

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

**Otimização do processo de reuso do cavaco do
aço Vanadis[®] 8 pela rota da metalurgia do pó,
utilizando a moagem de alta energia**

Elioenai Levi Barbedo

Itajubá, 17 de fevereiro de 2025

Minas Gerais – Brasil

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

Elioenai Levi Barbedo

**Otimização do processo de reuso do cavaco do
aço Vanadis[®] 8 pela rota da metalurgia do pó,
utilizando a moagem de alta energia**

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

Área de Concentração: Projeto, Materiais e Processos

Orientador: Prof. Dr. Gilbert Silva

Coorientador: Prof. Dr. Guilherme Ferreira Gomes

Itajubá, 17 de fevereiro de 2025

Minas Gerais – Brasil

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

**Otimização do processo de reuso do cavaco do
aço Vanadis[®] 8 pela rota da metalurgia do pó,
utilizando a moagem de alta energia**

Elioenai Levi Barbedo

Tese aprovada por banca examinadora em 17 de Fevereiro de 2025, conferindo ao autor o título de **Doutor em Ciências em Engenharia Mecânica.**

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Gilbert Silva (Orientador)

Prof. Dr. Guilherme Ferreira Gomes (Coorientador)

Prof. Dr. Durval Rodrigues Junior

Prof. Dr. Kátia Regina Cardoso

Prof. Dr. Edmilson Otoni Corrêa

Prof. Dr. Matheus Brendon Francisco

**Itajubá, fevereiro de 2025
Minas Gerais – Brasil**

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho ao todo soberano rei do universo nosso Deus. A ele a honra, a ele toda a glória e a ele toda adoração.

Dedico também a minha família, esposa, filhas e pais por todos os momentos em que estiveram comigo.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus que me deu saúde, força e sabedoria para trilhar os desafios ao longo dessa caminhada acadêmica.

À minha amada esposa Mayara Guimarães Barbedo, filhas: Laís Guimarães Barbedo e Lavínia Guimarães Barbedo que sempre estiveram comigo me dando alegria, amor, carinho e força de vontade para vencer.

Aos meus pais Benedito Carlos Barbedo e Luiza Guimarães Barbedo que me ensinaram o caminho da sabedoria para prevalecer sobre a adversidade do dia-a-dia;

Aos meus irmãos: Matheus David Guimarães Barbedo, Sarah Guimarães Barbedo e sobrinha Ana Beatriz Guimarães Silva pelo companheirismo e apoio incondicional.

À minha sogra Sandra Guimarães e sogro Lindomar Cesar Pinto que nunca mediram esforços para ajudar.

Aos meus amigos pelas orações e boas conversas.

Ao meu orientador Prof. Dr. Gilbert Silva pelos ensinamentos valiosos que me fizeram crescer tanto no lado profissional quanto no pessoal.

Ao meu coorientador Prof. Dr. Guilherme Ferreira Gomes que sempre acreditou nesta pesquisa e dedicou seu tempo e esforço no meu crescimento acadêmico.

À Fapemig pelo apoio financeiro concedido.

À Böhler -Uddeholm pelo apoio e doação do material.

À Unifei por ser palco de todas as minhas conquistas acadêmicas.

"Não te mandei eu? Sê forte e corajoso; não temas; nem te espantes; porque o senhor teu Deus é contigo, por onde quer que andares."

(Josué 1:9)

