação de 300 rpm. KUFFNER *et al.*, 2015 em seus estudos fizeram a moagem de alta energia de cavacos de um aço 52100, com adição de 0%, 1% e 3% de carbetos de nióbio em um moinho planetário, durante os tempos de moagem de 5, 10, 15 e 20 horas a uma velocidade de moagem de 350 rpm e uma massa/esfera de 1:10, verificaram uma maior eficiência no processo de moagem com a adição de carbeto de nióbio no processo de moagem.

Com a realização do experimento do arranjo fatorial completo torna-se possível verificar a influência tanto dos fatores principais como de suas interações. A variação dos principais parâmetros e seus níveis é mostrado na Tabela 3.5.

Tabela 3.5: Parâmetros de moagem do projeto de experimento: Rotação, Tempo, Relação massa/esfera e porcentagem de carbetos.

Fator	Unidade	Níveis	Center Point
Rotação	Rpm	250-350	300
Tempo	Horas	10-50	30
Relação massa/esfera	-	1/10- 1/20	1/15
Carbeto	(%)	0- 3	1,5

Assim, de acordo com a metodologia DOE (Design of experiments), onde o número de experimentos é determinado pelo planejamento fatorial 2^n , foram variados “n=4” parâmetros, que geraram 16 experimentos, com níveis mínimos, máximos e intermediários (*center points*). Para uma maior confiabilidade dos resultados foi feita uma réplica, além da adição de 5 pontos centrais, totalizando 37 experimentos, como pode ser observada na Tabela 3.6. Por meio da utilização de um projeto experimental, que determinou de maneira consistente a condição otimizada para resposta “menor tamanho de partículas”.

Após a realização da moagem com adição de carbetos através do modelamento utilizando o planejamento fatorial, foi gerado o arranjo final, incluindo pontos fatoriais, centrais e axiais, para obter assim as superfícies de resposta e o modelo ótimo global de previsão da resposta “tamanho de partículas” em função dos parâmetros. Assim, para uma melhor análise dos resultados, foi realizado o planejamento de experimento baseado na metodologia de superfície de resposta. A principal vantagem deste tipo de arranjo é a possibilidade de se ajustar um modelo quadrático.

A Metodologia de Superfície de Resposta se caracteriza como um conjunto de ferramentas indicado para a otimização de processos, além de permitir um amplo conhecimento a respeito do fenômeno estudado (MONTGOMERY 2009).

Tabela 3.6: Matriz de experimento do planejamento fatorial para as variáveis:

Rotação, tempo, relação massa/bola e porcentagem de carvão.

Amostra	Rotação(Rpm)	Tempo (h)	Relação m/b	Carvão (VC) - %
1	250	10	1/10	0
2	350	10	1/10	0
3	250	50	1/10	0
4	350	50	1/10	0
5	250	10	1/20	0
6	350	10	1/20	0
7	250	50	1/20	0
8	350	50	1/20	0
9	250	10	1/10	3
10	350	10	1/10	3
11	250	50	1/10	3
12	350	50	1/10	3
13	250	10	1/20	3
14	350	10	1/20	3
15	250	50	1/20	3
16	350	50	1/20	3
17	250	10	1/10	0
18	350	10	1/10	0
19	250	50	1/10	0
20	350	50	1/10	0
21	250	10	1/20	0
22	350	10	1/20	0
23	250	50	1/20	0
24	350	50	1/20	0
25	250	10	1/10	3
26	350	10	1/10	3
27	250	50	1/10	3
28	350	50	1/10	3
29	250	10	1/20	3
30	350	10	1/20	3
31	250	50	1/20	3
32	350	50	1/20	3
33	300	30	1/15	1,5
34	300	30	1/15	1,5
35	300	30	1/15	1,5
36	300	30	1/15	1,5
37	300	30	1/15	1,5

A partir da especificação destas variáveis, o sequenciamento dos experimentos foi então definido com base no arranjo composto central (Central Composite Design – CCD), contendo quatro parâmetros (k) em dois níveis ($2^k = 2^4 = 16$), oito pontos axiais ($2^{k-1} = 8$) e seis pontos

centrais, resultando em 30 experimentos. O CCD é um arranjo experimental da Metodologia de Superfície de Resposta que incorpora aos experimentos fatoriais um conjunto de pontos centrais e um conjunto de níveis extras, denominados pontos axiais (DEL CASTILLO, 2007). Estes valores foram escolhidos tendo por base a literatura e, principalmente, testes empíricos realizados na moagem de alta energia.

3.4. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

Os cavacos, os carbetos e as partículas de pós do aço inoxidável foram caracterizados por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura *Carl Zeiss EVO® MA15*, mostrado na Figura 3.6. A análise se deu através do modo ERE (elétrons retroespalhados) e EDX/*Mapping* no qual foi avaliada a composição do material e a presença dos carbetos na matriz e no modo elétrons secundários (ES) onde o tamanho das partículas e a morfologia foram analisadas.

Figura 3-6: Microscópio eletrônico de varredura do Laboratório de Caracterização Estrutural da UNIFEL.



Fonte: Autoria própria.

A distribuição de tamanho de partículas em função do tempo de moagem, foi efetuada no equipamento *Microtrac Bluewave S3500®*, apresentado na Figura 3.7 que é composto por 2

lasers com comprimentos de onda vermelho (780 nm) e azul (405 nm). Para esta análise, os pós em cada condição também tiveram que ser desaglomerados por meio de ultrassom para que a análise de difração a laser não fosse influenciada por partículas aglomeradas.

Figura 3-7: Analisador de tamanho de partículas do Laboratório de Caracterização Estrutural da UNIFEI.



Fonte: Autoria própria.

Utilizou-se neste trabalho a técnica de difração de Raios x para a identificação das fases presentes na microestrutura antes e após o processo de moagem de alta energia. O difratômetro utilizado foi o X-PERT Pro modelo, com radiação $\text{CoK}_{\alpha 1}$ com comprimento de onda de 1,708 Å (40 Kv e 40 mA), com um ângulo de varredura de 45° a 130°, com um passo de 0,02°, com o *step size* de 2 segundos. Na Figura 3.8 é mostrado o difratômetro de Raios x que se encontra no laboratório de caracterização microestrutural da UNIFEI.

Figura 3-8: DRX do Laboratório de Caracterização Estrutural da UNIFEI.



Fonte: A autoria própria.

3.5. COMPACTAÇÃO E SINTERIZAÇÃO

Devido à dificuldade de compactação das amostras após o processo de moagem, que estão cheios de tensões internas, que dificultam o processo de compactação, acarretando o surgimento de defeitos decorrentes do processo de prensagem uniaxial, tais como a delaminação, que é caracterizado por uma fissura transversal no corpo de prova.

Em relação a isto, após o processo de moagem as amostras foram submetidas a um tratamento de alívio de tensão no qual um tubo de quartzo ligado a bomba foi utilizado como recipiente de armazenamento das amostras, que foram aquecidas a uma taxa de 5°C/ min até a temperatura de 1050°C por 30 minutos.

Foi utilizada a temperatura de 1050°C, devido ao surgimento de fases deletérias que ocorrem na faixa entre 300°C e 1000°C, tais como fase sigma, chi, carbonetos, entre outros, que podem prejudicar as propriedades mecânicas de um material (GUNN,2003; TAVARES et.al, 2006; PARDAI, 2009). O aço inoxidável dúplex é submetido a um tratamento de solubilização a temperatura de 1050°C, 1150°C, que tem por objetivo equalizar a proporção das fases ferrítica e austenítica, além da dissolução das fases deletérias que possam estar presentes.

Neste trabalho foi utilizado para compactação uma prensa uniaxial, enquanto que a temperatura utilizada para a sinterização foi de 1200° e 1250°C. Os valores para o processo de compactação e sinterização foram obtidos através de trabalhos desenvolvidos por (YONEKUBO 2010, GARCIA et. al., 2012, TAŃSKI et. al., 2014; BRYTAN *et al.*, 2009, SHASHANKA; CHAIRA, 2015).

A compactação numa prensa uniaxial Schulz com capacidade de 15 toneladas, foi realizada para as amostras que não foram submetidas ao tratamento de alívio de tensão e para as amostras que foram submetidas ao tratamento de alívio de tensão. O objetivo foi verificar a influência do tratamento térmico para as amostras com adição de carvão de vanádio nas propriedades estruturais e mecânicas dos materiais submetidos a moagem de alta energia.

Para a etapa de compactação e sinterização foram selecionadas as amostras com 50 horas de moagem e adição de 3% carvão de vanádio. As amostras foram confeccionadas com 1,0 grama de material, na qual foi aplicada a carga de 700 MPa. Nesta etapa foi realizado os cálculos da densidade a verde do material através das medidas de diâmetro e altura dos corpos de prova.

Após a compactação, as pastilhas obtidas foram submetidas ao processo de sinterização. As amostras foram colocadas num tubo de quartzo (separadas por pastilhas de alumina) com atmosfera de vácuo para evitar processos de oxidação, produzida por bomba mecânica com capacidade de 10⁻² mbar.

As amostras foram aquecidas numa taxa de 5 °C/min até a temperatura de 1200 °C, na qual foram mantidas por cerca de 60 minutos, sendo posteriormente resfriadas dentro do forno. A sinterização ocorreu em um forno *EDG 3000/3P-S*.

Portanto, foi analisada a densidade aparente do material sinterizado pelo princípio de Arquimedes, onde os corpos de prova foram imersos em água destilada por 24 horas antes de serem tomadas as medidas, de acordo com a NBR 6220: 2011. Os valores de densidade são definidos pela Equação 9:

$$\rho_{aparente} = \left(\frac{m_s}{m_u - m_i} \right) \cdot \rho_{água} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (9)$$

onde:

m_s : massa seca da amostra em g;

m_u : massa úmida da amostra em g;

m_i : massa da amostra imersa em g em água;

ρ_{H_2O} densidade da água na temperatura ambiente em g/cm^3 .

Após a verificação das melhores propriedades obtidas para o pó submetido ao tratamento de alívio de tensão. As etapas subsequentes foram utilizadas os pós com tratamento de alívio de tensão. A etapa de compactação e sinterização seguiu os mesmos procedimentos citados anteriormente para as amostras sinterizadas a temperatura de 1250°C.

3.6. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL SINTERIZADO

Para as análises das amostras sinterizadas via microscopia eletrônica de varredura e microscopia ótica, as amostras foram embutidas utilizando uma resina termoplástica, depois foram lixadas desde a lixa nas granas 220, 320, 400, 600 e 1200 numa lixadeira da marca Arotec. Em seguida, as amostras foram polidas com a solução de alumina de granulometria de 0,3 μm , 0,1 μm , e também se utilizou para o polimento a solução de OPU de sílica coloidal com granulometria de 0,05 μm .

As amostras sinterizadas foram caracterizadas com a análise de MEV nos modos ES para avaliação da morfologia dos pós, ERE para obtenção de imagens baseadas nas diferenças do peso atômico médio das fases e EDX/ Mapeamento, para avaliação da distribuição do VC no material.

A medição da porosidade das amostras sinterizadas foi realizada por meio de processo metalográficos, com uso de um microscópio ótico *Carl Zeiss JENAVERT*®, com câmera digital acoplada e um analisador de imagens *Image Analyzer PRO-PLUS*®. Neste caso, para que as medidas fornecidas pelo software fossem mais precisas, foram tomadas cinco imagens de cada amostra com aumento de 100x, sendo feita uma média desses valores, que representa o valor resultante da porosidade da amostra.

3.7. MEDIDAS DE MICRODUREZA

Para a medição da microdureza na escala Vickers das amostras sinterizadas foi utilizado o equipamento microdurômetro Microhardness Tester HV 1000 da marca Digimess. O ensaio de microdureza foi realizado de acordo com a norma ASTM 384. Foi utilizado um penetrador com ponta de diamante com formato piramidal de base quadrada, com ângulos de faces de 136°. As medições foram feitas na escala Vickers com uma carga de 50 gf. Foram feitas cinco medições ao longo da amostra sendo obtida uma média aritmética com estes valores de dureza. As medidas foram feitas no laboratório de Materiais da UNIFEI.

3.8. CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

Neste trabalho, utilizou-se um Magnetômetro de Amostra Vibrante (MAV) cuja marca é Lake Shore, modelo VSM do Departamento de Física e Química da Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI). Os testes foram feitos no laboratório de ensaios destrutivos, onde foram obtidos os parâmetros magnéticos. O esquema mostrando o detalhamento técnico do Magnetômetro é visto na Figura 3.9.

Para a obtenção dos dados, uma amostra pequena é fixada na extremidade de uma haste vibrante onde um campo estático é aplicado por um eletroímã de 14KG e provoca a magnetização da amostra que, associada à vibração induz um sinal nas bobinas de “*pick-up*” (bobinas compensadas). Este campo pode ser aplicado tanto na direção transversal como na direção longitudinal em relação à direção de vibração. O Magnetômetro mede a magnetização M (emu) da amostra em função do campo magnético aplicado $H(G)$.

Para o ensaio de caracterização magnética, as amostras em forma de discos com dimensões de 3 x 1 mm são fixadas em uma haste e em seguida, as mesmas são posicionadas entre as hastes de um eletroímã, conforme mostra a Figura 3.10. As peças são submetidas a um campo magnético, por aproximadamente 15min no qual se faz o levantamento das curvas de histerese do material.

Figura 3-9: Magnetômetro de Amostra Vibrante (MAV) marca Lake Shore.

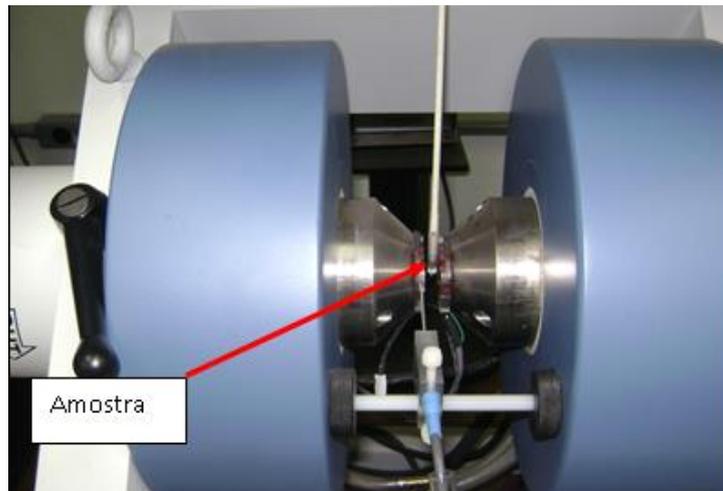


Fonte: (Laboratório de Ensaios Destrutivos- UNIFEI).

O campo estático, aplicado pelo eletroímã, provoca a magnetização da amostra, que associada à vibração, induz um sinal nas bobinas. O campo magnético produzido pelo eletroímã, o qual é aplicado à amostra, orienta os domínios magnéticos no sentido deste campo. Conseqüentemente, esta amostra com os domínios orientados se comporta como um pequeno magneto. Deste modo, foi possível a obtenção das curvas de histerese do aço inoxidável dúplex UNS S31803.

Os resultados encontrados foram analisados com o auxílio do software gráfico Origin Pro 8.5. para a identificação das propriedades magnéticas do material como o campo coercivo (H_c), o campo remanente (M_r) e a magnetização de saturação (M_s).

Figura 3-10: Posicionamento da Amostra para Caracterização Magnética.



Fonte: Autoria própria.

Em estudos desenvolvidos, verificou-se que a saturação magnética é influenciada apenas pela quantidade de fase ferromagnética presente no material. Tavares et. al., (2006), em seus estudos, obtiveram uma estrutura quase que completamente ferrítica, tendo como valor máximo de magnetização de saturação 133,0 emu/g. Esse resultado será utilizado como saturação magnética da fase ferrítica.

A quantidade de fase ferromagnética foi obtida em função da magnetização de saturação, utilizando a Equação 10 (Tavares, et. al., 2006).

$$C\alpha = Ms/133 \quad (10)$$

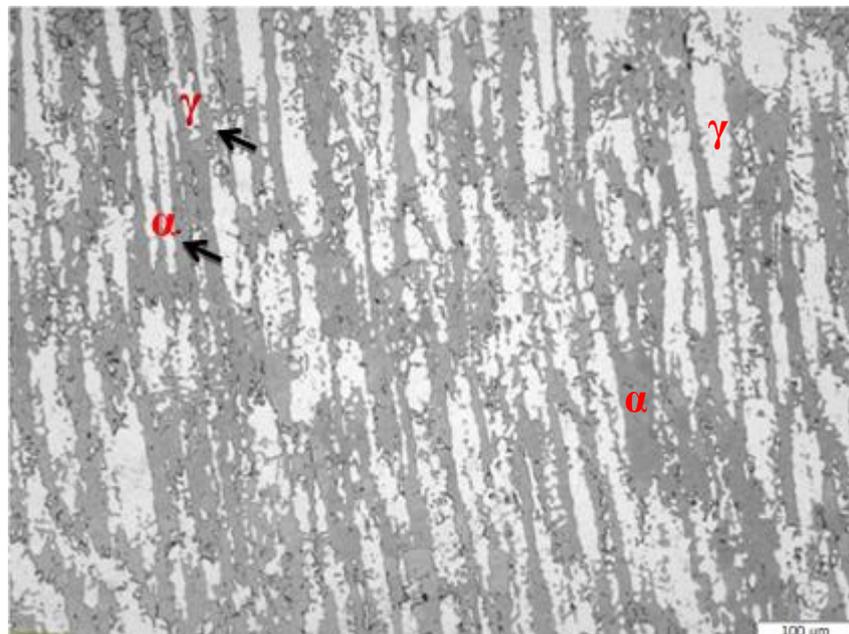
Onde: $C\alpha$ é a quantidade de ferrita e MS é a magnetização de saturação da amostra analisada.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX UNS S31803 NO ESTADO COMO RECEBIDO

Na Figura 4.1 é mostrada a microestrutura da amostra como recebida, na qual se observa a presença de ilhas da fase austenítica (região clara) na matriz ferrítica (região escura). As fases ferrita e austenita estão alongadas na direção da laminação. Antes do processo de moagem no material estão presentes a fase ferrita que tem um comportamento ferromagnético e a fase austenita que apresenta um comportamento paramagnético.

Figura 4-1: Amostra como recebida. Ataque químico com reagente Behara.

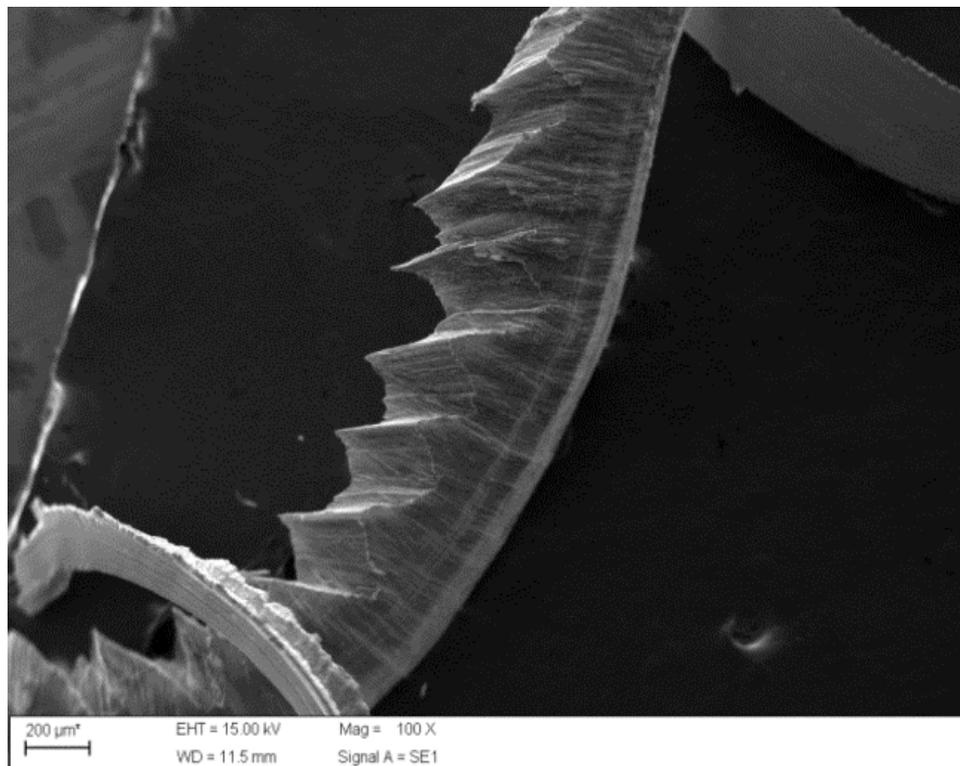


Fonte: Autoria própria.

4.2. CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DO CAVACO DE UM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX UNS S31803

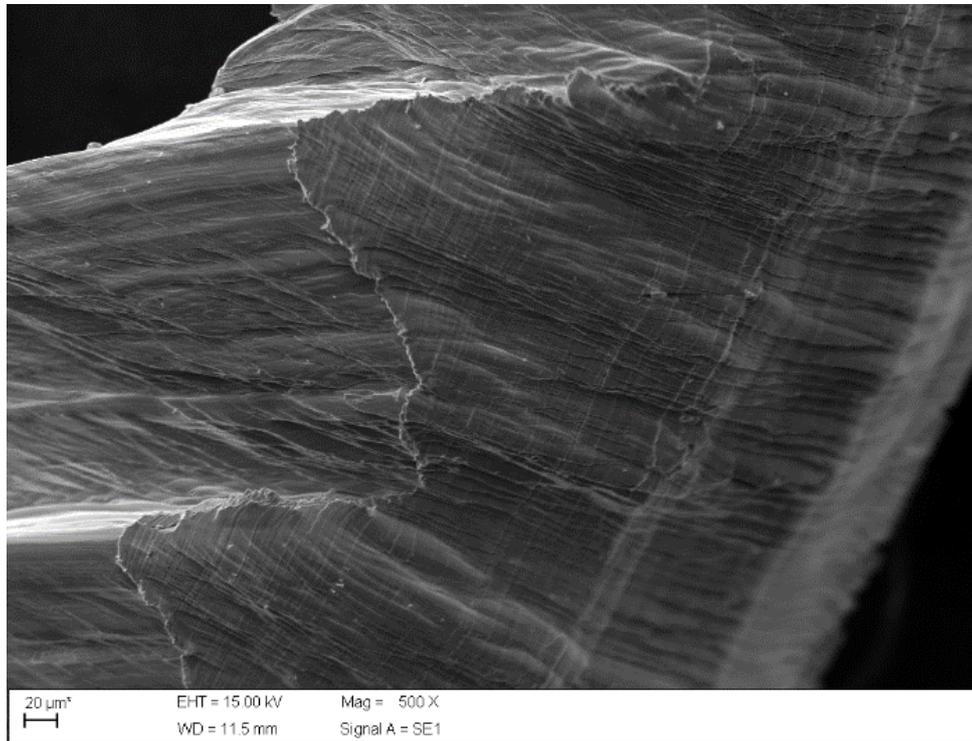
Para a obtenção dos cavacos que foram utilizados no processo de moagem de alta energia foi empregado o fresamento. Esse processo originou cavacos finos e pequenos do tipo emaranhados quebradiços (Figura 4.2). Pode -se observar que os cavacos de aço UNS S31803 processados por usinagem apresentam um tamanho médio de 8000 μm , e regiões de deformação plástica de superfície originadas pela ferramenta de usinagem (Figura 4.3).

Figura 4-2. Micrografia dos cavacos do aço inoxidável dúplex, modo elétrons secundário.



Fonte: Autoria própria.

Figura 4-3. Micrografia de cavacos de aço inoxidável dúplex, modo elétrons secundários. Imagem ampliada da região de deformação plástica.



Fonte: A autoria própria.

4.3. MOAGEM DE ALTA ENERGIA DE CAVACOS DE UM AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX COM CARBETO DE NIÓBIO

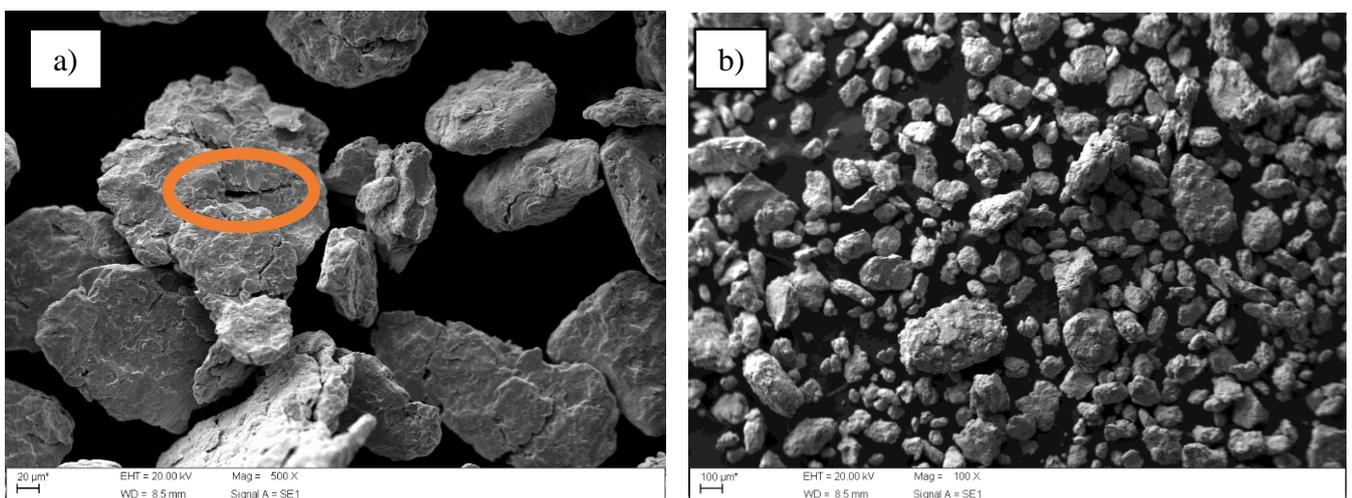
Estudos preliminares sobre a moagem dos cavacos de um aço inoxidável foram realizados no intuito de saber qual era o comportamento do material mediante a moagem com e sem adição de carbeto no processo de moagem.

Os cavacos do aço inoxidável dúplex UNS S31803 foram submetidos a moagem de alta energia a 350 rpm com e sem adição de NbC, durante os tempos de 5h e 20 horas. Pode ser visto na Figura 4.4 (a) que, após 5 horas de moagem sem adição de carbeto, os cavacos do AID UNS S31803 foram transformados em partículas com morfologia irregular e dimensões em torno de 600 μm. A região destacada na Figura 4.4 (a) mostra a

área de cisalhamento de uma partícula causada por deformação plástica durante o processo de moagem.

Para a moagem no tempo de 20 horas, as partículas mantiveram o formato irregular. No entanto, ocorreu uma diminuição do tamanho de partícula, para tamanhos entre 65 μm e 400 μm , como pode ser visto na Figura 4.4 (b). No processo de moagem para o sistema dúctil-dúctil dois processos principais são distinguidos: soldagem a frio (devido a impactos esfera-pó-esfera) e fraturamento (devido à fragilidade induzida pelo encruamento de pós) (SURYANARAYANA, 2001; CANAKCI; VAROL 2015). O encruamento gerado faz com que os pós se tornem frágeis e o processo de fratura se torne significativo para tempos maiores de moagem (CANAKÇI; VAROL 2015).

Figura 4-4: Partículas do aço inoxidável UNS S31803 sem adição de carbeto de nióbio após (a) 5 horas e (b) 20 horas de moagem.

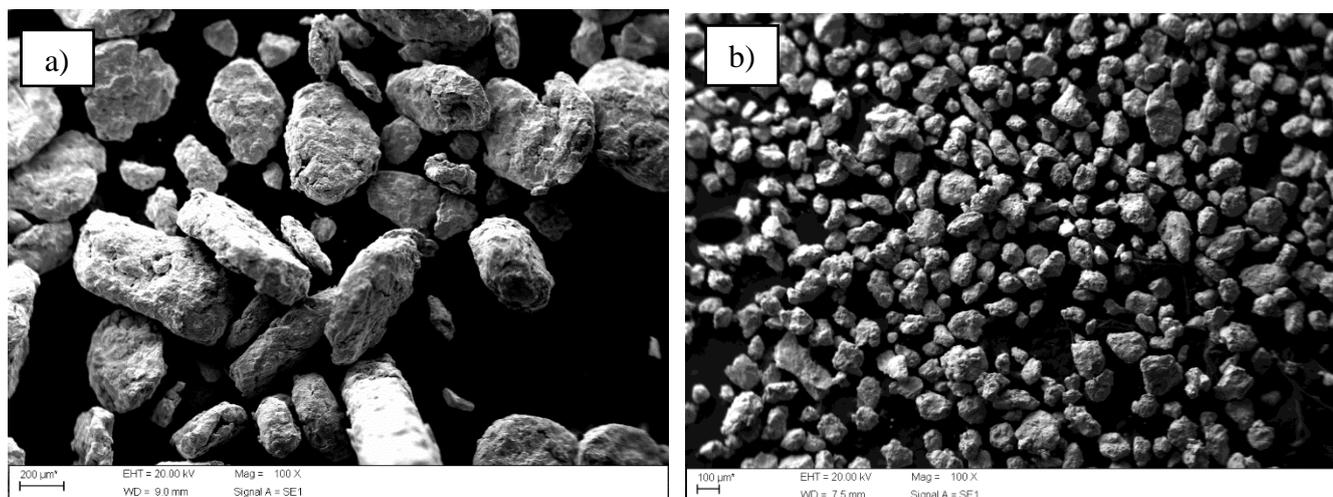


Fonte: Autoria própria.

Para a moagem com a adição de 3% de NbC após 5 horas, foi possível obter partículas com tamanhos entre 150 μm e 500 μm e partículas com morfologia irregular (Figura 4.5 a). Com o aumento do tempo de moagem para 20 horas, foi possível observar que as partículas mantiveram a morfologia irregular com tamanhos entre 60 μm e 300 μm (Figura 4.5b).

Comparando o processo de moagem de cavacos do aço inoxidável sem carbeto e com adição de 3% de NbC, nas mesmas condições de moagem, observou-se uma diminuição do tamanho de partícula obtendo partículas de tamanho menor que 300 μm , o que demonstra um aumento na eficiência do processo de moagem.

Figura 4-5: Partículas do aço inoxidável UNS S31803 com adição de 3% de NbC após (a) 5 horas e (b) 20 horas de moagem.



Fonte: A autoria própria.

A Tabela 4.1 apresenta a distribuição de tamanho de partículas após 20 horas, sem e com adição de NbC. Os parâmetros D10, D50 e D90 representam os tamanhos de partícula abaixo dos quais se encontram 10%, 50% e 90% do volume do material. Analisando os resultados, nota-se que a distribuição de partículas D50 e D90 são reduzidas pela adição de 3% NbC. Estes resultados evidenciam que a adição de NbC provoca um aumento na eficiência do processo de moagem dos cavacos do aço inoxidável. A adição de 3% NbC, para o tempo de moagem de 20 horas em relação a moagem sem carbetto acarreta uma redução do tamanho médio de partículas de 20% .

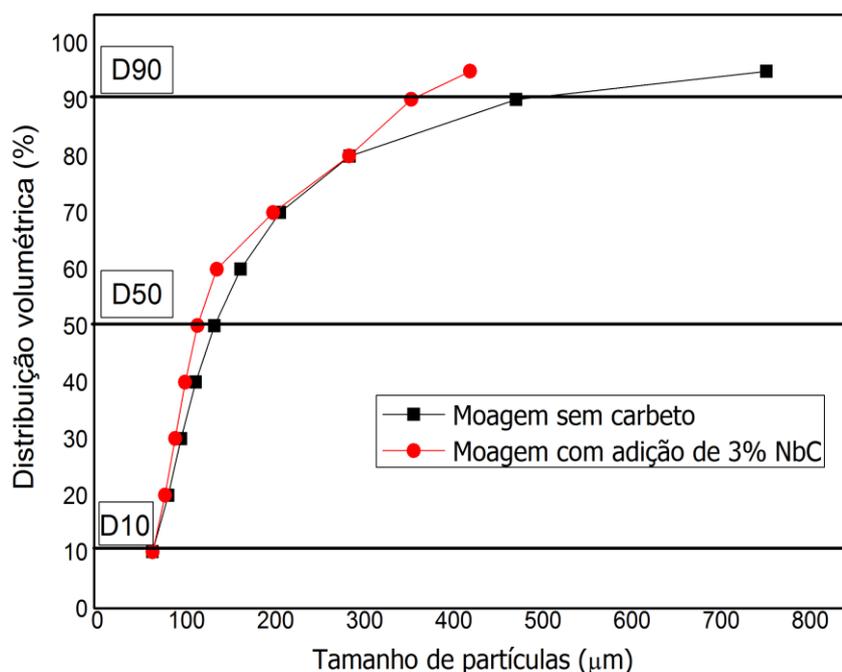
Tabela 4.1: Parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do AID após moagem para o tempo de 20 horas.

Partículas do AID após moagem	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)	Tamanho médio (µm)
sem carbetto	65,3	134,8	473,3	219,7
com adição de 3% de NbC	65,6	115,8	355,7	175,6

A curva de análise acumulativa do tamanho de partícula é apresentada na Figura 4.6, na qual são mostrados os limites de D10, D50 e D90 usados como os critérios de aceitação para o método de difração a laser. Por exemplo, pode ser observado no gráfico que para 20 horas de moagem com a adição de NbC, o valor para D50 é de 115,8 µm, o que significa que 50% dos tamanhos de partícula estão abaixo deste valor (isto é, o

diâmetro médio). Da mesma forma, D10 e D90 apresentam os valores de 65,6 μm e 355,7 μm , indicando que 10% das partículas estão abaixo dos 65,6 μm e 90% das partículas estão abaixo de 365,7 μm , respectivamente.

Figura 4-6: Distribuição volumétrica em função do tamanho de partícula para a moagem com e sem adição do NbC.



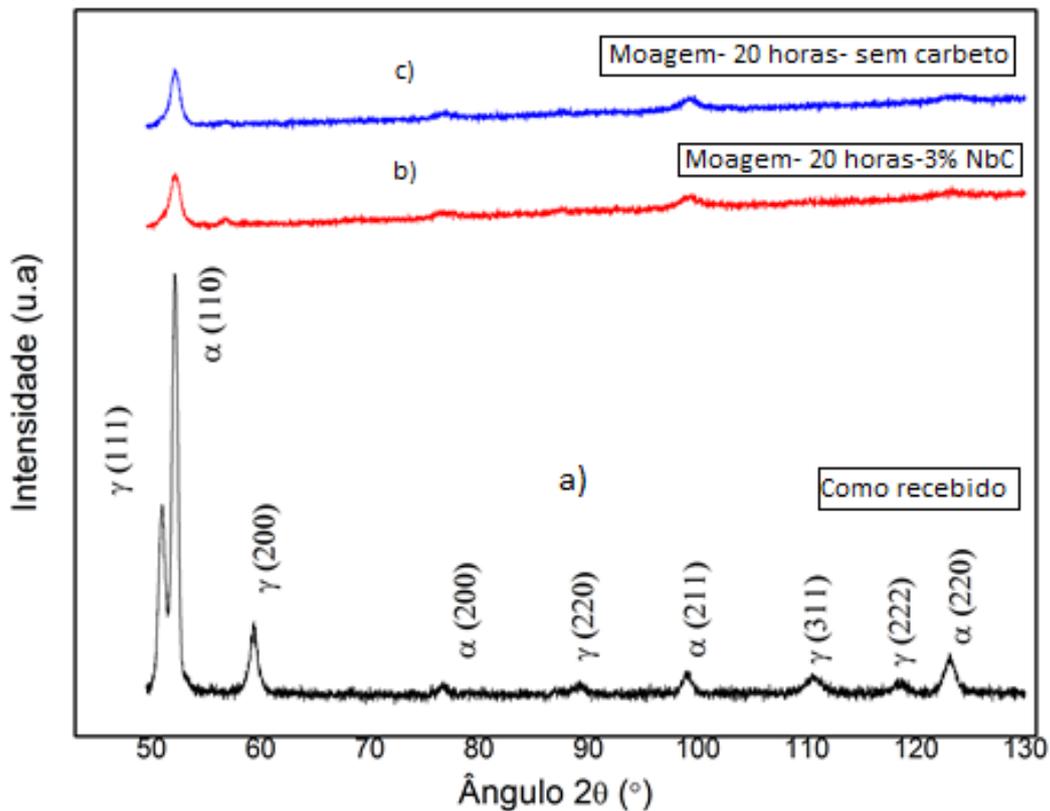
Fonte: Autoria própria.

Na Figura 4.7 é mostrado os resultados da difração de raios X do aço inoxidável nas seguintes condições: (a) conforme recebido; (b) após 20 horas de moagem com adição de 3% de NbC; (c) após 20 horas de moagem. Observa-se que para a condição (a) são identificadas as fases austenita (γ) e ferrita (α).

Para as condições (b) e (c), nota-se que a deformação provocada pela moagem de alta energia resultou em uma alteração significativa nos picos de difração. Note-se ainda o desaparecimento dos picos de austenita (200), (220), (311) e (222) e do pico de intensidade relativa da ferrita (220). Os picos de intensidade relativa da fase austenítica (111) e da fase ferrítica (110) desaparecem após o processo de moagem e ocorre o surgimento de um pico de intensidade relativa das fases ferrítica e martensita. Convém esclarecer que os picos das fases ferrita e martensita não são distinguidos porque ambas

as fases apresentam a mesma reflexão. Estas alterações no perfil dos padrões de difração podem ser causadas por uma possível transformação de fase da austenita em martensita induzida por deformação.

