

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM ENGENHARIA MECÂNICA

**Reutilização do cavaco do aço Vanadis[®] 8 pelo
processo de metalurgia do pó utilizando a
moagem de alta energia**

Elioenai Levi Barbedo

Itajubá, fevereiro de 2021

Minas Gerais – Brasil

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM ENGENHARIA MECÂNICA

Elioenai Levi Barbedo

**Reutilização do cavaco do aço Vanadis [®] 8 pelo
processo de metalurgia do pó utilizando a
moagem de alta energia**

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

Área de Concentração: Projeto, Materiais e Processos

Orientador: Prof. Dr. Gilbert Silva

Coorientador: Prof. Dr. Guilherme Ferreira Gomes

Itajubá, fevereiro de 2021

Minas Gerais – Brasil

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**Reutilização do cavaco do aço Vanadis[®] 8 pelo
processo de metalurgia do pó utilizando a
moagem de alta energia**

Elioenai Levi Barbedo

Dissertação aprovada por banca examinadora em 22
de Fevereiro de 2021, conferindo ao autor o título de
Mestre em Ciências em Engenharia Mecânica.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Gilbert Silva (Orientador)

Prof. Dr. Guilherme Ferreira Gomes (Coorientador)

Prof. Dr. Geovani Rodrigues

Prof. Dr. Durval Rodrigues Junior

Itajubá, fevereiro de 2021

Minas Gerais – Brasil

S584c Elioenai Levi Barbedo
Reutilização do cavaco do aço Vanadis[®] 8 pelo processo de metalurgia do pó utilizando a moagem de alta energia/ Elioenai Levi Barbedo. – Itajubá, 22 de fevereiro de 2021.

174 p. : il. (algumas color.) ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Itajubá
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Itajubá, 22 de fevereiro de 2021.
Orientador: Prof. Dr. Gilbert Silva

1. Vanadis[®] 8. 2. Aço Ferramenta. 3. Moagem de Alta Energia. 4. Metalurgia do Pó. I. Silva, G. II. Universidade Federal de Itajubá. III. Título

CDU 07:181:009.3

Elioenai Levi Barbedo

Reutilização do cavaco do aço Vanadis[®] 8 pelo processo de metalurgia do pó utilizando a moagem de alta energia

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

Trabalho aprovado. Itajubá, 22 de Fevereiro de 2021:

Prof. Dr. Gilbert Silva
Orientador

Prof. Dr. Guilherme Ferreira Gomes
Coorientador

Prof. Dr. Geovani Rodrigues

Prof. Dr. Durval Rodrigues Junior

Itajubá, fevereiro de 2021
Minas Gerais – Brasil

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho primeiramente a Deus que me deu força, saúde e perseverança para chegar até aqui.

Dedico também a minha família em especial minha esposa, filha e pais pelo apoio, amor incondicional e zelo para comigo.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter guiado o meu caminho me direcionando nas escolhas certas.

À minha esposa Mayara Guimarães Barbedo e filha Laís Guimarães Barbedo que estiveram comigo nas alegrias e tristezas sempre tendo cumplicidade e compreensão.

Aos meus pais Benedito Carlos Barbedo e Luiza Guimarães Barbedo pela determinação na luta da minha formação.

Aos meus familiares, Matheus Guimarães Barbedo, Sarah Guimarães Barbedo e Ana Beatriz Guimarães Silva, que sempre me apoiaram ao longo da minha jornada no curso do mestrado.

À minha sogra, Sandra Guimarães e sogro Lindomar César Pinto que forneram toda a ajuda e carinho quando mais precisei.

Aos meus amigos pela lealdade.

Aos professores em especial ao meu orientador Gilbert Silva e coorientador Guilherme Ferreira Gomes pelos ensinamentos e dedicação.

À Fapemig pelo apoio financeiro.

À Unifei por proporcionar todos os momentos de aprendizados e conquistas.

*"O que vale na vida não é o ponto de partida e sim a caminhada. Caminhando e semeando, no fim
terás o que colher."*

(Cora Coralina)

RESUMO

O aço ferramenta Vanadis[®] 8 é um material fabricado por metalurgia do pó, amplamente utilizado na fabricação de matrizes, punções, ferramentas para corte e conformação a frio. Este aço de altíssimo desempenho possui em sua composição química alto teor de carbono, combinado com os elementos de liga cromo, molibdênio e vanádio, com propriedades mecânicas de alta resistência ao desgaste, alta tenacidade, grande estabilidade dimensional, sendo aplicado em ferramentas que necessitam de alta durabilidade. Além disso, o Vanadis[®] 8 possui alto valor agregado, e quando este material é usinado, o processo gera cavacos que são vendidos como sucata para empresas que utilizam em seus processos a refusão, uma técnica custosa que degrada o meio ambiente. Sendo assim, este estudo tem como objetivo o reaproveitamento do aço Vanadis[®] 8, utilizando a rota de metalurgia do pó. Para isso, foi realizado a obtenção dos pós pela Moagem de Alta Energia em duas fases. Na 1^a fase da MAE foram adicionados carbetos de (vanádio VC e molibdênio Mo₂C) durante o processo de moagem com concentração de 3%, com a finalidade de se reduzir o tamanho das partículas com distribuição mais homogênea possível dos pós. Os parâmetros utilizados foram rotação 350 rpm, relação massa/bola (1:15) e tempo de moagem 4, 8 e 12 horas. Foram feitas análises como: MO, MEV, DRX, Difração a Laser, tamanho médio de cristalito e grau de cristalinidade. Na 2^a fase da MAE, utilizou-se o DOE fatorial e o DOE RSM para definir os parâmetros mais significativos e equacionar o modelo obtido pelas respostas dos experimentos difração a laser e peneiramento. Os intervalos dos parâmetros utilizados na 2^a fase da MAE foram rotação 300–400 rpm, relação massa/bola (1:15) e tempo de moagem 12–50 horas. A análise de variância (ANOVA) dos experimentos, mostraram que para a difração a laser, os ajustes para as respostas foram inconclusivos, isto, devido ao baixo valor de R_{adj}^2 representado pelo ajuste. Para o experimento peneiramento o ajuste das respostas mostraram uma modelagem dentro dos limites aceitáveis, na qual pode-se obter o seu equacionamento. Através dos resultados foi possível concluir que a mistura do pó do V[®] 8 com a adição de 3% de VC foi a configuração mais eficiente para a redução das partículas, e com o DOE RSM, determinou-se que a energia dada ao processo através da rotação foi o parâmetro mais estatisticamente significativo. Além disso, foi possível notar pela modelagem DOE RSM, que com rotação e tempo máximos de 400 rpm e 50 h, o processo conseguiu transformar 78% dos pós em partículas com as mesmas características das vendidas comercialmente, enquanto que com 400 rpm e 28 horas de moagem o processo conseguiu alcançar 60% de eficiência, sendo esta configuração a mais viável economicamente.

Palavras-chaves: Vanadis[®] 8, Metalúrgia do Pó, Moagem de Alta Energia, Reciclagem de Cavacos, Adição de Carbetos e Planejamento de experimentos superfície resposta (RSM).

ABSTRACT

Vanadis[®] 8 tool steel is a material manufactured by powder metallurgy, widely used in the manufacture of dies, punches, tools for cutting and cold forming. This high-performance steel has a high carbon content in its chemical composition combined with the alloy elements Chromium, Molybdenum and Vanadium, with mechanical properties of high wear resistance, high tenacity, excellent dimensional stability, being applied in tools that require high durability. Furthermore, Vanadis[®] 8 has high value-added, and when this material is machined, the process generates chips that are sold as scrap to companies that use remelting in their processes, an expensive technique that degrades the environment environment. Thus, this study aims to reuse Vanadis[®] 8, using the powder metallurgy route. For this, it was realized the obtaining of the powders by the High Energy Milling in two phases. In the first phase of HEM, carbides of (Vanadium *VC* and Molybdenum *Mo₂C*) were added during the milling process with a concentration of 3 %, in order to improve the mechanical properties. The parameters used were rotation 350 rpm, mass / ball ratio (1:15) and milling time 4, 8 and 12 hours. In order to technically determine the most efficient configuration, analyzes were made such as: MO, SEM, DRX, Laser Diffraction, average crystallite size and degree of crystallinity. In the second phase of HEM, the factorial DOE and the DOE RSM were used to define the most significant parameters and to equate the model obtained by the responses of the laser diffraction and screening experiments. The parameter ranges in the second phase of the HEM were rotation 300–400 rpm, mass / ball ratio (1:15) and grinding time 12–50 hours. The analysis of variance (ANOVA) of the experiments, showed that for the laser diffraction the adjustments for the answers were inconclusive, due to the low value of R^2_{adj} . For the sieving experiment the adjustment of the responses showed a modeling within the acceptable limits, in which it is possible to obtain its equation. Through the results it was possible to conclude that the mixing of the powder of V[®] 8 with the addition of 3 % of VC was the most efficient configuration for the reduction of particles, and with DOE RSM, it was determined that rotation was the most significant parameter. In addition, it was possible to notice by the DOE RSM modeling, that the greater the rotation and the time, the smaller the particle size, being that in the rotation of 400 rpm and time of 50 hours of grinding, the process managed to transform 78 % of the powders in particles with the same characteristics as those sold commercially, while with 400 rpm and 28 hours of grinding the process managed to reach 60 % efficiency, this configuration being the most economically viable.

Key-words: Vanadis[®] 8, Powder Metallurgy, High Energy Milling, Chip Recycling, Carbide Addition and Response Surface Methodology (RSM).

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1 – Processo de Fabricação Vanadis [®] 8 Uddeholm.	30
Figura 1.2 – Fluxograma de utilização do Vanadis [®] 8 nas empresas.	32
Figura 2.1 – Evolução Histórica dos Aços Ferramentas.	34
Figura 2.2 – Processo por atomização a gás	36
Figura 2.3 – Desenvolvimento da <i>Mechanical Alloying</i>	37
Figura 2.4 – Dureza relativa dos carbonetos de elementos de liga, cementita e martensita nos aços HSS.	45
Figura 2.5 – Microestrutura do aço ferramentas T15.	46
Figura 2.6 – Sequência da Metalurgia do Pó.	51
Figura 2.7 – Mistura dos Pós - MAE.	53
Figura 2.8 – Morfologia dos pós obtidos por MAE.	53
Figura 2.9 – Evolução das colisões entre esferas e pós.	54
Figura 2.10–Fases do método dúctil-frágil na MAE.	55
Figura 2.11–MEV mostrando as partículas de Si incorporadas no Ge.	56
Figura 2.12–(a) Moinho planetário (b) Representação do movimento das esferas dentro do moi- nho.	58
Figura 2.13–Estrutura do planejamento de experimentos.	63
Figura 2.14–Representação de um modelo com três fatores A, B e C através de um cubo de sete graus de liberdade	66
Figura 2.15–Gráficos de iteração entre os fatores.	67
Figura 2.16–RSM modelo linear.	69
Figura 2.17–RSM modelo curvatura.	69
Figura 2.18–Arranjos CCD.	70
Figura 3.1 – Rota Alternativa de Reciclagem por Metalurgia do Pó	72
Figura 3.2 – Fluxograma das principais etapas de desenvolvimento do projeto	73
Figura 3.3 – Máquina e procedimento para coleta dos cavacos	75
Figura 3.4 – Microscópio eletrônico de varredura	78
Figura 3.5 – Analisador de tamanho de partículas	79
Figura 3.6 – DRX – Laboratório de caracterização microestrutural (LCE)	80
Figura 3.7 – Recipientes de moagem	85
Figura 3.8 – Moinho planetário Noah-Nuoya modelo NQM 0,2L	86

Figura 4.1 – Microscopia ótica Vanadis [®] 8 – Nital 4% (1000 X).	91
Figura 4.2 – Elementos químicos – MEV modo EDS (5000 X).	92
Figura 4.3 – Espectro do região aleatória (ponto 1).	93
Figura 4.4 – Distribuição das cores dos elementos químicos (5000 X).	93
Figura 4.5 – Mapeamento pontual da amostra (CR) – MEV modo EDS.	94
Figura 4.6 – DRX – (CR)	95
Figura 4.7 – Comparação entre os difratogramas de raios X moídos para 12 h e o material (CR)	97
Figura 4.8 – Destaque do alargamento do pico de maior intensidade – difratograma da raios X para 12 h	97
Figura 4.9 – Percentual de distribuição de fases (CR)	98
Figura 4.10–Desenvolvimento da moagem do material V [®] 8 com adição de carbetos - Sistema dúctil-frágil	100
Figura 4.11–Micrografia e distribuição granulométrica do V [®] 8 moído por 4 horas. (a) e (b) Sem adição de carbetos; (c) e (d) Com vc; (e) e (f) mo ₂ C	103
Figura 4.12–Micrografia e distribuição granulométrica do Vanadis [®] 8 moído por 8 horas. (a) e (b) Sem adição de carbetos; (c) e (d) Com vc; (e) e (f) mo ₂ C	104
Figura 4.13–Micrografia e distribuição granulométrica do Vanadis [®] 8 moído por 12 horas. (a) e (b) Sem adição de carbetos; (c) e (d) Com vc; (e) e (f) mo ₂ C	105
Figura 4.14–Distribuição volumétrica em função do tamanho de partículas para moagem de 12 horas- V [®] 8	106
Figura 4.15–Fração volumétrica de partículas versus tempo de moagem. Material sem e com adição de carbetos.	107
Figura 4.16–Tamanho médio de cristalito.	109
Figura 4.17–Refinamento e obtenção das curvas para cálculo de estimativa percentual de cristalinidade (CR)software GSAS.	111
Figura 4.18–Cálculo de área dos picos do valor calculado pelo refinamento do software GSAS (CR).	111
Figura 4.19–Cálculo de área da linha base calculado pelo refinamento do software GSAS (CR).	112
Figura 4.20–Percentual de cristalinidade do V [®] 8 após MAE por 12 h.	113
Figura 4.21–Diagrama de Pareto para o experimento fatorial (peneiramento).	117
Figura 4.22–Análise Residual (peneiramento).	118
Figura 4.23–Curvas de superfície e curvas de contorno – planejamento fatorial (peneiramento).	120
Figura 4.24–Diagrama de pareto para o experimento fatorial (difração a laser).	123
Figura 4.25–Análise Residual (difração a laser).	123

Figura 4.26–Diagrama de Pareto para superfície resposta (peneiramento).	128
Figura 4.27–Análise de efeitos principais para as partículas: > 425 μm , 425 – 150, 150 – 63 μm , < 63 μm (peneiramento).	129
Figura 4.28–Curvas de superfície e curvas de contorno - RSM (peneiramento).	131

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Classificação dos aços ferramentas	40
Tabela 2.2 – Elementos de liga normalmente adicionados aos aços ferramentas. Os elementos sublinhados são carburígenos	41
Tabela 2.3 – Características dos carbeto de elementos de liga nos aços ferramentas	44
Tabela 2.4 – Resistência Mecânica e Térmica de alguns dos aços ferramentas	46
Tabela 2.5 – Composição química e formação de carbeto nos aços da família Vanadis.	47
Tabela 2.6 – Energia consumida e índice de rejeitos da metalurgia do pó	51
Tabela 2.7 – Resumo dos principais projetos de planejamento de experimentos	64
Tabela 2.8 – Planejamento de experimentos três fatores e dois níveis	65
Tabela 3.1 – Composição e condição de entrega do Vanadis [®] 8.	74
Tabela 3.2 – Caracterização mecânica dos carbeto de vanádio e molibdênio.	74
Tabela 3.3 – Parâmetros do processo de moagem	85
Tabela 3.4 – Parâmetros do processo de moagem continuação.	85
Tabela 3.5 – <i>Setup</i> do moinho planetário e coleta das amostras.	86
Tabela 3.6 – Resumo dos parâmetros encontrados em artigos relacionados a MAE	88
Tabela 3.7 – Parâmetros de moagem experimento arranjo fatorial: rotação, tempo	89
Tabela 3.8 – Matriz planejamento de experimento fatorial (2^k).	89
Tabela 3.9 – Matriz planejamento superfície resposta.	90
Tabela 4.1 – Resultado EDS mapeamento localizado.	94
Tabela 4.2 – Tamanhos médios das partículas do V [®] 8, sem carbeto e com a adição de 3% de <i>vc</i> e <i>mo_{2c}</i> – 12 horas	106
Tabela 4.3 – Resultados dos tamanhos de cristalitos V [®] 8	108
Tabela 4.4 – Resultados % de cristalinidade V [®] 8	112
Tabela 4.5 – Resultado planejamento fatorial (peneiramento).	115
Tabela 4.6 – Análise de Variância – partículas > 425 μm	116
Tabela 4.7 – Análise de Variância – partículas no intervalo 425 – 150 μm	116
Tabela 4.8 – Análise de Variância – partículas no intervalo 150 – 63 μm	116
Tabela 4.9 – Análise de Variância – partículas < 63 μm	116
Tabela 4.10–Respostas do modelo R^2 Anova – Planejamento Fatorial (Peneiramento).	119
Tabela 4.11–Resultado planejamento fatorial (difração a laser).	121
Tabela 4.12–Análise de Variância – <i>MV</i> (μm).	122

Tabela 4.13–Análise de Variância – D10% (μm).	122
Tabela 4.14–Análise de Variância – D50% (μm).	122
Tabela 4.15–Análise de Variância – partículas entre – D90% (μm).	122
Tabela 4.16–Respostas do modelo R^2 Anova – Planejamento Fatorial (Difração a laser).	124
Tabela 4.17–Resultado planejamento superfície resposta (peneiramento).	125
Tabela 4.18–Análise de Variância Superfície Resposta – Peneira 425 > (μm).	126
Tabela 4.19–Análise de Variância Superfície Resposta – Peneira (425–150) (μm).	126
Tabela 4.20–Análise de Variância Superfície Resposta – Peneira (150–63) (μm).	127
Tabela 4.21–Análise de Variância Superfície Resposta – Peneira < 63 (μm).	127
Tabela 4.22–Resumo dos parâmetros utilizados para avaliar o ajuste – RSM (peneiramento).	127

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ACP's	Agente controlador de processo
ANOVA	Análise de variância
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
AOD	<i>Argon oxygen decarburisation</i>
AP	<i>Axial points</i>
ASM	<i>American society for metals</i>
CCC	Cúbica de corpo centrado
CFC	Cúbica de face centrada
CCD	<i>Central Composite Design</i>
CCI	Arranjo inscrito
CP	<i>Center Points</i>
CR	Material como recebido
DOE	<i>Design of experiments</i> (planejamento de experimentos)
DRX	Difração de Raios-x
HEM	High Energy Milling
D10	Distribuição acumulativa de 10 %
D50	Distribuição acumulativa de 50 %
D90	Distribuição acumulativa de 50 %
EDS	Energia dispersiva de raios x
ERE	Modo elétron retroespalhado
ES	Modo elétron secundário;
FEA	Forno elétrico a arco

FFD	<i>Full Factorial Designs</i>
HIP	<i>Hot isostatic pressure</i>
HSS	<i>High speed steel</i>
MA	<i>Mechanical alloying</i>
MAE	<i>Moagem de alta energia</i>
MC	Matriz tipo carbetto de vanádio
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MM	<i>Mechanical Milling</i>
MO	Microscópio óptico
MO_2C	Carbetto de molibdênio
MP	Metalurgia do Pó
M_7C_3	Matriz tipo carbetto de cromo
LCE	Laboratório de caracterização microestrutural
LPCM	Laboratório de processamento e caracterização de materiais
OSD	<i>Óxido Dispersion Strengthened</i>
OSD	<i>Organização Internacional do Comercio</i>
RSM	<i>Response Surface Methodology</i>
SE	<i>Secondary electrons</i>
UNIFEI	Universidade Federal de Itajubá
V [®] 8	Vanadis [®] 8
VC	Carbetto de vanádio
VD	Desgaseificação a vácuo
VOD	<i>Vacuum Oxygen decarburization</i>

LISTA DE SÍMBOLOS

D	Tamanho de cristalito em (nm) em uma direção hkl
E_i	Efeito Estimado
β_L	Largura a meia altura (FWHM) do pico de difração corrigido
k	Constante de Scherrer
E	Energia requerida em (J)
ΔS	Varição da área superficial em (m^2)
Fe_α	Ferrita
γ	Energia superficial específica (J/m^2)
R_{adj}^2	Coefficiente de determinação ajustado
μ	Média dos resultados
$\tau\beta_{ij}$	Efeito de iteração entre os fatores A e B
$\mu_i(i = 1, \dots, 7)$	Coefficientes de regressão
τ_i	Efeito principal do fator A
$\beta\gamma_{jk}$	Efeito dos fatores B e C
β_J	Efeito principal do fator B
$\tau\beta\gamma_{ijk}$	Efeito de iteração entre os fatores A, B e C
γ_k	Efeito principal do fator C
ε_{ijk}	Erro experimental
N	Número total de Experimentos
$\sum y_i \cdot x_i$	Soma dos resultados y_i dos experimentos multiplicados pela coluna x_i
x_i	Variáveis independentes
β_i	Coefficientes a serem estimados

k	Variáveis independentes
D_m	Diâmetro da peça em (mm)
n	Rotação em (rpm)
V_f	Avanço da Mesa em (mm/min)
f_z	Avanço por dente em (mm/dente)
z	Número de insertos
a_p	Profundidade de corte em (mm)
P_c	Potência de usinagem efetiva em (KW)
η	Coefficiente da eficiência da máquina
f	Avanço por rotação em (mm/rot)
V_c	Velocidade de corte (m/min)
K_c	Coefficiente de força específica de corte em (MPa)
CuK_α	Radiação monocromática via cobre
n	Número natural
λ	Comprimento de onda da radiação incidente
d	Distância entre planos atômicos
θ	Ângulo de incidência em relação ao plano considerado
R_{wp}	Fator de perfil ponderado
R_{exp}	Fator de perfil esperado
$Y_{i,obs}$	Intensidade observada
$Y_{i,calc}$	Intensidade calculada
W_i	Peso do ponto i na difração do perfil
N	Número de observações
P	Número de parâmetros

SUMÁRIO

1	Introdução	24
1.1	Considerações iniciais	24
1.2	Objetivos	26
1.3	Motivação	27
2	Revisão Bibliográfica	33
2.1	Aços ferramentas	33
2.2	Classificação dos aços ferramentas	37
2.2.1	Aço rápido	37
2.2.2	Aços para trabalho a quente	38
2.2.3	Aços para deformação a frio	38
2.2.4	Aços resistentes ao choque	39
2.2.5	Aço baixa liga (<i>Low alloy</i>)	39
2.2.6	Aço moldes	39
2.2.7	Aços temperáveis em água	39
2.3	Efeitos dos elementos de liga	41
2.3.1	Carbono	41
2.3.2	Cromo	42
2.3.3	Molibdênio	42
2.3.4	Vanádio	42
2.3.5	Silício	43
2.3.6	Manganês	43
2.4	Formação de fases nos aços ferramentas	43
2.5	Aços ferramenta fabricados por metalurgia do pó	45
2.6	Formação de carbeto nos aços da família Vanadis	47
2.7	Reciclagem de materiais	48
2.8	Metalurgia do pó	50
2.8.1	Moagem de alta energia (MAE)	52
2.8.1.1	Dúctil-dúctil	54
2.8.1.2	Dúctil-frágil	55
2.8.1.3	Frágil – frágil	56
2.8.2	Variáveis do processo (MAE)	57

2.8.2.1	Tipos de moinho	57
2.8.2.2	Tempo de moagem	58
2.8.2.3	Velocidade de moagem	58
2.8.2.4	Razão entre a massa de material e massa de esferas	59
2.8.2.5	Porcentagem de volume ocupado pelo recipiente de moagem	59
2.8.2.6	Atmosfera de moagem	59
2.8.2.7	Agentes controladores de processo (ACP's)	60
2.8.3	Adição de carbeto no processo de moagem	61
2.9	Planejamento de experimentos	62
2.9.1	Planejamento fatorial completo	65
2.9.2	Superfície resposta	67
3	Materiais e Métodos	71
3.1	Materiais	74
3.2	Métodos	74
3.2.1	Usinagem e formação dos cavacos	75
3.2.2	Preparação do CR para análise microscópica	77
3.2.3	Caracterização microestrutural	77
3.2.3.1	Microscópio óptico	77
3.2.3.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV/EDS)	77
3.2.3.3	Distribuição Granulométrica das Partículas	78
3.2.3.4	Difração de Raios X (DRX)	79
3.3	Refinamento de Rietveld	81
3.3.1	Tamanho de cristalito e análise percentual de fase cristalina	82
3.3.1.1	Tamanho de Cristalito	82
3.3.1.2	Análise do percentual de fase cristalina	83
3.3.2	Moagem de Alta Energia – 1ª Fase	84
3.3.3	Moagem de Alta Energia – 2ª Fase – Planejamento de Experimentos (DOE)	86
4	Resultados e Discussões	91
4.1	Caracterização do aço Vanadis [®] 8 como recebido (CR)	91
4.1.1	Microscopia ótica	91
4.1.2	Mapeamento via EDS	92
4.1.3	DRX	95
4.1.4	Refinamento de Rietveld	98

4.2	Moagem de Alta Energia – 1 ^a Fase, verificação da eficiência da adição de carbetos no processo	99
4.2.1	Análise microestrutural e morfológica das partículas	99
4.2.2	Tamanho de cristalito e análise percentual de fase cristalina	108
4.2.2.1	Tamanho de Cristalito	108
4.2.2.2	Análise do percentual de fase cristalina	109
4.3	Planejamento de Experimentos - 2 ^a Fase MAE	114
4.3.1	Planejamento Arranjo Fatorial	114
4.3.1.1	Peneiramento	115
4.3.1.2	Difração a laser	121
4.3.2	Planejamento Superfície Resposta	125
5	Conclusões	133
5.1	Conclusões	133
5.2	Sugestão para trabalhos futuros	134
	Referências	135
	 Apêndices	 142
	 Anexos	 143
	ANEXO A Resultado Refinamento de Rietveld	144
A.1	(CR)	145
A.2	(V [®] 8 sem adição de carbetos)	146
A.3	(V [®] 8 com adição de 3% <i>Mo₂C</i>)	147
A.4	(V [®] 8 com adição de 3% <i>VC</i>)	148
	ANEXO B Resultado da difração a laser – 1^o fase da MAE	149
B.1	(V [®] 8 sem adição de carbetos - 4 horas)	150
B.2	(V [®] 8 sem adição de carbetos - 8 horas)	151
B.3	(V [®] 8 sem adição de carbetos - 12 horas)	152
B.4	(V [®] 8 + 3% de <i>VC</i> - 4 horas)	153
B.5	(V [®] 8 + 3% de <i>VC</i> - 8 horas)	154

B.6	(V [®] 8 + 3% de VC - 12 horas)	155
B.7	(V [®] 8 + 3% de Mo ₂ C - 4 horas)	156
B.8	(V [®] 8 + 3% de Mo ₂ C - 8 horas)	157
B.9	(V [®] 8 + 3% de Mo ₂ C - 12 horas)	158
ANEXO C Resultado da difração a laser – 2^o fase da MAE		159
C.1	(V [®] 8 + 3% de VC)- Amostra 1	160
C.2	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 2)	161
C.3	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 3)	162
C.4	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 4)	163
C.5	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 5)	164
C.6	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 6)	165
C.7	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 7)	166
C.8	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 8)	167
C.9	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 9)	168
C.10	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 10)	169
C.11	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 11)	170
C.12	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 12)	171
C.13	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 13	172
C.14	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 14	173
C.15	(V [®] 8 + 3% de VC) - Amostra 15	174

1 INTRODUÇÃO

1.1 Considerações iniciais

A busca pela produção de aços com baixo custo, elevada dureza, resistência ao desgaste alinhada a alta tenacidade, continua sendo alvo de pesquisa para solucionar diversos problemas do setor industrial em geral. Como uma alternativa para sanar este problema, o mercado busca desenvolver soluções para aumentar a vida útil das ferramentas, estas que são submetidas a condições de trabalhos extremo.

Os aços ferramentas são utilizados na fabricação de moldes, matrizes, ferramentas para conformação de chapas, ferramentas de corte de materiais ferrosos e não ferrosos entre outros. Embora sua maior aplicação esteja voltada para a indústria automobilística, eles abastecem também os segmentos de eletro-eletrônicos e extrusão de alumínio (COBB, 2008).

Segundo a AISI (*American Iron and Steel Institute*), existe uma grande variedade de aços ferramentas dividida em diversos níveis, dentre os quais encontra-se o aço rápido. O aço rápido tem boa tenacidade, elevada dureza, resistência à abrasão, e sob elevadas temperaturas tem alta resistência mecânica. Tais propriedades são obtidas através da adição de altos teores de carbono, e ligas com tungstênio, molibdênio, vanádio, manganês e cromo (WANG; CHANG, 1995).

Consequentemente, frente aos desafios gerados pela busca e desenvolvimento de materiais com alto desempenho, a adição de vanádio como elemento de liga em aços ferramentas, se tornaram referência no mercado para produtos que precisam resistir altos desgastes por abrasão associado a uma ótima tenacidade (MAHLAMI; PAN, 2017).

Além disso, a adição de vanádio como elemento de liga no aço ferramenta, aumenta cinco vezes mais a vida útil se comparado ao ferro fundido com alto teor de cromo, fazendo do vanádio um elemento fundamental para as propriedades mecânicas do aço, com atuação especial nos aços de alta liga, onde a resistência ao desgaste depende da distribuição granulométrica, morfologia e quantidade dos carbonetos contidos na matriz (WEI; ZHU *et al.*, 2006).

Com isso, a fabricação do aço rápido na maioria das vezes é realizada pelo processo de fundição. No entanto, quando se trata de aços com adição de elementos químicos que possuem diferentes pontos de fusão, a metalurgia do pó se torna o processo mais viável, pois é capaz de produzir de-

terminadas ligas de altíssima dureza, como é o caso das ligas com adição de carbeto de tungstênio (SURYANARAYANA, 2004).

Devido à grande eficiência da metalurgia do pó na redução de custos e na fabricação em grande escala de componentes como metal refratário (tungstênio, molibdênio), metal duro (carbeto sinterizados de tungstênio, titânio) e materiais porosos (filtros e buchas), o processo se tornou cada vez mais atraente se comparado aos processos de fabricação convencionais (DANNINGER; GIERLMAYER, 2013).

A metalurgia do pó difere dos outros processos pela ausência da fase líquida ou presença apenas parcial da fase líquida, sendo uma técnica de fabricação que permite a produção de peças com formas definidas dentro de tolerâncias dimensionais apertadas, com características estruturais e físicas difíceis de serem obtidas através de outros processos metalúrgicos, sendo as principais vantagens do processo: perda mínima de matéria prima, controle rigoroso da composição química, boa tolerância dimensional dispensando operações posteriores de usinagem e emprego de baixa energia (CHANG, 2013).

Uma das etapas mais importantes na metalurgia do pó é a seleção do pó e dos elementos adicionais para otimização das propriedades mecânicas das peças obtidas por este processo, essas escolhas possuem influência marcante nas propriedades finais dos produtos obtidos. Entretanto, peças fabricadas por metalurgia do pó, geralmente possuem porosidade residual e uma estrutura heterogênea, que prejudica as propriedades mecânicas do produto, logo, a etapa da mistura deve sempre visar uma homogeneidade das matérias primas utilizadas, que nem sempre são plenamente alcançadas com a utilização de misturadores convencionais (SURYANARAYANA, 2001).

Nesse contexto, surgiu o aço Vanadis[®] 8, material produzido por metalurgia do pó, formado pela liga cromo, molibdênio e vanádio, caracterizado por alta resistência ao desgaste, alta resistência a compressão, resistente a altas temperaturas, alta tenacidade, adequado para ferramentas de longo prazo. Possui em sua composição química elevado teor de carbono, 2,30 %, teor não encontrado em um processo de fundição convencional. Ideal para diversas aplicações, em particular na produção de componentes automotivos que utilizam processos com estampagem ou processos repetitivos, reduzindo o risco de falhas nas ferramentas. Utilizado em ferramentais onde o metal duro tende a se lascas ou trincar. Devido ao controle rigoroso no balancemanento para a formação da liga pelo processo de metalurgia do pó, o aço Uddeholm Vanadis[®] 8 Superclean, tem o mesmo procedimento de tratamento térmico do aço AISID2, com a grande vantagem de ter uma excelente estabilidade dimensional após o tratamento térmico de endurecimento e revenimento (UDDEHOLM, 2016).

No entanto, a usinagem do Vanadis[®] 8 nos processos para fabricação de matrizes, punções para forjamento, ferramentas de conformação a frio e de corte, geram resíduos metálicos que, quando descartados incorretamente causam grande desperdício de recurso financeiro, evidenciado pelo preço de aproximadamente R\$ 300,00 o kilo deste material. Além disso, este trabalho tem apelo sustentável, já que estes subprodutos metálicos são descartados de forma incorreta no meio ambiente.

Sendo assim, neste trabalho realizou-se a reutilização dos resíduos metálicos gerados pela usinagem do Vanadis[®] 8, através da metalurgia do pó utilizando a moagem de alta energia. Com a finalidade de melhorar as propriedades mecânicas e econômicas do tempo de moagem, foi realizado um estudo com três configurações distintas dos pós do Vanadis[®] 8, primeiro sem adição de carbetos, segundo com a adição de 3% de carbetos de vanádio e por fim com a adição de 3% de carbetos de molibdênio. Após o resultado sobre estudo da viabilidade da adição de carbetos nos pós, será aplicada a técnica arranjo fatorial e superfície resposta do planejamento de experimentos (DOE), para definir a influência dos parâmetros tempo e rotação na configuração com a melhor homogeneização da distribuição das partículas, e, conseqüentemente, validar o processo para obtenção do pó, sendo o pó matéria prima para validação de uma rota alternativa e sustentável frente aos processos convencionais.

1.2 Objetivos

O objetivo desta dissertação foi estudar o reaproveitamento dos cavacos gerados pela usinagem do Vanadis[®] 8 pela rota do processo de fabricação por metalurgia do pó utilizando moagem de alta energia. Tendo como objetivos específicos:

- Avaliar a eficiência da adição de carbetos na moagem de alta energia comparando três arranjos distintos: pós de Vanadis[®] 8 sem adição de carbetos, pós de Vanadis[®] 8 com adição de 3% de carbetos de vanádio e pós de Vanadis[®] 8 com a adição de 3% de molibdênio;
- Obter entre os arranjos, a configuração com melhor desempenho para redução e homogeneização das partículas, utilizando as técnicas: MEV (microscopia eletrônica de varredura), DRX (difração de raios X) e difração a laser;
- Utilizar o planejamento de experimentos DOE (*design of experiments*) fatorial e superfície resposta para analisar o efeito dos parâmetros tempo e rotação na otimização dos processos;
- Validar o modelo encontrado.

1.3 Motivação

Os aços ferramentas são aços com teores de 0,8 a 1,5% de carbono, capazes de serem endurecidos e temperados. Representam uma grande parcela do segmento de aços especiais, por sua excelente resistência mecânica alinhado ao custo relativamente baixo. Empregado na fabricação de ferramentas de corte, afiação, conformação de chapas, corte a frio ou quaisquer outras formas relacionadas com a modificação de um material para um formato utilizável. Caracterizados por elevada dureza e resistência à abrasão, associados a uma ótima tenacidade e manutenção das propriedades de resistência mecânica em elevadas temperaturas. Isso é devido aos elementos de liga em sua composição como: cromo, manganês, cromo e molibdênio (TAŃSKI *et al.*, 2014).

Com base nos dados do SIMA (*Steel Import Monitoring and Analysis*), a AISI (*American Iron and Steel Institute*) informou que no ano de 2017 as importações de aços acabados foram de aproximadamente 38 milhões de toneladas envolvendo o comércio global, um aumento de 3,4% em relação ao ano de 2016. Segundo as licenças da SIMA no ano de 2017, comparando o mês de dezembro com o final de novembro, as importações dos aços ferramentas acabadas tiveram um aumento de 52%, revelando assim, o aumento do consumo deste produto e a grande importância aços ferramentas para o mercado industrial globalizado (AISI, 2018).

Nesse cenário, pesquisas vêm sendo desenvolvidas para produzir aços de altíssima qualidade por métodos que empregam baixo consumo de energia, sempre visando a diminuição de custos de produção. Sendo assim, diante do constante crescimento dos processos de fabricação que solicitam alta resistência para as ferramentas de corte e elevada deformação plástica, a metalurgia do pó se tornou uma alternativa viável se comparado aos métodos convencionais, pois é uma técnica flexível capaz de produzir composições não possíveis em outros processos, com boa homogeneidade química, geometrias complexas e porosidade controlada (WANG; CHANG, 1995; ANGELO; SUBRAMANIAN, 2008; CHANG; ZHAO, 2013; CHANG, 2013; RAIHANUZZAMAN *et al.*, 2014).

Dentro da metalurgia do pó existem diversos processos para obtenção do pó metálico. Entretanto, essa escolha obedece a critérios sobre as propriedades do material e das características que se deseja do pó, em função da aplicação pretendida. Desta maneira, com a necessidade de aprimoramento das propriedades mecânicas dos metais, os pesquisadores têm enfrentado um grande desafio para aperfeiçoar a produção de metais duros com tamanhos de partículas cada vez menores (RAIHANUZZAMAN *et al.*, 2014).

Consequentemente, a MAE (Moagem de Alta Energia) tornou-se o método mais usual para fabricar pós nanocristalinos, devido à simplicidade do processo, assim como o baixo custo dos equipamentos e o grande potencial para produção em larga escala (NANOENGINEERING, 2019).

As principais justificativas para escolha da MAE em relação à MC (Moagem Convencional) são:

- Atmosfera de moagem é controlada por vácuo ou gases na MAE
- Energia de impacto na MAE é normalmente 1000 vezes maior que na MC;
- O tamanho de partícula na MC alcança tamanhos micrométricos e na MAE nanométricos
- As transformações de fases e reações químicas podem ser alcançadas somente pela MAE (FERNANDES; PUGA; SENOS, 2019).

Com a busca permanente da indústria metal mecânica por processos sustentáveis, a reutilização de cavacos de usinagem pode ser uma alternativa muito vantajosa, haja vista, que esse procedimento reduz o consumo de recursos naturais, assim como promove a minimização dos impactos ambientais gerados pelo descarte incorreto deste subproduto. Em muitos casos, os cavacos gerados pelos processos de conformação mecânica são vendidos para empresas que não tem compromisso com o meio ambiente, além disso, as companhias de reciclagem precisam fundir esse subproduto ou utilizar processos com altos custos para recuperar esse material (MENDONÇA *et al.*, 2018a).

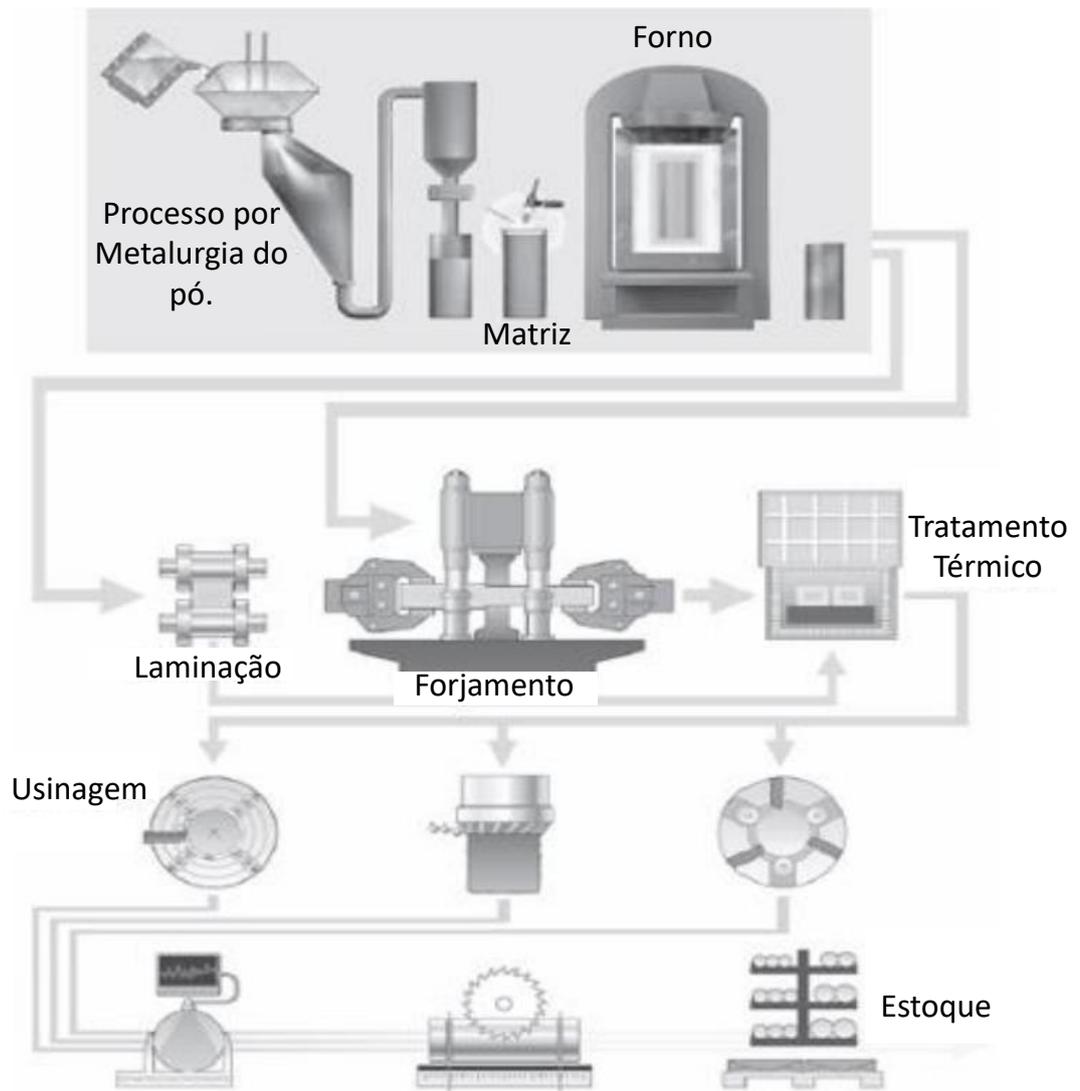
Neste trabalho, pretende-se reutilizar os cavacos gerados pela conformação do aço ferramenta Vanadis[®] 8 pelo processo por Metalurgia do Pó utilizando a Moagem de Alta Energia.

O Vanadis[®] 8 é um material de altíssimo desempenho produzido por metalurgia do pó. Devido ao resfriamento rápido na atomização, os grãos se solidificam rapidamente, não dando tempo para o crescimento de carbeto. Outro ponto importante é que o processo MP permite uma distribuição homogênea de pequenos carbeto na matriz, sendo este resultado oposto ao que se tem na fundição convencional, onde o resfriamento dos lingotes permite a formação de estruturas grosseiras de carbeto, gerando dificuldades para trabalho a quente. Além disso, o Vanadis[®] 8 contém em sua composição química elevado teor de carbono, aproximadamente 2.3%, um valor encontrado somente em aços ferramentas produzidos pela metalurgia do pó.

Assim sendo, este trabalho se destaca por propor uma nova rota de fabricação para aços ferromentados com alto valor agregado. Além disso, a ideia de aproveitamento pode ser estendida para outros materiais e processos, contribuindo efetivamente para o desenvolvimento sustentável. Para justificar a ideia principal da dissertação de “reaproveitamento”, pretende-se obter a matéria prima para construção de um subproduto com propriedades mecânicas próximas às do material disponibilizado comercialmente. Para isso, serão avaliadas a morfologia dos pós e distribuição granulométrica com a finalidade de se obter uma matéria prima com características de partículas homogêneas e menores que $150 \mu m$.

Nesta pesquisa também foi realizada a verificação da eficiência da adição de carbetos na mistura do pó de Vanadis[®] 8 e, através da metodologia (DOE) superfície de resposta, realizar a otimização do processo para obtenção da matéria prima. Entretanto, para melhor entendimento do objetivo do trabalho será ilustrado na Figura 1.1 o passo a passo de como a (*Uddeholm*) fabrica o aço ferramenta, em comparação com a Figura 1.2 e Figura 1.3, onde serão abordados respectivamente como surgiu a ideia de reaproveitar o Vanadis[®] 8 e a proposta deste trabalho, de oferecer uma rota alternativa de reciclagem por meio da metalurgia do pó, com foco no desenvolvimento sustentável e minimização de custos.

Na Figura 1.1, a Uddeholm[®] utiliza dentro do processo de metalurgia do pó, a atomização, para obter o Vanadis[®] 8. A técnica consiste em empregar nitrogênio gasoso para atomizar o aço fundido em pequenas gotas ou grãos. Cada um desses grãos se solidifica rapidamente e há pouco tempo para crescimento dos carbonetos. Estes pós são compactados em lingotes em uma prensa isostática à quente em alta temperatura e pressão. O lingote é então laminado ou forjado em barras de aço por métodos convencionais. A estrutura resultante do aço é completamente homogênea com pequenos carbetos distribuídos aleatoriamente. No entanto, isso faz deste material um aço especial, pois ao mesmo tempo que os carbetos não promovem a iniciação de fissuras, eles conseguem proteger o aço do desgaste. Além disso, o processo de metalurgia do pó é desenvolvido em etapas a fim de melhorar a pureza do aço, pois as grandes inclusões de escórias podem criar regiões de iniciação de formação de fissuras. Hoje, a Uddeholm[®] fornece ao mercado a terceira geração de aços de alto desempenho, considerado por muitos o aço mais puro do mercado (UDDEHOLM, 2016).

Figura 1.1 – Processo de Fabricação Vanadis[®] 8 Uddeholm.

Fonte – Adaptado de UDDEHOLM (2016)

A Figura 1.2, demonstra um simples exemplo de como é solicitado o uso do Vanadis[®] 8 dentro de algumas empresas. No primeiro passo é comum a linha de produção requisitar ferramentas de corte, dobra, repuxo ou calibradores para auxiliar na fabricação de acessórios ou dispositivos que irão facilitar o processo de manufatura.

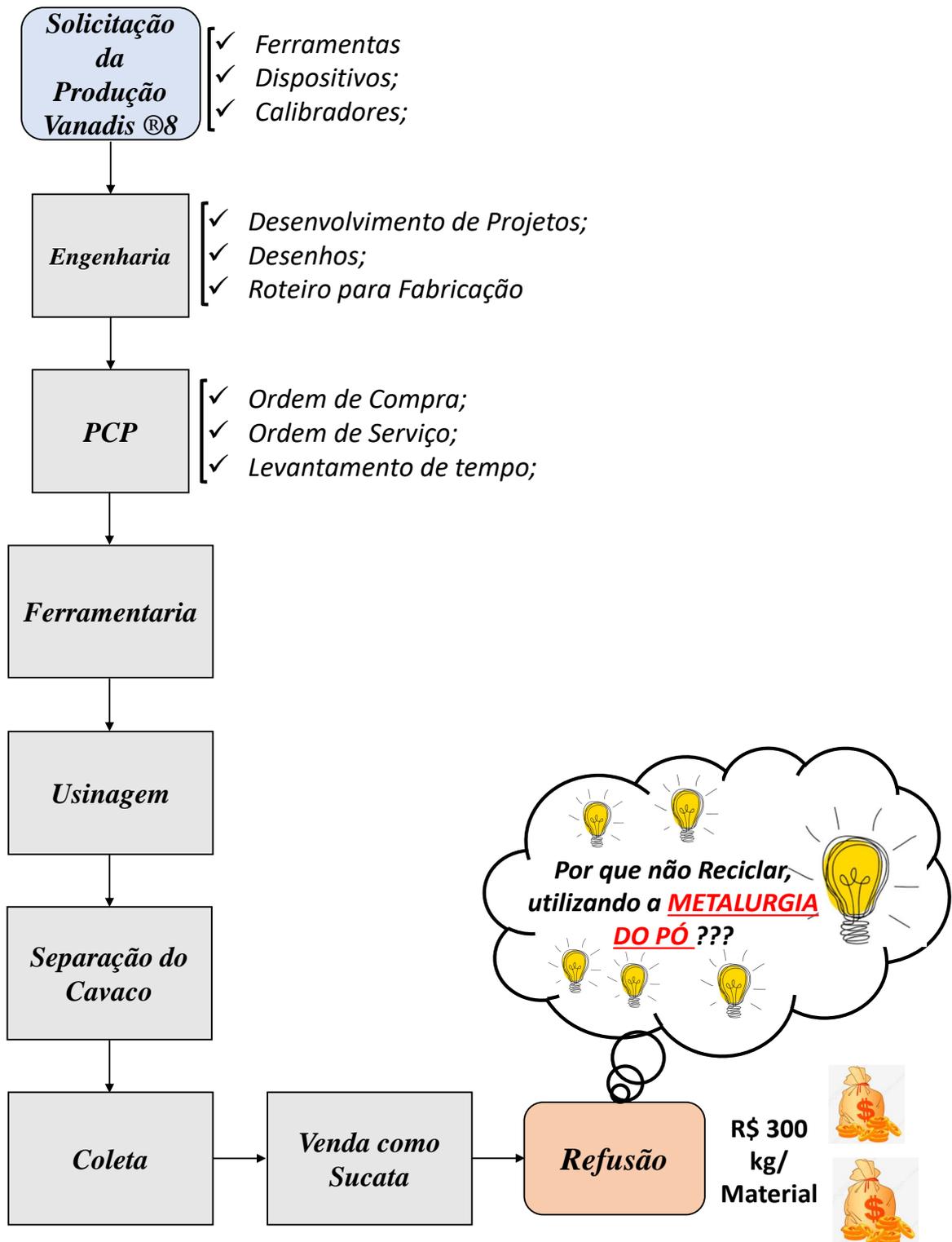
Após a requisição, o departamento de Engenharia recebe o pedido, define a necessidade de utilização do Vanadis[®] 8 e desenvolve o projeto, enviando todos os desenhos de fabricação para o PCP (Planejamento e Controle da Produção).

Depois disso, o PCP tem a responsabilidade de emitir a ordem de compra do aço ferramenta, e, em paralelo, preparar as ordens de serviço, fazendo todo o levantamento de tempo para execução do pedido.

Em seguida, a Ferramentaria recebe o material e os desenhos e passa para a usinagem executar a conformação do material gerando o cavaco. Empresas que têm responsabilidade com o meio ambiente, fazem uma coleta mais seletiva destes cavacos. Entretanto, não são todas.

Porém, todo cavaco coletado, na maioria das vezes é vendido como sucata, onde estes resíduos metálicos são refundidos. Nesta condição, este estudo tem como ideia principal reciclar um produto com alto valor agregado por um processo de fabricação diferente do usual.

Figura 1.2 – Fluxograma de utilização do Vanadis[®] 8 nas empresas.



Fonte – Autor

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços ferramentas

Os aços ferramentas são aços a base de ferro, com propriedades diferentes do aço carbono, devido a presença dos elementos de liga em sua composição química. Os elementos de liga como tungstênio, vanádio, molibdênio, cromo, cobalto, silício, níquel, entre outros, oferecem a este produto, propriedades que determinam sua aplicação. Sendo assim, este tipo de aço é utilizado na fabricação de ferramentas de cortes a frio, ferramentas para conformação de chapas, moldes e matrizes. Além disso, os aços ferramentas são capazes de serem endurecidos e temperados, ou seja, após tratamento térmico, apresentam aumento de dureza, resistência ao desgaste e ganho de estabilidade dimensional sob elevadas temperaturas (HØJERSLEV, 2001).

A descoberta dos aços ferramentas foi realizada por Robert Mushet em 1868, usando por um acaso a adição de tungstênio como elemento de liga. A progressão dos estudos veio com o trabalho de Taylor e White 1890, em que os autores utilizaram aços com elementos de liga como tungstênio, cromo e vanádio para realizar experiências no sentido de determinar a velocidade, profundidade e avanços de corte mais convenientes. No entanto, no século XIX existiam muitas perguntas sem respostas a respeito das inter-relações entre a quantidade de carbono e a composição dos elementos de liga. Os questionamentos e dúvidas existiam devido ao ritmo lento do desenvolvimento de métodos de análise química precisa alinhada com a limitação da metalografia. Em 1892 John W. Langley entregou a Sociedade de Engenheiros Civis um artigo afirmando que o manganês era essencial para neutralizar os efeitos negativos do enxofre e oxigênio (ROBERTS; KENNEDY; KRAUSS, 1998).

Em 1902 Otto Thallner, em seu livro sobre aços ferramentas resume os efeitos dos elementos mais comumente usados manganês, tungstênio, cromo e níquel. Embora, a evolução histórica dos aços ferramentas não pode ser separada da evolução do aço e do ferro, em geral, conceitos de liga e seu papel no endurecimento foram estabelecidos na segunda metade do século XIX. Entretanto, no final do século XIX existia muito segredo sobre a fabricação do aço, assim, no início do século XX, com o crescimento da demanda de produtos manufaturados e o progresso contínuo da tecnologia da instrumentação, houve a necessidade da comunidade científica internacional pelo compartilhamento das informações, pois muitos dos parâmetros envolvidos na construção do aço dependia de tentativa e erro. A partir de 1920 com a grande expansão da capacidade produtiva o consumo pelo aços ferramentas aumentou consideravelmente (ROBERTS; KENNEDY; KRAUSS, 1998).

Conforme apresentado na Figura 2.1 é pontuado as datas dos grandes marcos no desenvolvimento dos aços ferramentas

Figura 2.1 – Evolução Histórica dos Aços Ferramentas.