RESUMO

Os aços ferramenta fabricados por metalurgia do pó, como o Vanadis[®] 8, destacam-se por suas excelentes propriedades mecânicas, sendo aplicados em ferramentas de corte, punções e matrizes. Entretanto, os cavacos obtidos pela usinagem desse material são vendidos como sucata para empresas que utilizam a refusão, um método ineficiente devido ao resfriamento não homogêneo, que promove a formação grosseira de carbeto e compromete as propriedades de microestrutura do material. Assim, este trabalho teve como objetivo utilizar um novo algoritmo de otimização chamado de algoritmo multiobjetivo de Lichtenberg para encontrar os melhores parâmetros dos processos de moagem de alta energia (MAE) e sinterização, a fim de reaproveitar e viabilizar um produto reciclado. A metodologia de superfície de resposta, uma técnica estatística utilizada para modelar e otimizar processos, foi empregada para gerar metamodelos com as equações. Os parâmetros utilizados na moagem foram 300-400 rpm, uma relação massa-bola de 1:15 e 12-50 horas. Para validar o modelo foram realizadas análises de caracterização microestrutural como: microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X (DRX) e difração a laser. As respostas analisadas foram tamanho e distribuição das partículas e consumo de energia do moinho. O metamodelo apresentou um erro global de 6,82% em relação à experiência de confirmação. Os resultados para moagem mostraram que é possível economizar até 26 horas de processo com a otimização e obter pós com excelente qualidade para processos posteriores como a compactação e sinterização. Na sinterização, foram utilizados parâmetros de 1200-1300 °C e 1-2 horas. As respostas avaliadas foram densidade aparente, consumo de energia do forno e microdureza. As equações geradas a partir dos metamodelos apresentaram ajustes satisfatórios com $R^2(\text{adj})$ de 81,17% para densidade aparente, 91,58% para consumo de energia e 85,94% para microdureza permitindo a identificação de variáveis de temperatura e tempo de sinterização otimizadas. O metamodelo para sinterização apresentou um erro global de 7,2% em relação ao experimento de validação. Após tratamento térmico de têmpera e duplo revenimento, as amostras recicladas atingiram uma dureza média de 96,9% em comparação ao material comercial, evidenciando bom desempenho, mesmo com diferenças microestruturais resultantes do processo de reciclagem. No ensaio de compressão, as amostras recicladas apresentaram 66,84% do módulo de elasticidade do material comercial. O ineditismo deste trabalho está na integração do novo algoritmo multiobjetivo de *Lichtenberg* com uma abordagem inovadora de reciclagem de aços ferramenta fabricados por metalurgia do pó com alto valor agregado.

Palavras-chave: Vanadis[®] 8, Metalurgia do Pó, Moagem de Alta Energia, Reciclagem de Resíduos Metálicos, Metodologia Superfície Resposta (RSM), Algoritmo multiobjetivo de Lichtenberg.

ABSTRACT

Tool steels produced by powder metallurgy, such as Vanadis[®] 8, stand out due to their excellent mechanical properties, making them suitable for applications in cutting tools, punches, and dies. However, the chips obtained from machining this material are sold as scrap to companies that use remelting, an inefficient method due to non-uniform cooling, which promotes the coarse formation of carbides and compromises the material's microstructural properties. Therefore, the objective of this work is to utilize a new optimization algorithm called the multi-objective algorithm of Lichtenberg to determine the best parameters for the high-energy milling (MAE) and sintering processes, with the aim of making the reuse of this material economically viable. The response surface methodology, a statistical technique used to model and optimize processes, was employed to generate metamodels with the equations. The milling parameters used were 300–400 rpm, a ball-to-weight ratio of 1:15, and a duration of 12–50 hours. To validate the model, microstructural characterization analyses, such as SEM, XRD, and laser diffraction, were performed. The responses analyzed included particle size, particle distribution, and mill energy consumption. The metamodel exhibited an overall error of 6.82% when compared to the confirmation experiment. The milling results showed that it is possible to save up to 26 process hours with the optimization and obtain powders of excellent quality for subsequent processes, such as compaction and sintering. For the sintering process, the parameters used were 1200-1300 °C and 1-2 hours. The evaluated responses were apparent density, furnace energy consumption, and microhardness. The equations derived from the metamodels showed satisfactory fits, with adjusted R² values of 81.17% for apparent density, 91.58% for energy consumption, and 85.94% for microhardness, enabling the identification of optimized sintering temperature and time variables. The sintering metamodel demonstrated a global error of 7.2% compared to the validation experiment. Following heat treatment involving quenching and double tempering, the recycled samples achieved an average hardness of 96.9% compared to the commercial material, demonstrating good performance despite microstructural differences caused by the recycling process. In the compression test, the recycled samples attained 66.84% of the commercial material's elastic modulus. The novelty of this study lies in the integration of Lichtenberg's new multiobjective algorithm with an innovative approach to recycling tool steels manufactured through powder metallurgy, offering significant added value.