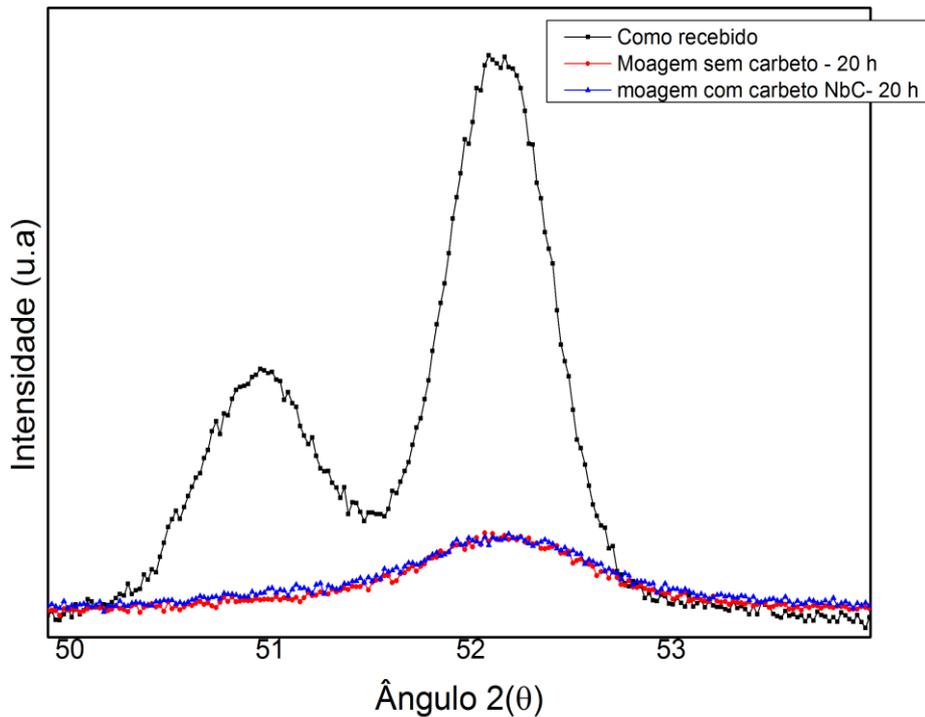
Figura 4-7: Difratoograma do aço inoxidável nas condições: (a) conforme recebido; b) após 20 horas de moagem com adição de 3% de NbC, (c) após 20 horas de moagem.



Fonte: Autoria própria.

Pode ser observado no difratograma da Figura 4.8 que após o processo de moagem houve uma diminuição da intensidade e o alargamento dos picos da fase ferrita (110) e fase austenítica (111) e a ocorrência da formação da fase martensítica induzida pela deformação. Este alargamento dos picos do material sujeito a moagem no tempo de 20 horas, ocorre em função da deformação plástica não uniforme (microtensão) da rede cristalina, das falhas de empilhamento, entre outros defeitos cristalinos que resultaram na diminuição do tamanho de partícula. A deformação gerada tanto pela moagem com a adição de carbeto, como para moagem sem a adição de carbeto acarretam o mesmo grau de deformação, mostrando uma diminuição e alargamento por igual dos picos das fases analisadas.

Figura 4-8: Detalhes de difração de raios X do aço inoxidável UNS S31803 que mostram apenas os picos de fase ferrítica, austenítica e martensita para as regiões entre 50 e 54 °.



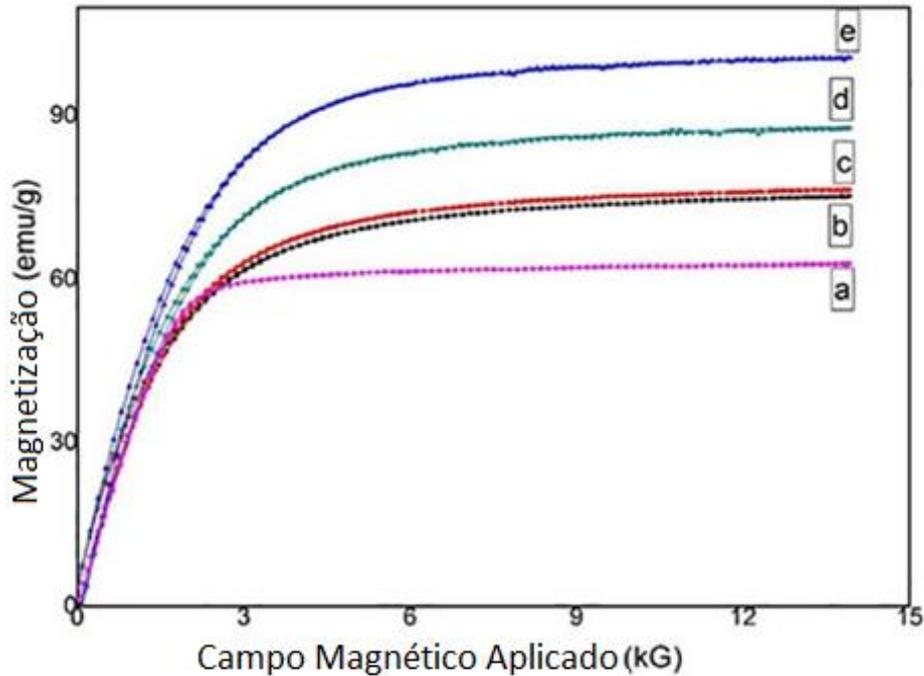
Fonte: Autoria própria.

A Figura 4.9 mostra o comportamento magnético do aço inoxidável duplex UNS S31803 sob as seguintes condições: (a) como recebido; (b) após 5 horas de moagem sem carbeto; (c) após 5 horas de moagem com adição de 3% de carbeto; (d) com adição de 3% de NbC após 20 horas de moagem; (e) sem adição de 3% de NbC após 20 horas de moagem.

Analisando os resultados da Figura 4.9, nota-se que as amostras após o processo de moagem aumentaram a magnetização de saturação (MS) e quanto maior o tempo, maior o valor obtido. A magnetização de saturação depende apenas da fração volumétrica da fase magnética. O aumento do valor da magnetização de saturação está relacionado com a transformação da austenita em martensítica induzida por

deformação (BALDO; MESZÁROS 2010) (TAVARES, *et al*, 2006). Quanto maior o tempo de moagem, maior a formação da estrutura martensítica.

Figura 4-9: Curva de magnetização em função do campo magnético aplicado sob diferentes condições: (a) como recebido; (b) após 5 horas de moagem sem carbeto; (c) após 5 horas de moagem com adição de 3% NbC; (d) após 20 horas de moagem com adição de 3% NbC; (e) após 20 horas de moagem sem adição de carbeto.



Fonte: Autoria própria.

Os valores obtidos para a MS no tempo de 20 horas foram maiores para moagem sem adição de carbeto em relação à moagem com adição de carbeto de nióbio, ocorrendo uma diminuição de 12,8% dos valores de magnetização de saturação com adição de carbeto. Pode-se observar que a moagem com adição de carbeto de nióbio, material com características de material paramagnético, reduz a transformação de austenita em martensita por deformação.

A Tabela 4.2 apresenta os valores de magnetização de saturação e percentual de fase ferromagnética (ferrita + martensita) obtidos pela Equação 10 desenvolvida por Tavares et.al, 2006, bem como a porcentagem das fases presentes no aço inoxidável duplex. O material recebido apresenta a fase de ferrita e austenita. Percebe-se que o aumento do tempo de moagem promove o aumento percentual da fase ferromagnética.

O aumento dos valores de magnetização de saturação por magnetização com o processo de deformação a frio confirma a formação da fase α' pela decomposição da fase $\gamma \rightarrow \alpha'$.

Tabela 4.2: Porcentagem da fase ferromagnética e fases presentes no aço inoxidável duplex sob diferentes condições.

Condições	Magnetização de Saturação (emu/g)	(%) Fase Ferromagnética	(%) Martensita
Como recebido	62,1	46,7	0,0
Após 5 horas de moagem	75,2	56,5	9,8
Após 5 horas de moagem + 3% NbC	76,4	57,4	10,7
Após 20 horas de moagem	100,6	75,6	28,9
Após 20 horas de moagem + 3% NbC	87,8	66,0	19,4

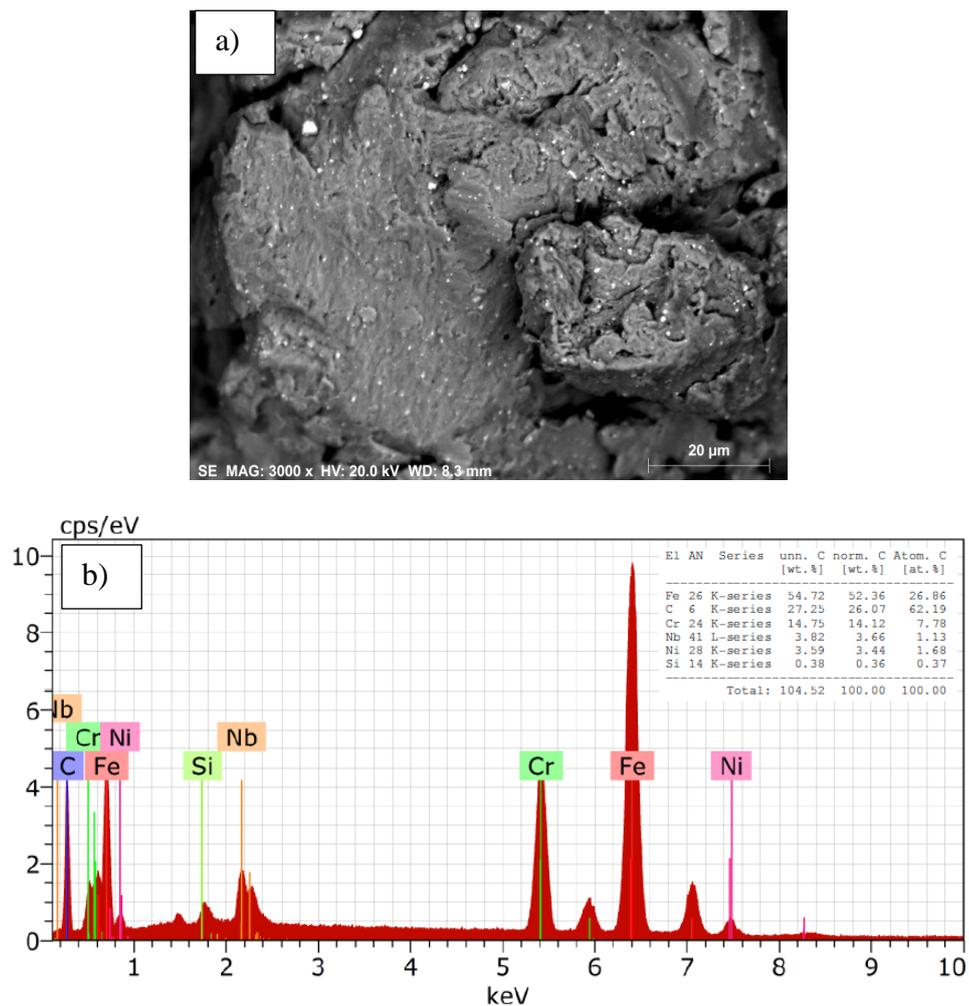
Para o tempo de moagem de 5 horas, observou-se um aumento nos valores de magnetização de saturação em relação ao material como recebido e, conseqüentemente, da quantidade de fase martensítica formada. Os valores obtidos para a magnetização de saturação para as amostras após moagem com adição de carbeto são um pouco maiores do que as obtidas para a moagem sem adição de carbeto. Sendo que são amostras com características diferentes, os valores obtidos são diferentes. Portanto, o tempo de moagem de 5 horas não influenciou substancialmente a magnetização de saturação.

Pode-se observar que a moagem com adição de carbeto de nióbio, material com características de material paramagnético, reduz a transformação de austenita em martensita por deformação para a moagem no tempo de 20 horas. O processo de moagem com adição de carbetos, a deformação gerada durante o processo é menor, e conseqüentemente ocorre uma formação de uma quantidade menor de martensita

induzida por deformação, isto pode ser devido às partículas do material cerâmico colidirem com as partículas do material metálico, esse tipo de comportamento pode causar colisões que acabam por fragilizar a região que ocorreu o contato, levando a ruptura do material por cisalhamento.

A Fig. 4.10(a) apresenta a microestrutura analisada utilizando o modo de elétrons retroespalhados (ERE), no qual os pontos mais brilhantes representam o elemento nióbio devido ao maior peso atômico de nióbio. Na Figura 4.10b se observa a presença dos elementos químicos obtidos por espectroscopia de energia dispersiva (EDX). Foram encontrados os elementos constituintes do AID: Fe, Cr, Ni, Si, bem como do carbeto de nióbio: Nb e C.

Figura 4-10: MEV das partículas de um aço inoxidável dúplex com NbC após 20 horas de moagem no modo ERE (a); Análise EDX de aço inoxidável dúplex para identificação de elementos químicos principais (b).



Fonte: autoria própria.

4.4. MOAGEM DE ALTA ENERGIA DE CAVACOS DE UM AÇO COM DIFERENTES TIPOS DE CARBETOS

A Figura 4.11 a, b, c e d apresentam a morfologia das amostras de aço inoxidável submetidas a moagem de alta energia sem a adição de carbeto, com a adição de 3% de TiC, com 3% de NbC e com a adição de 3% de VC, respectivamente. Observa-se que para a moagem do aço inoxidável sem adição de carbeto, que os tamanhos médios das partículas estão na faixa 60 μ m a 300 μ m (Figura 4.11a).

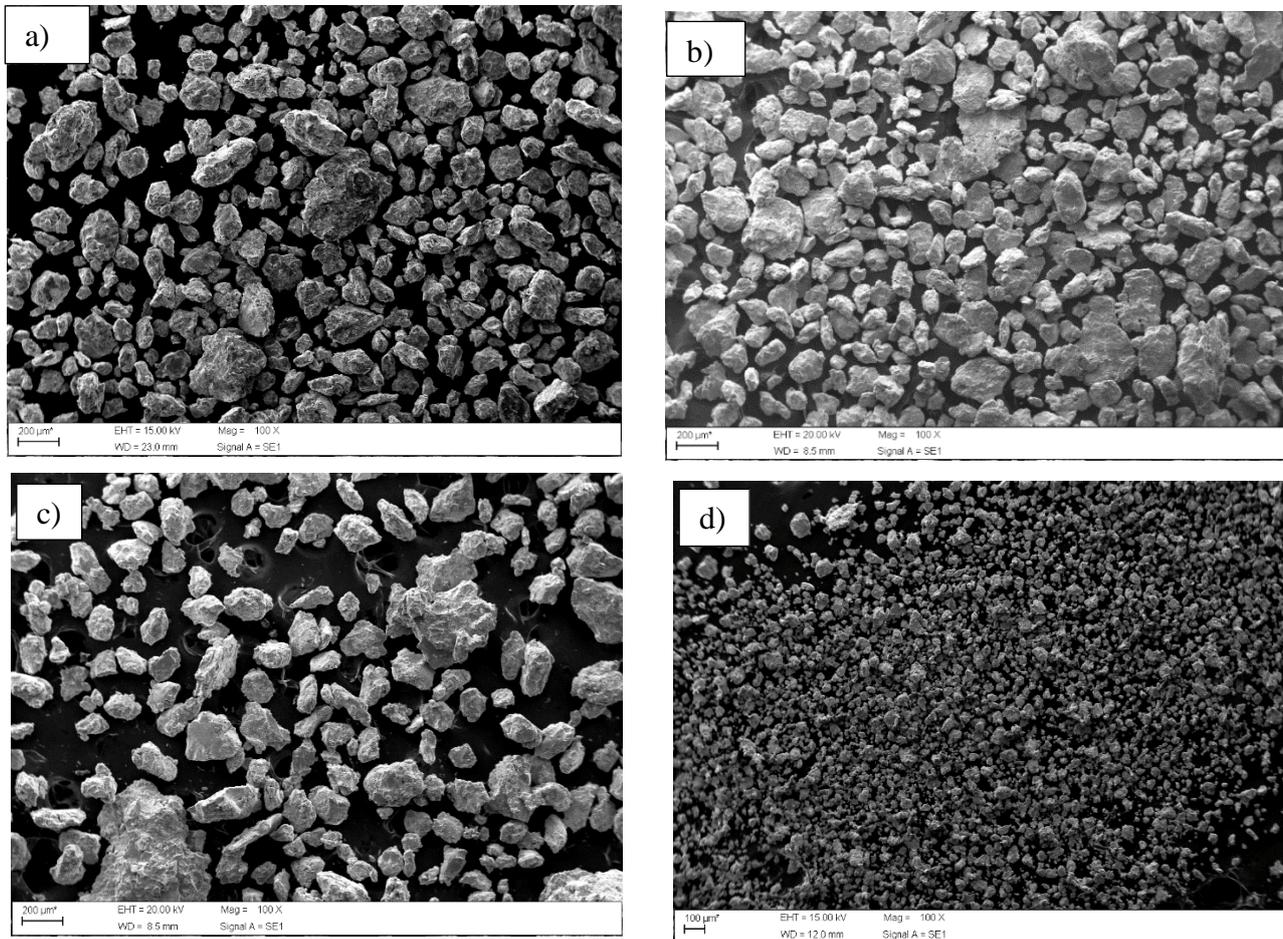
Para a moagem com a adição de 3% do TiC após 50 horas, foi possível obter partículas com tamanhos entre 50 μ m e 130 μ m (Figura 4.11b) e uma morfologia com partículas irregulares. O tamanho de partícula obtido da moagem com adição de TiC é 98 vezes menor em comparação ao cavaco original.

Para a moagem com a adição de 3% de NbC após 50 horas, foi possível obter partículas com tamanhos entre tamanhos entre 60 μ m e 150 μ m (Figura 4.11c). O tamanho de partícula obtido após a moagem com adição de NbC é 85 vezes menor em comparação com o cavaco original.

O menor tamanho de partículas observado foi obtido para as amostras submetidas a moagem com a adição de 3% de VC. Pode ser observado que existem duas regiões, um com o tamanho médio de partículas em torno de 20 μ m e 100 μ m como pode ser observado na Figura 4.11 d. Por ser possivelmente o carbeto mais duro dos utilizados, estes resultados evidenciam que a adição de VC gera um aumento na eficiência do processo de moagem do aço, devido ao maior potencial de fragilização dado por sua dureza.

A adição de 3% de carbeto de nióbio, titânio e vanádio na moagem de um aço inoxidável sob as mesmas condições promoveu uma redução no tamanho de partículas quando comparado à moagem do mesmo aço sem a adição de carbeto com os mesmos parâmetros de moagem. As partículas obtidas apresentam tamanhos menores do que 150 μ m, o que demonstra um aumento na eficiência do processo de moagem.

Figura 4-11: Morfologia das partículas do aço inoxidável UNS S31803 após moagem de alta energia nas condições: (a) sem a adição de carbeto. (b) com adição de 3% de TiC. (c) com adição de 3% de NbC. (d) com adição de 3% de VC.



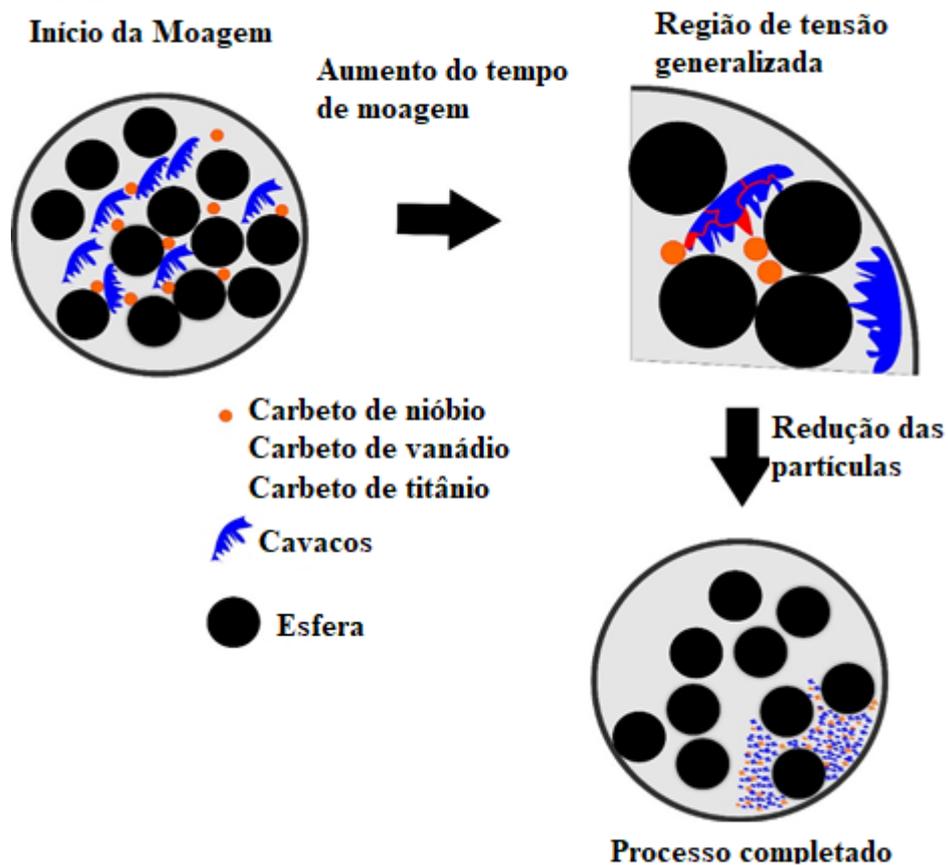
Fonte: Autoria própria.

A adição de carbeto no processo de moagem de alta energia do aço inoxidável UNS S31803 promoveu um aumento na eficiência desse processo. Isso pode ser explicado, pelo fato das partículas que constituem o aço apresentarem um comportamento de um material dúctil e o carbeto é material cerâmico de alta dureza. O impacto entre os corpos de moagem promove a colisão de partículas de material cerâmico com o material metálico, que resulta em uma região de tensões generalizadas na partícula dúctil, levando a ruptura, através da combinação do processo frágil-dúctil (MENDONÇA, et al, 2018). Dias et.al., 2018 verificaram que a moagem com adição de VC foi mais eficiente no processo de moagem em comparação com a moagem com adição de carbeto de nióbio.

A adição de carbeto de vanádio, nióbio e titânio no processo de moagem de cavacos de um aço inoxidável promoveu um aumento na eficiência deste processo. Isto é

explicado pelo fato de que as partículas que constituem o aço são um material dúctil e o carbeto é uma cerâmica de alta dureza. A Figura 4.12 mostra o processo de moagem com adição de carbeto de titânio ou nióbio. Nesta figura se observa que o impacto entre corpos de fresagem promove a colisão de partículas de material cerâmico com o material metálico, resultando em uma região de tensões generalizadas na partícula dúctil, levando à ruptura, através da combinação do processo frágil-dúctil (Mendonça, et.al., 2017).

Figura 4-12: Mecanismo de moagem de cavacos de um aço inoxidável duplex com adição de carbeto.



Fonte: Autoria própria.

A Tabela 4.3 apresenta a distribuição de tamanhos de partículas das amostras após a moagem de alta energia sem a adição de carbeto, com a adição de 3% de TiC, NbC e de VC. Nota-se que a distribuição de partículas D10, D50 e D90 e o tamanho médio são reduzidas pela adição de carbeto na moagem. A maior redução foi obtida com a adição de 3% de VC, estando em torno de 66% em relação a moagem do material

sem carbeto, enquanto a moagem com a adição de TiC e de NbC, a redução do tamanho de partícula está em torno de 43,5% e 34,8%, respectivamente.

Com o aumento do tempo de moagem, e devido ao aumento da frequência de impactos de alta energia gerados no processo por meio das colisões entre as esferas-cavaco-carbeto e esfera-cavaco-jarro, como pode ser observado na Figura 4.12, ocorre uma diminuição do tamanho das partículas. O processo de moagem de alta energia acarreta uma severa deformação plástica, fratura e soldagem a frio do partículas levando a formação de pós com tamanhos micrométricos e nanométricos (SURYANARAYANA, 2001, CNACKSI, 2015).

Tabela 4.3: Parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do aço inoxidável dúplex, sem carbeto e com a adição de 3% de VC, TiC e NbC.

Partículas do aço inoxidável dúplex após moagem	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)	Tamanho médio (μm)
Moagem aço inoxidável sem carbeto	79,1	142,9	212,6	143,9
Moagem aço inoxidável com adição de 3% de VC	12,5	42,4	90,7	48,9
Moagem aço inoxidável com adição de 3% de TiC	46,5	77,6	122,0	81,3
Moagem aço inoxidável com adição de 3% de NbC	50,4	89,8	144,2	93,9

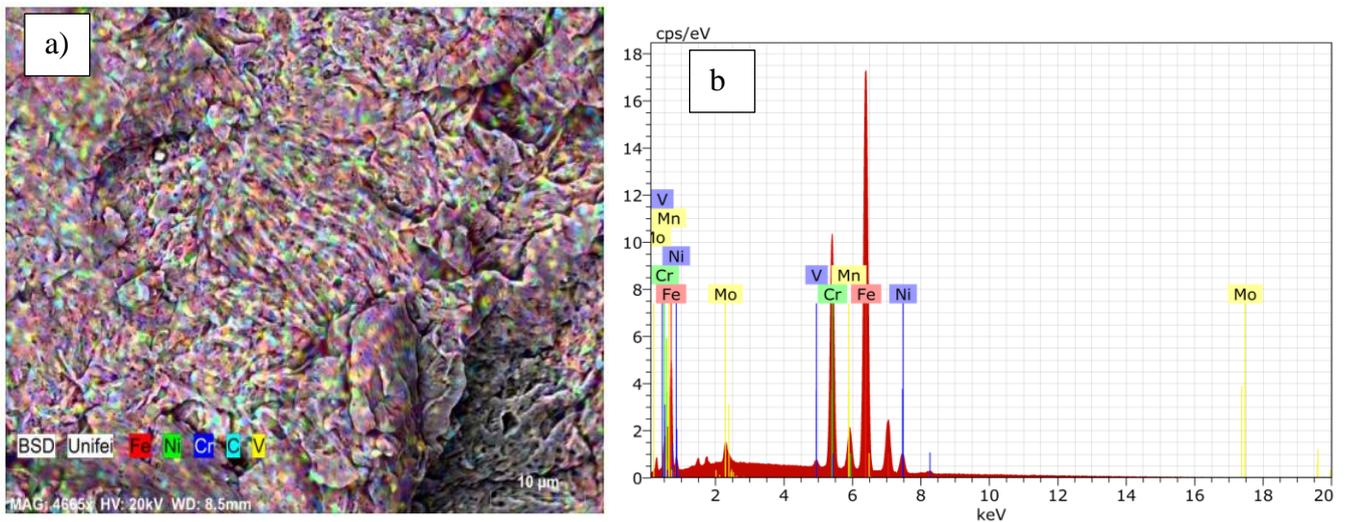
Dias, et. al., 2017 ao realizar a moagem de cavacos de uma liga de bronze de alumínio, assim como Mendonça et.al., 2018 ao realizar uma moagem de alta energia com uma adição de carbeto, verificaram que o processo de moagem e a consequente redução do tamanho de partículas está relacionado com o tempo de moagem e adição de carbeto.

A distribuição do carbeto de vanádio foi avaliada sob o microscópio eletrônico de varredura usando o modo de dispersão de energia. Observou-se que as partículas de VC (Figura 4.13a), estão localizadas homoganeamente na superfície das partículas do material.

As partículas de carbeto de vanádio foram identificadas pelos seus elementos químicos, assim como ocorre a presença dos elementos ferro, cromo e níquel, elementos

constituintes do AID. Os espectros de EDX indicam a presença semi-quantitativa para os elementos constituintes do AID (Figura 4.13 b).

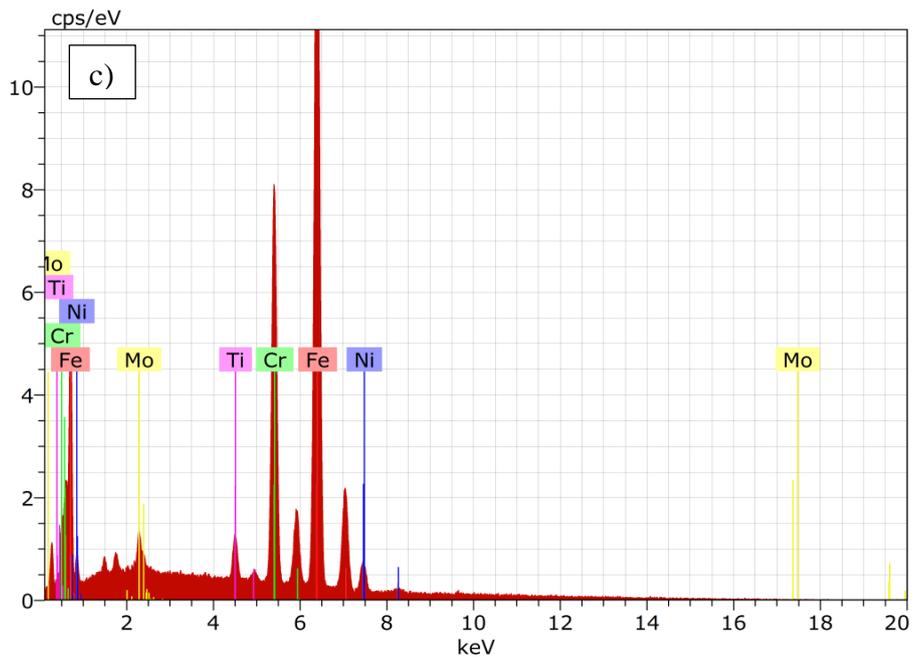
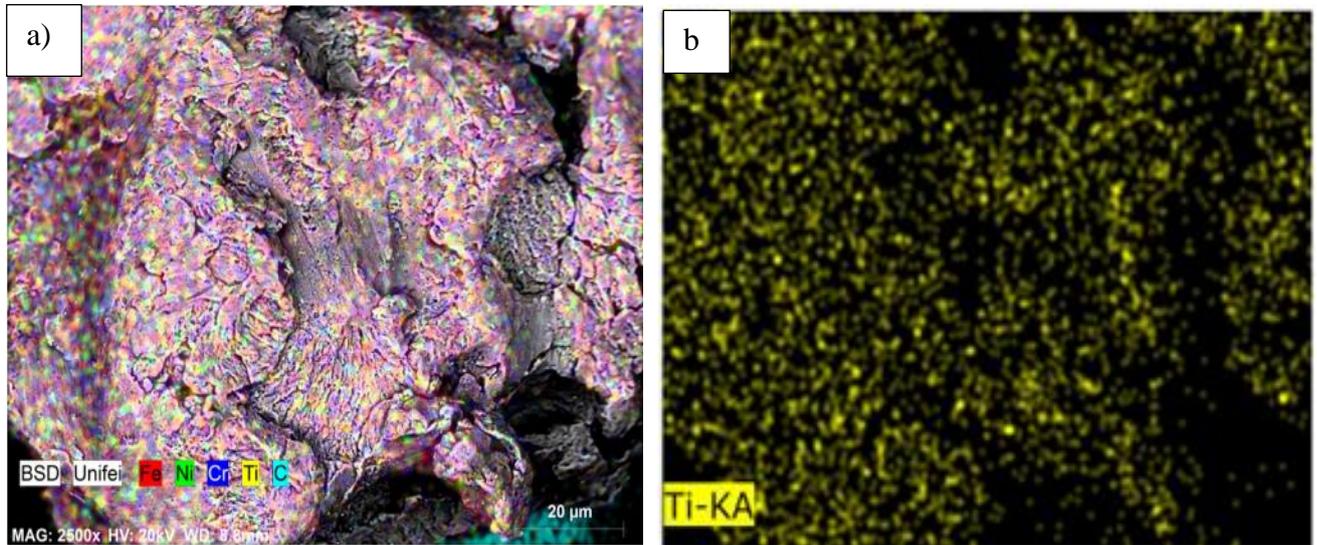
Figura 4-13 (a):Mapeamento das partículas de um aço inoxidável com adição de VC.
(b) Espectro de EDX do AID com adição de 3% VC após moagem por 50 horas.



Fonte: Autoria própria.

A análise do pó com 3% de Ti via EDX e mapeamento são mostradas na Figura 4.14. As partículas de TiC foram identificadas por seus elementos químicos, bem como a presença de elementos de ferro, cromo e níquel, elementos constituintes de aço inoxidável dúplex (Figura 4.14a). Pode-se observar na Figura 4.14b que as partículas de titânio estão localizadas de forma homogênea na superfície das partículas de aço inoxidável submetidas a moagem durante 50 h. Os espectros de EDX (Figura 4.14c) indicam a presença semi-quantitativa para os elementos constituintes do aço inoxidável dúplex, bem como a porcentagem de titânio, o elemento adicionado no momento da moagem para aumentar a eficiência do processo, resultando em uma diminuição do tamanho de partícula.

Figura 4-14(a): Mapeamento dos pós de um aço inoxidável com adição de TiC; **(b)** Mapeamento para identificação de partículas Ti. **(c)** Espectros de EDX de aço inoxidável dúplex para identificação de elementos químicos principais.

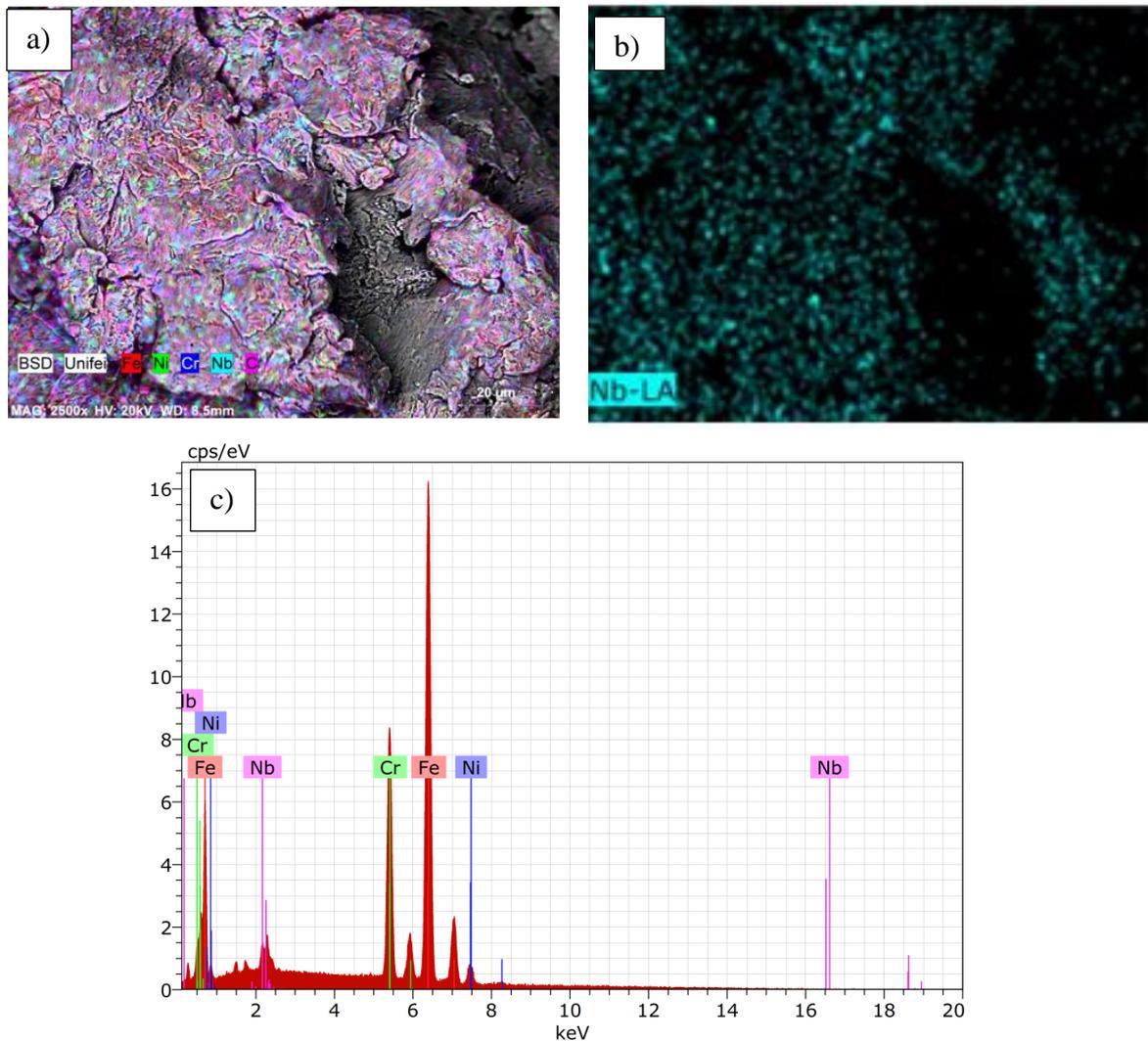


Fonte: Autoria própria.

Na Figura 4.15a, as partículas de NbC foram analisadas usando o modo de elétrons retroespalhados (ERE). As partículas de NbC foram identificadas por seus elementos químicos carbono e nióbio, assim como os elementos constituintes do aço inoxidável dúplex UNS S31803. A Figura 4.15b revelam uma distribuição homogênea de Nb na matriz. A partir da análise EDX na Figura 4.15c, é possível observar a presença

dos elementos principais que compõem o aço inoxidável dúplex como Cr, Mo, Fe e Ni. Já, os elementos V e C são parte do carbeto de nióbio adicionado ao processo de moagem.

Figura 4-15 (a): Mapeamento dos pós do aço inoxidável UNS S31803 com adição de NbC; **(b)** mapeamento para a identificação de partículas NbC. **(c)** Espectros de EDX de aço inoxidável dúplex para identificação de elementos químicos principais.

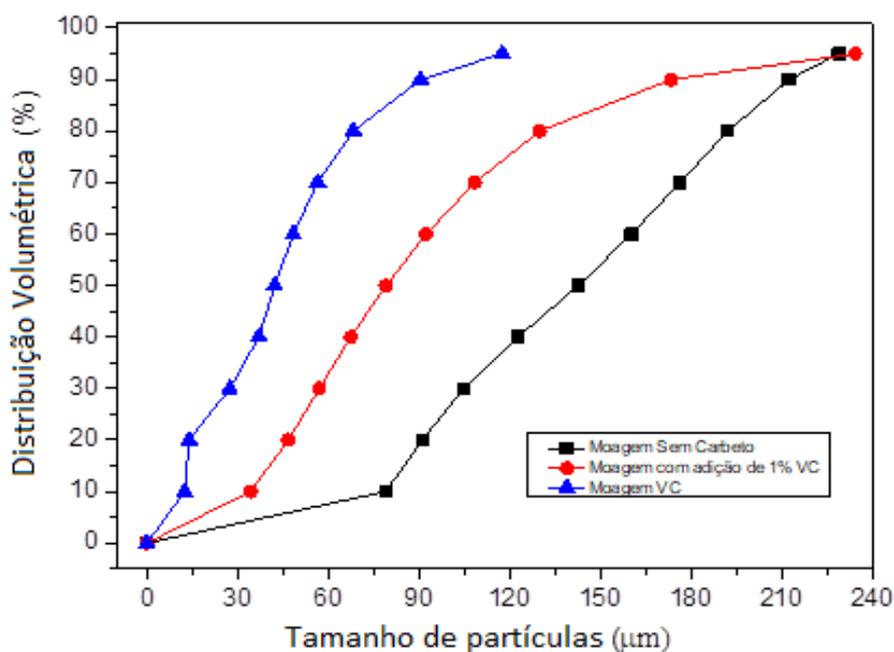


Fonte: Autoria própria.