EVOLUÇÃO HISTÓRICA DOS AÇOS FERRAMENTAS	DATA	DESENVOLVIMENTO
	1200 A.C	Primeiro documento sobre os Aços
	350 A.C	Aço Wootz da Índia
	540 D.C	Aço Damasco
	900 D.C	Espada Japonesa
	Idade das Trevas	Produção de Aço por Cementação de Ferro
	1740	Aço Crucificado
	1868	Aço de liga de tungstênio endurecido ao ar: Mushet
	1898	Aço rápido para trabalho a quente: Taylor /White
	1903	Protótipo do Aço rápido moderno
	1904	Liga com 0,3% de vanádio
	1906	Introdução do forno elétrico na fabricação de aços.
	1910	Aço rápido T1
	1912	Adição de 3 a 5% de carbono
	1923	12 % de carbono para usinagem em alta velocidade
	1939	Aço M4 e T15
	1940	Início da substituição do molibdênio pelo tungstênio
	1953	Aço Rápido Sulfurizado para usinagem livre
	1961	Rockwell C Aço Rápido M40
	1970	Introdução dos Aços Rápidos fabricados por Metalurgia do Pó
	1973	Maior teor de silício e níquel no M7 para aumentar a dureza
	1980	Desenvolvimento do Metal Duro
	1980	Aços rápidos revestidos com nitreto de titânio
	1982	Aço rápido modificado por alumínio

Fonte – Adaptado de Roberts, Kennedy e Krauss (1998)

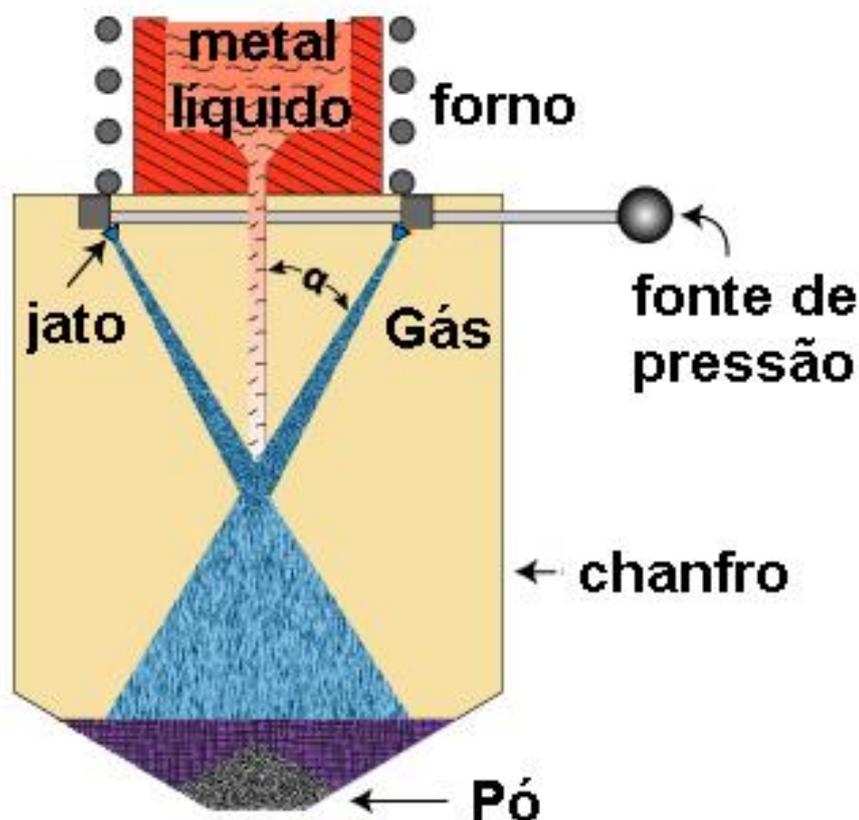
O principal processo metalúrgico de obtenção dos aços ferramentas é a fundição. Na primeira etapa, a partir das sucatas, os aços são fundidos em forno elétrico a arco (FEA) e posteriormente passam por um refino primário. Na segunda etapa o metal líquido é transferido para o forno panela, seguindo para operações de refino secundário, como processo VD (desgaseificação a vácuo), AOD (*Argon Oxygen Descarburization*), VOD (*Vacuum Oxygen Descarburization*). Após o refino secundário e ajuste da composição química, o aço é conduzido a um processo de lingotamento contínuo ou convencional, para obtenção de placas, chapas e perfis (TOTTEN, 2006).

Todavia, a fabricação dos aços ferramentas esta diretamente ligada ao controle rigoroso dos elementos de liga, bem como a redução das impurezas no material, o que torna o processo de obtenção dos aços complexo pelo método de fundição convencional. Os aços ferramentas, geralmente são fundidos em pequenas quantidades, na maioria das vezes em fornos elétricos. Já a seleção da matéria-prima é um fator importante para o processo de fabricação, sendo que a homogeneidade é fundamental para o sucesso da construção do produto. Estas e outras particularidades sempre caracterizaram o aço ferramenta como um material de custo mais elevado em comparação aos aços comuns, assim, a partir do final do século XX, começa a ser desenvolvida outra técnica de fabricação de aços ferramentas no mundo (PAZ, 2016).

Na década de 1960 um extenso estudo pelo centro de pesquisas (*Crucible Materials Research Centre, Colt Industries, Pittsburgh, USA*) tinha por finalidade produzir pelo processo de metalurgia do pó, aços ferramentas submetidos a altas velocidades. O primeiro esforço neste estudo foi voltado para a necessidade de minimizar a segregação de carbonetos no aço, embora muitas companhias fabricantes de aço em todo mundo já vinham com sucesso limitado se esforçando para isso. Grande parte do trabalho na época foi direcionado para melhoria da prática de solidificação nos lingotes no método de fundição convencional, em contra partida, o processo por metalurgia do pó apresentava uma alta taxa de solidificação para pequenas partículas de pó, sendo considerado o melhor método para minimizar a segregação de carbonetos. No entanto, a tecnologia para se fabricar aços ferramentas em quantidades comerciais exigidas pelo mercado com alta qualidade era inexistente, em 1967, a *Crucible* anunciou um novo processo de metalurgia para produzir aços rápidos em grande escala (KAZAK; DULIS, 1978).

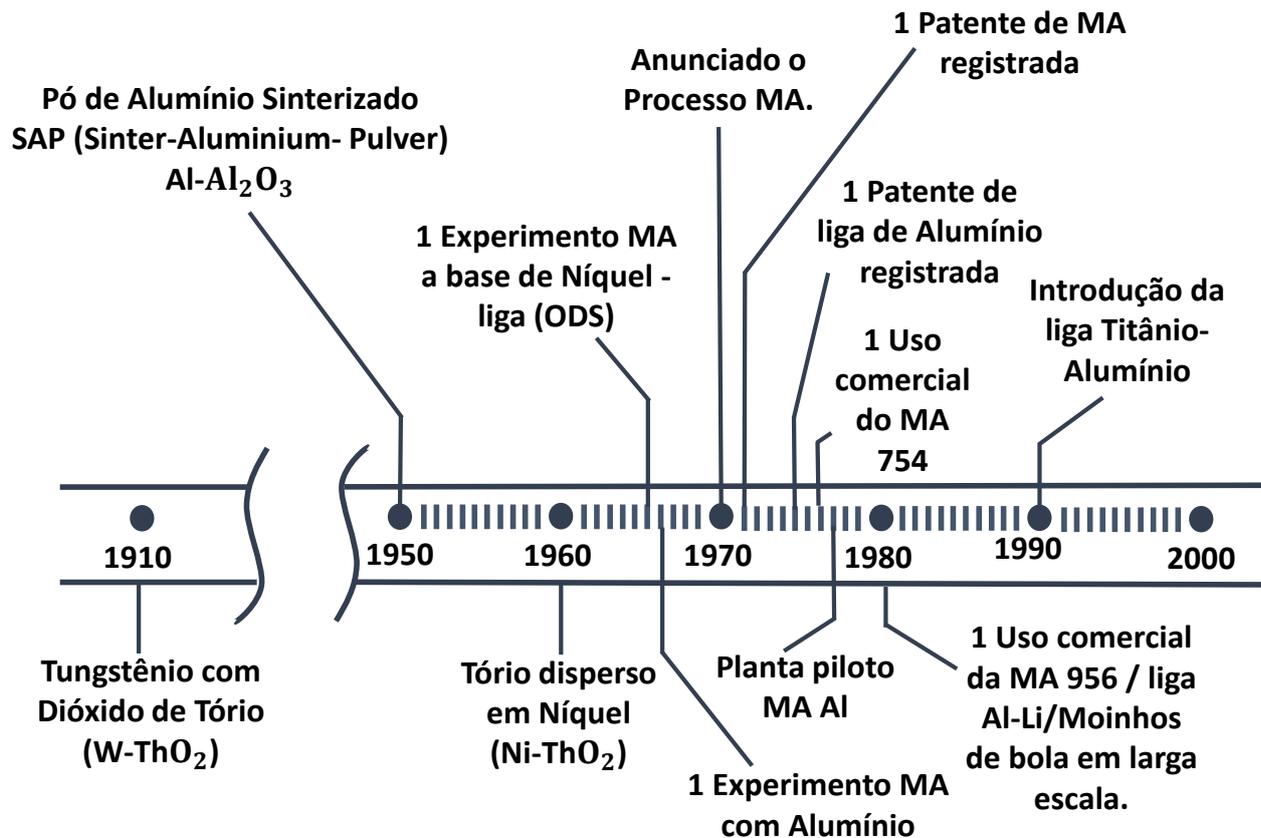
Sendo assim, em meados de 1970, inicia a produção de aços ferramentas através do processo de atomização por gás (GAP), e em 1985 surge o desenvolvimento de novas ligas produzidas pelo processo de metalurgia do pó. Neste processo de atomização por gás, conforme é apresentado na Figura 2.1, o metal líquido é resfriado muito rápido, diminuindo significativamente as segregações se comparado ao método de fundição convencional. O aço fundido é vazado dentro de uma câmara atomizadora, passando através de um orifício formando um filete líquido que é bombardeado por um gás que utiliza argônio e nitrogênio N_2 ou água a alta pressão, fazendo com que as partículas de aço solidifiquem rapidamente. As partículas obtidas pelo processo de atomização são colocadas em uma matriz com a geometria desejada e passam por um processo de compactação e sinterização com pressões em torno de 100 Mpa a temperatura de 1100 C HIP - *Hot Isostatic Pressing*, onde o pó é densificado, dando a forma final ao aço sinterizado (LAGUTKIN *et al.*, 2004).

Figura 2.2 – Processo por atomização a gás



Fonte – Adaptado de Dobrzański e Matula (2012)

Em paralelo ao desenvolvimento do processo por atomização por gás (GAP) em 1966, *Jonh S. Benjamin* e seus colegas do laboratório de pesquisas da *International Nickel Company (INCO)* descobrem a técnica de processamento de pó *Mechanical Alloying* – (MA), que permite a produção de materiais homogêneos a partir da mistura de pó, e além disso, produzir uma grande variedade de aços ferramentas. A pesquisa tinha como objetivo descobrir um material altamente resistente a oxidação e corrosão e que suportasse a altas temperaturas e pressões. Essa técnica foi resultado de uma longa pesquisa para produzir superligas a base de níquel para aplicação em turbinas a gás. Tanto o endurecimento por precipitação quanto o fortalecimento da dispersão de óxidos nos sistemas de liga, foram descobertos na década de 1960. Entretanto, apesar de ser um método poderoso a MA não era um processo com capacidade de assumir uma grande demanda. Foi então, que Benjamin e seus colegas produziram uma liga de níquel-cromo-alumínio-titânio, com um agitador de alta velocidade, e depois em um moinho de alta velocidade com esferas dentro. Conforme mostrado na Figura 2.3, através da *Mechanical Alloying*, se desenvolveu um processo para produzir dispersão de óxido reforçado OSD (*Óxido Dispersion Strengthened*) em escala industrial (SURYANARAYANA, 2004).

Figura 2.3 – Desenvolvimento da *Mechanical Alloying*

Fonte – Adaptado de Suryanarayana (2004)

2.2 Classificação dos aços ferramentas

Segundo a AISI (*American Iron and Steel Institute*), os aços ferramentas são classificados de acordo com sua aplicação, sendo amplamente utilizado na indústria da ferramentaria. Basicamente os aços ferramentas são divididos em diferentes tipos de acordo com seu uso e características. São eles: aço Rápido, aço para trabalho a quente, aço para deformação a frio, aço resistentes ao choque, aços baixa-liga para aplicações especiais, aços para moldagem, aços temperáveis em água (PAZ, 2016).

Em conforminada com a AISI, serão apresentados os tipos de aços ferramentas, segundo (FERNANDES, 2019).

2.2.1 Aço rápido

Aço rápido é um aço ferramenta projetado para usinagem em elevadas velocidade de corte. Estes aços podem ser ao tungstênio (grupo T) e ao molibdênio (grupo M). Tanto os do grupo T quanto os do grupo M possuem eficiência semelhantes, entretanto os do grupo M apresentam menor custo. O aço rápido ao molibdênio tem boa tenacidade, elevada resistência ao desgaste e alta dureza.

Normalmente este aço é temperado em banho de sais. A aplicação dos aços rápidos esta presente em fresas helicoidais, machos para abertura de roscas, ferramentas, brocas, alargadores entre outros (BAYER; BECHERER; VASCO, 1989).

2.2.2 Aços para trabalho a quente

Estes são os chamados aços da série H (*hot working*). Geralmente utilizado em operações de trabalho a quente, indicado para aços de média e alta liga, com baixos teores de carbono. Usado em ferramentas para extrusão a quente, fabricação de moldes para fundição sob pressão de alumínio, matrizes de forjamento e cisalhamento. Estes aços são classificados em 3 subgrupos: ao cromo (entre H10 e H19), ao tungstênio (de H21 a H26) e ao molibdnênio (de H42 e H43). Os aços ao cromo são utilizados em situações de conformação mecânica a temperaturas elevadas. Os aços ao tungstênio são empregados como mandris de matrizes de extrusão de ligas de cobre, ligas de níquel e aço a altas temperaturas (TOOL, 1998).

2.2.3 Aços para deformação a frio

Estes aços são utilizados em operações nas quais as temperaturas de trabalho permaneçam entre as faixas de 205 a 260°C aproximadamente. Devido a falta de elementos de ligas em sua composição química, estes aços não tem resistência à deformação a quente. São classificados em três grupos: aços temperáveis ao ar (grupo A), aços alto carbono, alto cromo (grupo D) e os temperáveis em óleo (grupo O). Os do grupo A são utilizados onde é necessário aliar boa resistência a abrasão com elevada resistência ao impacto, sendo o tipo mais usado o A2 aplicados em matrizes para laminação de rosca, de embutimento, de corte, de estampagem, punções entre outros. Os aços do grupo D, são utilizados em situações onde é necessário ter uma alta resistência a deformação combinada com resistência ao desgaste, altamente indicados para serem utilizados em matrizes. Os tipos mais comuns são D2, D3, D4 e D6. Os ferramentais fabricados com aço dessa série podem cortar a frio chapas de até 12 mm. Já os aços do grupo O para trabalho a frio temperáveis em óleo, são produtos caracterizados por ter em sua composição química elevado teor de carbono, manganês de 1,20% que dá alta temperabilidade e tungstênio e cromo que diminui a tendência ao crescimento de grão. O mais comum é o O1, empregado em moldes para plástico, machos, calibres, brocas, guilhotinas, tesouras, matrizes, punções entre outros (HØJERSLEV, 2001).

2.2.4 Aços resistentes ao choque

Os aços dessa série S, têm alta resistência a impacto ou choques e também grande resistência à fadiga, em geral são projetados para fabricação de molas. A composição química deste aço é controlada de maneira a torna-los imunes à fragilidade do revenimento, possuem conteúdo de carbono de aproximadamente 0,50%. Utilizados em talhadeiras, formões, contra-rebites, punções, brocas-guia entre outros (MIRANDA, 2014).

2.2.5 Aço baixa liga (*Low alloy*)

Os aços de baixa liga da série L, tem alto teor de carbono em sua composição química, como cromo, vanádio, níquel e molibdênio, sendo seu principal elemento de liga o cromo. A adição dos elementos de ligas são utilizado a fim de um aumento na temperabilidade. Além disso, atualmente a demanda por este tipo de aços vem diminuindo continuamente, sendo os principais aços dessa série o L2 e L6, aplicados em operações onde é necessário ter boa resistência aliada à alta tenacidade. Utilizado em componentes de máquinas como placas, cames, mandris e pianças de tornos (MESQUITA, 2016).

2.2.6 Aço moldes

Aços para moldes da série P, possuem cromo e níquel como principais elementos de liga. Quando submetido a altas temperaturas, apresentam baixa dureza no estado recozido. Têm alta resistência ao desgaste e ao impacto, resistência mecânica no núcleo e alta capacidade de polibilidade. Podem ser usados cementados (P2 ou P6) ou apenas temperados e revenidos (P20 e P21). Utilizados quase que exclusivamente em peças fundidas sob pressão ou em moldes para injeção ou compressão de plásticos (ROBERTS; KENNEDY; KRAUSS, 1998).

2.2.7 Aços temperáveis em água

Aços temperáveis em água da série W, basicamente são aços carbono com faixa entre (0,60% e 1,40% de C), com ou sem adição significativa de Si, Mn, Cr e V. O carbono é seu principal elemento de liga, o cromo em pequenas quantidades serve para aumentar a temperabilidade e a resistência à abrasão, e a de vanádio para manter uma granulação fina, conseqüentemente maior tenacidade. Seu emprego varia em uma ampla faixa de matrizes e ferramentas. Aplicado em ferramentas para forjamento a frio, cunhagem de moedas, corte de metais duros, machos e alargadores entre outros.

Na Tabela 2.1 é encontrado um resumo sobre a classificação dos aços ferramentas (MIRANDA, 2014).

Tabela 2.1 – Classificação dos aços ferramentas.

Classe AISI	Definição	Classe Mais Comuns	Aplicações Mais Comuns
T M	Aço rápido	T1, T15 ao tungstênio M1, M2, M4, M35, M42, M62 ao molibdênio	Ferramentas, brocas machos e fresas
W	Temperáveis em água	W2, W360, W390	Matrizes de cunhagem.
S	Resistentes ao choque	S1, S2, S3, S6 e S7	Facas para cortes de chapas grossas a frio.
P	Aços para moldes plásticos	P2, P6 (Cementados) P20, P21 (Temperados e Revenidos)	Aços para fabricação de moldes.
H	Aços para trabalho a quente	H10, H19 ao cromo H21, H26 ao tungstênio H42, H43 ao molibdênio	Matrizes para trabalho a quente.
S	Resistentes ao choque	S1, S2, S3, S6 e S7	Facas para cortes de chapas grossas a frio.
D	Aços ao cromo	D2, D3, D5, D6 e D7	Conformação a frio.
O	Aços temperáveis em ao óleo	O1, O2, O3, O6	Ferramentas de corte.
A	Aços temperáveis ao ar	A1, A2, A3, A6	Conformação de chapas, principalmente corte e repuxo.

Fonte – Adaptado de Paz (2016).

Grande parte dos aços ferramentas fabricados por metalurgia do pó são patenteados de acordo com a especificação que é de exclusividade de cada fabricante, por isso eles não aparecem na tabela 2.1. A divisão destes aços é realizada em caráter de composição química e usam classificação semelhantes as do aço ferramenta fabricado pelo processo de metalurgia convencional, como: aço fabricados para trabalho à frio, aços para trabalho à quente, aços para moldes. Além disso, as aços fabricados por metalurgia do pó possuem em sua composição química muitas das vezes elementos de ligas não encontrados em processo metalúrgicos convencionais (UDDEHOLM, 2016).

2.3 Efeitos dos elementos de liga

As características sobre a aplicação dos aços ferramentas são dadas pelos elementos de liga, representados na tabela 2.2, e diferenciam-se pela sua tendência alfacénea, gamagénea e pela combinação com o carbono. Os ferritizantes também conhecidos como alfacéneos aumentam a capacidade de estabilizar a ferrita (α) em temperatura ambiente, e os elementos gamagéneos favorecem a formação da austenita (γ) (MIRANDA, 2014).

Tabela 2.2 – Elementos de liga normalmente adicionados aos aços ferramentas. Os elementos sublinhados são carburígenos.

Elementos Alfacéneos			Elementos Gamagéneos	
<u>Cr</u>	<u>W</u>	<u>Nb</u>	<u>Mn</u>	Cu
<u>Mo</u>	<u>Ti</u>	Ta	Ni	Co
<u>V</u>	Zr	Si	N	C

Fonte – Adaptado de Miranda (2014)

Basicamente os elementos de liga nos aços ferramentas promovem a alteração das características de resposta da temperabilidade do aço, da quantidade e natureza dos carbonetos e das propriedades mecânicas quando os aços são submetidos a tratamento térmico. Em consequência disso, os elementos de liga aumentam a resistência mecânica das peças, diminuem a distorção durante o processo de têmpera do aço, aumentam a resistência à abrasão e proporcionam a estabilidade da resistência e dureza a elevadas temperaturas (HØJERSLEV, 2001). Um resumo dos efeitos que os principais elementos de liga realizam nos aços ferramentas, será desenvolvido a seguir.

2.3.1 Carbono

O carbono é um elemento fundamental para promover a dureza de um aço ferramenta, consequentemente algumas propriedades estão diretamente ligadas ao aumento de carbono na composição química dos aços como: aumento da resistência, redução da ductilidade, aumento da temperabilidade, redução da soldabilidade. O carbono favorece a formação de carbetos do tipo MC, sendo que a quantidade ideal depende de como os elementos de liga formam carbetos numa matriz endurecida por têmpera e revenido (ASM, 1990).

2.3.2 Cromo

O cromo é um elemento alfacéneo estabilizador da ferrita, aumenta a temperabilidade e promove a formação de carbonetos do tipo $Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3 e Cr_3C . Como elemento de liga proporciona aos aços capacidade de corte, uma vez que os carbonetos aumentam a resistência ao desgaste. Adições de cromo maiores que 11% aumentam a resistência à oxidação e corrosão significativamente, entretanto de acordo com a literatura teores próximos a 12% de cromo aumentam a força motriz para precipitação da fase γ ($Cr(Nb, V)N$), fazendo diminuir a resistência à fluência (CIPOLLA *et al.*, 2010).

2.3.3 Molibdênio

Este elemento promove a formação da fase ferrítica e de carbonetos do tipo M_2C . A temperaturas próximas de $750^\circ C$ tornam instáveis os carbonetos do tipo M_2C , transformando-os em carbonetos do tipo M_6C , por reação com o ferro. Em geral, o molibdênio como elemento de liga aumenta a resistência a quente e quando combinado com níquel e cromo, aumentam o limite de resistência à tração e o limite de escoamento. O Molibdênio tem efeitos semelhantes nas características dos aços ferramentas, no entanto quando substitui o Tungstênio, aumenta a tenacidade, mantendo a dureza e resistência a abrasão. Nos aços rápidos o Molibdênio substitui do ponto de vista de carbonetos, na proporção de 1% de vanádio para 2% de molibdênio e o tungstênio na proporção de 1% de Vanádio para 4% de Tungstênio (AGHAJANI *et al.*, 2009)

2.3.4 Vanádio

Adições de vanádio aumentam a dureza a quente e diminuem ou inibem o crescimento dos tamanhos dos grãos. Elemento estabilizador de ferrita e forte formador de carbonetos do MC , que melhoram a resistência ao desgaste abrasivo e facilitam o corte. Se combinado com o C e N podem formar carbonetos ou carbonitretos ricos em vanádio, causando melhoria significativa da resistência à fluência a longo prazo. Em resumo esse elemento de liga influencia nas propriedades dos aços ferramentas proporcionando mais resistência mecânica, maior tenacidade, temperabilidade e sólida resistência à fadiga (TANEIKE; ABE; SAWADA, 2003).

2.3.5 Silício

O Silício em teores de até 1% endurecem o aço, mas diminuem a sua ductilidade. Elevadas concentrações deste elemento químico, fragilizam os aços ferramentas. Ele influencia na estrutura de forma a auxiliar na desoxidação, grafitização e aumento de fluidez. Nas propriedades dos materiais, o Silício ajuda no aumento da resistência à oxidação em temperaturas elevadas e melhora a temperabilidade e resistência à tração. Em geral não é um elemento formador de carbonetos, sendo que um aço só pode ser considerado ao Silício, quando o teor desse elemento está acima de 0,40% (HØJERSLEV, 2001).

2.3.6 Manganês

Elemento estabilizador da fase austenítica, não formador de carbonetos, aumenta a temperabilidade, a soldabilidade e o limite de resistência à tração, com diminuição insignificante da tenacidade. Estabiliza o enxofre com o MnS , ajuda a criar microestrutura por meio da têmpera. Se houver a ausência do manganês no aço formam-se sulfuretos de ferro (FeS), que são duros, frágeis e possuem ponto de fusão baixo. Os sulfuretos de ferro são segregados para os contornos de grão deixando o aço frágil, sendo assim, esse elemento melhora a capacidade de usinabilidade destes aços (HØJERSLEV, 2001).

2.4 Formação de fases nos aços ferramentas

A formação de carbonetos, cria novas fases que podem alterar radicalmente o equilíbrio. Sendo assim, o diagrama de equilíbrio de fases para aços ferramentas com vários elementos de liga em sua composição química, diferem significativamente do diagrama de fase $Fe - C$. Os elementos de liga, aumentam as faixas de composição, tornando complexo o modo de representação gráfica com mais de três dimensões, ou seja, não há dimensões suficientes na geometria euclidiana para descrever o equilíbrio completo do sistema. Computadores com alta capacidade de cálculo e trabalhos experimentais, têm sido usados como recursos para modelar uma infinidade de sistemas para aços ferramentas. No entanto, antes dos recursos tecnológicos, estudos experimentais que restringiam composições ou temperaturas, eram exclusivamente usados para estabelecer partes da fase dos aços ferramentas. Em geral, conforme ilustrado na Tabela 2.3, será listado os tipos e as principais características dos carbonetos mais comuns nos aços ferramentas, sendo que nos aços ferramentas os carbonetos podem ser produzidos durante a solidificação nos lingotes, durante trabalho à frio ou à quente, através de tratamento térmico austenitização ou revenimento entre outros. (ROBERTS; KENNEDY; KRAUSS,

1998).

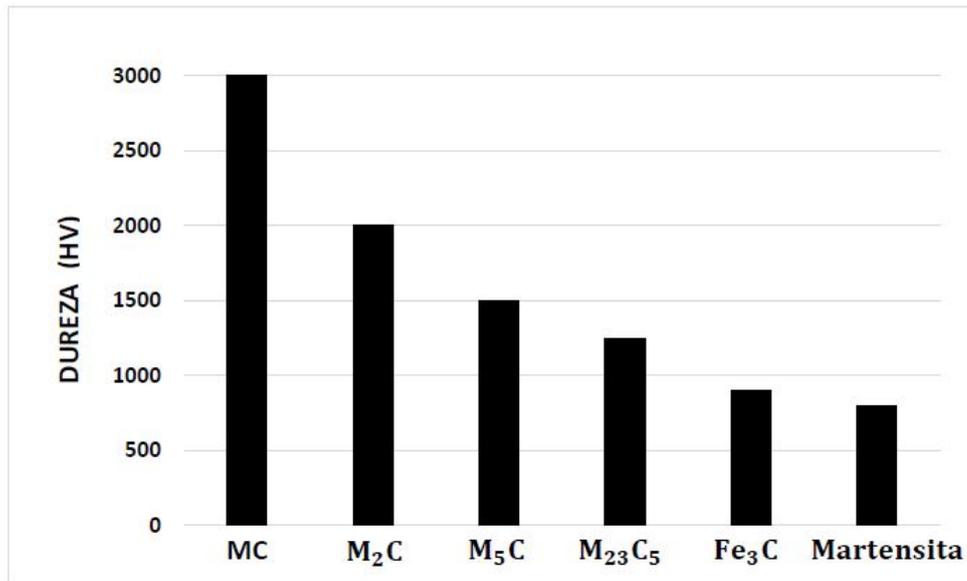
Tabela 2.3 – Características dos carbetos de elementos de liga nos aços ferramentais.

Tipo de Carbetos	Estrutura Atômica	Observações
M_3C	Ortorrômbica	Carboneto tipo Cementita Fe_3C . M pode ser Fe, Mn, Cr. Em menor frequência W, Mo, V.
M_7C_3	Hexagonal	Mais encontradas em ligas à base de cromo. Resistentes à dissolução em altas temperaturas. Resistentes à abrasão com elevada dureza. Encontrados em ligas HSS.
$M_{23}C_6$	Cúbica de Face Centrada	Presente em ligas com alto teor de Cromo como aços inoxidáveis e nas ligas HSS. O Cr pode ser substituído
M_6C	Cúbica de Face Centrada	Carbetos ricos em W e Mo. Podem conter quantidades moderadas de Cr, V, Co. Presente nas ligas HSS. Extremamente resistentes à abrasão.
M_2C	Hexagonal	Carbetos ricos em W ou Mo, aparecem após a tempera. Podem dissolve, uma quantidade considerável de Cromo.
MC	Cúbica de Face Centrada	Carbetos ricos em Vanádio. Resistentes à dissolução. Uma pequena quantidade que dissolve reprecipita no endurecimento secundário.

Fonte – Adaptado de Miranda (2014), Roberts, Kennedy e Krauss (1998).

A Figura 2.4 mostra a comparação de dureza em Vickers dos vários tipos de carbonetos de liga em aços ferramentais HSS, uma vez que a martensita e cementita têm dureza significativamente menor do que os carbonetos de liga. Em geral quanto maior a formação de carbonetos e teor de carbono na estrutura, mais resistente é o aço para operações de usinagens em altas velocidades de corte.

Figura 2.4 – Dureza relativa dos carbonetos de elementos de liga, cementita e martensita nos aços HSS.



Fonte – Adaptado de Roberts, Kennedy e Krauss (1998)

2.5 Aços ferramenta fabricados por metalurgia do pó

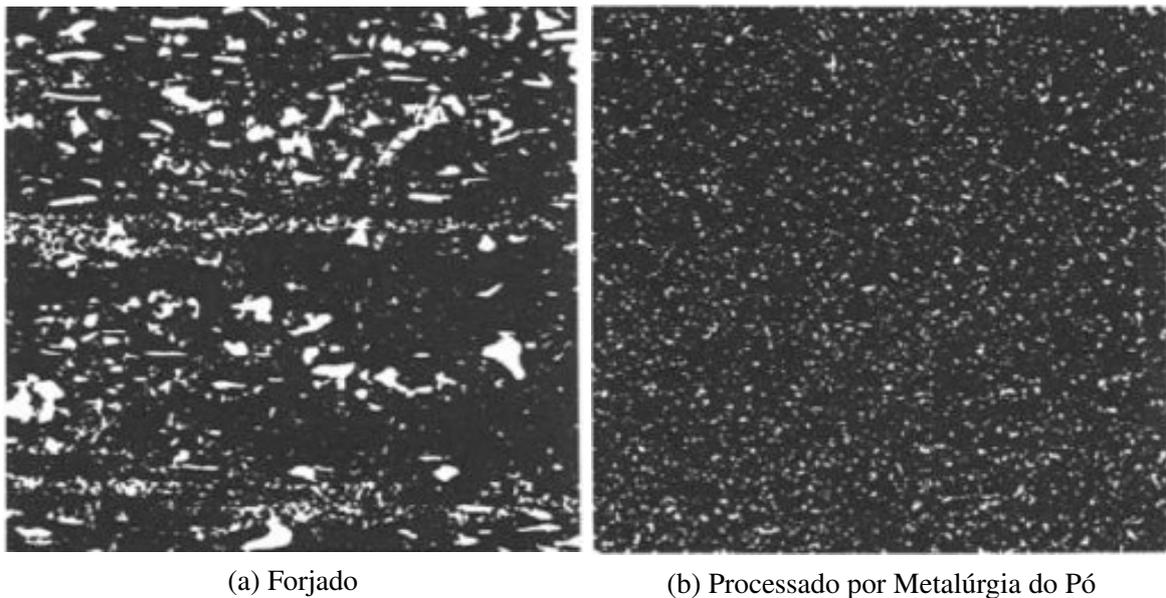
Com mais de 100 anos de história de fabricação, os aços ferramentas com alto teor de liga e carbono fabricados por metalurgia convencional, apresentam uma série de dificuldades de processamento, como:

- Resfriamento lento dos lingotes permite a formação de estruturas grosseiras de carbonetos, gerando dificuldades durante o trabalho à quente;;
- Necessidade de altas taxas de redução, maiores que 100:1 para desenvolver uma estrutura de carbonetos fina e uniforme;
- Crescimento não-uniforme e excessivo dos grãos;
- Resposta não-padronizada a tratamento térmico;
- Baixa tenacidade (ASM, 1990).

Diante disso, o único processo que tem a capacidade de solucionar estes problemas é a metalurgia do pó, por isso, este método tem ganhado cada vez mais espaço na fabricação dos aços ferramentas. A metalurgia do pó tem potencial de produzir peças com distribuição uniforme de carbonetos, devido a solidificação rápida. Hoje, inúmeras empresas em todo mundo estão envolvidas

desde a pesquisa até a produção em grande escala . Embora os números de produção não estejam disponíveis em sua totalidade na literatura, dentro da metalúrgia do pó, o processo por atomização parece ser o mais utilizado na manufatura de aços ferramentas pelas empresas fabricantes (CHANG; ZHAO, 2013).

Figura 2.5 – Microestrutura do aços ferramentas T15.



Fonte – Autor

Devido a menor segregação dos elementos de liga em função da rápida solidificação, os aços ferramentas produzidos por metalurgia do pó, têm suas propriedades mecânicas definidas pelas características dos carbeto distribuídos em sua microestrutura. No entanto, podemos dizer que os resultados da distribuição dos carbeto no processo por metalurgia do pó, produz materiais com maior resistência mecânica e térmica, se comparado ao método convencional, conforme Tabela 2.4.

Tabela 2.4 – Resistência Mecânica e Térmica de alguns dos aços ferramentas.

Aços Rápidos	Dureza (HV)	Energia Térmica (J)	Resistência a Flexão (MPa)
CPM T15	67	19	4675
T15 Convencional	66	5	2151
CPM M4	64	43	5350
M4 Convencional	64	14	3585
CPM M2	65	32	5378
M2 Convencional	65	18	3820

Fonte – Adaptado de Roberts, Kennedy e Krauss (1998).

2.6 Formação de carbeto nos aços da família Vanadis

Os problemas mais críticos relacionados as operações de estampagem profunda, forjamento à frio, operações de corte entre outros, utilizando os aços ferramentas como matriz são: rachaduras, lascas e o desgaste abrasivo. Como a durabilidade das ferramentas esta diretamente associada a alta ductilidade, alta resistência ao desgaste e alta dureza, composição química extremamente controlada torna-se extremamente necessário para se obter propriedades mecânicas otimizadas (TIDESTEN *et al.*, 2017).

Aços ferramentas fabricados para trabalho a frio, feitos pelo processo de metalurgia do pó precisam oferecer benefícios tanto para o fabricante quanto para o usuário da ferramenta, a fim de reduzir custos de processos. Além disso, estabilidade e baixa distorção nos tratamentos térmicos é sempre um diferencial para estes tipos de aços. Sendo assim, estas qualidades foram incorporadas em um novo aço para trabalho a frio fabricado por metalurgia do pó chamado V[®] 8.

A combinação da composição química deste material alinhado ao ajuste de processo de fabricação deste produto ao longo dos anos, fornece ao mercado um produto de excepcional qualidade. Se comparado ao aço V[®] 6 e V[®] 10 o V[®] 8 representa uma grande evolução de propriedades mecânicas.

Na Tabela 5.2, pode ser encontrado a composição química dos aços da família Vanadis, assim como a porcentagem da distribuição de carbeto em cada um desses produtos. Nota-se que não há formação de carbeto tipo M_7C_3 (carbeto rico em cromo) no V[®] 8 e V[®] 4, em contra partida para os produtos V[®] 10 e V[®] 6 acontece a formação de carbeto M_7C_3 . Para todos os aços apresentados na Tabela 5.2, acontece a formação de carbeto tipo MC (Carbeto rico em vanádio), a resposta para isso é resultado da combinação dos elementos químicos e do diagrama de fases do aço com a liga cr-mo-v. Estes resultados podem ser encontrados no artigo (TIDESTEN *et al.*, 2017).

Tabela 2.5 – Composição química e formação de carbeto nos aços da família Vanadis.

Material	%Fe	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%V	%MC	% M_7C_3	% Carbeto
Nova Geração										
V [®] 8	80,5	2,3	0,4	0,4	4,8	3,6	8,0	18	–	18
V [®] 4	85,9	1,4	0,4	0,4	4,7	3,5	3,7	9	–	9
Velha Geração										
V [®] 6	82,8	2,1	1,0	0,4	6,8	1,5	5,4	11	6	17
V [®] 10	76,8	2,9	0,5	0,5	8,0	1,5	9,8	19	6	25

Fonte – Adaptado de Tidesten *et al.* (2017).

2.7 Reciclagem de materiais

O desenvolvimento sustentável tem se tornado um grande peso nas tomadas de decisão ou ações estratégicas dentro das grandes empresas. A organização internacional de comércio (OMC) exige das companhias e países membros, cada vez mais sustentabilidade em seus processos e produtos. Em 1987, Gro Harlem Brundtland, a então primeira ministra da Noruega, publicou um livro (*Our Common Future*), onde definiu desenvolvimento sustentável, como sendo a capacidade de suprir as necessidades do presente sem afetar a habilidade das gerações futuras de suprirem suas próprias necessidades (OLIVEIRA, 2009).

Dentro desta perspectiva, as empresas pós modernas para sobreviverem a quarta revolução industrial ou indústria 4.0, precisam desenvolver dispositivos e soluções inteligentes, tendo como objetivo a otimização dos recursos naturais.

Segundo os dados da SIMA (*Stell Import Monitoring and Analysis*) a AISI (*American Iron and Steel Institute*) notificou que no ano de 2017 as importações de aços ferramentas pelo mundo foram de aproximadamente 38 milhões de toneladas (AISI, 2018). Devido o grande consumo deste material, o seu reuso pode ser uma grande alternativa para economizar os recursos naturais assim como reduzir o fluxo de desperdícios dentro das empresas, no entanto, o reaproveitamento utilizando o processo de fundição para produtos com alto valor agregado, como os aços ferramentas, tem alto custo. Sendo a rota de processamento por metalurgia do pó uma alternativa para a reutilização (MENDONÇA *et al.*, 2018a).

O processo de metalurgia gera aproximadamente 2 bilhões de toneladas por ano, sendo que a produção de cavacos vem aumentando a cada ano. Este aumento está ligado ao consumo de metal que vem de uma crescente. Em 2000 estimava-se o consumo de metal por pessoa no mundo foi de 115 kg, em 2014 esse número já era de 150 kg por pessoa (SIMON *et al.*, 2017).

Aços com alto valor agregado, quando atingem sua vida útil são descartados ou refundidos. Esse fluxo gera espaço para estudos a fim de reduzir o descarte incorreto no ambiente, assim como analisar uma rota de viabilidade econômica com a possibilidade de reutilizar e fabricar novos produtos (DELFORGE *et al.*, 2007).

Em uma análise global, a reciclagem é fator fundamental para comercialização de um determinado produto. No entanto, a indústria metalúrgica em sua grande parte, não tenta reaproveitar os aços por elas descartados, conduzindo toda sua estrutura para uma baixa performance no racionamento e uma diminuição na economia de recursos não-renováveis (SAMANTARAY *et al.*, 2019).

Uma opção para produção mais eficiente, com menor índices de poluição e com reaproveitamento dos recursos não renováveis é a metalurgia do pó que proporciona várias vantagens em relação ao processo convencional de fundição, como a produção de peças com geometrias complexas, normalmente de motores e engrenagens, além disso a técnica pode gerar um recuperação de até 95% de metal usinados (GRONOSTAJSKI; CHMURA; GRONOSTAJSKI, 2006).

O reaproveitamento de cavacos tem duas finalidades principais: a primeira é conseguir um produto com custo baixo custo e o segundo o apelo sustentável com foco na preservação do meio ambiente. Trabalho já vêm sendo feitos no sentido de reaproveitar cavacos descartados. Dentre estes trabalhos pode ser citado o trabalho de Matos 2018, que realizou um estudo sobre a influência da adição de Carbetos na reciclagem dos cavacos da liga da série X22 por metalurgia do pó. (MATOS, 2018. 135f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica)– Universidade Federal de Itajubá, Itajubá,2016.).

Neste trabalho, pretende-se viabilizar o reaproveitamento do Vanadis[®] 8, agregando valor nas propriedades mecânicas deste material, além de promover a busca por pesquisas que dão sentido às práticas inteligentes, explorando cada vez mais os processos inovadores para reciclagem de novos materiais.

2.8 Metalurgia do pó

A metalurgia do pó (MP) é definida como uma técnica de fabricação metalúrgica, que difere dos outros processos convencionais por não utilizar material fundido. Além disso, a matéria prima para confecção das peças são pós, que podem ser: metálicos, não metálicos ou uma mistura dos dois. Com a metalurgia do pó, pode ser construído materiais com excelentes propriedades químicas e físicas, exclusivas somente deste processo (MATOS, 2018. 135f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica)– Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2016.; ANGELO; SUBRAMANIAN, 2008).

Este processo vem crescendo muito ao longo dos anos, devido as suas vantagens, esta técnica vem ganhando cada vez mais espaço no mercado. As aplicações deste método podem ser vistas em:

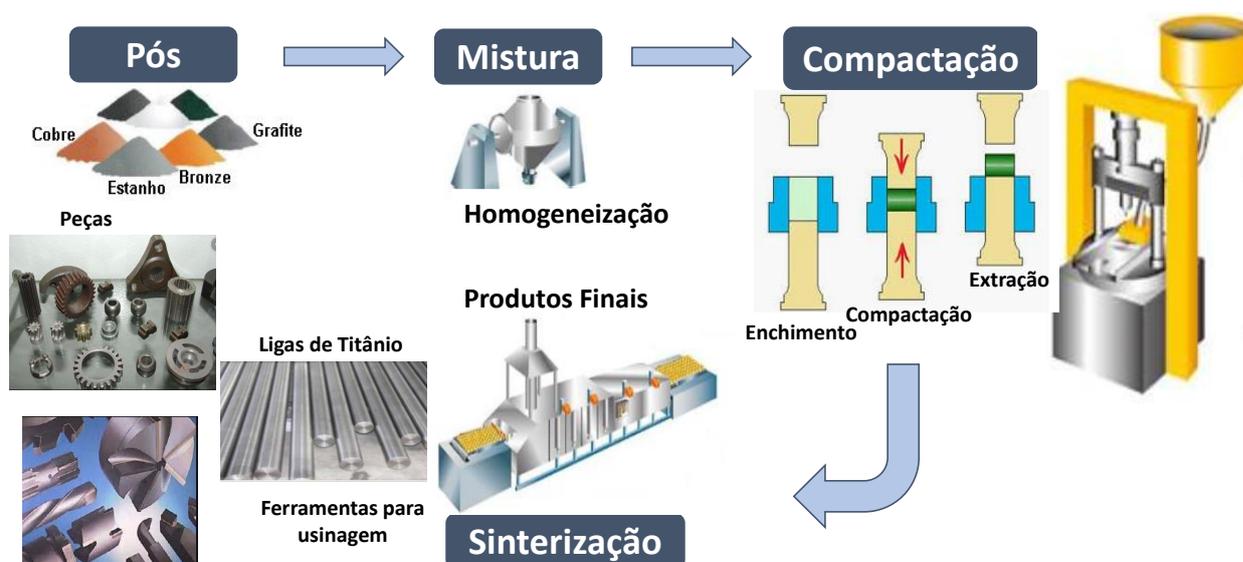
- Ligas de titânio para indústria aeroespacial (HENRIQUES *et al.*, 2005);
- Biomaterias (DEWIDAR; YOON; LIM, 2006);
- Eletrodos processados, enfim em uma variedade de funcionalidades (BERI *et al.*, 2010);

Dentre as vantagens da metalurgia do pó, destaca-se: capacidade de produção de peças com formatos complexos dentro de campos de tolerâncias específicas, controle rigoroso da composição química, distribuição uniforme de carbeto na matriz, dispensa de operações posteriores a usinagem, perda mínima de matéria prima, uso eficiente de energia e o processo pode ser automatizado facilmente (CHANG; ZHAO, 2013).

Peças que necessitam de porosidade como é o caso dos: filtros, mancais auto lubrificantes e catalisadores só podem ser obtidas por compactação e sinterização dos pós, além disso temos, compósitos particulados como: pastilhas de freio, embreagem, contatos elétricos e filamentos (ERTUGRUL *et al.*, 2014).

Conforme Figura 2.6, o processo de metalurgia pode-se dividir em três etapas fundamentais: obtenção dos pós, compactação e sinterização. A obtenção dos pós pode ser feita por técnicas distintas: atomização, eletrólise, moagem ou por métodos químicos e físico-químicos. Na compactação o principal agente é a pressão nos pós, que acontece por movimentação dos punções superiores e inferiores ao mesmo tempo, à temperatura ambiente, formando o compactado verde. Já na sinterização, o compactado a verde é aquecido por fornos especiais, que chegam em temperaturas abaixo da temperatura de fusão, sob condições muito bem controladas (DELFORGE *et al.*, 2007).

Figura 2.6 – Sequência da Metalurgia do Pó.



Fonte – Adaptado de SANTOS (2018)

Se comparado aos métodos mais utilizados na fabricação de itens na indústria metal-mecânica, a sinterização oferece menor agressão ao meio ambiente, além de ser uma técnica com maior apelo sustentável proporciona uma melhor eficiência no uso de energia. Conforme ilustrado na Tabela 2.6, a metalurgia do pó, apresenta um índice de perda menor que 5% em todo ciclo produtivo, diminuindo assim, os custos com reciclagem (BARBOZA, 2009. 85f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais)– Universidade Feral do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.).

Tabela 2.6 – Energia consumida e índice de rejeitos da metalurgia do pó.

Energia Consumida/kg Processo (MJ)	Processo de Fabricação	Uso de Matéria Prima (%)
29	Metalurgia do Pó	95
30-38	Fundição	90
41	Extrusão	85
46-49	Forjamento	74-80
65-82	Usinagem	40-50

Fonte – Adaptado de Associação Europeia de Metalurgia do Pó.

Conhecer as características e propriedades dos pós é extremamente importante para determinar as aplicações das peças fabricadas por esta técnica. A redução de custos para desenvolver produtos por processamento de pó tem crescido em todo mundo, devido as correlações empíricas formuladas pelas pesquisas científicas que envolvem a comunidade global. As características mais importantes dos pós são: composição química, pureza, microestrutura, tamanho de partícula, porosidade, densidade, compressibilidade e resistência a verde (KLAR; SAMAL, 2007).

2.8.1 Moagem de alta energia (MAE)

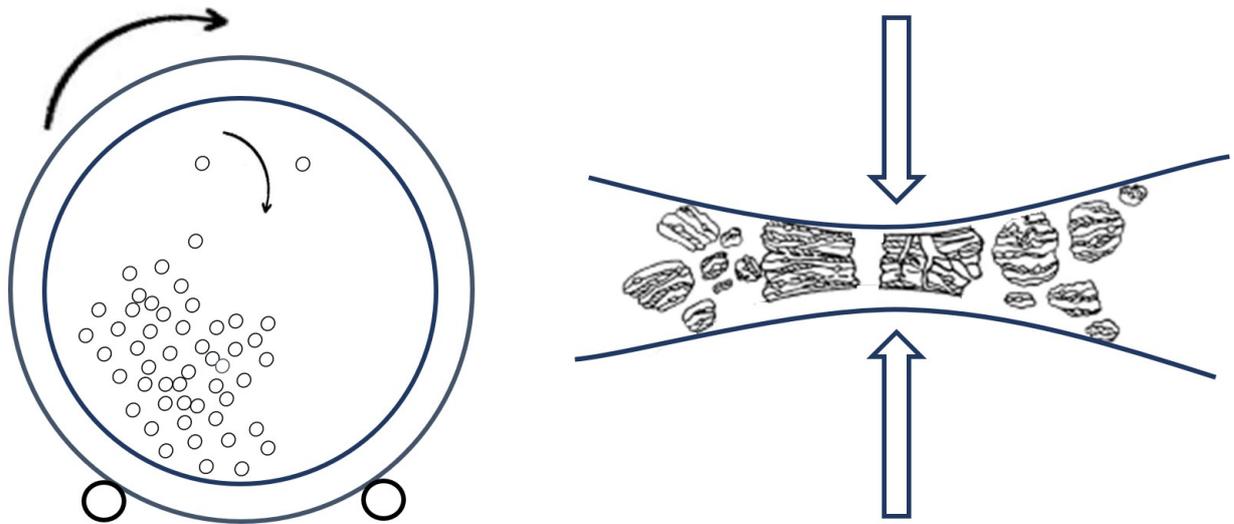
A MAE é empregada na metalurgia do pó desde a década de 1960, sendo um método muito eficiente e eficaz na produção de compósitos nano estruturados a partir da mistura de pós (LLORCA-ISERN; ARTIEDA-GUZMÁN, 2013).

Os parâmetros envolvidos no processo explicam a distribuição granulométrica, os tamanhos ou dimensões dos pós, assim como proporcionam grandes mudanças na microestrutura tais como: micro deformação da rede cristalina e a ocorrência de reações químicas (PINTO, 2008).

Entre os métodos existentes para obter a homogeneização da mistura dos pós juntamente com a redução de partículas, a MAE é uma alternativa viável economicamente. Devido a alta energia de impacto e menor tempo de processamento, a MAE pode ser dividida em dois processos essenciais: *mechanical alloying* e *mechanical milling*. No processo *mechanical alloying* acontece a formação de liga, através da homogeneização dos pós de diferentes metais com diferentes composições químicas. No método *mechanical milling* a moagem é realizada com pós de composição uniforme como: metais puros, intermetálicos ou pós ligados onde a transferência de material não é necessário para homogeneização. A diferença entre a MAE e a moagem convencional MC é a alta rotação da MAE. Os choques das esferas estabelecem soldagem e fraturas pela ação das colisões das esferas com as partículas de pós dentro do jarro da moagem (SURYANARAYANA, 2001).

O tempo de moagem na *mechanical milling* (MM) é menor que a *mechanical alloying* (MA), pois como os pós na (MM) já estão ligados, o tempo de processamento cai pela metade aproximadamente. Na Figura 2.7 é exemplificado um vaso de moagem que recebe esferas que quando submetidas ao movimento de rotação se chocam uma contra as outras, gerando sucessivos processos de deformação plástica passando por um procedimento de fratura e soldagem à frio (SURYANARAYANA, 2004).

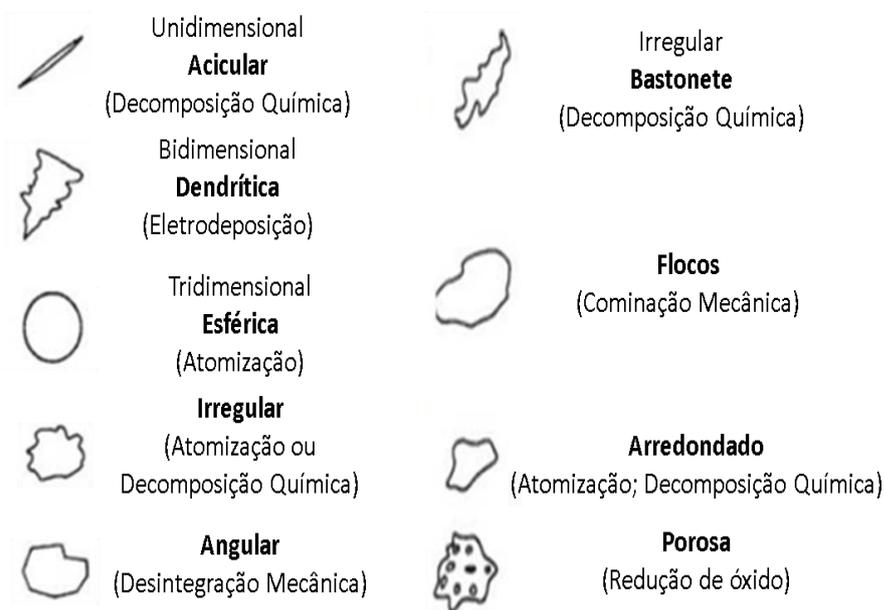
Figura 2.7 – Mistura dos Pó - MAE.



Fonte – Adaptado de Suryanarayana (2001)

Como apresentado na Figura 2.8, nesta técnica da MAE, ocorre uma transferência de energia com ação do atrito e abrasão, onde os pó podem ter morfologias distintas, dependendo do processo de obtenção.

Figura 2.8 – Morfologia dos pó obtidos por MAE.



Fonte – Adaptado de MATOS (2018. 135f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica)– Universidade Federal de Itajubá, Itajubá,2016.)

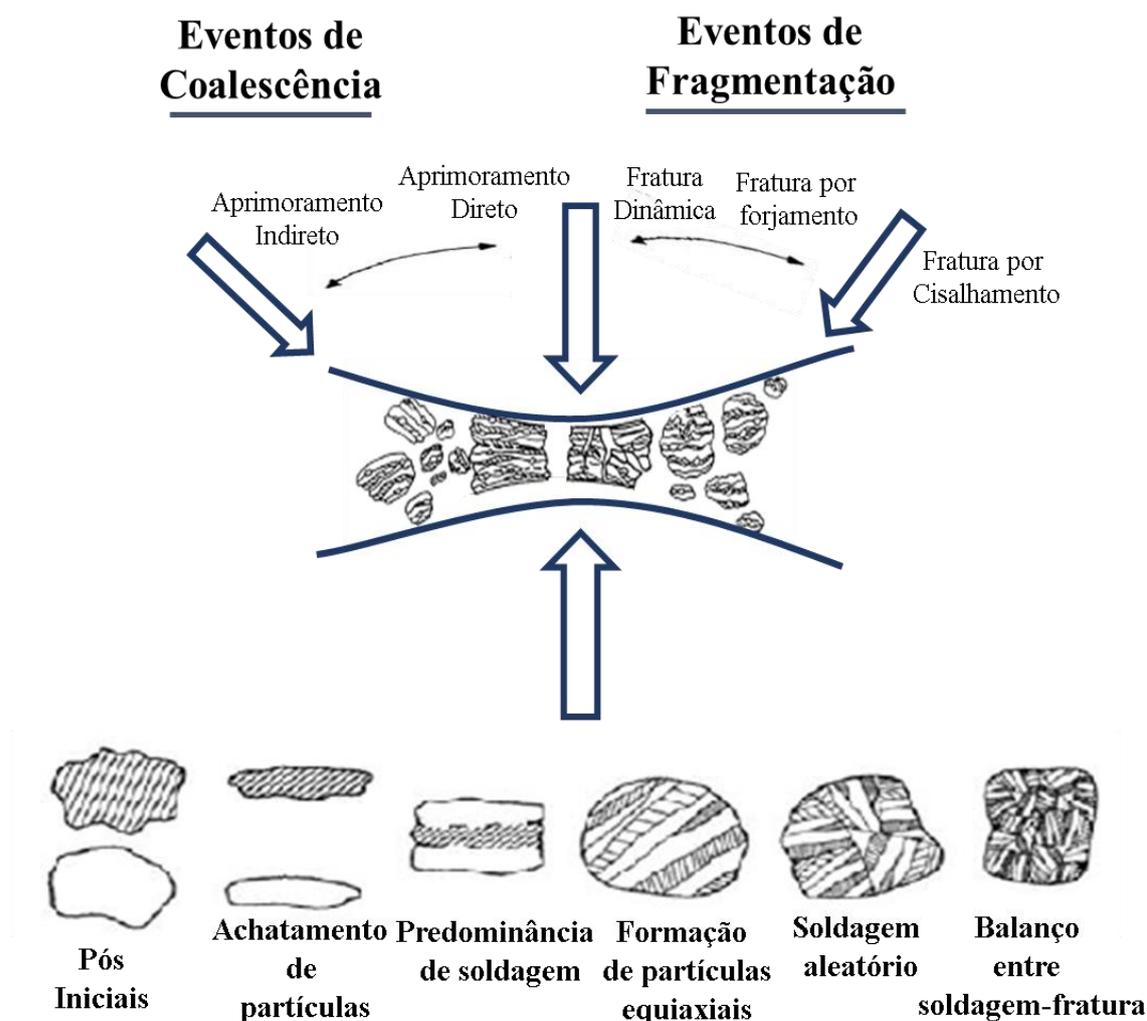
Na MAE é empregado uma série de variáveis com a finalidade de atingir a formação de fase e até mesmo a amorfização. No entanto, o seu processamento se divide em três com relação aos metais e suas ligas, são eles: dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil.