Key-words: Vanadis[®] 8, Powder Metallurgy, High Energy Milling, Metal Waste Recycling, Response Surface Methodology, Multi-objective Lichtenberg Algorithm.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1 – Resumo do trabalho.	24
Figura 1.2 – Fluxograma de utilização do Vanadis [®] 8.	25
Figura 2.1 – Evolução histórica microestrutural dos aços ferramenta fabricados por MP.	30
Figura 2.2 – Microdureza relativa de diferentes tipos de carbeto nas matrizes de aços ferramenta.	36
Figura 2.3 – Propriedade mecânicas dos aços <i>Uddeholm Super Clean</i> em comparação ao aço D2.	37
Figura 2.4 – Tratamento térmico do aço V [®] 8. (a) Curva TTT, (b) Têmpera e (c) Propriedade físicas.	40
Figura 2.5 – MEV do V [®] 60. (a) MEV (SE) antes do TT, (b) MEV (EBDS) após TT.	42
Figura 2.6 – Sequência da Metalurgia do Pó.	46
Figura 2.7 – Obtenção dos pós.	47
Figura 2.8 – Obtenção dos pós.	47
Figura 2.9 – Compactação com prensa uniaxial e prensa isostática a frio.	52
Figura 2.10 – Representação esquemática dos três principais mecanismos de difusão em diferentes temperaturas e seu impacto na sinterização das partículas.	53
Figura 2.11 – Estratégia de pesquisa básica do MOLA no espaço de concepção e no espaço objetivo.	57
Figura 2.12 – Fluxograma MOLA.	57
Figura 3.1 – Fluxograma das principais etapas de desenvolvimento da tese.	59
Figura 3.2 – Analisador de energia.	63
Figura 3.3 – Forno tubular <i>Nabertherm</i>	68
Figura 3.4 – Ciclo do processo de Sinterização.	70
Figura 3.5 – Esquema final dos ciclos térmicos aplicados às amostras após compactação.	71
Figura 3.6 – Representação esquemática do ensaio de microdureza <i>Vickers</i>	73
Figura 4.1 – Fases presentes no V [®] 8 calculado pelo método CALPHAD utilizando o software Thermo-Calc [®]	75
Figura 4.2 – Caracterização do material (DRX): (a) Difração de raios-X após 12, 31 e 50 horas de MAE; Refinamento de <i>Rietveld</i> do V [®] 8 utilizando o software GSAS II [®] : (b) Bulk; (c) 12 h; (d) 31 h; e (e) 50 h.	77
Figura 4.3 – Gráfico <i>Williamson-Hall</i> (W-H) do V [®] 8 para o processo de moagem.	79
Figura 4.4 – Dependências do parâmetro de rede, tamanho de cristalito e microdeformação durante a moagem.	80

Figura 4.5 – Gráfico de Pareto para: (a) Partículas $\geq 150 \mu\text{m}$ (g), (b) partículas $< 150 \mu\text{m}$ (g) e (c) Consumo de energia do moinho planetário E (kW). Legenda: A = Rotação (rpm) e B = Tempo (h)	83
Figura 4.6 – Gráfico de violino das respostas experimentais: (a) Partículas $\geq 150 \mu\text{m}$ (g), (b) partículas $< 150 \mu\text{m}$ (g) e (c) Consumo de energia E (kW).	83
Figura 4.7 – Gráfico do efeito principal das respostas experimentais. (a) Partículas $\geq 150 \mu\text{m}$ (g), (b) partículas $< 150 \mu\text{m}$ (g) e (c) Consumo de energia E (kW).	84
Figura 4.8 – Gráfico de superfície das respostas experimentais: (a) $\geq 150 \mu\text{m}$ (g), (b) $< 150 \mu\text{m}$ (g) e (c) Consumo de energia E(kW).	85
Figura 4.9 – Soluções ótimas obtidas considerando diferentes metaheurísticas e a solução de tomada de decisão TOPSIS: (a) NSGA-II, (b) MOLA, (c) MOPSO e (d) MOSFO.	87
Figura 4.10–Todas as soluções ótimas não dominadas obtidas considerando diferentes metaheurísticas (MAE).	87
Figura 4.11–Distribuição trimodal para: (a) representação genérica da dispersão de partículas e (b) modelo didático de representação estatística.	90
Figura 4.12–Micrografias (SEM/SE) e distribuição do tamanho das partículas (Difração a laser) 400 rpm durante (a) e (b) 12 horas, (c) e (d) 31 horas, (e) e (f) 50 horas, (g) e (h) 24 horas (MOLA).	93
Figura 4.13–Gráfico de Pareto para: (a) $D_{ap}(g/cm^3)$, (b) Consumo de energia do forno E (kW) e (c) Microdureza (HV). Legenda: A = Temperatura ($^{\circ}\text{C}$) e B = Tempo (h)	96
Figura 4.14–Gráfico de violino das respostas experimentais: (a) $D_{ap}(g/cm^3)$, (b) Consumo de energia do forno E (kW) e Microdureza (HV).	97
Figura 4.15–Gráfico do efeito principal das respostas experimentais. (a) $D_{ap}(g/cm^3)$, (b) Consumo de energia do forno E (kW) e (c) Microdureza (HV).	98
Figura 4.16–Superfícies de respostas : (a) $D_{ap}(g/cm^3)$, (b) Consumo de energia do forno E (kW) e (c) Microdureza (HV).	99
Figura 4.17–Soluções ótimas e tomada de decisão TOPSIS: (a) NSGA-II, (b) MOLA, (c) MOPSO e (d) MOSFO.	101
Figura 4.18–Todas as soluções ótimas não dominadas obtidas considerando diferentes metaheurísticas (Sinterização).	102
Figura 4.19–Micrografia (MEV-ERE) <i>Bulk</i> (estado recozido).	105
Figura 4.20–Micrografia (MEV-ERE) <i>Bulk</i> (temperado).	105
Figura 4.21–Micrografia (MEV-ERE) <i>Bulk</i> (duplo revenido).	106
Figura 4.22–Difração de raios X da amostra comercial após tratamento térmico.	107