Para verificar a eficiência do processo de moagem com carbeto de vanádio foi realizada a moagem com 0%, 1% e 3% de carbeto de vanádio. A curva de análise de tamanho de partícula acumulativa na Figura 4.16 mostra os limites de D10, D50 e D90. Com o aumento da adição de carbetos, ocorreu um aumento da eficiência da moagem com a maior redução do tamanho de partículas como pode ser observado na Figura 4.16.

O menor valor do tamanho de partículas foi obtido com a adição de 3% de carbeto de vanádio, sendo que os tamanhos de partículas se encontram abaixo de 100 μm .

Figura 4-16: Distribuição volumétrica em função do tamanho de partículas para moagem sem adição de carbeto e com adições de 1% e 3% de VC.



Fonte: Autoria própria.

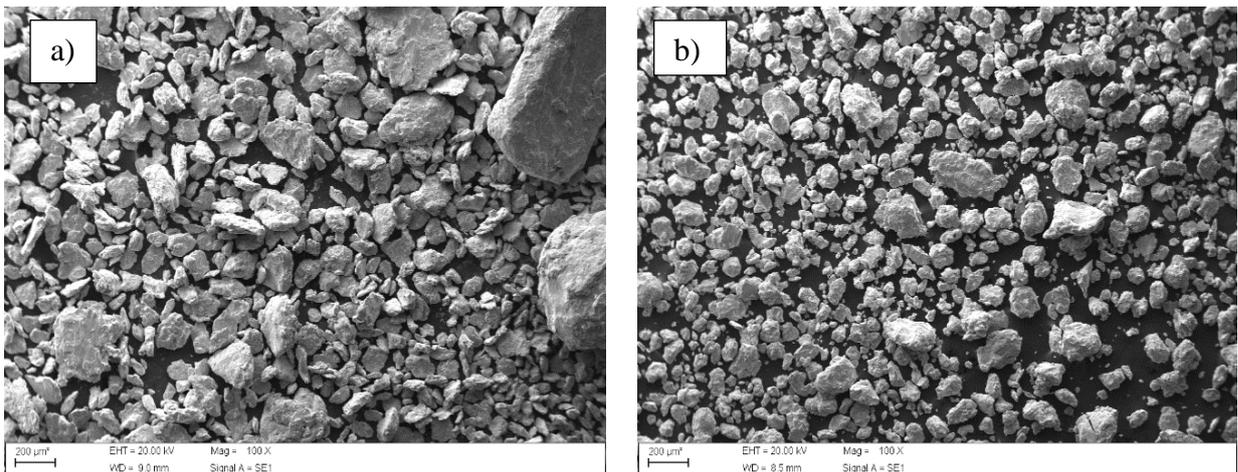
A Tabela 4.4 apresenta a distribuição de tamanho de partículas das amostras submetidas a moagem de alta energia sem a adição de carbeto, com a adição de 1% de carbeto de vanádio e com a adição de 3% de carbeto de vanádio para os parâmetros D10, D50 e D90, assim como do tamanho médio das partículas.

Tabela 4.4: Parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do aço inoxidável dúplex após moagem no tempo de 50 horas, sem carbeto e com a adição de 1% e 3% de carbeto de vanádio.

Partículas do aço inoxidável dúplex após moagem	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)	Tamanho médio (μm)
Moagem aço inoxidável sem carbeto	79,11	142,90	212,60	143,90
Moagem aço inoxidável com adição de 1% de VC	34,28	79,11	173,50	97,18
Moagem aço inoxidável com adição de 3% de VC	12,54	42,37	90,65	48,91

Para os parâmetros de moagem de 350 rpm, relação de massa de material e massa de esferas de 1/20, o tempo de 10 horas e com a adição de 1% de carbeto de vanádio, o material na forma de cavacos foi transformado em partículas com morfologia irregular. Observa-se que os tamanhos médios das partículas estão na faixa 150µm a 400 µm (Figura 4.17a). Para a moagem do material no tempo de 50 horas os tamanhos médios das partículas estão na faixa 30 µm a 250 µm (Figura 4.17b). Em comparação com a moagem sem adição de carbeto acarretou uma diminuição no tamanho de partículas de 18%. Como o carbeto de vanádio apresentou a maior eficiência no processo de moagem com obtenção do menor tamanho de partículas, os próximos experimentos foram realizados utilizando o carbeto de vanádio.

Figura 4-17: Morfologia das amostras de aço inoxidável dúplex submetidas a moagem de alta energia com a adição 1% de carbeto de vanádio: **(a)** tempo de 10 horas. **(b)** tempo de 50 horas



Fonte: Autoria própria.

4.5. PLANEJAMENTO FATORIAL

Para análise dos parâmetros de moagem foi realizado um planejamento fatorial 2^4 , variando a rotação, tempo de moagem, relação massa /bola e porcentagem de carbeto. Na Tabela 4.5 são mostrados os valores dos tamanhos de partículas D10, D50 e D90 assim como do tamanho de partícula media para cada condição planejada no projeto de experimento, com a variação dos parâmetros de moagem.

Os pontos sobre a distribuição, designados como D10, D50, D90; correspondem aos tamanhos de partícula a 10, 50, e 90% sobre a distribuição acumulativa, que

representam os tamanhos de partícula abaixo dos quais se encontram 10%, 50% e 90% da massa do material.

Tabela 4.5: Parâmetros D10, D50 e D90 e tamanhos médios de partículas do aço inoxidável para as variáveis do planejamento de experimento.

Amostra	Rotação (Rpm)	Tempo (h)	Relação m/b	Carbeto (VC) - %	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)	Média (µm)
1	250	10	1/10	0	191,4	497,8	672,0	496,7
2	350	10	1/10	0	253,7	375,1	549,5	389,3
3	250	50	1/10	0	273,6	415,9	559,5	415,8
4	350	50	1/10	0	84,2	151,8	214,0	151,1
5	250	10	1/20	0	283,1	427,6	619,5	443,8
6	350	10	1/20	0	115,6	326,3	462,7	302,3
7	250	50	1/20	0	91,3	168,3	282,5	179,5
8	350	50	1/20	0	66,8	137,9	220,8	141,9
9	250	10	1/10	3	316,9	393,5	513,1	398,5
10	350	10	1/10	3	23,9	151,6	355,5	177,5
11	250	50	1/10	3	20,2	329,9	508,5	268,2
12	350	50	1/10	3	44,5	77,9	136,1	85,1
13	250	10	1/20	3	16,2	192,7	396,9	206,6
14	350	10	1/20	3	42,1	96,9	201,4	111,8
15	250	50	1/20	3	12,8	65,42	353,7	132,3
16	350	50	1/20	3	26,5	53,07	132,9	43,7
17	250	10	1/10	0	212,3	526,5	691,5	508,0
18	350	10	1/10	0	274,6	378,1	500,2	380,3
19	250	50	1/10	0	288,3	360,6	455,4	366,3
20	350	50	1/10	0	90,36	184,8	292,2	187,6
21	250	10	1/20	0	278,8	395,0	524,5	394,3
22	350	10	1/20	0	142,9	370,2	476,0	354,1
23	250	50	1/20	0	53,3	147,4	555,8	267,6
24	350	50	1/20	0	79,1	142,9	212,6	143,9
25	250	10	1/10	3	91,5	328,9	442,1	300,9
26	350	10	1/10	3	59,1	186,0	472,0	246,5
27	250	50	1/10	3	32,5	125,4	497,5	229,4
28	350	50	1/10	3	35,1	70,81	241,4	109,7
29	250	10	1/20	3	21,5	139,4	483,5	222,2
30	350	10	1/20	3	41,7	89,2	402,4	163,9
31	250	50	1/20	3	10,4	67,1	220,7	90,5
32	350	50	1/20	3	12,5	42,4	90,65	48,9
33	300	30	1/15	1,5	36,0	69,3	161,7	86,9
34	300	30	1/15	1,5	33,1	64,8	177,5	89,9
35	300	30	1/15	1,5	38,3	82,9	178,9	98,6
36	300	30	1/15	1,5	38,1	85,2	185,8	98,9
37	300	30	1/15	1,5	32,7	73,6	189,4	97,3

Os resultados foram analisados utilizando o software Minitab 17, determinando-se assim os efeitos principais e as interações entre os fatores. Os resultados destas análises são mostrados na Tabela 4.6. Os dados indicam que os efeitos principais rotação, tempo, relação e porcentagem são significativos para a diminuição do tamanho das partículas, assim como a interação de segunda ordem entre rotação com a relação e as variáveis tempo e carbetto são significativas, pois o valor de p_value é menor do que o nível de significância adotado de 5%, o que implica que o efeito conjunto dessas variáveis influenciou de maneira significativa os resultados do processo

As outras interações de segunda ordem, de terceira ordem e de quarta ordem não são significativas, pois apresentam valores superiores ao nível de significância de (5%). Além disso, o modelo garante boa correlação ($R^2 = 97,06\%$), se ajustando bem ao modelo estatístico ($R^2(\text{adj}) = 94,71\%$). Estes valores representam o percentual dos dados observados na resposta que o modelo matemático consegue explicar.

Os valores denominados por A, B, C e D são a rotação, tempo de moagem, relação massa/esfera e porcentagem de carbetto, respectivamente.

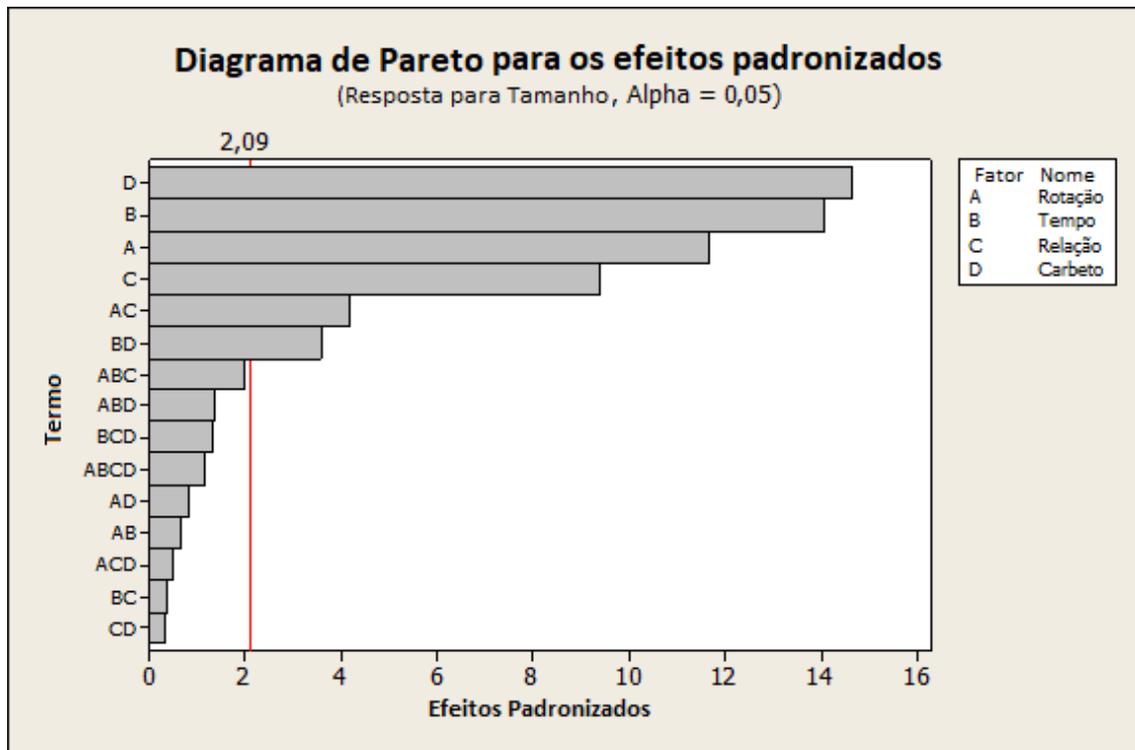
Tabela 4.6: Análise de Variância para o tamanho médio das partículas.

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F	p_value
Efeitos Principais	4	497285	124321	129,97	0,000
A	1	110807	110807	115,85	0,000
B	1	156123	156123	163,22	0,000
C	1	66940	66940	69,98	0,000
D	1	163415	163415	170,84	0,000
Interações de segunda ordem	6	26088	4348	4,55	0,005
A *B	1	1157	1157	1,21	0,284
A *C	1	12417	12417	12,98	0,002
A * D	1	800	800	0,84	0,371
B * C	1	137	137	0,14	0,709
B * D	1	11065	11065	11,57	0,003
C * D	1	513	513	0,54	0,472
Interações de terceira ordem	4	4237	1059	1,11	0,380
A*B*C	1	2431	2431	2,54	0,127
A*B *D	1	1051	1051	1,10	0,307
A*C*D	1	52	52	0,05	0,819
B*C*D	1	703	703	0,74	0,401
Interações de quarta ordem	1	995	995	1,04	0,320
A*B*C*D	1	995	995	1,04	0,320
Curvatura	1	103026	103026	127,71	0,000
Erro residual	20	19130	957		
Total	36				

Valores em negrito representam os termos significativos do modelo fatorial (P-Value <5%)

A visualização dos efeitos estaticamente significativos pode ser observada com o auxílio do diagrama de Pareto (Figura 4.18), sendo considerados significativos os fatores ou interações que ultrapassem a linha pontilhada em 2,09. Portanto são significativos em ordem decrescente a porcentagem de carbeto, tempo, rotação, relação massa/esfera, as interações tempo e carbeto e, por fim, as interações entre relação massa/esfera e rotação. O parâmetro porcentagem de carbeto é mais influente no processo de moagem. Isto pode ser devido ao carbeto de vanádio apresentar uma alta dureza. Este material em contato com os cavacos do aço inoxidável, no momento da moagem juntamente com as esferas auxiliando o processo de moagem, aumenta a eficiência do processo, como explicado anteriormente.

Figura 4-18: Diagrama de Pareto para o experimento fatorial com 4 fatores.



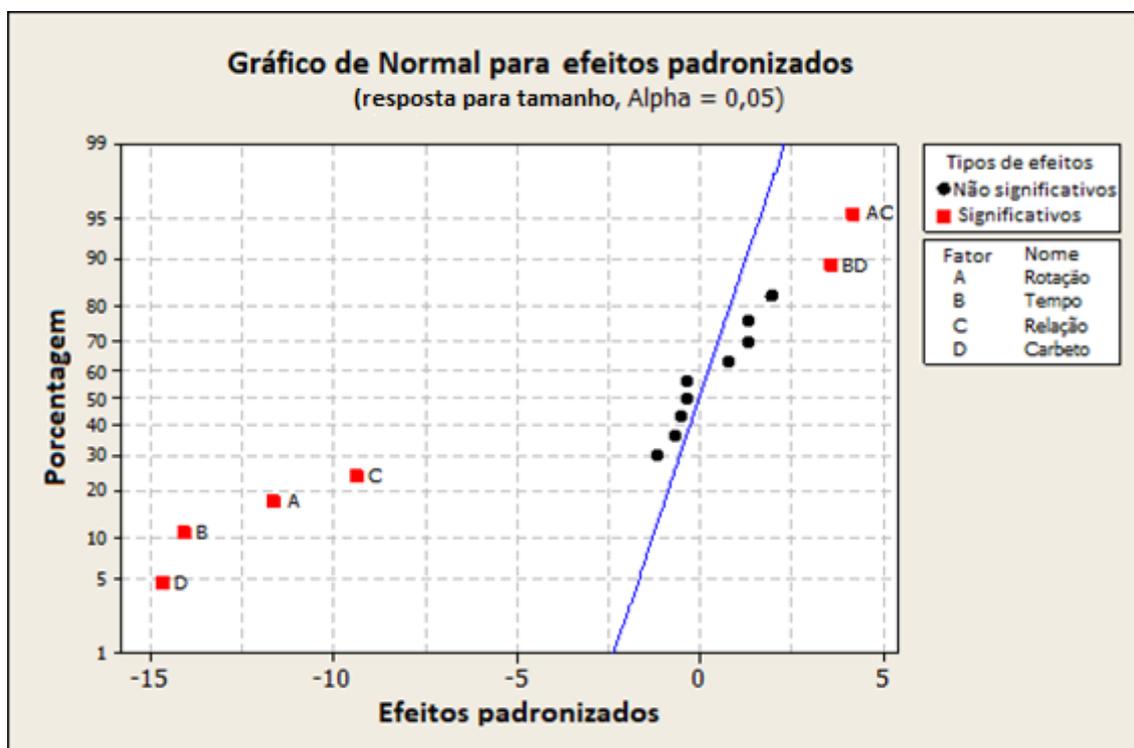
Fonte: Autoria própria.

Através do gráfico de probabilidade normal, Figura 4.19, verifica-se que os pontos escuros que estão próximos da linha azul não demonstram efeito significativo sobre as variáveis de resposta. Ao contrário, os pontos vermelhos afastados da linha, representam efeitos reais dos parâmetros analisados.

Como analisado anteriormente, a porcentagem de carbeto, tempo, rotação, relação massa/esfera, as interações tempo e carbeto e, por fim, as interações entre relação

massa/esfera e rotação, não estão distribuídos de maneira normal, portanto, são efeitos significativos.

Figura 4-19: Distribuição normal para o experimento fatorial com 4 fatores.



Fonte: Autoria própria.

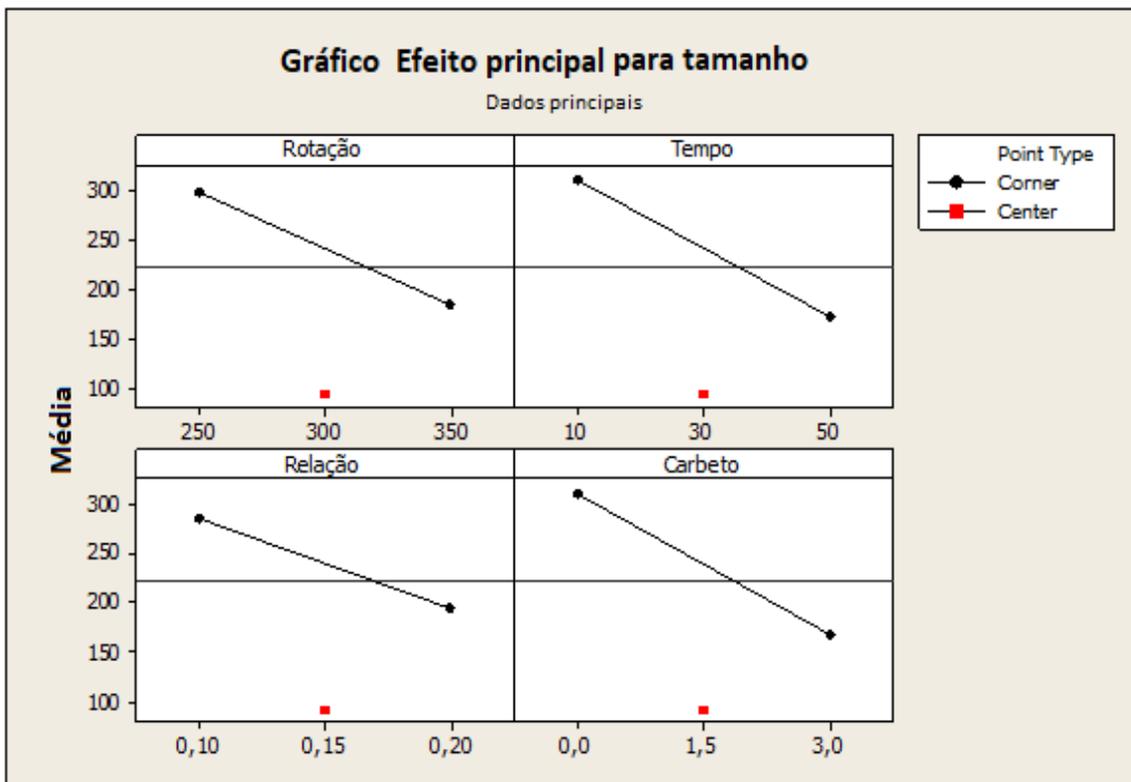
Na Figura 4.20 se observa o gráfico dos efeitos principais em relação ao tamanho de partículas, ou seja, tempo de moagem, rotação, relação massa/esfera e porcentagem de carbeto de vanádio. No gráfico dos efeitos principais infere-se que um fator está diretamente relacionado ao comprimento e a inclinação da linha no gráfico da Figura 4.20 (PALANIKUMAR; DAVIM 2009). Quanto maior for a inclinação e o comprimento, maior será a influência na diminuição do tamanho de partícula médio ao mudar de um nível mínimo para nível máximo.

A maior influência na redução do partículas é a variação da quantidade de carbeto de vanádio adicionada ao processo de moagem, que apresenta uma maior inclinação e comprimento da curva, ou seja, quando ocorre a mudança de um nível mínimo, (adição de 0% de carbeto) para o nível máximo (adição de 3% de carbeto de vanádio) esta mudança torna-se mais significativa para a redução do tamanho de partículas. Outros parâmetros também são influentes, em ordem decrescente temos o tempo, rotação e relação massa/esfera.

No gráfico dos efeitos principais pode-se observar uma tendência de concavidade entre os dois pontos dos nível -1 e +1 e o ponto central de cada gráfico. Considerando o objetivo de minimizar o tamanho de partículas, a tendência de perfil côncavo mostra-se ideal para encontrar um ponto de menor valor para as partículas, pois converge para um ponto de mínimo.

Os efeitos analisados são negativos e uma redução do tamanho da partícula é observada quando o fator vai do nível mais baixo para um nível mais alto. A porcentagem de carbeto e o tempo de moagem são os parâmetros mais importantes para a diminuição do tamanho de partícula.

Figura 4-20: Efeito principal das variáveis tempo, carbeto, relação massa/esfera e rotação do projeto de experimento.



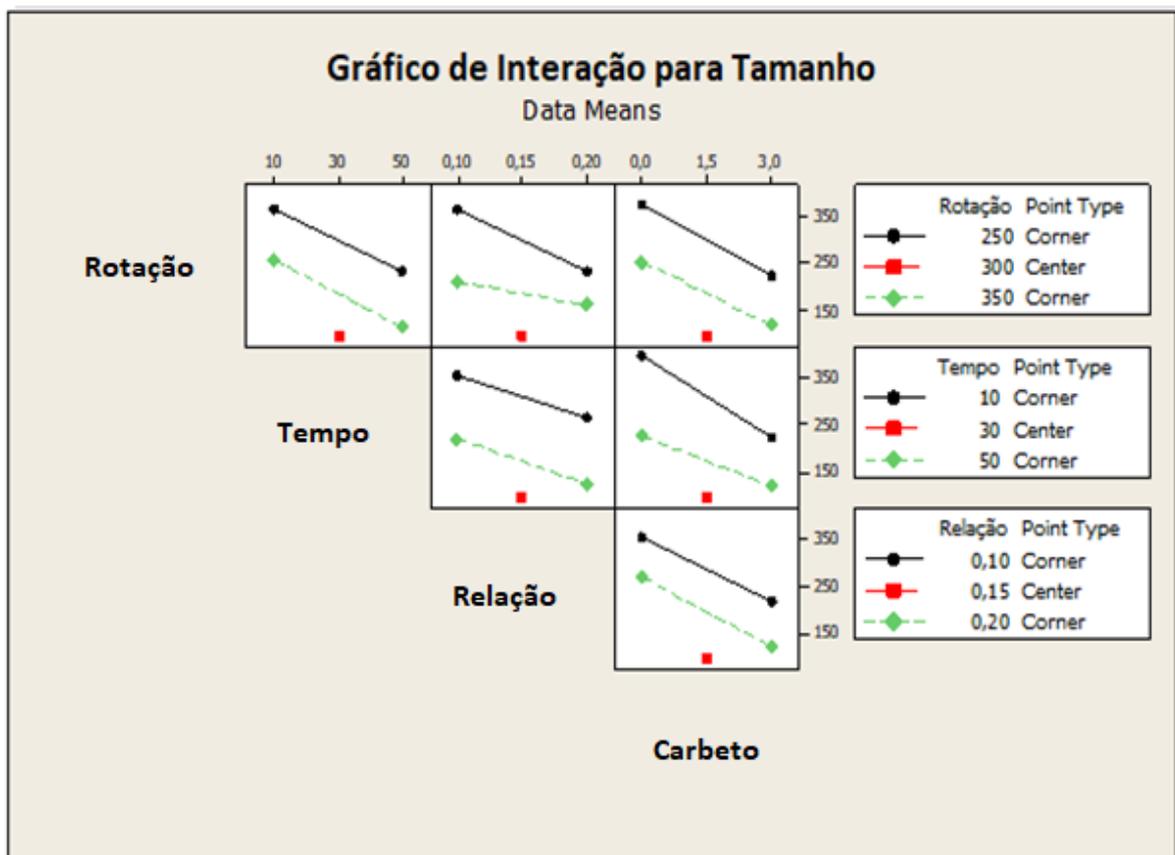
Fonte: Autoria própria.

Uma interação (Figura 4.21) é efetiva quando a mudança na resposta do nível mais baixo para o mais alto de um fator é dependente do nível de um Segundo fator, i.e., quando as linhas não são paralelas (MATHIALAGAN; VIRARAGHAVAN 2005, TREMBLAY 2014). Assim, se mostra significativa a combinação dos parâmetros ou a interação entre variável tempo e porcentagem de carbeto e também uma interação entre a variável rotação e relação, já que as linhas do gráfico de interação não são paralelas entre si. Quanto maior

a variável rotação e a variável relação massa/esfera menor o valor de tamanho de partículas obtido. Isto ocorre devido a maior energia envolvida e endurecimento por precipitação no processo, que propicia a ocorrência de uma maior fragmentação das partículas e posterior diminuição do tamanho de partículas.

Shashanka e Chiara, 2015 ao realizarem a moagem e produzirem um aço inoxidável dúplex verificaram que o tamanho médio das partículas diminuiu de 77 para 15 μm durante a moagem de 0 para 40 horas.

Figura 4-21: Efeitos de interação entre as variáveis em estudo: Rotação, tempo de moagem, relação massa/esfera e porcentagem de carbeto.

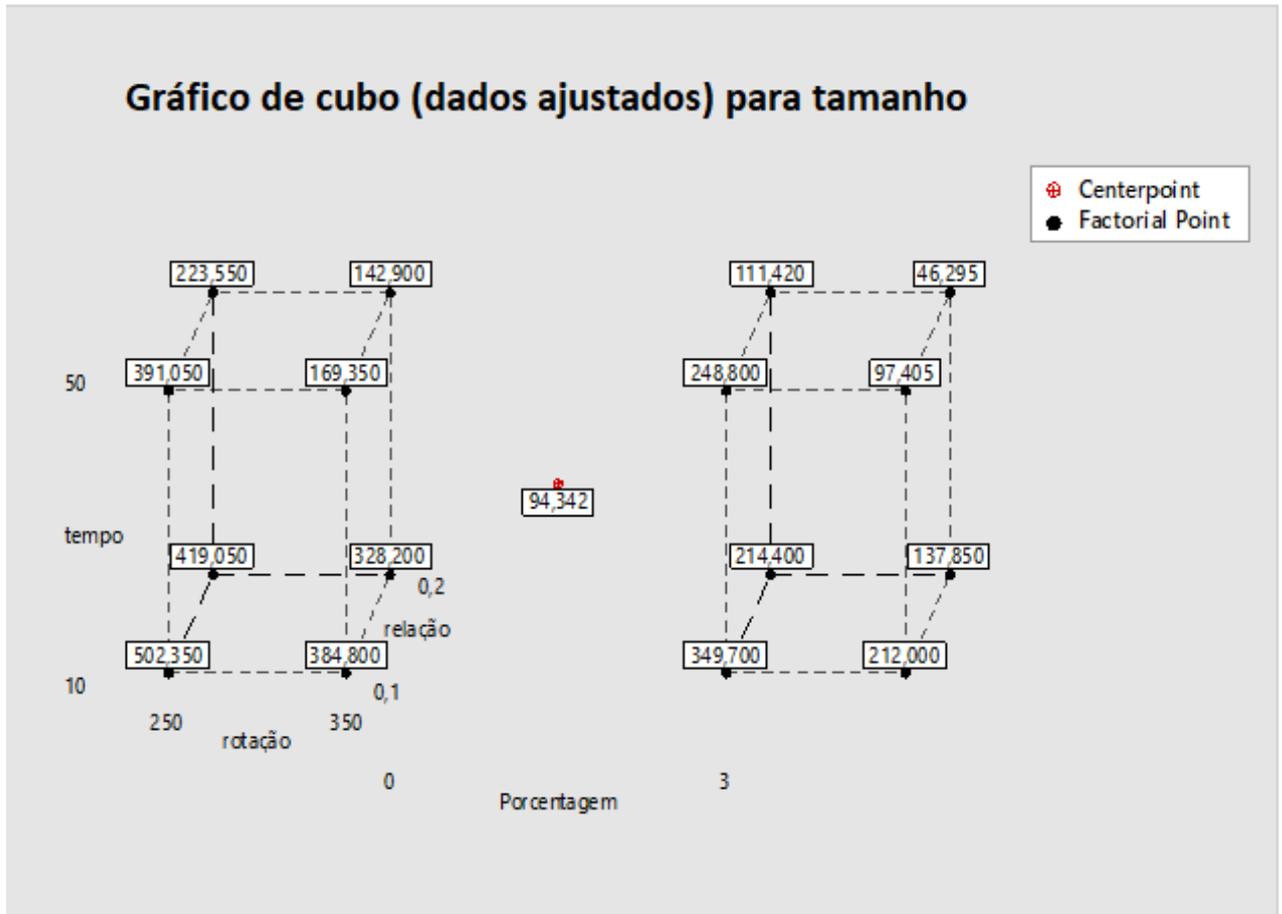


Fonte: Autoria própria.

O gráfico do cubo da Figura 4.22 mostra as interações entre os fatores e a resposta obtida para o tamanho de partículas para cada experimento realizado. Pode-se observar que para todos os parâmetros analisados o tamanho médio das partículas diminui com a adição de carbeto de vanádio. Para efeito de comparação, pode-se verificar que para o processo com a adição de 3% de carbeto de vanádio, a relação massa/esfera 1/20 e rotação de 350 rpm, o tamanho de partículas obtido foi menor do que a moagem realizada no

tempo de 50 horas, com as mesmas condições da moagem anterior. Porém, sem adição de carbeto, o valor diminuiu de 142,9 μm para 43 μm . A eficiência do processo de moagem aumentou significativamente com a adição de carbeto de vanádio no processo.

Figura 4-22: Gráfico do cubo (dados ajustados) para os tamanhos de partículas.

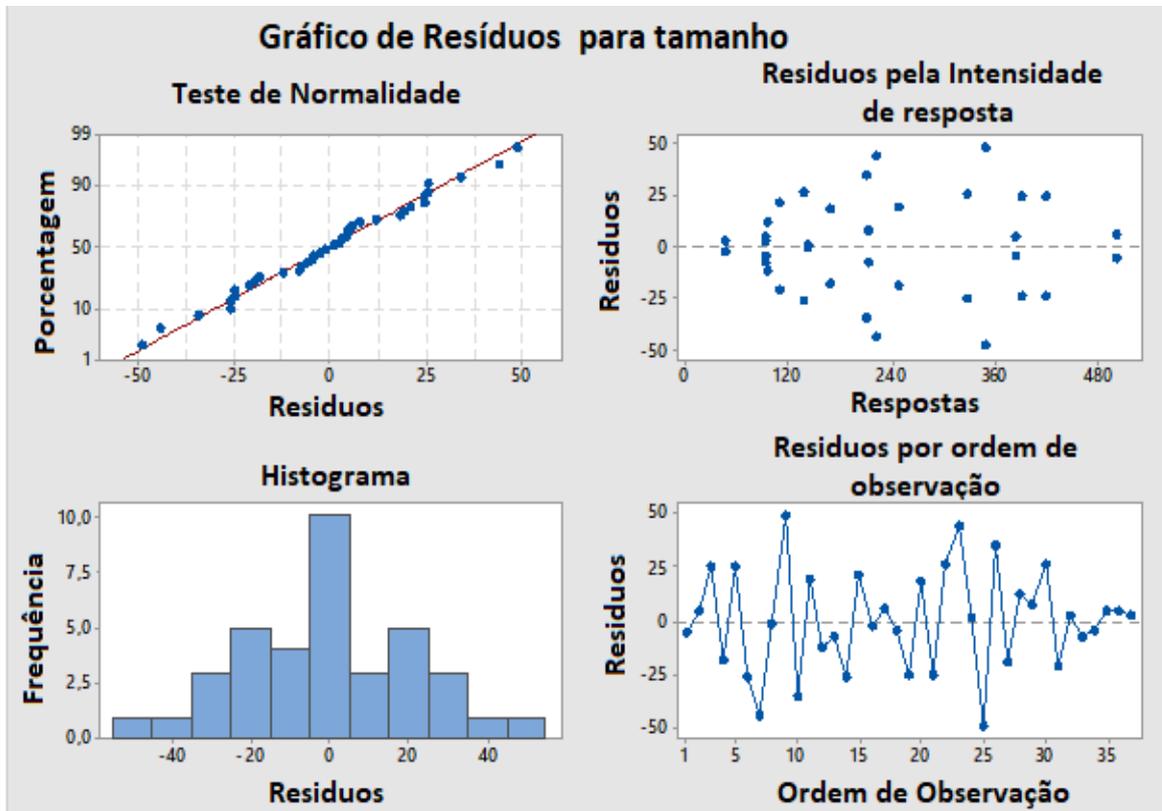


Fonte: Autoria própria.

Na Figura 4.23 é apresentado o gráfico de análise de resíduos para a resposta de tamanho de partículas, que se caracteriza como um importante procedimento para garantir que os modelos matemáticos desenvolvidos representem de forma coerente às respostas de interesse. Para o gráfico de probabilidade normal dos resíduos para o tamanho de partículas é verificado que o conjunto de valores observados estão próximos dos valores da distribuição teórica. Para os gráficos de resíduos padronizados, os dados apontam que todas as amostras estão dentro de um desvio padrão em relação a média das amostras, não havendo assim amostras a serem descartadas. Geralmente, os pontos experimentais estão alinhados, sugerindo uma distribuição normal. Por outro lado, os resíduos observados são

representados graficamente contra a resposta ajustada, que indica uma dispersão aleatória de resíduos.

Figura 4-23: Análise de resíduos para o tamanho de partículas.



Fonte: Autoria própria.

4.6. SUPERFÍCIE DE RESPOSTA

Ao analisar os gráficos gerados pelo planejamento fatorial, foi verificado que o modelo apresenta uma curvatura, na qual a variação da resposta em função dos fatores é melhor modelada por uma superfície não plana, ou seja, se o teste estatístico aponta que o modelo linear não satisfaz as condições de operação do sistema, é sinal que existe uma curvatura na superfície de resposta (MONTGOMERY 2005).

Para o modelamento utilizando a superfície de resposta, foi gerado o arranjo final, incluindo pontos fatoriais, centrais e axiais, para obter assim o modelo ótimo global de previsão da resposta “tamanho de partículas” em função dos parâmetros de moagem.

Para a confecção da tabela das curvas de superfície de resposta, primeiramente, foi feito uma média dos valores obtidos do primeiro experimento e dos valores da réplica

para os primeiros dezesseis experimentos. A matriz experimental adotada foi o arranjo composto central (CCD) contendo quatro parâmetros (k) em dois níveis ($2^k = 2^4 = 16$), oito pontos axiais ($2^{k-1} = 8$) e seis pontos centrais, totalizando 30 experimentos. A Tabela 4.7 apresenta os valores obtidos para o tamanho médio das partículas em relação as variáveis em estudo.

Tabela 4-7: Tamanhos médios de partículas do aço inoxidável para as variáveis do planejamento de experimento (superfície de resposta).

Amostra	Rotação (Rpm)	Tempo (h)	Relação m/b	Carbeto (%)	Média (μm)
1	250	10	0.10	0.0	502,350
2	350	10	0.10	0.0	384,800
3	250	50	0.10	0.0	391,05
4	350	50	0.10	0.0	169,350
5	250	10	0.20	0.0	419,050
6	350	10	0.20	0.0	328,200
7	250	50	0.20	0.0	223,550
8	350	50	0.20	0.0	142,900
9	250	10	0.10	3.0	349,700
10	350	10	0.10	3.0	212,000
11	250	50	0.10	3.0	248,800
12	350	50	0.10	3.0	97,405
13	250	10	0.20	3.0	214,400
14	350	10	0.20	3.0	137,850
15	250	50	0.20	3.0	111,420
16	350	50	0.20	3.0	46,295
17	250	30	0.15	1.5	186,500
18	350	30	0.15	1.5	75,620
19	300	10	0.15	1.5	181,400
20	300	50	0.15	1.5	56,670
21	300	30	0.10	1.5	124,100
22	300	30	0.20	1.5	71,560
23	300	30	0.15	0.0	239,100
24	300	30	0.15	3.0	58,380
25	300	30	0.15	1.5	89,990
26	300	30	0.15	1.5	98,590
27	300	30	0.15	1.5	98,970
28	300	30	0.15	1.5	97,250
29	300	30	0.15	1.5	90,540
30	300	30	0.15	1.5	86,910

Uma análise realizada foi a de identificação da influência significativa dos parâmetros, bem como suas interações sobre o processo de moagem. Para isto, foi realizada através do software Minitab a análise de variância (ANOVA), cujos resultados são mostrados na Tabela 4.8.

Tabela 4.8: Análise de variância para o experimento de superfície de resposta.

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F	p_value
Modelo	14	391807	27986,2	430,17	0,000
Linear	4	233457	58364,2	897,10	0,000
Rotação	1	44517	44517,1	684,26	0,000
Tempo	1	76650	76649,7	1178,16	0,000
Relação	1	22586	22586,2	347,17	0,000
Carbeto	1	59957	59957,4	921,59	0,000
Interação quadrática	4	114185	28546,2	438,78	0,000
rotação * rotação	1	3728	3727,9	57,30	0,000
tempo*tempo	1	2659	2659,5	40,88	0,000
relação*relação	1	864	864,2	13,38	0,004
carbeto*carbeto	1	1904	1903,9	29,26	0,000
Interação de segunda ordem	6	13297	2216,2	34,06	0,000
rotação*tempo	1	10	9,8	0,15	0,705
rotação*relação	1	2829	2829,3	43,49	0,000
rotação*carbeto	1	68	68,4	0,85	0,378
tempo*relação	1	128	127,1	1,96	0,189
tempo*carbeto	1	7550	7549,8		0,000
relação*carbeto	1	1124	1123,6	17,27	0,002
Error	11	716	65,1		
Lack-of-Fit	6	716	96,9	3,61	0,090
Pure error	5	134	26,8		
Total	25	392523			

Valores em negrito representam os termos significativos do modelo fatorial (p_value <5%)

Na análise dos resultados nota-se que, considerando-se um intervalo de confiança de 95%, os valores em negrito na Tabela 4.8 são significativos na resposta. Analisando o valor p (nível descritivo) que é uma estatística utilizada para sintetizar o resultado de um teste de hipóteses, para um nível de significância ($\alpha=0,05$), temos os seguintes resultados:

- Os parâmetros de rotação, tempo, relação e carbeto apresentaram um p_value = 0,000 ou seja, menor que nível de significância ($\alpha=0,05$), fazendo destes fatores significativos.
- Os parâmetros de segunda interação, tais como a interação (rotação*relação) e (tempo*carbeto) apresentaram um p valor = 0,000 e a variável (relação*carbeto) apresentaram um p valor = 0,002, estes valores de p_value são menores que nível de significância ($\alpha=0,05$), fazendo destes fatores significativos.
- Os parâmetros de segunda ordem (rotação*tempo), (rotação*carbeto) e (tempo*relação) não significativos, pois os valores de p_value são maiores que o nível de significância ($\alpha=0,05$).