2.8.1.1 Dúctil-dúctil

Nesta metodologia, os aglomerados de pó se soldam às superfícies das esferas de moagem, formando uma camada que reduz o desgaste e previne a contaminação proporcionando homogeneidade a mistura. Em seguida, formam-se partículas de maior dimensão, chamadas de plaquetas ou flocos, que no decorrer da MAE encruam, devido ao aumento de planos discordantes. Consequentemente as partículas ficam com uma menor capacidade de se deformar plasticamente aumentando a fragilização da estrutura cristalina (SURYANARAYANA, 2004).

Conforme ilustrado na Figura 2.9 é apresentado um desenho resumido de como acontece a evolução durante as colisões das esferas com o pó dentro do recipiente de moagem.

Figura 2.9 – Evolução das colisões entre esferas e pós.



Fonte – Adaptado de MATOS (2018, 135f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica)– Universidade Federal de Itajubá, Itajubá,2016.)

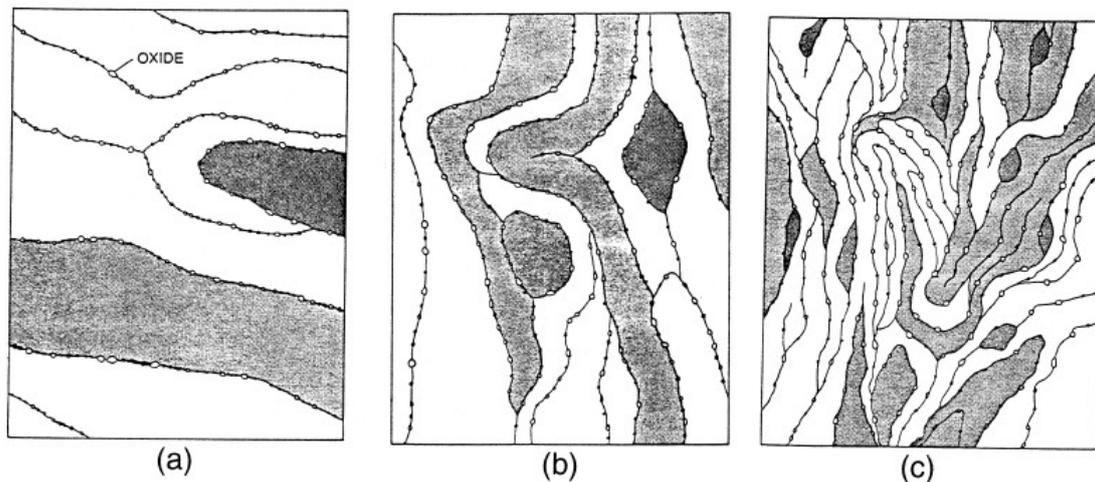
2.8.1.2 Dúctil-frágil

Nesta categoria se enquadram as ligas reforçadas ODS (*Oxide dispersion alloys*), onde as partículas de óxidos são dispersas em uma matriz metálica dúctil, isso acontece devido ao achatamento gerado pelas colisões entre pó e esfera, enquanto as partículas de óxido ficam fragilizadas em torno das partículas dúcteis. No entanto, os elementos de óxido não ficam uniformemente distribuídos, sendo retido pela matriz dúctil (ZHANG, 2004).

Com a evolução do tempo de moagem, as lamelas da matriz são refinadas e o espaço interlamelar diminui, cedendo espaço físico para as partículas de pó dúcteis. Com a continuação do processo o sistema alcança estabilidade entre soldagem a frio, fratura e deformação dando homogeneidade a estrutura, ou seja, para formar liga em um sistema dúctil-frágil depende da solubilidade sólida do componente frágil na matriz dúctil (SURYANARAYANA, 2001).

Na Figura 2.10 parte a), o constituinte frágil está entre os espaços interlamelares, na parte b), as partículas de pó dúcteis endurecidas ganham mais espaço entre as lamelas e na parte c) acontece a dispersão dos elementos frágeis.

Figura 2.10 – Fases do método dúctil-frágil na MAE.



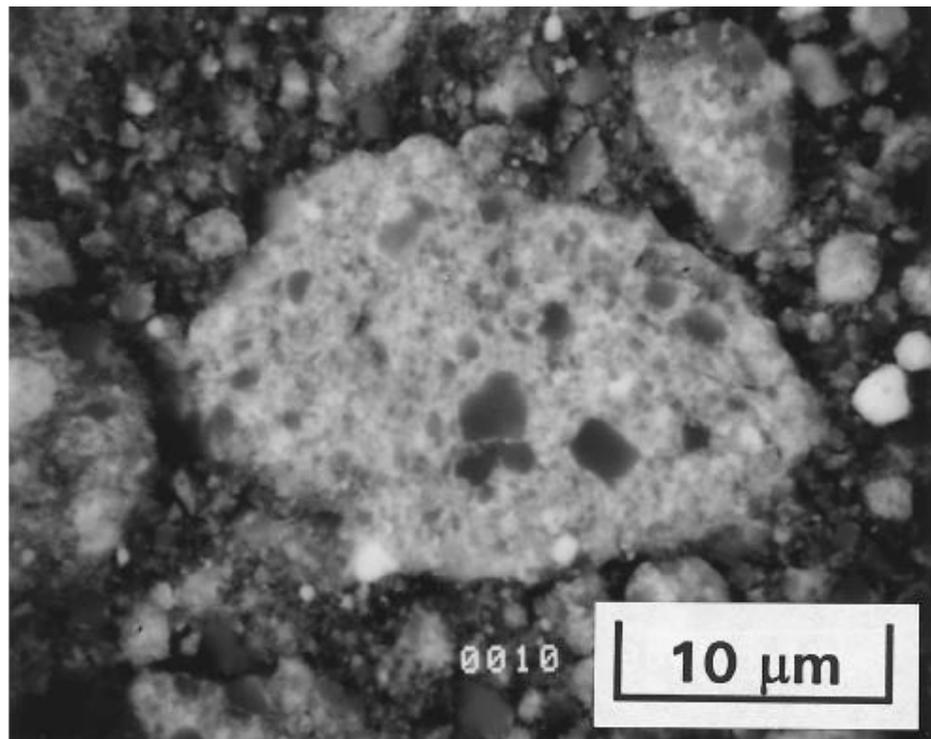
Fonte – Adaptado de Suryanarayana (2001)

2.8.1.3 Frágil – frágil

Esse tipo de moagem parece impossível acontecer para partículas com os componentes frágeis-frágeis, isso porque a falta de um elemento frágil impede a ocorrência de qualquer soldagem. No entanto, estudos já relataram, que a ocorrência de formação de liga pode acontecer em componentes frágeis-frágeis tais como o Si-Ge e Mn-Bi. Assim, os componentes frágeis sofrem fragmentação durante a moagem e seu tamanho de partícula é reduzido continuamente até chegar em um limite de cominuição, onde os conjunto dos elementos entram em equilíbrio (SURYANARAYANA, 2001).

Conforme mostrado na Figura 2.11 as partículas mais duras de silício incorporadas na matriz de germânio. Mesmo que pareça ser essencial a difusão para formar liga em todos os tipos de sistema, parece que a liga não ocorreu nesta ilustração.

Figura 2.11 – MEV mostrando as partículas de Si incorporadas no Ge.



Fonte – Adaptado de Suryanarayana (2001)

2.8.2 Variáveis do processo (MAE)

Existe um grande número de variáveis no processo de MAE, o que torna esta técnica complexa de ser equacionada, devido a necessidade de uma série de condições favoráveis para a técnica atingir a fase e microestrutura desejada (SURYANARAYANA, 2004). Alguns dos parâmetros mais importantes na constituição do produto final são:

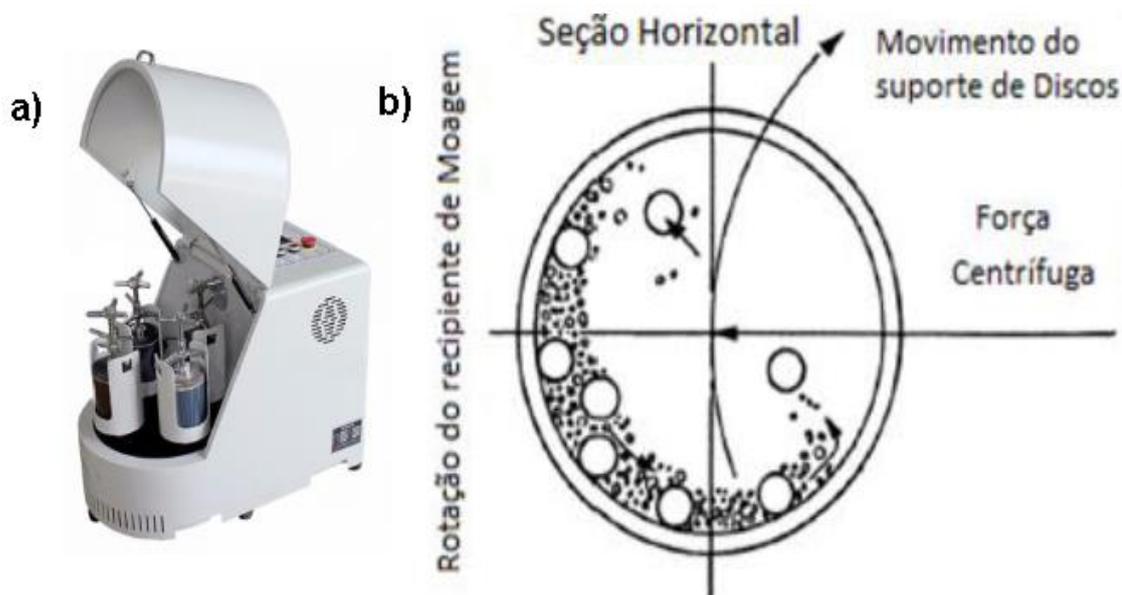
- Tipo de Moinho;
- Recipiente da Moagem;
- Tempo de Moagem/ Rotação da Moagem/ Tempo de Moagem;
- Razão entre massa de material e massa de esferas;
- Tipo, tamanho e distribuição das dimensões das esferas de moagem;
- Porcentagem de volume ocupado do recipiente ;
- Temperatura de moagem/ Atmosfera de moagem;
- Agentes controladores de processo (ACP's) (SURYANARAYANA, 2004).

2.8.2.1 Tipos de moinho

Os tipos de moinho são diferenciados pela sua aplicação, velocidade de operação, eficiência de moagem, capacidade de sistemas de resfriamento e aquecimento e diminuição da contaminação do pó. Dentre os moinhos existentes, destacam-se três tipos, são eles: Spex, Planetário e Attritor. Nesta pesquisa será utilizado somente o planetário.

Os moinhos planetários de bolas tem esse nome pelo movimento do recipiente de moagem, que realiza o movimento de rotação em torno de seu próprio eixo e o movimento de translação em torno do eixo do moinho. Os jarros são colocados em uma base sobre um suporte giratório, o movimento faz o jarro girar em torno do seu próprio eixo. Como o vaso e o suporte giratório têm movimentos contrários, a força centrípeta atua da mesma maneira em direções opostas. Este movimento faz com que as esferas permaneçam no interior dos vasos, onde eles movimentam livremente, provocando colisões tanto entre esferas como também contra a parede interna do vaso, estes impactos promovem a moagem do pó (Figura 2.12). A velocidade linear gerada no sistema do moinho planetário é maior que a do Spex, mas a frequência de impacto é menor, sendo assim a energia no moinho planetário é menor (SCHWARZ, 1996; SURYANARAYANA, 2004).

Figura 2.12 – (a) Moinho planetário (b) Representação do movimento das esferas dentro do moinho.



Fonte – Adaptado de Suryanarayana (2001)

2.8.2.2 Tempo de moagem

Entre os parâmetros de moagem o tempo é a variável mais significativa. Em geral, ele é definido de acordo com o equilíbrio entre fratura e soldagem a frio das partículas. O valor do tempo varia de acordo com o tipo de moinho utilizado, intensidade da moagem, relação bola/pó e a temperatura de moagem. Os tempos devem ser escolhidos de acordo com a combinação dos parâmetros acima e deve se perceber que o nível de contaminação dos pós e fases indesejáveis aumentam de acordo com períodos superiores ao necessário. Portanto, o tempo certo é uma função do estado de equilíbrio, caracterizado pela constância da dureza e do tamanho de partícula (SCHWARZ, 1996).

2.8.2.3 Velocidade de moagem

A velocidade de moagem influencia na energia aplicada ao sistema. No entanto, existem limitações para velocidade máxima. Por exemplo, um moinho convencional aumentar a rotação implica em aumentar a velocidade das esferas. Acima da velocidade crítica, as esferas serão presas as paredes externas e não caem para exercer a força de impacto. Portanto, a velocidade máxima deve ter um valor abaixo do valor crítico para produzir a energia máxima de colisão. Outra limitação para velocidade máxima é que em altas velocidades a temperatura do jarro pode atingir um valor bem alto, isso pode ser vantajoso em algumas vezes quando é necessária a difusão para promover a homogeneização,

mas, em alguns casos, esse aumento na temperatura pode ser uma desvantagem porque a elevação da temperatura acelera o processo de transformação das fases metaestáveis ou soluções sólidas supersaturadas formadas durante a moagem. Além disso, as altas temperaturas podem gerar contaminação dos pós (SURYANARAYANA, 2001).

2.8.2.4 Razão entre a massa de material e massa de esferas

A razão entre a massa de material e massa de esferas ou relação massa/bola é um parâmetro com grande importância na definição da estrutura das partículas, granulometria e alcance de uma determinada fase. A energia interna do sistema de moagem está relacionada com a relação massa/bola. Quanto maior é esta razão, maior é a energia produzida nas colisões e mais intensas são as transformações físicas. Conseqüentemente, o tempo necessário para moagem é menor. As razões podem variar entre uma faixa de 1:1 até 1:200. Pequenos moinhos utilizam de 1:15 a 1:20, no entanto, moinhos industriais de maior dimensão, como o attritor utilizam entre 1:50 ou mesmo 1:100 (IVANOV; SURYANARAYANA, 2000).

2.8.2.5 Porcentagem de volume ocupado pelo recipiente de moagem

A formação da liga entre as partículas de pó ocorre devido às forças de impacto exercido sobre os pó, sendo assim, é necessário que haja espaço suficiente para as bolase e as partículas dos pós para se moverem livremente no vaso de moagem, portanto o preenchimento do frasco com o pó e as bolas é importante. Caso a quantidades de bolas e pó for muito pequena, então a taxa de produção é muito pequena. Por outro se for muito grande não haverá espaço suficiente para as bolas se moverem. Geralmente cerca de 50% do espaço do recipiente de moagem fica vazio (SURYANARAYANA, 2001).

2.8.2.6 Atmosfera de moagem

A atmosfera promove a alteração da composição e a geometria do pó resultante da moagem. O O_2 presente na moagem permite a formação de uma película de óxido que varia em função do nível de contaminação, com isso gera dificuldades para execução do processo de sinterização, pois a reação do oxigênio é altamente exotérmica (FORSMO *et al.*, 2008).

O principal efeito da atmosfera de moagem está na contaminação do pó. Portanto, os pós devem ser moídos em vasos que foram evacuados ou preenchidos com um gás inerte, como o argônio ou hélio. O nitrogênio normalmente não é usado pois pode reagir com pós metálicos e consequentemente produzir nitretos, além disso o tipo de atmosfera também parece afetar a natureza da fase final. Por exemplo, foi demonstrado que quando as misturas de pó de cromo e ferro foram moídas em diferentes atmosferas de moagem a constituição final do pó foi diferente. No entanto quando os pós foram moídas em atmosferas de argônio nenhuma fase amorfo foi formada (SURYANARAYANA, 2001).

2.8.2.7 Agentes controladores de processo (ACP's)

Durante o processo de moagem as partículas de pó são soldadas a frio, especialmente se forem dúcteis, devido a alta deformação plástica. No entanto, a liga só se forma se houver um equilíbrio entre soldagem a frio e fratura das partículas. Os Agentes controladores de processo, também conhecidos como lubrificantes são misturados ao pó para diminuir o efeito da soldagem a frio, isso acontece pois os ACP's tem a função de absorver ou preencher as partículas deformadas reduzindo a aglomeração através da lubrificação. Além disso, pode ser adicionado cerca de 1 a 5% em peso da massa total dos pós na mistura. Os ACP's mais utilizados são os ácido esteárico, ácido oxálico, ácido bórico, alumina, metanol, polietileno glicol, entre outros (SURYANARAYANA, 2001).

Os ACP's podem ser sólidos, líquidos ou gasosos. Entretanto, eles são necessariamente compostos orgânicos, que apresentam a seguinte equação da energia para redução da equação da energia:

$$E = \gamma * \Delta S \quad (2.1)$$

Sendo, E é a energia requerida (J), γ é a energia superficial específica (J/m^2) e ΔS é a variação da área superficial em (m^2) (HOSSEINI-GOURAJOUBI *et al.*, 2015).

Os ACP's mais utilizados são os ácido esteárico, ácido oxálico, ácido bórico, alumina, metanol, polietileno glicol, entre outros (SURYANARAYANA, 2004).

2.8.3 Adição de carbetos no processo de moagem

Há anos, a comunidade científica vem se esforçando para melhorar as propriedades dos produtos sinterizados. No entanto, a adição de carbetos como: carbeto de titânio ou carbeto de nióbio tem sido utilizados com objetivo de melhorar significativamente a dureza de diversos tipos de materiais desde a década de 1990 (BOLTON; GANT, 1996). Além disso, os denominados óxidos ou carbetos como Al_2O_3 , VC , NbC , TiC e WC são partículas que quando misturadas na matriz metálica contribuem para aumentar a performance das propriedades mecânicas, físicas e químicas (MADEJ, 2013).

A combinação de dois elementos químicos, sendo um deles o carbono (C) e outro elemento o mais eletropositivo, da origem aos carbetos, também conhecidos como carbonetos ou carburetos. Em geral, a representação dos carbetos é definida pela fórmula E_xC_x , além disso, eles são sais binários que podem produzir óxidos metálicos ou hidróxidos. Na técnica de MAE, os carbetos dispersos em matriz metálica conferem aos materiais boas propriedades tribológicas como : resistência ao desgaste, baixo coeficiente de expansão térmica e aumento de resistência a abrasão (KOSOLAPOVA, 2012).

De acordo com a necessidade da indústria metal mecânica por produtos cada vez mais sustentáveis, o processo de reaproveitamento de cavacos pelo processo de MAE tem se tornado uma grande alternativa para reciclagem de produtos metálicos com alto valor agregado. No entanto, um parâmetro fundamental para analisar a viabilidade na MAE é avaliar a diminuição do tempo de processo, ou seja, quanto menor o tempo de moagem mais eficaz e econômica é a técnica. Sendo assim, como a maioria dos aços apresentam característica dúctil e os carbetos são cerâmicos extremamente duros, quando estes elementos são misturados na moagem, a colisão das partículas causam uma região de tensões, levando à ruptura da partícula ductil. (SURYANARAYANA, 2001).

Nos aços ferramentas, elementos de liga como: cromo, molibdênio e vanádio quando combinados com o carbono podem formar carbetos antes, durante a após a sinterização. Entretanto, cada um destes compostos fornecem características diferenciadas aos materiais. O carbeto de cromo tem alta dureza, elevada resistência à corrosão e se comporta como um composto refratário (BALBINO, 2016. 89 f. Dissertação (Mestrado em Materiais para Engenharia) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2016.). O carbeto de molibdênio promove a formação de grãos finos, pois eles são inibidores de crescimento de grãos e também prejudiciais para o fluxo líquido que viabiliza a formação de poros, diminuindo, conseqüentemente a resistência mecânica. Já os carbetos de vanádio aumentam a dureza, que em grande parte dos casos é benéfica para redução dos tempos e processamento (SERNA, 2008).

2.9 Planejamento de experimentos

O DOE (*Design of Experiments*), traduzido como planejamento de experimentos é uma técnica que combina artifícios matemáticos e estatísticos para desenvolver experimentos eficientes, capazes de produzir inferências com alto nível de confiança (MONTGOMERY, 2017). Além disso, o DOE é uma ferramenta poderosa para otimização de processos, sendo atualmente utilizada nas indústrias, devido sua capacidade de fornecer dados com maior precisão estatística com menor custo possível (WEISSMAN; ANDERSON, 2015).

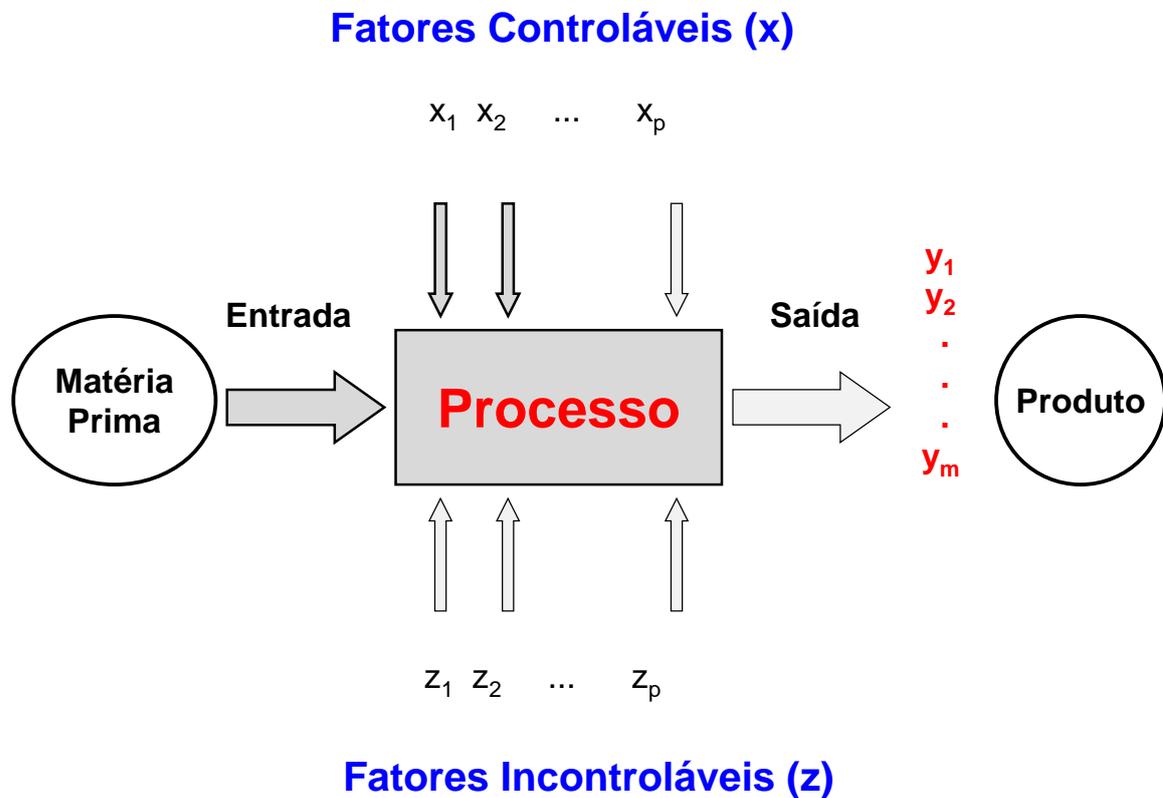
Essa metodologia foi desenvolvida por *Fisher* no início do século XX com emprego inicial na agricultura e ciências biológicas. Com o passar dos anos, *George Edward Pelham Box* na década de 1950, aperfeiçoou o DOE que se manteve na comunidade acadêmica até o momento em que houve a evolução dos computadores dando lugar a inúmeros softwares capazes de realizar cálculos cada vez mais complexos (MONTGOMERY, 2017; ROWLANDS; ANTONY, 2003).

Segundo George, Hunter e Hunter (2005) o DOE visa analisar os efeitos de uma variável resposta (y) através de um conjunto de experimentos, utilizando dois ou mais fatores ($x_1, x_2, x_n \dots$) com dois ou mais níveis para:

- Definir a significância de um fator;
- Determinar as equações de predição;
- Permitir a otimização do processo;
- Compreender o máximo a partir do mínimo possível de experimentos, sempre minimizando os erros;
- Validar os resultados através de residuais entre outros.

Na Figura 2.13 é feita uma ilustração esquemática sobre como a relação entre as variáveis de entrada impactam na variável resposta para a aplicação do DOE em um processo.

Figura 2.13 – Estrutura do planejamento de experimentos.



Fonte – Adaptado de Montgomery (2017)

Dentro do DOE existem quatro tipos principais de projetos experimentais, sendo eles: experimento fatorial completo, fatorial fracionado, superfície resposta de Taguchi. Neste trabalho será abordado somente as técnicas fatorial e superfície resposta, entretanto, conforme apresentado na Tabela 2.7 será sintetizado os quatro métodos citados anteriormente.

Tabela 2.7 – Resumo dos principais projetos de planejamento de experimentos.

Projeto Experimental	Características	Vantagens	Desvantagens
Fatorial Completo 2^k	Indicado quando vários fatores devem ser estudados em dois ou mais níveis e a relação entre os fatores podem ser significativos.	Varre todas as combinações possíveis entre os níveis dos fatores do experimento.	Atua somente em dois níveis e se houver muitas variáveis existe a necessidade de se fazer uma grande quantidade de experimentos.
Fatorial Fracionado 2^{k-1}	Tem muita importância em experimento exploratórios onde se deseja com a quantidade mínima possível de amostras identificar fatores com grandes efeitos. Utilizado somente para análise de 3 ou mais fatores.	Varre um menor número de combinações minimizando custos e tempo.	Somente com o experimento Fatorial Fracionado não é possível otimizar o processo, sendo necessário um outro tipo de experimento para otimização.
Superfície de Resposta	Adequado quando se deseja refinar os níveis de alta performance quando os fatores mais significativos já foram determinados.	Resultados sólidos frente aos impactos de condições não favoráveis, como erros aleatórios e pontos influentes, porque a metodologia é robusta. É possível a otimização de processos com baixa dispersão.	Na extrapolação dos pontos (+2) e (-2) pode apresentar erros, tendo em vista os poucos experimentos feitos nestes níveis.
Taguchi	Apropriado para identificar quais fatores controláveis minimizam a interferência dos fatores incontroláveis.	Este método possibilita análises com muitas variáveis de entrada com um número bem reduzido de experimentos.	Oferece uma ideia primária do processo, embora possam apresentar modelos matemáticos não confiáveis.

Fonte – Adaptado de Kuehl e Kuehl (2000)

Com o avanço tecnológico dos computadores, e dos softwares como (Minitab[®], SPSS[®], Design Expert 9[®], entre outros) o amplo uso dos modelos matemáticos em problemas de engenharia, tem-se tornado uma ferramenta poderosa para validação de modelos mecanicistas. Sendo assim, a escolha do DOE para este trabalho é essencial para desenvolvimento de uma investigação com base científica e confiável frente as inúmeras variáveis que dificultam a tomada de decisão das pesquisas acadêmicas na área de engenharia. Com isso, o uso do projeto de experimentos permitirá a otimização e escolha dos parâmetros mais significativos do processo.

2.9.1 Planejamento fatorial completo

Planejamento fatorial completo é utilizado quando existe a necessidade de estabelecer quais fatores são mais significativos e estudar quais são as consequências dos efeitos das variáveis entradas na variável resposta. O planejamento conhecido como FFD (*Full Factorial Designs*) são arranjos experimentais de fatores construídos de maneira que cada variável independente seja experimentada um número igual de vezes em cada um de seus níveis (MONTGOMERY, 2017).

Os FFD's mais usuais são os de base 2, neste tipo de combinação, o número de experimentos para criar um arranjo equilibrado é igual a 2^n , onde n é o número de fatores envolvidos. Conforme apresentado na Tabela 2.8, um experimento de três fatores (A, B, C), tendo dois níveis, mínimo (-1) e máximo (+1) tem 2^3 , um total de 8 experimentos. Além disso, é interessante aleatorizar as corridas para garantir a não tendenciosidade e independência dos dados, a fim de evitar erros sistemáticos (DEVOR; CHANG, 1992).

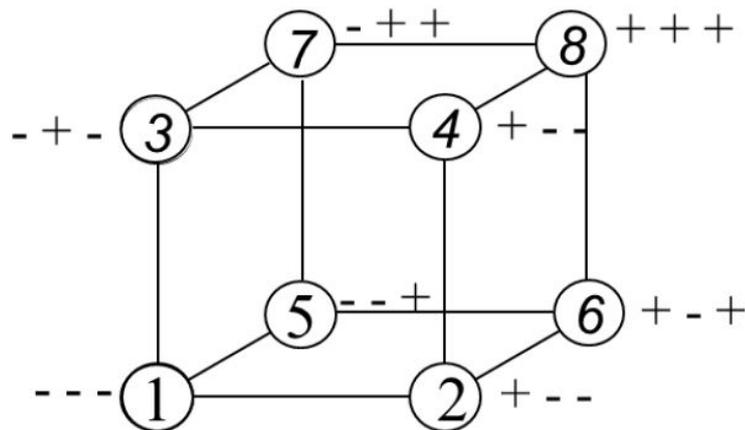
Tabela 2.8 – Planejamento de experimentos três fatores e dois níveis.

Número do teste	Fatores de Controle			Ordem do Teste (aleatório)	Resposta (y_i)
	A	B	C		
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

Fonte – Adaptado de VIRGIL, ANDERSON e ROBERT (2019).

Um modelo com três fatores A,B e C, cada um com dois níveis, totalizando oito combinações, pode ser ilustrado por um cubo com sete graus de liberdade, conforme apresentado na Figura 2.14 e Equação 2.2, onde das oito combinações, três estão relacionadas com efeitos principais, e os outros quatro graus de liberdade estão associados com as interações : AB, AC, BC e ABC.

Figura 2.14 – Representação de um modelo com três fatores A, B e C através de um cubo de sete graus de liberdade .



Fonte – Adaptado de Myers, Montgomery e Anderson-Cook (2016), Oliveira *et al.* (2019)

$$y_{ijk} = \mu + \mu_1\tau_i + \mu_2\beta_j + \mu_3\gamma_k + \mu_4(\tau\beta_{ij}) + \mu_5(\tau\gamma_{ik}) + \mu_6(\beta\gamma_{jk}) + \mu_7(\tau\beta\gamma_{ijk}) + \varepsilon_{ijk} \quad (2.2)$$

Sendo:

μ - média dos resultados;	$(\tau\beta_{ij})$ - efeito de interação entre os fatores A e B;
$\mu_i (i = 1, \dots, 7)$ - coeficientes de regressão dos parâmetros;	$(\tau\gamma_{ik})$ - efeito de interação dos fatores A e C;
τ_i - efeito principal do fator A;	$(\beta\gamma_{jk})$ - efeito dos fatores B e C;
β_j - efeito principal do fator B;	$(\tau\beta\gamma_{ijk})$ - efeito de interação entre os fatores A, B e C;
γ_k - efeito principal do fator C;	ε_{ijk} - erro experimental.

Também é possível estimar os efeitos e a interação entre fatores, através da Equação 2.3 (MONTGOMERY, 2017):

$$E_i = \frac{\sum y_i \cdot x_i}{(N/2)} \quad (2.3)$$

Sendo:

E_i - Efeito Estimado

N - Número total de Experimentos

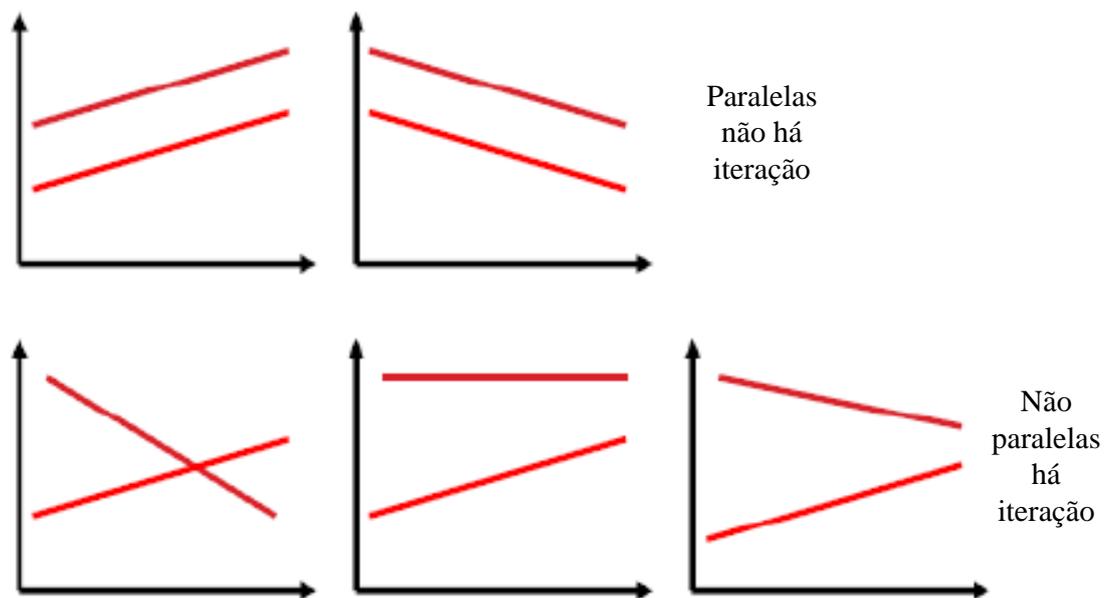
$\sum y_i \cdot x_i$ - Soma dos resultados y_i dos experimentos multiplicados pela coluna x_i .

Com as equações é possível contruir gráficos através de softwares como o Minitab[®] para ajudar na interpretação dos resultados, onde todos os fatores importantes aparecem em um intervalo

de confiança de 95%. Importante notar que a variação das respostas estará em função da mudança de nível (-1, +1) de um fator x_1 , no qual os outros fatores permanecerão constantes.

De acordo com o gráfico da Figura 2.15, quando as linhas entre os fatores são paralelas, dizemos que não há interação entre os fatores, em contra partida, se o gráfico de interação entre os fatores mostrar linhas não paralelas existe interação entre os fatores.

Figura 2.15 – Gráficos de interação entre os fatores.



Fonte – Adaptado de VIRGIL, ANDERSON e ROBERT (2019)

2.9.2 Superfície resposta

A metodologia *RSM – Response Surface Methodology* é um recurso dentro do planejamento de experimentos, que visa otimizar uma resposta influenciada por diversos fatores. Esta técnica é muito eficaz, pois é capaz de formar curvas entre os fatores e respostas através de uma função quadrática, que permite alcançar rapidamente o ponto de otimização pretendido no processo (MYERS; MONTGOMERY; ANDERSON-COOK, 2016).

O RSM é um arranjo experimental adequado para quando se conhece muito bem o processo e se deseja otimizá-lo. Algumas regras básicas devem ser verificadas para implementação do RSM, como: escolha de um número pequenos de fatores para construção dos designs entre 2-3, todos os fatores devem ser contínuos e o modelo utiliza regressões avançadas para encontrar o ponto ótimo (OLIVEIRA *et al.*, 2019).

Na maioria dos casos práticos em um setor industrial, as relações entre respostas e variáveis de

entrada são uma incógnita, assim sendo, no caso do RSM, uma modelagem com funções polinomiais são utilizadas para elucidar as relações entre as variáveis (VIRGIL; ANDERSON; ROBERT, 2019).

Assim, de acordo com uma regressão simples onde se conhece o modelo linear, quadrático e cúbico para cada fator (x) em relação ao (y), temos a equação 2.4.

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon \quad (2.4)$$

Sendo:

- x_i - Variáveis independentes;
- β_i - Coeficientes a serem estimados
- k - Variáveis independentes;
- ε - Erro experimental;

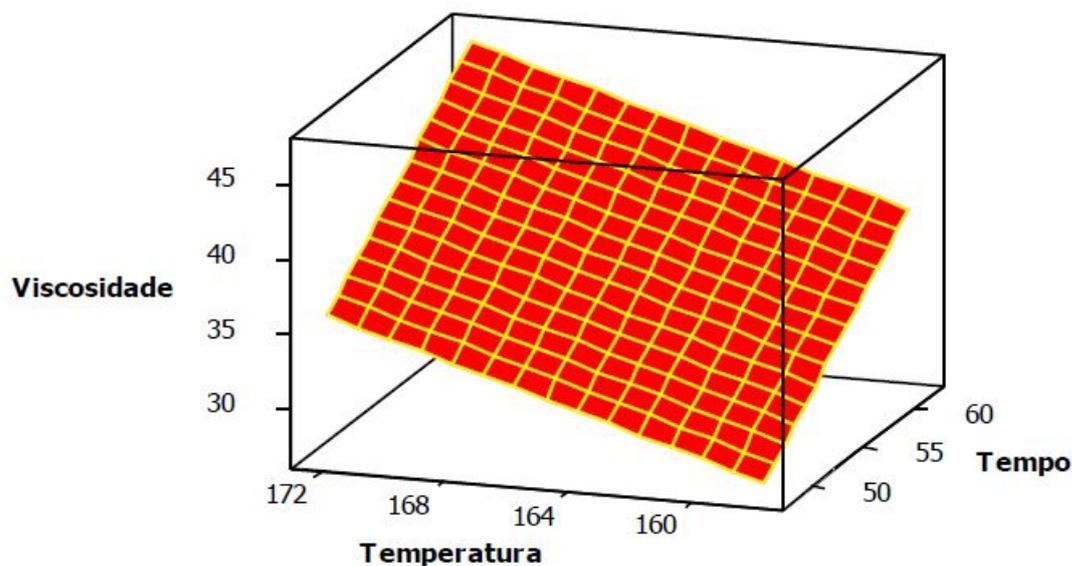
Normalmente os sistemas apresentam curvatura, tornando os modelos de primeira ordem inapropriados. Dessa forma, somente um polinímio de grau superior pode representar a relação entre as respostas e variáveis independentes, conforme modelo apresentado pela equação 2.5:

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \dots + \sum_{i=j=1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (2.5)$$

Com isso, conforme exibido nas equações anteriores, grande parte das modelagens envolvendo planejamento de experimentos utilizam uma ou ambas as técnicas para resolução dos problemas. Apesar de muito sólido e robusto, um sistema polinomial pode não apresentar uma aproximação apropriada para todo o conjunto experimental, no entanto estes modelos tem muita eficácia para uma região restrita (MONTGOMERY, 2017).

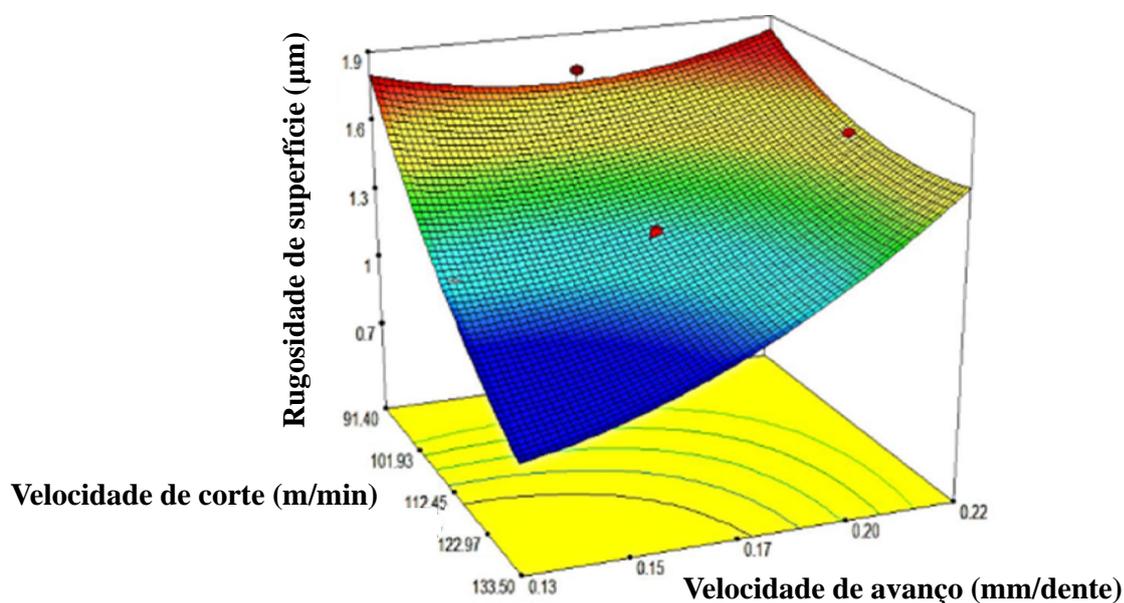
Consequentemente, esta metodologia representa as respostas através de modelos de segunda ordem buscando por meio da curvatura definir o ponto de máxima e mínima otimização da função. Conforme apresentado na Figura 2.16, se não houver curvatura, a resposta tem uma forma de apresentação linear, sendo a modelagem de primeira ordem suficiente. Se houver curvatura, de acordo com a Figura 2.17, é necessário uma modelagem de segunda ordem onde a representação gráfica é uma superfície.

Figura 2.16 – RSM modelo linear.



Fonte – Adaptado de Montgomery (2017).

Figura 2.17 – RSM modelo curvatura.



Fonte – Adaptado de Sahu e Andhare (2017).

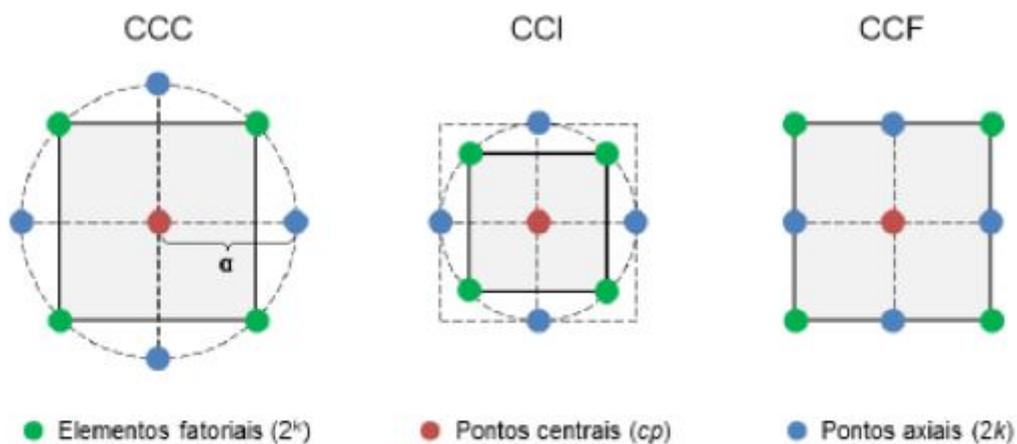
Na Figura 2.17 é apresentada um gráfico obtido em um artigo que estuda sobre otimização multiobjetivo para melhorar a produtividade da liga Ti-6Al-4V através do aumento da velocidade de moagem. Pode-se notar pelo resultado que a modelagem de superfície é uma função quadrática por ter curvatura. Além disso, é possível perceber que quanto maior a velocidade de corte e menor a velocidade de avanço menor a rugosidade de superfície. Sendo assim, através do gráfico de superfície

resposta é possível obter um equacionamento da modelagem de modo a encontrar diversos pontos ótimos dependendo da particularidade do seu processo (SAHU; ANDHARE, 2017).

Esta é a finalidade deste trabalho, adquirir a melhor configuração dos parâmetros para obter o menor tamanho de partículas possível, consequentemente menor porosidade e melhor resistência mecânica em processos posteriores.

Além disso, a combinação mais frequentemente usada para modelar as funções do RSM e realizar a análise de dados é o arranjo composto central (*Central Composite Design-CCD*), sendo aconselhado a sua utilização quando o planejamento fatorial precisar de uma sequência. Em resumo o CCD é contruído por três grupos diferentes de elementos experimentais: fatorial completo 2^k ou fatorial fracionado 2^{k-p} sendo p a fração esperado do experimento, um conjunto de pontos centrais “(*Center Points*)” e, um grupo de níveis extras denominados pontos axiais “(*Axial Points*)” ou “(*Startpoints*)”, em razão disso, os pontos axiais podem ser circunscrito, inscrito ou de face centrada conforme apresentado na Figura 2.18.

Figura 2.18 – Arranjos CCD.



Fonte – Adaptado de MENDONÇA (2018).

Posteriormente a aquisição da modelagem, o próximo passo é realizar a Análise de Variância ANOVA (analysis of variance) examinando quais conteúdos são significativos e quais devem ser eliminados. Para testar os dados dos experimentos deve-se analisar P-Value. Se o teste individual for inferior ao nível de significância normalmente utilizado como 5%, rejeita a hipótese de que termos específicos não são significantes. Entretanto, se o teste for superior ao nível de significância, o termo deve ser excluído se proceder um aumento do coeficiente de determinação ajustado (R^2_{adj}) concomitantemente com a diminuição dos termo erro S (MYERS; MONTGOMERY; ANDERSON-COOK, 2016; MONTGOMERY, 2017; OLIVEIRA *et al.*, 2019).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

As etapas para construção da rota alternativa de reciclagem proposta neste trabalho encontram-se na Figura 3.1. Na primeira etapa, após recebimento do material, foi necessária uma caracterização microestrutural do material recebido, para verificar se os valores de composição química e dureza estão de acordo com os dados disponibilizados pelo catálogo do fabricante.

Na segunda etapa, foi realizada a usinagem para coleta dos cavacos em um Centro de Usinagem Romi Discovery 560. Interessante observar que todos os parâmetros do processo de usinagem do Vanadis[®]8 como: rotação, avanço e profundidade de corte foram executados em acordo com o manual da Uddeholm. Além disso, a usinagem foi feita com maior facilidade, pois a Uddeholm entrega o Vanadis[®]8 no estado recozido.

Após a obtenção dos cavacos, a terceira etapa consistiu na primeira fase da MAE, realizada em um Moinho Planetário. Devido à carência de trabalhos e artigos com aços Vanadis[®]8, os parâmetros de moagem foram escolhidos com base em estudos de aços ferramentas que são próximos como: Vanadis[®]4 e Vanadis[®]10. Nesta fase, três configurações distintas serão executadas dos pós de Vanadis[®]8. A primeira sem adição de carbeto, a segunda com a adição de 3% de carbeto de vanádio e terceira com a adição de 3% de carbeto de molibdênio. O tempo de moagem para análise será de 4, 8 e 12 horas.

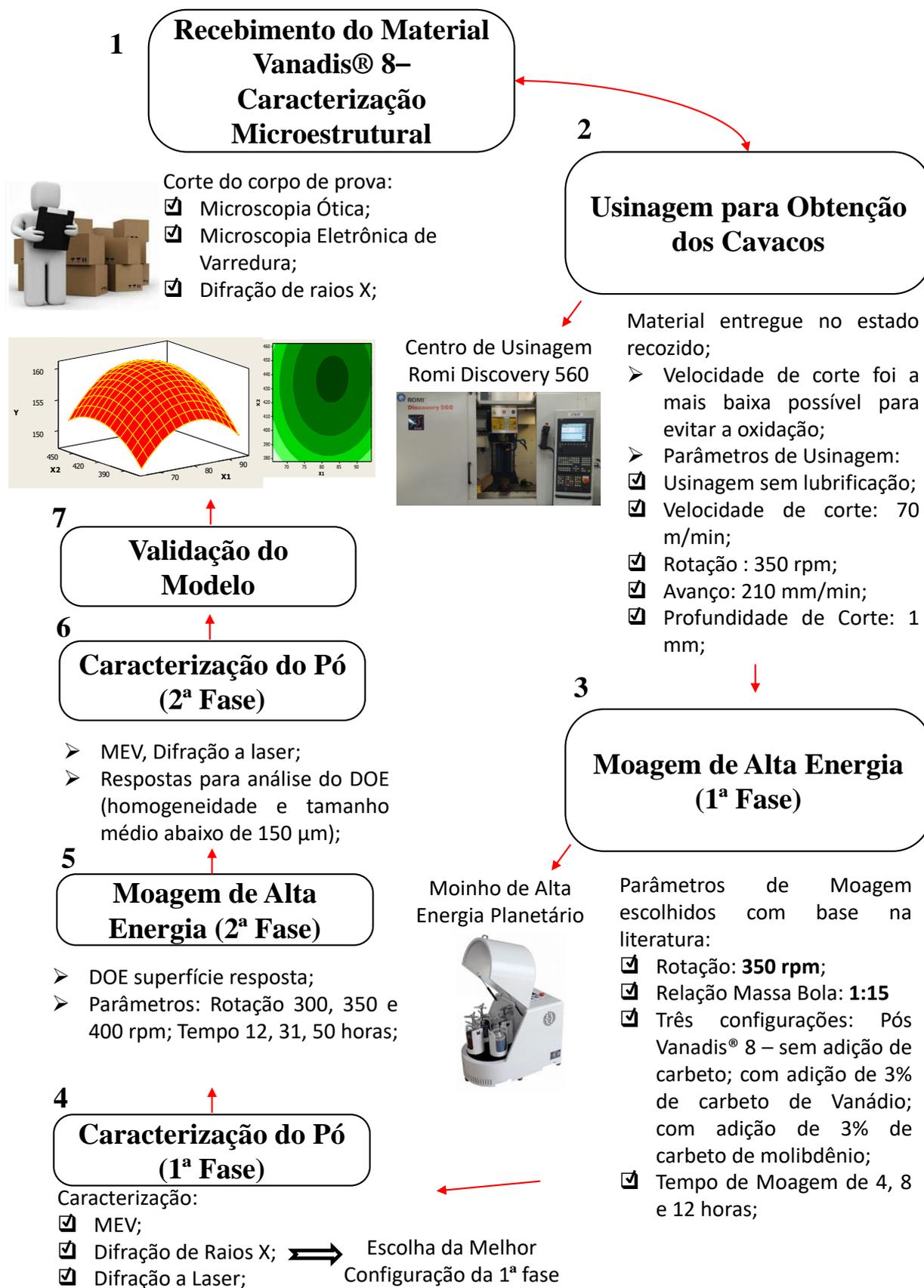
Na quarta etapa, com a utilização do MEV, DRX e difração a laser, foi efetuada uma caracterização do pó da primeira fase da MAE com objetivo de selecionar a configuração mais eficiente com relação ao tempo de processo para redução das partículas.

Na quinta etapa, após a escolha técnica da configuração mais eficiente da primeira fase, foi realizada a segunda fase da MAE. Neste ciclo, foi aplicada a técnica superfície de resposta do planejamento de experimento (DOE), para verificar a influência dos parâmetros tempo e rotação na resposta do processo.

Na sexta etapa, foram colhidos os resultados da difração a laser e do peneiramento de cada experimento do DOE, tendo como meta encontrar amostras com distribuição mais homogênea possível, com tamanho médio de partículas abaixo de 150 μ m.

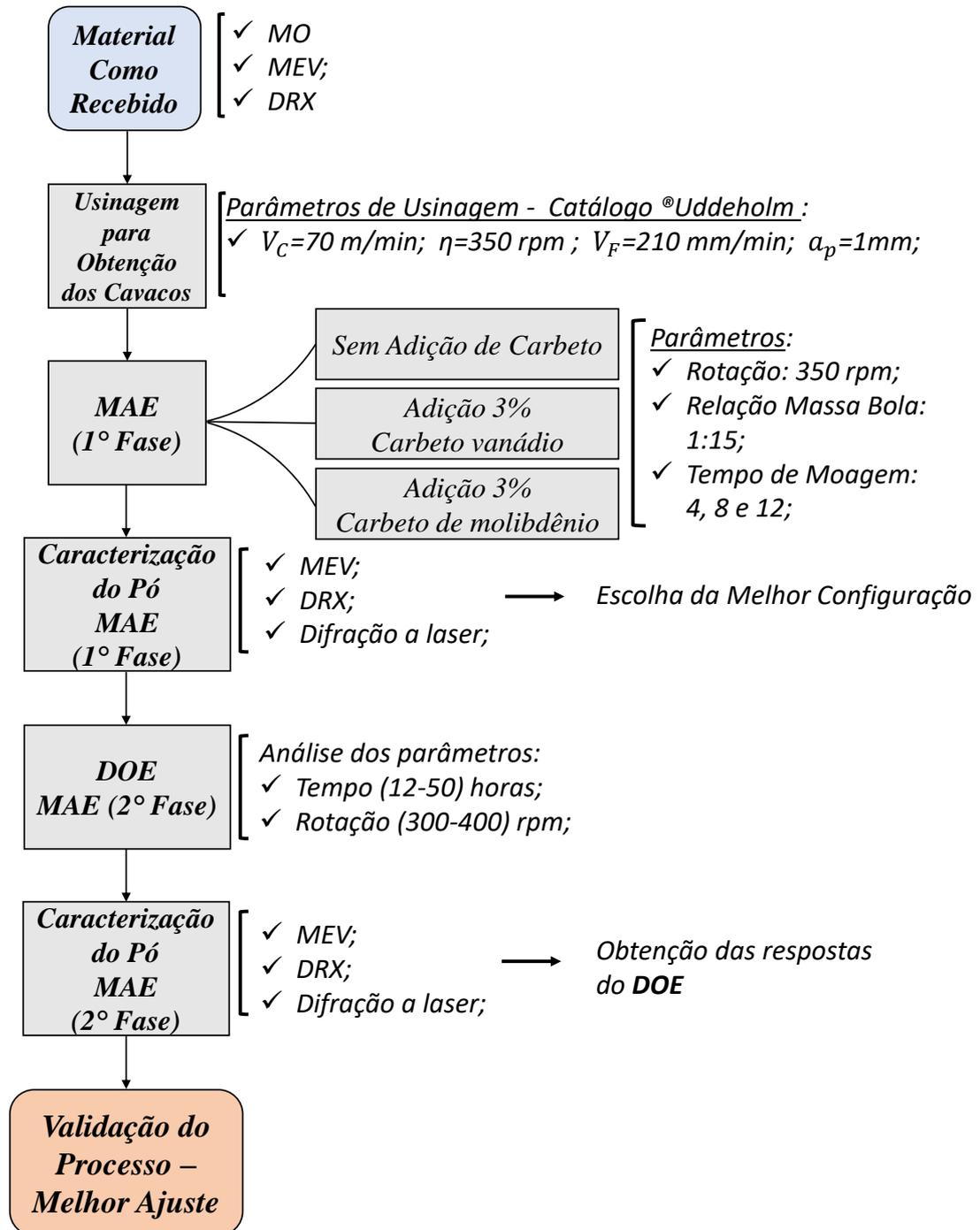
E por fim, na sétima e última etapa foi realizado a otimização e validação do modelo encontrado pelo DOE.

Figura 3.1 – Rota Alternativa de Reciclagem por Metalurgia do Pó



Na Figura 3.2 é exibido um fluxograma, que resume as principais etapas propostas neste trabalho, já descritas de forma detalhada na Figura 3.1.

Figura 3.2 – Fluxograma das principais etapas de desenvolvimento do projeto



Fonte – Autor

3.1 Materiais

Nesta pesquisa foi utilizado o aço Vanadis[®] 8, fornecido pela empresa *Uddeholm*. O material foi recebido em forma de bloco, com peso de aproximadamente 2,567 kg com medidas de (4,3 x 7,9 x 9 cm), cuja composição química e condição de entrega conforme Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Composição e condição de entrega do Vanadis[®] 8.