Figura 4.23–Micrografia (MEV-ES) (sinterizado).	108
Figura 4.24–Micrografia (MEV-ERE) (temperado).	109
Figura 4.25–Micrografia (MEV-ERE)(duplo revenido).	110
Figura 4.26–Difração de raios X da amostra reciclada após tratamento térmico.	111
Figura 4.27–Gráfico comparativo dos valores de dureza HV obtidos nos ensaios das amostras comerciais (<i>Bulk</i>) e das amostras recicladas após tratamento térmico de sinterização.	112
Figura 4.28–Gráfico comparativo dos valores de dureza HV obtidos nos ensaios das amostras comerciais (<i>Bulk</i>) e das amostras recicladas após tratamento térmico de têmpera.	113
Figura 4.29–Gráfico comparativo dos valores de dureza HV obtidos nos ensaios das amostras comerciais (<i>Bulk</i>) e das amostras recicladas após tratamento térmico de duplo revenimento.	114
Figura 4.30–Tensão de compressão (MPa) em função da Deformação (mm/mm) para as amostras comerciais após duplo revenimento.	116
Figura 4.31–Tensão de compressão (MPa) em função da Deformação (mm/mm) para as amostras recicladas após duplo revenimento.	117

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Elementos de liga alfa-gêneos, gama-gêneos e os sublinhados são carburígenos.	32
Tabela 2.2 – Efeito dos principais elementos de liga nos aços ferramenta.	33
Tabela 2.3 – Características dos carbeto nos elementos de liga dos aços ferramenta.	35
Tabela 2.4 – Composição química e formação de carbeto nos aços da família Vanadis.	38
Tabela 2.5 – Carbeto antes e após a têmpera nos aços Vanadis.	42
Tabela 2.6 – Principais parâmetros da MAE.	50
Tabela 3.1 – Composição e condição de entrega do V [®] 8.	60
Tabela 3.2 – Variáveis fixas do processo de moagem.	65
Tabela 3.3 – Visão geral dos parâmetros identificados em pesquisas relacionadas à MAE.	66
Tabela 3.4 – Limites inferior e superior do processo MAE considerado no projeto RSM.	67
Tabela 3.5 – Visão geral dos parâmetros encontrados em pesquisas relacionados à sinterização.	69
Tabela 3.6 – Limites inferior e superior do processo sinterização considerado no projeto RSM.	69
Tabela 4.1 – Resultado planejamento superfície resposta (peneiramento-MAE).	82
Tabela 4.2 – Resultados da regressão para as respostas experimentais.	86
Tabela 4.3 – Variáveis de decisão otimizadas para as quatro otimizações multiobjetivo considerando critério de escolha TOPSIS.	88
Tabela 4.4 – Experiência de confirmação - otimização multiobjetivo (MAE).	88
Tabela 4.5 – Erro do metamodelo em relação à experiência de confirmação (%) (MAE)	89
Tabela 4.6 – Resultado planejamento superfície resposta (Sinterização).	94
Tabela 4.7 – Resultados da regressão (Sinterização).	100
Tabela 4.8 – Variáveis otimizadas para as quatro otimizações multiobjetivo considerando diferentes pesos TOPSIS (Sinterização).	102
Tabela 4.9 – Experiência de confirmação - otimização multiobjetivo (Sinterização).	103
Tabela 4.10 – Erro do metamodelo em relação à experiência de confirmação (%) (Sinterização).	103