Além disso, o modelo apresenta uma correlação para o coeficiente de R^2 (ajuste) de 99,68%, e também para o ajuste quadrático de 99,30 %, indicando que os ajustes são satisfatórios. O modelo matemático codificado por 2^4 fatoriais pode ser dado através da Equação 11:

$$R = X_0 + X_1A + X_2B + X_3C + X_4D + X_5A^2 + X_6B^2 + X_7C^2 + X_8D^2 + X_9A \cdot B + X_{10}A \cdot C + X_{11}A \cdot D + X_{12}B \cdot C + X_{13}B \cdot D + X_{14}C \cdot D \quad (11)$$

Em que R é o tamanho médio de partícula, X_0 é a média global, X_i representa os outros coeficientes de regressão e A, B, C, D representa a variável rotação, tempo de moagem, a relação massa/esfera e a porcentagem de carbeto de vanádio, respectivamente. Substituindo os respectivos valores de X_i na equação (11) obtemos:

$$R = 2580 - 10.59 \cdot A - 13.74 \cdot B - 4285 \cdot C - 98.8 \cdot D + 0.015 \cdot A^2 + 0.012 \cdot B^2 + 6002 \cdot C^2 + 18.66 \cdot D^2 + 0.0029 \cdot A \cdot B + 5.704 \cdot A \cdot C + 0.0301 \cdot A \cdot D + 4.42 \cdot B \cdot C + 0.793 \cdot B \cdot D - 106.2 \cdot C \cdot D \quad (12)$$

O Minitab 17 foi utilizado para traçar as curvas de superfície de resposta e de contorno, que relaciona as variáveis em estudo (rotação, tempo, relação massa/esfera, porcentagem de carbeto) com a variável tamanho de partículas. Resultados preliminares mostraram que estas variáveis de estudo influenciaram no processo de moagem e da redução do tamanho de partículas.

Como relatado anteriormente foi verificado que as curvas apresentaram uma tendência de perfil côncavo, no qual o parâmetro de interesse, ou seja, o menor tamanho de partícula, tende a convergir para um ponto de mínimo. Assim, para uma melhor análise dos resultados, foi realizado o planejamento de experimento baseado na metodologia de superfície de resposta.

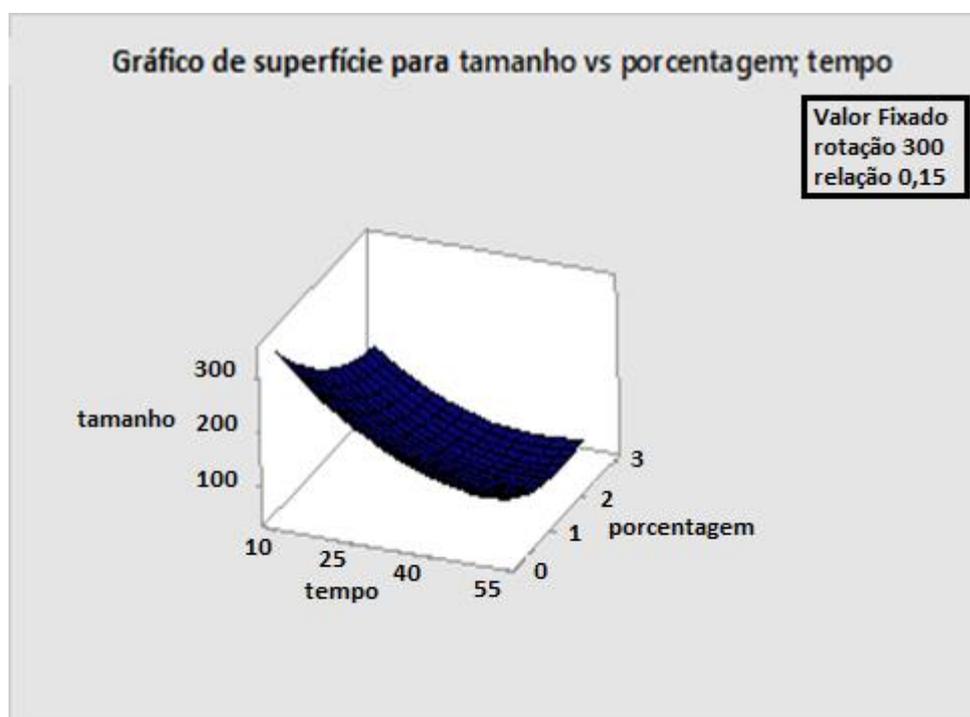
As Figuras 4.24, 4.26, 4.28, 4.30, 4.32 e 4.34 mostram as curvas de superfície de resposta, e as Figuras 4.25, 4.27, 4.29, 4.31, 4.33 e 4.35 mostram as curvas de contorno, nas quais duas variáveis são mantidas constantes, e os níveis dos fatores foram variados nos valores máximo (+1) e mínimo (-1).

Os gráficos de superfície da função de resposta são úteis na compreensão dos principais efeitos de interação dos fatores (COJOCARU E TRZNADEL, 2007; ARBIZU E LUISPÉREZ, 2003), enquanto que os gráficos das funções de resposta de contorno são

úteis para a compreensão dos principais efeitos e a interação de fatores (ARBIZU; PEREZ; LUIS 2003).

A análise da variação do tamanho de partícula pode ser verificada através dos gráficos de superfície de resposta (Figura 4.24) e dos gráficos de contorno de superfície (Figura 4.25) no qual duas variáveis são mantidas constantes (rotação e relação) e ocorre a variação dos outros parâmetros (porcentagem de carbetos e tempo), nos seus níveis máximo e mínimo.

Figura 4-24: Superfície de resposta do tamanho de partículas com relação a variável carbetos e o tempo de moagem

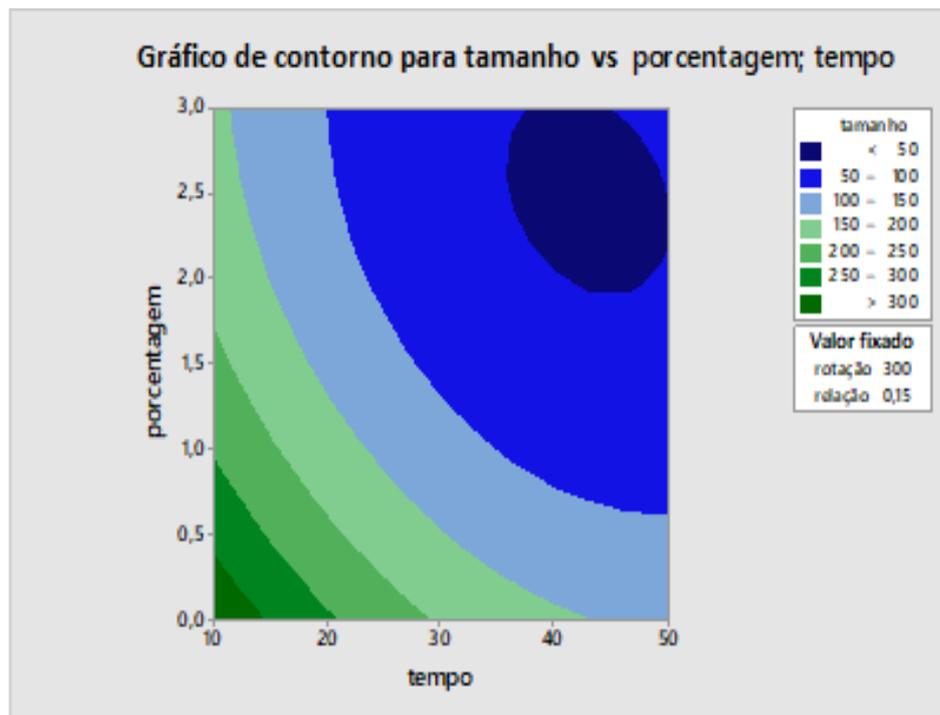


Fonte: Autoria própria.

Pode-se observar que a superfície obtida é côncava, sendo que os menores valores do tamanho de partículas, inferiores a $50\mu\text{m}$, foram obtidos para adições de carbetos, em torno de 2,5% a 3% de VC e para tempos de moagem na faixa de 40 horas. Para baixos tempos de moagem e com a ausência de carbetos, ou com adição de até 0,5 % de VC ao processo, tamanhos de partículas maiores que $300\mu\text{m}$ são obtidos, como pode ser observado com a análise dos tamanhos de partículas.

Para tempos maiores que 40 horas, ocorre no processo uma soldagem a frio, como ocorre no processo de componentes dúctil-dúctil devido a impactos esfera-pó-esfera (CANAKCI; VAROL 2015), indicando que os mecanismos de soldagem são mais acentuados que do os mecanismos de fratura.

Figura 4-25: Contorno do tamanho de partículas com relação a variável carbeto e o tempo de moagem.



Fonte: Autoria própria.

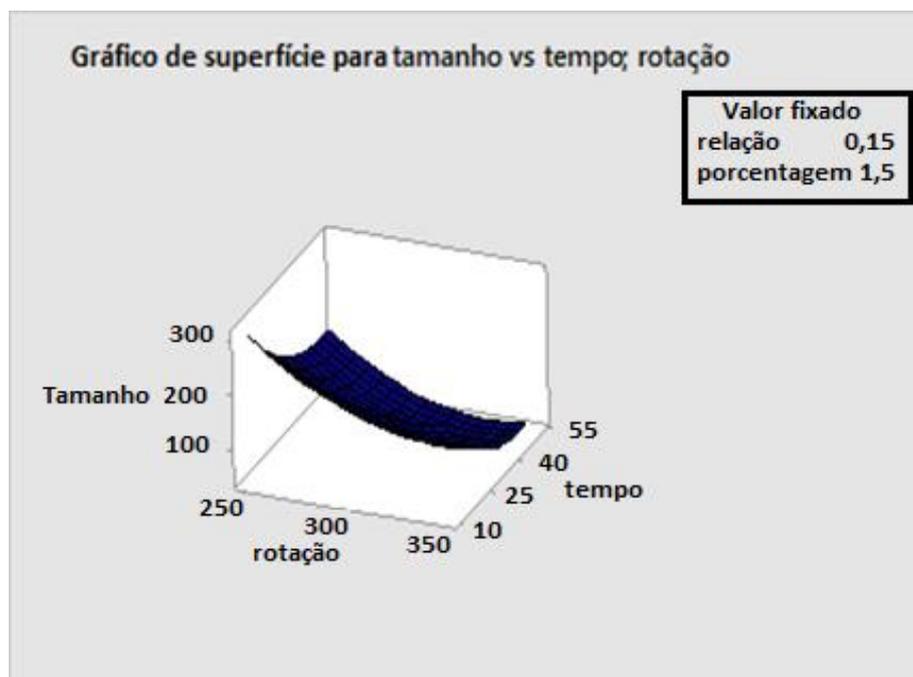
Mantendo constantes os parâmetros de relação massa/esfera e porcentagem de carbeto no *center point* e variando os parâmetros de tempo de moagem (10h-50h) e rotação (250rpm-350rpm) são obtidos os gráficos de superfície de resposta (Figura 4.26) e superfície de contorno (Figura 4.27). Os menores valores do tamanho de partículas são obtidos para altos tempos de moagem, acima de 40 horas e para rotações acima de 325 rpm.

Para tempos de moagem menores e velocidades menores que 300rpm, são obtidos os maiores valores para o tamanho de partículas menores, com valores superiores a 200 μm . Estes valores maiores para o tamanho de partículas podem ser devido à baixa energia gerada no processo de moagem. Apesar da presença de 1,5 % de carbeto no processo de moagem, não se verifica uma energia suficiente para rotações menores e tempos baixos,

o qual reduz a ocorrência de mecanismos de fratura durante a moagem, caracterizado pelo aumento da deformação plástica gerado pelos impactos dos corpos moedores, o que leva ao fraturamento (devido à fragilidade induzida pelo encruamento (SURYANARAYANA, 2001; CANAKCI, VAROL., 2015, MENDONÇA et al., 2017). Com o aumento do tempo de moagem e da rotação, ocorre uma diminuição do tamanho de partículas.

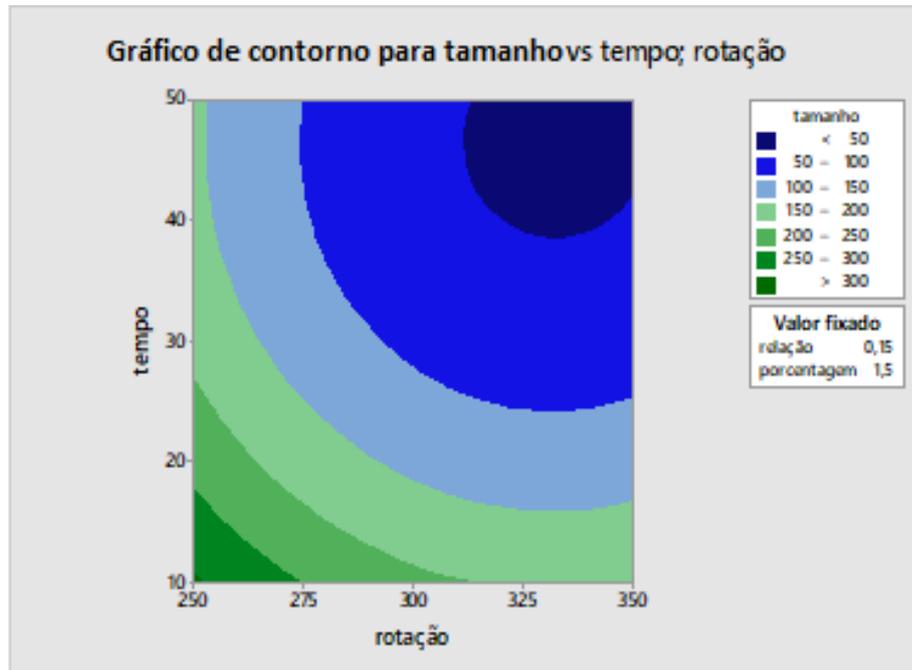
Como relatado anteriormente, a velocidade de moagem é um parâmetro importante no que se refere à eficiência do processo, ou seja, a frequência e a energia cinética dos choques gerados durante a moagem estão diretamente ligadas ao tempo de moagem.

Figura 4-26: Superfície de resposta do tamanho de partículas a partir da interação entre a variável tempo de moagem e a rotação.



Fonte: Autoria própria.

Figura 4-27: Contorno do tamanho de partículas a partir da interação entre tempo de moagem e a rotação.

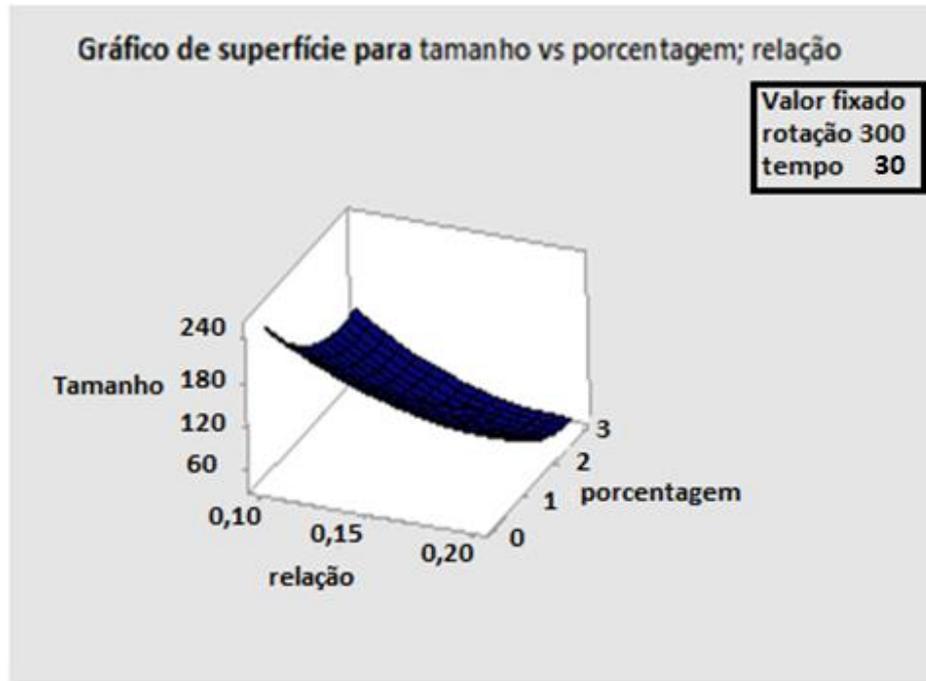


Fonte: Autoria própria.

Na Figura 4.28 apresenta o gráfico de superfície de resposta, enquanto a Figura 4.29 mostra o gráfico de contorno do tamanho de partículas para os parâmetros porcentagem de carbetto (0% -3%) e da relação massa/esfera (1/10 – 1/20), nos quais os outros dois parâmetros analisados são mantidos constantes. Nestes gráficos pode-se verificar que os menores valores do tamanho de partículas são obtidos para altas porcentagens de carbetto e para valores altos de relação massa/esfera, enquanto os maiores valores tamanho de partícula obtido ocorrem para valores baixos de porcentagem de carbetto e baixa relação massa/esfera.

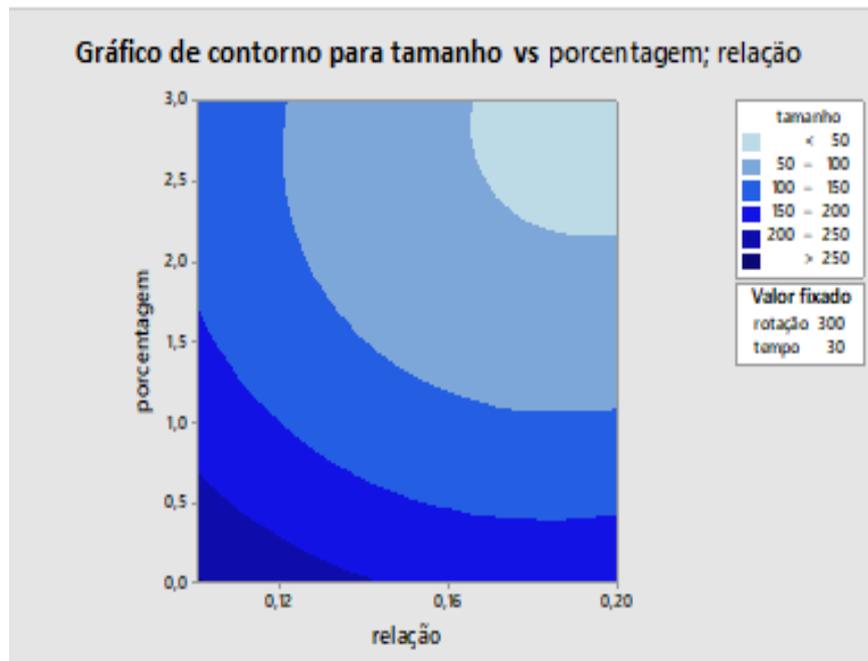
Com o aumento da porcentagem de carbetto e da variável relação, ocorre uma diminuição do tamanho de partículas. Os autores (SHASHANKA; CHIARA, 2015) estudaram o efeito da relação massa/esfera durante a moagem num moinho planetário dos pós dos elementos Fe-18Cr-13Ni (dúplex) e Fe-17Cr-1Ni (ferríticos) para 10 horas de moagem verificaram que a moagem realizada com uma relação massa/esfera de 1/12 ocorreu uma maior diminuição do tamanho das partículas em comparação com a moagem de 1/6, sendo o mesmo comportamento foi observado neste experimento. Com o aumento da relação massa/esfera o tamanho de partículas diminuiu, enquanto a presença de carbetto contribuiu para uma diminuição mais acentuada do tamanho de partículas, em relação as amostras sem carbetto.

Figura 4-28: Superfície de resposta do tamanho de partículas a partir da interação entre a porcentagem de carbeto e a relação massa/esfera.



Fonte: Autoria própria.

Figura 4-29: Contorno do tamanho de partículas a partir da interação entre porcentagem de carbeto e a relação massa/esfera.

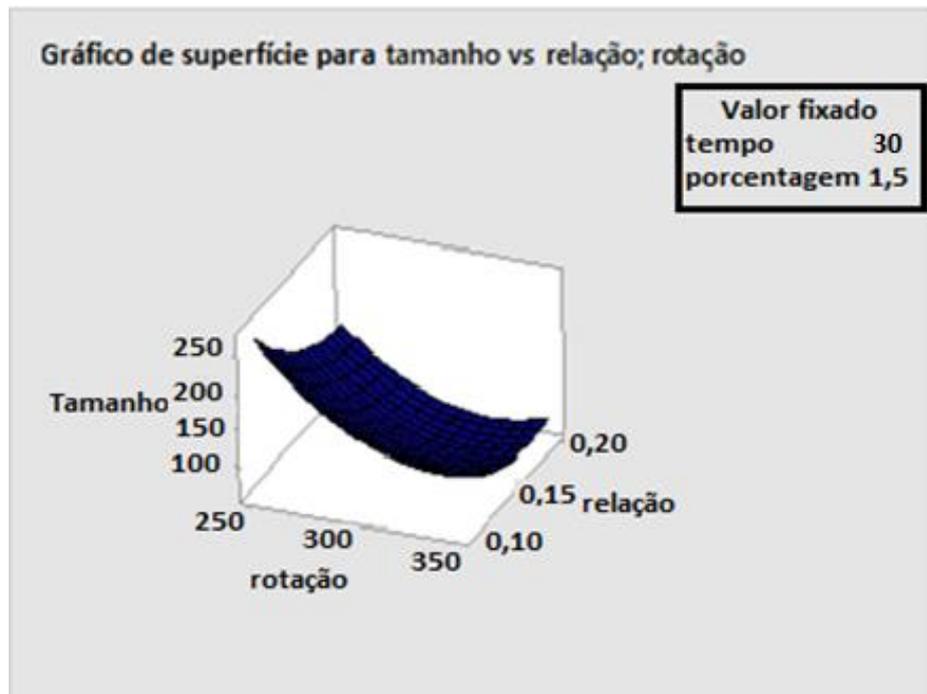


Fonte: Autoria própria.

Uma outra análise que pode ser feita para o comportamento do tamanho de partículas, está relacionada com a variação dos parâmetros de relação massa/esfera (1/10

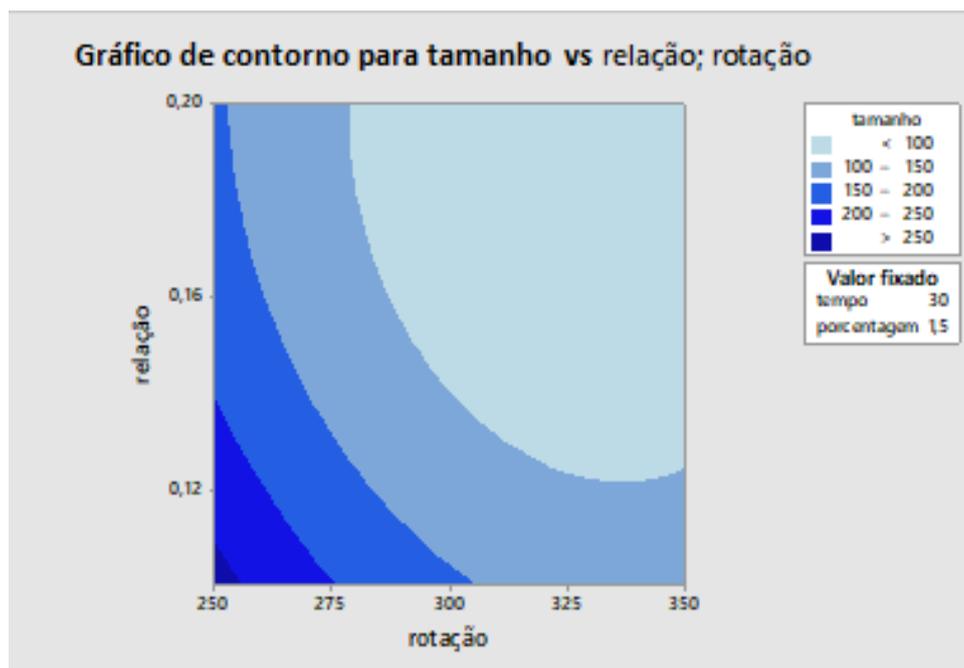
– 1/20) e da rotação (250 rpm- 350 rpm), nos quais são mantidos constantes os valores de 1,5% de porcentagem de carbeto e tempo de moagem em 30 horas.

Figura 4-30: Superfície de resposta do tamanho de partículas a partir da interação entre a relação massa/esfera e a rotação.



Fonte: Autoria própria.

Figura 4-31: Contorno do tamanho de partículas a partir da interação entre a relação massa/esfera e a rotação.

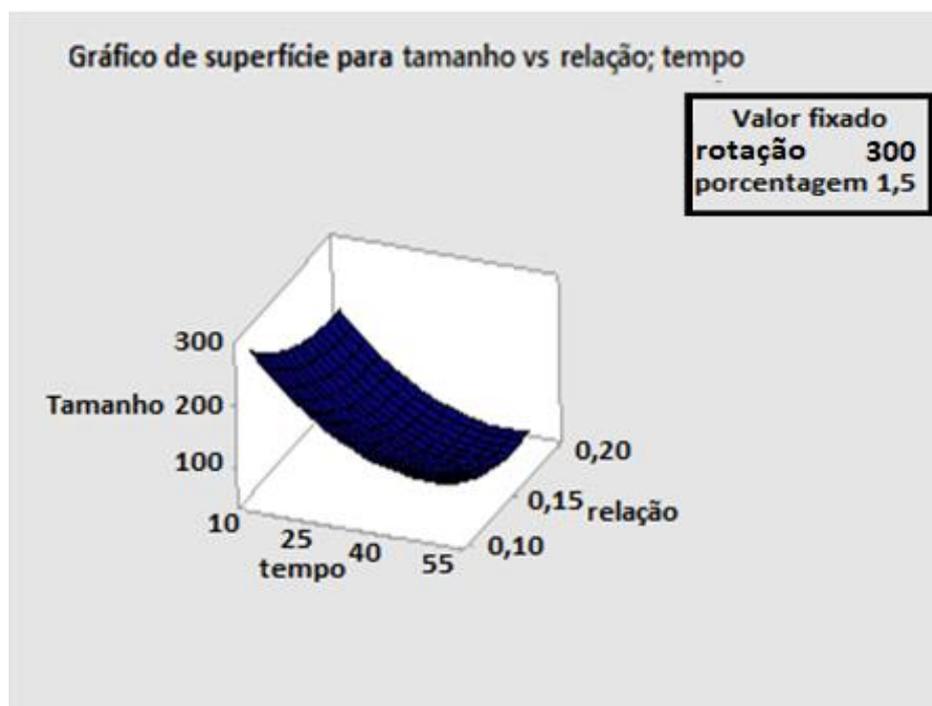


Fonte: Autoria própria.

Para as figuras de superfície de resposta (Figura 4.30) e os gráficos de contorno de resposta (Figura 4.31) é verificado que os menores valores do tamanho de partículas são obtidos para os valores de relação massa/esfera acima de 1/12 e rotação em torno de 300 rpm, os valores obtidos nesta região são menores que 100 μm . Mantendo fixos os parâmetros de tempo de moagem (30 horas) e porcentagem de carbetto (1,5 em peso), se verificou para valores menores de relação massa/esfera e rotação, se obtém tamanhos de partículas menores que 100 μm , isto pode ser devido à alta energia gerada no processo de moagem, que provoca uma quebra maior de partículas e uma redução do tamanho de partículas

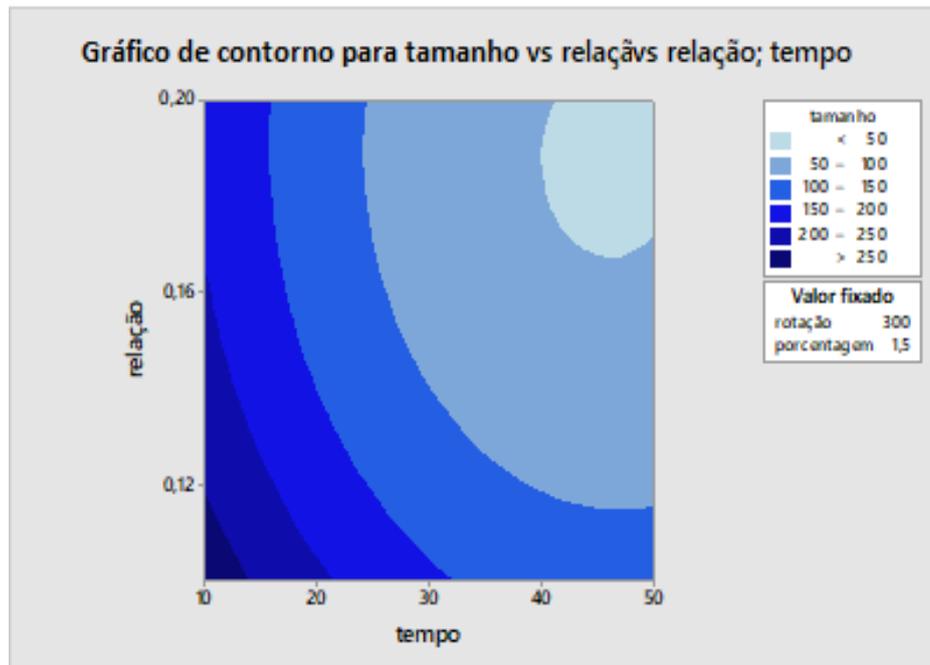
Na Figura 4.32 é mostrado as curvas de superfície de resposta e na Figura 4.33 se observa os gráficos de contorno para o tamanho de partículas com relação a variação dos parâmetros de relação massa/ esfera (1/10 -1/20) e do tempo de moagem (10 h- 50 h). Pode- se observar superfície obtida apresenta uma concavidade, onde os menores valores do tamanho de partículas menores que 50 μm são obtidos para valores de relação massa/esfera entre 1/16 e 1/20 e para tempos altos de moagem.

Figura 4-32: Superfície de resposta do tamanho de partículas a partir da interação entre relação massa/esfera e tempo de moagem.



Fonte: Autoria própria.

Figura 4-33: Contorno do tamanho de partículas a partir da interação entre relação massa/esfera e tempo de moagem.

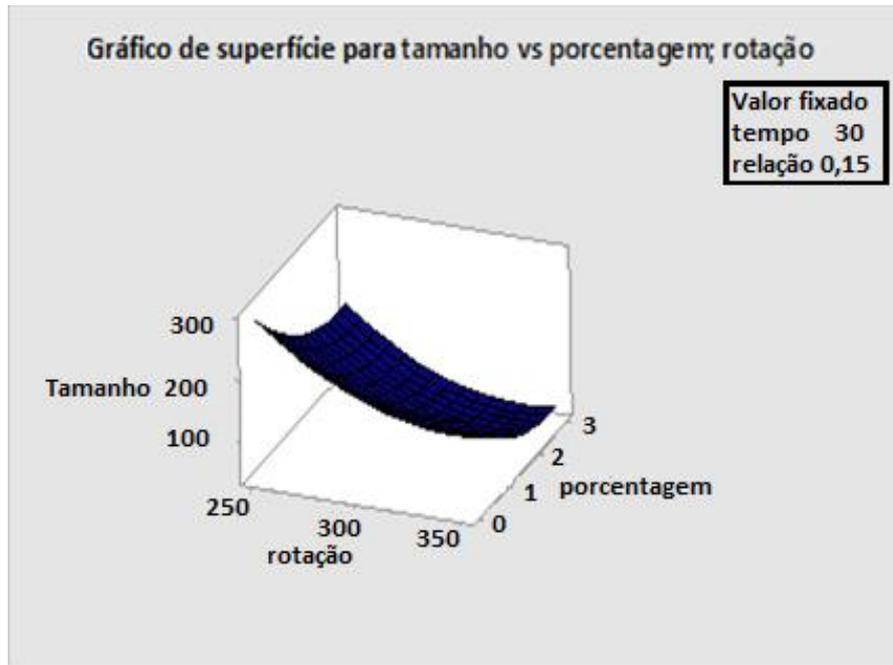


Fonte: Autoria própria.

Como a variável relação massa/esfera representa a menor influência na moagem, era de se esperar que para baixos valores dessa relação, mesmo mantendo-se constante a porcentagem de carvão em 1,5%, os tamanhos de partículas obtidos são maiores que 250 μm . Mesmo com o aumento do tempo de moagem para 50 horas e para valores de relação massa/esfera menores que 1/12, obtém-se valores de partículas maiores que 100 μm .

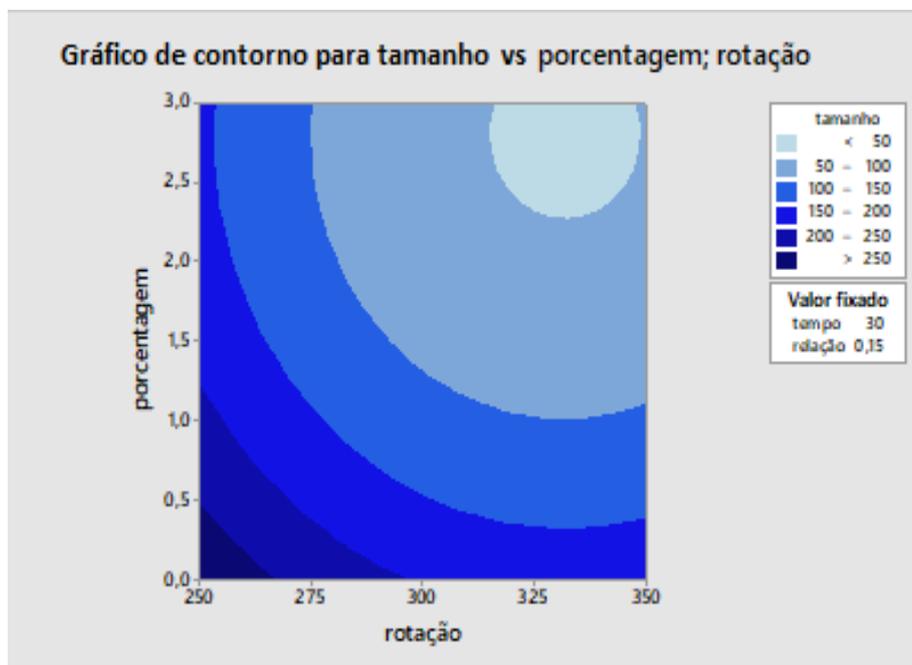
A Figura 4.34 mostra as curvas de superfície de resposta, enquanto que a Figura 4.35 mostra o gráfico de contorno do tamanho de partículas a partir da interação entre rotação e a porcentagem de carvão. Os menores valores para o tamanho de partículas são obtidos para valores da porcentagem de carvão em torno de 3% e rotações em torno de 325 a 350 rpm e para tempos altos de moagem. Para as amostras sem adição de carvão, os valores obtidos para os tamanhos de partículas são altos, mesmo para valores de rotação em torno de 350 rpm, em torno de 150-200 μm .

Figura 4-34: Superfície de resposta do tamanho de partículas da variável porcentagem de carvão e a variável rotação.



Fonte: Autoria própria.

Figura 4-35: Contorno do tamanho de partículas da variável rotação e a variável porcentagem de carvão.



Fonte: Autoria própria.

Ao analisar as curvas de superfície de resposta e de superfície de contorno, verifica-se o comportamento dos parâmetros de moagem, tempo de moagem, relação massa/esfera, rotação e adição de carbeto. Nestas análises observa-se que os menores tamanhos de partículas são obtidos para as regiões próximas do nível mais alto, ou seja, para rotação de 350 rpm, relação massa/esfera de 1/20, tempo de moagem de 50 horas e porcentagem de carbeto de 3% em peso do material.

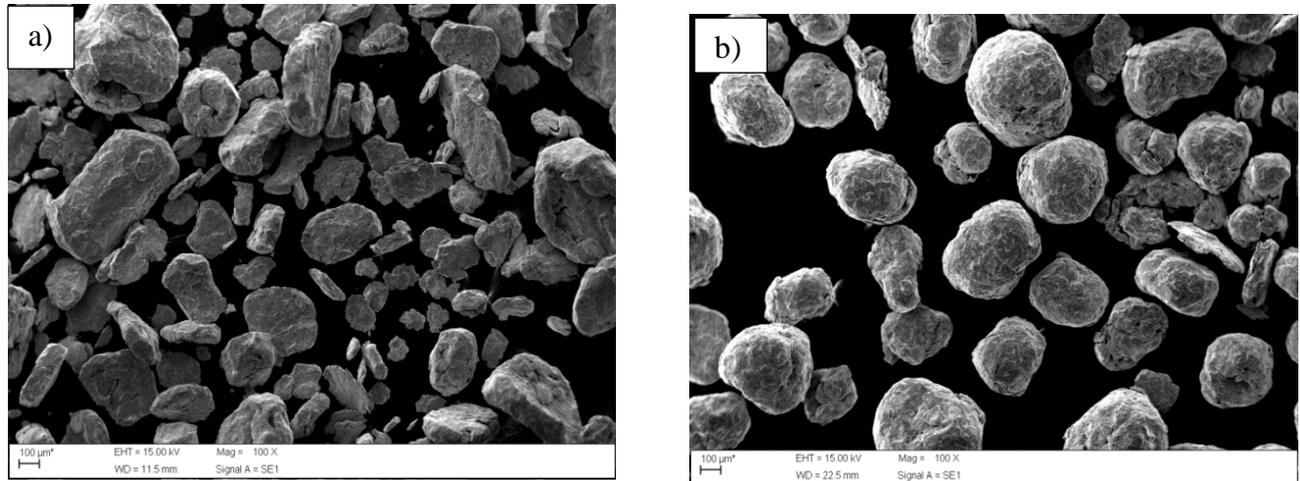
Devido à moagem, quanto mais agressivas são as condições do processo, melhores serão os resultados alcançados sobre a redução de tamanho de partículas do material e também maior será a deformação.