Elementos Químicos	Vanadis [®] 8 – % em peso	Condição de Entrega do Material
F	80,5	Recozido \leq 270HB
C	2,3	
Si	0,4	
Mn	0,4	
Cr	4,8	
Mo	3,6	
V	8	

Fonte – Adaptado de UDDEHOLM (2016).

Para verificar a análise da eficiência da adição de carbetos na MAE foi usado carbetos de molibdênio Mo_2C e vc carbetos de vanádio. Na Tabela 3.2 encontram-se as particularidades de resistência mecânica dos carbetos utilizados nesta pesquisa.

Tabela 3.2 – Caracterização mecânica dos carbetos de vanádio e molibdênio.

	Carbeto de Vanádio (VC)	Carbeto de Molibdênio (Mo_2C)
Teor de Carbono – %	19,08	11,1
Massa Específica – g/cm^3	5,71	8,20
Ponto de Fusão – $^{\circ}C$	2730	2505 – 2692
Dureza Rockweel – A	91	89
Microdureza – Vickers	2950	1950
E – GPa	268 – 420	227 – 553
σ_c – MPa	607	901
Tamanho de Partícula – μm	3 – 5	3 – 5

Fonte – Adaptado de MATWEB (2020).

3.2 Métodos

Quase todos os equipamentos empregues na parte experimental, foram disponibilizados pelos laboratórios da Universidade Federal de Itajubá-UNIFEI, exceto a parte de usinagem do material, que foi realizada na unidade do SENAI Santa Rita do Sapucaí UI CDTSVE Stefan Bogdan Salej-MG.

As métricas utilizadas para usinagem do Vanadis[®] 8 *SuperClean*, foram escolhidas de acordo com o (*Datasheet*-catálogo) distribuído pela *UddeHolm* (UDDEHOLM, 2016). Já a definição dos parâmetros de moagem, adição de carbetos e otimização via planejamentos de experimentos superfície

resposta, foram feitos com base em artigos e trabalhos científicos sobre aços ferramentas com os temas ligados a MP, MAE e DOE.

3.2.1 Usinagem e formação dos cavacos

Os cavacos do Vanadis[®] 8, foram obtidos por fresamento no centro de usinagem modelo ROMI DISCOVERY 560[®], sem a utilização de fluido refrigerante. Além disso, para evitar a oxidação do subproduto e diminuir o esforço de corte da máquina, empregou-se uma rotação de 350 rpm, calculada com base na velocidade de corte fornecido pelo catálogo da Uddeholm de 70 m/min.

Outro ponto relevante foi a determinação da velocidade de avanço da mesa de 210 mm/min, escolhida em função do avanço por número de dentes com os valores entre 0,06-0,20 mm/dente. A profundidade de corte utilizada foi de 1mm e os insertos eram classe tipo P para aços em gerais. Na Figura 3.3 é apresentado o centro de usinagem e a forma de coleta dos cavacos, com forração da máquina em papelão.

Figura 3.3 – Máquina e procedimento para coleta dos cavacos



Fonte – Autor

Os cálculos utilizadas para determinar a rotação da máquina CNC, assim como a velocidade de avanço da mesa e profundidade de corte são dados pelas Equações 3.1, 3.2 e 3.3.

$$V_c = \frac{\pi \cdot D_m \cdot n}{1000} (m/min) \quad (3.1)$$

Sendo:

V_c - Velocidade de Corte em (m/min)

D_m - Diâmetro da peça em (mm)

n - Rotação em (rpm).

$$V_f = f_z \cdot z \cdot n (mm/min) \quad (3.2)$$

Sendo:

V_f - Avanço da Mesa em (mm/min)

f_z - Avanço por dente em (mm/dente)

z - Número de insertos

n - Rotação em (rpm).

$$a_p = \frac{P_c \cdot 60 \cdot 10^3 \cdot \eta}{f \cdot V_c \cdot K_c} (mm) \quad (3.3)$$

Sendo:

a_p - Profundidade de corte em (mm)

P_c - Potência de usinagem efetiva em (KW)

η - Coeficiente da eficiência da máquina

f - Avanço por rotação em (mm/rot)

V_c - Velocidade de corte (m/min)

K_c - Coeficiente de força específica de corte em (MPa).

3.2.2 Preparação do CR para análise microscópica

Para analisar o material como recebido foi necessário realizar a preparação metalográfica da amostra. Um pequeno pedaço do material Vanadis[®] 8 foi embutido em resina termofixa pela embutidora modelo PRE30 com pressão de 100 a 150 kgf/cm^2 . Posteriormente utilizou-se as lixas nas granas 180, 240, 400, 600, 800, 1200 em uma máquina politriz da marca Arotex[®], modelo Aropol 2V para lixar as amostras. O polimento foi executado com diluição (50% de alumina 0,05 μm e 50% de água). Para revelação microestrutural foi feito o ataque com nital (4% ácido nítrico e álcool), por meio do método por imersão com tempo de 4 segundos.

3.2.3 Caracterização microestrutural

3.2.3.1 Microscópio óptico

A caracterização microestrutural do material como recebido, assim como análise do contorno de grão e distribuição de carbeto, foi realizada no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais - LPCM da UNIFEI. O microscópio marca OLYMPUS, modelo BX41M auxiliado pelo programa Stream Basic[®] foi utilizado para aquisição das micrografias. A obtenção das imagens foram feitas com ampliação de 100X, 200X, 500X e 1000X.

3.2.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV/EDS)

Para avaliação da morfologia e tamanho médio das partículas dos pós durante o processo de moagem, empregou-se o microscópio eletrônico de varredura no modo de elétrons secundários (SE). Para análise e confirmação da distribuição dos elementos químicos presentes no aço Vanadis 8[®] utilizou-se o MEV para análise de energia dispersiva de raios X por espectroscopia (EDS).

Conforme mostrado na Figura 3.4, o equipamento modelo Carls Zeiss EVOMA15[®], com detector de espectroscopia por dispersão de energia da marca Bruker, modelo XFlash 6110[®], se encontra na Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE)–UNIFEI.

Figura 3.4 – Microscópio eletrônico de varredura



Fonte – Autor

3.2.3.3 Distribuição Granulométrica das Partículas

A separação e dispersão dos tamanhos de partículas com relação ao tempo de moagem, foram realizadas através da utilização de dois instrumentos: Primeiro o agitador de peneiras eletromagnético para análises granulométricas marca Berfel[®] e o segundo, o equipamento Microtrac Bluewave S3500[®], ambos localizados no (LPCM) e (LCE)–UNIFEI.

O primeiro passo para verificar a evolução da moagem em reduzir as partículas em função do tempo foi peneirar os pós. Para isso, programou-se para que o agitador eletro–magnético trabalhasse com vibração máxima, durante 20 minutos. No processo de peneiramento foram utilizadas três peneiras, respectivamente de 40 mesh – (425 μm), 100 mesh – (150 μm), 230 mesh – (63 μm) e uma base para recolher os pós com granulometria menor que 230 mesh – 63 μm .

Antes da análise por difração a laser, todas as amostras foram pesadas na balança analítica marca SHIMADZU, modelo AUY220, capacidade 220(g), com tamanho do prato de 80 mm de diâmetro e precisão 0,0001(mg).

O estudo da distribuição dos tamanhos das partículas com relação à duração do processo foi efetuado pelo equipamento Microtrac Bluewave S3500[®], exibido na Figura 3.5, constituído por 2 lasers com comprimentos de onda vermelho (780 nm) e azul (405 nm). Para estes ensaios, os pós em cada situação foram desaglomerados por meio de ultrassom. Com o objetivo de não influenciar a resposta da difração a laser por meio da aglomeração, foi aplicada uma gota de detergente líquido neutro como agente dispersante.

Figura 3.5 – Analisador de tamanho de partículas



Fonte – Autor

3.2.3.4 Difração de Raios X (DRX)

Para identificação das fases, antes e após a MAE, utilizou-se nesta pesquisa a técnica de difração de Raios de X. O equipamento empregado foi o DRX–PANalytical X'Pert Pro model B.V.[®] com comprimento de onda CuK_{α} (1,5442Å) intervalo de varredura com ângulo de 10 – 90°, fase 0,02° e tempo de passo 1,5 s (Figura 3.6).

Figura 3.6 – DRX – Laboratório de caracterização microestrutural (LCE)



Fonte – Autor

3.3 Refinamento de Rietveld

Existem diferentes técnicas e recursos amparados por *softwares* de altíssimo nível, capazes de calcular o percentual de fases em um material metálico.

Dentre estes métodos, como exemplo pode-se destacar:

- MEV modo (EBDS) difração de elétrons retroespalhados para fazer o mapeamento juntamente com programa para o cálculo *Thermo-Calc*®;
- A MO com auxílio do *software OPEN SOURCE ImageJ*;
- O cálculo de forma manual utilizando o procedimento de Heyn, método por intercepto linear médio, descrito na norma ASTM E112-96 (2010) (TIDESTEN *et al.*, 2017; GONÇALVES, 2016; DIAS, 2008; MARINI; GATAMORTA; BOAS, 2015; STANDARD, 2004).

Entretanto, a precisão destas técnicas, só se torna significativa se as constituintes das fases do material examinado apresentarem grandes diferenças de reflexibilidade de luz. Isto está totalmente ligado à preparação da amostra como ataque químico, polimento entre outros. Sendo assim, uma outra alternativa utilizada neste trabalho para determinar as porcentagens das fases do material foi, através dos dados do DRX realizar o refinamento de Rietveld com auxílio do *software X'Pert HighScore Plus*®.

Basicamente, a técnica consiste no ajuste ou refinamento dos parâmetros de uma estrutura cristalina pela inserção de dados como: parâmetros de rede, arranjos atômicos, simetria espacial, parâmetros do perfil e intensidade das reflexões (PINTO, 2008). Estes dados podem ser encontrado em um banco de dados de estruturas cristalinas da CAPES (CAPES, 2020).

Na metodologia de Rietveld, os resíduos entre todos os pontos de ajuste observados e calculados são reduzidos por um refinamento de mínimos quadrados de acordo com os parâmetros selecionados. O desenvolvimento do refinamento é controlado por um conjunto de itens. Entre os mais usados estão R_{wp} representando a ponderação e o ajuste (S), que é a relação entre o R_{wp} e R_{exp} . R_{wp} e R_{exp} são equacionados da seguinte maneira:

$$R_{wp} = \left(\frac{\sum_i W_i (Y_{i,obs} - Y_{i,calc})^2}{\sum_i W_i (Y_{i,obs})^2} \right)^{1/2} \quad (3.4)$$

$$R_{exp} = \left((N - P) / \sum_i W_i (Y_{i,obs})^2 \right)^{1/2} \quad (3.5)$$

Onde, $Y_{i,obs}$ é a intensidade observada, $Y_{i,calc}$ é a intensidade calculada, W_i o peso do ponto i na difração do perfil, N é o número de observações e P o número de parâmetros (SNELLINGS *et al.*, 2010).

3.3.1 Tamanho de cristalito e análise percentual de fase cristalina

3.3.1.1 Tamanho de Cristalito

Uma outra forma de analisar a eficiência da adição dos carbetos na MAE do V[®] 8 é pelo cálculo do tamanho de cristalito. Como a microdeformação e o tamanho de partícula estão diretamente relacionados com a largura dos picos de difração, o tamanho de cristalito pode ser calculado através da fórmula de Scherrer (LANGFORD; WILSON, 1978).

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta_L \cdot \cos \theta} \quad (3.6)$$

Onde, D é o tamanho de cristalito em (nm) em uma direção dada hkl, K é a constante de Scherrer que varia de acordo com a simetria da estrutura do cristal, normalmente utilizada como 0,9, λ é o comprimento da onda de radiação utilizada, β_L é a largura a meia altura (FWHM) do pico de difração já corrigido pelo refinamento calculado em radianos e θ é o ângulo de Bragg também em radianos.

Entretanto, como a MAE provoca o alargamento dos picos de difratometria no pó, pode-se concluir que o alargamento é consequência da microdeformação ou diminuição do tamanho de cristalito (PINTO, 2008).

Assim, com os dados do refinamento de Rietveld feitos pelo software *X'Pert HighScore Plus[®]*, é possível calcular a correção dos ângulos de Bragg e as larguras a meia altura (FWHM) de todas as configurações de moagem. E, conseqüentemente, calcular os tamanhos médios de cristalitos.

Basicamente, o *X'Pert HighScore Plus[®]*, utiliza um ajuste empírico dos picos baseado em uma função Lorentziana para o tamanho de partícula e uma função Gaussiana para o efeito da microdeformação, sendo o resultado da convolução destas duas funções conhecidas como função de Voigt. Como a função de Voigt é muito complexa para ser implementada em uma rotina computacional de

refinamento, uma aproximação muito boa é conhecida como função pseudo-Voigt (PINTO, 2008). Para mais detalhes (BISH; HOWARD, 1988).

A qualidade do refinamento é dado pela razão entre R_{wp} e R_{ext} descritos nas equações (3.2 e 3.3):

$$S = \frac{R_{wp}}{R_{ext}} \quad (3.7)$$

De maneira geral, valores de $S < 1$ significam ajustes incorretos e divergência do refinamento. Valores de $S > 1,5$ indicam inadequação no ajuste ou a existência de um mínimo local. Assim, o ajuste deve estar o mais próximo possível de 1, significando que mais nada pode ser feito para melhorar o refinamento, pois R_{wp} já chegou no seu limite (FANCIO, 1999).

O software *X'Pert HighScore Plus*[®] contém um recurso onde o tamanho de cristalito pode ser calculado no próprio programa.

Para inserir os dados no recurso de cálculo de cristalito do programa é necessário gerar o relatório com os valores do refinamento, conforme disponível nos Anexos. Após preenchimento dos dados ajustados, o programa calcula os tamanhos de cristalitos baseados na equação 3.4.

3.3.1.2 Análise do percentual de fase cristalina

Além dos resultados da difração a laser e dos cálculos para tamanho médio de cristalito, outra técnica que pode ser utilizada para embasar ainda mais a escolha da melhor configuração da 1^a fase da MAE é o método teórico de estimativa percentual de cristalinidade do material a partir dos dados do DRX.

Dentre as muitas técnicas para cálculo do percentual de cristalinidade, utilizou-se nesta pesquisa o método por separação simples de área (CAROLINO, 2017,88f Dissertação (Mestrado em Física) - Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2017.; RIBOTTA *et al.*, 2004).

O cálculo pela separação simples de área, prevê a separação da contribuição cristalina e não cristalina. A curva de ajuste da fase não cristalina é gerado por um programa computacional que neste trabalho foi o GSAS, *software* disponibilizado gratuitamente na internet.

Uma vez que a cristalinidade pode ser determinada pela integral das áreas sob os picos da

difração de raios X, temos que:

$$\%C = \left(\frac{A_c}{A_c + A_a} \right) \cdot 100 \quad (3.8)$$

Sendo, $\%C$ é a porcentagem de fase cristalina, A_a é a área da fase amorfa e A_c é a área da fase cristalina.

3.3.2 Moagem de Alta Energia – 1^a Fase

Neste trabalho, foram realizadas duas fases na MAE. A primeira fase, se baseou em investigar a eficiência da adição dos carbeto com relação ao tempo de moagem. Para efeito de comparação realizou-se a moagem sem adição de carbeto. Este estudo preliminar foi realizado pois artigos e estudos do grupo de pesquisa de metalurgia do pó da UNIFEI, já comprovaram que a adição de carbeto aumenta a eficiência do processo de moagem (KUFFNER *et al.*, 2015; DIAS *et al.*, 2017; MENDONÇA *et al.*, 2018b; MENDONÇA *et al.*, 2018a).

No início do processo, foram colocados 20g de cavaco em cada recipiente de moagem. Como o moinho utilizado na pesquisa tinha espaço para 4 jarros, empregou-se no primeiro jarro, somente o Vanadis[®] 8 sem adição de carbeto, no segundo jarro, material mais 3% de carbeto de vanádio, no terceiro jarro material mais 3% de carbeto de molibdênio e no quarto jarro, apenas esferas para não desbalancear o moinho.

Em cada recipiente de moagem, foram utilizados três tipos de esferas de aço inoxidável: pequenas, médias e grandes, com tamanhos médios dos diâmetros, respectivamente de 7,5, 11 e 17,5 mm. A proporção utilizada em cada jarro foi de 1/3 em peso para cada tipo de esfera (Figura 3.7).

Figura 3.7 – Recipientes de moagem



Fonte – Autor

A relação de massa:bola foi 1:15, velocidade de rotação 350 rpm e atmosfera controlada com gás inerte argônio. Além disso, regulou-se o moinho para intercalar o sentido de rotação de hora em hora com paradas a cada 10 minutos. No total, o tempo de moagem da primeira fase foi de 12 horas com retiradas das amostras de 4 em 4 horas para análises subsequentes (Tabela 3.3, 3.4 e 3.5).

Tabela 3.3 – Parâmetros do processo de moagem.

Configuração	Vanadis [®] 8 (g).	Adição de Carbetto (g)	Relação Massa/Bola	Velocidade(rpm)
1	20	Sem carbetto		
2	20	3% – (VC)	1:15	350
3	20	3% – (Mo ₂ C)		

Fonte – Autor.

Tabela 3.4 – Parâmetros do processo de moagem continuação.

Configuração	Proporção entre esferas (pequenas, médias e grandes)	Gás Inerte
1		
2	1/3	argônio
3		

Fonte – Autor.

Tabela 3.5 – Setup do moinho planetário e coleta das amostras.

Inversão do Sentido de Rotação (<i>h</i>)	Paradas (<i>min</i>)	Retirada das amostras (<i>h</i>)
1	10	4
		8
		12

Fonte – Autor.

Conforme Figura 3.8, todo o processo de moagem foi desenvolvido em um moinho planetário de alta energia modelo NQM, marca Noah-Nuoya 0,2 L no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais - LPCM .

Figura 3.8 – Moinho planetário Noah-Nuoya modelo NQM 0,2L



Fonte – Autor

3.3.3 Moagem de Alta Energia – 2^a Fase – Planejamento de Experimentos (DOE)

Nesta etapa, foi investigado através do planejamento de experimentos (Fatorial e Superfície Resposta), a influência dos parâmetros tempo e rotação na distribuição, homogeneização e caracterização dos pós. Neste caso, utilizou-se a configuração que apresentou a maior eficiência na MAE – 1^a Fase com relação a redução do tamanho de partículas. As ponderações e análises estatísticas foram feitas com o uso do software Minitab 18[®].

Tanto na 1^a quanto na 2^a fase da MAE, as especificações de processo utilizados nos experimentos foram escolhidos com base em trabalhos científicos. Entretanto, devido à escassez de artigos publicados sobre moagem do aço ferramenta Vanadis[®] 8, buscou-se por meio de uma revisão sistemática, encontrar parâmetros de moagem referentes a materiais da mesma classe que o material em estudo, como é o caso do aço Vanadis[®] 4 e aço ferramenta AISI 52100. Além disso, após a pesquisa de *papers* na literatura, critérios como limitação do moinho planetário e pesquisa experimental foram conciliados para se chegar nos valores de entrada de rotação e tempo. Na Tabela 3.6 é mostrado um resumo expondo pesquisas com grande notoriedade na MAE. As métricas utilizadas por estes trabalhos auxiliaram na tomada de decisão.

Tabela 3.6 – Resumo dos parâmetros encontrados em artigos relacionados a MAE.

Autor	Assunto	Relação Massa/Bola	Velocidade(rpm)	Tempo(h)	Análise	Tipo de Moinho
Raimundo <i>et al.</i> (2020)	Adição de 20% WC no cobre com reciclagem do WC	1:4	400	50	Tamanho de partículas e homogeneidade dos pós.	—
Fernandes, Puga e Senos (2019)	Adição de WC no AISI 304	1:10 1:20	200–350	2–20	Morfologia e formação de fase.	<i>Fritsch Pulverisette 6</i>
Gatamorta <i>et al.</i> (2019)	Aço Inoxidável Duplex com adição de carboneto de vanádio (0 a 3%)	1:10 1:20	250–350	10–50	Morfologia e tamanho de partícula.	<i>Planetary Ball Mill</i>
Li <i>et al.</i> (2019)	Disperção de nanopartículas de fósforo dentro do carbono	1:30	1000	24	Síntese de nanopartículas de fósforo em uma matriz de carbono com alta performance utilizado em material anódico para baterias.	—
Sivakumar <i>et al.</i> (2019)	Otimização dos parâmetros da MAE na dispersão de óxidos na liga 617 (Ni–Co–Cr–Mo)	1:10	500–2000	6	Morfologia e mudanças estruturais.	<i>Retsch make Emax High Energy Ball Mill®</i>
Dias <i>et al.</i> (2018)	Comparação da eficiência do NiC e VC na MAE da liga de Bronze Alumínio	1:20	350	50	Morfologia e tamanho de partícula.	<i>Planetary Ball Mill</i>
Mendonça <i>et al.</i> (2018)	Reciclagem de aços inoxidáveis	1:20	350	50	Morfologia e tamanho de partícula.	<i>Planetary Ball Mill</i>
Huang, Chang e Yeh (2017)	Aço vandis® 4	—	300	6	Redução do tamanho de Partículas	<i>Planetary Ball Mill</i>
Kuffner <i>et al.</i> (2015)	Aço AISI 52100	1:15	400	30	Morfologia e distribuição das partículas	<i>Planetary Ball Mill</i>
Sheikhzadeh e Sanjabi (2012)	Adição de 30 % de Carbetto de Titânio no Aço Inoxidável 316	1:9	250	10–50	Adição de 30 % de carbetto de titânio no Aço Inoxidável 316	<i>SV-IC5 type planet high-energy ball mill</i>

Fonte – Autor.

Após estudo dos trabalhos disponíveis na literatura, definiu-se os níveis dos valores dos parâmetros velocidade e tempo, conforme mostrado na Tabela 3.7. Assim, com o uso do experimento arranjo fatorial foi possível verificar a influência tanto dos parâmetros principais como de suas interações.

Tabela 3.7 – Parâmetros de moagem experimento arranjo fatorial: rotação, tempo.

Fator	Níveis	Ponto Central
Velocidade(<i>rpm</i>)	300 – 400	350
Tempo(<i>h</i>)	12 – 50	31

Fonte – Autor.

A fim de identificar com a quantidade mínima de experimentos curvatura na modelagem DOE e possíveis fatores com grandes efeitos, foi realizado inicialmente o planejamento fatorial 2^n (MONTGOMERY, 2017). Foram variados $n = 2$ parâmetros, resultando em 4 experimentos, com níveis máximos, médios (*center points*) e mínimos. Além disso, para verificar os erros experimentais e obter estimativas mais precisas dos efeitos, foram feitas três réplicas, além da adição de 3 pontos centrais, somando 15 experimentos, como pode ser observado na Tabela 3.8.

Tabela 3.8 – Matriz planejamento de experimento fatorial (2^k).

Amostra	V [®] 8+ 3% VC (<i>g</i>)	Vel.(<i>rpm</i>)	Tempo(<i>h</i>)
1	10	300	50
2	10	400	12
3	10	300	50
4	10	350	31
5	10	400	12
6	10	300	12
7	10	300	12
8	10	350	31
9	10	300	50
10	10	400	50
11	10	300	12
12	10	350	31
13	10	400	50
14	10	400	12
15	10	400	50

Fonte – Autor.

Em seguida, para melhor análise dos resultados e obtenção de um modelo ótimo global com previsão da homogeneidade das partículas em função das parâmetros: velocidade e tempo, foi gerado o arranjo (Planejamento Superfície Resposta) (MYERS; MONTGOMERY; ANDERSON-COOK, 2016). Considerando n o número de parâmetros, foram utilizados nestes testes experimentais $n = 2$, onde os pontos fatoriais foram dados por $2^n = 2^2 = 4$, pontos axiais $2 \cdot n = 2 \cdot 2 = 4$, com 5 *center points* e três réplicas, totalizando 39 experimentos com $\alpha = 1$ (Tabela 3.9). Os sequenciamentos dos experimentos foram definidos com base no arranjo composto central CCD – (*Central Composite Design*) com o auxílio do Minitab[®] 18.

Tabela 3.9 – Matriz planejamento superfície resposta.

Amostra	V [®] 8+ 3% VC (g)	Velocidade(rpm)	Tempo(h)
1	10	350	12
2	10	400	12
3	10	350	31
4	10	400	31
5	10	300	12
6	10	300	31
7	10	300	50
8	10	350	31
9	10	350	50
10	10	350	31
11	10	350	50
12	10	300	31
13	10	350	31
14	10	400	31
15	10	400	12
16	10	400	50
17	10	350	50
18	10	400	12
19	10	350	31
20	10	350	31
21	10	350	31
22	10	400	50
23	10	350	31
24	10	300	50
25	10	350	31
26	10	300	12
27	10	300	50
28	10	400	31
29	10	350	31
30	10	350	31
31	10	350	31
32	10	300	12
33	10	350	31
34	10	300	31
35	10	400	50
36	10	350	12
37	10	350	31
38	10	350	12
39	10	350	31

Fonte – Autor.

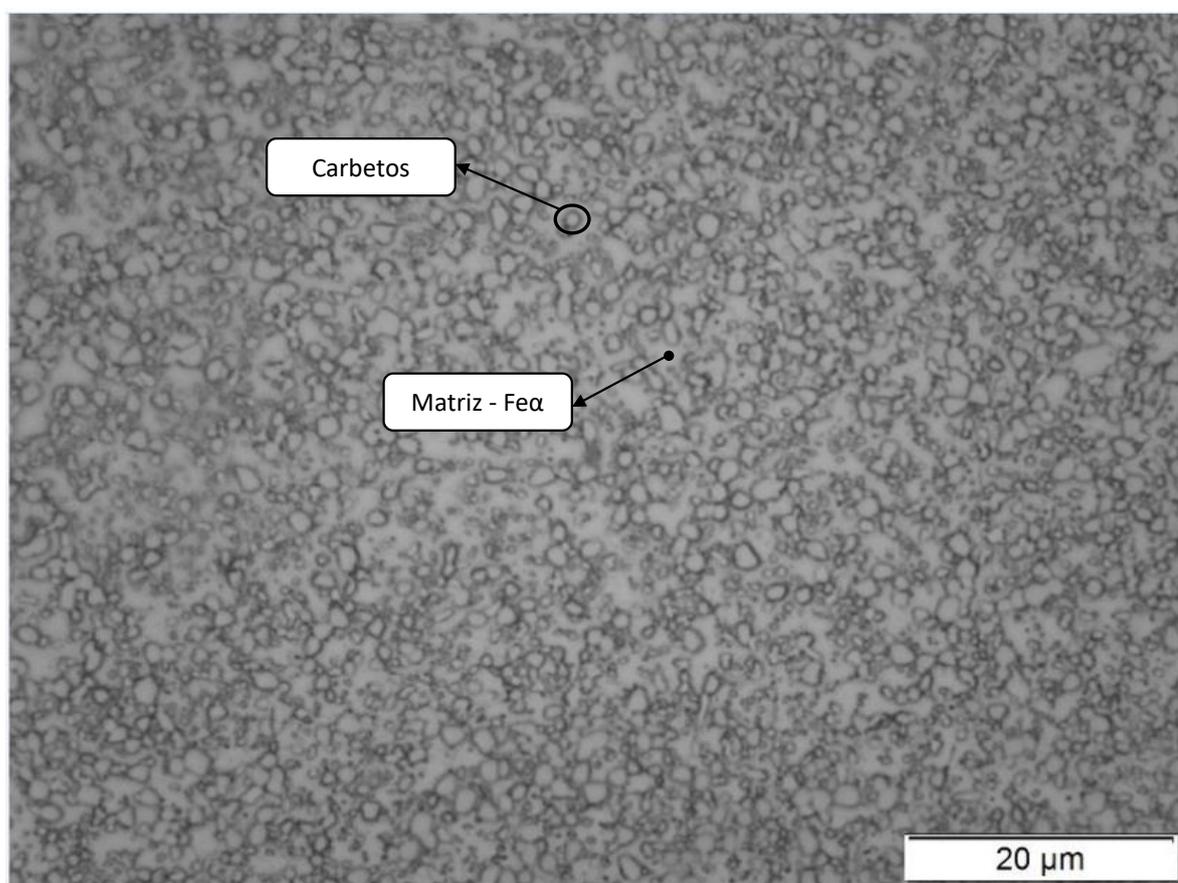
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Caracterização do aço Vanadis[®] 8 como recebido (CR)

4.1.1 Microscopia ótica

De acordo com a Figura 4.1, observou-se na microestrutura do aço Vanadis[®] 8 (CR) a presença de vários carbeto primários esferoidizados de tamanho reduzido dispersos de maneira homogênea na matriz, isto devido ao processo de fabricação por MP. Além disso, é possível notar que a grande quantidade de carbeto dificulta a visualização do contorno de grão da amostra, sendo esta uma característica da evolução do Aço Vanadis[®] 8 em relação aos aços da família Vanadis, onde a distribuição uniforme dos carbeto na matriz tem a finalidade de barrar a propagação de trincas e ao mesmo tempo promover o aumento da resistência ao desgaste do material (TIDESTEN *et al.*, 2017; UDDEHOLM, 2016; JUNIOR, 2006).

Figura 4.1 – Microscopia ótica Vanadis[®] 8 – Nital 4% (1000 X).

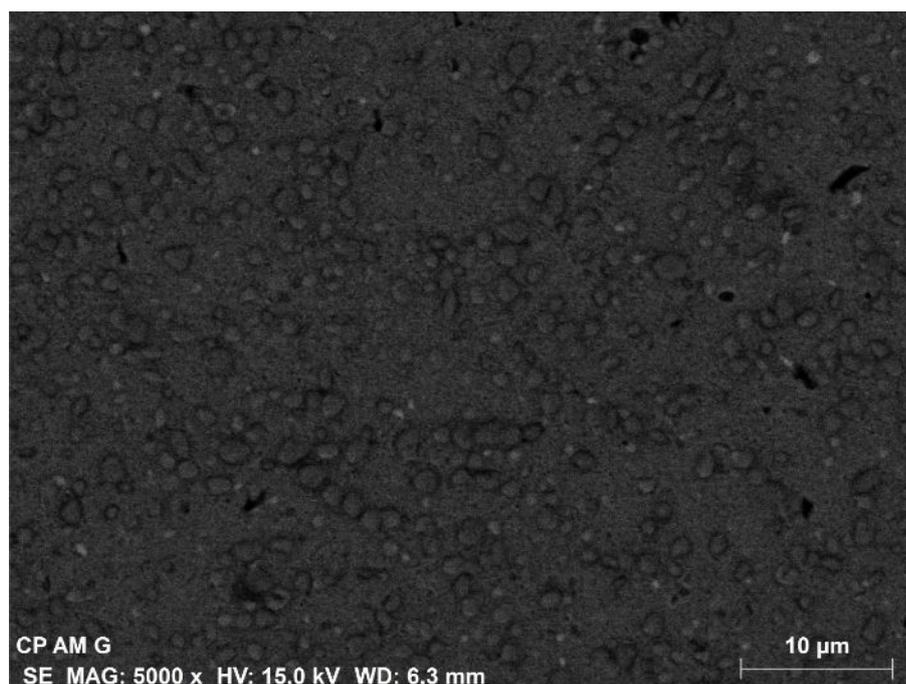


Fonte – Autor

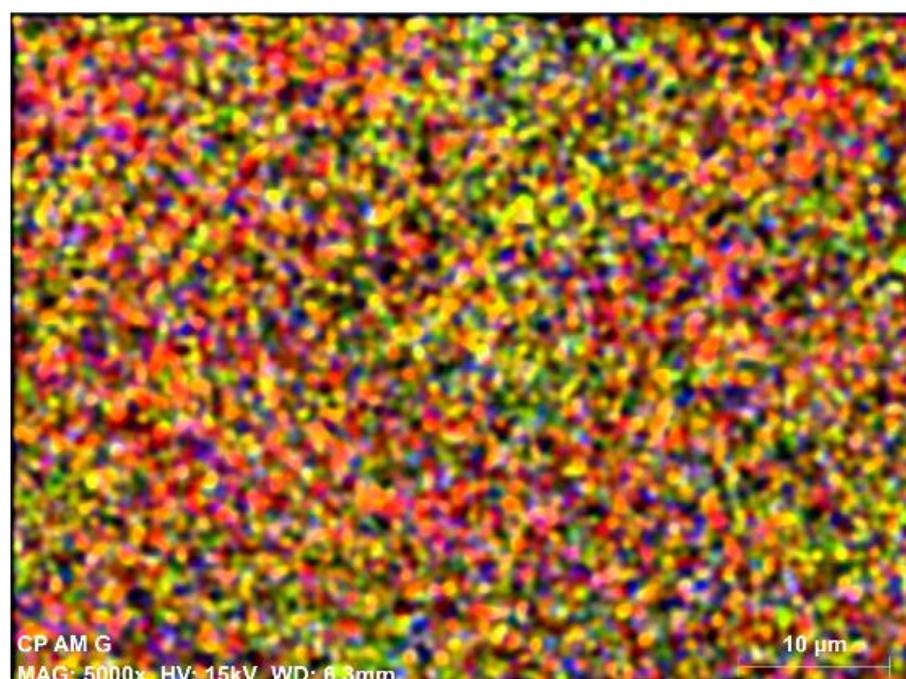
4.1.2 Mapeamento via EDS

Utilizando o MEV com a espectroscopia de energia dispersiva (EDS), foi possível visualizar de uma maneira semiquantitativa a distribuição da composição da amostra. Conforme apresentado na Figura 4.2 e Figura 4.3, foi realizada a técnica mapeamento geral da região, visando distinguir os elementos químicos presentes por meio de diferentes colorações.

Figura 4.2 – Elementos químicos – MEV modo EDS (5000 X).



(a) Amostra original

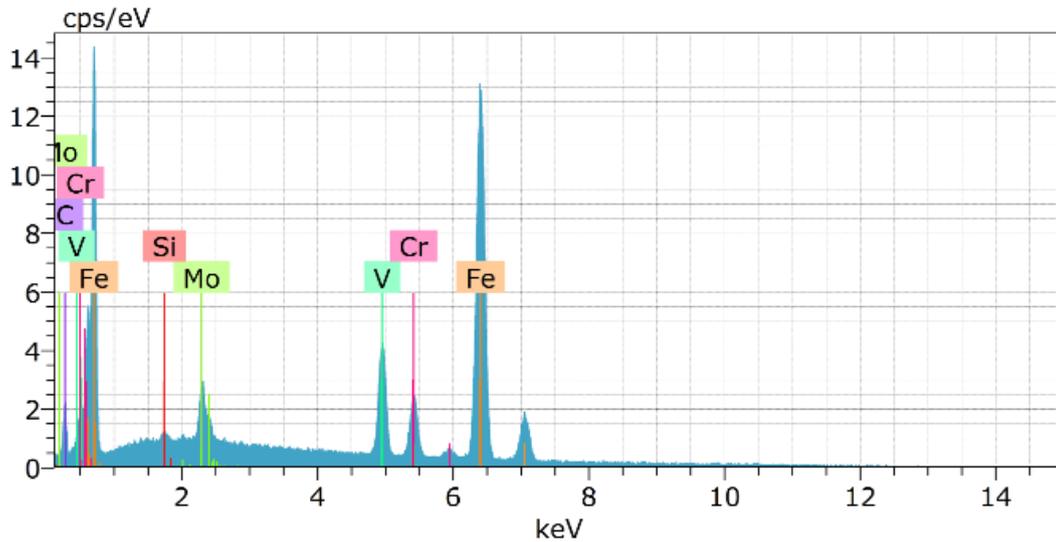


(b) Amostra com coloração

Fonte – Autor

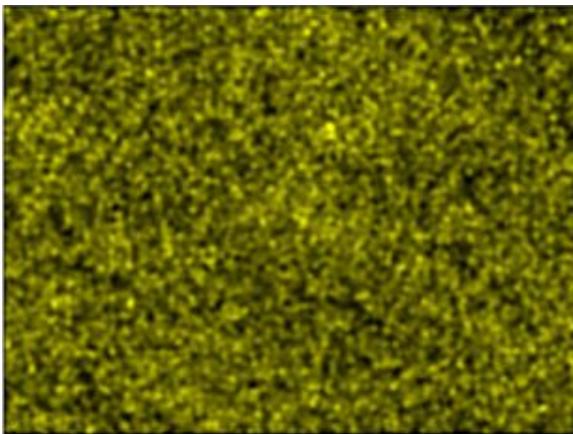
Na Figura 4.3 é apresentado o espectro da análise da amostra (CR) por meio do EDS no ponto (1) destacado na Figura 4.5.

Figura 4.3 – Espectro do região aleatória (ponto 1).

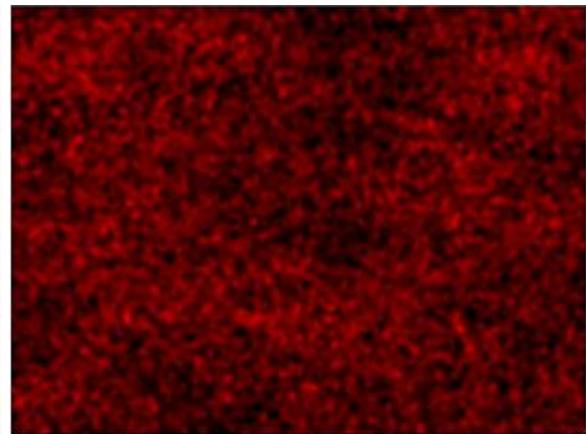


Fonte – Autor

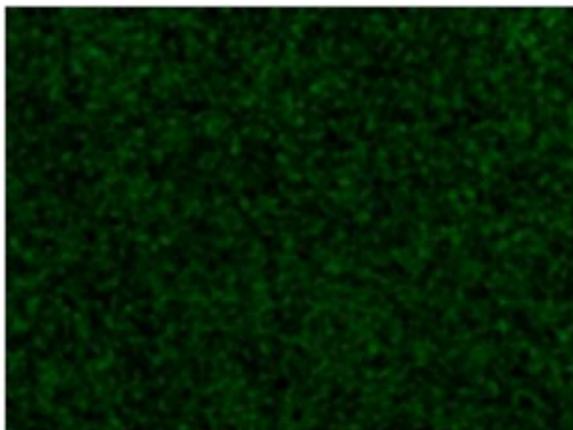
Figura 4.4 – Distribuição das cores dos elementos químicos (5000 X).



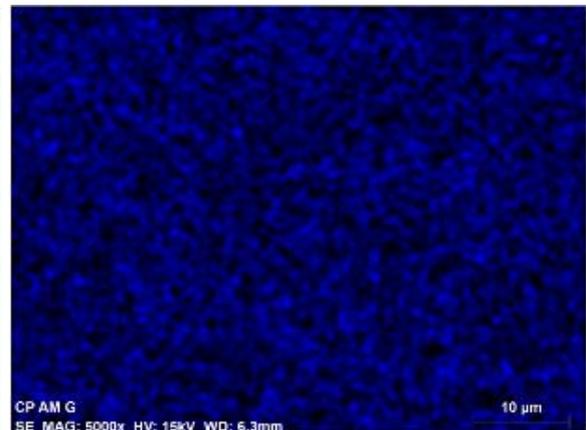
(a) Fe-KA



(b) V-KA



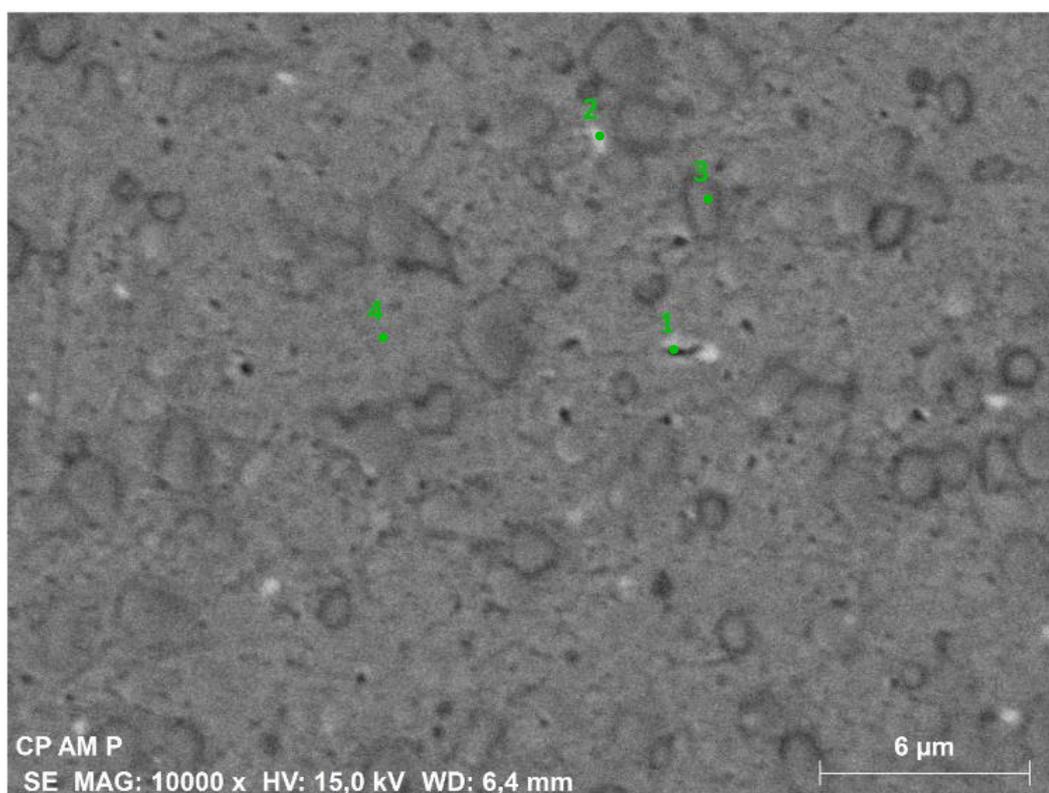
(c) C-K



(d) Cr-KA

Fonte – Autor

Figura 4.5 – Mapeamento pontual da amostra (CR) – MEV modo EDS .



Fonte – Autor

A Tabela 4.1 mostra a proporção dos elementos químicos, exibindo a concentração total em peso e a concentração atômica nos pontos (1,2,3 e 4). O resultado apresenta alta concentração de V, confirmando a presença da distribuição uniforme de VC na matriz, porém, o elemento que apresentou maior diferença nos valores percentuais com relação a especificação da Tabela 3.1, foi o C. Isto pode ter acontecido devido a este elemento ser classificado como não metal de acordo com a tabela periódica, ser mau emissor de elétrons, gamagêneo e apresentar número atômico baixo, onde a emissão de raios X consistem na região de bandas de baixa energia onde as perdas por absorção são altas na superfície da amostra. (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007; MALISKA, 2004).

Tabela 4.1 – Resultado EDS mapeamento localizado.

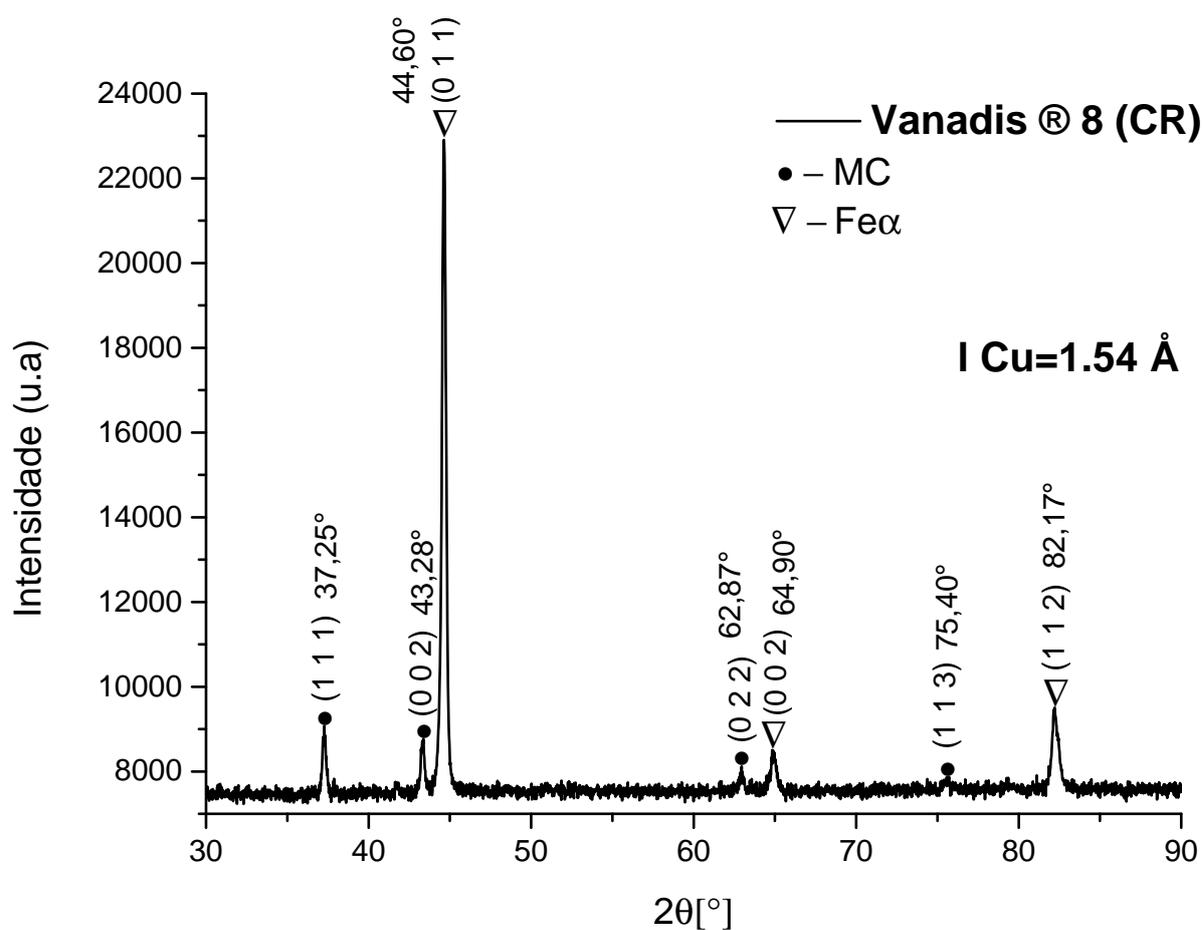
Elemento	Concentração [%]							
	em peso				atômica			
	1	2	3	4	1	2	3	4
Fe	75,53	80,20	81,05	78,09	62,36	67,48	68,22	64,93
V	9,94	6,92	6,43	8,23	9,00	6,38	5,94	7,50
C	5,82	5,16	5,16	5,56	22,35	20,19	20,18	21,51
Cr	4,69	4,61	4,32	4,69	4,16	4,17	3,91	4,19
Mo	3,84	2,89	2,82	3,25	1,84	1,42	1,38	1,57
Si	0,18	0,21	0,22	0,18	0,29	0,37	0,37	0,29
Total	100	100	100	100	100	100	100	100

Fonte – Autor.

4.1.3 DRX

Na Figura 4.6 pode ser visto o gráfico do DRX da amostra (CR), onde os picos de difração são construídos por interferência de um feixe monocromático de raios X espalhados em ângulos específicos de cada conjunto de planos da rede cristalina da amostra. Assim, a intensidade dos picos revela os planos cristalinos que tem maior tendência no empilhamento para refletir a radiação e gerar difração.

Figura 4.6 – DRX – (CR)



Fonte – Autor

Em consequência disso, comparando os picos de maior intensidade do DRX com um banco de dados de bases de estruturas cristalinas disponíveis pelo software *X'Pert Highscore Plus*[®], foi possível identificar as fases presentes no material (ferrita e carbeto de vanádio). Para validação do resultado, comparou-se o difratograma da Figura 4.6 com o DRX do Vanadis[®] 8 disponível no artigo (TOBOŁA; CYBORÓN; ŁĘTOCHA, 2017). Notou-se pequenas divergências entre os gráficos: como pequenos descolamentos em relação ao ângulo das fases, porém os gráficos são muito similares e foram confirmadas apenas duas fases presentes no material, ferrita ($Fe\alpha$) e carbeto de vanádio (VC).

A Figura 4.7 e 4.8 apresentam os difratogramas de raios X obtidos do cavaco moído por 12 horas com os diferentes tipos de carbeto. Enquanto a Figura 4.7 destaca o alargamento do pico de maior intensidade, ocasionado pela deformação microestrutural inerente ao processo, a Figura 4.8 apresenta a distribuição dos picos por toda faixa de varredura utilizada onde, é possível observar o alargamento e um pequeno deslocamento dos picos para à direita, também devido a deformação plástica não uniforme da microestrutura. Além disso, com a evolução da moagem, observa-se o desaparecimento dos picos menos intensos, representando a tendência da amostra em amorfizar com o aumento de tempo de moagem gerando, como consequência, a diminuição dos tamanhos de partículas pelo choque contínuo das esferas de moagem com os cavacos. Pelos gráficos é possível observar que a amostra com adição de carbeto de vanádio e a amostra sem carbeto apresentam alargamentos dos picos similares, sendo assim, para ver qual configuração é mais eficiente, utilizou-se nesta pesquisa o cálculo do tamanho de cristalito e o cálculo do percentual de cristalinidade.

Figura 4.7 – Comparação entre os difratogramas de raios X moídos para 12 h e o material (CR)

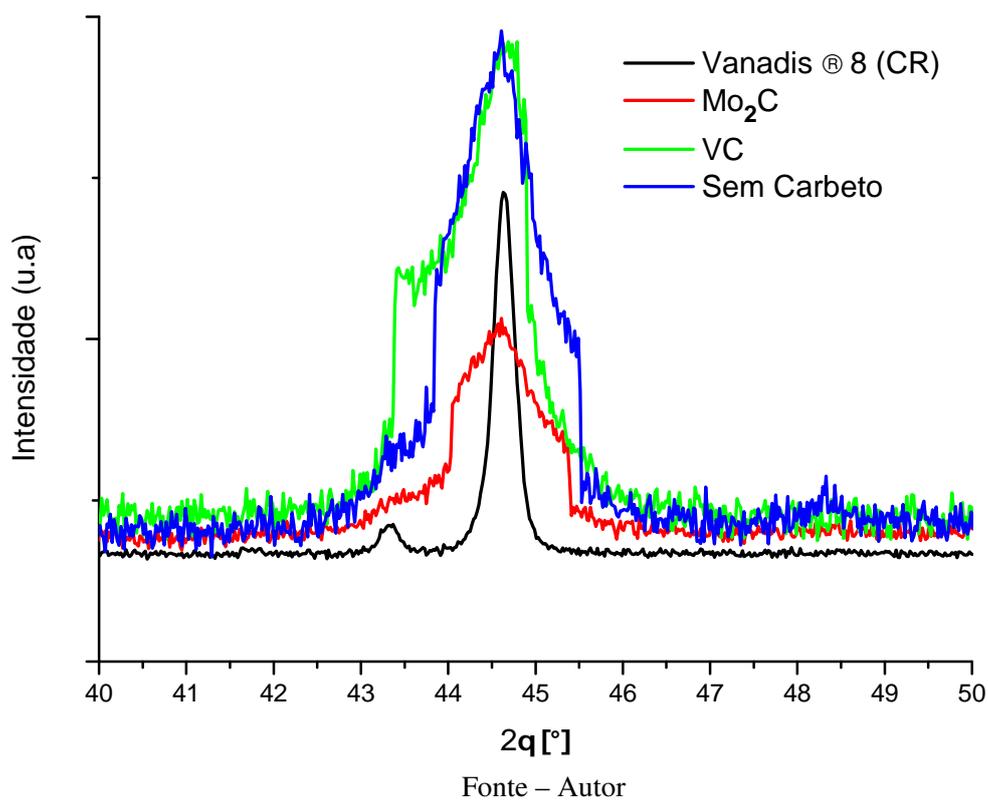
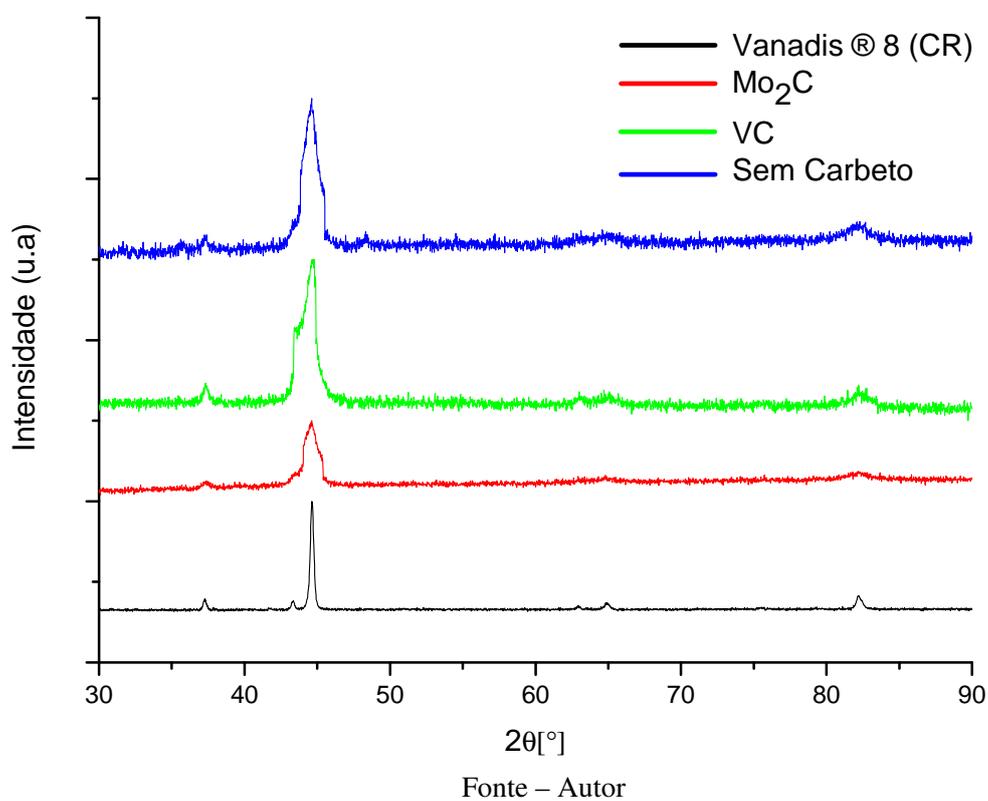


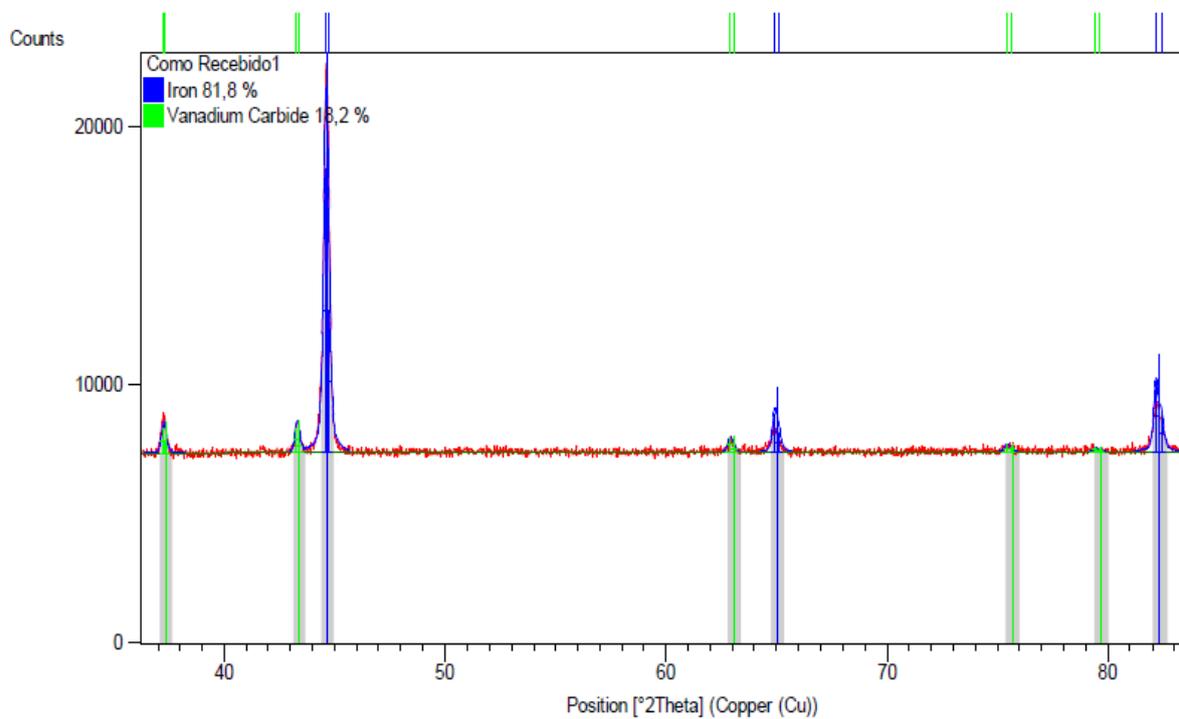
Figura 4.8 – Destaque do alargamento do pico de maior intensidade – difratograma da raios X para 12 h



4.1.4 Refinamento de Rietveld

Na Figura 4.9 é apresentado o resultado do refinamento de rietveld feito pelo software *X'Pert HighScore Plus*[®]. Pode ser observado na amostra (CR) no estado recozido a formação somente de duas fases, com uma distribuição de 18,2 % de carbeto de vanádio tipo *MC* em uma matriz ferrítica. Se comparado com o artigo (TIDESTEN *et al.*, 2017) que encontrou 18% de carbeto de vanádio, realizando a mesma quantificação de fases da amostra no estado temperado pelo método MEV modo (EDS) com o auxílio do software *Thermo-Calc*[®], 18,2% está muito próximo.