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ACP's	Agente controlador de processo
ANOVA	Análise de variância
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
ASM	<i>American society for metals</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BPR	<i>Ball-to-Powder Weight Ratio</i>
CCC	Cúbica de corpo centrado
CCD	<i>Central Composite Design</i>
CFC	Cúbica de face centrada
CIF	<i>Crystallographic Information File</i>
CR	Material como recebido
DOE	<i>Design of experiments</i> (planejamento de experimentos)
DRX	Difração de raios X
D10	Distribuição acumulativa de 10 %
D50	Distribuição acumulativa de 50 %
D90	Distribuição acumulativa de 90 %
ICSD	<i>Inorganic Crystal Structure Database</i>
HSS	<i>High speed steel</i>
LA	<i>Lichtenberg Algorithm</i>
LF	<i>Lichtenberg Figures</i>
M	<i>Figure switching parameter in LA</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
MOEA/D	<i>Multi-objective Evolutionary Algorithm Based on Decomposition</i>
MOGOA	<i>Multi-objective Grasshopper Optimization Algorithm</i>
MOGWO	<i>Multi-objective Grey Wolf Optimizer</i>
MOLA	<i>Multi-objective Lichtenberg Algorithm</i>
MOPSO	<i>Multi-objective Particle Swarm Optimization</i>
MP	Metalurgia do Pó
MV	<i>Mean Diameter of the Volume Distribution</i>
N_{iter}	<i>Number of LA iterations</i>
N_p	<i>Number of particles (LA)</i>
NSGA-II	<i>Non-dominated Sorting Genetic Algorithm</i>
LCE	Laboratório de caracterização microestrutural
LPCM	Laboratório de processamento e caracterização de materiais
PM	<i>Powder Metallurgy</i>
Pop	<i>Number of Population used in LA</i>
R_c	<i>Creation radius (LA)</i>
R_{ef}	<i>LA refinement</i>
RSM	<i>Response Surface Methodology</i>
S	<i>Stickiness coefficient (DLA and LA)</i>
SD	<i>Standard deviation</i>

SE	<i>Secondary electrons</i>
UNIFEI	Universidade Federal de Itajubá
TOPSIS	<i>Technique for Order Preference by Similarity to Ideal Solution</i>
V [®] 8	Vanadis [®] 8
VC	Carbeto de vanádio

LISTA DE SÍMBOLOS

Fe_{α}	Ferrita
R_{adj}^2	Coefficiente de determinação ajustado
ε_{ijk}	Erro experimental
x_i	Variáveis independentes
β_i	Coefficientes a serem estimados
k	Variáveis independentes
ε	Erro experimental
CuK_{α}	Radiação monocromática via cobre
λ	Comprimento de onda da radiação incidente
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
α	Fase ferrítica (CCC)
α'	Martensita (Tetragonal de corpo centrado)
α'_R	Martensita revenida
γ	Fase Austenítica (CFC)
γ'_R	Austenita retida
δ	Fase ferrita delta

SUMÁRIO

1	Introdução	20
1.1	Contextualização	20
1.2	Objetivo	22
1.3	Motivação	23
2	Revisão Bibliográfica	26
2.1	Evolução histórica da microestrutura dos aços ferramenta fabricados por MP	26
2.2	Efeitos dos elementos de liga	32
2.3	Formação de Carbetos nos aços ferramenta	34
2.4	Aços ferramenta para trabalho a frio <i>Super Clean Uddeholm</i>	36
2.5	Vanadis® 8	37
2.6	Tratamento térmico	39
2.6.1	Aumento da resistência mecânica por meio da dureza nos aços ferramenta	40
2.6.2	Têmpera	41
2.6.3	Revenimento	43
2.7	Reciclagem de metais com alto valor agregado	43
2.8	Metalurgia do pó	45
2.8.1	Moagem de alta energia	46
2.8.1.1	Dúctil-dúctil	48
2.8.1.2	Dúctil-frágil	48
2.8.1.3	Frágil-frágil	49
2.8.1.4	Parâmetros de processo da MAE	49
2.8.2	Compactação	51
2.8.3	Sinterização	52
2.8.4	Difusão	54
2.9	Metodologia Superfície Resposta	55
2.10	Algoritmo multiobjetivo de <i>Lichtenberg</i>	56
3	Materiais e Métodos	58
3.1	Materiais	60
3.2	Métodos	60
3.2.1	Usinagem para obtenção dos cavacos	60
3.2.2	Preparação do material como recebido (CR) para análise microestrutural	61