4.7. MICROESTRUTURA ELETRÔNICA VARREDURA - MOAGEM AÇO INOXIDÁVEL - PROJETO DE EXPERIMENTO

As análises de microscopia eletrônica de varredura dos pós de aço inoxidável dúplex UNS S31803 puro e com 3% de carbeto de vanádio, no modo elétron secundário, foram utilizados para a avaliação da morfologia e do tamanho médio das partículas para as condições estipuladas no projeto de experimento. Observou-se que os resultados obtidos estão de acordo com os obtidos nos ensaios de tamanho de partículas por difração a laser.

As análises de microscopia eletrônica de varredura das amostras sem adição de carbeto de vanádio submetidas às condições de moagem de 250 rpm, relação massa/esfera de 1/10 e com o tempo de 10 horas são mostradas na Figura 4.36.a, assim como para o tempo de 50 h (Figura 4.36.b). Para a moagem com 10 horas foi possível verificar que as partículas adquiriram morfologia irregular e tamanho variando entre 500µm e 100µm. Com o aumento da moagem para 50 horas, foi verificado que o material adquiriu uma morfologia acircular e mais uniforme com tamanho médio de 150 a 350 µm. Pode-se observar a presença de partículas achatadas.

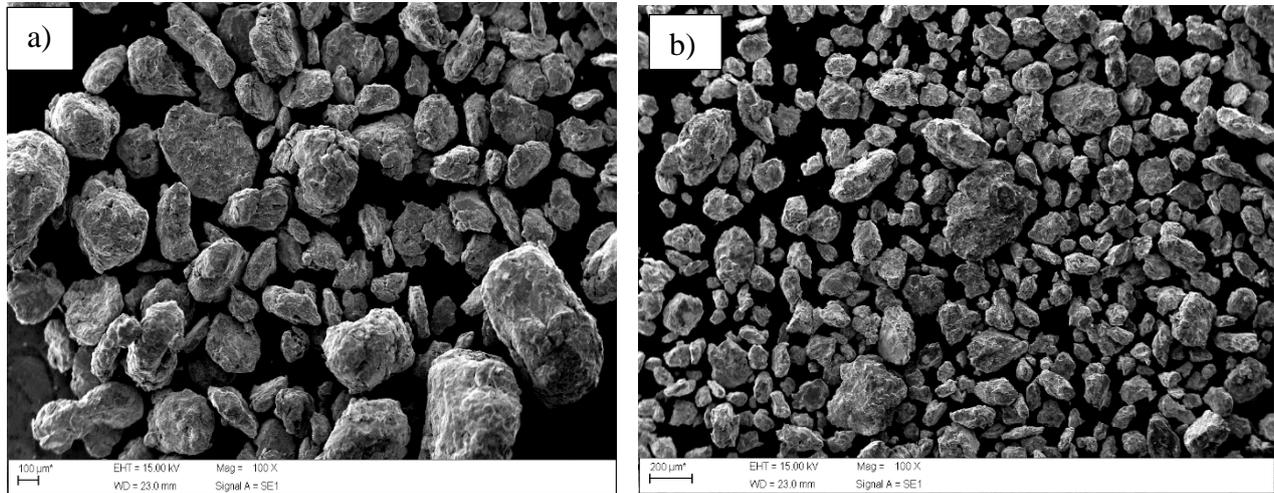
Figura 4-36: Micrografia dos pós de aço inoxidável dúplex UNS S31803 sem adição de carbeto. Condições de moagem: 250 rpm, relação massa/esfera de 1/10, tempo de moagem de 10 horas (a), tempo de moagem de 50 horas (b).



Fonte: Autoria própria.

As Figuras 4.37.a e 4.37. b mostram as micrografias de microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas a moagem sem adição de carbeto nas condições de moagem de 350 rpm e relação massa/esfera de 1/20, as quais representam as amostras moídas por 10 horas e 50 h, respectivamente. Moagem num tempo de 10 horas foi possível verificar que as partículas adquiriram morfologia irregular e tamanhos variando de 150 a 450 μ m (Figura 4.37a). Com o aumento do tempo de moagem para 50 horas, foi verificado que o material adquiriu uma morfologia irregular com tamanhos entre 100 a 250 μ m. Com o aumento do tempo de moagem verificou-se também que as partículas adquiriram formato e morfologia mais uniformes.

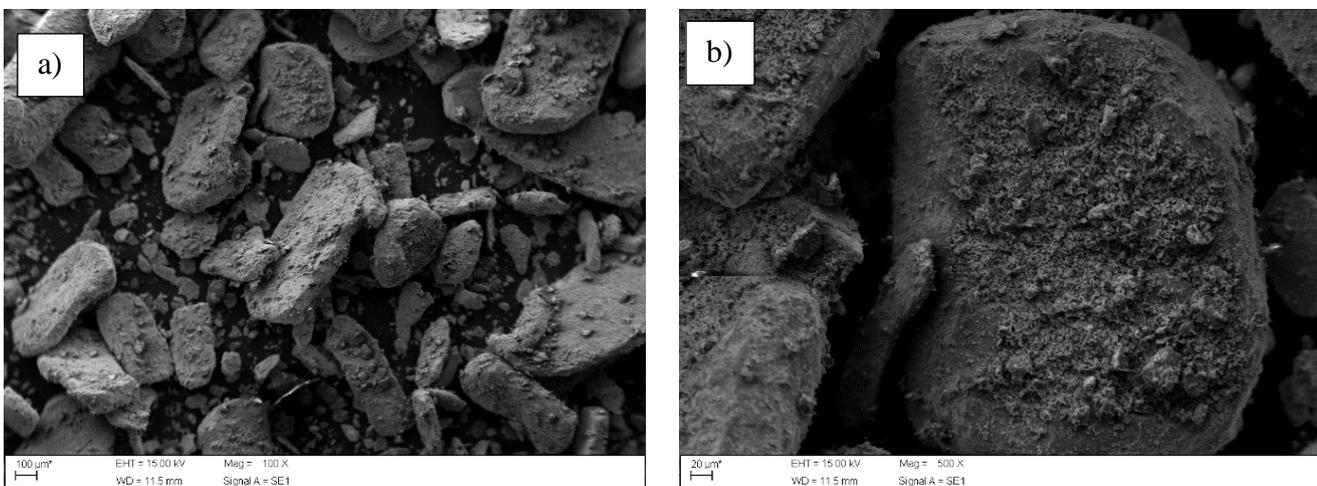
Figura 4-37: Micrografia dos pós de aço dúplex UNS S31803 sem adição de carbeto VC. Condições de moagem: 350 rpm, relação massa/esfera de 1/20, tempo de moagem de 10 horas (a). Tempo de moagem de 50 horas (b).



Fonte: Autoria própria.

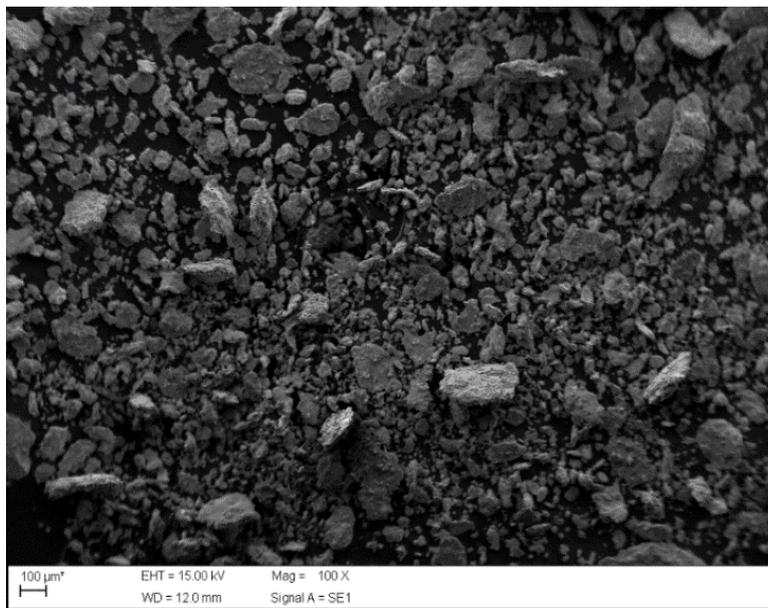
As partículas após a moagem de 10 h com a adição de 3% de VC adquiriram morfologia no formato de flocos enquanto os tamanhos de partículas em sua maioria ficaram entre 350 a 450µm, como pode ser observado na Figura 4.38 (a). Pode-se observar a presença de partículas com dimensões menores que 100 µm sobre a superfície de partículas maiores (Figura 4.38 (b)). A característica do processo de moagem é do tipo dúctil-frágil, onde o aço UNS S31803 têm comportamento de dúctil e o VC sendo considerado um material cerâmico, têm características de matérias frágeis.

Figura 4-38: Micrografia do aço dúplex UNS S31803(a) Condição de moagem: 250 rpm, relação massa/esfera de 1/10, tempo de moagem de 10 horas. (b) Ampliação maior destacando a presença de partículas submicrométricas.



Com o aumento do tempo de moagem para 50 horas para a condição de 250 rpm, relação massa/esfera de 1/20 e 3% de carbeto de vanádio, as partículas apresentaram um formato acircular, com tamanho variando entre 100 μm a 300 μm (Figura 4.39).

Figura 4-39: Micrografia do aço inoxidável dúplex UNS S31803(a) Condição de moagem: 250 rpm, relação massa/esfera de 1/10, tempo de moagem de 50 horas

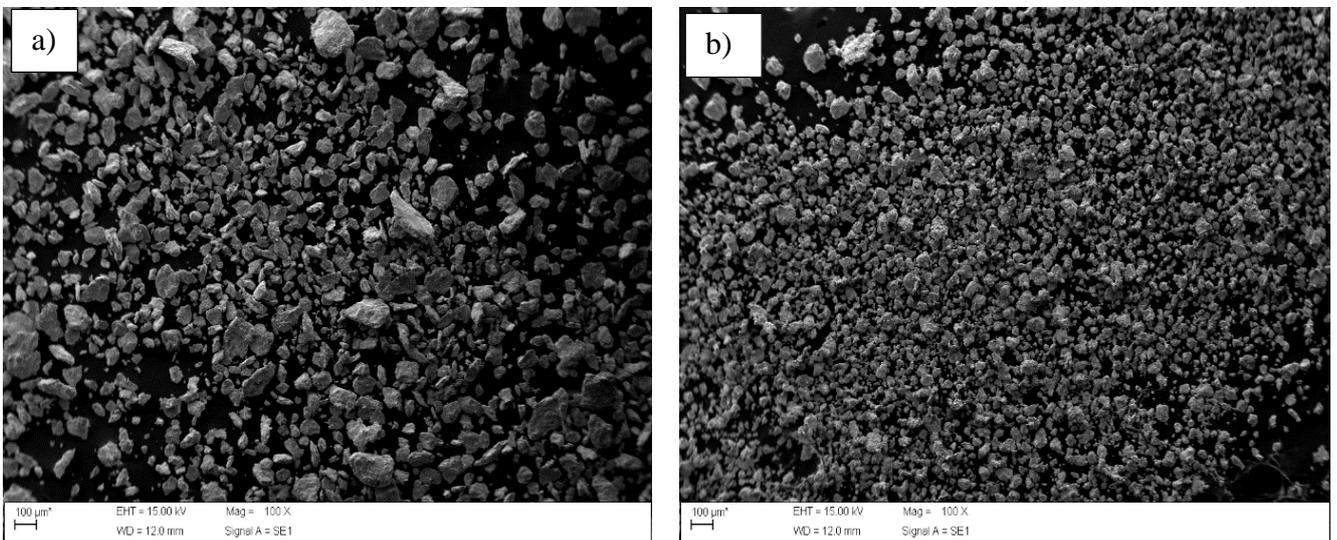


Fonte: Autoria própria.

As micrografias de MEV das amostras submetidas às condições de moagem de 350 rpm, relação massa/esfera de 1/20, com os tempos de 10 horas e com adição de 3% de carbeto de vanádio são mostradas na Figura 4.40.a enquanto que para o tempo de 50 horas (Figura 4.40.b). Após a moagem por 10 horas, foi possível verificar que os cavacos foram transformados em partículas com morfologia irregular e tamanhos variando de 40 a 200 μm . O tamanho de partículas observado foi menor em relação a moagem nas mesmas condições de rotação e relação massa/esfera do material sem adição de carbeto e no tempo de 50 horas, indicando que a adição de carbeto de vanádio aumenta a eficiência no processo. Com o aumento da moagem para 50 horas, foi verificado também que o material adquiriu uma morfologia acircular com tamanhos entre 25 a 135 μm . Com o aumento do tempo de moagem, verificou-se que as partículas adquiriram uma morfologia mais uniforme.

Como relatado anteriormente, o mecanismo de redução de tamanhos de partículas pode ser devido aos carbeto incorporados, que agem como agentes de concentração de tensões internas, que são provenientes das colisões do processo de moagem. Com o processo contínuo de colisões, as partículas do aço são cada vez mais endurecidas e o nível de tensão se eleva até que no ponto onde está localizado os carbeto ocorre a nucleação de trincas, fraturando o material, reduzindo assim o tamanho das partículas.

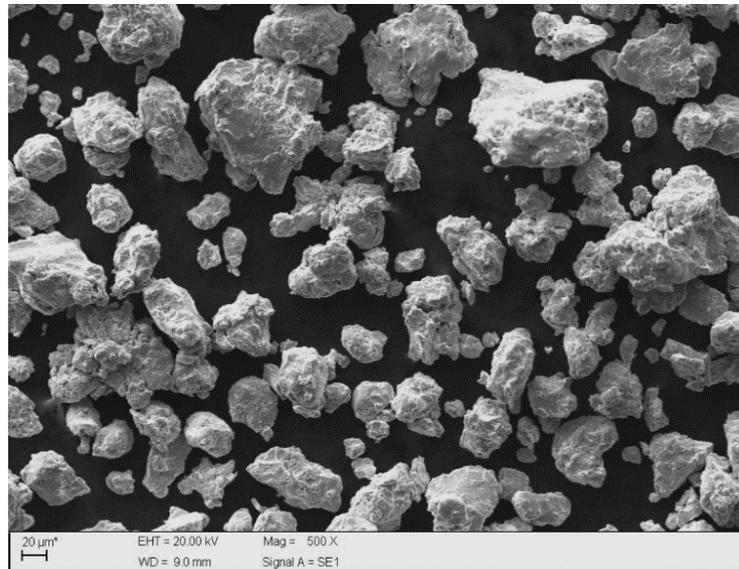
Figura 4-40: Micrografias dos pós do aço dúplex UNS S31803 com adição de carbeto de vanádio. Condições de moagem de: 350 rpm, relação massa/esfera de 1/20, tempo de moagem de 10 horas (a). Tempo de moagem de 50 horas (b).



Fonte: Autoria própria.

Para a moagem sendo realizada numa rotação de 300 rpm, com o tempo de 50 horas e relação massa/esfera de 1/20 e com adição de 3% de VC (Figura 4.41), observou-se que as partículas adquiriram uma morfologia irregular com tamanhos de partículas entre 30 µm e 150 µm, e o tamanho médio se encontra em torno de 80 µm. O tamanho de partículas obtido a partir do uso de uma rotação menor foi próximo da condição mais agressiva do processo (rotação de 350 rpm, tempo de 50 horas, relação massa/bola de 1/20).

Figura 4-41: Micrografia de MEV dos pós do aço inoxidável dúplex UNS S31803: Condição de moagem: de 300 rpm, relação massa/esfera de 1/20, tempo de moagem de 50 horas, adição de 3% VC.



Fonte: Autoria própria.

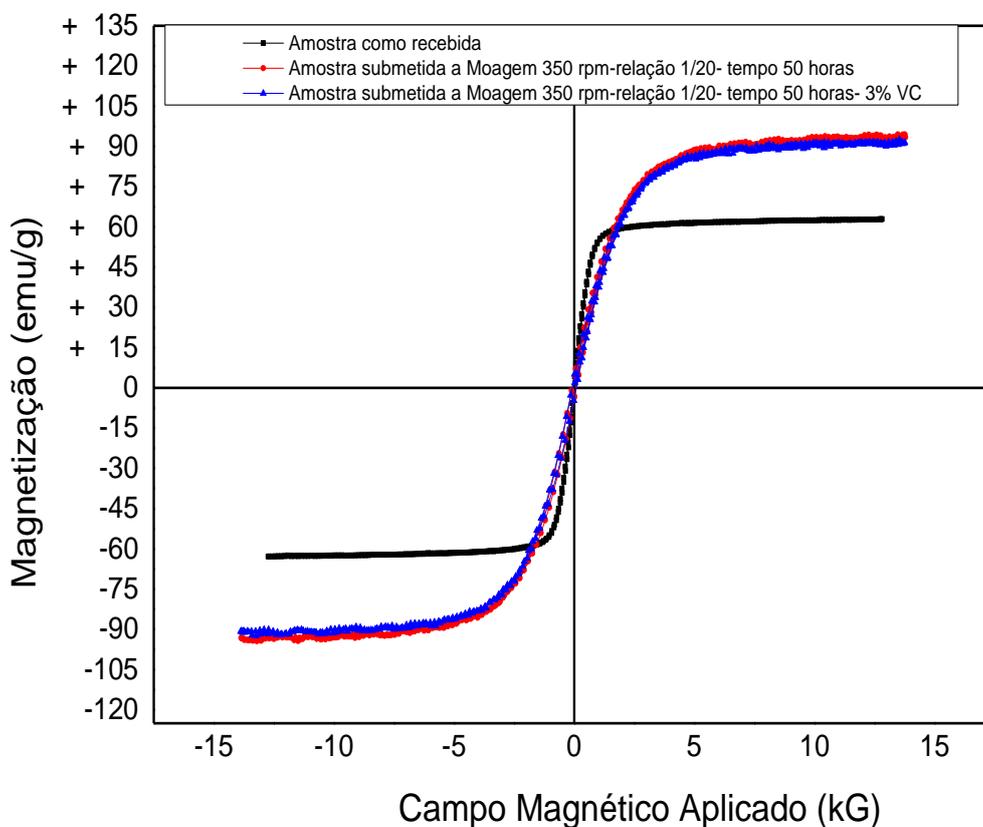
Como relatado anteriormente, a moagem com adição de carbeto de vanádio foram os experimentos que apresentaram maior eficiência no processo de moagem, sendo que os menores tamanhos ocorreram para a moagem no tempo de 50 horas, 350 rpm, e adição de 3% de VC, os quais foram 174 vezes menores que o cavaco original. Dias, et al, 2018, obtiveram tamanhos de partículas na ordem de 50 µm. Yonekubo, 2010 ao realizarem a moagem de cavacos de um aço inoxidável superdúplex no tempo de 100 horas, para uma rotação de 300 rpm e relação massa/bola de 1/16 obteve pó do material. Mesmo com uma rotação e relação massa/esfera maiores, verificou-se que com adição de carbeto de vanádio em tempos menores se obteve tamanhos de partículas próximos de 46 µm.

4.8. ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

Os valores de magnetização de saturação dependem apenas da fração de volume da fase magnética que se encontra presente nos aços. Portanto, estudos relacionaram o aumento no valor da magnetização de saturação com a transformação da austenita em martensítica induzida por deformação (TAVARES *et al* 2006, BALDO; MÉSZÁROS 2010, MENDONÇA; OLIVEIRA, SILVA 2017)

A Figura 4.42 mostra o comportamento magnético do aço inoxidável UNS S31803 nas seguintes condições: (a) conforme recebido; moagem de alta energia de cavacos de aço inoxidável, rotação 350 rpm, relação 1/20, tempo de 50 horas: (b) sem adição de carvão; (c) com adição de 3% de VC.

Figura 4-42: Propriedades magnéticas do aço inoxidável duplex UNS S31803, nas seguintes condições: (a) Material como recebido; (b) partículas moídas sem adição de carvão; (c) partículas moídas com adição de 3% de VC.



Fonte: Autoria própria.

Analisando os resultados da Figura 4.42 pode-se notar que as amostras do aço inoxidável após moagem apresentam um aumento da magnetização de saturação, isto significa que houve formação de martensita, e este aumento é função do tempo de moagem. As amostras moídas apresentaram os mesmos valores de M_s , cerca de 90 emu/g, indicando que os parâmetros de moagem adotados relação massa/esfera, rotação em um tempo de 50 horas de moagem, e variando a porcentagem de carvão de 0 e 3%,

indicando que a moagem com e sem carbetos gera no processo uma quantidade de fase ferromagnética na mesma magnitude.

Como relatado anteriormente, que o tamanho de partículas diminui com adição de carbetos, e que o carbetos que apresentou maior eficiência é o carbetos de vanádio. A partir deste momento, para as etapas subsequentes serão utilizados os pós obtidos processo de moagem cujos parâmetros são: rotação 350 rpm, relação massa/esfera 1/20, tempo de moagem de 50 horas, e porcentagem de carbetos de 3%.

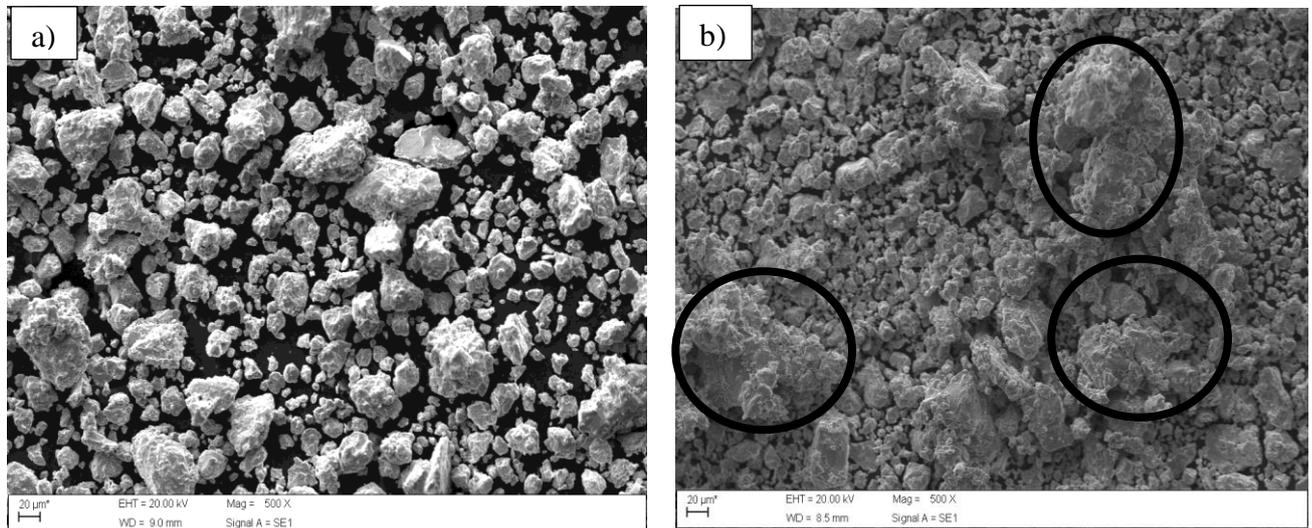
4.9. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL SINTERIZADO A VÁCUO À 1200°C COM E SEM TRATAMENTO DE ALÍVIO DE TENSÃO

A caracterização morfológica e dos tamanhos de partículas do aço inoxidável dúplex UNS S31803 após o processo de moagem de alta energia com a adição de 3% de VC são mostrados na Figura 4.43a. Pode-se observar que as partículas apresentam uma morfologia irregular, com tamanhos heterogêneos que variam entre 10 a 120 μm . Após o processo de moagem ocorreu uma diminuição da ordem de 174 vezes do tamanho de partícula em relação ao tamanho do cavaco (Figura .4.43a). O tamanho médio da partícula obtida após a moagem foi de 66,96 μm .

Para efeito de comparação, foi realizado um tratamento de alívio de tensão à temperatura de 1050°C/ 30 minutos, temperatura superior a temperatura de formação das fases deletérias, principalmente a fase sigma. O objetivo é verificar a influência do tratamento térmico e posterior sinterização a 1200°C nas propriedades estruturais e mecânicas em comparação a sinterização do material, também a 1200°C sem tratamento de alívio de tensão.

Após o tratamento de alívio de tensão realizado a temperatura de 1050 ° C, o processo de difusão começou a ocorrer no material (pré-sinterização), como pode ser observado nas regiões destacadas na Figura 4.43.b e no final, os tamanhos de partículas foram maiores em relação ao material apenas moído.

Figura 4-43 : Morfologia das partículas após a moagem de alta energia de cavacos de aço UNS S31803 com a adição de 3% de VC, nas seguintes condições: **(a)** sem tratamento de alívio de tensão. **(b)** Amostras após tratamento de alívio de tensão a temperatura de 1050 ° C /30 minutos.



Fonte: Autoria própria.

As medidas de densidade foram feitas nas amostras após a compactação (amostras a verde), em uma prensa uniaxial com uma carga de 700 MPa e também pelo método de Arquimedes para as amostras com sem e o tratamento de alívio de tensão a temperatura de 1050°C e sinterizadas a temperatura de 1200°C. A Tabela 4.9 apresenta a média das medidas obtidas. Pode-se observar um aumento dos valores de densidade de 5,72 g / cm³ para 5,94 g / cm³ das amostras que foram submetidas ao tratamento de alívio de tensão. Após o tratamento de alívio de tensão as partículas estão menos deformadas, encruadas, o que facilita o processo de compactação e posterior sinterização.

A densidade obtida foi de 76% para as amostras após o tratamento de alívio de tensão em comparação com a amostra como recebida. Os valores estão abaixo do aço produzido pelo processo de fusão, que é de 7,8 g / cm³. Esta diminuição da densidade do aço fundido para a amostra sinterizada é esperada devido à maior presença de poros nas peças fabricadas por metalurgia do pó a partir das técnicas e parâmetros adotados no presente estudo.

Tabela 4.9: Valores de densidade verde, densidade do material sinterizado e densidade pelo método de Arquimedes do aço inoxidável com a adição de 3% VC.

Condição	Densidade a Verde (g/cm ³)	Densidade sinterizado (g/cm ³)	Densidade por Arquimedes (g/cm ³)
Tratamento a 1050°C	5,59±0,1	5,78±0,05	5,94±0,07
Sem Tratamento	5,19±0,09	5,31±0,09	5,72±0,04

A porosidade obtida a partir da análise de imagens de microscopia óptica baseou-se em cinco campos diferentes. Observou-se que ocorreu um aumento dos valores médios da porosidade para as amostras sem tratamento de alívio de tensão, conforme está apresentado na Tabela 4.10.

Tabela 4.10: Valores das porosidades das amostras calculadas pelo *software Olympus*.

Tratado com 3% de VC	9,5 ± 2,17%
Sem tratamento com 3% de VC	11,41± 1,80%

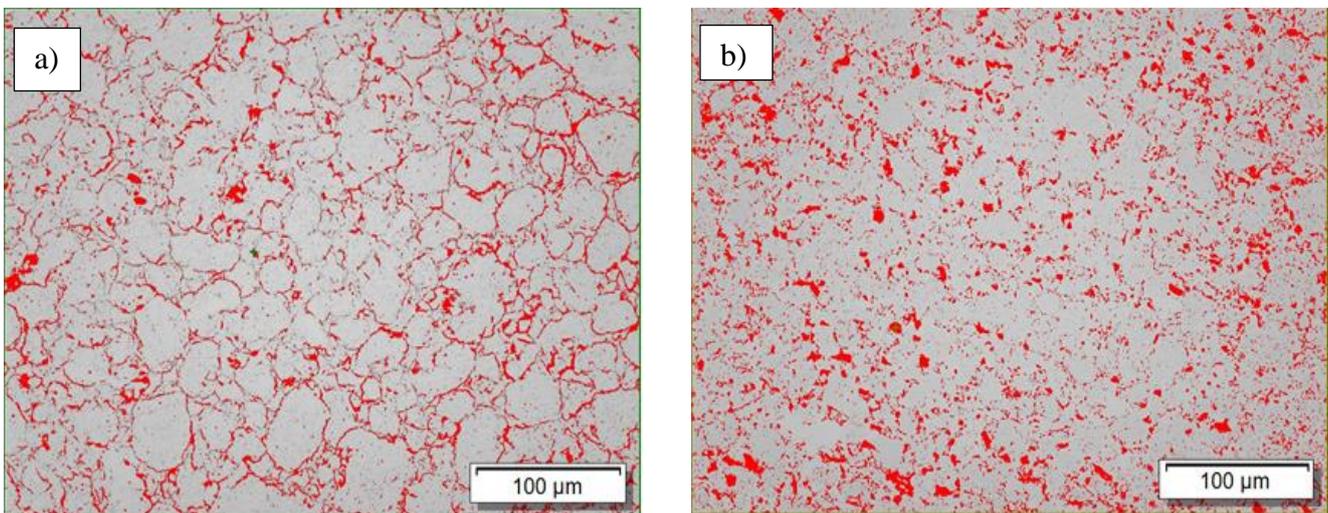
As medidas de microdureza Vickers das amostras estão mostradas na Tabela 4.11, na escala Vickers com e sem alívio de tensão. As amostras com e sem tratamento prévio apresentaram um valor de microdureza de 113 HV e 100 HV, respectivamente. As medidas mostram que o tratamento de alívio de tensões diminui a energia interna imposta pelo processo de moagem de alta energia, devido a diminuição das densidades de discordâncias, obtendo pós com maior ductilidade, o que facilitou o processo de compactação posterior. Assim, no processo seguinte de sinterização, ocorreu uma melhora da densificação, devido ao aumento da ductilidade.

Tabela 4.11: Valores de microdureza das amostras, obtidas no microdurômetro Microhardness Tester HV 1000 da marca Digimess, com aplicação de uma carga de 1,96 N.

Tratado com 3% de VC	113 ± 1
Sem tratamento com 3% de VC	100 ± 6

A medida de porosidade foi realizado pela técnica de microscopia óptica como mostrado na Figura 4.44(a) para as amostras sinterizadas a temperatura de 1200°C, sem e com o tratamento de alívio de tensão (Figura 4.44.b). Pode-se observar uma maior densificação para as amostras submetidas anteriormente ao tratamento de alívio de tensão. Esta densificação foi maior devido a diminuição das tensões internas das partículas do pó, o material torna-se mais dúctil, o que acarretou maiores valores de densidades. Isto facilita a difusão atômica e a densificação no momento da sinterização, resultando em uma microestrutura mais refinada e menos porosa.

Figura 4-44: Porosidade via imageamento para as amostras sinterizadas a 1200°C por 1 hora, nas seguintes condições: (a) amostras sem tratamento de alívio de tensão; (b) amostras com tratamento de alívio de tensão.



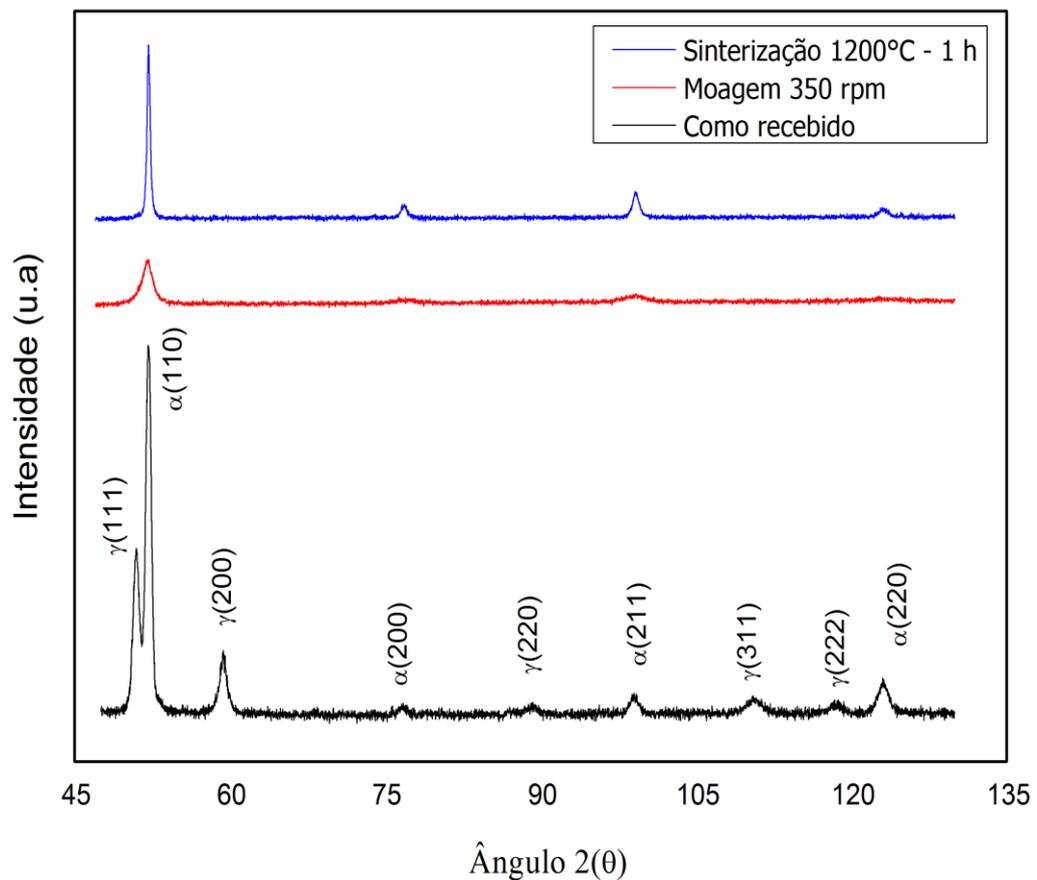
Fonte: Autoria própria.

Na Figura 4.45 são apresentados os resultados da análise de difração de raios X para as amostras que não foram submetidas ao tratamento de alívio de tensão. Nesta figura podemos observar a presença das fases austenítica e ferrítica no material conforme recebido. Após o processo de moagem nota-se que os picos diminuíram de intensidade, além de ocorrer um alargamento dos mesmos. Isto ocorreu devido as deformações impostas pelo processo de moagem de alta energia com uma destruição da rede cristalina, tendendo a uma amorfização.

Observa-se também que após a sinterização ocorre a ausência dos picos da fase austenita (200), (220), (311), (222) e um aumento da intensidade dos picos da fase ferrita. A fase martensítica não ocorre a sua presença. Porém na região que ocorre os picos γ

(111) e α (110), podem ainda conter a presença das fases austenita, martensita e ferrita. Outras técnicas, podem ser utilizadas para a verificação da presença da fase martensítica, tais como a utilização de medidas magnéticas.

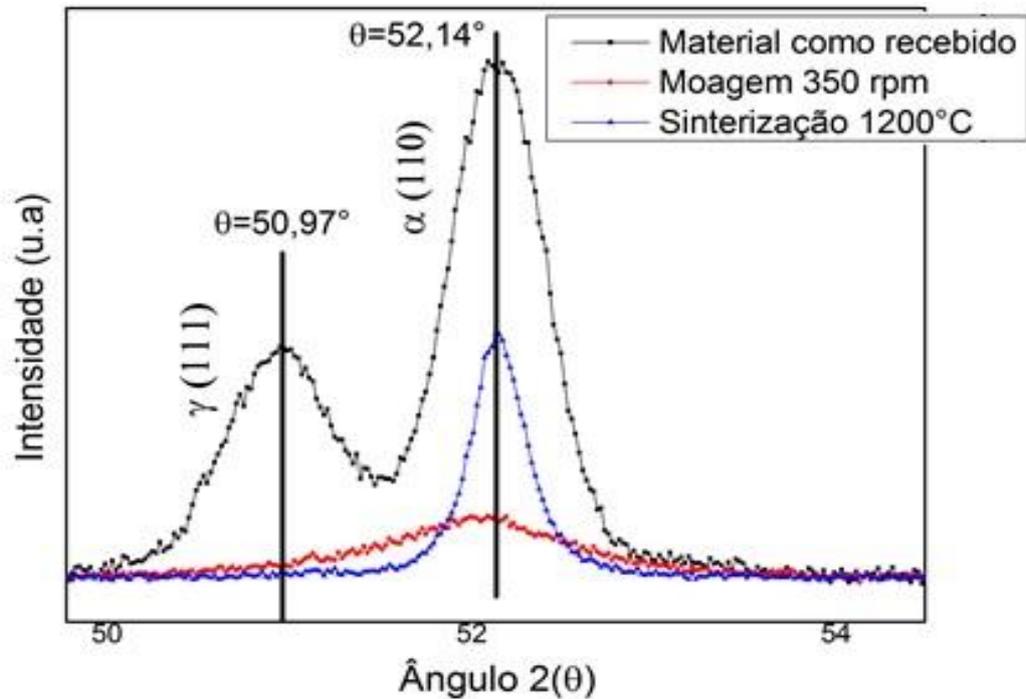
Figura 4-45: Difração de raios X do aço inoxidável nas seguintes condições: (a) amostras como recebidas (b); moagem no tempo de 50 horas (c) amostras sinterizado a 1200 ° C durante 1 hora;



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 4.46 pode-se observar nas regiões de ângulos entre 50 ° e 54 ° que, após a sinterização a temperatura de 1200°C, o pico das fases ferrita e martensita (110) estão na mesma posição em relação ao material como recebido e também observa-se a ausência dos picos da fase austenita (111). Os picos das fases ferrita e martensita não são distinguidos porque ambas as fases apresentam a mesma reflexão (TAVARES, et. al., 2006; MENDONÇA, et.al., 2017);

Figura 4-46: Difração de raios X na região de maior intensidade para os picos da ferrita (110) austenita (111), nas seguintes condições: (a) amostras como recebidas; (b) após moagem por 50 horas.; (c) sinterizado a 1200 ° C durante 1 hora.