Figura 4.9 – Percentual de distribuição de fases (CR)



Fonte – Autor

No entanto, nota-se que apesar do V[®] 8 ter em sua composição química 4,8% de Cr, conforme Tabela 3.1, não houve a formação de carbeto de cromo tipo M_7C_3 como é o caso do V[®] 10 (TIDESTEN *et al.*, 2017). A justificativa para isso é a combinação dos elementos de liga com o carbono, isso de acordo com o diagrama de fases da liga cr-mo-v e o processamento do material. Os carbeto tipo M_7C_3 tem a característica de serem maiores em tamanho e ter menor dureza que os carbeto tipo *MC*. Sendo assim, a combinação da composição química do V[®] 8 não formam carbeto tipo M_7C_3 , pois o objetivo deste material é ter carbeto com distribuição uniforme e com menor tamanho na matriz, proporcionando maior ductilidade e resistência ao desgaste se comparado a outros materiais da família *Uddeholm Vanadis*.

4.2 Moagem de Alta Energia – 1^a Fase, verificação da eficiência da adição de carbeto no processo

4.2.1 Análise microestrutural e morfológica das partículas

Como o grupo de pesquisas da UNIFEI na área de processos em MP, vem estudando com êxito a eficiência da adição de carbeto na MAE de ligas metálicas, materiais compósitos e cerâmicos (GATAMORTA *et al.*, 2019; DIAS *et al.*, 2018; MENDONÇA *et al.*, 2018), nesta etapa, a fim de encontrar um meio para reduzir o tempo de moagem com foco na diminuição de custos, realizou-se uma investigação comparando três tipos distintos de configuração. A primeira cavacos de V[®] 8 sem adição de carbeto, a segunda cavacos de V[®] 8 com 3% de carbeto de vanádio (VC) e a terceira com cavacos de V[®] 8 com 3% de carbeto de molibdênio (Mo_2C).

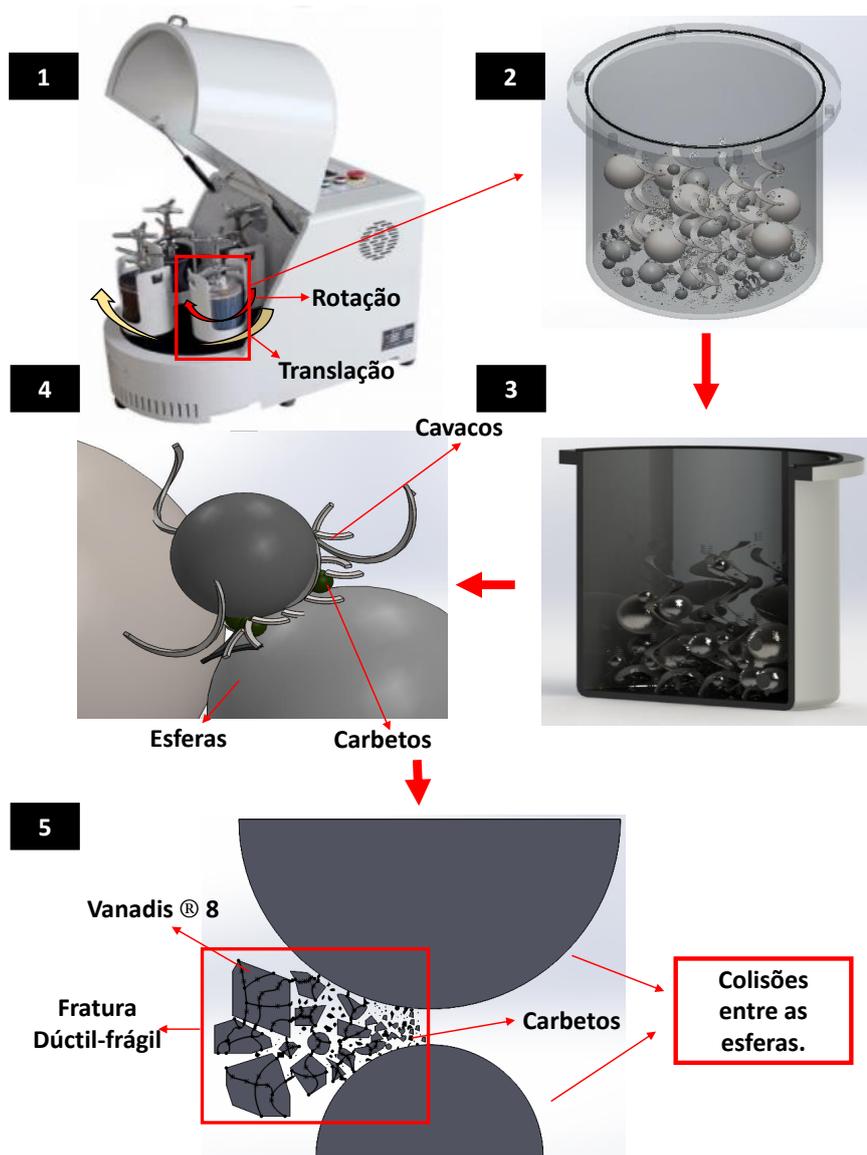
Neste trabalho, a adição de 3% de carbeto para verificação do aumento de produtividade na moagem, está limitada a razões técnicas, como não promover o aumento da resistência ao desgaste e, conseqüentemente fragilização do material. Caso os carbeto fossem adicionados em maiores proporções, como eles têm maior temperatura de fusão e diferentes propriedades mecânicas com relação ao material, a sua característica estaria em função de uma etapa posterior do processo, no caso a sinterização (HUANG *et al.*, 2018; TRIANI *et al.*, 2019). Sendo assim, a escolha da porcentagem da adição de carbeto tem relação com a finalidade deste trabalho: encontrar uma rota de fabricação para reciclar um produto com as mesmas características do V[®] 8 vendido comercialmente.

Como esta pesquisa tem foco somente na *Mechanical Milling*, descartando a possibilidade de estudo da formação de liga que é objeto de análise da *Mechanical Alloying*, a explicação da possibilidade de aumento da eficiência do processo de moagem com a adição de carbeto, está ligado à diferença de dureza entre as partículas cerâmicas denominadas carbeto e as partículas frágeis do material metálico, alvo de estudo desta pesquisa.

O tempo máximo de 12 horas utilizado para verificar a eficiência na adição de carbeto na moagem do V[®] 8, foi justificado pela classificação do processo como dúctil-frágil (material-dúctil e carbeto frágil) com ausência de soldagem a frio (SURYANARAYANA, 2001). A Figura 4.10, mostra a evolução microestrutural da moagem de alta energia em um sistema dúctil-frágil, onde se observa que o impacto entre os corpos moedores promove a colisão das partículas do material cerâmico com o material metálico, resultando em uma região de tensões generalizadas em uma partícula dúctil, levando a ruptura pela combinação do processo dúctil-frágil. Além disso, o tempo para análise de

eficiência de 12 horas visa atender aspectos econômicos, uma vez que este tipo de estudo pode ser estendido a outros processos de moagem de alta energia que visam o reaproveitamento de outros tipos de materiais metálicos de alto valor agregado.

Figura 4.10 – Desenvolvimento da moagem do material V[®] 8 com adição de carbetos - Sistema dúctil-frágil



Fonte – Autor

A Figura 4.11 representa as micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura e pela granulometria a laser das amostras com tempo de moagem de 4 horas. É possível observar que a amostra sem adição de carbetos (a), possui partículas com formato (acicular) com morfologia heterogênea e variação de 60 e 1000 μm (b). A morfologia predominante das partículas das amostras com adição de carbeto de vanádio (c) é heterônea, onde nota-se o melhor resultado se comparado as demais, com partículas menores com tamanho 600 μm , partículas médias com tamanho 260 μm e

partículas pequenas com tamanho $60 \mu\text{m}$ (d). Com adição de carbeto de molibdênio (e), a morfologia é caracterizado como heterogênea com a partículas maiores formato de barras e as menores em forma de *flacky* com tamanho médio $800 \mu\text{m}$ (f).

Na Figura 4.12 são mostrados os resultados para as micrografias com tempo de moagem de 8 horas. Nota-se que as partículas tendem a diminuir de tamanho, devido à fratura destas durante o processo de moagem (a). Por causa do impacto constante, possui forma menos angular comparada com a moída por 4h. A distribuição de tamanhos das partículas para a amostra sem adição de carbetos é heterogênea com distribuição granulométrica de 55 a $670 \mu\text{m}$ (b). Com a adição de carbeto de vanádio (d), nota-se pequenas partículas com formato circulares, com distribuição de partículas maiores $400 \mu\text{m}$, médias $60 \mu\text{m}$ e menores $10 \mu\text{m}$ (e). Para (e) com a adição de carbeto de molibdênio, verifica-se que houve redução nos tamanhos de partículas, onde as partículas maiores tem uma média de $400 \mu\text{m}$, intermediárias $60 \mu\text{m}$ e as menores $10 \mu\text{m}$ (f). As partículas maiores têm formato esférico e as menores possuem formato *flaky*.

Na Figura 4.13 são apresentados as micrografias para 12 horas de moagem. Em (a), observa-se morfologia homogênea com formato mais arredondado, com tamanho médio das partículas de 600 a $400 \mu\text{m}$ (b). Para (c), amostra com adição de carbeto de vanádio, houve uma significativa redução, onde as partículas menores tem tamanho de $10 \mu\text{m}$ (d). Notou-se também que pode ser visto a presença de partículas nanométricas, onde as mesma estão esponjosas e por estarem finas tendem a se aglomerar. Em (e), também a morfologia das partículas tem forma homogênea com tamanho médio $400 \mu\text{m}$ (f). Isto prova como o tempo de moagem e rotação são parâmetros importantes para obtenção de partículas com tamanho menores e até mesmo nanométricas no processo *mechanical milling*.

Para os autores, Funk e Dinger (2013), Dinger e Funk (1997), a distribuição granulométrica influencia o empacotamento das partículas, ou seja, quanto maior o número de populações em um gráfico de dispersão, mais eficiente tende a ser o empacotamento, e, em etapas posteriores como compactação e sinterização, as peças podem ter menor porosidade e melhor resistência mecânica. Sendo assim, na Figura 4.13 (d), onde é apresentado o gráfico de dispersão para adição de 3% de carbeto de vanádio moído por 12 h, nota-se a única distribuição granulométrica com comportamento polimodal, com quatro populações, mostrado ser a melhor configuração entre as demais.

Na Figura 4.14, é mostrado o resultado da difração a laser da dispersão dos tamanhos de partículas das amostras dos três tipos de configurações utilizadas na 1ª fase da MAE. Observa-se pela Tabela 4.2, que para a distribuição de partículas D10, D50 e D90, o tamanho médio das partículas são reduzidos pela adição de carbetos. Se comparado com a moagem sem adição de carbetos, o carbeto de vanádio se mostra mais eficiente em relação ao carbeto de molibdênio, apresentando respectivamente uma redução de 5 e 2 μm em relação a moagem do material puro.

De um ponto de vista intuitivo é lógico pensar que em um sistema de moagem frágil-frágil, a redução das partículas com relação ao sistema dúctil-frágil tem maior eficiência com relação ao tempo de moagem. Isso se explica pelo fato de que em um sistema dúctil-frágil, o impacto gerado pelas colisões das esferas contra os carbetos e as partículas dúcteis, na maioria das vezes passam por um ciclo soldagem a frio, deformação plástica até chegar a fratura. Por outro lado, na grande maioria das vezes, em um sistema frágil-frágil a fragmentação das partículas só acontece pela deformação plástica. (SURYANARAYANA, 2001).

Figura 4.11 – Micrografia e distribuição granulométrica do V[®] 8 moído por 4 horas. (a) e (b) Sem adição de carvão; (c) e (d) Com vc; (e) e (f) mo_2C

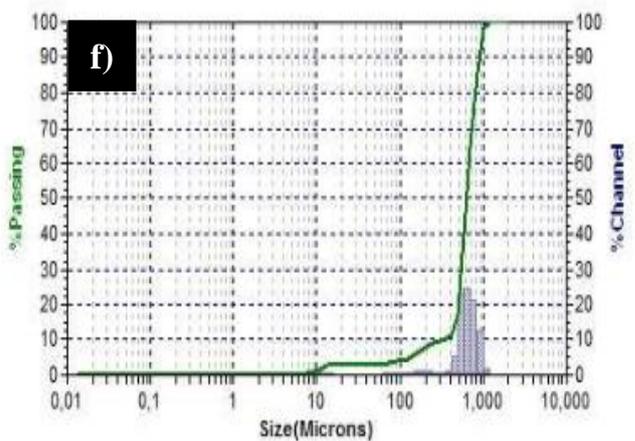
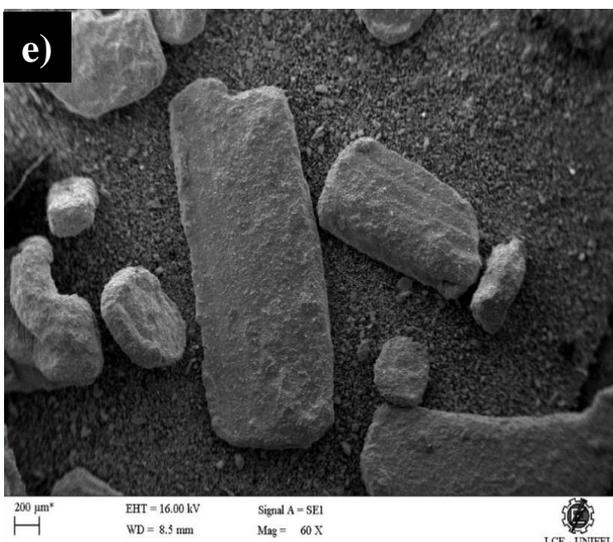
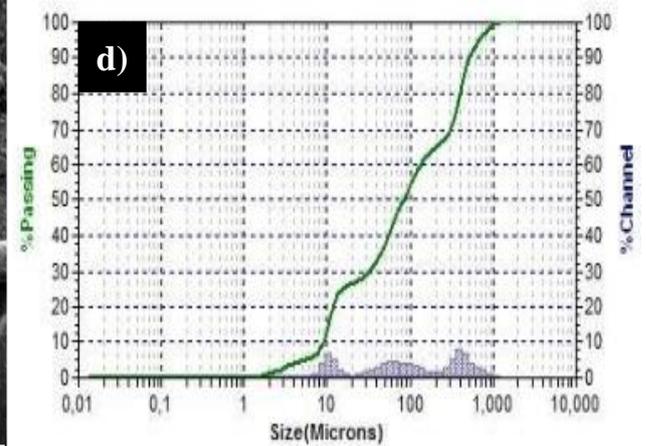
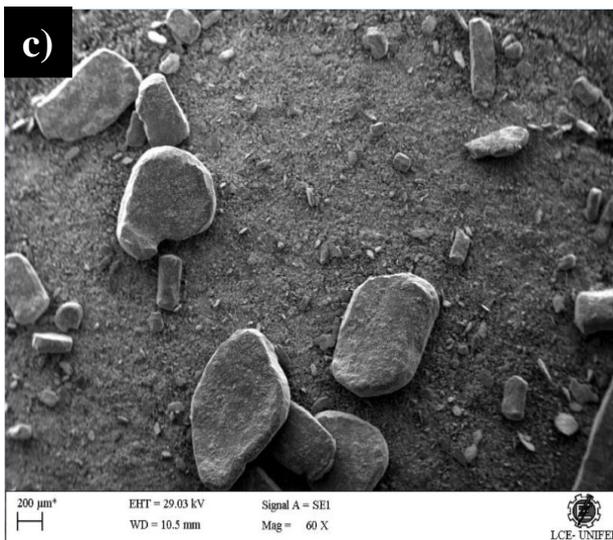
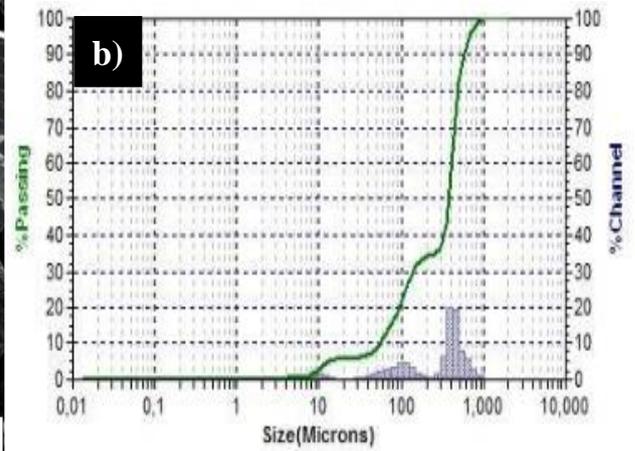
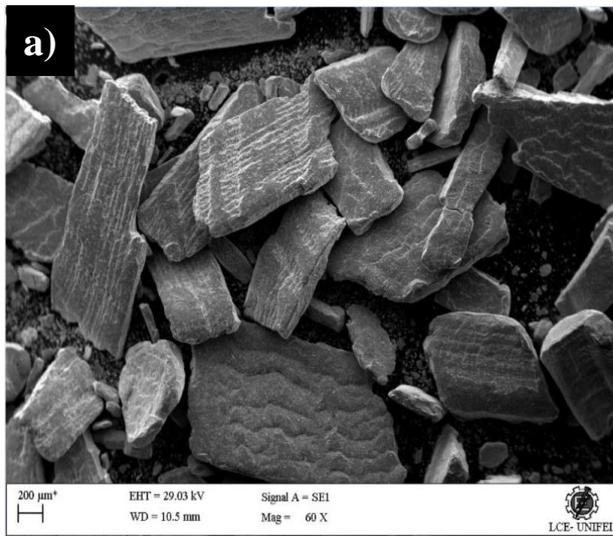


Figura 4.12 – Micrografia e distribuição granulométrica do Vanadis[®] 8 moído por 8 horas. (a) e (b) Sem adição de carvão; (c) e (d) Com vc; (e) e (f) mo_2C

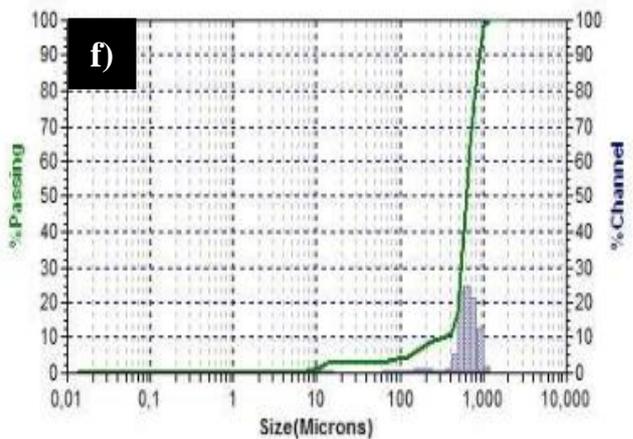
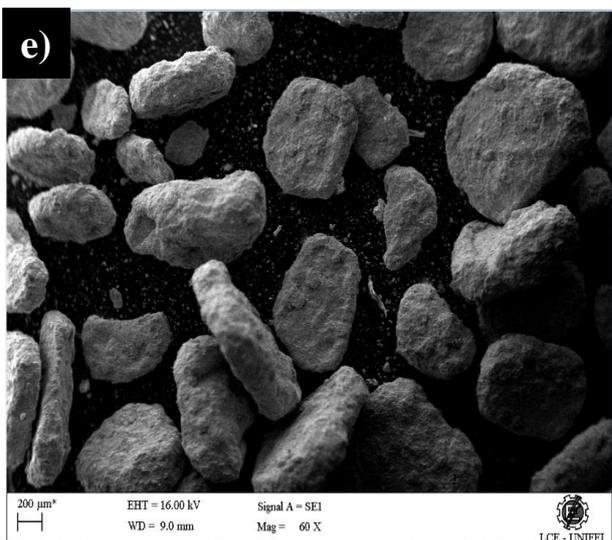
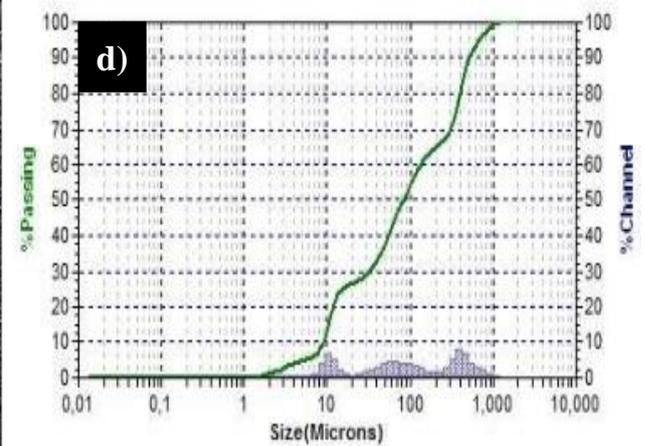
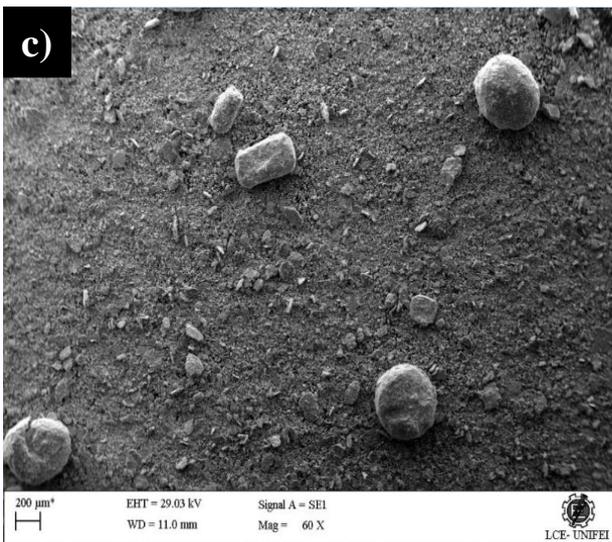
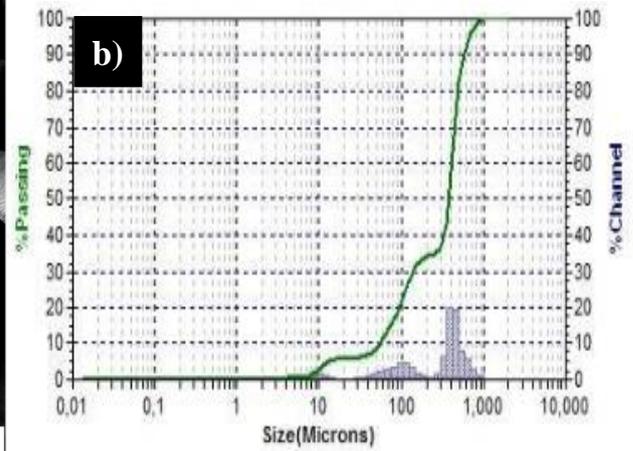
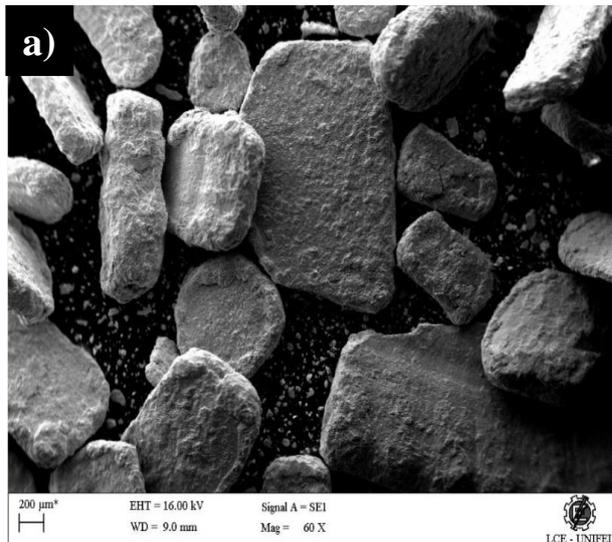


Figura 4.13 – Micrografia e distribuição granulométrica do Vanadis[®] 8 moído por 12 horas. (a) e (b) Sem adição de carбето; (c) e (d) Com vc; (e) e (f) mo_2C

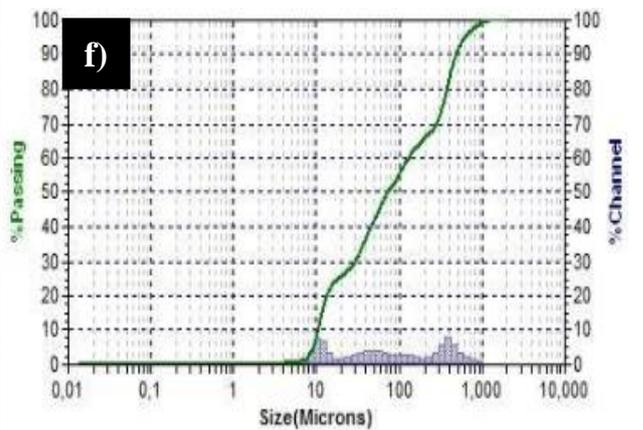
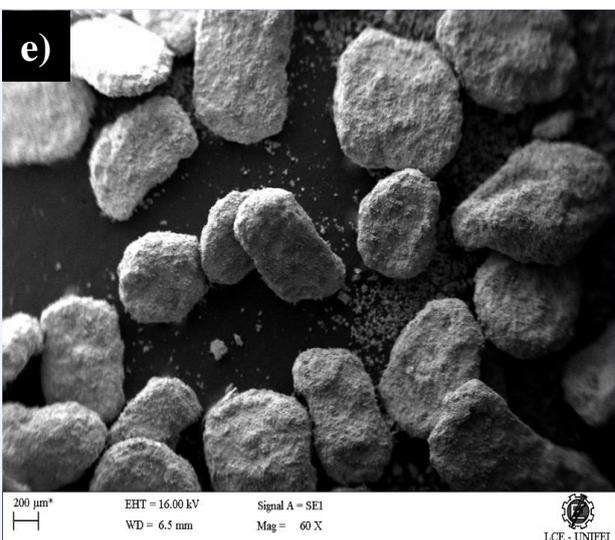
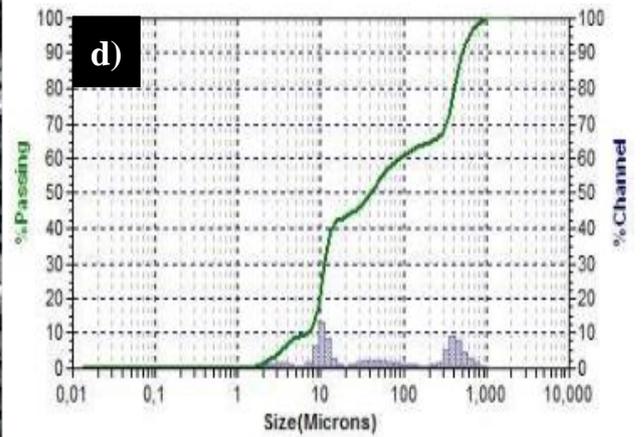
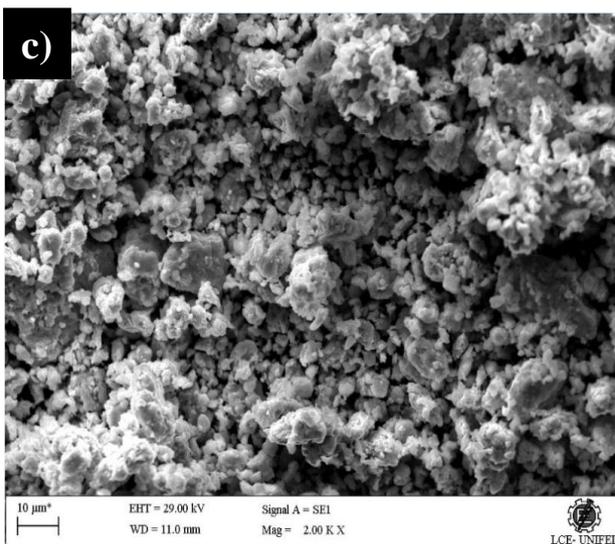
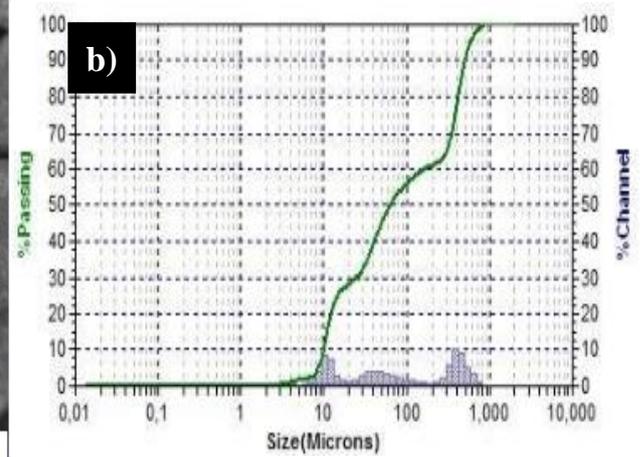
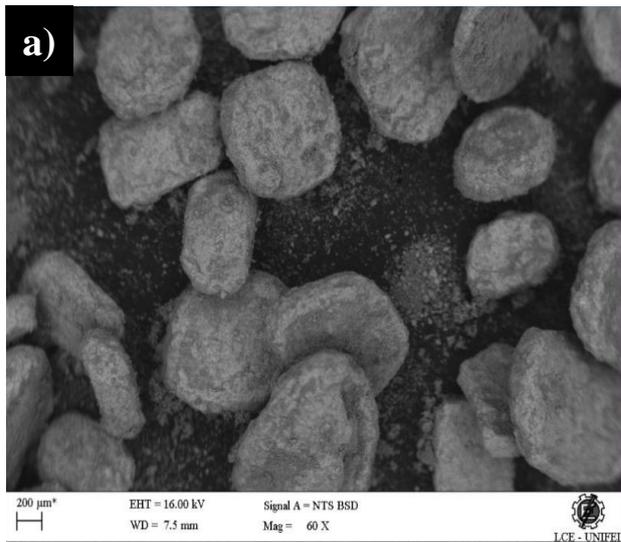
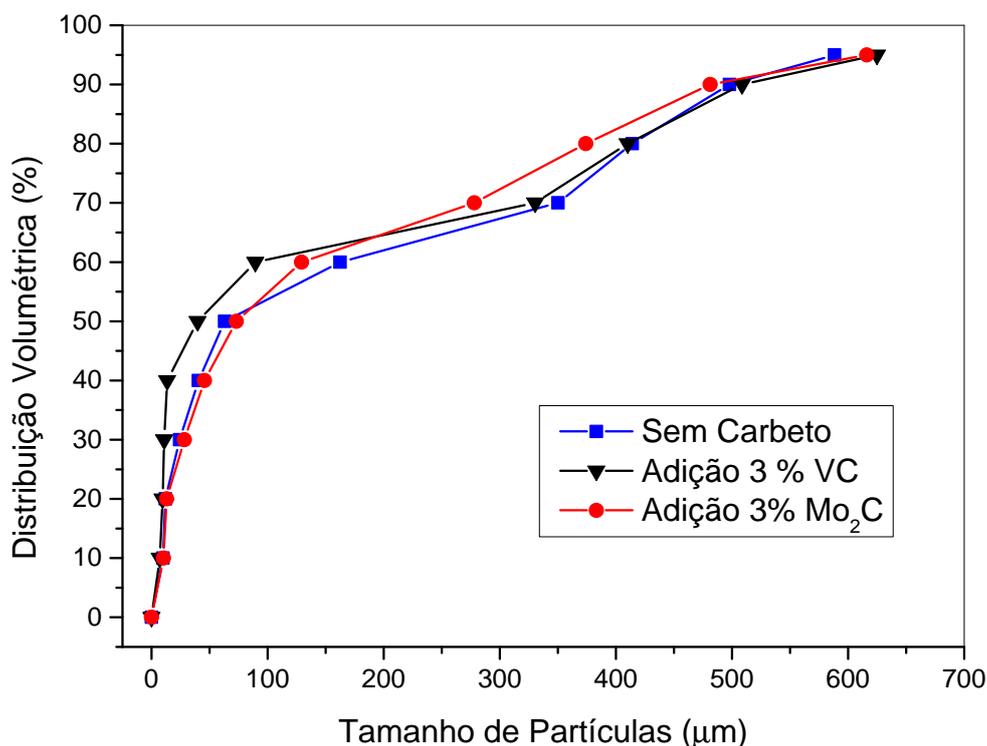


Figura 4.14 – Distribuição volumétrica em função do tamanho de partículas para moagem de 12 horas- V[®] 8



Fonte – Autor

Tabela 4.2 – Tamanhos médios das partículas do V[®] 8, sem carbetos e com a adição de 3% de *vc* e *mo₂c* – 12 horas.

Distribuição de Partículas V [®] 8	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)	Tamanho Médio (µm)
Sem Carbetos	9,83	63,08	497,9	190
<i>VC</i>	7,13	39,64	508,7	185
<i>Mo₂C</i>	10,26	72,99	481,2	188

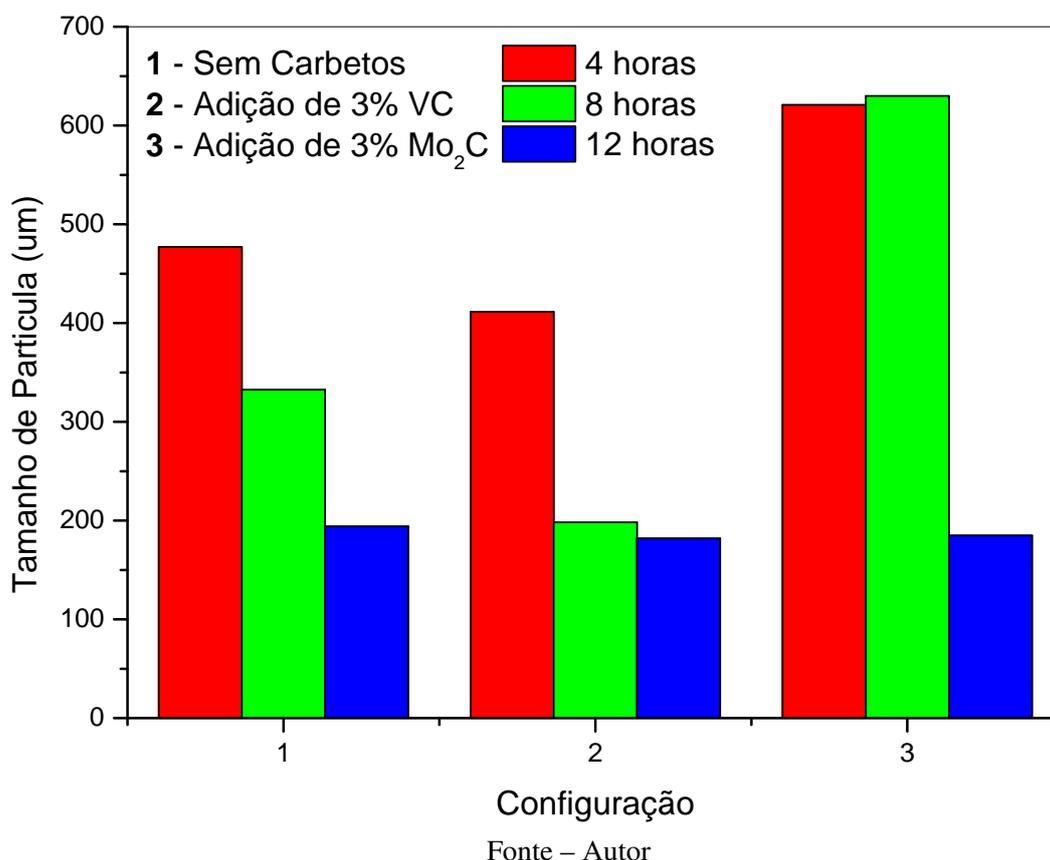
Fonte – Autor.

Segundo MENDONÇA (2018), com a adição de carbetos de vanádio no material (aço inoxidável dúplex), material dúctil, as partículas alcançaram uma redução de 66% em relação à moagem sem carbetos. Neste trabalho, na 1^a fase da MAE, essa redução chegou a 97,4%. A justificativa para isso está no material V[®] 8. De acordo com (UDDEHOLM, 2016), ele é um aço ferramenta fabricado por MP totalmente especial com características híbridas, pois ao mesmo tempo que este produto tem alta dureza e resistência ao desgaste, ductilidade e tenacidade são características também de seu grande desempenho.

A Figura 4.15, representa o tamanho médio das partículas dos resultados obtidos por difratometria a laser comparando os tempos de moagem 4, 8 e 12 horas com as configurações de adição e sem adição de carbetos. As amostras sem carbetos e com adição de carbetos de vanádio tiveram o

mesmo comportamento de redução, ou seja, com o aumento do tempo de moagem, a redução foi progressiva e pode ser explicado devido ao contato entre as partículas à medida em que as mesmas foram desfragmentadas. A redução de partícula mais efetiva foi com a adição de carbeto de vanádio, explicado devido à alta dureza desse carbeto em relação ao cavaco e ao carbeto de molibdênio já que, com o processo de moagem, os carbetos são “penetrados” nas partículas de V[®] 8 provocando microtrincas que, com o tempo de moagem, se propagam e auxiliam na fragmentação da partícula. O mesmo efeito pode ser explicado para as amostras com adição de carbeto de molibdênio, porém, com a moagem de 8 horas não houve grande redução quanto outras amostras. O efeito do carbeto de molibdênio na redução de partícula foi significativo na moagem de 12 horas, onde o tamanho médio final foi aproximadamente igual aos demais.

Figura 4.15 – Fração volumétrica de partículas versus tempo de moagem. Material sem e com adição de carbetos.



4.2.2 Tamanho de cristalito e análise percentual de fase cristalina

4.2.2.1 Tamanho de Cristalito

Na Tabela 4.3, podem ser encontrados os resultados dos tamanhos de cristalitos. Podem ser comparadas a amostra (CR) com as configurações sem adição de carbetos, adição 3% de carbeto de molibdênio e adição de 3% de carbeto do vanádio para o tempo de horas de moagem. Como o V[®] 8 apresenta apenas duas fases: carbetos de vanádio tipo *MC* e ferrita *Feα*, foram calculados o tamanho médio de cristalito para cada fase utilizando os dados dos três picos mais intensos e melhor ajustados pelo refinamento. Estes picos mais intensos, são representados na Tabela 4.3, como: 1, 2 e 3 e para as duas fases foram calculadas as médias.

Tabela 4.3 – Resultados dos tamanhos de cristalitos V[®] 8.

Estado	Tamanho de Cristalito <i>Feα</i> - (nm)				Tamanho de Cristalito Carbetos tipo <i>MC</i> (nm)			
	1	2	3	Média	1	2	3	Média
<i>CR</i>	36,1	39,6	44,4	40	38,8	39,6	43,1	40,5
Sem adição de Carbetos -12 h	7,4	8,1	9,1	8,2	6,8	6,9	7,5	7,07
Adição 3% <i>VC</i> - 12 h	5,8	6,1	6,9	6,3	23,4	23,9	26,1	24
Adição 3% <i>Mo₂C</i> -12 h	8,1	8,8	9,9	8,9	15,9	16,2	17,7	16,6

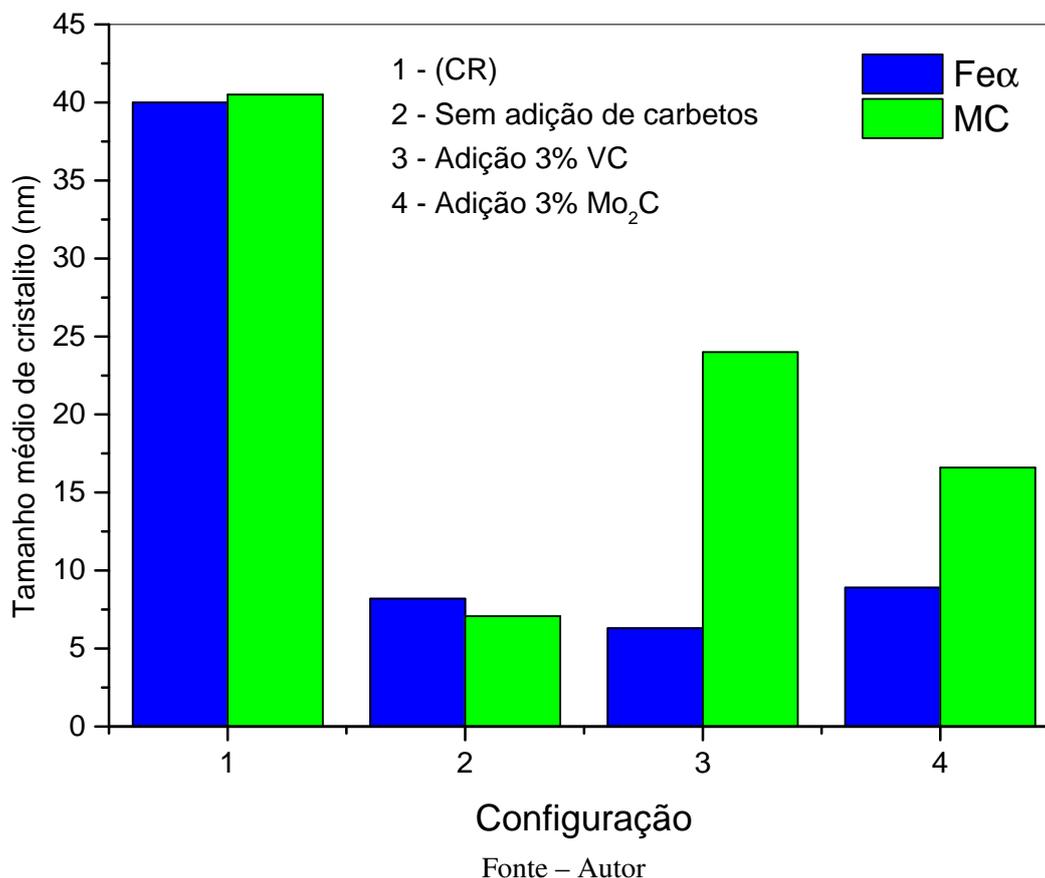
Fonte – Autor.

Como pode ser observado no gráfico da Figura 4.16, analisando o gráfico da Figura 4.8, aconteceu a diminuição do tamanho de cristalito para 12 horas, confirmando a microdeformação, alargamento e diminuição de intensidade dos picos da difração de raios X se comparado o material (CR) com as outras configurações. Além disso, nota-se com relação à matriz ferrítica do material *Feα*, que a adição de carbeto de vanádio se mostrou a mais eficiente com relação a diminuição do tamanho médio de cristalito se comparado aos outros estados. Isso significa que, com a diminuição do tamanho médio de cristalito, podemos afirmar para a matriz do material caracterizado como a (ferrita-*Feα*), que o carbeto de vanádio foi o mais eficiente na redução do grau de cristalinidade dos pós dos cavacos do V[®] 8 e, conseqüentemente representa a configuração mais produtiva.

Em contrapartida, para a fase do tipo *MC* (carbetos ricos em vanádio), a adição de *VC* teve o segundo maior valor de tamanho de cristalito abaixo da amostra (CR). A configuração com melhor desempenho com relação ao tamanho de cristalito foi para a amostra sem adição de carbeto. A possível justificativa para isso é que os carbetos de vanádio misturados aos cavacos podem ter características cristalinas e dimensionais diferentes dos carbetos da fase tipo *MC*, assim o resultado das intensidades de reflexão do DRX-*VC* sofreram aumento dos ângulos dos picos a meia altura (FWHM) no refinamento de Rietveld, e conseqüentemente aumento do tamanho de cristalito conforme Equação

4.4. Embora não seja significativa a alteração dos resultados das reflexões do DRX pelas diferenças entre a fase *MC* e a adição de *VC*, o DRX e o refinamento de Rietveld podem ter um desempenho diferente para partículas de mesmo material com tamanhos diferentes (KUMAR *et al.*, 2013; WAJE *et al.*, 2010).

Figura 4.16 – Tamanho médio de cristalito.



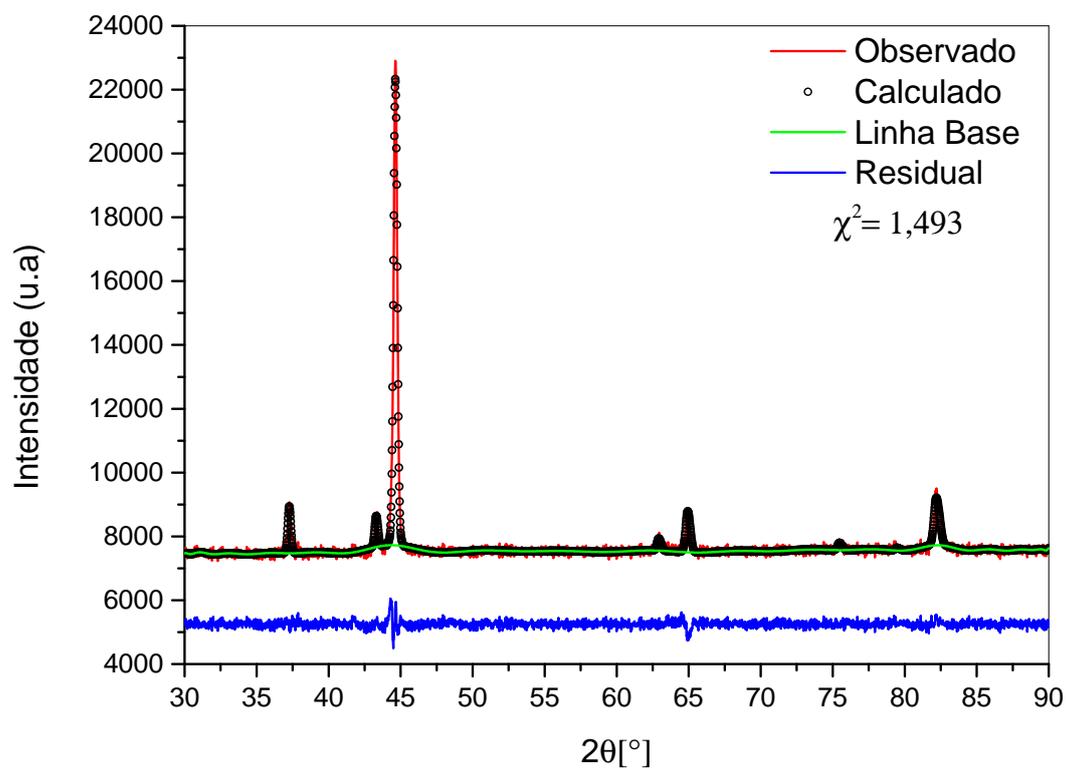
4.2.2.2 Análise do percentual de fase cristalina

Na Figura 4.17 pode ser observado o resultado das curvas do ajuste realizado pelo refinamento z programa GSAS para a amostra (CR). Basicamente o programa gera três curvas, a primeira é o valor calculado pelo refinamento, a segunda curva é uma linha base de ajuste polinomial, e a terceira uma curva de resíduos, sendo esta última representada pela diferença entre a curva observada pelo DRX e a curva calculada pelo *software*.

De acordo com o método de estimativa percentual de cristalinidade por separação de área, a cristalinidade relativa do material pode ser calculada pela relação entre as áreas dos picos representados pela curva do valor calculado pelo ajuste e as áreas da linha base. Sendo assim, para todas as configurações, foi feito o mesmo procedimento, com a finalidade de comparar a evolução da amorfização devido o processo de MAE para cada amostra.

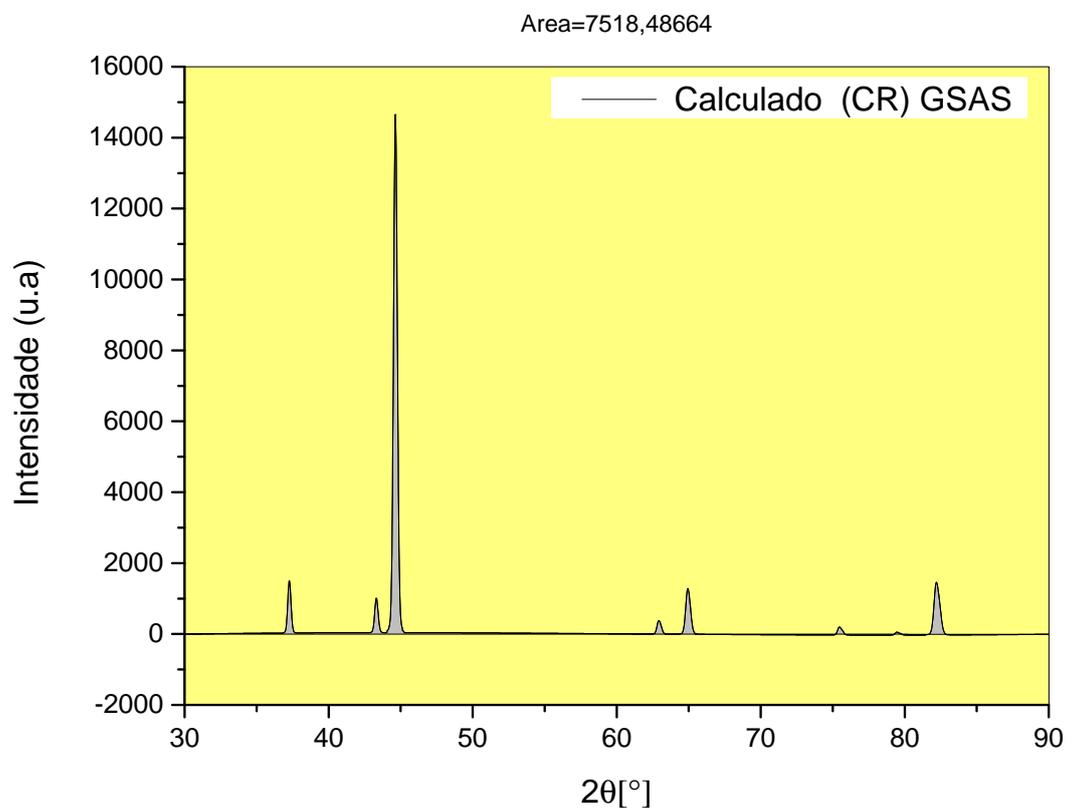
Além disso, nas Figuras 4.18 e 4.19 é ilustrado como foi feita a utilização das curvas para encontrar os valores das áreas, respectivamente, dos picos e da linha base da Figura 4.15. Todos os cálculos de área foram executados com o *software* OriginPro[®] 9.

Figura 4.17 – Refinamento e obtenção das curvas para cálculo de estimativa percentual de cristalinidade (CR) software GSAS.



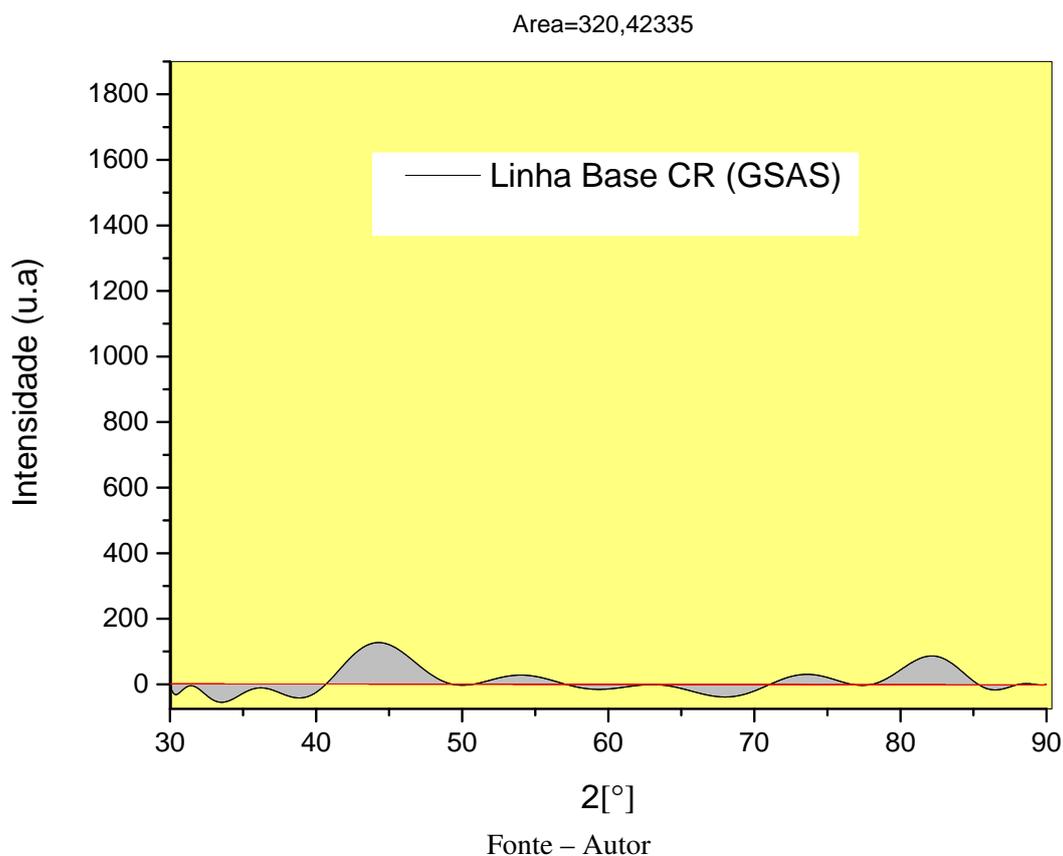
Fonte – Autor

Figura 4.18 – Cálculo de área dos picos do valor cálculo pelo refinamento do software GSAS (CR).