3.2.2.1	Microscópio óptico	61
3.2.2.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	61
3.3	Distribuição Granulométrica das Partículas	61
3.4	Difração de raios X (DRX)	62
3.5	Consumo de energia nos processos: MAE e Sinterização	62
3.6	Refinamento de Rietveld	63
3.7	Moagem de Alta Energia	65
3.8	Compactação	67
3.9	Tratamento Térmico	68
3.9.1	Sinterização	68
3.9.2	Têmpera	70
3.9.3	Tratamento térmico de revenimento após sinterização e têmpera	70
3.10	Densidade Aparente	71
3.11	Simulação Computacional	72
3.12	Ensaio Mecânicos	73
3.12.1	Ensaio de microdureza	73
3.12.2	Ensaio de compressão	74
3.13	Planejamento de Experimentos Superfície Resposta (DOE-RSM)	74
4	Resultados e Discussão	75
4.1	Simulação termodinâmica no software Thermo-Calc®	75
4.2	Difração de raios X (DRX) para MAE	76
4.2.1	Determinação do parâmetro de rede, tamanho de cristalito e da microdeformação durante a MAE	77
4.3	Metamodelagem (MAE)	81
4.3.1	Planejamento superfície de resposta	81
4.3.2	Resultados da otimização multiobjetivo (MAE)	86
4.4	Morfologia e análise qualitativa da dispersão de partículas abaixo de 150 μm (MAE)	89
4.5	Metamodelagem (Sinterização)	94
4.5.1	Planejamento superfície de resposta	94
4.5.2	Resultados da otimização multiobjetivo (Sinterização)	100
4.6	Caracterização microestrutural após tratamento térmicos de sinterização, têmpera e duplo revenimento	104
4.6.1	Vanadis® 8 comercial	104
4.6.1.1	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	104

4.6.1.2	Difração de raios X (DRX)	106
4.6.2	Vanadis® 8 (amostra reciclada)	108
4.6.2.1	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	108
4.6.2.2	Difração de raios X (DRX)	110
4.7	Caracterização mecânica	112
4.7.1	Ensaio de dureza	112
4.8	Ensaio de compressão	116
5	Conclusões	119
5.1	Conclusões	119
5.2	Trabalhos Futuros	120
	Referências	121
	Apêndices	131
	Anexos	132

1 INTRODUÇÃO

1.1 Contextualização

Os aços ferramenta fabricados por metalurgia do pó (MP) para trabalho a frio são uma classe de aços especiais que possuem em sua composição química um alto teor de carbono combinado com elementos de liga. Entre os elementos de liga mais comuns estão o tungstênio, o cromo, o molibdênio, o vanádio, o cobalto, o silício, o níquel, entre outros (Mesquita, 2016). No entanto, a adição dos elementos de liga determina sua aplicação, podendo ser utilizados principalmente na fabricação de ferramentas de corte a frio, ferramentas de cortes de chapas, moldes e matrizes (Chang; Chuang; Huang, 2019).

Estes aços apresentam características como alta dureza e resistência ao desgaste combinadas com tenacidade, resultado da adição de elementos de liga ao carbono formando os carbetos (Mishigdorzhyn *et al.*, 2022). Os carbetos são responsáveis pelo aumento das propriedades mecânicas do aço (Liang *et al.*, 2021). No entanto, devido à elevada quantidade de elementos de liga, os processos siderúrgicos convencionais não são adequados para a produção de aços ferramenta de alto desempenho, pois, não permitem um controle químico rigoroso e homogêneo durante o resfriamento, o que dificulta o controle da distribuição dos carbonetos na matriz (Jurči, 2019).