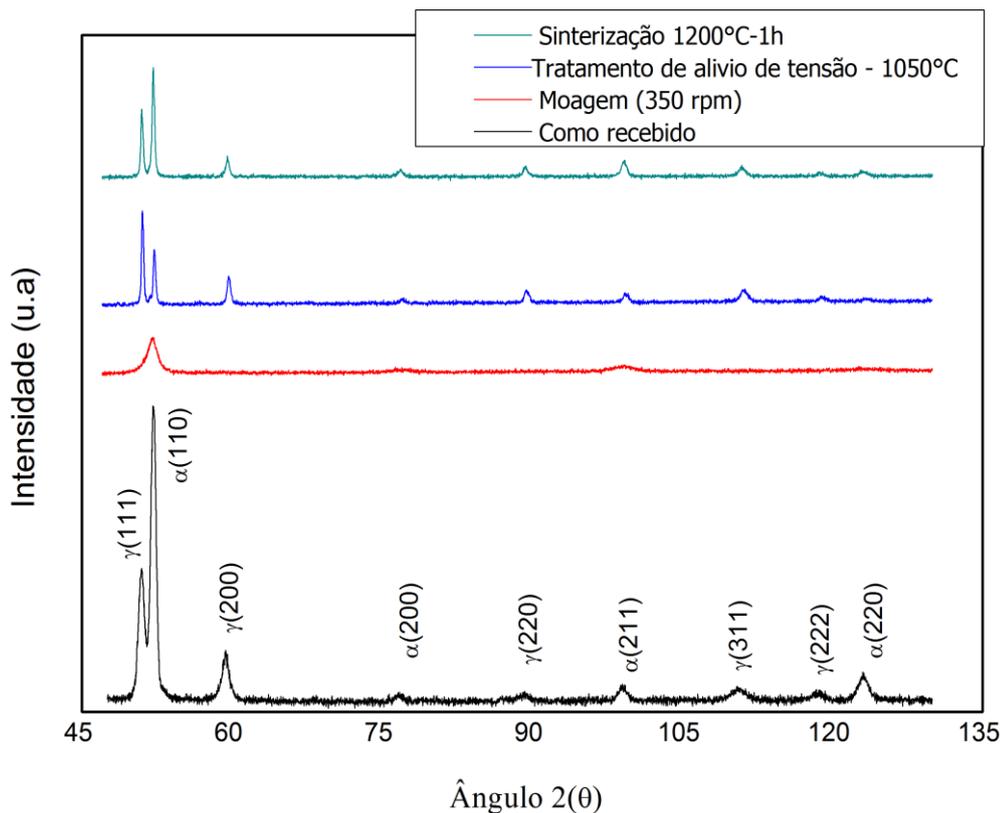
Fonte: Autoria própria.

Na Figura 4.47 é mostrado os resultados de difração de raios X para as amostras como recebido, moídas, e também submetidas ao tratamento de alívio de tensão e, por fim, as amostras sinterizadas a 1200°C por 1 hora. Como analisado no gráfico da Figura 4.47, é observado a presença da fase ferrita e austenita no material como recebido e após o processo de moagem. Observa-se que a intensidade dos picos diminui e até desaparecem, e ocorre um aumento da largura dos picos e o material tende a amorfização. Isto ocorre devido a deformação plástica não uniforme da rede cristalina, resultado do processo de moagem e redução do tamanho das partículas. Após o processo de alívio de tensão e sinterização, observa-se a presença da fase ferrita e austenita, e não ocorre a presença da fase martensítica.

Depois do tratamento de alívio de tensão, ocorreu uma reorganização da estrutura, ocorrendo uma diminuição na largura dos picos da fase e também um aumento na altura

da intensidade relativa. Durante o recozimento realizado a temperatura de 1050 ° C, a energia térmica fornecido, favorece a recristalização das fases ferrita e austenita, assim como, um rearranjo da estrutura cristalina e diminuição das tensões internas. Para a análise da difração de raios X após o processo de moagem foi utilizado o material em forma de pó, e para as análises do material após sinterização o material utilizado estava em forma de bulk. A diferença da orientação (intensidade relativa) observada nos picos de γ (111) e α (110) pode estar relacionada com a forma sólida dos diferentes materiais (pó e bulk). Ao analisar a difração de raios X para o material em forma de bulk (sinterizado a 1200 C), pode-se ter avaliado uma região onde se tem uma maior presença da fase ferrítica.

Figura 4-47: Difração de raios X das amostras sob as seguintes condições: a) como recebido; b) após a moagem; c) após tratamento de alívio de tensão; d) após o processo de sinterização.

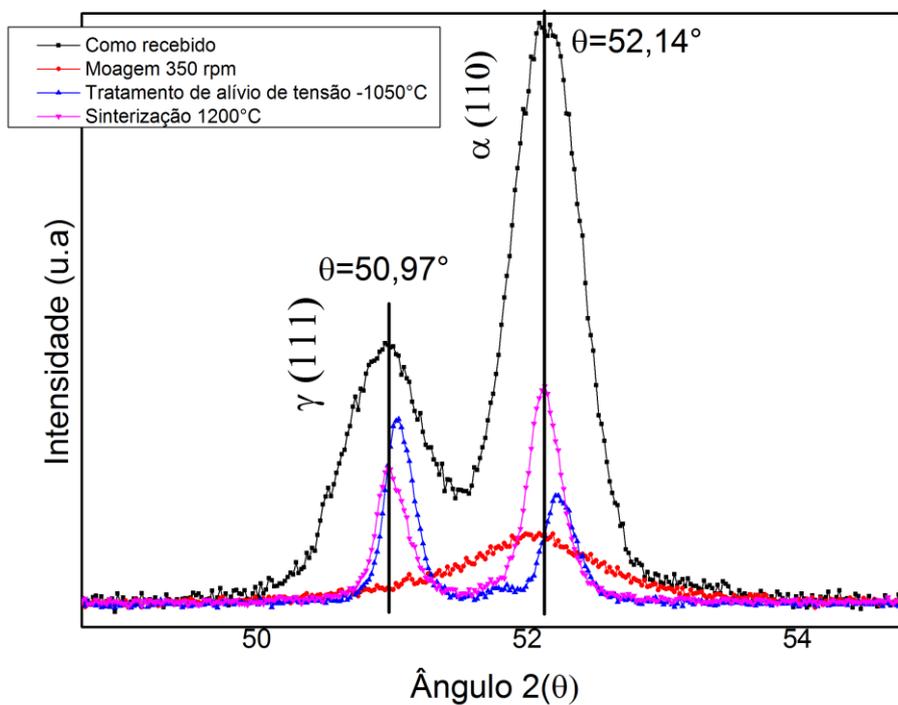


Fonte: Autoria própria.

Durante o tratamento de alívio de tensão e sinterização ocorre uma reversão da estrutura martensítica para a estrutura austenítica. A reversão da estrutura martensítica ocorre abaixo da temperatura de recristalização da estrutura austenítica. Na Figura 4.48 pode se notar a mudança do pico da fase ferrita (110) para a direita após o tratamento de alívio de tensão, estando este a $0,07^\circ$ e após a sinterização, os picos se encontram a mesma posição de $52,14^\circ$, assim como o material recebido. Também há um deslocamento de $0,07^\circ$ do pico da fase austenita (111) após o tratamento. No entanto, realizada a sinterização, este permanece na mesma posição dos outros picos à $52,14^\circ$.

Devido à baixa porcentagem de carbeto de vanádio adicionada na moagem, ficando abaixo do limite de detecção do aparelho, não foi observada a presença de picos de carbetos.

Figura 4-48: Difração de raios X na região de maior intensidade para os picos ferrita (110) e austenita (111), nas seguintes condições: (a) amostras como recebidas; (b) moagem no tempo de 50 horas.; (c) tratamento de alívio de tensão; (d) sinterizado a 1200°C .



Fonte: Autoria própria.

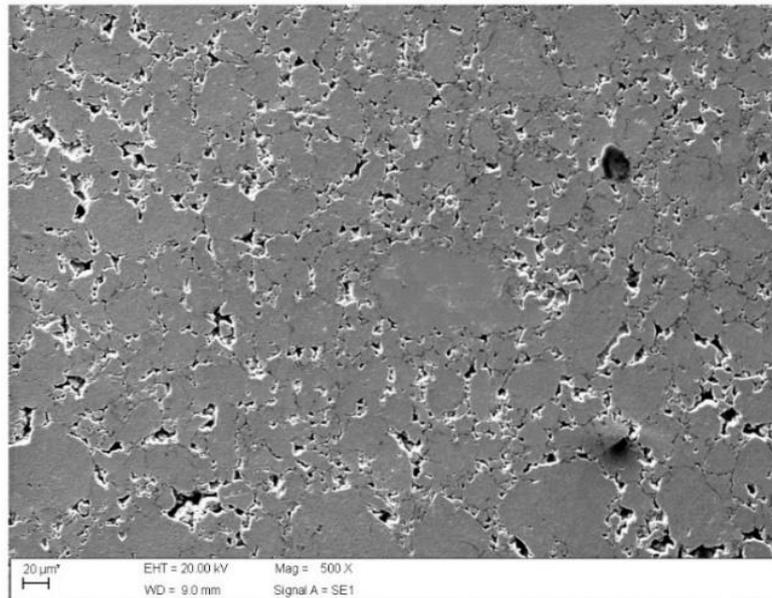
Diferentemente da situação anterior quando o material após o processo de moagem é submetido posteriormente ao processo de sinterização, sem o tratamento de alívio de tensão, não se observa a presença da fase austenítica. Para o tratamento de alívio de tensão é observado a presença da fase ferrita e austenita. A fase martensítica não foi observada. Como relatado anteriormente, ao analisar os gráficos da Figura 2.4 para a seção isotérmica a 1200°C do ternário Fe-Cr-Ni e na Figura 2.5 para a temperatura de 1000°C se observa que o campo bifásico diminui com o aumento da temperatura.

Devido a diminuição da região de coexistência da fase austenítica e ferrítica com o aumento da temperatura, dessa forma, as amostras após a moagem com adição de carbetto e posteriormente sinterizadas a temperatura de 1200°C poderiam ter a composição nominal deslocado para a região monofásica da ferrítica. Além disto, no processo de moagem de cavacos do aço inoxidável duplex UNS S31803 com adição de carbetto ocorreu o contato do material com as esferas e o jarro que são feitos de aço inoxidável. Dessa forma, os pós do compósito aço duplex UNS S31803/carbetto de vanádio pode estar com uma composição química diferente do material como recebido, e conseqüentemente, pode ter ocorrido um aumento da presença dos elementos Fe, Cr, Ni que constituem o aço e assim pode ocorrer um deslocamento para a região de existência da fase ferrítica.

As amostras submetidas ao tratamento de alívio de tensão, apresentaram os picos das fases ferrita e austenita. Sendo o tratamento realizado a temperatura de 1050 °C, conclui-se que para essa situação, a possibilidade de a composição estar realmente presente num campo bifásico é maior e, após um resfriamento rápido, ambas as fases estariam presentes. Tal afirmação é confirmada pela técnica de difração de raios X.

A micrografia da amostra de um aço inoxidável sinterizada a 1200°C por 1 hora após o tratamento de alívio de tensão é apresentada na Figura 4.49. Observa-se que as amostras apresentam uma porosidade residual em torno de 10% e concentrada entre os contornos das partículas, e que em algumas regiões ocorreu uma sinterização muito intensa, material torna-se homogêneo.

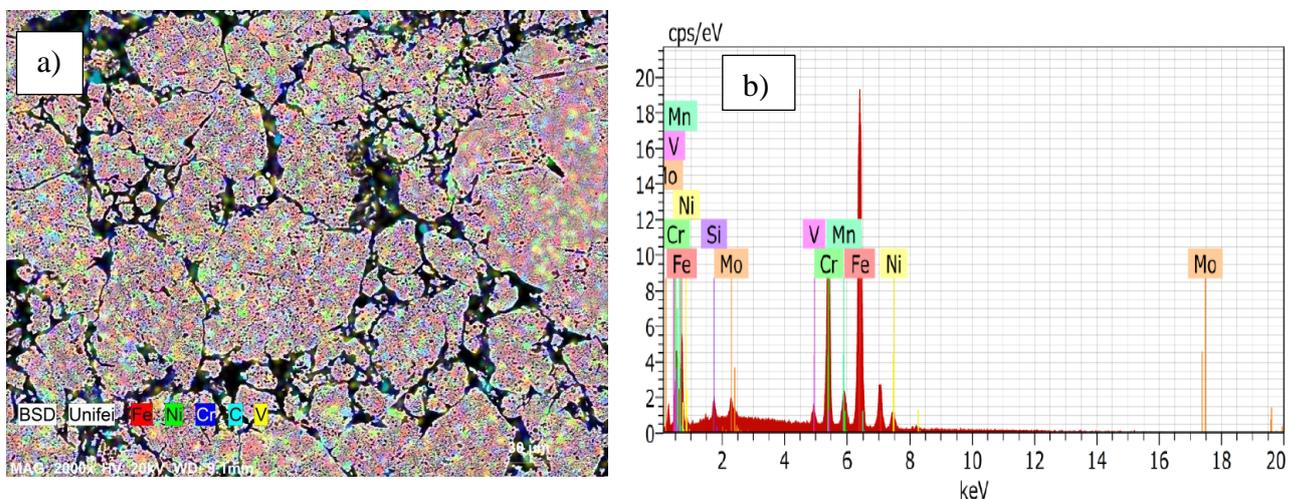
Figura 4-49: MEV do aço inoxidável dúplex sinterizado a 1200°C por 1 hora com adição de carbeto de vanádio e submetido anteriormente ao tratamento de alívio de tensão a 1050°C/30 minutos.



Fonte: Autoria própria.

A distribuição de carbetos foi realizada através dos modos elétrons retroespalhados e EDX (Figura 4.50a). Observou-se que as partículas de VC estão localizadas homogeneamente na superfície das partículas de aço. As partículas de VC foram identificadas na Figura 4.50.b pelos seus elementos químicos (carbono e vanádio), assim como ocorre a presença dos elementos ferro, cromo e níquel, elementos constituintes do aço inoxidável dúplex.

Figura 4-50: a) Distribuição de partículas de vanádio em partículas de aço inoxidável (Mapeamento). (b) Espectro EDX de 3% VC adicionado.



Fonte: Autoria própria.

4.10. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL SINTERIZADO A VÁCUO A TEMPERATURA DE 1250°C

A caracterização das amostras sinterizadas foi realizada com objetivo de se analisar a microestrutura, por meio do processo metalográfico, e também para avaliar a densidade e a porosidade do material.

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 compactado antes e após a etapa de sinterização. De acordo com a Tabela 4.12, observa-se que a média das densidades a verde foi de 5,08 g/cm³. Após a sinterização, a média das densidades das amostras produzidas com adição de 3% de carbetos de vanádio foi de 6,11 g/cm³, valores inferiores àquele do aço produzido via processo de fusão, que é de 7,8 g/cm³. 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.

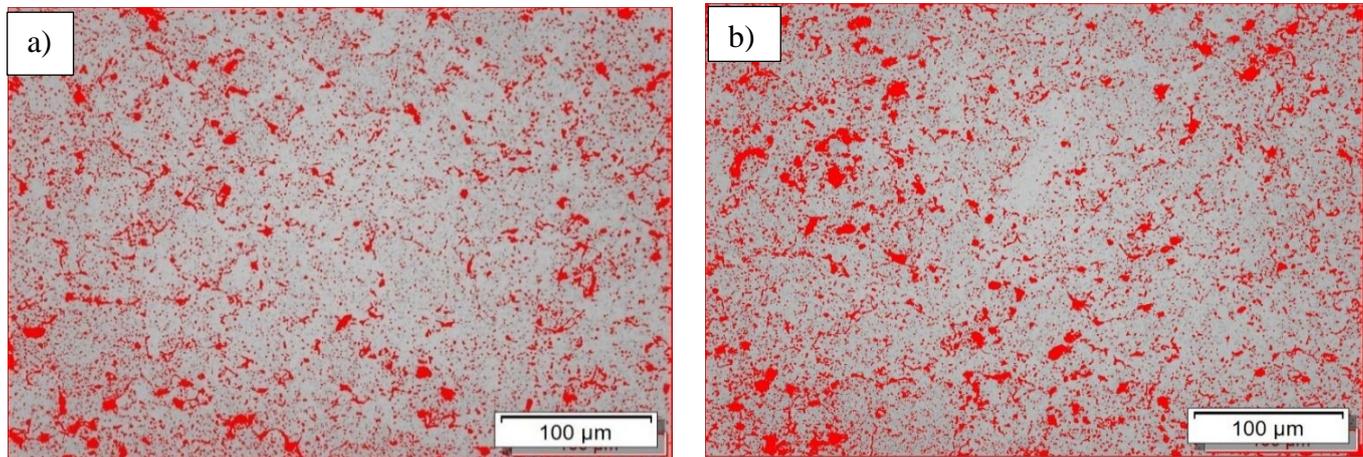
Tabela 4.12: Valores de densidade a verde, densidade do material sinterizado e densidade teórica do aço inoxidável com adição de 3% VC.

Composição	Pressão de compactação 700±10 Mpa		
	Densidade a verde (g/cm ³)	Densidade sinterizado (g/cm ³)	Densidade teórica (g/cm ³)
Aço Inoxidável	5,28±0,06	6,11±0,08	7,8

A Figura 4.51 mostra a micrografia da amostra do aço inoxidável compactado em prensa uniaxial e depois sinterizada a 1250 ° C. A porosidade medida a partir da análise de imagens de microscopia óptica baseou-se em cinco imagens, nas quais a média de porosidade foi de 15,13% ±1.6. A Figura 4.51 (a) mostra o menor valor de porosidade encontrado em 12,57% e a Figura 4.51 (b) mostra o valor mais alto que é de 18,53%.

Figura 4-51: a) Microestrutura de aço inoxidável sinterizada a 1250 ° C durante 1 hora, região de porosidade inferior. **Figura 4.51:** b) Região de maior porosidade.

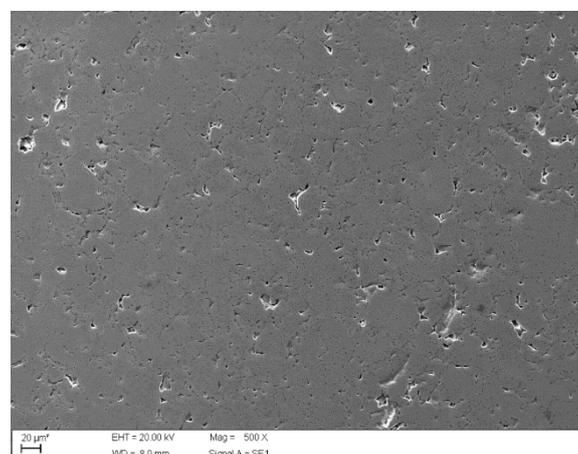
Regiões em vermelho indicam porosidade



Fonte: Autoria própria.

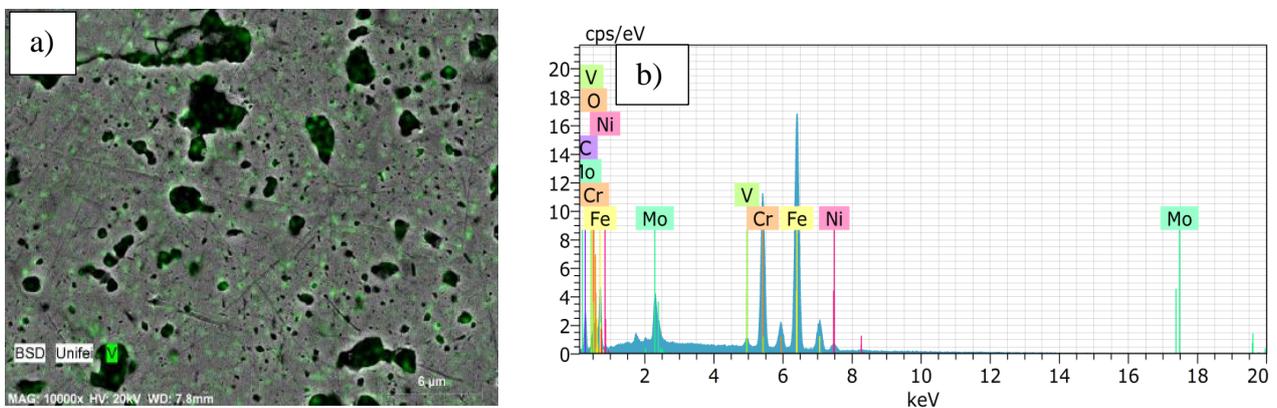
A micrografia de MEV da amostra do aço inoxidável sinterizada a 1250°C por 1 hora é apresentada na Figura 4.52. Observa-se que as amostras apresentam uma porosidade residual e concentrada entre os contornos das partículas. Em algumas regiões ocorreu uma sinterização muito intensa e o material torna-se homogêneo. A baixa porosidade observada é devida as partículas do pó do aço com carbetos possuïrem um valor pequeno de tamanho de partícula e uma maior área superficial, facilitando a difusão atômica e a densificação do material na sinterização, resultando em uma microestrutura mais refinada e menos porosa.

Figura 4-52: Micrografia do aço inoxidável dúplex sinterizado a 1250°C por 1 hora.



A distribuição dos elementos para a amostra aço inoxidável duplex/ carbeto de vanádio sinterizada a temperatura de 1250°C foi realizada através dos modos elétrons retroespalhados e EDX (Figura 4.53.a). Observou-se que as partículas de vanádio estão localizadas em algumas regiões específicas e nas regiões porosas. As partículas foram identificadas na Figura 4.53.b pelo elemento químico vanádio, assim como ocorre a presença dos elementos ferro, cromo e níquel, elementos constituintes do aço inoxidável dúplex.

Figura 4-53 (a) Distribuição das partículas de vanádio (verde) sobre as partículas do aço inoxidável. (b) Espectro de EDX do aço inoxidável com adição de 3% VC.



Fonte: Autoria própria.

A Tabela 4.13 mostra uma diminuição dos valores de microdureza do aço na condição como recebida que apresentou uma média de 284,16 HV(50 gf) e da condição com adição de 3% VC que apresentou média de 170,81 HV(50 gf). A diferença entre a microdureza da condição do material como recebido e da condição com adição de 3% VC provavelmente é em consequência da presença de poros na amostra sinterizada.

Tabela 4.13: Valores de Microdureza do material sinterizado, do material como recebido.

Condição	Microdureza (HV)
Sinterização do pó -1250°C- 1 hora	170,81,±8,72
Material na condição como recebido	284,16±3,76

A diminuição da microdureza da amostra sinterizada em relação à amostra na condição do material como recebida é provavelmente devido à presença de poros na amostra sinterizada e a má difusão atômica ocorreu durante a sinterização a 1250 ° C. O valor obtido para dureza foi de 87% em relação à amostra recebida. Verificou-se que os carbetos ajudam no processo de moagem, aumentando a eficiência do processo, mas reduz os valores de dureza, podendo estar relacionado à presença de poros e não a dissociação destes elementos da matriz, que está concentrado em regiões com poros.

Verificou-se também uma melhora das propriedades do material sinterizado para a temperatura de 1250°C em comparação com a sinterização realizada a temperatura de 1200°C.

Shashanka & Chaira, 2015, ao realizarem a moagem planetária de misturas de pós elementares de Fe, Cr e Ni por 40 h e produzirem pós de aço inoxidável duplex e ferrítico, verificaram o aumento dos valores de densidade e dureza com o aumento das temperaturas de sinterização a 1000°C para 1400°C. Os maiores valores foram obtidos para a temperatura de 1400°C. Estes autores encontraram valores de densidade a 1200°C, de 80%. Porém estes autores partiram de pós e ao realizar a moagem obtiveram tamanhos nanométricos.

Para a temperatura de 1200°C a densidade obtida foi de 76% para sinterização a 1200°C e de 78% para a temperatura de 1250°C e verificando que adição de carbetos ocorreu foi obtido um tamanho de partícula 174 vezes menor que o cavaco original, assim, pode-se destacar que o processo de moagem de cavacos com adição de carbetos torna-se viável para a produção de componentes sinterizados.

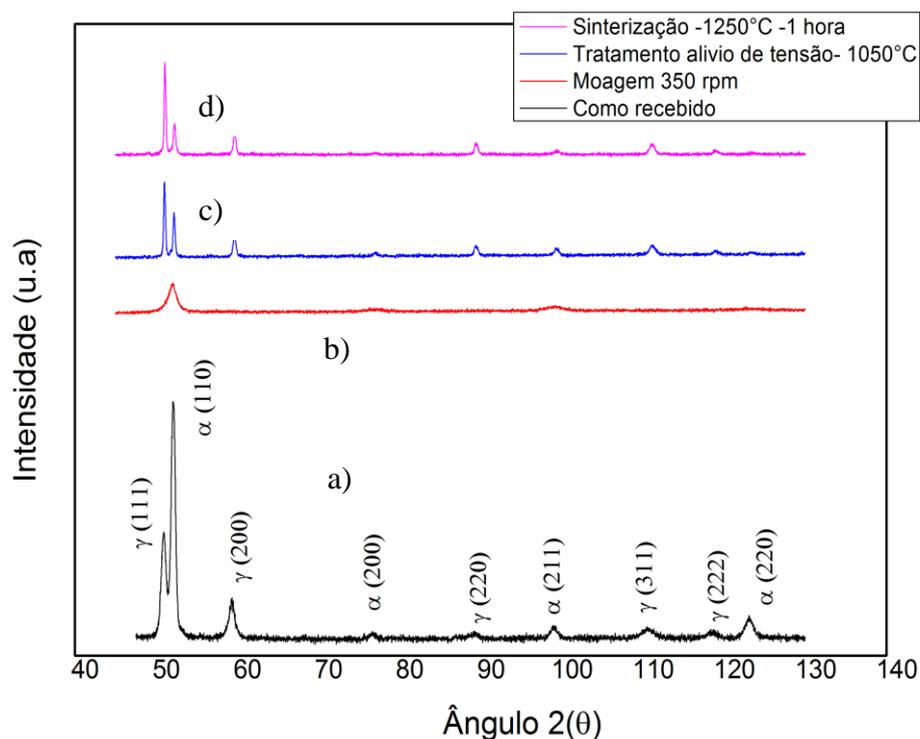
A Figura 4.54 mostra o difratograma de raios X nas seguintes condições do material como recebido, material moído por 50 horas e após o processo de tratamento de alívio de tensão e material sinterizado a 1250 ° C. Nota-se que os picos de difração de raios X são aumentados devido à diminuição do tamanho das partículas, da deformação da rede e da deformação plástica intensa que ocorreu durante a moagem de alta energia. Pode ser visto no difratograma da Figura 4.54 que, após o processo de moagem, houve uma diminuição na intensidade e o alargamento dos picos da fase ferrítica (110) e austenítica (111).

Observou-se também o desaparecimento dos picos da fase de austenite (200), (200), (311) e (222) e a intensidade de pico relativa da ferrite (220). A presença de martensita induzida por deformação também foi observada. Mendonça 2017, verificou o

aparecimento da martensita induzida por deformação após o processo de moagem, aumentando os valores de magnetização de saturação obtidos por medições magnéticas.

Após o material ter sido submetido ao tratamento de alívio de tensões a 1050 ° C, observou-se o aparecimento das fases ferrítica e austenítica. A ausência dos picos de VC ocorreu devido à sua baixa porcentagem adicionada no processo, ficando abaixo do limite de detecção do aparelho.

Figura 4-54: Difração de raios X de aço inoxidável nas seguintes condições: (a) conforme recebido (b) moagem por 50 horas -350 rpm. (c) após o tratamento de alívio de tensão do pó. (d) sinterizado a 1250 ° C durante 1 hora.



Fonte: Autoria própria.

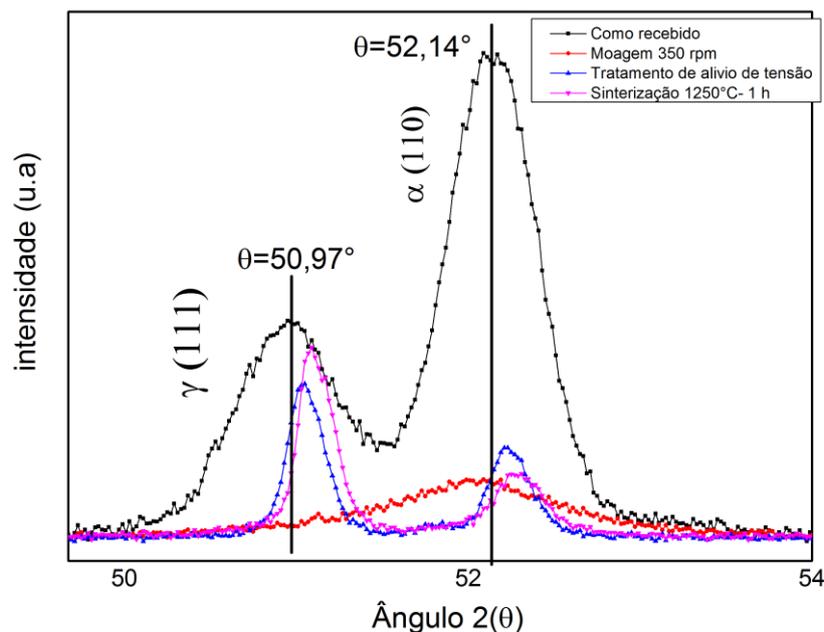
Pode ser visto no difractograma da Figura 4.55 nas regiões de ângulos entre 50 ° e 54 °, que, após o processo de moagem, houve uma diminuição da intensidade e o alargamento dos picos da ferrítica (110) e austenítica (111), em comparação com o matricial recebido. Isso ocorre devido à deformação plástica não-uniforme da rede cristalina resultante das falhas de empilhamento, entre outros defeitos cristalinos

resultantes do processo de moagem e redução do tamanho de partícula (CULLITY; STOCK 2013).

Após o tratamento térmico há uma diminuição na largura dos picos de fase e também um aumento na altura das fases. Esse comportamento está associado à redução das microtensões causadas pelo recozimento, devido aos processos de recuperação e recristalização (SURYANARAYANA, 2001). Após o processo de alívio de tensões e sinterização, observa-se a presença das fases de ferrita e austenita. Não foi observada a presença da fase martensítica.

Pode-se ver na Figura 4.55 um deslocamento de pico para a direita para a fase de ferrita (110) no ângulo $52,14^\circ$ para o tratamento de alívio de tensão de $0,08^\circ$ e $0,12^\circ$ após sinterização, e também um deslocamento de $0,09$ após o tratamento de alívio do tensão e $0,14^\circ$ após sinterização para a fase austenítica (111), que caracteriza o deslocamento de planos cristalinos e uma alteração no parâmetro de rede do material após o processo de sinterização.

Figura 4-55: Difração de raios X na região de maior intensidade para os picos da ferrita (110) e austenita (111), nas seguintes condições: (a) amostras como recebidas (b) moagem no tempo de 50 horas.; (c) tratamento de alívio de tensão (d) sinterizado a 1250°C durante 1 hora;



Fonte: Autoria própria.

5. CONCLUSÕES

O processo de moagem de alta energia se mostrou ser uma rota alternativa para reutilização de cavacos de um aço inoxidável dúplex UNS S31803 com e sem adição de carbetos. Através da análise realizada neste trabalho, foi possível verificar que:

- Por meio do processo de moagem de alta energia foi possível obter pós com diferentes granulometrias a partir dos cavacos de aço inoxidável dúplex UNS S31803 com adição de carbetos.
- A moagem com adição de carbetos de vanádio foi a mais efetiva apresentando uma redução de 174 vezes em relação ao cavaco. Com a adição de carbeto de vanádio no processo de moagem, houve uma redução média no tamanho de partícula em comparação com o material sem carbeto adicionado em torno de 66%.
- Para a análise dos parâmetros de moagem utilizando o planejamento fatorial foi verificado que a adição de carbetos no processo é o termo mais influente, seguido do tempo de moagem, rotação e relação massa/esfera.
- As amostras tratadas a temperatura de 1050° C antes da compactação e sinterizadas a temperatura de 1200°C em comparação com as amostras sem tratamento apresentaram melhores propriedades.
- O material compactado na prensa uniaxial e sinterizado a 1250°C apresentou as melhores propriedades em relação ao processo de sinterização a temperatura de 1200°C. A densidade obtida foi de 78% em comparação ao material como recebido e a microdureza de 178 HV para as amostras sinterizadas a temperatura de 1250°C.
- O processo de moagem de alta energia pode ser uma rota alternativa para a reciclagem de cavacos de aço inoxidável.
- Adicionalmente, o procedimento envolve menor consumo de energia devido ao fato de que o material primário não envolve os processos de fundição.

6. TRABALHOS FUTUROS

- Moagem com adição de agentes controladores de processo.
- Planejamento fatorial do processo de compactação e sinterização
- Estudo das propriedades de resistência a corrosão do material sinterizado.
- Estudo das propriedades mecânicas (ensaios de compressão) do material sinterizado as temperaturas de 1200°C e 1250°C
- Estudo dos efeitos do processo de compactação em uma HIP (Hot isostatic pressing).

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABENOJAR, J., VELASCO, F., BAUTISTA, A., CAMPOS, M., BAS, J.A., TORRALBA, J.M.; Atmosphere influence in sintering process of stainless steels matrix composites reinforced with hard particles. *Composites science and Technology*, v. 63, p.69-79, 2003.
- ABNT NBR 6220:2011, Materiais refratários densos conformados - Determinação do volume aparente, densidade de massa aparente porosidade aparente, absorção e densidade aparente da parte sólida, São Paulo, Norma Brasileira 2011.
- ABRAHIM, S. N., LAJIS M.A., ARIFFIN, S. A review on recycling aluminum chips by hot extrusion process. *Procedia CIRP* 26, 761–766. 2015.
- AGUIAR, D. J. M., Estudo da formação e reversão de martensita induzida por deformação na Austenita de dois aços Inoxidáveis Duplex. Tese de doutorado- Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.
- AMINI, R.; SALAHINEJAD, E.; HADIANFARD, M. J.; MARASI, M.; SRITHARAN, T. Characterization of Fe–Cr–Mn–N amorphous powders with a wide supercooled liquid region developed by mechanical alloying. *Materials Science and Engineering A*. V. 527, p. 1135–1142. 2010.
- ARBIZU, I. P; PEREZ, PERES, C.J.L. Surface roughness prediction by factorial design of experiments in turning processes. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 143, p. 390-396, 2003.
- ASM METALS HANDBOOKS. **Properties and Selection: nonferrous alloys and special – purpose materials – v.2**, 1990.
- ATZMON, M. In situ thermal observation of explosive compound-formation reaction during mechanical alloying. *Physical Review Letters*. V. 64, n.4, p. 487-490, 1990.
- BAUTISTA, A., VELASCO, F., CAMPOS, M., RABANAL, M. E., TORRALBA, J. M. Oxidation Behavior at 900°C of Austenitic, Ferritic, and Duplex Stainless Steels Manufactured by Powder Metallurgy. *Oxidation of Metals*, V. 59, n. ¾. 2003.
- BALDO, S., MÉSZÁROS, I., Effect of cold rolling on microstructure and magnetic properties in a metastable lean duplex stainless steel. *Journal of Materials Science*. 2010, v. 45, n. 19, pp 5339–534.2010.
- BREDA, M.; BRUNELLI, K.; GRAZZI, F.; SCHERILLO, A.; CALLIARI, I. Effects of Cold

Rolling and Strain-Induced Martensite Formation in a SAF 2205 Duplex Stainless Steel. Metallurgical and Materials Transactions A. V. 46A, p.577-586. 2015.

BRISTOT, V. M.; BRISTOT, V. M.; GRUBER, V. Estudo para utilização de prensagem uniaxial de ação simples para compactação de corpos moedores utilizada na indústria de placas de revestimentos cerâmicos. Revista Iberoamericana de Ingeniería Mecánica, v. 18, p. 47–55, 2014.

BRYTAN, Z., DOBRZÁNSKI, L. A., ACTIS GRANDE, M., ROSSO, M. The influence of sintering time on the properties of PM duplex stainless steel. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. v. 37, n.2, p.387, 396, 2009.

CAMPOS, M.; BAUTISTA, A.; CÁCERES, D. ABENOJAR, J. TORRALBA, J.M. Study of the interfaces between austenite and ferrite grains in P/M duplex stainless steels. Journal of the European Ceramic Society. v. 23, n. 15, p. 2813–2819. 2003.

CANAKCI, A.; VAROL T. A novel method for the production of metal powders without conventional atomization process. Journal of Cleaner Production, pp.312-319, 2015.

CHARLES, J. Super duplex Stainless Steels: Structure and properties. In: Duplex Stainless Steels, Baune, 1991. Proceedings. Ed.:Charles, J.;Bernhardsson, S. Les Ulis, France, Les Éditions de physique, v.1, p.3-48,1991.

CHEN, T. H., WENG, K. L., YANG, J. R. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. Materials Science and Engineering: A. v. 338, n.1-2, p.259-270, 2002.

COJOCARU, C., TRZNADEL, G.Z. Response surface modeling and optimization of copper removal from aqua solutions using polymer assisted ultrafiltration. Journal of Membrane Science . v. 298, n. 1–2,, pp. 56-70. 2007

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. Introduction to Magnetic Materials. 2 ed., New Jersey, John Wiley & Sons, 2009.

CULLITY, B. D. **Elements of X-Ray Diffraction**. 2 ed. Addison Wesley Publishing Company, Massachusetts, 1978.

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. Elements of X-Ray Diffraction: Pearson New International Edition. 3. ed. [s.l.] Pearson, 2013.

DAS, A.; CHAKRABORTI, P.C.; TARAFDER, S.; BHADESHIA, K. D. H. Analysis of deformation induced martensitic transformation in stainless steels. Materials Science and technology. v.27, n.1, p. 366-370. 2011.

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

De ANTÔNIO, D. A. Soft Magnetic Ferritic Stainless Steels, Advanced Materials & Process. v. 161, p.29-32. 2003.

- DEL CASTILLO, E. (2007) - Process Optimization - A Statistical Approach, Springer, 1st ed., pp. 459.
- DELFORGE, D. Y. M., FERREIRA, I., DA SILVA, C. G. R., PARIS, E. A. G., MARCELO, A. L., NOVAES, R. H. Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material. Uma nova tecnologia para a reciclagem de metais? Revista Escola de Minas, v. 60, n.1, p:95-100, 2007.
- DEVOR, R. E.; CHANG, T.; SUTHERLAND, J. W. Statistical Quality Design and control- Contemporary concepts and methods. New Jersey, Prentice Hall, Inc. Cap. 15-20, pp.503-744, 1992.
- DIAS ANO, SILVA A, RODRIGUES CA, MELO MLNM, RODRIGUES G, SILVA G. Effect of High Energy Milling Time of the Aluminum Bronze Alloy Obtained by Powder Metallurgy with Niobium Carbide Addition. Materials Research. 20(3):747-754.2017.
- DIAS, A. N. O. ; OLIVEIRA, L. A. ; MENDONÇA, C. S. P. ; JUNQUEIRA, M. M. ; MELO, M. L. N. M. ; SILVA, G. . Comparative analysis of niobium and vanadium carbide efficiency in the high energy mechanical milling of aluminum bronze alloy. REM - International Engineering Journal, v. 71, p. 59-65, 2018
- DOBRZÁNSKI, L.A.; BRYTAN, L. A. ACTIS GRANDE., Z. M.; ROSSO, M. Corrosion resistance of sintered duplex stainless steels in the salt fog spray test. Journal of Materials Processing Technology. V. 192–193, p. 443–448. 2007.
- FAN, Y; ZHANG, L.;VOLSKI, V; VANDENBOSCH, G.A.E; BLANPAIN, B; GUO, M. Utilization of Stainless-steel Furnace Dust as an Admixture for Synthesis of Cement-based Electromagnetic Interference Shielding Composites. Scientific Reports, v. 7, n. 1, p. 15368, 2017.
- FARGAS, G; AKDUT, N.; ANGLADA, M.; MATEO, A. Microstructural Evolution during industrial Rolling of a duplex stainless steel. ISIJ International, v.48. n.11.p.1596-1602, 2008.
- FRÉCHARD, S.; MARTIN, F.; CLÉMENT, C.; COUSTY, J. AFM and EBSD combined studies of plastic deformation in a duplex stainless steel. Materials Science and Engineering: A. v. 418.n.1-2. p 312-319. 2006.
- GALDÁMEZ, E. V. C. (2002) - Aplicação das Técnicas de Planejamento e Análise de Experimentos na Melhoria da Qualidade de um Processo de Fabricação de Produtos

Plásticos. Dissertação (Mestrado) – E.E. São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, 133 pgs.