Fonte – Autor

Figura 4.19 – Cálculo de área da linha base calculado pelo refinamento do software GSAS (CR).



De acordo com as respostas, quase todos os dados fornecidos pelos ensaios no DRX das amostras deram ajuste no GSAS, com exceção da configuração da mistura de cavaco de V[®] 8 com adição de 3% de carbetos de molibdênio. A explicação para a não convergência está nos ruídos gerados durante o experimento, que dificultaram o ajuste linear baseado no método dos mínimos quadrados. No entanto, todas as áreas foram calculadas.

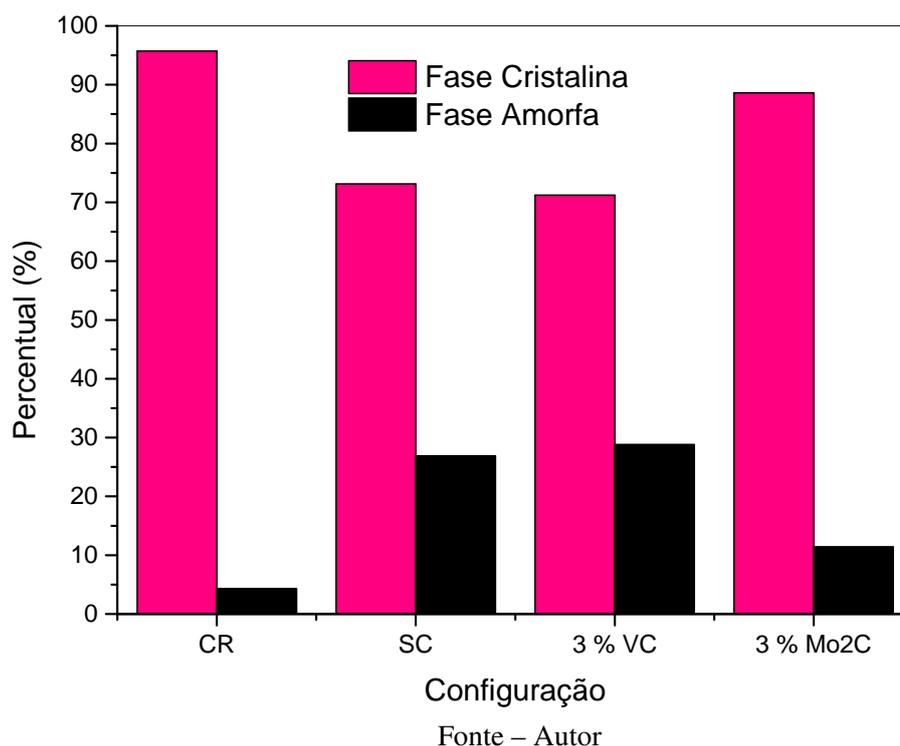
Na Tabela 4.4 e Figura 4.18 são mostrados os resultados do cálculo de cristalinidade de acordo com a Equação 4.6 para cada configuração utilizada neste trabalho.

Tabela 4.4 – Resultados % de cristalinidade V[®] 8 após MAE por 12h.

Estado	Área Fase Cristalina (u.a)	Área Fase Amorfa (u.a)	% de Cristalinidade
CR	7198,1	320,4	95,7
Sem adição de Carbetos - 12	5332	1957,4	73,1
Adição de 3% CV - 12h	5766,1	2328,9	71,2
Adição de 3% Mo ₂ C - 12 h	8563,1	1101,8	88,6

Fonte – Autor.

Figura 4.20 – Percentual de cristalinidade do V[®] 8 após MAE por 12 h.



Com o aumento do tempo de moagem, e conseqüentemente aumento da energia gerada pelos impactos entre esferas-cavaco e esferas-cavacos-carbetos, notou-se uma diminuição da cristalinidade do material. Isso pode ser explicado pela deformação plástica e microdeformação. Além disso, pode-se observar que a amostra como recebida, como era de se esperar, alcançou pelos cálculos quase 100% de cristalinidade. Em contrapartida, a adição de 3% de carbeto de vanádio apresentou o melhor desempenho com relação ao aumento de amorfização do material, comprovando ser a melhor configuração em todas as respostas analisadas neste trabalho. A baixa eficiência da adição de 3% carbeto de molibdênio é justificada por este material atuar como uma partícula dúctil com relação ao cavaco de V[®] 8, tendo menor dureza e maior capacidade de absorver deformação plástica, de acordo com as comparações da Tabela 3.2.

Se comparada a adição de carbeto de vanádio com a configuração sem adição de carbetos, os resultados foram bem próximos. A resposta para isso pode ser por dois fatores: material e relação de processamento. O primeiro deles é que o material V[®] 8, apesar de ser um aço ferramenta indicado para trabalho a frio com excelente resistência ao desgaste, o mesmo tem características (híbridas), com ótimo desempenho com relação à ductilidade e tenacidade. Isso faz com que o material V[®] 8, que deveria se comportar como material totalmente frágil, tenha um comportamento dúctil-frágil. Assim, existe dificuldade das partículas cerâmicas (VC) gerar fraturas nas partículas dúctil-frágil de V[®] 8, exigindo do processo tempo e energia para redução e amorfização das partículas.

4.3 Planejamento de Experimentos - 2ª Fase MAE

Inicialmente, como a combinação da mistura do pó de V[®] 8 com adição de 3% de carvão de vanádio se mostrou a configuração mais eficiente da 1ª fase da MAE com relação a tamanho de partícula, tamanho médio de, grau de cristalinidade e conseqüentemente produtividade, foi fixada esta variável para as análises no planejamento de experimentos

4.3.1 Planejamento Arranjo Fatorial

A execução do planejamento fatorial foi realizada primeiramente, variando rotação e tempo de moagem com dois níveis, (300 – 400) rpm e (12 – 50) horas. No total, foram $2^2 = 4$ experimentos, 3 réplicas e 3 pontos centrais, somando 15 amostras. As respostas para análise do planejamento de experimento foram obtidas através dos ensaios de peneiramento e difração a laser.

O ensaio de peneiramento, foi realizado com a finalidade de classificar as frações percentuais dos tamanhos das partículas dos pós em função das variáveis rotação e tempo. Já o ensaio de difração a laser, teve como propósito verificar a influência dos parâmetros de moagem na análise do tamanho e distribuição de partículas executada pelo *software* Microtrac Flex[®]. Através dos resultados gerados por este *software*, foi possível ter laudos completos granulométricos com curva cumulativa, histograma, frações, média volumétrica, tamanho de partícula mínima e máxima.

No entanto, apesar das semelhanças entre os ensaios de peneiramento e difração a laser, a grande diferença entre eles está na capacidade de suas características. O peneiramento é mais mecânico, mais antigo e separa o pó por intervalos através de peneiras, tudo de uma forma muito rápida. No caso da difração a laser, é possível medir a dispersão das partículas dentro dos intervalos por meio de pontos designados como D10, D50 e D90 que correspondem aos tamanhos de partícula a 10, 50 e 90% sobre uma distribuição acumulativa. Sendo assim, os resultados da difração a laser tem a função de revelar mais detalhes sobre cada amostra, porém o preparo deste ensaio exige grandes esforços, envolvendo equipamentos potentes para dispersar as partículas e o uso de líquido dispersante adequado.

4.3.1.1 Peneiramento

Na Tabela 4.5 são mostrados, para cada amostra, os resultados da classificação por peneiramento da quantidade dos pós gerados pelo processo de moagem. O peneiramento analisou quantidade de pós gerados para tamanhos de partículas maiores que $425 \mu m$, partículas entre 425 e $150 \mu m$, partículas entre 150 e $63 \mu m$ e partículas inferiores a $63 \mu m$. Além disso, antes de executar o processo de moagem, em cada jarro foram colocados $10,3g$ de $(V^{\text{®}} 8 + 3\%$ de $VC)$ conforme Tabela 4.5.

Tabela 4.5 – Resultado planejamento fatorial (peneiramento).

Amostra	Velocidade(<i>rpm</i>)	Tempo(<i>h</i>)	>425 μm (g)	425–150 μm (g)	150–63 μm (g)	<63 μm (g)
1	300	50	5,7389	0,4750	2,4716	0,6114
2	400	12	4,8568	0,4587	0,5201	3,6399
3	300	50	6,8878	0,4876	1,5384	0,4126
4	350	31	5,6964	0,4231	2,1831	1,1010
5	400	12	5,3870	0,3946	1,2060	2,5025
6	300	12	5,3863	1,0619	2,4733	0,7016
7	300	12	5,7846	0,7971	1,0830	1,8830
8	350	31	5,4226	0,3262	2,1457	1,5537
9	300	50	6,5187	0,4769	1,7570	0,5428
10	400	50	1,8127	0,2338	5,9162	1,4829
11	300	12	5,8481	0,9732	1,4583	1,0948
12	350	31	5,3874	0,4727	2,8042	0,6964
13	400	50	0,8156	0,1159	6,7826	1,7096
14	400	12	5,4768	0,4858	2,3088	1,1174
15	300	50	1,1580	0,1938	5,7092	2,3451

Fonte – Autor.

Os cálculos e resultados foram realizados e analisados utilizando o *software* Minitab 17[®]. Conforme apresentando na Tabela 4.6, 4.7, 4.8 e 4.9, através dos resultados foi possível determinar os efeitos principais e a interação entre os fatores. Para as análises, os dados mostraram que para as partículas maiores que $425 \mu m$ os efeitos principais rotação, tempo e interação de segunda ordem entre rotação e tempo foram significativos. Para as partículas no intervalo de $425 - 150 \mu m$, rotação, tempo e interação entre tempo e rotação foram significativos. No intervalo entre $150 - 63 \mu m$ tempo, rotação e interação de segunda ordem entre rotação e tempo foram significativos e para partículas menores que $63 \mu m$ somente rotação foi estatisticamente significativo para redução das partículas. A validação de significância foi realizada pela verificação do *P-Value* menor que 5% , o que implica que o efeito dessas variáveis influenciou de maneira significativa os resultados do processo.

Tabela 4.6 – Análise de Variância – partículas > 425 μm .

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Efeitos Principais	2	31,139	15,5695	50,44	0,000
Rotação (<i>rpm</i>)	1	23,123	23,1227	74,91	0,000
Tempo (<i>h</i>)	1	8,016	8,0162	25,97	0,000
Interação de segunda ordem	1	16,475	16,4753	53,37	0,000
Rotação * Tempo	1	16,475	16,4753	53,37	0,000
Curvatura	1	1,787	1,7869	11,11	0,008
Erro Residual	10	1,609	0,1609		
Total	14	51,010			

Fonte – Autor.

Tabela 4.7 – Análise de Variância – partículas no intervalo 425 – 150 μm .

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Efeitos Principais	2	0,87470	0,437352	56,05	0,000
Rotação (<i>rpm</i>)	1	0,47565	0,47565	60,96	0,000
Tempo (<i>h</i>)	1	0,39905	0,399055	51,14	0,000
Interação de segunda ordem	1	0,02971	0,029711	3,81	0,077
Rotação * Tempo	1	0,02971	0,02971	3,81	0,077
Curvatura	1	0,02673	0,026725	4,52	0,059
Erro Residual	10	0,05911	0,005911		
Total	14	0,99025			

Fonte – Autor.

Tabela 4.8 – Análise de Variância – partículas no intervalo 150 – 63 μm .

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Efeitos Principais	2	30,3972	15,1986	37,75	0,000
Rotação (<i>rpm</i>)	1	11,3322	11,3322	28,15	0,000
Tempo (<i>h</i>)	1	19,0651	19,0651	47,35	0,000
Interação de segunda ordem	1	15,4603	15,4603	38,40	0,000
Rotação * Tempo	1	15,4603	15,4603	38,40	0,000
Curvatura	1	0,3670	0,3670	0,90	0,364
Erro Residual	10	4,0620	0,4062		
Total	14	50,2865			

Fonte – Autor.

Tabela 4.9 – Análise de Variância – partículas < 63 μm .

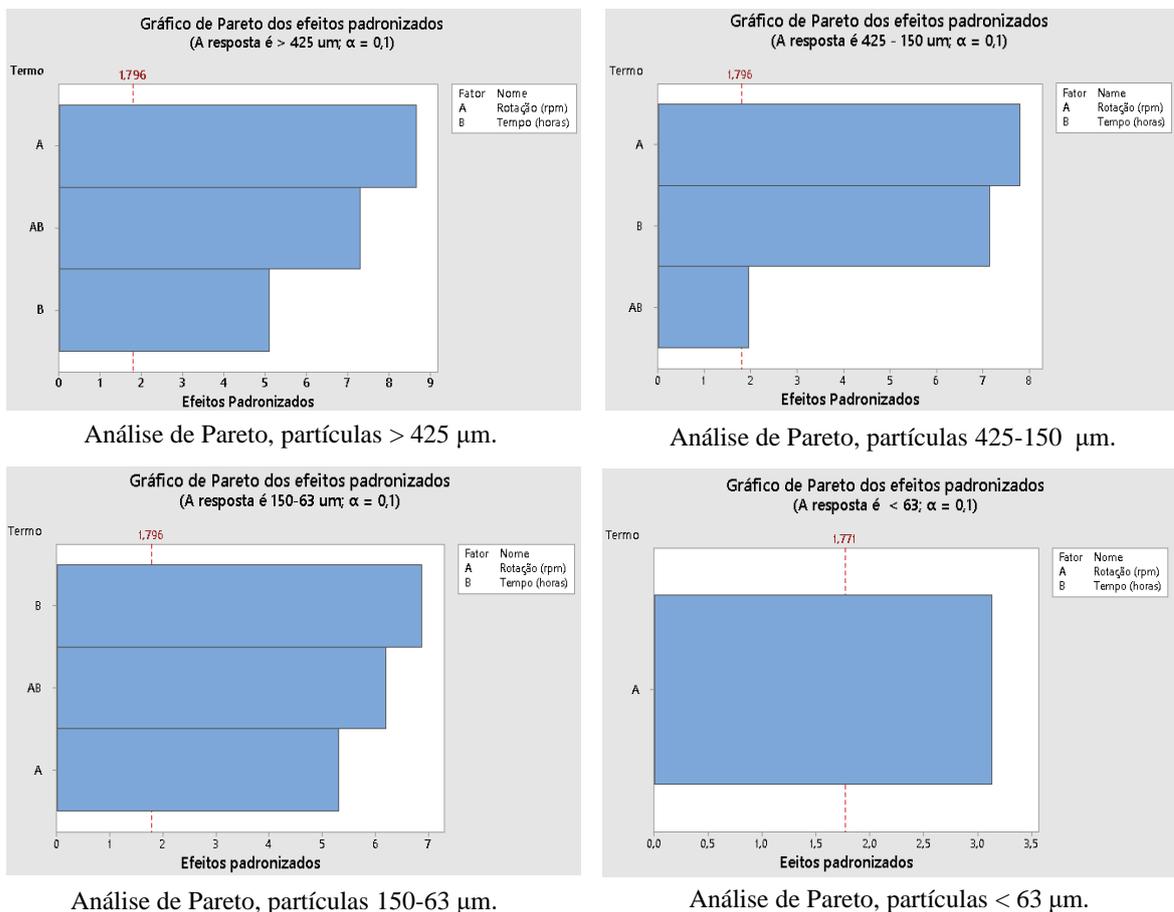
Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Efeitos Principais	1	4,7517	4,7517	9,80	0,008
Rotação (<i>rpm</i>)	1	4,7517	4,75172	9,80	0,008
Curvatura	1	0,3587	0,3587	0,72	0,411
Erro Residual	10	4,7034	0,4703		
Total	14	11,0520			

Fonte – Autor.

Pelos resultados da Tabela 4.7 e 4.8 pode-se notar que para os intervalos $425 - 150 \mu\text{m}$ e $150 - 63 \mu\text{m}$ não tem curvatura, ou seja, um modelo linear representará bem a modelagem. Entretanto todas as respostas serão analisadas novamente utilizando um modelo quadrático.

Além disso, os efeitos estaticamente significativos podem ser observados com o auxílio do diagrama de Pareto (Figura 4.21), sendo considerados relevantes os fatores ou interações que ultrapassem a linha pontilhada em 1,796, 1,796, 1,796 e 1,771 respectivamente. O parâmetro rotação é o mais influente no processo de moagem do V[®]8. Isto pode ser explicado porque com o aumento da frequência e consequentemente rotação do sistema, a energia liberada pelo impacto entre as esferas e material tornam mais eficientes a deformação plástica a fratura das partículas, fazendo com que as partículas tenham uma redução de tamanho em um menor espaço de tempo.

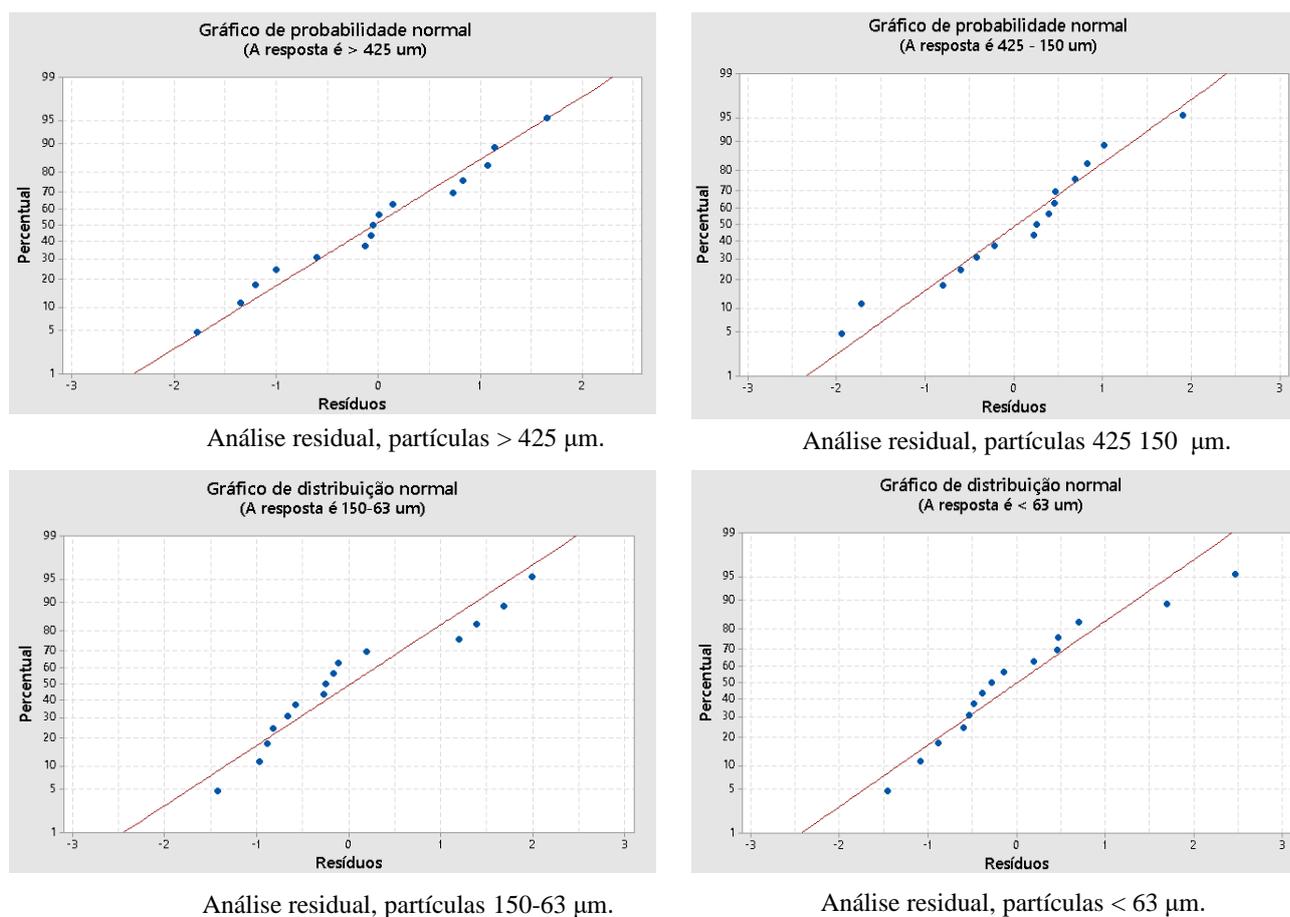
Figura 4.21 – Diagrama de Pareto para o experimento fatorial (peneiramento).



Fonte – Autor

A Figura 4.22 mostra que, para todos os resultados encontrados no peneiramento, os resíduos estão distribuídos normalmente, confirmando portanto que o modelo fatorial utilizado no planejamento de experimentos é apropriado.

Figura 4.22 – Análise Residual (peneiramento).



Análise residual, partículas > 425 μm.

Análise residual, partículas 425 150 μm.

Análise residual, partículas 150-63 μm.

Análise residual, partículas < 63 μm.

Fonte – Autor

Conforme apresentado na Tabela 4.10, com os resultados da análise de variância foi possível verificar, com exceção das partículas menores que $< 63 \mu\text{m}$, que as demais apresentaram modelo adequado de respostas, pois todos os R_{adj}^2 foram próximos de 90%, sendo o número mais preciso possível 100 % (MONTGOMERY, 2017). Como foram colocados 10,3g em cada jarro e os pós coletados foram separados em quatro faixas de peneiramento distintas, obtendo-se as respostas para as três peneiras ($> 425 \mu\text{m}$, $425\text{--}150 \mu\text{m}$ e $150\text{--}63 \mu\text{m}$), o resultado para a resposta da quarta peneira $< 63 \mu\text{m}$, pode ser calculado como consequência da diferença .

Entretanto foi observado que quanto menor o tamanho da malha da peneira, menor foi o ajuste R_{adj}^2 . No caso das partículas $< 63 \mu\text{m}$, o ajuste do resultado teve um baixo desempenho pois quanto menor o tamanho das partículas mais facilidade estas tem de se aglomerar e impregnar nas superfícies dos jarros e das esferas. Sendo assim, devido a estas intercorrências na coleta dos pós, o peso na balança das partículas que passaram pela peneira com tamanho $< 63 \mu\text{m}$ pode ter sofrido alteração de valor. Por isso os dados coletados não deram o ajuste próximos ao 90%.

Tabela 4.10 – Respostas do modelo R^2 Anova – Planejamento Fatorial (Peneiramento).

Respostas	R^2_{adj}
$> 425 \mu m$	91,53 %
$425 - 150 \mu m$	88,97 %
$150 - 63 \mu m$	88,79 %
$< 63 \mu m$	42,99 %

Fonte – Autor.

As curvas geradas para as respostas do peneiramento da quantidade em massa das partículas retidas nas peneiras $> 425 \mu m$, $425 - 150 \mu m$ e $150 - 63 \mu m$ são mostradas na Figura 4.23.

Nota-se pelas Figuras 4.23(c) e 4.23(e) que o modelo gerado para o peneiramento de $425 - 150 \mu m$ e $150 - 63 \mu m$ são planos, onde as equações que regem estes problemas são lineares, pois as superfícies não tem curvatura como já mencionado anteriormente pelo teste de hipóteses nas Tabelas 4.7 e 4.8. Entretanto, na Figura 4.23(a) a superfície mostrada tem curvatura.

Na Figura 4.23(b) para as partículas $> 425 \mu m$ observa-se que a quantidade em massa (g) diminui com o aumento da rotação e do tempo. Na Figura 4.23(d) para partículas entre $425 - 150 \mu m$ a quantidade em massa diminui com o aumento da rotação e do tempo. E por fim, na Figura 4.23(f) para as partículas $150 - 63 \mu m$ a quantidade em massa aumenta com o aumento da rotação e do tempo.

As Equações 4.7, 4.8 e 4.9 mostram as expressões matemáticas de regressão correlacionando as respostas e os fatores significativos para a quantidade em massa das partículas encontradas $> 425 \mu m$, $425 - 150 \mu m$ e $150 - 63 \mu m$, respectivamente.

$$M_{>425\mu m} = 2,48 + 0,01047 \cdot x_1 + 0,3887x_2 - 0,001233 \cdot x_1 \cdot x_2 \quad (4.1)$$

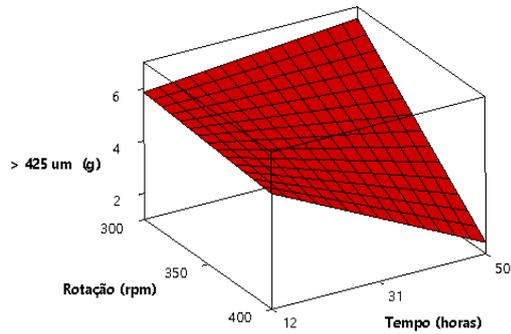
$$M_{425-150\mu m} = 2,751 + 0,005606 \cdot x_1 + 0,02793x_2 - 0,000052 \cdot x_1 \cdot x_2 \quad (4.2)$$

$$M_{150-63\mu m} = 6,80 - 0,001760 \cdot x_1 - 0,3518x_2 + 0,001195 \cdot x_1 \cdot x_2 \quad (4.3)$$

Onde M é a quantidade em gramas (g) geradas pelo peneiramento conforme especificado, x_1 a rotação em (rpm) e x_2 o tempo em horas (h).

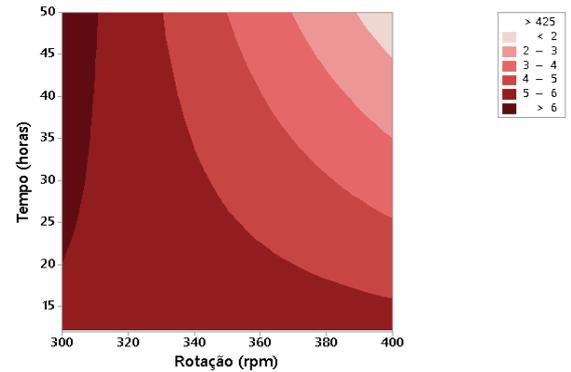
Figura 4.23 – Curvas de superfície e curvas de contorno – planejamento fatorial (peneiramento).

Gráfico de superfície > 425 μm (g) versus Tempo (horas); Rotação (rpm)



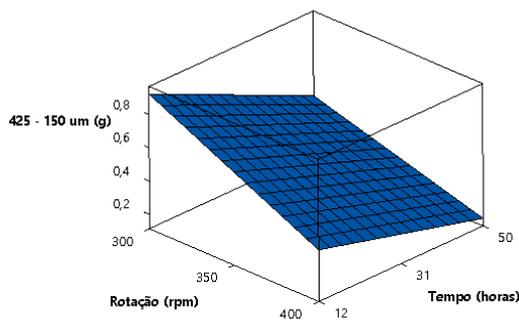
a) Curva de Superfície para > 425 μm (g)

Gráfico de contorno > 425 μm (g) versus Tempo (horas); Rotação (rpm)



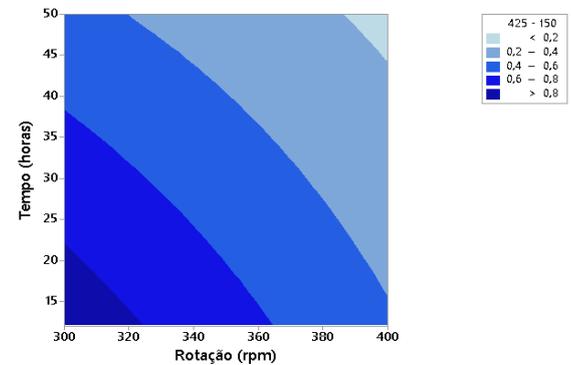
b) Curva de Contorno para > 425 μm (g)

Gráfico de Superfície para 425 - 150 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



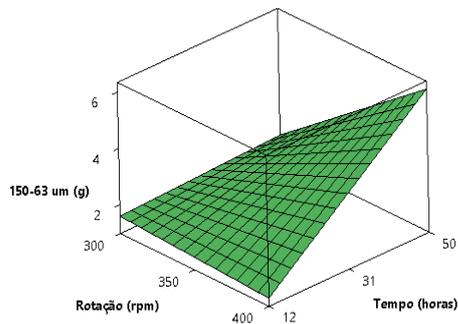
c) Curva de Superfície para 425 - 150 μm (g)

Gráfico de Contorno para 425 - 150 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



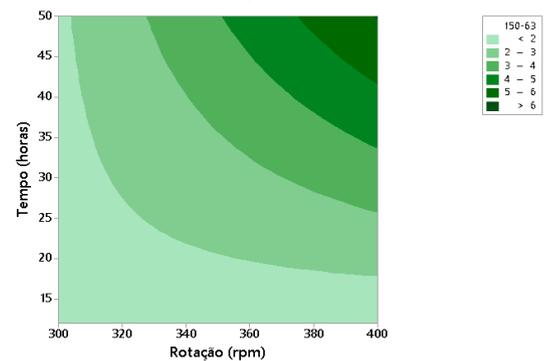
d) Curva de Contorno para 425 - 150 μm (g)

Gráfico de Superfície para 150-63 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



e) Curva de Superfície para 150 - 63 μm (g)

Gráfico de Contorno para 150-63 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



f) Curva de Contorno para 150-63 μm (g)

Fonte – Autor

4.3.1.2 Difração a laser

Para realizar a preparação da amostra para execução da difração a laser, as partículas dos pós acima de $425 \mu\text{m}$ foram retirados, pois de acordo com o fabricante do equipamento Microtrac Bluewave S3500[®] se houver partículas próximas de $2000 \mu\text{m}$ o equipamento pode ser danificado.

Na Tabela 4.11 são mostrados os resultados da difração a laser para as respostas: média volumétrica dada pela Equação 4.10 e D10%, D50% e D90% que correspondem aos tamanhos de partícula a 10, 50 e 90% sobre uma distribuição acumulativa.

Tabela 4.11 – Resultado planejamento fatorial (difração a laser).

Amostra	Vel.(rpm)	Tempo(h)	MV (μm)	D10% (μm)	D50% (μm)	D90% (μm)
1	300	50	85,00	51,02	78,17	127,90
2	400	12	43,75	3,12	47,49	90,33
3	300	50	88,36	52,14	79,94	135,50
4	350	31	54,15	9,85	57,45	104,30
5	400	12	51,92	10,20	47,56	105,00
6	300	12	78,68	11,91	78,38	133,30
7	300	12	86,12	19,89	75,72	164,20
8	350	31	64,18	4,60	48,71	152,90
9	300	50	76,68	15,28	82,19	103,60
10	400	50	29,76	1,98	9,89	89,51
11	300	12	87,71	11,53	71,11	164,80
12	350	31	97,69	52,97	84,84	157,40
13	400	50	32,23	3,76	12,81	72,53
14	400	12	69,53	46,79	65,17	96,88
15	300	50	38,79	2,78	10,67	118,40

Fonte – Autor.

A média volumétrica é definida como:

$$MV = \frac{\sum V_i \cdot D_i}{\sum V_i} \quad (4.4)$$

Onde MV é a média volumétrica, V_i é o volume percentual entre as partículas e D_i o tamanho representado pelo centro (progressão geométrica) entre quaisquer duas partículas (MICROTRAC, 2020).

De acordo com os cálculos feitos através dos dados da Tabela 4.11, nas Tabelas 4.12, 4.13, 4.14 e 4.15 são mostradas as análises de variância para cada uma das respostas, MV , D10%, D50% e D90%. Nenhuma das respostas apresentou curvatura. Foi possível observar pelo diagrama de Pareto apresentado na Figura 4.24, que para a resposta MV somente a rotação teve efeito significativo. Para D10% somente a interação de segunda ordem entre rotação e tempo teve efeito significativo, para D50% a rotação, tempo e interação entre os dois foram significativos. E para D90% somente a rotação

foi significativa. A Figura 4.25 exibe a confirmação de distribuição normal dos resíduos das respostas encontradas para o ensaio de difração a laser, ratificando o modelo encontrado.

Tabela 4.12 – Análise de Variância – MV (μm).

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Efeitos Principais	2	4663,8	4663,8	25,32	0,000
Rotação (<i>rpm</i>)	1	4663,8	4663,8	25,32	0,000
Curvatura	1	152,2	152,2	0,81	0,385
Erro Residual	10	1549,3	154,9		
Total	14	7057,9			

Fonte – Autor.

Tabela 4.13 – Análise de Variância – D10% (μm).

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Efeitos Principais	2	678,10	339,05	1,09	0,371
Rotação (<i>rpm</i>)	1	589,98	589,98	1,89	0,196
Tempo (<i>h</i>)	1	88,12	88,12	0,28	0,605
Iteração de segunda ordem	1	1534,56	1534,56	4,92	0,048
Rotação * Tempo	1	1534,56	1534,56	4,92	0,048
Curvatura	1	38,85	38,85	0,11	0,742
Erro Residual	10	3388,7	338,87		
Total	14	5640,25			

Fonte – Autor.

Tabela 4.14 – Análise de Variância – D50% (μm).

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Efeitos Principais	2	7592,2	3796,12	38,05	0,000
Rotação (<i>rpm</i>)	1	6436,6	6436,6	64,51	0,000
Tempo (<i>h</i>)	1	1155,6	1155,62	11,58	0,006
Iteração de segunda ordem	1	1540,0	1539,97	15,44	0,002
Rotação * Tempo	1	1540	1539,97	15,44	0,002
Curvatura	1	163	163,02	1,74	0,216
Erro Residual	10	934,5	93,45		
Total	14	10229,7			

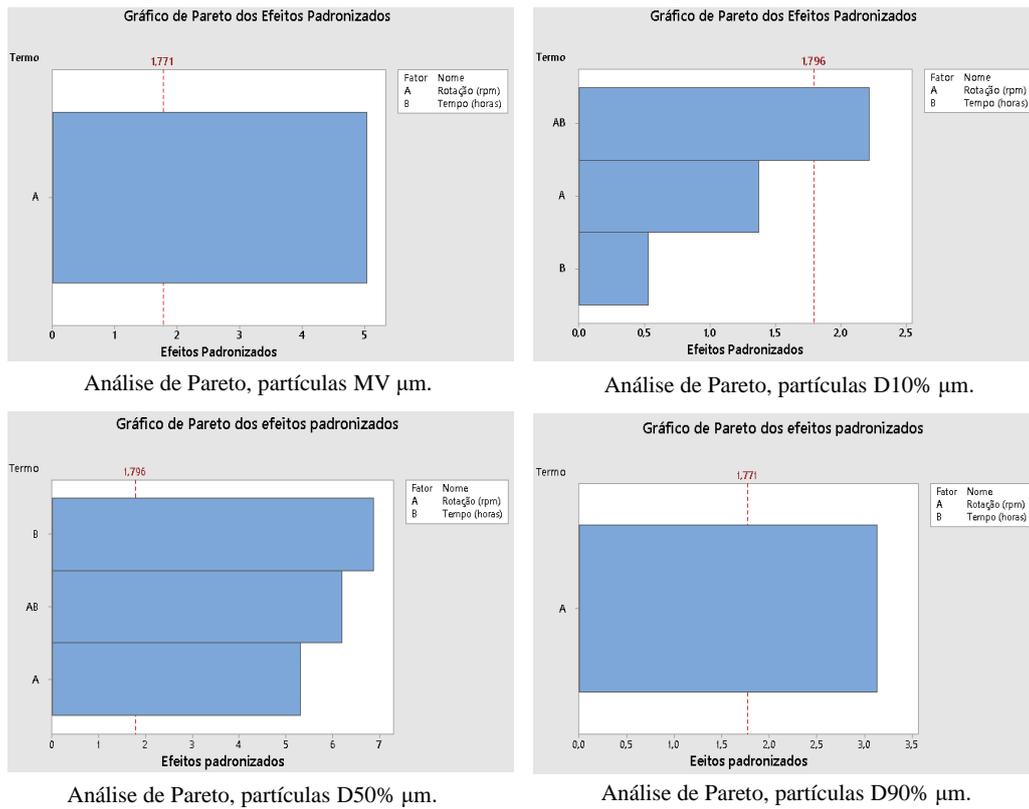
Fonte – Autor.

Tabela 4.15 – Análise de Variância – partículas entre – D90% (μm).

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Efeitos Principais	1	5489	5489,1	10,56	0,006
Rotação (<i>rpm</i>)	1	5489	5489,1	10,56	0,006
Curvatura	1	1096	1096,1	2,32	0,153
Erro Residual	10	4122	412,2		
Total	14	12244			

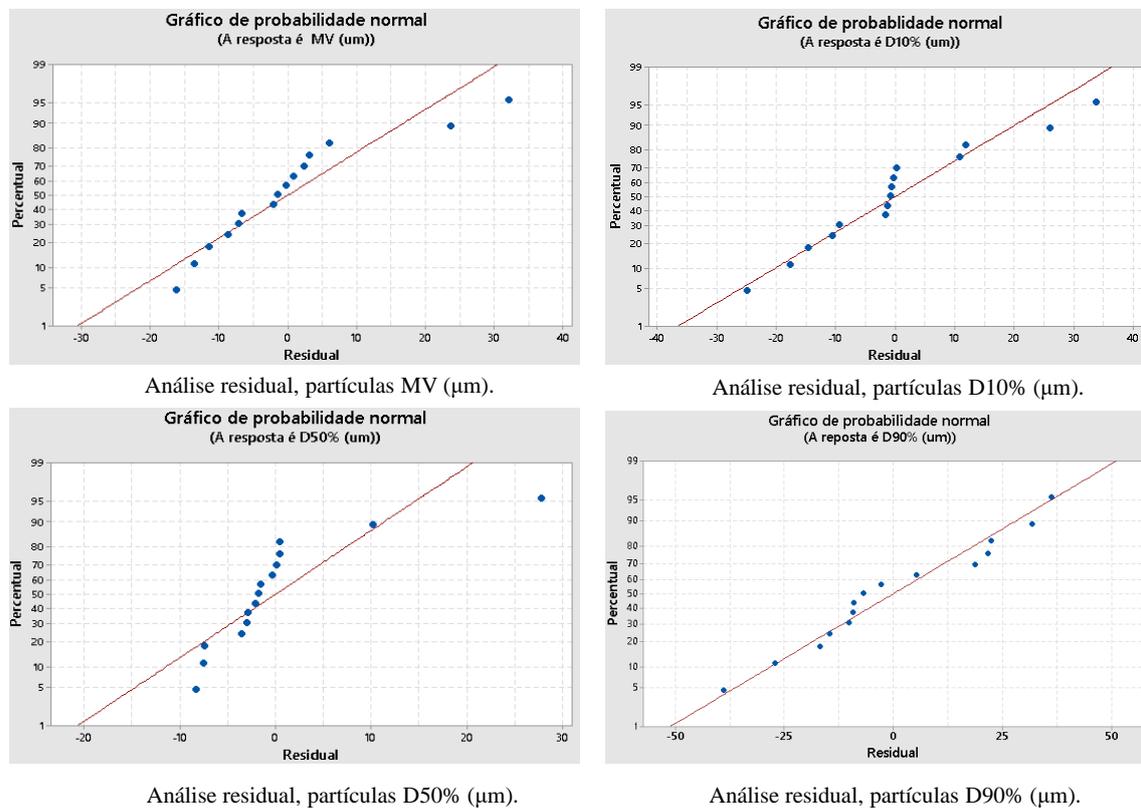
Fonte – Autor.

Figura 4.24 – Diagrama de Pareto para o experimento fatorial (difração a laser).



Fonte – Autor

Figura 4.25 – Análise Residual (difração a laser).



Fonte – Autor

De acordo com a análise de variância, na Tabela 4.16 pode ser observado que somente a resposta D50% teve um ajuste R^2_{adj} maior que 80%, indicando que para distribuição acumulativa de 50% das partículas existe uma equação de confiabilidade maior que 80%. As outras respostas MV, D10% e D90% não apresentaram modelos adequados. Sendo assim, os resultados da análise das respostas do ensaio de difração a laser utilizado neste trabalho foram inconclusivos.

Tabela 4.16 – Respostas do modelo R^2 Anova – Planejamento Fatorial (Difração a laser).

Respostas	R^2_{adj}
MV μm	63,47 %
D10% μm	22,66 %
D50% μm	86,35 %
D90% μm	40,59 %

Fonte – Autor.

Basicamente foram feitas duas tentativas para obter êxito na modelagem das respostas do ensaio de difração a laser. A primeira tentativa consistiu em utilizar água desionizada, detergente e o equipamento ultrassom de cuba para dispersar as partículas da amostra. Entretanto, devido à grande divergência com os resultados do peneiramento e a presença de partículas com tamanho maior que 1000 μm na amostra mesmo passando por um processo de peneiramento, conclui-se que as partículas estavam aglomeradas, dificultando assim a capacidade do equipamento em analisar com eficácia a dispersão das partículas.

Como na primeira tentativa os resultados não forneceram nenhuma correlação entre os parâmetros de moagem e as respostas, na segunda tentativa utilizou-se álcool etílico 90% (PENDSE; SHARMA, 1993; PAPINI; NETO, 2006) e um equipamento mais potente chamado de ultrassom de ponta para dispersar as partículas. Como foi mostrado na Tabela 4.11 na segunda tentativa os resultados sofreram ligeira melhora, mas o desempenho da modelagem foi abaixo de 80% .

A falta de ajuste para as respostas do ensaio de difração a laser pode ser explicado pelo fato de que as partículas de V[®] 8 tem em sua composição matriz ferrítica. A ferrita tem características magnéticas, sendo assim, com a energia liberada pela moagem e conseqüentemente diminuição dos tamanhos das partículas, a força eletrostática entre os pós aumenta, dificultando a dispersão das mesmas. Assim, os resultados da difração a laser tornam-se duvidosos. Uma alternativa para uma averiguação com um maior grau de confiabilidade deste experimento seria utilizar um equipamento com uma maior capacidade de dispersão, como é o caso dos processadores por agitação de energia ultrasônica para dispersar nano-partículas. No entanto, este equipamento não faz parte dos recursos da Universidade.

4.3.2 Planejamento Superfície Resposta

De acordo com os gráficos gerados pelo planejamento fatorial e a análise de variância, foi verificado que para as partículas retidas nas peneiras de 425 μm e 150 μm a modelagem apresentou curvatura indicando que um modelo linear não satisfaz as condições de operação do sistema. Sendo assim, com a finalidade de examinar a qualidade do ajuste, de verificar o efeito das interações e de otimizar os parâmetros de resposta através de uma função quadrática, utilizou-se o planejamento Superfície de Resposta para o experimento de peneiramento, conforme Tabela 4.17.

Tabela 4.17 – Resultado planejamento superfície resposta (peneiramento).

Amostra	Velocidade(<i>rpm</i>)	Tempo(<i>h</i>)	>425 μm (g)	425–150 μm (g)	150–63 μm (g)	<63 μm (g)
1	350	31	5,6964	0,4231	2,1831	1,1010
2	350	12	6,9643	0,6338	0,2917	0,9950
3	350	31	5,4226	0,3262	2,1457	1,5537
4	350	31	5,3874	0,4727	2,8042	0,6964
5	400	31	2,4226	0,3024	4,2650	2,3560
6	400	31	2,3500	0,1980	3,0800	3,8084
7	400	50	1,8127	0,2338	5,9162	1,4829
8	400	50	0,8156	0,1159	6,7826	1,7096
9	350	12	7,1200	0,6699	0,1883	1,0972
10	300	50	5,7389	0,4750	2,4716	0,6114
11	350	31	4,7143	0,4492	2,4208	1,9035
12	400	12	4,8568	0,4587	0,5201	3,6399
13	350	31	5,7108	0,3941	2,4716	0,9864
14	350	31	5,6763	0,2957	2,4123	0,7108
15	350	31	4,8578	0,3890	2,1859	2,2632
16	400	50	1,1580	0,1938	5,7092	2,3451
17	350	50	4,3713	0,3238	2,2593	1,8737
18	350	31	3,9340	0,5432	3,4127	1,5864
19	350	12	6,2091	0,5693	0,1627	2,0735
20	400	31	3,6063	0,2944	3,2016	2,2874
21	300	31	6,9910	0,5301	1,2048	0,6420
22	350	31	5,2238	0,4349	2,0820	1,6822
23	350	31	5,7378	0,5133	2,1739	1,4796
24	400	12	5,3870	0,3946	1,2060	2,5025
25	300	12	5,3863	1,0619	2,4733	0,7016
26	350	50	4,4902	0,3118	1,7073	2,2578
27	300	12	5,7846	0,7971	1,0830	1,8830
28	300	50	6,8878	0,4876	1,5384	0,4126
29	350	31	3,7143	0,5415	3,2262	2,0590
30	350	31	3,9723	0,5486	4,1898	0,7320
31	350	31	4,9113	0,5934	2,5231	1,5240
32	350	31	4,9458	0,6026	2,8217	1,3264
33	300	50	6,5187	0,4769	1,7570	0,5428
34	300	12	5,8481	0,9732	1,4583	1,0948
35	300	31	6,8275	0,5756	1,5154	0,5549
36	300	31	6,2570	0,5204	1,4037	1,1934
37	350	31	3,8022	0,6206	3,6431	1,2858
38	400	12	5,4768	0,4858	2,3088	1,1174
39	350	50	3,5194	0,3389	2,8560	2,2480

Fonte – Autor.

Para construção da Tabela 4.17 foram utilizados no total 39 experimentos conforme descrito na Tabela 3.9, onde os pontos fatoriais foram dados por $2^n = 2^2 = 4$, pontos axiais $2 \cdot n = 2 \cdot 2 = 4$, com 5 pontos centrais e três réplicas.

Através dos dados da Tabela 4.17 foi possível, utilizando o software Minitab[®] 17, realizar a verificação da influência significativa dos parâmetros com o diagrama de Pareto assim como a interação sobre os processos de moagem. Como no planejamento fatorial, para análise do planejamento Superfície Resposta foi realizada também a análise de variância (ANOVA), cujos resultados podem ser visualizados na Tabela 4.18, 4,19, 4,20 e 4.21.

Tabela 4.18 – Análise de Variância Superfície Resposta – Peneira 425 > (μm).

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Modelo	4	80,075	20,0187	45,22	0,000
Linear	2	62,109	31,0547	70,15	0,000
Rotação (<i>rpm</i>)	1	44,664	44,6642	100,89	0,000
Tempo (<i>h</i>)	1	17,445	17,4451	39,41	0,000
Iteração quadrática	1	1,490	1,4904	3,37	0,075
Rotação (<i>rpm</i>) * Tempo (<i>h</i>)	1	1,490	1,4904	3,37	0,075
Iteração de segunda ordem	1	16,475	16,4753	37,22	0,000
Rotação (<i>rpm</i>) * Tempo (<i>h</i>)	1	16,475	16,4753	37,22	0,000
Erro	34	15,052	0,4427		
Falta de ajuste	4	3,521	0,8803	2,29	0,083
Erro Puro	30	11,531	0,3844		
Total	38	95,127			

Fonte – Autor.

Tabela 4.19 – Análise de Variância Superfície Resposta – Peneira (425–150) (μm).

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Modelo	3	1,13523	0,378409	49,15	0,000
Linear	2	1,10552	0,552759	71,80	0,000
Rotação (<i>rpm</i>)	1	0,57617	0,576165	74,84	0,000
Tempo (<i>h</i>)	1	0,52935	0,529352	68,76	0,000
Iteração de segunda ordem	1	0,002971	0,002971	3,86	0,057
Rotação (<i>rpm</i>) * Tempo (<i>h</i>)	1	0,002971	0,00297	3,86	0,057
Erro	35	0,26946	0,007699		
Falta de ajuste	5	0,06678	0,013357	1,98	0,111
Erro Puro	30	0,20268	0,006756		
Total	38	1,40469			

Fonte – Autor.

Tabela 4.20 – Análise de Variância Superfície Resposta – Peneira (150–63) (μm).

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Modelo	5	63,093	12,6187	23,46	0,000
Linear	2	43,186	21,5929	40,14	0,000
Rotação (<i>rpm</i>)	1	17,968	17,9680	33,40	0,000
Tempo (<i>h</i>)	1	25,218	25,2178	46,88	0,000
Iteração quadrática	2	4,447	2,2237	4,13	0,025
Rotação (<i>rpm</i>) * Tempo (<i>h</i>)	1	3,042	3,0425	5,66	0,023
Iteração de segunda ordem	1	15,460	15,4603	28,74	0,000
Rotação (<i>rpm</i>) * Tempo (<i>h</i>)	1	15,460	15,4603	28,74	0,000
Erro	33	17,752	0,5379		
Falta de ajuste	3	6,764	2,2546	6,16	0,002
Erro Puro	30	10,988	0,3663		
Total	38	80,846			

Fonte – Autor.

Tabela 4.21 – Análise de Variância Superfície Resposta – Peneira < 63 (μm).

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Modelo	5	10,295	10,2948	27,54	0,000
Linear	1	10,2948	27,54	40,14	0,000
Rotação (<i>rpm</i>)	1	10,295	10,2948	27,54	0,000
Erro	37	13,830	0,3738		
Falta de ajuste	7	3,687	0,5267	1,56	0,186
Erro Puro	30	10,143	0,3381		
Total	38	24,125			

Fonte – Autor.

Das Tabelas 4.18 a 4.21 nota-se que para um intervalo de confiança de 95% os itens onde os valores de P-Value são menores que 0,05 aceita a hipóteses que os termos específicos são significativos. Dessa forma, com a finalidade de determinar a qualidade do modelamento, utilizando o software Minitab[®] 17 foi possível obter os parâmetros de ajuste conforme Tabela 4.22.

Tabela 4.22 – Resumo dos parâmetros utilizados para avaliar o ajuste – RSM (peneiramento).

Respostas	<i>S</i>	R^2	R^2_{adj}	R^2_{pred}
> 425 μm	0,665361	84,18%	82,32%	80,16%
425–150 μm	0,0877436	80,82%	79,17%	76,29%
150–63 μm	0,733450	78,04%	74,71%	68,49%
<63 μm	0,611377	42,67%	41,12%	35,10%

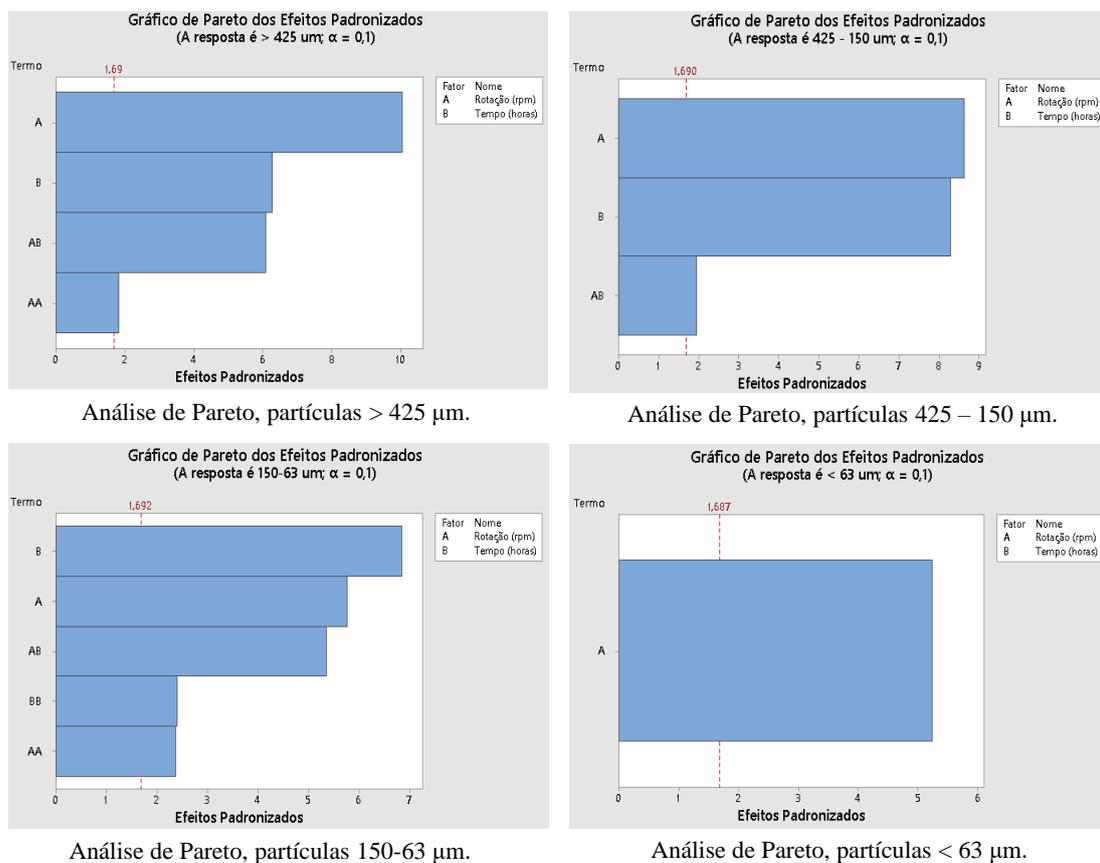
Fonte – Autor.

De acordo com os resultados da Tabela 4.21 foi possível verificar que, quanto mais se reduz a malha da peneira, menor foi a capacidade preditiva do modelo, com indicador R^2_{adj} de 82,32% para

as partículas retidas na peneira de $425 \mu\text{m}$, 79,17% para as partículas retidas na peneira de $150 \mu\text{m}$, 74,71% para as partículas acima de $63 \mu\text{m}$ e 41,12% para as partículas menores que $63 \mu\text{m}$. Apesar do modelamento para as partículas menores que $63 \mu\text{m}$ encontrou-se uma capacidade preditiva muito baixa. Este número pode ser explicado como já foi dito anteriormente, pelo fato de que quanto menor o tamanho das partículas mais facilidade estas tem de impregnar no vaso e nas esferas de moagem, fazendo com que a medição do peso das partículas menores que $63 \mu\text{m}$ tenha uma alteração de valor. No entanto, o resultado das partículas menores que $63 \mu\text{m}$ pode ser calculado como consequência da diferença da quantidade retida nas outras peneiras.

Embora os resultados R_{adj}^2 da Tabela 4.21 não apresentaram valores maiores que 90%, para as partículas $> 425 \mu\text{m}$, partículas entre $425 - 150 \mu\text{m}$ e partículas entre $150 - 63 \mu\text{m}$ a capacidade preditiva não foi baixa o suficiente para validar uma falta de ajuste, sendo assim, o resultado para estas respostas está dentro dos limites aceitáveis. Para avaliar os efeitos estaticamente significativos foram gerados gráficos de Pareto, exibidos na Figura 4.26.