- GANGULI, R. Optimum Design of a Helicopter Rotor for Low Vibration using Aeroelastic analysis and response surface methods. *Journal of Sound and Vibration*. v. 258, n. 2, pp. 327-344.2002.
- GARCÍA, C., MARTIN, F., BLANCO, Y. Effect of sintering cooling rate on corrosion resistance of powder metallurgy austenitic, ferritic and duplex stainless sintered in nitrogen. *Corrosion Science*. v.61, p.45-52, 2012.
- GERMAN, R. M. Sintering Theory and Practice -. 1. ed. New York: Wiley-Interscience, 1996.
- GHADIRI, M., et al. 1991. Particle characterization size and morfology. The Institute of Metals Series on Powder Metallurgy - An Overview. London : s.n., 1991. pp. 56-75.
- GHOSH, S. K.; MAHAT, D.; ROYCHAUDHURI, R.; MONDAL, R. Effect of rolling deformation and solution treatment on microstructure and mechanical properties of a cast duplex stainless steel. *Bulletin of Materials Science*. v. 35. n. 5. p 839-846.2012.
- GILMAN, P. S.; BENJAMIN, J. S. Mechanical Alloying. *Annual Review of materials science*. p. 279–300, 1983.
- GIRALDO, C. P. S. Avaliação de Juntas soldadas de Aço Através do Ruído Magnético de Barkhausen. Tese de Doutorado-Universidade Federal de São Paulo, São Paulo, 2007.
- Gomes, J. H. F.** Método dos polinômios canônicos de misturas para otimização multi-objetivo. Tese de doutorado. Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2013.
- GONTIJO, F. R. M. Investigação das Propriedades Elétricas e Magnéticas no composto BaNbXFe₂-XO₄. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2007.
- GOTTIPATI, R. SUSMITA MISHRA, S. Process optimization of adsorption of Cr (VI) on activated carbons prepared from plant precursors by a two-level full factorial design. *Chemical Engineering Journal*. v. 160, n. 1, pp. 99–107, 2010.
- GRONOSTAJSKI, J.; CHMURA, W.; GRONOSTAJSKI, Z. Phases created during diffusion bonding of aluminum and aluminum bronze chips. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. v. 19, n. 1, 2006.
- GUBERNAT, A., ZYCH, L. The isothermal sintering of the single-phase non-stoichiometric niobium carbide (NbC_{1-x}) and tantalum carbide (TaC_{1-x}). *Journal of the European Ceramic Society*, v. 34, p. 2885-2894, 2014.
- GUNN, R. N. Duplex stainless steels- Microstructures, properties and applications. Woodhead publishing, Cambridge, 2003.
- HERRERA, C., PONGE, D., RAABE, D. Design of a novel Mn-based 1 GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability. **Acta Materialia**. v.59. p.4653–4664.2011.

- HEWITT, S. A.; LAOUI, T.; KIBBLE, K. K. Effect of milling temperature on the synthesis and consolidation of nanocomposite WC–10Co powders. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 27, n. 1, p. 66–73, 2009.
- J. S. BENJAMIN, T. E. VOLIN. The Mechanism of mechanical Alloying. *Metallurgical Transactions*. V. 5, 1929-1934-1974.
- JANG, S.H; KIM, S.T.; LEE, I.S.; PARK, Y.S. Effect of Shielding Gas Composition on Phase Transformation and Mechanism of pitting Corrosion of Hyper Duplex Stainless steel welds. *Materials Transactions*, v. 52.n. 6. p. 1228-1236.2011.
- JEON, S.H; KIM, S.T; LEE, I.S; KIM, J.S; KIM, K.T; PARK, Y.S. Effects of Cu on the precipitation of intermetallic compounds and the intergranular corrosion of hyper duplex stainless steels. *Corrosion Science*. v.66. p.217-224. 2013.
- JOHANSSON, J., ODÉN, M. Load sharing between austenite and ferrite in a duplex stainless steel during cyclic loading. ***Metallurgical and Materials Transactions A***. 31(6): 1557-1570.2000.
- KIM, S.T, JANG, S.H, LEE, I.S. PARK, Y.S. Effects of solution heat-treatment and nitrogen in shielding gas on the resistance to pitting corrosion of hyper duplex stainless steel welds. *Corrosion Science*. v.55. p.1939-1947.2011.
- KLAR, E, SAMAL, P. K. Powder Metallurgy Stainless Steels: Processing, Microstructures, and Properties. ASM International, 2007 - 243 p.
- KOSOLAPOVA, T. Y. Carbides properties, production and applications. New York: Springer Publishing, 1971. 316p.
- KUFFNER, B.H.B, DIOGO, W. S, AMANCIO, D. A., RODRIGUES, G., SILVA, G. Evaluation of the milling efficiency increase of AISI 52100 steel using niobium carbide addition through high energy ball milling. *Rem: Rev. Esc. Minas* vol.68 n.3, 2015.
- KURGAN, N, VAROL, R. Mechanical properties of P/M 316L stainless steel materials. *Powder Technology*. 2010;201(3):242-247.
- LACERDA, J.C.; CÂNDIDO, L.C.; GODEFROID, L.B. Effect of volume fraction of phases and precipitates on the mechanical behavior of UNS S31803 duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue* 74 (2015) 81–87.
- LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*. John Willey & Sons, 2005.
- LOPES, J. T. B. Influência da Presença das Fases Frágeis e da Temperatura nas Propriedades de Propagação de Trinca por Fadiga do aço inoxidável Duplex UNS S31803. Tese de doutorado-Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.
- MADEJ, M. Phase reactions during sintering of M3/2 based composites with WC additions - *Archives of Metallurgy and Materials*, 2013.

- MAGNABOSCO, R. Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205). Tese de Doutorado – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.
- MAURICE, D.; COURTNEY, T. H. Modeling of mechanical alloying: Part. III. Applications of computational programs. *Metallurgical Materials Transactions.*, 26A, p. 2437-44, 1995.
- MENDONÇA, C.S.P; SILVA, M.R.; OLIVEIRA, V.D. Deformação e envelhecimento de um aço inoxidável dúplex. 1° Ed. Saarbrücken- Deutschland: Novas edições Acadêmicas-OmniScriptum Gmbh & Co., 2016. V.01. 92 p.
- MENDONÇA, C.S.P., OLIVEIRA, A. F. OLIVEIRA, L.A.; MANOEL RIBEIRO DA SILVA, M. R.; MELO, M.L.N.M, SILVA, G. Structural and Magnetic Properties of Duplex Stainless steel (UNS S31803) Powders Obtained by high Energy Milling of Chips with Additions of NbC. *Materials Research. n. AHEAD*, p. 0-0, 2017.
- MENDONÇA, C. S. P.; DIAS, A. N. O; MELO, M. L. N. M. RIBEIRO, V. A. S.; DA SILVA, M. R; OLIVEIRA, A. F.; SILVA, G. Evaluation of high-energy milling efficiency in stainless steel with addition of vanadium carbide. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. v. 95, 5–8, pp 3093–3099. 2018.*
- MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZKA, J. MAGNETIC INVESTIGATION OF THE EFFECT OF A'-MARTENSITIC ON THE PROPERTIES OF AUSTENITIC STAINLESS STEEL. *JOURNAL OF MATERIALS TECHNOLOGY. V.161.P. 162-168. 2005.*
- MICHALSKA, J, SOZAŃSKA, M. Qualitative and quantitative analysis of σ and χ phases in 2205 duplex stainless steel. *Materials Characterization.V.56, p.355–362, 2006.*
- MOMENI, A; DEGHANI, K; ZHANG, X. X. Mechanical and microstructural analysis of 2205 duplex stainless steel under hot working condition. *Journal of Materials Science. v, 47, p.2966–2974, 2012.*
- MONTGOMERY, D. C. *Design and Analysis of Experiments. 7 ed. New York: John Wiley & Sons, 2009, 665 p.*
- MOUMENI, H. NEMAMCHA, A. ALLEG, S. GRENÈCHE, J. M. Hyperfine interactions and structural features of Fe-44Co-6Mo (wt.%) nanostructured powders. *Materials Chemistry and Physics, v. 138, p. 209–214, 2013.*
- MURTY, B. S.; RANGANATHAN, S. Novel materials synthesis by mechanical alloying/milling. *International Materials Reviews. v. 43, n. 3, p.101-141, 1998*
- MYERS, R.H., MONTGOMERY, D.C., COOK, C.M.A. *Response surface methodology: Process and product optimization using designed experiments, 3° ed. John Willey & Sons, 2009, 680p.*

- NOMANI, J., PRAMANIK, A., HILDITCH, T., LITTLEFAIR, G. Machinability study of first generation duplex (2205), second generation duplex (2507) and austenite stainless steel during drilling process. *Wear*.v.304, n.1-2, pp.20-28, 2013.
- NOWOSIELSKI, R.; PILARCZYK, W. Structure and properties of Fe-6.67%C alloy obtained by mechanical alloying. **Journal of Materials Processing Technology**, Vol.162, p. 373-378, 2005
- PADILHA, A. F. *Materiais de engenharia microestrutura e propriedades*. 1. ed. Curitiba: 139 Hemus S.A., 2000.
- PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L. Chapter 3: Phase transformation and microstructure. In: Iris Alvarez-Armas; Suzanne Degallaix-Moreuil. (Org.). *Duplex Stainless Steels*. London: ISTE Ltda. and John Wiley & Sons, p.115-139, 2009.
- PARDAL, J. M. Efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, magnéticas e na resistência a corrosão de aços inoxidáveis superdúplex. Tese de Doutorado – Universidade Federal Fluminense, Niteroi, 2009.
- PALANIKUMAR, K. DAVIM, J. P. Assessment of some factors influencing tool wear on the machining of glass fibre-reinforced plastics by coated cemented carbide tools, *Journal of Materials Processing Technology* 209 (1) (2009).
- PLAUT, R. L. HERRERA, C. ESCRIBA., D. M., RIOS, P. R., PADILHA, A. F. A. Short Review on Wrought Austenitic Stainless Steels at High Temperatures: Processing, Microstructure, Properties and Performance. *Materials Research*, V. 10, N. 4, p.453-460, 2007.
- POÇO, J. G. R.; GUARDANI, R.; SHIMMIA, C.S.; GIULIETTIA, M. Production of Metallic Copper Powder by Autocatalytic Reaction in Suspension. *Materials Research*, Vol9, No. 2, 131-135, 2006.
- POHL, M.; STORZ, O.; GLOGOWSKI, T. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. *Materials Characterization*, v. 58, p. 65–71, 2007.
- RAHMAN, M. N. *Ceramic processing and sintering*. 2 ed. New York: CRC Press, 2003.
- RAHMANIFARD, R.; FARHANGI, H. NOVINROOZ, A.J. Optimization of mechanical alloying parameters in 12YWT ferritic steel nanocomposite, *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2010) 6853–6857.
- RAN, Q., XU, Y., LI, J., WAN, J., XIAO, X., YU, H., JIANG, L., Effect of heat treatment on transformation-induced plasticity of economical Cr19 duplex stainless steel. **Materials and Design**. v.56.p. 959–965.2014.
- RAYNOR, G. V. RIVLIN, V. G. **Phase equilibria in iron ternary alloys**. The Institute of Metals, London, 1985 p. 316-32.

- SAEID, T.; ABDOLLAH-ZADEH, A.; ASSADI, H.; MALEK GHAINI, F. Effect of friction stir welding speed on the microstructure and mechanical properties of a duplex stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*496(1–2) (2008)262–268..
- SEDRICKS, A. J. Corrosion of stainless steel. John Willey & Sons Inc, EUA, 2° ed, p. 47-53. 1996.
- SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E. Estudo Comparativo entre os Aços Inoxidáveis Dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L. *Revista Escola de Minas, Ouro Preto*, v.60, n.1 p.175-181, 2007.
- SHASHANKA, R., CHAIRA, R. D. Development of nano-structured duplex and ferritic stainless steels by pulverisette planetary milling followed by pressureless sintering. *Materials Characterization*. V. 99, p.220-229. 2015.
- SHASHANKA, R. D. CHAIRA, D. Optimization of milling parameters for the synthesis of nano-structured duplex and ferritic stainless steel powders by high energy planetary milling, *Powder Technology* 278 (2015) 35 – 45.
- SIEURIN, H., SANDSTRÖM, R. Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205, *Materials Science and Engineering A*, 444, p.271–276, 2007.
- SILVA, A. L. V. C.; MEI, P. R. Aços e ligas especiais, Editora Edgard Blucher, São Paulo, 2006.
- SIMON L, MORAES CAM, MODOLO RCE, VARGAS M, CALHEIRO D, BREHM F. Recycling of contaminated metallic chip based on eco-efficiency and eco-effectiveness approaches. *Journal of cleaner production*, v. 153, p. 417-424, 2017.
- SPALDIN, N. A. *Magnetic Materials Fundamentals and Device Applications*. Cambridge University Press, Cambridge, 2003.
- SIVASANKARAN, S. et al. X-ray peak broadening analysis of AA 6061100– x– x wt.% Al₂O₃ nanocomposite prepared by mechanical alloying. *Materials Characterization*, v. 62, n. 7, p. 661-672, 2011.
- SOLOMON, H. D. DEVINE Jr., T. M. **Duplex stainless steels – a tale of two phases**. In: *Duplex stainless steels – conference proceedings*. ASM Metals Park Ohio 1982 p. 693-756.

- SPENCER, K.; VÉRON, M.; YU-ZHANG, K.; EMBURY, J. D. The strain induced martensite transformation in austenitic stainless steels. Part 1- Influence of temperature and strain history. *Materials Science and Technology*. v.25, n.1, p.7-17. 2009.
- SUBRAMANIAN, C.; STRATFORD, K.N; WILKS, T.P.; WARD L.P. On the design of coating systems: Metallurgical and other considerations .*Journal of Materials Processing Technology*. v. 56, n. 1–4, pp. 385-397. 1996.
- SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Material Science*, v. 46, p. 1-184, 2001.
- TALONEM, J.; HÄNNINEN, H. Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels. *Acta Materialia*. v.55, n.18, p 6108-6118, 2007.
- TANŃSKI, T.; LABISZ, K.; BRYTAN, Z.; Fatigue behavior of sintered duplex stainless steel. *Procedia Engineering*. V.74, p.421 – 428. 2014.
- TAVARES, S. S. M., PARDAL, J. M, SILVA, M. R., OLIVEIRA, C. A. S. Martensitic Transformation Induced by cold Deformation of lean Duplex Stainless Steel Uns S32034. *Materials Research*.v.17, n.2, pp.381-385, 2014.
- TAVARES, S.S.M., FRUCHART, D.; MIRAGLIA, S. A magnetic study of the reversion of martensite α' in a 304 stainless steel. *Journal of Alloys and Compounds*. v.307, n. 1-2, p. 311-317, 2000.
- TAVARES, S.S.M., SOUZA, J.A. HERCULANO, L.F.G. ABREU, H.F.G. SOUZA, C.M. Microstructural, magnetic and mechanical property changes in an AISI 444 stainless steel aged in the 560 °C to 800 °C range. *Materials Characterization*. v. 59, n. 2, pp. 112–116, 2008.
- TAVARES, S.S.M., SILVA, M.R., PARDAL, J.M., ABREU, H.F.H., GOMES, A.M. Microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS S31803 duplex stainless steel. *Journal of Materials technology*, 180, 2006.318-322.
- TOPOLSKA, S., ŁABANOWSKI, J. Effect of microstructure on impact toughness of duplex and superduplex stainless steels. *Journal of Achievements in materials and Manufacturing Engineering*.v.36, n. 2, pp. 142-149, 2009.
- TRUEMAN, A. R., SCHWEINSBERG, D.P., HOPE, G.A. A study of the effect of cobalt additions on the corrosion of tungsten carbide/carbon steel metal matrix composites. *Corrosion Science*, v. 41, n. 7, p. 1377-1389, 1999.
- ÜNAL, R. The influence of the pressure formation at the tip of the melt delivery tube on tin powder size and gas/melt ratio in gas atomization method. *Journal of Materials Processing Technology*, Volume 180, Issues 1–3, 1 December 2006, Pages 291-295.
- YANG, Y.H., YAN, B. WANG, J. "The influence of solution treatment temperature on microstructure and corrosion behavior of high temperature ageing in 25% Cr duplex stainless steel", *Journal of Alloys and Compounds*, v. 509, n.36, pp. 8870– 8879, 2011.

YONEKUBO, A. E. Caracterização Microestrutural do aço inoxidável Superduplex UNS S32520 (UR 52N*) processado por moagem de alta energia. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Ponta Grossa- Ponta Grossa, 2010.

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

8. ANEXOS

Tamanho de partículas- Planejamento de experimentos:

Aço duplex



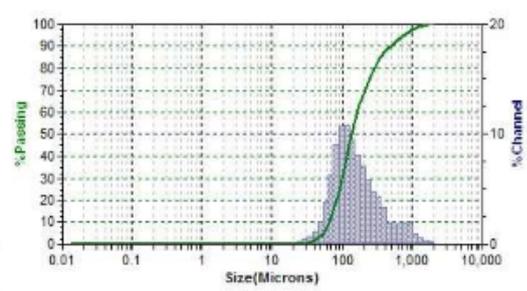
10.6.2

Aço duplex - 20h

12/17/2015 14:14
DB Rec: 1187

**Bluewave
S5822**

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Date	Value	Size (um)	%Tile	%Tile	Size (um)	Dis(um)	Vol%	Width
MV(um)	218.7			10.00	86.34	134.8	100.0	268.40
MN(um)	68.47			20.00	82.26			
MA(um)	118.4			30.00	87.41			
CB	5.00E-02			40.00	114.0			
8D	128.2			50.00	134.8			
Mz	181.7			60.00	164.1			
mc	170.8			70.00	208.3			
Sk1	0.868			80.00	288.7			
Kg	1.889			90.00	473.3			
				95.00	754.0			



Aço duplex - 20h

Warnings: NONE

SOP Name: AÇO INOX DUPLEX(*)

Distribution	Volume	Run Time	30 Sec	Fluid	CURRENT CARRIER	
Progression	Standard	Run	Ang of 2	Fluid Ref Index	1.333	Loading Factor: 0.1368
Up Edge(um)	2688	Particle	CURRENT PARTICLE	Above Residual	8	Trans. L+L2: 8830:887
Low Edge(um)	0.0107	Transparency	Reflecting	Below Residual	8	RMS Residual: 0.507%
Residuals	Disabled	Part. Ref. Index	NA			Flow: 65 %
#Channels	76	Particle Shape	Irregular	Cell ID	0204	Ultronic Power: NA
Analytic Mode	BLUWAVE	Multi Run Delay	0 Min.			Ultronic Time: NA
Filter	Disabled	DB Record	1107	Recalc Status	Original	Serial Number: 25082
Analytic Gain	Default(2)	Database	C:\Program Files (x86)\Microtrac\FLUX-10.6.2\Database\MTDatabase.mdb			

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.20	100.00	6.50	0.00	0.00
1874	0.35	99.80	4.82	0.00	0.00
1408	0.58	99.46	3.98	0.00	0.00
1184	0.88	98.87	3.27	0.00	0.00
886.6	1.78	87.88	2.760	0.00	0.00
837.1	1.98	86.20	2.512	0.00	0.00
708.8	1.87	84.22	1.944	0.00	0.00
581.8	1.84	82.85	1.835	0.00	0.00
487.3	1.98	80.51	1.575	0.00	0.00
418.8	3.33	88.65	1.168	0.00	0.00
362.0	4.37	86.22	0.872	0.00	0.00
288.0	4.55	80.85	0.817	0.00	0.00
248.8	6.81	78.00	0.887	0.00	0.00
208.3	7.04	70.18	0.678	0.00	0.00
178.0	8.14	62.16	0.488	0.00	0.00
148.0	8.80	55.01	0.408	0.00	0.00
124.4	10.84	45.41	0.344	0.00	0.00
104.8	10.78	34.67	0.288	0.00	0.00
87.98	8.00	23.78	0.248	0.00	0.00
73.88	8.28	14.78	0.204	0.00	0.00
62.22	3.78	8.48	0.172	0.00	0.00
52.32	2.11	4.71	0.146	0.00	0.00
44.00	1.20	2.80	0.122	0.00	0.00
37.00	0.72	1.40	0.102	0.00	0.00
31.11	0.47	0.88	0.088	0.00	0.00
28.18	0.21	0.21	0.072	0.00	0.00
22.00	0.00	0.00	0.081	0.00	0.00
18.50	0.00	0.00	0.061	0.00	0.00
16.56	0.00	0.00	0.048	0.00	0.00
13.08	0.00	0.00	0.038	0.00	0.00
11.00	0.00	0.00	0.030	0.00	0.00
8.25	0.00	0.00	0.026	0.00	0.00
7.73	0.00	0.00	0.021	0.00	0.00
6.54	0.00	0.00	0.018	0.00	0.00

Aço duplex + NbC



Aço duplex + NbC - 20h

12/17/2015 14:35
DB Rec: 1191

Bluewave
S5822

Summary

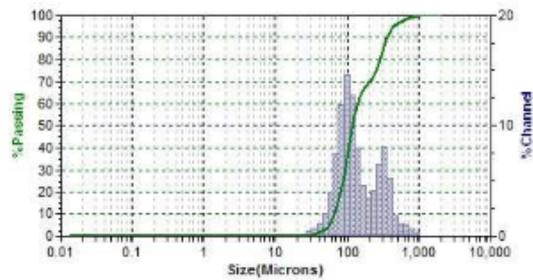
Data	Value
MV(um)	176.8
MN(um)	84.81
MA(um)	112.8
E:30E	
C8:	02
SD:	118.9
Mz:	187.6
cn:	116.0
sk1:	0.880
Kg:	0.816

Size %

Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
		10.00	85.67
		20.00	78.48
		30.00	90.74
		40.00	102.1
		50.00	116.8
		60.00	137.6
		70.00	200.9
		80.00	288.1
		90.00	366.7
		95.00	421.8

Peak Summary

Di(um)	Vol%	Width
310.4	32.8	188.80
84.82	87.4	81.41



Aço duplex + NbC - 20h

Warnings: NONE

SOP Name: **AÇO INOX DUPLEX(*)**

Distribution:	Volume	Run Time:	26 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Program:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1.322	Loading Factor:	0.1101
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1/L2:	0.880-0.883
Low Edge(um):	0.0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	0.702%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	NA			Flow:	62%
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Ultronic Power:	NA
Analysis Mode:	DLUDWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Ultronic Time:	NA
Filter:	Disabled	DB Record:	1191	Recalc Status:	Original	Serial Number:	55022
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLUX 10.6.2\Database\MTDDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.00	100.00	6.50	0.00	0.00
1874	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.88	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
986.6	0.08	100.00	2.760	0.00	0.00
837.1	0.71	99.84	2.312	0.00	0.00
703.9	1.07	98.83	1.844	0.00	0.00
581.9	1.12	87.38	1.635	0.00	0.00
487.8	1.85	88.74	1.375	0.00	0.00
418.8	6.29	84.38	1.168	0.00	0.00
362.0	8.14	88.80	0.872	0.00	0.00
298.0	6.65	81.48	0.817	0.00	0.00
248.9	4.11	74.81	0.887	0.00	0.00
208.3	3.58	70.80	0.678	0.00	0.00
178.0	4.63	67.42	0.498	0.00	0.00
148.0	7.88	62.38	0.408	0.00	0.00
124.4	12.79	64.81	0.344	0.00	0.00
104.6	14.83	42.12	0.2880	0.00	0.00
87.88	11.81	27.48	0.2430	0.00	0.00
73.88	7.41	15.63	0.2040	0.00	0.00
62.22	3.88	8.17	0.1720	0.00	0.00
52.22	2.05	4.19	0.1460	0.00	0.00
44.00	1.10	2.14	0.1220	0.00	0.00
37.00	0.84	1.04	0.1020	0.00	0.00
31.11	0.40	0.40	0.0880	0.00	0.00
28.18	0.00	0.00	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.00	0.00	0.0610	0.00	0.00
18.60	0.00	0.00	0.0610	0.00	0.00
16.66	0.00	0.00	0.0480	0.00	0.00
13.08	0.00	0.00	0.0380	0.00	0.00
11.00	0.00	0.00	0.0300	0.00	0.00
8.26	0.00	0.00	0.02660	0.00	0.00
7.78	0.00	0.00	0.02160	0.00	0.00
6.64	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

inox



amostra NbC

04/15/2016 10:55
DB Rec: 1838

Bluewave
S5822

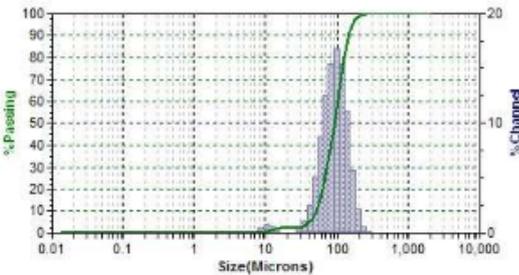
Summary

Data	Value
MV(um):	60.91
MN(um):	18.28
MA(um):	72.08
C.E:	3.90E-02
SD:	38.48
Mz:	82.81
ax:	38.82
Sk:	0.1802
Hq:	0.998

Size %		%Tile	
Size(um)	%Tile	Size(um)	%Tile
10.00	60.41	10.00	60.41
20.00	82.08	20.00	82.08
30.00	71.68	30.00	71.68
40.00	80.80	40.00	80.80
60.00	88.78	60.00	88.78
80.00	89.48	80.00	89.48
70.00	110.6	70.00	110.6
80.00	124.0	80.00	124.0
90.00	144.2	90.00	144.2
95.00	182.2	95.00	182.2

Peak Summary

Dis(um)	Vol%	Width
80.70	98.0	71.78
10.41	2.0	3.39



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO DUPLEX COM CARBETO (*)

Distribution:	Volume	Run Time:	26 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Ang of 3	Fluid Ref Index:	1.333	Loading Factor:	0.8287
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1(L2):	0.970:0.990
Low Edge(um):	0.0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	1.187%
Residuals:	Disabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Ultronic Power:	NA
Analysis Mode:	DLUDWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Ultronic Time:	NA
Filter:	Disabled	DD Record:	1030	Recalc Status:	Original	Serial Number:	52022
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLUX 10.6.2\database\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.00	100.00	6.50	0.00	0.00
1874	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.39	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
895.5	0.00	100.00	2.750	0.00	0.00
837.1	0.00	100.00	2.512	0.00	0.00
703.8	0.00	100.00	1.844	0.00	0.00
681.8	0.00	100.00	1.835	0.00	0.00
487.3	0.00	100.00	1.375	0.00	0.00
418.8	0.00	100.00	1.168	0.00	0.00
352.0	0.00	100.00	0.872	0.00	0.00
288.0	0.12	100.00	0.817	0.00	0.00
248.8	0.80	89.88	0.887	0.00	0.00
208.3	2.13	88.28	0.878	0.00	0.00
178.0	5.78	87.15	0.488	0.00	0.00
148.0	11.10	81.38	0.408	0.00	0.00
124.4	15.38	80.28	0.344	0.00	0.00
104.6	18.78	84.80	0.2880	0.00	0.00
87.88	15.44	48.11	0.2430	0.00	0.00
73.88	12.63	32.87	0.2040	0.00	0.00
62.22	8.78	20.14	0.1720	0.00	0.00
52.32	5.08	11.38	0.1450	0.00	0.00
44.00	2.63	8.27	0.1220	0.00	0.00
37.00	1.18	3.74	0.1020	0.00	0.00
31.11	0.68	2.68	0.0880	0.00	0.00
28.18	0.00	2.00	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.00	2.00	0.0610	0.00	0.00
18.60	0.00	2.00	0.0610	0.00	0.00
16.66	0.13	2.00	0.0430	0.00	0.00
13.08	0.82	1.87	0.0380	0.00	0.00
11.00	0.77	1.25	0.0300	0.00	0.00
9.26	0.43	0.48	0.02650	0.00	0.00
7.78	0.00	0.00	0.02150	0.00	0.00
6.54	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

inox



amostra TiC

04/15/2016 10:50
DB Rec: 1834

Bluewave
S5822

Summary

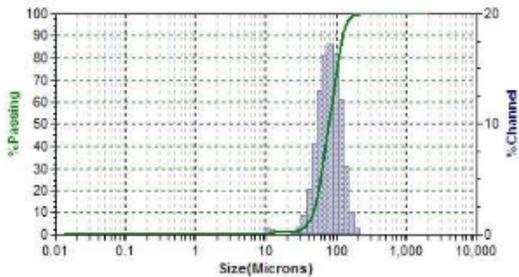
Data	Value
MV(um)	31.28
MN(um)	22.82
MA(um)	67.32
CS	8.90E-02
SD	29.82
Mz	30.43
ox	29.45
sk	0.1771
Hg	0.871

Size %

Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
10.00	46.46		
20.00	66.48		
30.00	82.33		
40.00	70.08		
60.00	77.59		
80.00	85.74		
70.00	84.38		
80.00	106.9		
80.00	122.0		
85.00	138.1		

Peak Summary

Di(um)	Vo%	Width
78.04	88.9	68.72
10.81	1.1	2.86



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO DUPLEX COM CARBETO ()**

Distribution:	Volume	Run Time:	36 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Rate:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1.222	Loading Factor:	0.8712
Up Edge(um):	2668	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1(L2):	0.94(0.885)
Low Edge(um):	0.0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	1.552%
Residuals:	Disabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	65 %
#Channels:	76	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Ultronic Power:	N/A
Analysis Mode:	DUODWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Ultronic Time:	N/A
Filter:	Disabled	DG Record:	1034	Recalc Status:	Original	Serial Number:	25202
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrak\FLDI-10.6.2\Database\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.00	100.00	6.50	0.00	0.00
1874	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.89	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
886.6	0.00	100.00	2.760	0.00	0.00
837.1	0.00	100.00	2.312	0.00	0.00
703.9	0.00	100.00	1.844	0.00	0.00
681.9	0.00	100.00	1.825	0.00	0.00
487.3	0.00	100.00	1.375	0.00	0.00
418.8	0.00	100.00	1.158	0.00	0.00
352.0	0.00	100.00	0.872	0.00	0.00
296.0	0.00	100.00	0.817	0.00	0.00
248.9	0.00	100.00	0.887	0.00	0.00
208.3	0.63	100.00	0.678	0.00	0.00
176.0	2.03	98.42	0.488	0.00	0.00
148.0	8.18	87.24	0.408	0.00	0.00
124.4	12.19	81.18	0.344	0.00	0.00
104.6	18.33	73.99	0.2890	0.00	0.00
87.89	17.31	62.81	0.2480	0.00	0.00
73.99	18.22	45.30	0.2040	0.00	0.00
62.22	12.88	28.08	0.1720	0.00	0.00
62.32	3.19	18.10	0.1460	0.00	0.00
44.00	4.08	7.81	0.1220	0.00	0.00
37.00	1.74	3.85	0.1020	0.00	0.00
31.11	0.73	2.11	0.0880	0.00	0.00
26.18	0.24	1.38	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.00	1.14	0.0610	0.00	0.00
18.60	0.00	1.14	0.0610	0.00	0.00
16.56	0.00	1.14	0.0490	0.00	0.00
13.08	0.45	1.14	0.0380	0.00	0.00
11.00	0.63	0.88	0.0300	0.00	0.00
8.25	0.18	0.18	0.02650	0.00	0.00
7.73	0.00	0.00	0.02150	0.00	0.00
6.64	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

Aço Duplex



1 exp duplex

10.6.2

02/19/2016 15:12
DB Rec: 1424

Bluewave
S5822

Summary

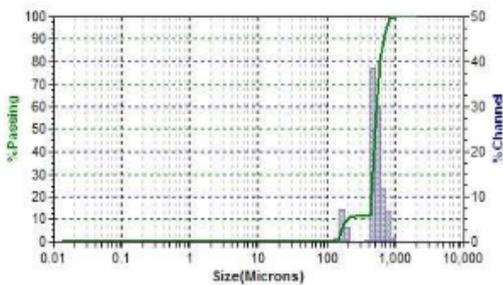
Data	Value
MV(um)	486.7
MIN(um)	236.7
MA(um)	422.4
Cs	1.42E-02
SD	81.80
Mz	614.3
cn	133.8
Sk1	0.0800
Fq	2.002

Size %

Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
	10.00	191.4	
	20.00	440.3	
	30.00	459.3	
	40.00	478.3	
	60.00	487.3	
	80.00	622.0	
	70.00	661.6	
	80.00	680.2	
	80.00	872.0	
	86.00	744.3	

Peak Summary

Di(um)	Vol%	Width
511.2	88.3	177.60
188.4	11.2	33.14



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO DUPLEX COM CARBETO (*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Field:	AL 7075 COM CARBETO
Projection:	Standard	Run:	Avg of 3	Field Ref Index:	1.003
Up Edge(um):	3000	Particle:	DARTOTINA JIRC SOLA	Above Residual:	0
Low Edge(um):	0.0107	Transparency:	Transparent	Below Residual:	0
Residuals:	Disabled	Part. Ref. Index:	1.58	RMC Residual:	1.002%
#Channels:	70	Particle Shape:	Spherical	Call ID:	0064
Analyte Mode:	DLUDWVC	Multi Run Delay:	0 Min.	Uronic Power:	NA
Filter:	Disabled	DB Record:	104	Recalc Status:	Original
Analyte Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microscop FLUX 10.6.2\Database\ITDatabase.mdb	Serial Number:	25002

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.00	100.00	6.60	0.00	0.00
1674	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.88	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
986.6	0.78	100.00	2.760	0.00	0.00
837.1	6.87	99.24	2.312	0.00	0.00
703.9	11.88	92.27	1.844	0.00	0.00
591.9	30.38	80.38	1.636	0.00	0.00
497.8	38.82	60.00	1.376	0.00	0.00
418.6	0.20	11.88	1.168	0.00	0.00
362.0	0.00	11.18	0.972	0.00	0.00
296.0	0.00	11.18	0.817	0.00	0.00
248.9	0.11	11.18	0.687	0.00	0.00
209.3	3.08	11.07	0.678	0.00	0.00
176.0	7.24	7.88	0.488	0.00	0.00
148.0	0.74	0.74	0.409	0.00	0.00
124.4	0.00	0.00	0.344	0.00	0.00
104.8	0.00	0.00	0.2890	0.00	0.00
87.99	0.00	0.00	0.2450	0.00	0.00
73.99	0.00	0.00	0.2040	0.00	0.00
62.22	0.00	0.00	0.1720	0.00	0.00
52.32	0.00	0.00	0.1460	0.00	0.00
44.00	0.00	0.00	0.1220	0.00	0.00
37.00	0.00	0.00	0.1020	0.00	0.00
31.11	0.00	0.00	0.0880	0.00	0.00
26.18	0.00	0.00	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.00	0.00	0.0610	0.00	0.00
18.60	0.00	0.00	0.0610	0.00	0.00
16.66	0.00	0.00	0.0490	0.00	0.00
13.08	0.00	0.00	0.0380	0.00	0.00
11.00	0.00	0.00	0.0300	0.00	0.00
8.26	0.00	0.00	0.02660	0.00	0.00
7.78	0.00	0.00	0.02160	0.00	0.00
6.64	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

Aço Duplex



3 exp duplex

11/12/2015 14:08
DB Rec: 1096

**Bluewave
S5822**

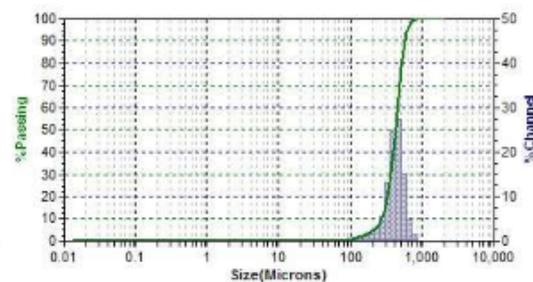
10.6.2

Summary

Data	Value	Size (um)	%Tile	%Tile	Size (um)
MV(um)	416.8			10.00	273.8
MN(um)	221.0			20.00	328.6
MA(um)	370.1			30.00	383.2
C 8	1.825			40.00	390.3
02				50.00	416.9
80	106.4			60.00	441.7
				70.00	488.8
Mz	416.7			80.00	504.3
ms	113.6			90.00	558.6
8k1	0.01014			95.00	610.3
Kg	1.184				

Peak Summary

Dis(um)	Vol%	Width
416.8	100.0	210.70



CONDIÇÃO 3 - 15

Warnings: NONE

SOP Name: AÇO DUPLEX COM CARBETO (*)