Figura 4.26 – Diagrama de Pareto para superfície resposta (peneiramento).

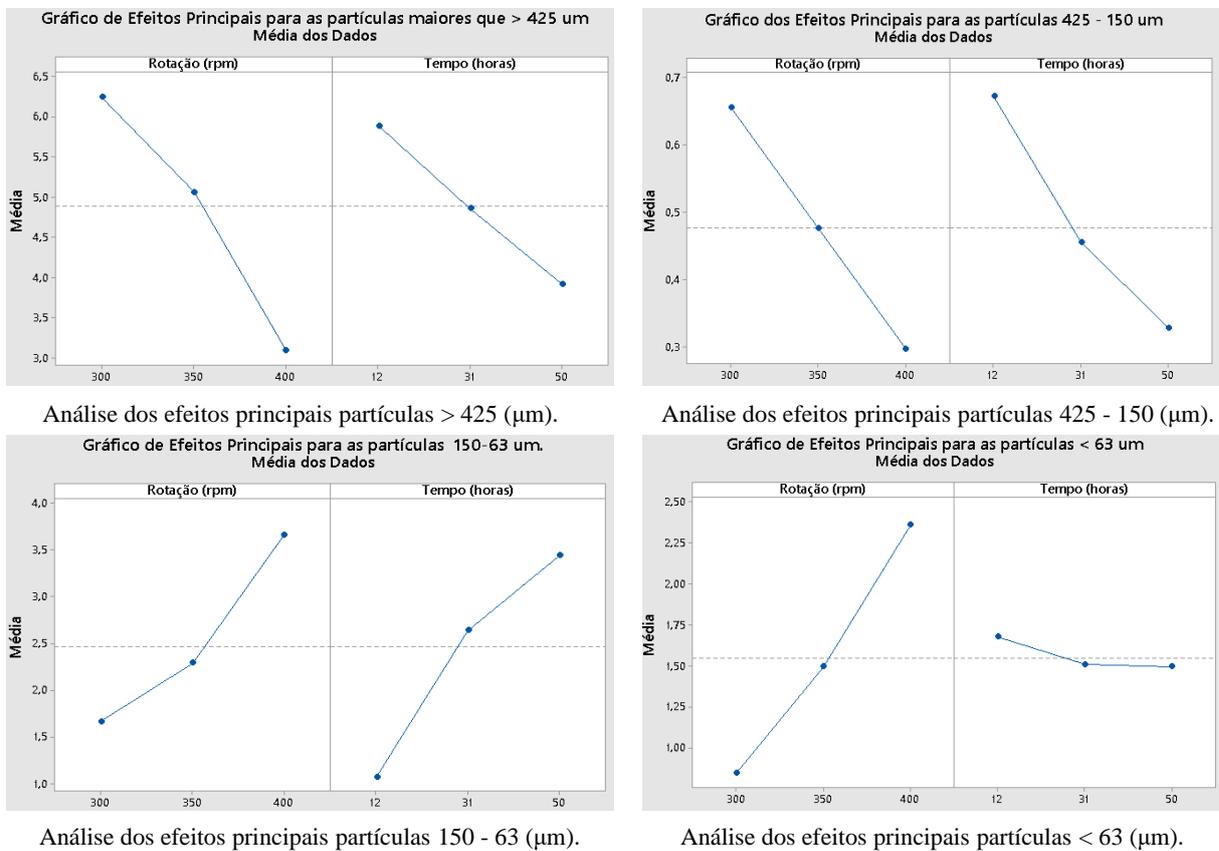


Fonte – Autor

Os termos que ultrapassaram a linha vermelha tracejada nos gráficos de Pareto mostrados na Tabela 4.26, representam os efeitos significativos. Dessa maneira, enquanto que para as partículas maiores que $425 \mu\text{m}$, partículas entre $425-150 \mu\text{m}$ e partículas entre $150-63 \mu\text{m}$ os fatores e a relação entre eles tem significância, para as partículas menores que $63 \mu\text{m}$ só a rotação teve efeito significativo.

De acordo com a significância dos fatores mostrados nos gráficos de Pareto, na Figura 4.27 observa-se o gráfico dos efeitos principais rotação e tempo de moagem com relação à quantidade em massa das partículas retidas nas respectivas peneiras de 425 , 150 , $63 \mu\text{m}$.

Figura 4.27 – Análise de efeitos principais para as partículas: $> 425 \mu\text{m}$, $425 - 150$, $150 - 63 \mu\text{m}$, $< 63 \mu\text{m}$ (peneiramento).



Fonte – Autor

Pelo gráfico de efeitos principais na Figura 4.27, nota-se que para minimizar a quantidade em peso das partículas maiores que $425 \mu\text{m}$ deve-se aumentar o valor da rotação e utilizar mais horas no processo de moagem. No entanto a rotação tem maior influência para a redução das partículas. Para os pós que passaram na peneira de $425 \mu\text{m}$ e ficaram retidos na peneira de $150 \mu\text{m}$ com tamanho entre $425 - 150 \mu\text{m}$, observa-se que deve-se aumentar a rotação e o tempo de moagem.

Para os pós com tamanhos entre $150 - 63 \mu m$ para maximizar a quantidade em peso deve-se aumentar a rotação e o tempo de moagem, sendo que o tempo de moagem tem maior influência na resposta. Por fim, para maximizar a quantidade de partículas que passaram pela peneira de $63 \mu m$ e tem tamanho menor que $63 \mu m$, deve-se aumentar a rotação, sendo o tempo de moagem sem significância para esta resposta.

Com a finalidade de determinar a relação entre a resposta e os fatores do modelo, foram geradas pelo Minitab[®] 17 equações de regressão pelo planejamento de experimento superfície resposta para as partículas de tamanho: $> 425 \mu m$, $425 - 150 \mu m$ e $150 - 63 \mu m$, como mostram as Equações 4.11, 4.12 e 4.13, respectivamente.

$$M_{>425\mu m} = -14,9 + 0,1165 \cdot x_1 + 0,3799 \cdot x_2 - 0,000157 \cdot x_1^2 - 0,001233 \cdot x_1 \cdot x_2 \quad (4.5)$$

$$M_{425-150\mu m} = 2,577 - 0,005202 \cdot x_1 - 0,02736x_2 + 0,000052 \cdot x_1 \cdot x_2 \quad (4.6)$$

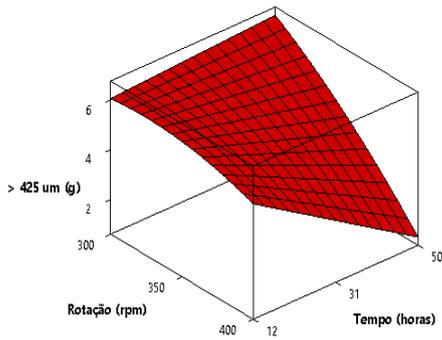
$$M_{150-63\mu m} = 34,6 - 0,1867 \cdot x_1 - 0,2508 \cdot x_2 + 0,000242 \cdot x_1^2 - 0,001694 \cdot x_2^2 + 0,001195x_1 \cdot x_2 \quad (4.7)$$

Sendo M a quantidade em gramas (g) geradas pelo peneiramento conforme especificado na Tabela 4.17, x_1 a rotação em (rpm) e x_2 o tempo em horas (h).

De acordo com as equações geradas, através da combinação entre os fatores pode-se determinar um modelo de previsão para otimização das variáveis do projeto. Sendo assim, na Figura 4.28 são mostrados os gráficos de superfícies e contorno das respostas produzidos pelo experimento planejamento RSM.

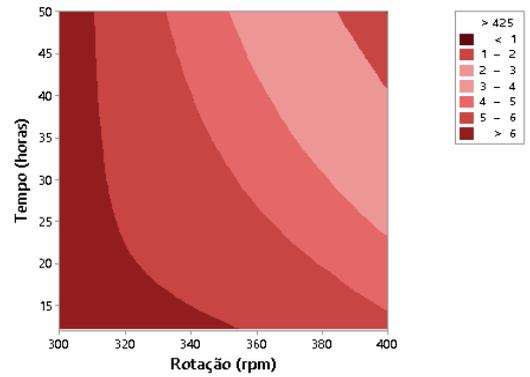
Figura 4.28 – Curvas de superfície e curvas de contorno - RSM (peneiramento).

Gráfico de Superfície para > 425 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



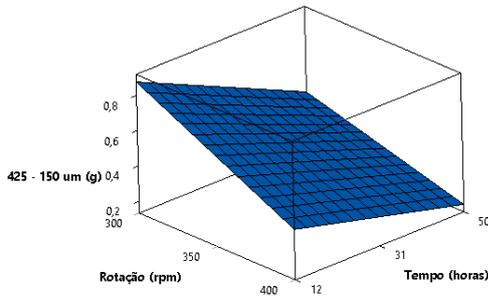
a) Curva de Superfície para > 425 μm (g)

Gráfico de Contorno > 425 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



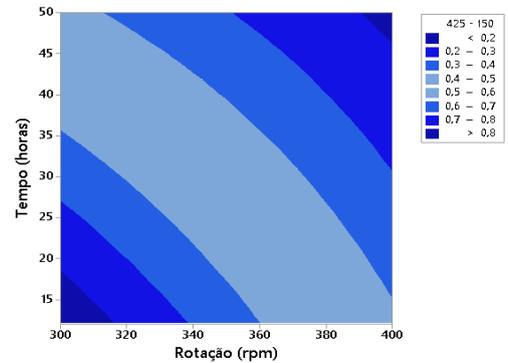
b) Curva de Contorno para > 425 μm (g)

Gráfico de Superfície 425 - 150 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



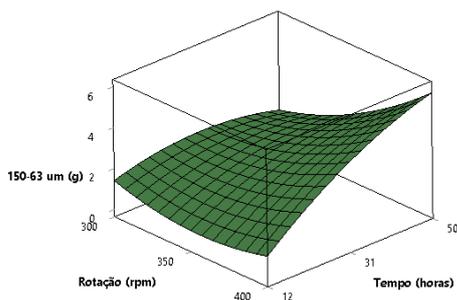
c) Curva de Superfície para 425 - 150 μm (g)

Gráfico de Contorno 425 - 150 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



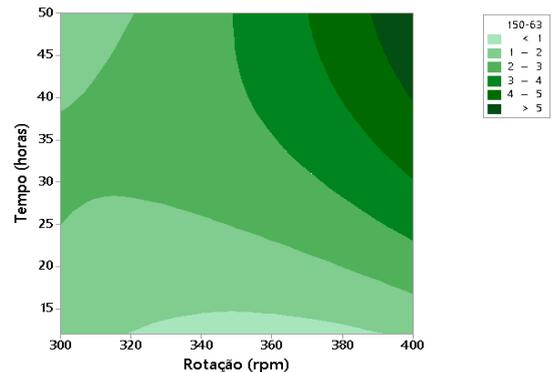
d) Curva de Contorno para 425 -150 μm (g)

Gráfico de Superfície para 150-63 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



e) Curva de Superfície para 150 - 63 μm (g)

Gráfico de Contorno 150-63 μm (g) vs Tempo (horas); Rotação (rpm)



e) Curva de Contorno para 150-63 μm (g)

Fonte – Autor

Os gráficos de superfície mostrados na Figura 4.28 revelam modelos quadráticos, com exceção da superfície de resposta com tamanho de partículas entre 425 - 150 μm . Pelos gráficos é possível notar que os pontos máximos e mínimos estão posicionados em uma região ideal.

Sendo assim, com todas estas informações é possível inferir sobre a escolha de parâmetros para que o processo alcance melhor desempenho.

Segundo Chang *et al.* (2011), que estudou o efeito dos processos de sinterização e tratamento térmico na microestrutura e propriedades mecânicas do aço ferramenta V[®] 4, os tamanhos originais das partículas do aço V[®] 4 após o processo de atomização estão entre 7–110 μm . Assim sendo, esta seria uma referência que se tem sobre o intervalo dos tamanhos das partículas dos aços da família Vanadis. Outro artigo, Tornberg e Fölzer (2002), informa em seu estudo que a Böhler-Uddeholm disponibiliza através do processo de atomização, um pó com excelente qualidade e com tamanho médio de partículas de 60 μm .

Consequentemente, utilizando o processo da MAE para fabricar um subproduto reciclável com as mesmas características e propriedades mecânicas do produto vendido comercialmente, teve-se como finalidade neste estudo alcançar parâmetros de moagem que maximizassem a produção de pós com tamanhos de partículas menores que 150 μm , com foco na redução do tempo de moagem.

Sendo assim, ao observar a Figura 4.28 é possível notar que, para maximizar a quantidade de partículas em peso com tamanho menores que 150 μm e minimizar as partículas maiores que 150 μm , deve-se utilizar rotação máxima e tempo máximo dentro dos parâmetros limites estabelecidos neste trabalho. No entanto, notou-se, que mesmo utilizando rotação máxima e tempo máximo que a eficiência do processo em entregar partículas menores que 150 μm foi de aproximadamente 78%. Desta maneira, foi realizado um experimento teste e observou-se que com 28 horas de moagem, utilizando rotação máxima de 400 rpm, o processo de MAE teve uma eficiência em entregar partículas menores que 150 μm de 60% aproximadamente, com partículas $> 425 \mu\text{m} = 3,4389 \text{ (g)}$, $425 - 150 \mu\text{m} = 0,3165 \text{ (g)}$, $150 - 63 \mu\text{m} = 3,6919 \text{ (g)}$ e $< 63 \mu\text{m} = 2,456 \text{ (g)}$. Apesar da rotação máxima e tempo máximo de processo apresentarem o melhor resultado para redução de partículas, a redução do tempo de processamento para moagem é crucial para os aspectos econômicos no que tange a proporcionar o reaproveitamento de uma forma a reduzir custos de processo.

Assim, este estudo possibilitou a compreensão dos parâmetros da MAE para alcançar tamanhos de partículas próximas das características das partículas vendidas comercialmente. Sendo a proposta desta pesquisa de viabilizar uma rota alternativa de reciclagem, já que o aço ferramenta V[®] 8 é um material com alto valor agregado.

5 CONCLUSÕES

5.1 Conclusões

Se comparado aos processos convencionais como fundição, a metalurgia do pó com a utilização da Moagem de Alta Energia se mostrou um processo alternativo para reaproveitar os cavacos do aço ferramenta Vanadis[®] 8. Sendo assim, com os resultados deste estudo, verificou-se que:

- Com a MAE foi possível produzir pós com e sem a adição de carbeto com alta qualidade e com diferentes granulometrias;
- De acordo com a análise feita pelos experimentos na 1^a fase da MAE como: microscopia eletrônica de varredura, difração a laser e a difração de raios X, foi possível determinar através do tamanho médio de cristalito e grau de cristalinidade que a adição de 3% de carbeto de vanádio, proporcionou maior eficiência na redução das partículas com relação ao tempo de moagem. Isto aconteceu devido ao carbeto de vanádio ser caracterizado como uma partícula frágil com relação ao V[®] 8. Assim com a falta de uma partícula dúctil o processo passou somente por deformação plástica e fratura, sendo ausente a etapa de soldagem a frio. Logo, a adição de 3% de carbeto de vanádio forneceu aos pós características como: redução de tempo de processamento pela redução eficaz do tamanho de partícula e, em consequência disso, a possibilidade de se ter em processos posteriores, como a compactação e sinterização, peças com maior resistência mecânica.
- Na 2^a fase da MAE, foi possível, através do planejamento de experimentos fatorial verificar que, dentre os parâmetros rotação e tempo e suas interações que o termo mais influente e significativo para redução de partículas foi a rotação. Além disso, com a análise de variância (ANOVA-Analysis of variance) foi possível observar a existência de curvatura, a falta de ajuste para modelagem das respostas do ensaio de difração a laser e o equacionamento e ajuste para modelagem do ensaio de peneiramento.
- Ainda na 2^a fase da MAE, com o planejamento de experimentos RSM foi possível analisar as respostas através da curva de superfície para cada configuração do experimento peneiramento. Somando a isso, notou-se pelos gráficos de superfície que quanto maior a rotação e o tempo, maior é a maximização da quantidade de partículas menores que 150 μm . No entanto, verificou-se que com 400 rpm e 50 horas, a MAE registrou uma eficiência máxima de 78% do processo

em entregar partículas menores que $150 \mu\text{m}$. Outro teste mostrou que com 400 rpm e 28 horas de moagem, o processo MAE registrou 60% de eficiência em entregar partículas menores que $150 \mu\text{m}$.

Sendo assim, nesta pesquisa com relação aos parâmetros de moagem utilizados para alcançar os tamanhos de partículas próximas das partículas vendidas comercialmente, conclui-se que a rotação foi o elemento mais significativo. No entanto com relação à eficiência, 28 horas de moagem seria um tempo com finalidade de viabilizar economicamente o processo.

Verificou-se que este trabalho é de extrema importância, pois forneceu informações sobre a viabilização de uma técnica que pode ser estendida a quaisquer empresas ou companhias que atuam na área de reciclagem de materiais metálicos.

5.2 Sugestão para trabalhos futuros

- Realizar a análise da dispersão das partículas do Vanadis[®] 8 por equipamentos com alta capacidade de dispersão, como é o caso dos processadores por agitação de energia ultrassônica para dispersar nanopartículas;
- Analisar a eficiência de moagem para carbeto com maior dureza que o carbeto de vanádio;
- Desenvolver uma otimização multiobjetivo, utilizando algoritmo genético (GA) ou algoritmo por enxame de partículas (PSO), a partir do modelo obtido pelo DOE;
- Realizar um DOE para processos posteriores à MAE, como a compactação e a sinterização;
- Avaliar as propriedades mecânicas através dos ensaios de compressão e de vibrações;
- Comparar as propriedades mecânicas do produto reciclado pelo processo de MAE com as propriedades mecânicas do produto vendido comercialmente pela *Uddeholm*;
- Validar o processo economicamente.

REFERÊNCIAS

- AGHAJANI, A. *et al.* On the formation and growth of mo-rich laves phase particles during long-term creep of a 12% chromium tempered martensite ferritic steel. **Scripta Materialia**, Elsevier, v. 61, n. 11, p. 1068–1071, 2009.
- AIISI, American Iron and Steel Institute. 2018. Acesso em: 03 set. 2019. Disponível em: <<https://www.steel.org/news/2018/01/aisi-releasesdecember-2018-sima-imports-data>>.
- ANGELO, P.; SUBRAMANIAN, R. **Powder metallurgy: science, technology and applications**. [S.l.]: PHI Learning Pvt. Ltd., 2008.
- ASM handbook. Materials Park, Ohio: ASM International, 1990. ISBN 9780871703781.
- BALBINO, N. A. N. Caracterização microestrutural e mecânica dos metais duros wc-ni-mo e wc-ni-cr. 2016. 89 f. Dissertação (Mestrado em Materiais para Engenharia) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2016. Acesso em: 30 set. 2020. Disponível em: <Disponível em: <http://repositorio.unifei.edu.br:8080/xmlui/handle/123456789/537>>.
- BARBOZA, J. S. Caracterização de compósitos magnéticos macios desenvolvidos através da metalurgia do pó aplicados a núcleos de máquinas elétricas. 2009. 85f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais)– Universidade Feral do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009. Acesso em: 14 jun. 2020. Disponível em: <Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/16209>>.
- BAYER, A. M.; BECHERER, B.; VASCO, T. High-speed tool steels. **ASM Handbook.**, v. 16, p. 51–59, 1989.
- BERI, N. *et al.* Technological advancement in electrical discharge machining with powder metallurgy processed electrodes: a review. **Materials and Manufacturing Processes**, Taylor & Francis, v. 25, n. 10, p. 1186–1197, 2010.
- BISH, D. L.; HOWARD, S. Quantitative phase analysis using the rietveld method. **Journal of Applied Crystallography**, International Union of Crystallography, v. 21, n. 2, p. 86–91, 1988.
- BOLTON, J.; GANT, A. Heat treatment response of sintered m3/2 high speed steel composites containing additions of manganese sulphide, niobium carbide, and titanium carbide. **Powder Metallurgy**, Taylor & Francis, v. 39, n. 1, p. 27–35, 1996.
- CAPES: bases de estruturas cristalinas. 2020. Acesso em: 21 ago. 2020. Disponível em: <<https://bdec.dotlib.com.br/inicio>>.
- CAROLINO, A. d. S. Estimativa do percentual de cristalinidade de polímeros semicristalinos derivados da anilina através dos padrões de difração de raios x. 2017,88f Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2017. Acesso em 25 fev. 2020. Disponível em: <Disponível em: <https://tede.ufam.edu.br/handle/tede/5624>>.
- CHANG, I. **Advances in powder metallurgy : properties, processing and applications**. Oxford: Woodhead Publishing, 2013. ISBN 9780857094209.
- CHANG, I.; ZHAO, Y. **Advances in powder metallurgy: properties, processing and applications**. [S.l.]: Elsevier, 2013.

CHANG, S. *et al.* Effects of sintering process and heat treatments on microstructures and mechanical properties of vanadis 4 tool steel added with tic powders. **Powder metallurgy**, Taylor & Francis, v. 54, n. 4, p. 507–512, 2011.

CIPOLLA, L. *et al.* Conversion of mx nitrides to z-phase in a martensitic 12% cr steel. **Acta materialia**, Elsevier, v. 58, n. 2, p. 669–679, 2010.

COBB, H. **Stainless steels : a steel products manual**. Warrendale, Pa: Association for Iron & Steel Technology, 2008. ISBN 9781886362987.

DANNINGER, H.; GIERL-MAYER, C. Advanced powder metallurgy steel alloys. In: **Advances in Powder Metallurgy**. [S.l.]: Elsevier, 2013. p. 149–201.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. [S.l.]: EdUPUCRS, 2007.

DELFORGE, D. Y. M. *et al.* Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material: uma nova tecnologia para a reciclagem de metais? **Rem: Revista Escola de Minas**, SciELO Brasil, v. 60, n. 1, p. 95–100, 2007.

DEVOR, R. E.; CHANG, T.-h. h., and Sutherland, JW" **Statistical Quality Design and Control—Contemporary Concepts and Methods**. [S.l.]: New Jersey: Prentice–Hall, Inc, 1992.

DEWIDAR, M. M.; YOON, H.-C.; LIM, J. K. Mechanical properties of metals for biomedical applications using powder metallurgy process: a review. **Metals and Materials International**, Springer, v. 12, n. 3, p. 193, 2006.

DIAS, A. N. O. *et al.* Comparative analysis of niobium and vanadium carbide efficiency in the high energy mechanical milling of aluminum bronze alloy. **REM-International Engineering Journal**, SciELO Brasil, v. 71, n. 1, p. 59–65, 2018.

DIAS, A. N. O. *et al.* Effect of high energy milling time of the aluminum bronze alloy obtained by powder metallurgy with niobium carbide addition. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 20, n. 3, p. 747–754, 2017.

DIAS, F. da C. **Uso do software Image J para análise quantitativa de imagens de microestruturas de materiais**. [S.l.]: Sao José dos Campos: INPE, 2008.

DINGER, D. R.; FUNK, J. E. Particle-packing phenomena and their application in materials processing. **Mrs Bulletin**, Springer, v. 22, n. 12, p. 19–23, 1997.

DOBRZAŃSKI, L. A.; MATULA, G. Powder metallurgy fundamentals and sintered materials. **Powder metallurgy**, v. 8, p. 14, 2012.

ERTUGRUL, O. *et al.* Effect of particle size and heating rate in microwave sintering of 316l stainless steel. **Powder technology**, Elsevier, v. 253, p. 703–709, 2014.

FANCIO, E. Aplicação do metodo de rietveld para análise quantitativa de fases dos polimorfos da zircônia por difração de raios x. **Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares da Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, São Paulo, Dissertação de Mestrado**, 1999. Acesso em: 21 jan. 2019. Disponível em: <[Disponível em: http://labacc.net.br/PDF/Beth_dissertacao.pdf](http://labacc.net.br/PDF/Beth_dissertacao.pdf)>.

FERNANDES, A. F. **Influência do tratamento térmico do aço ferramenta AISI H13 no acabamento superficial após usinagem**. Dissertação (B.S. thesis) — Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2019.

FERNANDES, C.; PUGA, J.; SENOS, A. Nanometric wc-12 wt% aisi 304 powders obtained by high energy ball milling. **Advanced Powder Technology**, Elsevier, v. 30, n. 5, p. 1018–1024, 2019.

FORSMO, S. *et al.* Mechanisms in oxidation and sintering of magnetite iron ore green pellets. **Powder technology**, Elsevier, v. 183, n. 2, p. 247–259, 2008.

FUNK, J. E.; DINGER, D. R. **Predictive process control of crowded particulate suspensions: applied to ceramic manufacturing**. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2013.

GATAMORTA, F. *et al.* Optimization of the high energy milling process of chips of a stainless steel using the response surface modeling. In: **Mechanics of Composite, Hybrid and Multifunctional Materials, Volume 5**. [S.l.]: Springer, 2019. p. 237–242.

GEORGE, E.; HUNTER, J. S.; HUNTER, W. G. **Statistics for experimenters: design, innovation, and discovery**. [S.l.]: Wiley New York, 2005.

GONÇALVES, R. P. Análise da evolução de fases da superliga de níquel 718 em altas temperaturas. **Projeto de Graduação-Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro**, 2016.

GRONOSTAJSKI, J.; CHMURA, W.; GRONOSTAJSKI, Z. Phases created during diffusion bonding of aluminium and aluminium bronze chips. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, v. 19, n. 1, p. 32–37, 2006.

HENRIQUES, V. A. R. *et al.* Production of titanium alloys for advanced aerospace systems by powder metallurgy. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 8, n. 4, p. 443–446, 2005.

HØJERSLEV, C. **Tool steels**. [S.l.]: Risø National Laboratory, 2001.

HOSSEINI-GOURAJOUBI, F. *et al.* Effect of process control agents on synthesizing nano-structured 2mg–9ni–y catalyst by mechanical milling and its catalytic effect on desorption capacity of mgh₂. **Advanced Powder Technology**, Elsevier, v. 26, n. 2, p. 448–453, 2015.

HUANG, K.-T. *et al.* Microstructural characteristics and properties of adding vanadium carbide powders to vanadis 4 tool steel through vacuum sintering and heat treatments. **MATERIALS TRANSACTIONS**, The Japan Institute of Metals and Materials, v. 59, n. 10, p. 1596–1602, 2018.

HUANG, K.-T.; CHANG, S.-H.; YEH, P.-T. Microstructures and mechanical properties of tac added to vanadis 4 tool steel through vacuum sintering and heat treatments. **ISIJ International**, The Iron and Steel Institute of Japan, v. 57, n. 7, p. 1252–1260, 2017.

IVANOV, E.; SURYANARAYANA, C. Materials and process design through mechanochemical routes. **Journal of Materials Synthesis and Processing**, Springer, v. 8, n. 3-4, p. 235–244, 2000.

JUNIOR, E. S. **Efeito do tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades mecânicas de aços-ferramenta para trabalho a frio**. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2006.

KAZAK, A.; DULIS, E. Powder metallurgy tool steel. **Powder metallurgy**, n. 2, p. 114–123, 1978.

KLAR, E.; SAMAL, P. K. **Powder metallurgy stainless steels: processing, microstructures, and properties**. [S.l.]: ASM international, 2007.

KOSOLAPOVA, T. Y. **Carbides: properties, production, and applications**. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2012.

KUEHL, R. O.; KUEHL, R. Design of experiments: statistical principles of research design and analysis. Duxbury/Thomson Learning Pacific Grove, CA, 2000.

KUFFNER, B. H. B. *et al.* Evaluation of the milling efficiency increase of aisi 52100 steel using niobium carbide addition through high energy ball milling. **Rem: Revista Escola de Minas**, SciELO Brasil, v. 68, n. 3, p. 295–300, 2015.

KUMAR, L. *et al.* Rietveld analysis of xrd patterns of different sizes of nanocrystalline cobalt ferrite. **International Nano Letters**, Springer, v. 3, n. 1, p. 8, 2013.

LAGUTKIN, S. *et al.* Atomization process for metal powder. **Materials Science and Engineering: A**, Elsevier, v. 383, n. 1, p. 1–6, 2004.

LANGFORD, J. I.; WILSON, A. Scherrer after sixty years: a survey and some new results in the determination of crystallite size. **Journal of applied crystallography**, International Union of Crystallography, v. 11, n. 2, p. 102–113, 1978.

LI, X. *et al.* Well-dispersed phosphorus nanocrystals within carbon via high-energy mechanical milling for high performance lithium storage. **Nano Energy**, Elsevier, v. 59, p. 464–471, 2019.

LLORCA-ISERN, N.; ARTIEDA-GUZMÁN, C. **Advances in powder metallurgy: 9. Metal-based composite powders**. [S.l.]: Elsevier Inc. Chapters, 2013.

MADEJ, M. Phase reactions during sintering of m3/2 based composites with wc additions. **Archives of Metallurgy and Materials**, Versita, v. 58, n. 3, p. 703–708, 2013.

MAHLAMI, C.; PAN, X. Mechanical properties and microstructure evaluation of high manganese steel alloyed with vanadium. In: AIP PUBLISHING LLC. **AIP Conference Proceedings**. [S.l.], 2017. v. 1859, n. 1, p. 020083.

MALISKA, A. M. Microscopia eletrônica de varredura e microanálise. **UFSC, Santa Catarina**, 2004.

MARINI, V. M.; GATAMORTA, F.; BOAS, B. V. Influência do processo de fabricação no tamanho de grão astm da liga aa2024. 2015.

MATERIAL Property Data. 2020. Acesso 30 jul. 2020. Disponível em: <<http://www.matweb.com/search/QuickText.aspx?SearchText=carbide>>.

MATOS, R. A. G. Influência da adição de nbc, vc e wc na reciclagem dos cavacos da liga da série x22 por metalurgia do pó. 2018. 135f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica)– Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2016. Acesso em: 15 mar. 2019. Disponível em: <[Disponível em: https://repositorio.unifei.edu.br/jspui/handle/123456789/1218](https://repositorio.unifei.edu.br/jspui/handle/123456789/1218)>.

MENDONÇA, C. *et al.* Evaluation of high-energy milling efficiency in stainless steel with addition of vanadium carbides. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, Springer, v. 95, n. 5-8, p. 3093–3099, 2018.

MENDONÇA, C. *et al.* Development analysis of a stainless steel produced by high energy milling using chips and the addition of vanadium carbide. In: **Mechanics of Composite and Multifunctional Materials, Volume 6**. [S.l.]: Springer, 2018. p. 79–88.

MENDONÇA, C. d. S. P. Produção do compósito aço inoxidável duplex-carbetos por meio de moagem de alta energia. 2018.

MENDONÇA, C. de S. P. *et al.* Recycling chips of stainless steel by high energy ball milling. **Materials Science Forum**, Trans Tech Publications, Ltd., v. 930, p. 454–459, sep 2018.

MESQUITA, R. A. **Tool steels: Properties and performance**. [S.l.]: CRC press, 2016.

MICROTRAC FLEX Software-Self-paced Tutorial. 2020. Acessado em 30/09/2020. Disponível em: <<https://www.yumpu.com/en/document/read/4777408/self-paced-tutorial-for-microtrac-flex-software-microtrac-inc>>.

MIRANDA, A. P. F. Estudo de aços ferramenta pré-endurecidos. 2014.

MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. [S.l.]: John Wiley & sons, 2017.

MYERS, R. H.; MONTGOMERY, D. C.; ANDERSON-COOK, C. M. **Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments**. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2016.

NANOENGINEERING of Structural, Functional and Smart Materials. Taylor & Francis Ltd, 2019. ISBN 0367392186. Disponível em: <https://www.ebook.de/de/product/38118989/nanoengineering_of_structural_functional_and_smart_materials.html>.

OLIVEIRA, L. G. de *et al.* Response surface methodology for advanced manufacturing technology optimization: theoretical fundamentals, practical guidelines, and survey literature review. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, Springer, v. 104, n. 5-8, p. 1785–1837, 2019.

OLIVEIRA, R. G. Produção e reciclagem de aços inoxidáveis. **Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro**, p. 67, 2009.

PAPINI, C. J.; NETO, R. M. L. Análise granulométrica de pós metálicos por difração de laser via seca. In: **17º CBECIMat-Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Foz do Iguçu-PR**. [S.l.: s.n.], 2006. p. 5024–5035.

PAZ, V. d. F. Estudo e caracterização metalográfica da resistência ao desgaste em aços ferramenta sinterizados, temperados a vácuo, utilizados em matrizes de estampagem. 2016.

PENDSE, H. P.; SHARMA, A. Particle size distribution analysis of industrial colloidal slurries using ultrasonic spectroscopy. **Particle & particle systems characterization**, Wiley Online Library, v. 10, n. 5, p. 229–233, 1993.

PINTO, G. B. **Análise do efeito do tempo da moagem de alta energia no tamanho de cristalito e microdeformação da rede cristalina do WC-Co**. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2008.

RAIHANUZZAMAN, R. M. *et al.* Powder refinement, consolidation and mechanical properties of cemented carbides—an overview. **Powder technology**, Elsevier, v. 261, p. 1–13, 2014.

RAIMUNDO, R. A. *et al.* Effect of the high energy milling on the microstructure of cu-20% wc composite powders prepared with recycled wc. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, Elsevier, p. 105223, 2020.

RIBOTTA, P. D. *et al.* The staling of bread: an x-ray diffraction study. **European Food Research and Technology**, Springer, v. 218, n. 3, p. 219–223, 2004.

ROBERTS, G. A.; KENNEDY, R.; KRAUSS, G. **Tool steels**. [S.l.]: ASM international, 1998.

ROWLANDS, H.; ANTONY, J. Application of design of experiments to a spot welding process. **Assembly Automation**, MCB UP Ltd, 2003.

SAHU, N. K.; ANDHARE, A. B. Modelling and multiobjective optimization for productivity improvement in high speed milling of ti-6al-4v using rsm and ga. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**, Springer, v. 39, n. 12, p. 5069–5085, 2017.

- SAMANTARAY, P. K. *et al.* Interlocked dithi-magnetospheres–decorated mos2 nanosheets as molecular sieves and traps for heavy metal ions. **Advanced Sustainable Systems**, Wiley Online Library, v. 3, n. 6, p. 1800153, 2019.
- SANTOS, J. M. P. d. Estudo da viabilidade da reutilização de resíduos sólidos provenientes da retificação de anéis de pistão por metalurgia do pó. 2018.
- SCHWARZ, R. Introduction to the viewpoint set on: mechanical alloying. **Scripta Materialia**, v. 34, n. 1, 1996.
- SERNA, M. M. **Quantificação e identificação de carbonetos no aço ferramenta AISI/SAE M2**. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2008.
- SHEIKHZADEH, M.; SANJABI, S. Structural characterization of stainless steel/tic nanocomposites produced by high-energy ball-milling method at different milling times. **Materials & Design**, Elsevier, v. 39, p. 366–372, 2012.
- SIMON, L. *et al.* Recycling of contaminated metallic chip based on eco-efficiency and eco-effectiveness approaches. **Journal of Cleaner Production**, Elsevier, v. 153, p. 417–424, 2017.
- SIVAKUMAR, M. *et al.* Optimisation of high energy ball milling parameters to synthesize oxide dispersion strengthened alloy 617 powder and its characterization. **Advanced Powder Technology**, Elsevier, v. 30, n. 10, p. 2320–2329, 2019.
- SNELLINGS, R. *et al.* Rietveld refinement strategy for quantitative phase analysis of partially amorphous zeolitized tuffaceous rocks. **Geologica belgica**, 2010.
- STANDARD, A. E112-96. **Standard test methods for determining average grain size**, 2004.
- SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in materials science**, Elsevier, v. 46, n. 1-2, p. 1–184, 2001.
- SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling,(2004). **New York, USA**, 2004.
- TANEIKE, M.; ABE, F.; SAWADA, K. Creep-strengthening of steel at high temperatures using nano-sized carbonitride dispersions. **Nature**, Nature Publishing Group, v. 424, n. 6946, p. 294–296, 2003.
- TAŃSKI, T. *et al.* Thermal fatigue influence of laser treated tool steel surface. **Procedia Engineering**, Elsevier, v. 74, p. 429–442, 2014.
- TIDESTEN, M. *et al.* A new cold work pm-grade combining high wear resistance with high ductility. **BHM Berg-und Hüttenmännische Monatshefte**, Springer, v. 162, n. 3, p. 117–121, 2017.
- TOBOŁA, D.; CYBOROŃ, J.; ŁĘTOCHA, A. Selected properties of vanadis 8 tool steel after grinding and hard turning. **Mechanik**, v. 90, n. 10, p. 864–866, 2017.
- TOOL Steels. In: METALS Handbook Desk Edition. [S.l.]: ASM International, 1998. p. 346–361.
- TORNBERG, C.; FÖLZER, A. New optimised manufacturing route for pm tool steels and high speed steels. In: KARLSTADT SWEDEN. **Proceedings of the 6th International Tooling Conference: The Use of Tool Steels: Experience and Research**. [S.l.], 2002. v. 1, p. 10–13.
- TOTTEN, G. E. **Steel heat treatment: metallurgy and technologies**. [S.l.]: CRC press, 2006.
- TRIANI, R. M. *et al.* Improvement of the tribological characteristics of aisi 8620, 8640 and 52100 steels through thermo-reactive treatments. **Lubricants**, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 7, n. 8, p. 63, 2019.

UDDEHOLM Vanadis ® 8 SuperClean. 2016. Acessado em 28/03/2020. Disponível em: <https://www.ramada.pt/pt/produtos/acos/aa-os-para-ferramentas-de-trabalho-a-frio/uddeholm-vanadis-8-superclean.html>.

VIRGIL, L.; ANDERSON, M.; ROBERT, A. **Design of experiments: A realistic approach**. [S.l.]: CRC PRESS, 2019.

WAJE, S. B. *et al.* X-ray diffraction studies on crystallite size evolution of CoFe_2O_4 nanoparticles prepared using mechanical alloying and sintering. **Applied Surface Science**, Elsevier, v. 256, n. 10, p. 3122–3127, 2010.

WANG, M.-J. J.; CHANG, T.-C. Tool steel materials selection under fuzzy environment. **Fuzzy Sets and Systems**, Elsevier, v. 72, n. 3, p. 263–270, 1995.

WEI, S.; ZHU, J. *et al.* Effects of vanadium and carbon on microstructures and abrasive wear resistance of high speed steel. **Tribology International**, Elsevier, v. 39, n. 7, p. 641–648, 2006.

WEISSMAN, S. A.; ANDERSON, N. G. Design of experiments (doe) and process optimization. a review of recent publications. **Organic Process Research & Development**, ACS Publications, v. 19, n. 11, p. 1605–1633, 2015.

ZHANG, D. Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling. **Progress in Materials Science**, Elsevier, v. 49, n. 3-4, p. 537–560, 2004.

Apêndices

Anexos

ANEXO A – RESULTADO REFINAMENTO DE RIETVELD

A.1 (CR)

Pos.[°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft[°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	TipWidth	Matched by
37,255430	938 (31)	0,224041	2,41157	8,36	0,2688	01-073-0476
37,351400	466 (16)	0,224041	2,41157	4,16	0,2688	
43,285800	986 (33)	0,224041	2,08855	8,79	0,2688	01-073-0476
43,398780	490 (16)	0,224041	2,08855	4,37	0,2688	
44,602290	11213 (266)	0,245854	2,02991	100,00	0,2950	01-087-0721
44,719070	5574 (138)	0,245854	2,02991	49,71	0,2950	
62,873890	527 (18)	0,224041	1,47691	4,70	0,2688	01-073-0476
63,047990	262 (9)	0,224041	1,47691	2,33	0,2688	
64,908600	1528 (50)	0,245854	1,43545	13,63	0,2950	01-087-0721
65,089720	760 (25)	0,245854	1,43545	6,77	0,2950	
75,406080	286 (10)	0,224041	1,25955	2,55	0,2688	01-073-0476
75,626300	142 (5)	0,224041	1,25955	1,27	0,2688	
79,398720	157 (5)	0,224041	1,20593	1,40	0,2688	01-073-0476
79,635260	78 (3)	0,224041	1,20593	0,70	0,2688	
82,175160	2727 (85)	0,245854	1,17207	24,32	0,2950	01-087-0721
82,423630	1358 (45)	0,245854	1,17207	12,11	0,2950	

A.2 (V[®] 8 sem adição de carbetos)

Pos.[°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft[°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	TipWidth	Matched by
37,449980	95 (10)	1,246330	2,39949	4,78	1,4956	01-073-0476
37,546620	47 (5)	1,246330	2,39948	2,38	1,4956	
43,523340	92 (9)	1,246330	2,07770	4,59	1,4956	01-087-0721;01..
43,637140	46 (4)	1,246330	2,07769	2,28	1,4956	
44,536680	1997 (166)	1,170925	2,03275	100,00	1,4051	01-087-0721;01..
44,653410	993 (83)	1,170925	2,03274	49,71	1,4051	
63,266020	49 (5)	1,246330	1,46870	2,45	1,4956	01-073-0476
63,441630	24 (2)	1,246330	1,46870	1,22	1,4956	
64,833200	272 (26)	1,170925	1,43693	13,63	1,4051	01-087-0721
65,014230	135 (13)	1,170925	1,43693	6,78	1,4051	
75,914980	28 (3)	1,246330	1,25236	1,42	1,4956	01-073-0476
76,137410	14 (1)	1,246330	1,25236	0,71	1,4956	
79,949000	14 (1)	1,246330	1,19901	0,72	1,4956	01-073-0476
80,188070	7 (1)	1,246330	1,19901	0,36	1,4956	
82,089530	486 (45)	1,170925	1,17308	24,32	1,4051	01-087-0721
82,337830	242 (22)	1,170925	1,17307	12,11	1,4051	

A.3 (V[®] 8 com adição de 3% Mo₂C)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	TipWidth	Matched by
37,285870	169 (12)	0,536039	2,40967	8,80	0,6432	01-073-0476
37,381990	84 (6)	0,536039	2,40967	4,38	0,6432	
43,326130	178 (12)	0,536039	2,08670	9,25	0,6432	01-073-0476
43,439290	88 (6)	0,536039	2,08669	4,60	0,6432	
44,551890	1920 (158)	1,074412	2,03209	100,00	1,2893	01-087-0721
44,668600	955 (79)	1,074412	2,03209	49,71	1,2893	
62,949730	95 (6)	0,536039	1,47532	4,94	0,6432	01-073-0476
63,124180	47 (3)	0,536039	1,47532	2,45	0,6432	
64,844400	262 (24)	1,074412	1,43671	13,63	1,2893	01-087-0721
65,025410	130 (12)	1,074412	1,43671	6,78	1,2893	
75,508710	51 (3)	0,536039	1,25809	2,68	0,6432	01-073-0476
75,729440	26 (2)	0,536039	1,25809	1,33	0,6432	
79,510830	28 (2)	0,536039	1,20451	1,47	0,6432	01-073-0476
79,747960	14 (1)	0,536039	1,20451	0,73	0,6432	
82,096560	467 (42)	1,074412	1,17299	24,32	1,2893	01-087-0721
82,344800	233 (21)	1,074412	1,17299	12,11	1,2893	

A.4 (V[®] 8 com adição de 3% VC)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	TipWidth	Matched by
37,403350	417 (22)	0,365841	2,40237	19,55	0,4390	01-073-0476
37,499910	208 (11)	0,365841	2,40236	9,72	0,4390	
43,472030	437 (22)	0,365841	2,08003	20,48	0,4390	01-073-0476
43,585730	217 (11)	0,365841	2,08002	10,18	0,4390	
44,585990	2136 (198)	1,528113	2,03061	100,00	1,8337	01-087-0721
44,702920	1062 (98)	1,528113	2,03061	49,71	1,8337	
63,197820	233 (12)	0,365841	1,47012	10,91	0,4390	01-073-0476
63,373270	116 (6)	0,365841	1,47012	5,42	0,4390	
64,920800	291 (31)	1,528113	1,43521	13,62	1,8337	01-087-0721
65,102200	145 (15)	1,528113	1,43520	6,77	1,8337	
75,834010	127 (7)	0,365841	1,25350	5,93	0,4390	01-073-0476
76,056200	63 (3)	0,365841	1,25349	2,95	0,4390	
79,863490	70 (4)	0,365841	1,20008	3,26	0,4390	01-073-0476
80,102290	35 (2)	0,365841	1,20007	1,62	0,4390	
82,217160	519 (54)	1,528113	1,17158	24,31	1,8337	01-087-0721
82,466120	259 (27)	1,528113	1,17158	12,10	1,8337	

ANEXO B – RESULTADO DA DIFRAÇÃO A LASER – 1º FASE DA MAE

B.1 (V[®]) 8 sem adição de carbetos - 4 horas

V8 S_C 4h

11/26/2019 15:14
DB Rec: 3579

Bluewave
S5822

Summary

Data	Value
MV(um):	477,1
MN(um):	9,85
MA(um):	115,4
CS:	5,20E-02
SD:	354,7
Mz:	453,6
σ:	320,3
Sk:	0,00931
Kg:	0,823

Size %

Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
10,00			58,36
20,00			134,7
30,00			342,8
40,00			412,0
50,00			465,8
60,00			538,7
70,00			642,2
80,00			753,1
90,00			883,9
95,00			971,0

Peak Summary

Dia(um)	Vol%	Width
725,1	44,8	366,30
396,4	36,0	237,30
66,54	15,1	59,47
10,12	4,1	4,83

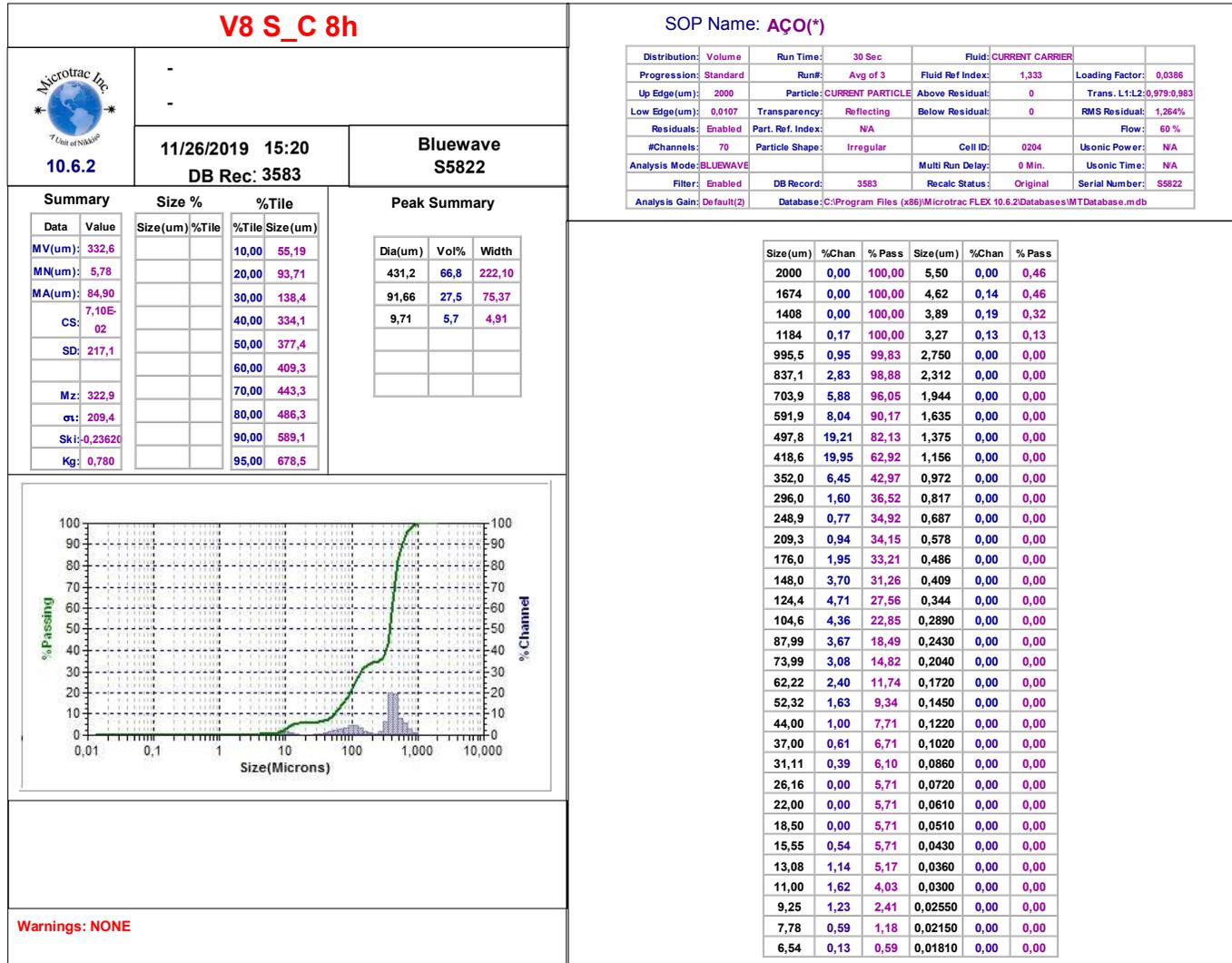
Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

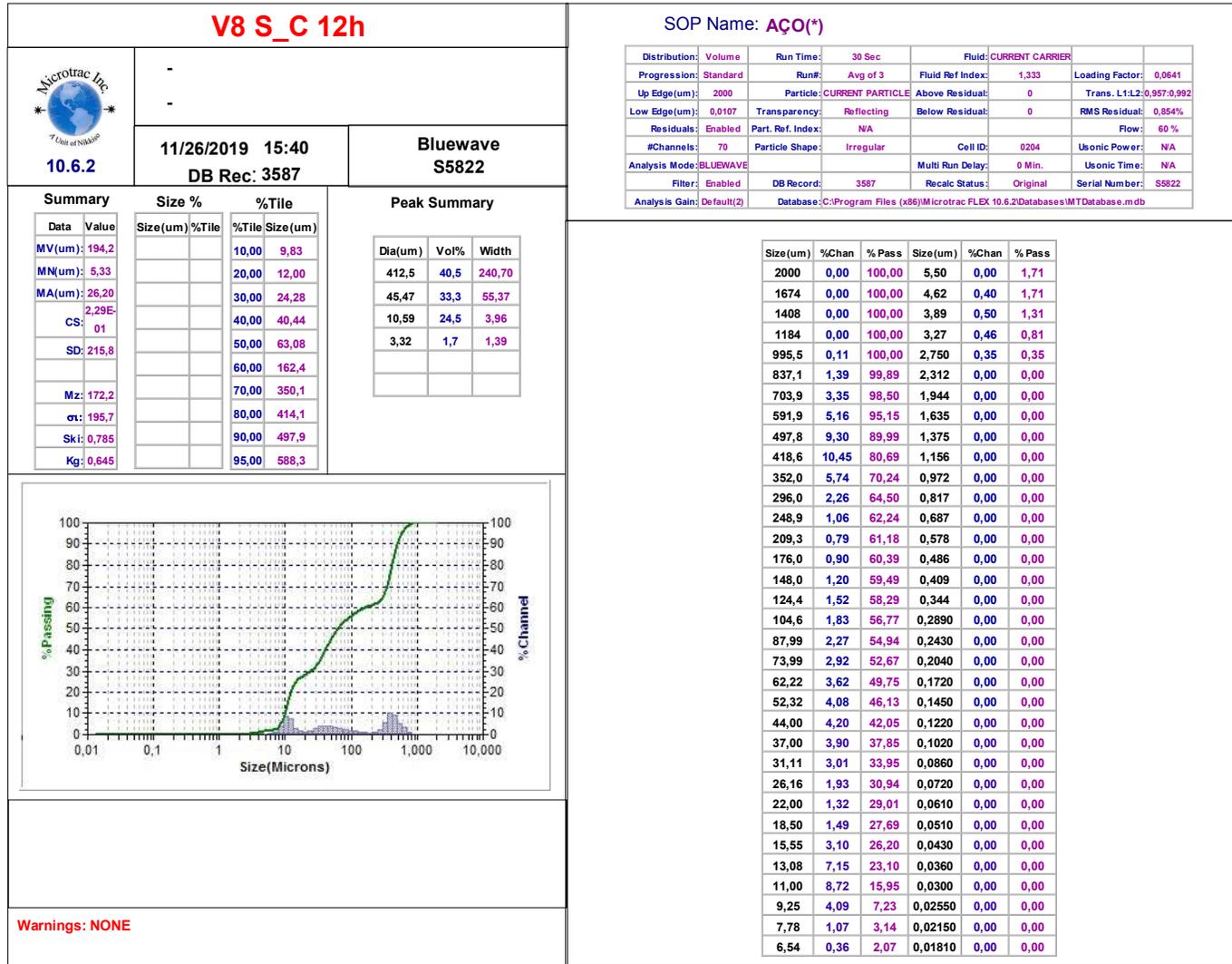
Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,0477
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:	0,977:0,995
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	0,940%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	60 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	N/A
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	3579	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5822
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,75	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	3,16	99,25	3,27	0,00	0,00
995,5	9,44	96,09	2,750	0,00	0,00
837,1	10,91	86,65	2,312	0,00	0,00
703,9	10,60	75,74	1,944	0,00	0,00
591,9	9,93	65,14	1,635	0,00	0,00
497,8	14,01	55,21	1,375	0,00	0,00
418,6	10,53	41,20	1,156	0,00	0,00
352,0	2,61	30,67	0,972	0,00	0,00
296,0	1,94	28,06	0,817	0,00	0,00
248,9	1,97	26,12	0,687	0,00	0,00
209,3	1,72	24,15	0,578	0,00	0,00
176,0	1,56	22,43	0,486	0,00	0,00
148,0	1,64	20,87	0,409	0,00	0,00
124,4	1,82	19,23	0,344	0,00	0,00
104,6	2,04	17,41	0,2890	0,00	0,00
87,99	2,26	15,37	0,2430	0,00	0,00
73,99	2,31	13,11	0,2040	0,00	0,00
62,22	2,04	10,80	0,1720	0,00	0,00
52,32	1,55	8,76	0,1450	0,00	0,00
44,00	1,07	7,21	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,74	6,14	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,52	5,40	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,38	4,88	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,12	4,50	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,25	4,38	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,55	4,13	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,94	3,58	0,0360	0,00	0,00
11,00	1,18	2,64	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,89	1,46	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,46	0,57	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,11	0,11	0,01810	0,00	0,00

B.2 (V[®]) 8 sem adição de carbetos - 8 horas



B.3 (V[®]) 8 sem adição de carbetos - 12 horas



B.4 (V[®] 8 + 3% de VC - 4 horas)

V8 C_VC 4h

11/26/2019 15:51
DB Rec: 3591

**Bluewave
S5822**

Summary		Size %		%Tile	
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
MV(um):	411,3			10,00	52,70
MN(um):	4,17			20,00	110,5
MA(um):	81,45			30,00	269,9
CS:	7,40E-02			40,00	356,6
SD:	303,9			50,00	396,9
				60,00	440,9
Mz:	392,4			70,00	505,3
σ:	291,2			80,00	630,5
Ski:	0,0726			90,00	808,3
Kg:	0,933			95,00	933,5