Distribution:	Volume	Run Time:	20 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Preparation:	Standard	Run#:	Ang of 3	Fluid Ref Index:	1.330	Loading Factor:	0.2181
Up Edge(um)	3000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. Lvl:	0.010.000
Low Edge(um)	0.0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	1.102%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	68 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0004	Ultronic Power:	N/A
Analysis Mode:	DLUDWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Ultronic Time:	N/A
Filter:	Disabled	DB Record:	1096	Recalc Status:	Original	Serial Number:	22022
Analysis Path:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microscan FLDT 10.6.2\Database\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.00	100.00	6.60	0.00	0.00
1674	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.88	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
986.5	0.00	100.00	2.760	0.00	0.00
837.1	1.42	100.00	2.312	0.00	0.00
705.9	4.81	98.58	1.944	0.00	0.00
581.9	16.18	93.67	1.635	0.00	0.00
487.3	27.47	78.61	1.375	0.00	0.00
416.8	24.88	61.04	1.168	0.00	0.00
362.0	13.06	28.16	0.972	0.00	0.00
288.0	6.64	13.10	0.817	0.00	0.00
248.8	2.66	7.68	0.687	0.00	0.00
208.3	1.60	6.01	0.678	0.00	0.00
178.0	1.13	3.61	0.488	0.00	0.00
148.0	0.83	2.38	0.408	0.00	0.00
124.4	0.72	1.46	0.344	0.00	0.00
104.8	0.60	0.73	0.2880	0.00	0.00
87.88	0.23	0.23	0.2450	0.00	0.00
73.89	0.00	0.00	0.2040	0.00	0.00
62.22	0.00	0.00	0.1720	0.00	0.00
52.32	0.00	0.00	0.1450	0.00	0.00
44.00	0.00	0.00	0.1220	0.00	0.00
37.00	0.00	0.00	0.1020	0.00	0.00
31.11	0.00	0.00	0.0880	0.00	0.00
26.18	0.00	0.00	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.00	0.00	0.0610	0.00	0.00
18.50	0.00	0.00	0.0510	0.00	0.00
16.66	0.00	0.00	0.0480	0.00	0.00
13.08	0.00	0.00	0.0380	0.00	0.00
11.00	0.00	0.00	0.0300	0.00	0.00
9.26	0.00	0.00	0.02660	0.00	0.00
7.73	0.00	0.00	0.02160	0.00	0.00
6.64	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

Aço Duplex



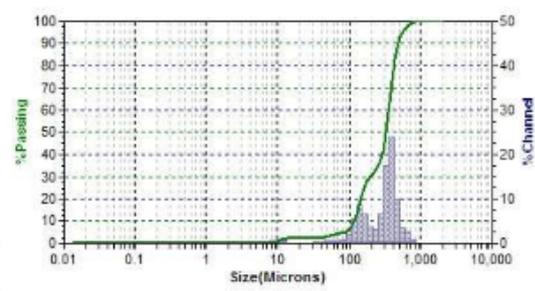
10.6.2

6 exp duplex

09/29/2015 17:09
DB Rec: 940

**Bluewave
S5822**

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	302.3	10.00		10.00	115.8	388.1	88.4	163.70
MN(um)	10.87	20.00		20.00	144.1	136.7	28.3	88.19
MA(um)	161.1	30.00		30.00	192.1	10.16	2.3	2.96
CB	4.00E-02	40.00		40.00	288.8			
SD	146.2	50.00		50.00	328.3			
		60.00		60.00	354.8			
Mz	294.4	70.00		70.00	378.8			
en	142.1	80.00		80.00	408.6			
Sk1	-0.19437	90.00		90.00	482.7			
Kg	0.811	95.00		95.00	542.2			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO DUPLEX COM CARBETO (*)

Distribution	Volume	Run Time	36 Sec	Fluid	CURRENT CARRIER		
Progression	Standard	Run#	Avg of 3	Fluid Ref Index	1.333	Loading Factor	0.027
Up Edge(um)	2000	Particle	CURRENT PARTICLE	Above Realizat	0	Trans. L1-L2	0.907-0.991
Low Edge(um)	0.0107	Transparency	Reflecting	Below Realizat	0	RMG Realizat	1.300%
Residuals	Disabled	Part. Ref. Index	N/A			Flow	00 %
#Channels	70	Particle shape	Irregular	Cell ID	0004	Ultronic Power	N/A
Analysis Mode	GLUCRHW	Multi Run Delay	0.99s			Ultronic Time	N/A
Filter	Disabled	DS Record	940	Recalc Status	Original	Serial Number	S0902
Analysis Gain	Default(2)	Database	C:\Program Files (x86)\Microtrak FLDI 10.6.2\Database\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.00	100.00	6.60	0.00	0.00
1874	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.89	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
896.6	0.13	100.00	2.760	0.00	0.00
837.1	0.89	99.87	2.312	0.00	0.00
708.9	2.49	98.88	1.944	0.00	0.00
691.9	3.48	98.38	1.886	0.00	0.00
497.8	8.84	92.88	1.376	0.00	0.00
418.8	24.04	82.98	1.168	0.00	0.00
382.0	17.66	68.96	0.972	0.00	0.00
298.0	8.63	41.40	0.817	0.00	0.00
248.9	3.23	34.87	0.687	0.00	0.00
209.3	3.89	31.69	0.678	0.00	0.00
178.0	8.67	27.80	0.488	0.00	0.00
148.0	8.82	21.33	0.409	0.00	0.00
124.4	6.36	12.71	0.344	0.00	0.00
104.8	2.04	7.38	0.2880	0.00	0.00
87.99	0.81	6.92	0.2480	0.00	0.00
73.99	0.68	4.61	0.2040	0.00	0.00
62.22	0.63	3.86	0.1720	0.00	0.00
62.92	0.60	3.42	0.1460	0.00	0.00
44.00	0.38	2.82	0.1220	0.00	0.00
37.00	0.26	2.63	0.1020	0.00	0.00
31.11	0.00	2.28	0.0880	0.00	0.00
28.18	0.00	2.28	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.00	2.28	0.0610	0.00	0.00
19.60	0.00	2.28	0.0610	0.00	0.00
16.66	0.00	2.28	0.0480	0.00	0.00
13.08	0.88	2.28	0.0360	0.00	0.00
11.00	0.89	1.80	0.0300	0.00	0.00
8.26	0.81	0.81	0.02660	0.00	0.00
7.78	0.00	0.00	0.02160	0.00	0.00
6.64	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

Aço Duplex



8 exp duplex

11/12/2015 14:40
DB Rec: 1104

Bluewave
S5822

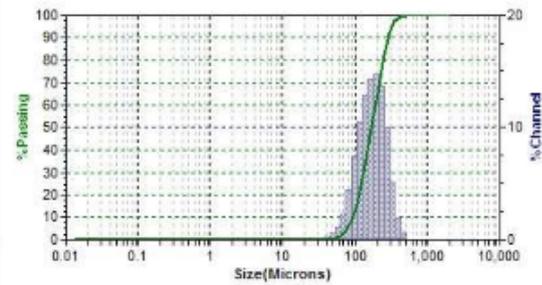
Summary

Data	Value
MV(um)	178.6
MN(um)	87.08
MA(um)	148.2
C&C	4.00E-02
SD	76.81
Mz	178.1
ca	74.66
Sk1	0.1898
Kq	0.948

Size %		%Tile	
Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
10.00	81.27	10.00	81.27
20.00	112.2	20.00	112.2
30.00	130.6	30.00	130.6
40.00	148.9	40.00	148.9
60.00	183.3	60.00	183.3
80.00	199.5	80.00	199.5
100.00	213.2	100.00	213.2
150.00	241.5	150.00	241.5
200.00	282.6	200.00	282.6
300.00	319.3	300.00	319.3

Peak Summary

Dis(um)	Vol%	Width
188.3	100.0	161.20



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO DUPLEX COM CARBETO (*)

Distribution:	Volume	Run Time:	36 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1.333	Loading Factor:	0.1128
Up Edge(um):	2008	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	8	Trans. L1/L2:	0.8820:0.888
Low Edge(um):	0.0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	8	RMS Residual:	0.0195
Residuals:	Disabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	66 %
#Channels:	76	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0004	Ultronic Power:	N/A
Analysis Mode:	DLUDWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Ultronic Time:	N/A
Filter:	Disabled	DG Record:	1104	Recalc Status:	Original	Serial Number:	25022
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrak\FLDK 10.6.2\Database\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.00	100.00	5.50	0.00	0.00
1874	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.89	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
886.5	0.00	100.00	2.750	0.00	0.00
837.1	0.00	100.00	2.812	0.00	0.00
703.9	0.00	100.00	1.844	0.00	0.00
681.8	0.00	100.00	1.835	0.00	0.00
487.8	0.83	100.00	1.375	0.00	0.00
418.8	1.84	98.37	1.168	0.00	0.00
362.0	5.18	97.43	0.972	0.00	0.00
298.0	10.04	92.26	0.817	0.00	0.00
248.9	13.76	82.21	0.687	0.00	0.00
208.3	14.72	68.48	0.678	0.00	0.00
178.0	14.23	53.74	0.488	0.00	0.00
148.0	12.37	38.51	0.408	0.00	0.00
124.4	10.54	28.84	0.344	0.00	0.00
104.8	7.41	18.10	0.2880	0.00	0.00
87.88	4.43	8.88	0.2400	0.00	0.00
73.88	2.33	4.28	0.2040	0.00	0.00
62.22	1.16	1.83	0.1720	0.00	0.00
52.92	0.67	0.78	0.1460	0.00	0.00
44.00	0.21	0.21	0.1220	0.00	0.00
37.00	0.00	0.00	0.1020	0.00	0.00
31.11	0.00	0.00	0.0880	0.00	0.00
26.18	0.00	0.00	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.00	0.00	0.0610	0.00	0.00
18.50	0.00	0.00	0.0610	0.00	0.00
16.66	0.00	0.00	0.0480	0.00	0.00
13.08	0.00	0.00	0.0380	0.00	0.00
11.00	0.00	0.00	0.0300	0.00	0.00
8.25	0.00	0.00	0.02650	0.00	0.00
7.73	0.00	0.00	0.02160	0.00	0.00
6.54	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

Aço Duplex



10.6.2

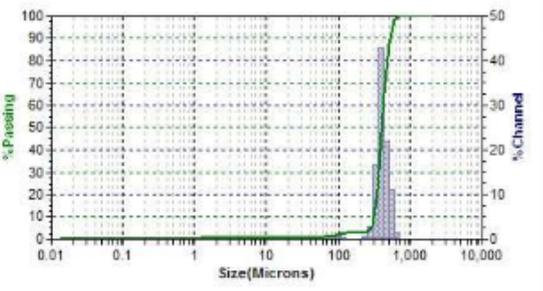
9 exp duplex

-

12/17/2015 14:43
DB Rec: 1195

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Di(um)	Vol%	Width
MV(um)	398.6			10.00	318.9	398.6	87.3	138.70
MN(um)	1.068			20.00	348.4	77.71	2.7	88.02
MA(um)	115.1			30.00	384.1			
CE	5.20E-02			40.00	373.9			
SD	71.38			50.00	383.6			
				60.00	409.6			
Mz	408.6			70.00	430.3			
ax	75.69			80.00	482.1			
Bk	0.2008			90.00	613.1			
Kg	1.222			95.00	660.2			



Condição 9

Warnings: NONE

SOP Name: AÇO DUPLEX COM CARBETO (*)

Distribution:	Volume	Run Time:	20 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1.333	Loading Factor:	0.8401
Up Edge(um):	2668	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Realdist:	8	Trans. L4-L8:	3.601-0.848
Low Edge(um):	0.0107	Transparency:	Reflecting	Below Realdist:	8	RMS Realdist:	1.091%
Realdist:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	65%
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0205	Ultronic Power:	N/A
Analysis Mode:	DLUDWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Ultronic Time:	N/A
Filter:	Disabled	DS Record:	1195	Recalc Status:	Original	Serial Number:	25222
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLUID 10.6.2\Database\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.00	100.00	5.60	0.00	0.87
1874	0.00	100.00	4.82	0.00	0.87
1408	0.00	100.00	3.88	0.00	0.87
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.87
986.5	0.00	100.00	2.760	0.00	0.87
837.1	0.00	100.00	2.312	0.00	0.87
708.9	1.64	100.00	1.844	0.00	0.87
691.9	11.04	98.46	1.636	0.13	0.87
497.8	22.12	87.42	1.376	0.18	0.84
418.8	42.81	66.30	1.168	0.20	0.38
362.0	16.40	22.39	0.972	0.18	0.18
298.0	2.77	6.98	0.817	0.00	0.00
248.9	0.47	3.19	0.887	0.00	0.00
208.3	0.00	2.72	0.673	0.00	0.00
178.0	0.00	2.72	0.488	0.00	0.00
148.0	0.00	2.72	0.408	0.00	0.00
124.4	0.24	2.72	0.344	0.00	0.00
104.8	0.72	2.48	0.2880	0.00	0.00
87.88	0.63	1.76	0.2450	0.00	0.00
73.99	0.37	1.25	0.2040	0.00	0.00
62.22	0.19	0.98	0.1720	0.00	0.00
52.32	0.00	0.67	0.1460	0.00	0.00
44.00	0.00	0.67	0.1220	0.00	0.00
37.00	0.00	0.67	0.1020	0.00	0.00
31.11	0.00	0.67	0.0860	0.00	0.00
26.16	0.00	0.67	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.00	0.67	0.0610	0.00	0.00
18.50	0.00	0.67	0.0510	0.00	0.00
16.66	0.00	0.67	0.0430	0.00	0.00
13.08	0.00	0.67	0.0360	0.00	0.00
11.00	0.00	0.67	0.0300	0.00	0.00
8.25	0.00	0.67	0.02660	0.00	0.00
7.78	0.00	0.67	0.02160	0.00	0.00
6.64	0.00	0.67	0.01610	0.00	0.00

Aço Duplex



11 exp duplex

09/29/2015 16:51
DB Rec: 928

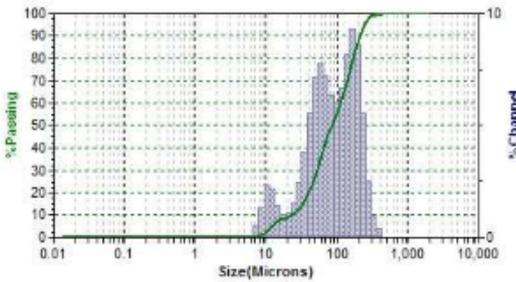
**Bluewave
S5822**

Summary

Para	Value	Size (um)	%Tile	%Tile	Size (um)
MV(um)	103.8			10.00	22.27
MN(um)	12.11			20.00	38.98
MA(um)	43.55			30.00	51.38
C3	1.23E-01			40.00	64.37
SD	74.24			60.00	83.70
				80.00	111.2
Mz	100.4			70.00	140.4
ax	71.43			80.00	189.9
sk1	0.351			90.00	208.8
Kq	0.853			95.00	233.1

Peak Summary

Dia(um)	Vol%	Width
167.4	48.2	109.10
51.81	44.0	40.00
10.80	7.3	4.88



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO DUPLEX COM CARBETO (*)

Distribution	Volume	Run Time	36 Sec	Fluid	CURRENT CARRIER
Progression	Standard	Run#	Avg of 3	Fluid Ref Index	1.333
Up Edge(um)	2000	Particle	CURRENT PARTICLE	Above Residual	8
Low Edge(um)	0.0107	Transparency	Reflecting	Below Residual	8
Residuals	Disabled	Part. Ref. Index	NA		
#Channels	70	Particle Shape	Irregular	Cell ID	0001
Analysis Mode	DLUDWVC	Multi Run Delay	0 Min.	Ultronic Power	NA
Fiber	Disabled	DB Record	928	Recalc Status	Original
Analysis Gain	Default(2)	Database	C:\Program Files (x86)\Microtrac\PLD\10.6.2\Database\MTDatabase.mdb	Serial Number	5592

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0.00	100.00	5.50	0.00	0.00
1674	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.89	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
995.5	0.00	100.00	2.750	0.00	0.00
837.1	0.00	100.00	2.312	0.00	0.00
703.9	0.00	100.00	1.944	0.00	0.00
591.9	0.00	100.00	1.635	0.00	0.00
497.3	0.00	100.00	1.375	0.00	0.00
418.8	0.39	100.00	1.158	0.00	0.00
352.0	0.97	99.61	0.972	0.00	0.00
296.0	2.54	98.84	0.817	0.00	0.00
248.9	5.55	98.10	0.687	0.00	0.00
209.3	8.53	90.55	0.573	0.00	0.00
178.0	9.29	81.92	0.488	0.00	0.00
148.0	8.18	72.83	0.408	0.00	0.00
124.4	6.57	64.47	0.344	0.00	0.00
104.8	6.03	57.30	0.2890	0.00	0.00
87.89	6.34	51.77	0.2450	0.00	0.00
73.99	7.25	46.43	0.2040	0.00	0.00
62.22	7.78	38.13	0.1720	0.00	0.00
52.32	7.13	30.38	0.1450	0.00	0.00
44.00	5.53	23.28	0.1220	0.00	0.00
37.00	3.33	17.73	0.1020	0.00	0.00
31.11	2.48	13.90	0.0890	0.00	0.00
26.18	1.53	11.44	0.0720	0.00	0.00
22.00	1.07	9.91	0.0610	0.00	0.00
18.50	1.00	8.94	0.0510	0.00	0.00
15.55	1.45	7.31	0.0450	0.00	0.00
13.08	2.20	6.38	0.0380	0.00	0.00
11.00	2.32	4.18	0.0300	0.00	0.00
9.25	1.24	1.84	0.0250	0.00	0.00
7.73	0.50	0.50	0.0210	0.00	0.00
6.54	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

Aço Duplex



14 exp duplex

11/12/2015 15:01
DB Rec: 1116

Bluewave
S5822

Summary

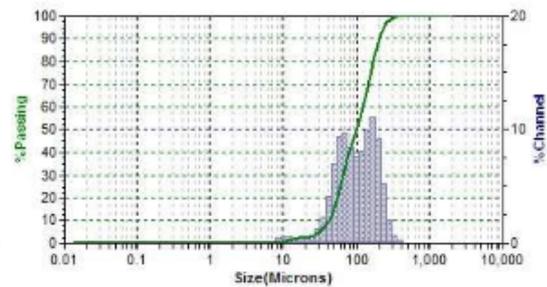
Defn	Value
MV(um)	111.8
MN(um)	17.29
MA(um)	70.89
CS	02
SD	86.38
Mz	108.1
DL	82.89
Sk1	0.308
Kg	0.838

Size %

Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
10.00	42.12		
20.00	64.24		
30.00	84.86		
40.00	78.12		
50.00	96.97		
60.00	120.8		
70.00	144.8		
80.00	189.2		
90.00	201.4		
95.00	229.4		

Peak Summary

Dia(um)	Vol%	Width
161.4	64.3	100.10
57.21	46.7	38.38



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO INOX DUPLEX(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	36 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Rust:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1.333	Loading Factor:	0.1187
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1-L2:	0.9600.992
Low Edge(um):	0.0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	0.939%
Residuals:	Disabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	68 %
#Channels:	76	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Uronic Power:	N/A
Analyse Mode:	BLUWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Uronic Time:	N/A
Filter:	Disabled	DQ Record:	1116	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S2822
Analyse Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\MicroScan\FLDY 10.6.2\Database\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	%Pass	Size(um)	%Chan	%Pass
2000	0.00	100.00	6.50	0.00	0.00
1874	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.88	0.00	0.00
1134	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
896.5	0.00	100.00	2.760	0.00	0.00
807.1	0.00	100.00	2.012	0.00	0.00
703.9	0.00	100.00	1.844	0.00	0.00
681.9	0.00	100.00	1.835	0.00	0.00
497.3	0.00	100.00	1.375	0.00	0.00
418.8	0.22	100.00	1.168	0.00	0.00
362.0	0.71	98.78	0.872	0.00	0.00
298.0	2.08	98.07	0.817	0.00	0.00
248.9	6.22	98.89	0.887	0.00	0.00
208.3	8.30	81.77	0.678	0.00	0.00
178.0	11.08	82.47	0.488	0.00	0.00
148.0	8.92	71.41	0.409	0.00	0.00
124.4	3.15	81.49	0.344	0.00	0.00
104.8	7.84	63.34	0.2890	0.00	0.00
87.89	8.47	46.70	0.2430	0.00	0.00
73.89	8.67	37.23	0.2040	0.00	0.00
62.22	8.38	27.68	0.1720	0.00	0.00
52.32	6.83	18.20	0.1460	0.00	0.00
44.00	4.11	11.27	0.1220	0.00	0.00
37.00	2.23	7.16	0.1020	0.00	0.00
31.11	1.23	4.85	0.0880	0.00	0.00
26.18	0.73	3.70	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.48	2.97	0.0610	0.00	0.00
18.50	0.41	2.48	0.0510	0.00	0.00
16.55	0.47	2.07	0.0430	0.00	0.00
13.03	0.68	1.80	0.0380	0.00	0.00
11.00	0.60	1.01	0.0300	0.00	0.00
9.25	0.41	0.41	0.02680	0.00	0.00
7.73	0.00	0.00	0.02160	0.00	0.00
6.84	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

AÇO DUPLEX



16 exp replica duplex

02/22/2016 08:52
DB Rec: 1481

Bluewave
S5822

Summary

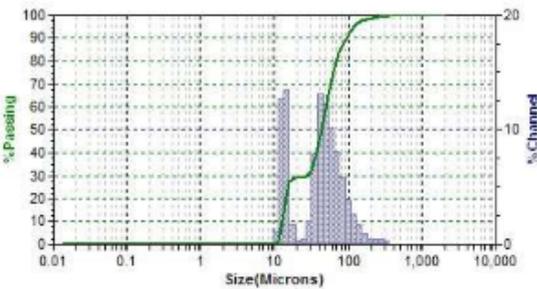
Data	Value
MV(um):	43.91
MN(um):	14.29
MA(um):	27.98
CS	2.16E-01
SD	30.96
Mz	43.94
mc	31.48
Sk	0.241E
Kg	0.925

Size %

Size(um)	%Tile
10.00	12.54
20.00	14.03
30.00	27.51
40.00	37.09
60.00	42.37
80.00	48.48
70.00	68.57
80.00	83.29
90.00	90.96
96.00	117.8

Peak Summary

Dis(um)	Vol%	Width
61.75	71.1	48.91
13.19	28.9	3.11



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO INOX DUPLEX(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	AÇO INOX DUPLEX		
Progression:	Standard	Run#: Avg of 3	Fluid Ref Index:	1.333	Loading Factor:	0.1172	
Up Edge(um):	2000	Particle:	AÇO INOX DUPLEX	Above Residual:	0	Trans. L1(L2):	0.604(0.976)
Low Edge(um):	0.0107	Transparency:	Transparent	Below Residual:	0	RMS Residual:	0.662%
Residuals:	Disabled	Part. Ref. Index:	1.59			Flow:	0.5 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Spherical	Cell ID:	0204	Ultrasonic Power:	N/A
Analytic Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Ultrasonic Time:	N/A
Filter:	Disabled	DD Record:	1401	Recalc Status:	Original	Serial Number:	02022
Analytic Salt:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrak\FLUX-10.6.2\Database\MTQDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0.00	100.00	6.50	0.00	0.00
1674	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.89	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
986.6	0.00	100.00	2.760	0.00	0.00
837.1	0.00	100.00	2.312	0.00	0.00
703.8	0.00	100.00	1.844	0.00	0.00
591.9	0.00	100.00	1.635	0.00	0.00
497.8	0.00	100.00	1.375	0.00	0.00
418.6	0.00	100.00	1.168	0.00	0.00
362.0	0.29	100.00	0.972	0.00	0.00
298.0	0.42	99.71	0.817	0.00	0.00
248.9	0.41	99.29	0.687	0.00	0.00
208.3	0.48	98.83	0.578	0.00	0.00
178.0	0.85	98.42	0.488	0.00	0.00
148.0	1.70	97.47	0.408	0.00	0.00
124.4	2.83	95.77	0.344	0.00	0.00
104.6	3.85	93.09	0.2890	0.00	0.00
87.99	6.31	89.24	0.2430	0.00	0.00
73.99	8.11	83.43	0.2040	0.00	0.00
62.22	10.13	75.32	0.1720	0.00	0.00
52.32	12.22	65.19	0.1450	0.00	0.00
44.00	13.14	52.97	0.1220	0.00	0.00
37.00	8.04	39.33	0.1020	0.00	0.00
31.11	2.09	31.79	0.0880	0.00	0.00
26.16	0.48	26.70	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.33	26.24	0.0610	0.00	0.00
18.60	1.88	23.81	0.0510	0.00	0.00
16.65	13.48	27.22	0.0430	0.00	0.00
13.08	12.86	13.74	0.0380	0.00	0.00
11.00	1.09	1.09	0.0300	0.00	0.00
9.25	0.00	0.00	0.02650	0.00	0.00
7.78	0.00	0.00	0.02150	0.00	0.00
6.54	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

Aço Duplex



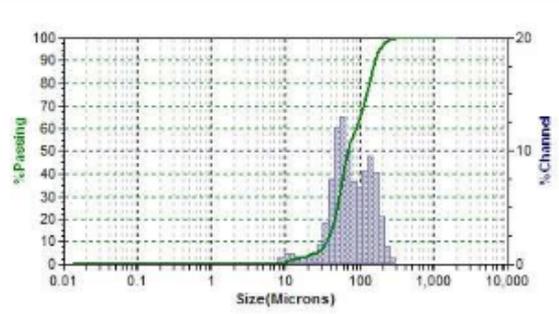
10.6.2

Experimento Center point

09/29/2015 17:41
DB Rec: 952

**Bluewave
S5822**

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Die(um)	Vol%	Width
MV(um)	88.81			10.00	88.02	135.1	38.2	73.75
MN(um)	18.78			20.00	45.24	53.14	58.4	33.08
MA(um)	68.78			30.00	62.03	10.43	2.4	3.28
CB:	01			40.00	69.32			
SD:	50.80			50.00	88.28			
				60.00	88.17			
Mz:	85.18			70.00	110.4			
dc:	49.59			80.00	134.1			
Bk:	0.456			90.00	181.7			
Kg:	0.936			95.00	184.1			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO DUPLEX COM CARBETO (*)

Distribution	Volume	Run Time	30 Sec	Fluid	CURRENT CARRIER		
Progression	Standard	Run	Avg of 3	Fluid Ref Index	1.333	Loading Factor	0.1611
Up Edge(um)	2000	Particle	CURRENT PARTICLE	Above Reactual	0	Trans. L.F.L2	0.9910.990
Low Edge(um)	0.0107	Transparency	Reflecting	Below Reactual	0	RMS Reactual	0.910%
Residuals	Enabled	Part. Ref. Index	N/A			Flow	66 %
#Channels	70	Particle Shape	Irregular	Cell ID	0001	Ultronic Power	N/A
Analytic Mode	BLUWAVE			Multi Run Delay	0 Min.	Ultronic Time	N/A
Filter	Enabled	DG Record	952	Recalc Status	Original	Serial Number	22022
Analytic Gain	Default(2)	Database	C:\Program Files (x86)\Microtrak FLDT 10.6.2\Database\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0.00	100.00	5.50	0.00	0.00
1874	0.00	100.00	4.82	0.00	0.00
1408	0.00	100.00	3.89	0.00	0.00
1184	0.00	100.00	3.27	0.00	0.00
895.5	0.00	100.00	2.750	0.00	0.00
837.1	0.00	100.00	2.312	0.00	0.00
703.9	0.00	100.00	1.944	0.00	0.00
591.9	0.00	100.00	1.835	0.00	0.00
497.8	0.00	100.00	1.375	0.00	0.00
418.8	0.00	100.00	1.158	0.00	0.00
362.0	0.00	100.00	0.972	0.00	0.00
298.0	0.53	100.00	0.817	0.00	0.00
248.9	1.61	99.42	0.887	0.00	0.00
208.3	4.25	97.91	0.678	0.00	0.00
178.0	3.08	93.58	0.498	0.00	0.00
148.0	8.65	85.50	0.409	0.00	0.00
124.4	8.20	75.95	0.344	0.00	0.00
104.8	8.82	67.85	0.2890	0.00	0.00
87.99	7.55	60.33	0.2450	0.00	0.00
73.99	10.08	53.48	0.2040	0.00	0.00
62.22	12.89	43.42	0.1720	0.00	0.00
52.32	12.18	30.43	0.1460	0.00	0.00
44.00	7.52	18.27	0.1220	0.00	0.00
37.00	3.88	10.75	0.1020	0.00	0.00
31.11	1.78	7.09	0.0890	0.00	0.00
26.18	0.87	6.33	0.0720	0.00	0.00
22.00	0.87	4.58	0.0610	0.00	0.00
18.50	0.80	3.89	0.0610	0.00	0.00
15.55	0.71	3.09	0.0450	0.00	0.00
13.09	0.60	2.39	0.0390	0.00	0.00
11.00	0.60	1.48	0.0300	0.00	0.00
9.25	0.58	0.58	0.02550	0.00	0.00
7.73	0.00	0.00	0.02150	0.00	0.00
6.64	0.00	0.00	0.01810	0.00	0.00

9. TRABALHOS PUBLICADOS

1: Artigos publicados:

Int J Adv Manuf Technol (2018) 95:3093–3099
https://doi.org/10.1007/s00170-017-1297-7



ORIGINAL ARTICLE

Evaluation of high-energy milling efficiency in stainless steel with addition of vanadium carbides

C. S. P. Mendonça¹ · A. N. O. Dias¹ · M. L. N. M. Melo¹ · V. A. S. Ribeiro² · M. R. da Silva¹ · A. F. Oliveira¹ · G. Silva¹

Received: 21 August 2017 / Accepted: 1 November 2017 / Published online: 7 December 2017
© Springer-Verlag London Ltd., part of Springer Nature 2017

Abstract The production of duplex stainless steel powders with the addition of carbides by high-energy mechanical milling is a novel method for recycling chips. With the increase in the consumption of raw material and energy and of the generation of residues, recycling is necessary due to environmental and industrial reasons. In this study, the effect of the addition of vanadium carbide on the morphology, particle size, and magnetic properties of the powders was investigated. The milling was realized using a planetary ball mill for 50 h at a milling speed of 350 rpm. The ball-to-powder weight ratio used was 20:1 and the 0, 1, and 3% wt. vanadium carbide addition. Produced duplex stainless steel powders from recycling chips were characterized by a scanning electron microscope (SEM), a laser particle size analyzer, X-ray diffraction (XRD), energy dispersive spectroscopy (EDS), and magnetic characterization. The milling process led to the formation of martensite induced by deformation phase. It was verified that the addition of 3% carbide was the most effective in reduction of the particle size when compared to milling without carbide. The particle size of fabricated powders after 50 h of milling with 3% vanadium carbide addition was about 174 times lower than that of initial chips.

Keywords Stainless steel · Particle size · Carbide of vanadium · Chips · High-energy mechanical milling · Recycling

1 Introduction

Recently, sustainable development has obtained increasing attention from governments, industry, and academia owing to the limited nature of natural resources. Metal processing, such as machining and surface finishing, generates a large waste of raw materials and requires high-energy consumption. The quantity of chips produced in the machining process is large enough that the recycling of the machining troughs is necessary due to environmental and industrial causes [1–3].

The metallurgy process generates 1,973,750 metric tons/year, it being that case that in a period of ten years, there has been an increase of around eight times the production of waste. This increase in waste generation is comparable to the total amount of per capita consumption of steel, stainless steel, iron alloys, and aluminum of about 116 kg/person per year in 2000 to about 150 kg/person per year in 2014 [4]. Planning the use of natural resources, as there is steady growth of demand for products, is extremely necessary for the sustainability of the planet and future generations, as well as preserving energy and minimizing the depletion of available natural resources [3, 5]. There is some research for the purpose of the planning and using of natural resources, seeking alternatives to reduce consumption and energy costs [6].

The annual consumption of stainless steel has increased at a compound growth rate of 5% over the last 20 years, surpassing the growth rate of other materials. Duplex stainless

✉ C. S. P. Mendonça
claudiney.sales@unifei.edu.br

¹ Universidade Federal de Itajubá, BPS Avenue, 1303, Itajubá 37500-903, Brazil

² Centro Universitário de Itajubá - Fepi, Dr. Antônio Braga Filho Avenue, 687, Itajubá 37501-002, Brazil

Structural and Magnetic Properties of Duplex Stainless steel (UNS S31803) Powders Obtained by high Energy Milling of Chips with Additions of NbC

Claudiney de Sales Pereira Mendonça*, Adhimar Flávio Oliveira, Leonardo Albergaria Oliveira, Manoel Ribeiro da Silva, Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo, Gilbert Silva

*Universidade Federal de Itajubá, Av. BPS, 1303, Pinheirinho, Itajubá, MG, Brazil

Received: August 07, 2017; Revised: September 29, 2017; Accepted: October 05, 2017

In this study, the high energy mechanical milling was utilized to the production of duplex stainless steel powders from the recycling chips with and without the addition niobium carbide. The effect of milling time and addition carbide on the morphology, particle size and magnetic properties of the powders was investigated. The utilization of the powder metallurgy constitute an important alternative for the reuse of waste in the industrial sector. The milling was realized using a planetary ball mill for 20 hours at a milling speed of 350 rpm and ball-to-powder weight ratio of 15:1 were used, and the (0% and 3 wt. %) niobium carbide (NbC) addition. Scanning electron microscopy and particle distribution analysis were used for characterization of morphology and measure of particle size. Also, to analyze the transformations of phases were investigated using the magnetic characterization and x-ray diffraction. The results indicated that the addition of niobium carbide results in the reduction of the particle size of steel of the order of 20%, besides the reduces the transformation of austenite into strain induced martensitic phase.

Keywords: chips, Duplex stainless steel, morphology, magnetic properties, mechanical milling, particle size, niobium carbide, martensite

1. Introduction

The utilization of stainless steel has been increased extensively in various fields in the past few decades¹. Duplex stainless steels (DSS) are characterized by a biphasic structure, constituting an approximate equal amount of ferrite (α) and austenite (γ). The ferrite phase is responsible for an increased resistance, while the austenite phase ensures the toughness and better corrosion resistance^{2,4}.

At the end of the useful life of a mechanical component it is discarded in deposits or remelted, making this cycle costly for industry, while the discarding brings environmental problems. The increase in energy costs and raw materials used in the manufacturing processes, which have been verified in recent years, have led the researchers to develop new methods of obtaining these materials, an alternative is to reuse machining chips as raw material to manufacture new components mechanics^{5,6}. Recycling is widely used in metallic materials. A cleaner production of the reuse of materials is the use of powder metallurgy processes that offer advantages in relation to the conventional process, such as in the production of small parts of complicated shapes, generally of motors and gears⁷. This option becomes an advantageous technique, since 95% of the machined metal chips can be recovered⁸.

In a recent work, it was verified that the addition of niobium carbide in the process of high energy milling of

chips of the machining process increases the efficiency of the milling process, with a greater decrease of the size of the particles, obtaining nanometric particles^{9,10}. The carbides have attracted interest because of their exceptional mechanical, physical and chemical properties, such as high temperature stability, high hardness, and good electrical and thermal conductivity^{11,12}. The niobium carbide presents a high hardness and toughness, elevated Young's modulus and a high melting point, above 3000°C^{12,13}. In stainless steel, niobium forms dispersed micro- or nano-sized niobium carbide particles, controlling the microstructure and thus improving mechanical properties^{14,15}. Furthermore, Brazil has the largest reserves of niobium in the world, which makes this strategic study for Brazil¹⁴.

The process of Mechanical milling (MM) utilizes high frequency and high energy impacts causing severe plastic deformation, repeated fracturing and cold welding of the particles¹⁶⁻¹⁸. Due to this, the mechanical milling process can lead to changes in the microstructures of the austenite and duplex stainless steels with a possible transformation of the martensite phase induced by deformation, from the austenitic phase. Enayati, et al produced nanocrystalline stainless steel powder by ball milling of austenitic stainless steel scrap chips and verified that the phase austenite in as-received chips partially was transformed to the martensite phase after 100 hours milling¹⁹.

The aim of this work was to study the influence of the milling time and carbide addition on the behavior of a

*e-mail: claudiney.sales@unifei.edu.br

2: Capitulo de livro publicado:

MENDONCA, C. S. P.; GATAMORTA, F. ; JUNQUEIRA, M. M. ; SILVEIRA, L. R. ; GOMES, J. H. F. ; **MELO, M. L. N. M.** ; **SILVA, G.** . Chapter 8. Development Analysis of a Stainless Steel Produced by High Energy Milling Using Chips and the Addition of Vanadium Carbide. In: Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series. (Org.). Development Analysis of a Stainless Steel Produced by High Energy Milling Using Chips and the Addition of Vanadium Carbide. 1ed.: Springer International Publishing, 2017, v. 6, p. 79-88.

3: Patente:

O pedido de patente intitulado "COMPÓSITO DE AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX/CARBETO DE VANÁDIO PRODUZIDO PELA ROTA DA METALURGIA DO PÓ", foi depositado na data de hoje. Seu número de protocolo é BR 10 2017 016244 3.

4: Trabalhos publicados em anais de congressos

MENDONÇA, C. S. P.; ANDRADE, B. G. ; SOUZA, F. H. ; OLIVEIRA, L. A. ; OLIVEIRA, A. F. ; **RIBEIRO, VANDER ALKMIN DOS SANTOS** ; **SILVA, G.** . Duplex stainless steel production and study of stress relief treatment. In: XXIV International Congress of Mechanical Engineering, 2017, Curitiba. Duplex stainless steel production and study of stress relief treatment, 2017. v. 1. p. 1-8.

STANZIOLA, M. K. ; **MENDONÇA, C. S. P.** ; **MELO, M. L. N. M.** ; **SILVA, G.** ; ANDRADE, B. G. ; **OLIVEIRA, V. D.** . Recycling of duplex steel through of powder metallurgy with isostatic press. In: XXIV International Congress of Mechanical Engineering, 2017, Curitiba. 2017. v. 1. p. 1-8.

SANTOS, G. B. ; **SILVA, M. R.** ; **MENDONÇA, C. S. P.** ; OLIVEIRA, L. A. ; **MELO, M. L. N. M.** ; **SILVA, G.** . Study of Magnetic Properties and Microstructural a Inox Obtained by High Energy Milling. In: XV Brazil MRS Meetings- SBPMat, 2016, Campinas, 2016. v. 1.

MENDONÇA, C. S. P.; SANTOS, G. B. ; **MELO, M. L. N. M.** ; **RIBEIRO, V. A. S.** ; **OLIVEIRA, V. D.** ; **SILVA, G.** . Study of the milling process efficiency of the chips of duplex stainless steel UNS S31803 using vanadium carbide by the energy milling. In: XV Brazil MRS Meeting- SBPMat, 2016, Campinas. 2016. v. 1.

MENDONÇA, C. S. P.; **MELO, M. L. N. M.** ; OLIVEIRA, L. A. ; DIAS, A. N. O. ; GOMES, J. H. F. ; **SILVA, G.** . Reuse of chips of the stainless steel using the high energy milling - The analysis of experimental factors on milling using a full factorial design. In: XV Brazil MRS Meeting - SBPMat, 2016, Campinas, 2016. v. 1.

MENDONÇA, C. S. P.; DIAS, A. N. O. ; SILVEIRA, L. R. ; SANTOS, M. C. ; **RIBEIRO, V. A. S.** ; SACHS, D. ; **MELO, M. L. N. M.** ; **SILVA, G.** . Produção de um aço inoxidável duplex por metalurgia do pó. In: 22º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais- CBECimat, 2016, Natal., 2016. v. 1.