Peak Summary		
Dia(um)	Vol%	Width
456,9	73,9	424,60
84,13	20,8	85,36
9,07	5,3	7,85

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,0518
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:	0,962:0,987
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	0,987%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	60 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	N/A
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	3591	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5822
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\IMTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,11	1,02
1674	0,22	100,00	4,62	0,23	0,91
1408	0,76	99,78	3,89	0,23	0,68
1184	2,27	99,02	3,27	0,28	0,45
995,5	5,45	96,75	2,750	0,17	0,17
837,1	6,71	91,30	2,312	0,00	0,00
703,9	7,26	84,59	1,944	0,00	0,00
591,9	8,16	77,33	1,635	0,00	0,00
497,8	13,83	69,17	1,375	0,00	0,00
418,6	16,39	55,34	1,156	0,00	0,00
352,0	7,15	38,95	0,972	0,00	0,00
296,0	2,85	31,80	0,817	0,00	0,00
248,9	1,66	28,95	0,687	0,00	0,00
209,3	1,27	27,29	0,578	0,00	0,00
176,0	1,58	26,02	0,486	0,00	0,00
148,0	2,42	24,44	0,409	0,00	0,00
124,4	2,95	22,02	0,344	0,00	0,00
104,6	2,78	19,07	0,2890	0,00	0,00
87,99	2,40	16,29	0,2430	0,00	0,00
73,99	2,13	13,89	0,2040	0,00	0,00
62,22	1,83	11,76	0,1720	0,00	0,00
52,32	1,45	9,93	0,1450	0,00	0,00
44,00	1,05	8,48	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,75	7,43	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,54	6,68	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,39	6,14	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,24	5,75	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,26	5,51	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,53	5,25	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,87	4,72	0,0360	0,00	0,00
11,00	1,11	3,85	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,91	2,74	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,55	1,83	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,26	1,28	0,01810	0,00	0,00

Warnings: NONE

B.5 (V[®] 8 + 3% de VC - 8 horas)

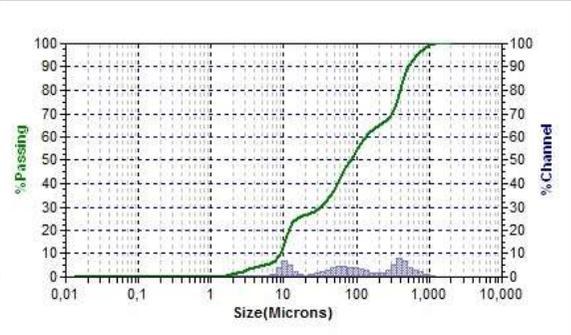
V8 C_VC 8h



11/26/2019 15:58
DB Rec: 3595

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um):	198,3			10,00	8,95	414,5	36,5	344,00
MN(um):	2,410			20,00	11,65	65,91	38,2	79,22
MA(um):	20,92			30,00	32,40	10,15	21,3	4,45
CS:	2,87E-01			40,00	55,53			
SD:	212,7			50,00	82,18	2,555	4,0	1,67
				60,00	133,3			
Mz:	176,2			70,00	304,4			
α:	207,8			80,00	398,8			
Sk1:	0,717			90,00	516,5			
Kg:	0,804			95,00	675,2			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A	Flow:	60 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204
Analysis Mode:	BLUEWAVE	Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Power:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	3595	Recalc Status:	Original
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb		

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,44	5,09
1674	0,00	100,00	4,62	0,64	4,65
1408	0,23	100,00	3,89	0,83	4,01
1184	0,45	99,77	3,27	0,85	3,18
995,5	1,42	99,32	2,750	0,73	2,33
837,1	2,28	97,90	2,312	0,60	1,60
703,9	2,79	95,62	1,944	0,49	1,00
591,9	3,83	92,83	1,635	0,39	0,51
497,8	6,77	89,00	1,375	0,12	0,12
418,6	7,76	82,23	1,156	0,00	0,00
352,0	5,12	74,47	0,972	0,00	0,00
296,0	2,61	69,35	0,817	0,00	0,00
248,9	1,64	66,74	0,687	0,00	0,00
209,3	1,55	65,10	0,578	0,00	0,00
176,0	1,99	63,55	0,486	0,00	0,00
148,0	2,72	61,56	0,409	0,00	0,00
124,4	3,39	58,84	0,344	0,00	0,00
104,6	3,83	55,45	0,2890	0,00	0,00
87,99	4,19	51,62	0,2430	0,00	0,00
73,99	4,49	47,43	0,2040	0,00	0,00
62,22	4,41	42,94	0,1720	0,00	0,00
52,32	3,80	38,53	0,1450	0,00	0,00
44,00	2,98	34,73	0,1220	0,00	0,00
37,00	2,20	31,75	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,51	29,55	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,98	28,04	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,76	27,06	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,97	26,30	0,0510	0,00	0,00
15,55	2,16	25,33	0,0430	0,00	0,00
13,08	5,18	23,17	0,0360	0,00	0,00
11,00	6,97	17,99	0,0300	0,00	0,00
9,25	4,01	11,02	0,02550	0,00	0,00
7,78	1,36	7,01	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,56	5,65	0,01810	0,00	0,00

B.6 (V[®] 8 + 3% de VC - 12 horas)

V8 C_VC 12h

11/26/2019 16:12
DB Rec: 3599

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	181,9			10,00	7,13	418,7	37,8	283,30
MN(um)	2,576			20,00	9,60	46,00	20,1	52,42
MA(um)	14,00			30,00	10,92	10,27	33,8	3,72
CS:	4,29E-01			40,00	13,41	2,926	8,3	1,84
SD:	216,8			50,00	39,64			
				60,00	89,45			
Mz:	163,7			70,00	330,4			
α:	202,6			80,00	410,1			
Sk1:	0,871			90,00	508,7			
Kg:	0,702			95,00	624,8			

Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,1069
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:	0,901:0,976
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	0,904%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	60 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	N/A
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	3599	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5822
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,59	8,89
1674	0,00	100,00	4,62	1,16	8,30
1408	0,00	100,00	3,89	1,79	7,14
1184	0,18	100,00	3,27	1,82	5,35
995,5	0,85	99,82	2,750	1,36	3,53
837,1	1,95	98,97	2,312	0,93	2,17
703,9	3,11	97,02	1,944	0,65	1,24
591,9	4,62	93,91	1,635	0,46	0,59
497,8	8,17	89,29	1,375	0,13	0,13
418,6	8,91	81,12	1,156	0,00	0,00
352,0	4,86	72,21	0,972	0,00	0,00
296,0	1,92	67,35	0,817	0,00	0,00
248,9	0,90	65,43	0,687	0,00	0,00
209,3	0,66	64,53	0,578	0,00	0,00
176,0	0,71	63,87	0,486	0,00	0,00
148,0	0,89	63,16	0,409	0,00	0,00
124,4	1,10	62,27	0,344	0,00	0,00
104,6	1,30	61,17	0,2890	0,00	0,00
87,99	1,58	59,87	0,2430	0,00	0,00
73,99	1,94	58,29	0,2040	0,00	0,00
62,22	2,30	56,35	0,1720	0,00	0,00
52,32	2,50	54,05	0,1450	0,00	0,00
44,00	2,56	51,55	0,1220	0,00	0,00
37,00	2,36	48,99	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,76	46,63	0,0860	0,00	0,00
26,16	1,06	44,87	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,72	43,81	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,95	43,09	0,0510	0,00	0,00
15,55	2,76	42,14	0,0430	0,00	0,00
13,08	8,85	39,38	0,0360	0,00	0,00
11,00	13,04	30,53	0,0300	0,00	0,00
9,25	6,37	17,49	0,02550	0,00	0,00
7,78	1,62	11,12	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,61	9,50	0,01810	0,00	0,00

B.7 (V[®] 8 + 3% de Mo₂C - 4 horas)

V8 C_Mo2C 4h

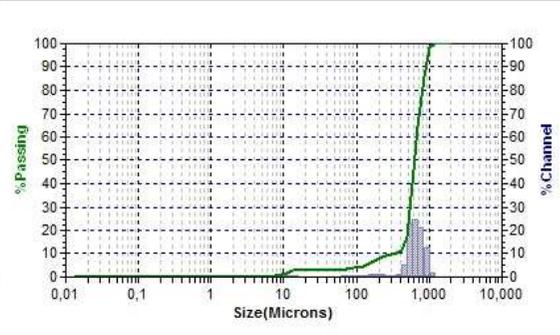


10.6.2

11/26/2019 14:01
DB Rec: 3567

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um):	620,9			10,00	303,2	655,5	90,8	303,90
MN(um):	9,21			20,00	513,2	161,8	6,2	119,70
MA(um):	203,1			30,00	554,3	10,05	3,0	4,74
CS:	2,95E-02			40,00	592,1			
SD:	166,2			50,00	634,6			
				60,00	681,1			
Mz:	649,0			70,00	732,6			
cs:	204,7			80,00	793,4			
Ski:	0,06246			90,00	873,7			
Kg:	1,451			95,00	933,8			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER	
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:
Filter:	Enabled	DB Record:	3567	Recalc Status:	Original	Serial Number:
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\IMTDatabase.mdb			

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	1,61	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	12,45	98,39	2,750	0,00	0,00
837,1	21,35	85,94	2,312	0,00	0,00
703,9	24,65	64,59	1,944	0,00	0,00
591,9	23,04	39,94	1,635	0,00	0,00
497,8	5,30	16,90	1,375	0,00	0,00
418,6	1,11	11,60	1,156	0,00	0,00
352,0	0,57	10,49	0,972	0,00	0,00
296,0	0,70	9,92	0,817	0,00	0,00
248,9	1,12	9,22	0,687	0,00	0,00
209,3	1,39	8,10	0,578	0,00	0,00
176,0	1,15	6,71	0,486	0,00	0,00
148,0	0,76	5,56	0,409	0,00	0,00
124,4	0,52	4,80	0,344	0,00	0,00
104,6	0,43	4,28	0,2890	0,00	0,00
87,99	0,39	3,85	0,2430	0,00	0,00
73,99	0,36	3,46	0,2040	0,00	0,00
62,22	0,11	3,10	0,1720	0,00	0,00
52,32	0,00	2,99	0,1450	0,00	0,00
44,00	0,00	2,99	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,00	2,99	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,00	2,99	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,00	2,99	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,00	2,99	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,00	2,99	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,38	2,99	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,67	2,61	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,85	1,94	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,69	1,09	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,40	0,40	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00

B.8 (V[®] 8 + 3% de Mo₂C - 8 horas)

V8 C_Mo2C 8h

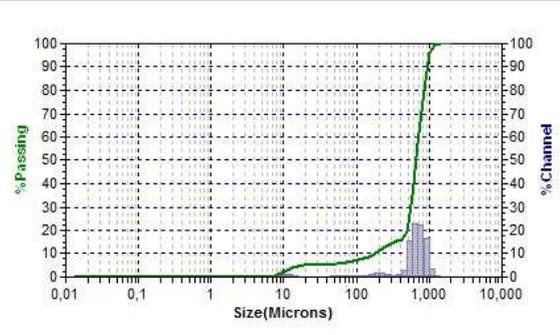


10.6.2

11/26/2019 14:10
DB Rec: 3571

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um):	629,8			10,00	178,8	703,6	85,5	329,10
MN(um):	9,06			20,00	503,4	170,9	9,6	168,20
MA(um):	142,9			30,00	567,7	10,08	4,9	4,86
CS:	4,20E-02			40,00	618,7			
SD:	230,0			50,00	667,6			
				60,00	718,4			
Mz:	647,7			70,00	774,1			
cs:	257,3			80,00	838,4			
Ski:	0,23497			90,00	918,7			
Kg:	1,449			95,00	977,3			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A	Flow:	60 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204
Analysis Mode:	BLUEWAVE	Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Power:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	3571	Recalc Status:	Original
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb		

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,37	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	3,35	99,63	3,27	0,00	0,00
995,5	16,46	96,28	2,750	0,00	0,00
837,1	22,55	79,82	2,312	0,00	0,00
703,9	22,62	57,27	1,944	0,00	0,00
591,9	15,34	34,65	1,635	0,00	0,00
497,8	3,13	19,31	1,375	0,00	0,00
418,6	0,98	16,18	1,156	0,00	0,00
352,0	0,76	15,20	0,972	0,00	0,00
296,0	1,25	14,44	0,817	0,00	0,00
248,9	1,72	13,19	0,687	0,00	0,00
209,3	1,60	11,47	0,578	0,00	0,00
176,0	1,12	9,87	0,486	0,00	0,00
148,0	0,75	8,75	0,409	0,00	0,00
124,4	0,58	8,00	0,344	0,00	0,00
104,6	0,51	7,42	0,2890	0,00	0,00
87,99	0,49	6,91	0,2430	0,00	0,00
73,99	0,47	6,42	0,2040	0,00	0,00
62,22	0,44	5,95	0,1720	0,00	0,00
52,32	0,39	5,51	0,1450	0,00	0,00
44,00	0,14	5,12	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,12	4,98	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,00	4,86	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,00	4,86	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,00	4,86	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,12	4,86	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,55	4,74	0,0430	0,00	0,00
13,08	1,05	4,19	0,0360	0,00	0,00
11,00	1,40	3,14	0,0300	0,00	0,00
9,25	1,07	1,74	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,55	0,67	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,12	0,12	0,01810	0,00	0,00

B.9 (V[®] 8 + 3% de Mo₂C - 12 horas)

V8 C_Mo2C 12h

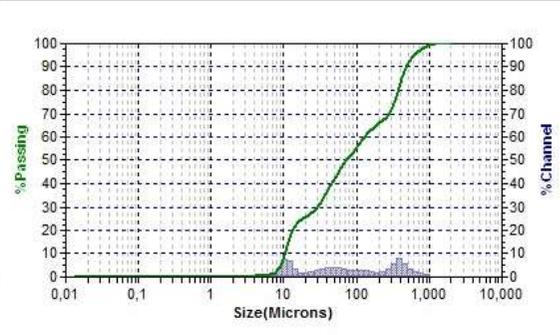


10.6.2

11/26/2019 14:17
DB Rec: 3575

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	184,9			10,00	10,26	391,5	35,8	311,30
MN(um)	7,46			20,00	13,06	53,79	40,9	83,87
MA(um)	29,79			30,00	28,72	10,62	23,3	4,27
CS:	2,01E-01			40,00	45,60			
SD:	198,5			50,00	72,99			
				60,00	129,3			
Mz:	164,4			70,00	278,0			
α:	191,2			80,00	374,1			
Sk:	0,740			90,00	481,2			
Kg:	0,795			95,00	616,0			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER	
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:
Filter:	Enabled	DB Record:	3575	Recalc Status:	Original	Serial Number:
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\IMTDatabase.mdb			

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,70
1674	0,11	100,00	4,62	0,22	0,70
1408	0,15	99,89	3,89	0,25	0,48
1184	0,28	99,74	3,27	0,23	0,23
995,5	0,96	99,46	2,750	0,00	0,00
837,1	1,70	98,50	2,312	0,00	0,00
703,9	2,42	96,80	1,944	0,00	0,00
591,9	3,41	94,38	1,635	0,00	0,00
497,8	5,91	90,97	1,375	0,00	0,00
418,6	7,75	85,06	1,156	0,00	0,00
352,0	5,88	77,31	0,972	0,00	0,00
296,0	3,33	71,43	0,817	0,00	0,00
248,9	2,09	68,10	0,687	0,00	0,00
209,3	1,84	66,01	0,578	0,00	0,00
176,0	2,15	64,17	0,486	0,00	0,00
148,0	2,65	62,02	0,409	0,00	0,00
124,4	2,97	59,37	0,344	0,00	0,00
104,6	3,03	56,40	0,2890	0,00	0,00
87,99	3,11	53,37	0,2430	0,00	0,00
73,99	3,38	50,26	0,2040	0,00	0,00
62,22	3,74	46,88	0,1720	0,00	0,00
52,32	3,97	43,14	0,1450	0,00	0,00
44,00	3,99	39,17	0,1220	0,00	0,00
37,00	3,70	35,18	0,1020	0,00	0,00
31,11	2,96	31,48	0,0860	0,00	0,00
26,16	2,02	28,52	0,0720	0,00	0,00
22,00	1,48	26,50	0,0610	0,00	0,00
18,50	1,69	25,02	0,0510	0,00	0,00
15,55	3,27	23,33	0,0430	0,00	0,00
13,08	6,77	20,06	0,0360	0,00	0,00
11,00	7,66	13,29	0,0300	0,00	0,00
9,25	3,67	5,63	0,02550	0,00	0,00
7,78	1,02	1,96	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,24	0,94	0,01810	0,00	0,00

ANEXO C – RESULTADO DA DIFRAÇÃO A LASER – 2º FASE DA MAE

C.1 (V[®] 8 + 3% de VC)- Amostra 1

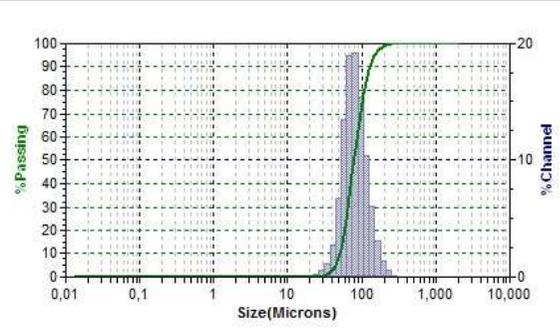
Am 27



09/03/2020 10:34
DB Rec: 4040

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um):	85,00			10,00	51,02	78,17	100,0	57,66
MN(um):	56,74			20,00	59,05			
MA(um):	74,27			30,00	65,50			
CS:	8,10E-02			40,00	71,64			
SD:	28,83			50,00	78,17			
				60,00	85,58			
Mz:	82,71			70,00	94,70			
σ:	30,18			80,00	107,1			
Ski:	0,2960			90,00	127,9			
Kg:	1,126			95,00	148,7			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A	Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204
Analysis Mode:	BLUEWAVE	Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Power:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	4040	Recalc Status:	Original
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb		

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,11	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,59	99,89	0,687	0,00	0,00
209,3	1,36	99,30	0,578	0,00	0,00
176,0	3,05	97,94	0,486	0,00	0,00
148,0	6,10	94,89	0,409	0,00	0,00
124,4	10,45	88,79	0,344	0,00	0,00
104,6	15,39	78,34	0,2890	0,00	0,00
87,99	19,21	62,95	0,2430	0,00	0,00
73,99	19,00	43,74	0,2040	0,00	0,00
62,22	13,44	24,74	0,1720	0,00	0,00
52,32	6,70	11,30	0,1450	0,00	0,00
44,00	2,71	4,60	0,1220	0,00	0,00
37,00	1,11	1,89	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,55	0,78	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,23	0,23	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
15,55	0,00	0,00	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,00	0,00	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,00	0,00	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,00	0,00	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00

C.2 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 2)

Am 10



09/03/2020 11:04
DB Rec: 4048

Bluewave
S5822

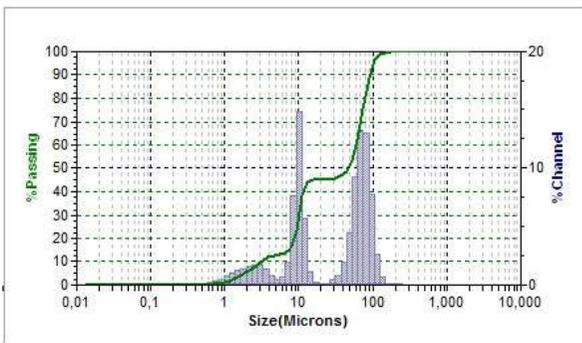
Summary		Size %		%Tile	
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
MV(um):	43,75			10,00	3,12
MN(um):	1,125			20,00	8,77
MA(um):	8,86			30,00	10,01
CS:	6,77E-01			40,00	11,44
SD:	37,29			50,00	47,39
				60,00	60,03
Mz:	45,93			70,00	69,07
cs:	33,60			80,00	78,30
Ski:	0,00933			90,00	90,33
Kg:	0,631			95,00	100,5

Peak Summary		
Dia(um)	Vol%	Width
71,23	55,2	39,06
9,87	32,3	3,04
2,133	12,5	2,11

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,0487
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:	0,991:0,995
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	2,804%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	N/A
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	4048	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5822
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,43	12,96
1674	0,00	100,00	4,62	0,79	12,53
1408	0,00	100,00	3,89	1,32	11,74
1184	0,00	100,00	3,27	1,70	10,42
995,5	0,00	100,00	2,750	1,70	8,72
837,1	0,00	100,00	2,312	1,58	7,02
703,9	0,00	100,00	1,944	1,42	5,44
591,9	0,00	100,00	1,635	1,22	4,02
497,8	0,00	100,00	1,375	0,99	2,80
418,6	0,00	100,00	1,156	0,76	1,81
352,0	0,00	100,00	0,972	0,46	1,05
296,0	0,00	100,00	0,817	0,30	0,59
248,9	0,11	100,00	0,687	0,18	0,29
209,3	0,13	99,89	0,578	0,11	0,11
176,0	0,16	99,76	0,486	0,00	0,00
148,0	0,71	99,60	0,409	0,00	0,00
124,4	2,59	98,89	0,344	0,00	0,00
104,6	7,80	96,30	0,2890	0,00	0,00
87,99	13,01	88,50	0,2430	0,00	0,00
73,99	13,20	75,49	0,2040	0,00	0,00
62,22	9,28	62,29	0,1720	0,00	0,00
52,32	4,51	53,01	0,1450	0,00	0,00
44,00	1,89	48,50	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,79	46,61	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,40	45,82	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,14	45,42	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,13	45,28	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,27	45,15	0,0510	0,00	0,00
15,55	1,16	44,88	0,0430	0,00	0,00
13,08	5,71	43,72	0,0360	0,00	0,00
11,00	14,81	38,01	0,0300	0,00	0,00
9,25	7,70	23,20	0,02550	0,00	0,00
7,78	1,90	15,50	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,64	13,60	0,01810	0,00	0,00



Warnings: NONE

C.3 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 3)

Am 30

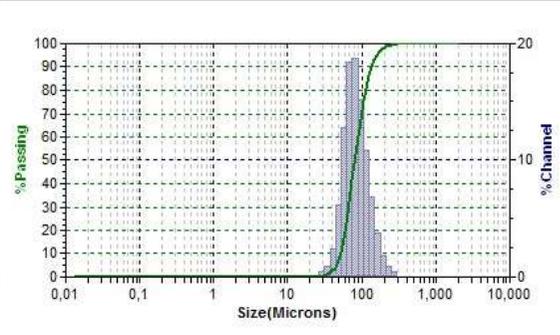


10.6.2

09/03/2020 10:45
DB Rec: 4044

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	88,36			10,00	52,14	79,94	100,0	62,26
MN(um)	58,47			20,00	60,15			
MA(um)	76,41			30,00	66,69			
CS:	7,90E-02			40,00	73,05			
SD:	31,13			50,00	79,94			
				60,00	87,86			
Mz:	85,56			70,00	97,94			
σ:	32,81			80,00	111,9			
Sk:	0,336			90,00	135,5			
Kg:	1,148			95,00	159,6			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER	
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:
Filter:	Enabled	DB Record:	4044	Recalc Status:	Original	Serial Number:
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb			

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,42	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,87	99,58	0,687	0,00	0,00
209,3	1,86	98,71	0,578	0,00	0,00
176,0	3,80	96,85	0,486	0,00	0,00
148,0	6,87	93,05	0,409	0,00	0,00
124,4	10,83	86,18	0,344	0,00	0,00
104,6	15,20	75,35	0,2890	0,00	0,00
87,99	18,70	60,15	0,2430	0,00	0,00
73,99	18,44	41,45	0,2040	0,00	0,00
62,22	12,84	23,01	0,1720	0,00	0,00
52,32	6,19	10,17	0,1450	0,00	0,00
44,00	2,42	3,98	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,97	1,56	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,48	0,59	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,11	0,11	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
15,55	0,00	0,00	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,00	0,00	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,00	0,00	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,00	0,00	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00

C.4 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 4)

Am 26

09/03/2020 11:51
DB Rec: 4064

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um):	54,15			10,00	9,85	73,17	67,0	54,60
MN(um):	5,40			20,00	10,97	10,55	33,0	3,02
MA(um):	22,69			30,00	12,90			
CS:	2,64E-01			40,00	39,48			
SD:	41,09			50,00	57,45			
				60,00	67,41			
Mz:	53,54			70,00	76,40			
cs:	37,35			80,00	87,03			
Ski:	0,00615			90,00	104,3			
Kg:	0,653			95,00	120,1			

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER	
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:
Filter:	Enabled	DB Record:	4064	Recalc Status:	Original	Serial Number:
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb			

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,71
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,71
1408	0,00	100,00	3,89	0,15	0,71
1184	0,00	100,00	3,27	0,18	0,56
995,5	0,00	100,00	2,750	0,15	0,38
837,1	0,00	100,00	2,312	0,13	0,23
703,9	0,00	100,00	1,944	0,10	0,10
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,00	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,00	100,00	0,687	0,00	0,00
209,3	0,30	100,00	0,578	0,00	0,00
176,0	0,98	99,70	0,486	0,00	0,00
148,0	2,79	98,72	0,409	0,00	0,00
124,4	5,78	95,93	0,344	0,00	0,00
104,6	9,36	90,15	0,2890	0,00	0,00
87,99	13,37	80,79	0,2430	0,00	0,00
73,99	13,09	67,42	0,2040	0,00	0,00
62,22	8,14	54,33	0,1720	0,00	0,00
52,32	4,37	46,19	0,1450	0,00	0,00
44,00	2,75	41,82	0,1220	0,00	0,00
37,00	2,17	39,07	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,68	36,90	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,97	35,22	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,56	34,25	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,69	33,69	0,0510	0,00	0,00
15,55	2,40	33,00	0,0430	0,00	0,00
13,08	10,31	30,60	0,0360	0,00	0,00
11,00	15,12	20,29	0,0300	0,00	0,00
9,25	4,01	5,17	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,45	1,16	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,71	0,01810	0,00	0,00

Warnings: NONE

C.5 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 5)

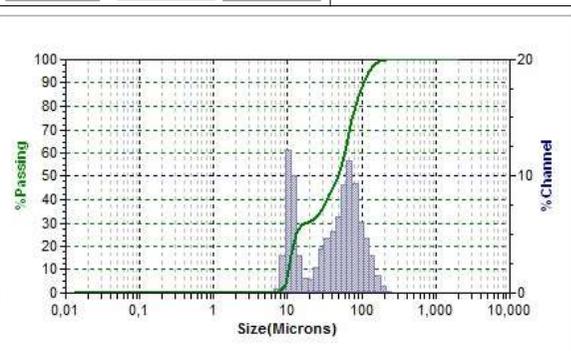
Am 25



09/03/2020 11:35
DB Rec: 4060

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um):	51,92			10,00	10,20	63,61	71,0	65,60
MN(um):	10,07			20,00	11,70	10,82	29,0	3,23
MA(um):	24,59			30,00	17,67			
CS:	2,44E-01			40,00	34,39			
SD:	38,69			50,00	47,56			
				60,00	59,01			
Mz:	49,00			70,00	69,12			
σ:	37,12			80,00	81,44			
Ski:	0,2033			90,00	105,0			
Kg:	0,778			95,00	126,8			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER	
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:
Filter:	Enabled	DB Record:	4060	Recalc Status:	Original	Serial Number:
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb			

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,11
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,11
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,11
1184	0,00	100,00	3,27	0,11	0,11
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,00	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,17	100,00	0,687	0,00	0,00
209,3	0,52	99,83	0,578	0,00	0,00
176,0	1,51	99,31	0,486	0,00	0,00
148,0	3,22	97,80	0,409	0,00	0,00
124,4	4,69	94,58	0,344	0,00	0,00
104,6	6,08	89,89	0,2890	0,00	0,00
87,99	9,34	83,81	0,2430	0,00	0,00
73,99	11,36	74,47	0,2040	0,00	0,00
62,22	9,25	63,11	0,1720	0,00	0,00
52,32	6,56	53,86	0,1450	0,00	0,00
44,00	5,22	47,30	0,1220	0,00	0,00
37,00	4,74	42,08	0,1020	0,00	0,00
31,11	3,76	37,34	0,0860	0,00	0,00
26,16	2,12	33,58	0,0720	0,00	0,00
22,00	1,19	31,46	0,0610	0,00	0,00
18,50	1,24	30,27	0,0510	0,00	0,00
15,55	3,17	29,03	0,0430	0,00	0,00
13,08	10,04	25,86	0,0360	0,00	0,00
11,00	12,25	15,82	0,0300	0,00	0,00
9,25	3,15	3,57	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,31	0,42	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,11	0,01810	0,00	0,00

C.6 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 6)

Am 17

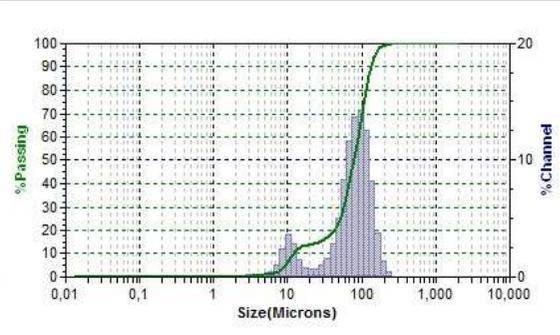


10.6.2

09/03/2020 09:52
DB Rec: 4028

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um):	78,68			10,00	11,91	84,98	87,1	70,26
MN(um):	5,71			20,00	42,69	10,00	12,9	5,26
MA(um):	36,92			30,00	57,72			
CS:	1,63E-01			40,00	68,38			
SD:	44,94			50,00	78,38			
				60,00	88,72			
Mz:	76,39			70,00	100,1			
cs:	43,91			80,00	113,7			
Ski:	0,02125			90,00	133,3			
Kg:	1,051			95,00	150,8			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER	
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:
Filter:	Enabled	DB Record:	4028	Recalc Status:	Original	Serial Number:
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb			

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,22	1,09
1674	0,00	100,00	4,62	0,24	0,87
1408	0,00	100,00	3,89	0,27	0,63
1184	0,00	100,00	3,27	0,25	0,36
995,5	0,00	100,00	2,750	0,11	0,11
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,00	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,46	100,00	0,687	0,00	0,00
209,3	1,33	99,54	0,578	0,00	0,00
176,0	3,77	98,21	0,486	0,00	0,00
148,0	8,23	94,44	0,409	0,00	0,00
124,4	12,61	86,21	0,344	0,00	0,00
104,6	14,27	73,60	0,2890	0,00	0,00
87,99	13,71	59,33	0,2430	0,00	0,00
73,99	11,60	45,62	0,2040	0,00	0,00
62,22	8,35	34,02	0,1720	0,00	0,00
52,32	5,06	25,67	0,1450	0,00	0,00
44,00	2,82	20,61	0,1220	0,00	0,00
37,00	1,64	17,79	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,04	16,15	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,73	15,11	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,64	14,38	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,81	13,74	0,0510	0,00	0,00
15,55	1,51	12,93	0,0430	0,00	0,00
13,08	2,91	11,42	0,0360	0,00	0,00
11,00	3,63	8,51	0,0300	0,00	0,00
9,25	2,35	4,88	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,99	2,53	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,45	1,54	0,01810	0,00	0,00

C.7 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 7)

Am 12

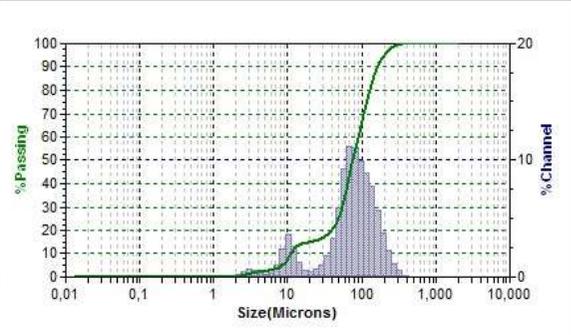


10.6.2

09/03/2020 09:37
DB Rec: 4020

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um):	86,12			10,00	10,89	84,45	85,9	95,67
MN(um):	3,03			20,00	40,01	9,98	11,9	4,68
MA(um):	30,55			30,00	54,61	2,866	2,2	1,39
CS:	1,96E-01			40,00	65,01			
SD:	56,61			50,00	75,72			
				60,00	88,58			
Mz:	80,86			70,00	105,5			
σ:	57,30			80,00	128,3			
Ski:	0,2161			90,00	164,2			
Kg:	1,161			95,00	199,7			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER	
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:
Filter:	Enabled	DB Record:	4020	Recalc Status:	Original	Serial Number:
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb			

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,27	2,80
1674	0,00	100,00	4,62	0,37	2,53
1408	0,00	100,00	3,89	0,59	2,16
1184	0,00	100,00	3,27	0,63	1,57
995,5	0,00	100,00	2,750	0,43	0,94
837,1	0,00	100,00	2,312	0,27	0,51
703,9	0,00	100,00	1,944	0,13	0,24
591,9	0,00	100,00	1,635	0,11	0,11
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,16	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,53	99,84	0,972	0,00	0,00
296,0	1,20	99,31	0,817	0,00	0,00
248,9	2,26	98,11	0,687	0,00	0,00
209,3	3,77	95,85	0,578	0,00	0,00
176,0	5,77	92,08	0,486	0,00	0,00
148,0	7,78	86,31	0,409	0,00	0,00
124,4	8,97	78,53	0,344	0,00	0,00
104,6	9,95	69,56	0,2890	0,00	0,00
87,99	11,11	59,61	0,2430	0,00	0,00
73,99	11,24	48,50	0,2040	0,00	0,00
62,22	9,27	37,26	0,1720	0,00	0,00
52,32	5,94	27,99	0,1450	0,00	0,00
44,00	3,30	22,05	0,1220	0,00	0,00
37,00	1,82	18,75	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,05	16,93	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,65	15,88	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,51	15,23	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,61	14,72	0,0510	0,00	0,00
15,55	1,22	14,11	0,0430	0,00	0,00
13,08	2,67	12,89	0,0360	0,00	0,00
11,00	3,66	10,22	0,0300	0,00	0,00
9,25	2,41	6,56	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,99	4,15	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,36	3,16	0,01810	0,00	0,00

C.8 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 8)

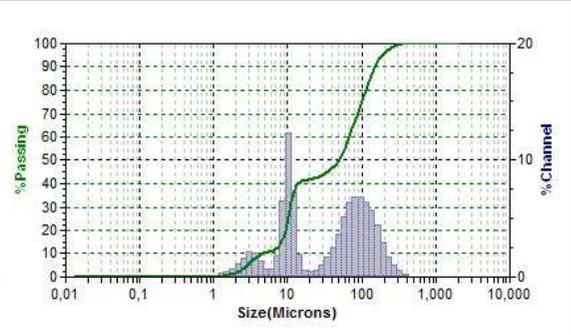
Am 08



09/03/2020 09:22
DB Rec: 4012

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	64,18			10,00	4,60	89,21	58,8	106,20
MN(um)	2,219			20,00	9,30	10,07	31,2	3,62
MA(um)	12,58			30,00	10,69			
CS	4,77E-01			40,00	13,62			
SD	59,15			50,00	48,71			
				60,00	68,11			
Mz	61,38			70,00	87,88			
α	58,02			80,00	113,6			
Sk1	0,416			90,00	152,9			
Kg	0,858			95,00	190,6			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A	Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204
Analysis Mode:	BLUEWAVE	Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Power:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	4012	Recalc Status:	Original
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb		

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,66	10,69
1674	0,00	100,00	4,62	1,32	10,03
1408	0,00	100,00	3,89	2,11	8,71
1184	0,00	100,00	3,27	2,18	6,60
995,5	0,00	100,00	2,750	1,62	4,42
837,1	0,00	100,00	2,312	1,11	2,80
703,9	0,00	100,00	1,944	0,70	1,69
591,9	0,00	100,00	1,635	0,50	0,99
497,8	0,00	100,00	1,375	0,35	0,49
418,6	0,28	100,00	1,156	0,14	0,14
352,0	0,57	99,72	0,972	0,00	0,00
296,0	1,00	99,15	0,817	0,00	0,00
248,9	1,74	98,15	0,687	0,00	0,00
209,3	2,92	96,41	0,578	0,00	0,00
176,0	4,43	93,49	0,486	0,00	0,00
148,0	5,74	89,06	0,409	0,00	0,00
124,4	6,43	83,32	0,344	0,00	0,00
104,6	6,84	76,89	0,2890	0,00	0,00
87,99	6,89	70,05	0,2430	0,00	0,00
73,99	6,37	63,16	0,2040	0,00	0,00
62,22	5,12	56,79	0,1720	0,00	0,00
52,32	3,67	51,67	0,1450	0,00	0,00
44,00	2,54	48,00	0,1220	0,00	0,00
37,00	1,71	45,46	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,03	43,75	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,56	42,72	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,40	42,16	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,58	41,76	0,0510	0,00	0,00
15,55	1,94	41,18	0,0430	0,00	0,00
13,08	7,28	39,24	0,0360	0,00	0,00
11,00	12,33	31,96	0,0300	0,00	0,00
9,25	6,46	19,63	0,02550	0,00	0,00
7,78	1,78	13,17	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,70	11,39	0,01810	0,00	0,00

C.9 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 9)

Am 28

09/03/2020 11:58
DB Rec: 4068

Bluewave
S5822

Summary

Data	Value
MV(um):	76,68
MN(um):	11,42
MA(um):	47,71
CS:	1,26E-01
SD:	20,02
Mz:	80,00
cs:	25,15
Ski:	0,3003
Kg:	1,724

Size %

Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
10,00		10,00	15,28
20,00		20,00	65,14
30,00		30,00	73,21
40,00		40,00	78,03
50,00		50,00	82,19
60,00		60,00	86,38
70,00		70,00	90,99
80,00		80,00	96,33
90,00		90,00	103,6
95,00		95,00	110,3

Peak Summary

Dia(um)	Vol%	Width
84,24	90,0	30,62
10,43	10,0	3,05

Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,0111
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:	0,981:0,993
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	2,761%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	N/A
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	4068	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5822
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,00	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,00	100,00	0,687	0,00	0,00
209,3	0,00	100,00	0,578	0,00	0,00
176,0	0,00	100,00	0,486	0,00	0,00
148,0	0,97	100,00	0,409	0,00	0,00
124,4	7,83	99,03	0,344	0,00	0,00
104,6	27,46	91,20	0,2890	0,00	0,00
87,99	32,51	63,74	0,2430	0,00	0,00
73,99	13,45	31,23	0,2040	0,00	0,00
62,22	3,84	17,78	0,1720	0,00	0,00
52,32	1,45	13,94	0,1450	0,00	0,00
44,00	0,88	12,49	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,74	11,61	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,59	10,87	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,25	10,28	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,00	10,03	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,00	10,03	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,73	10,03	0,0430	0,00	0,00
13,08	2,84	9,30	0,0360	0,00	0,00
11,00	4,67	6,46	0,0300	0,00	0,00
9,25	1,79	1,79	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00

C.10 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 10)

Am 11

09/03/2020 11:13
DB Rec: 4052

Bluewave
S5822

Summary

Data	Value	Size (um)	%Tile	%Tile	Size (um)
MV(um):	29,76			10,00	1,977
MN(um):	1,861			20,00	2,658
MA(um):	5,44			30,00	4,51
CS:	1,103			40,00	8,69
SD:	36,13			50,00	9,89
				60,00	11,12
Mz:	28,95			70,00	42,58
σ:	34,05			80,00	66,24
Ski:	0,818			90,00	89,51
Kg:	0,819			95,00	107,2

Peak Summary

Dia(um)	Vol%	Width
73,78	32,8	55,84
9,75	37,0	3,40
2,299	30,2	1,58

Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,0393
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:	0,981:0,995
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	4,370%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	N/A
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	4052	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5822
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,92	31,09
1674	0,00	100,00	4,62	1,49	30,17
1408	0,00	100,00	3,89	2,91	28,68
1184	0,00	100,00	3,27	4,68	25,77
995,5	0,00	100,00	2,750	5,80	21,09
837,1	0,00	100,00	2,312	5,82	15,29
703,9	0,00	100,00	1,944	4,65	9,47
591,9	0,00	100,00	1,635	2,90	4,82
497,8	0,00	100,00	1,375	1,40	1,92
418,6	0,00	100,00	1,156	0,52	0,52
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,00	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,00	100,00	0,687	0,00	0,00
209,3	0,16	100,00	0,578	0,00	0,00
176,0	0,52	99,84	0,486	0,00	0,00
148,0	1,55	99,32	0,409	0,00	0,00
124,4	3,32	97,77	0,344	0,00	0,00
104,6	4,98	94,45	0,2890	0,00	0,00
87,99	5,75	89,47	0,2430	0,00	0,00
73,99	5,71	83,72	0,2040	0,00	0,00
62,22	4,67	78,01	0,1720	0,00	0,00
52,32	2,97	73,34	0,1450	0,00	0,00
44,00	1,49	70,37	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,66	68,88	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,30	68,22	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,15	67,92	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,15	67,77	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,38	67,62	0,0510	0,00	0,00
15,55	1,52	67,24	0,0430	0,00	0,00
13,08	6,30	65,72	0,0360	0,00	0,00
11,00	15,37	59,42	0,0300	0,00	0,00
9,25	8,89	44,05	0,02550	0,00	0,00
7,78	2,87	35,16	0,02150	0,00	0,00
6,54	1,20	32,29	0,01810	0,00	0,00

C.11 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 11)

Am 09

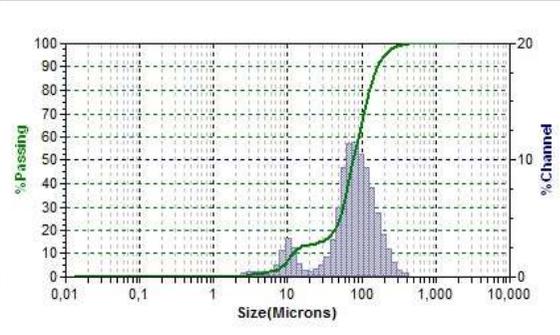


10.6.2

09/03/2020 09:30
DB Rec: 4016

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um):	87,71			10,00	11,53	84,95	87,1	94,18
MN(um):	4,21			20,00	42,88	9,55	12,9	6,71
MA(um):	34,44			30,00	56,22			
CS:	1,74E-01			40,00	66,45			
SD:	53,57			50,00	77,11			
				60,00	89,79			
Mz:	83,09			70,00	105,9			
σ:	56,23			80,00	127,9			
Ski:	0,2321			90,00	164,8			
Kg:	1,216			95,00	203,1			



Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A	Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204
Analysis Mode:	BLUEWAVE	Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Power:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	4016	Recalc Status:	Original
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb		

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,28	2,07
1674	0,00	100,00	4,62	0,40	1,79
1408	0,00	100,00	3,89	0,51	1,39
1184	0,00	100,00	3,27	0,46	0,88
995,5	0,00	100,00	2,750	0,31	0,42
837,1	0,00	100,00	2,312	0,11	0,11
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,29	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,60	99,71	0,972	0,00	0,00
296,0	1,22	99,11	0,817	0,00	0,00
248,9	2,35	97,89	0,687	0,00	0,00
209,3	3,68	95,54	0,578	0,00	0,00
176,0	5,49	91,86	0,486	0,00	0,00
148,0	7,70	86,37	0,409	0,00	0,00
124,4	9,38	78,67	0,344	0,00	0,00
104,6	10,56	69,29	0,2890	0,00	0,00
87,99	11,51	58,73	0,2430	0,00	0,00
73,99	11,41	47,22	0,2040	0,00	0,00
62,22	9,32	35,81	0,1720	0,00	0,00
52,32	5,89	26,49	0,1450	0,00	0,00
44,00	3,21	20,60	0,1220	0,00	0,00
37,00	1,74	17,39	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,01	15,65	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,64	14,64	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,51	14,00	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,62	13,49	0,0510	0,00	0,00
15,55	1,18	12,87	0,0430	0,00	0,00
13,08	2,48	11,69	0,0360	0,00	0,00
11,00	3,37	9,21	0,0300	0,00	0,00
9,25	2,29	5,84	0,02550	0,00	0,00
7,78	1,00	3,55	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,48	2,55	0,01810	0,00	0,00

C.12 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 12)

Am 07

09/03/2020 09:16
DB Rec: 4008

Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	97,69			10,00	52,97	84,84	100,0	77,06
MN(um)	57,93			20,00	61,81			
MA(um)	80,56			30,00	69,15			
CS	7,40E-02			40,00	76,58			
SD	38,53			50,00	84,84			
				60,00	94,74			
Mz	93,01			70,00	107,5			
σ	41,32			80,00	125,6			
Sk1	0,393			90,00	157,4			
Kg	1,191			95,00	191,8			

Warnings: NONE

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A	Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204
Analysis Mode:	BLUEWAVE	Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Power:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	4008	Recalc Status:	Original
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb		

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,34	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,55	99,66	0,972	0,00	0,00
296,0	0,97	99,11	0,817	0,00	0,00
248,9	1,76	98,14	0,687	0,00	0,00
209,3	3,18	96,38	0,578	0,00	0,00
176,0	5,41	93,20	0,486	0,00	0,00
148,0	8,29	87,79	0,409	0,00	0,00
124,4	11,45	79,50	0,344	0,00	0,00
104,6	14,60	68,05	0,2890	0,00	0,00
87,99	16,82	53,45	0,2430	0,00	0,00
73,99	16,11	36,63	0,2040	0,00	0,00
62,22	11,15	20,52	0,1720	0,00	0,00
52,32	5,49	9,37	0,1450	0,00	0,00
44,00	2,23	3,88	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,94	1,65	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,49	0,71	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,22	0,22	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
15,55	0,00	0,00	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,00	0,00	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,00	0,00	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,00	0,00	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00

C.13 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 13

Am 18

09/03/2020 10:17
DB Rec: 4032

Bluewave
S5822

Summary

Data	Value
MV(um)	32,23
MN(um)	1,882
MA(um)	9,68
CS:	6,20E-01
SD:	29,31
Mz:	28,80
α:	26,46
Sk1:	0,777
Kg:	0,650

Size %

Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
10,00		10,00	3,76
20,00		20,00	8,39
30,00		30,00	9,69
40,00		40,00	10,78
50,00		50,00	12,81
60,00		60,00	42,05
70,00		70,00	54,05
80,00		80,00	62,47
90,00		90,00	72,53
95,00		95,00	80,47

Peak Summary

Dia(um)	Vol%	Width
59,97	45,9	31,73
10,00	42,2	3,88
2,764	11,9	2,14

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,0682
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:	0,962;0,996
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	3,869%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	N/A
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	4032	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5822
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	1,01	12,91
1674	0,00	100,00	4,62	1,52	11,90
1408	0,00	100,00	3,89	2,23	10,38
1184	0,00	100,00	3,27	2,26	8,15
995,5	0,00	100,00	2,750	1,69	5,89
837,1	0,00	100,00	2,312	1,22	4,20
703,9	0,00	100,00	1,944	1,03	2,98
591,9	0,00	100,00	1,635	0,85	1,95
497,8	0,00	100,00	1,375	0,58	1,10
418,6	0,00	100,00	1,156	0,41	0,52
352,0	0,00	100,00	0,972	0,11	0,11
296,0	0,00	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,00	100,00	0,687	0,00	0,00
209,3	0,00	100,00	0,578	0,00	0,00
176,0	0,00	100,00	0,486	0,00	0,00
148,0	0,00	100,00	0,409	0,00	0,00
124,4	0,35	100,00	0,344	0,00	0,00
104,6	1,92	99,65	0,2890	0,00	0,00
87,99	6,55	97,73	0,2430	0,00	0,00
73,99	11,46	91,18	0,2040	0,00	0,00
62,22	11,66	79,72	0,1720	0,00	0,00
52,32	6,96	68,06	0,1450	0,00	0,00
44,00	3,19	61,10	0,1220	0,00	0,00
37,00	1,65	57,91	0,1020	0,00	0,00
31,11	1,01	56,26	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,60	55,25	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,53	54,65	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,79	54,12	0,0510	0,00	0,00
15,55	2,58	53,33	0,0430	0,00	0,00
13,08	8,97	50,75	0,0360	0,00	0,00
11,00	15,84	41,78	0,0300	0,00	0,00
9,25	8,95	25,94	0,02550	0,00	0,00
7,78	2,87	16,99	0,02150	0,00	0,00
6,54	1,21	14,12	0,01810	0,00	0,00

Warnings: NONE

C.14 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 14

Am 29



09/03/2020 12:08
DB Rec: 4072

Bluewave
S5822

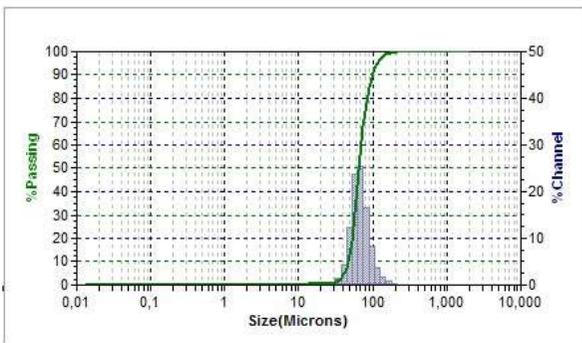
Summary		Size %		%Tile	
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)
MV(um):	69,53			10,00	46,79
MN(um):	33,43			20,00	52,72
MA(um):	62,22			30,00	57,03
CS:	9,60E-02			40,00	61,05
SD:	18,28			50,00	65,17
				60,00	69,70
Mz:	67,67			70,00	75,16
σ:	19,91			80,00	82,92
Ski:	0,2756			90,00	96,88
Kg:	1,230			95,00	113,0

Peak Summary		
Dia(um)	Vol%	Width
65,17	100,0	36,55

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,3103
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:	0,930:0,984
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:	0,771%
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	65 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:	N/A
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:	N/A
Filter:	Enabled	DB Record:	4072	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5822
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb				

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,00	0,00
1674	0,00	100,00	4,62	0,00	0,00
1408	0,00	100,00	3,89	0,00	0,00
1184	0,00	100,00	3,27	0,00	0,00
995,5	0,00	100,00	2,750	0,00	0,00
837,1	0,00	100,00	2,312	0,00	0,00
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,00	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,13	100,00	0,687	0,00	0,00
209,3	0,39	99,87	0,578	0,00	0,00
176,0	0,88	99,48	0,486	0,00	0,00
148,0	1,82	98,60	0,409	0,00	0,00
124,4	3,84	96,78	0,344	0,00	0,00
104,6	8,25	92,94	0,2890	0,00	0,00
87,99	16,49	84,69	0,2430	0,00	0,00
73,99	25,30	68,20	0,2040	0,00	0,00
62,22	23,78	42,90	0,1720	0,00	0,00
52,32	12,40	19,12	0,1450	0,00	0,00
44,00	4,20	6,72	0,1220	0,00	0,00
37,00	1,33	2,52	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,54	1,19	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,13	0,65	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,00	0,52	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,00	0,52	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,12	0,52	0,0430	0,00	0,00
13,08	0,15	0,40	0,0360	0,00	0,00
11,00	0,15	0,25	0,0300	0,00	0,00
9,25	0,10	0,10	0,02550	0,00	0,00
7,78	0,00	0,00	0,02150	0,00	0,00
6,54	0,00	0,00	0,01810	0,00	0,00



Warnings: NONE

C.15 (V[®] 8 + 3% de VC) - Amostra 15

Am 16



09/03/2020 11:21
DB Rec: 4056

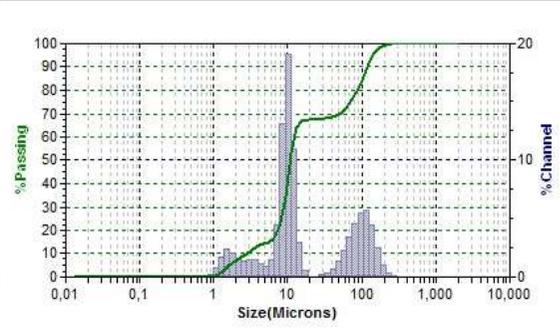
Bluewave
S5822

Summary		Size %		%Tile		Peak Summary		
Data	Value	Size(um)	%Tile	%Tile	Size(um)	Dia(um)	Vol%	Width
MV(um)	38,79			10,00	2,782	98,31	32,3	76,41
MN(um)	1,614			20,00	7,61	9,79	54,8	3,96
MA(um)	7,44			30,00	8,86			
CS:	8,06E-01			40,00	9,76	1,843	12,9	1,75
SD:	46,25			50,00	10,67			
				60,00	12,03			
Mz:	38,60			70,00	51,12			
σ:	44,23			80,00	86,84			
Sk:	0,888			90,00	118,4			
Kg:	0,908			95,00	140,9			

SOP Name: AÇO(*)

Distribution:	Volume	Run Time:	30 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER	
Progression:	Standard	Run#:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:
Up Edge(um):	2000	Particle:	CURRENT PARTICLE	Above Residual:	0	Trans. L1:L2:
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Reflecting	Below Residual:	0	RMS Residual:
Residuals:	Enabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0204	Usonic Power:
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	0 Min.	Usonic Time:
Filter:	Enabled	DB Record:	4056	Recalc Status:	Original	Serial Number:
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	C:\Program Files (x86)\Microtrac FLEX 10.6.2\Databases\MTDatabase.mdb			

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	0,90	14,91
1674	0,00	100,00	4,62	1,14	14,01
1408	0,00	100,00	3,89	1,45	12,87
1184	0,00	100,00	3,27	1,52	11,42
995,5	0,00	100,00	2,750	1,41	9,90
837,1	0,00	100,00	2,312	1,49	8,49
703,9	0,00	100,00	1,944	2,00	7,00
591,9	0,00	100,00	1,635	2,35	5,00
497,8	0,00	100,00	1,375	1,68	2,65
418,6	0,00	100,00	1,156	0,77	0,97
352,0	0,00	100,00	0,972	0,20	0,20
296,0	0,12	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,33	99,88	0,687	0,00	0,00
209,3	0,99	99,55	0,578	0,00	0,00
176,0	2,47	98,56	0,486	0,00	0,00
148,0	4,50	96,09	0,409	0,00	0,00
124,4	5,70	91,59	0,344	0,00	0,00
104,6	5,51	85,89	0,2890	0,00	0,00
87,99	4,52	80,38	0,2430	0,00	0,00
73,99	3,38	75,86	0,2040	0,00	0,00
62,22	2,26	72,48	0,1720	0,00	0,00
52,32	1,32	70,22	0,1450	0,00	0,00
44,00	0,70	68,90	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,36	68,20	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,18	67,84	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,00	67,66	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,00	67,66	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,57	67,66	0,0510	0,00	0,00
15,55	2,96	67,09	0,0430	0,00	0,00
13,08	10,98	64,13	0,0360	0,00	0,00
11,00	19,07	53,15	0,0300	0,00	0,00
9,25	13,17	34,08	0,02550	0,00	0,00
7,78	4,50	20,91	0,02150	0,00	0,00
6,54	1,50	16,41	0,01810	0,00	0,00



Warnings: NONE