Neste contexto, a metalurgia do pó emergiu como uma opção viável em relação aos métodos tradicionais, dada sua flexibilidade e capacidade de produzir peças com geometrias complexas e composições únicas, além de garantir boa homogeneidade química e porosidade controlada (Angelo; Subramanian; Ravisankar, 2022). No entanto, desafios ainda persistem, como a presença de porosidade residual e uma estrutura microestrutural heterogênea, especialmente quando misturadores convencionais são utilizados, dificultando a obtenção de uma distribuição homogênea das matérias-primas (Mordiyuk *et al.*, 2022).

Assim, com o desenvolvimento tecnológico dos processos e a crescente demanda do mercado por aços ferramenta de alto desempenho para trabalho a frio, surgiu o Vanadis[®] 8 (V[®] 8), um material produzido por MP através de resfriamento rápido pelo processo de atomização. Esse aço é composto pelos elementos de liga cromo, molibdênio e vanádio, apresentando alta resistência ao desgaste, compressão, temperatura e tenacidade, sendo recomendado para ferramentas de longa duração. Com um teor de carbono de 2,3%, valor não encontrado em aços produzidos por fundição convencional, o

V[®] 8 (*Superclean da Uddeholm*) é submetido ao mesmo procedimento de tratamento térmico do aço AISID2, no entanto, apresenta a vantagem de ter excelente estabilidade dimensional após a têmpera e revenimento, graças ao rigoroso controle no balanceamento da liga (Barbedo *et al.*, 2021, 2024).

O alto desempenho do V[®] 8 é atribuído à dispersão refinada e uniforme dos carbonetos em sua matriz ferrítica. Dentre os carbetos que podem melhorar as propriedades mecânicas do aço V[®] 8, estão os carbonetos tipo *MC* e M_7C_3 (Gonzalez-Pociño; Alvarez-Antolin; Asensio-Lozano, 2019). Os carbonetos M_7C_3 são geralmente formados em aços com liga de cromo, possuem uma estrutura cristalina hexagonal e são altamente resistentes à abrasão e dissolução em altas temperaturas, apresentando morfologia em forma de placas no limite de grão. Já os carbonetos tipo *MC*, ricos em vanádio e com estrutura cúbica de face centrada, se dissolvem em pequenas quantidades durante a austenitização e são extremamente resistentes ao desgaste. No V[®] 8, o carboneto predominante no aço em estado recozido, ou seja, amostra como recebida (CR) é do tipo *MC* (Toboła; Cyboroń; Łętocha, 2017).

No entanto, nos processos de fabricação de matrizes, punções de forjamento, conformação a frio, ferramentas de corte entre outros, a usinagem do V[®] 8 gera resíduos metálicos que, quando descartados incorretamente, causam um grande desperdício de recurso financeiro, uma vez que o alto valor agregado desse material é, em média, 20 vezes maior que o aço SAE 1020 (EXTRA, 2023). Além disso, com a busca permanente da indústria metal-mecânica por processos sustentáveis, o reaproveitamento dos cavacos gerados pela usinagem, pode ser uma alternativa muito vantajosa, tendo em vista que esse procedimento reduz o consumo de recursos naturais, e promove uma rota inteligente diante dos altos custos de consumo de energia que as siderúrgicas necessitam para recuperar esse material (Sales Pereira Mendonça *et al.*, 2018).

Para isso, esta pesquisa propõe utilizar as técnicas de moagem de alta energia (MAE), compactação, sinterização e tratamento térmico para reaproveitar os cavacos gerados pela usinagem do V[®] 8, e desenvolver um subproduto com características de resistência microestrutural e mecânica próximas do V[®] 8. Além disso, neste trabalho serão realizados planejamento de experimentos baseados na metodologia superfície de resposta (RSM), otimização com o uso de um novo algoritmo chamado de Algoritmo Multiobjetivo de *Lichtenberg*, caracterização microestrutural como: difração a laser, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX), ensaios de compressão e microdureza.

1.2 Objetivo

Esta tese tem como objetivo a otimização do processo de reciclagem via MP para obter um subproduto com características próximas do material V[®] 8 vendido comercialmente.

Os objetivos específicos incluem:

- Encontrar as equações de predição dos processos: MAE e Sinterização através da metodologia superfície de resposta (RSM).
- Realizar uma otimização multiobjetivo baseado no novo algoritmo de *Lichtenberg* tanto para MAE, quanto para sinterização.
- Validar o erro do metamodelo;
- Validar o material reciclado, comparando seus resultados experimentais com os dados do catálogo do V[®] 8 fornecido pela *Uddeholm*.

1.3 Motivação

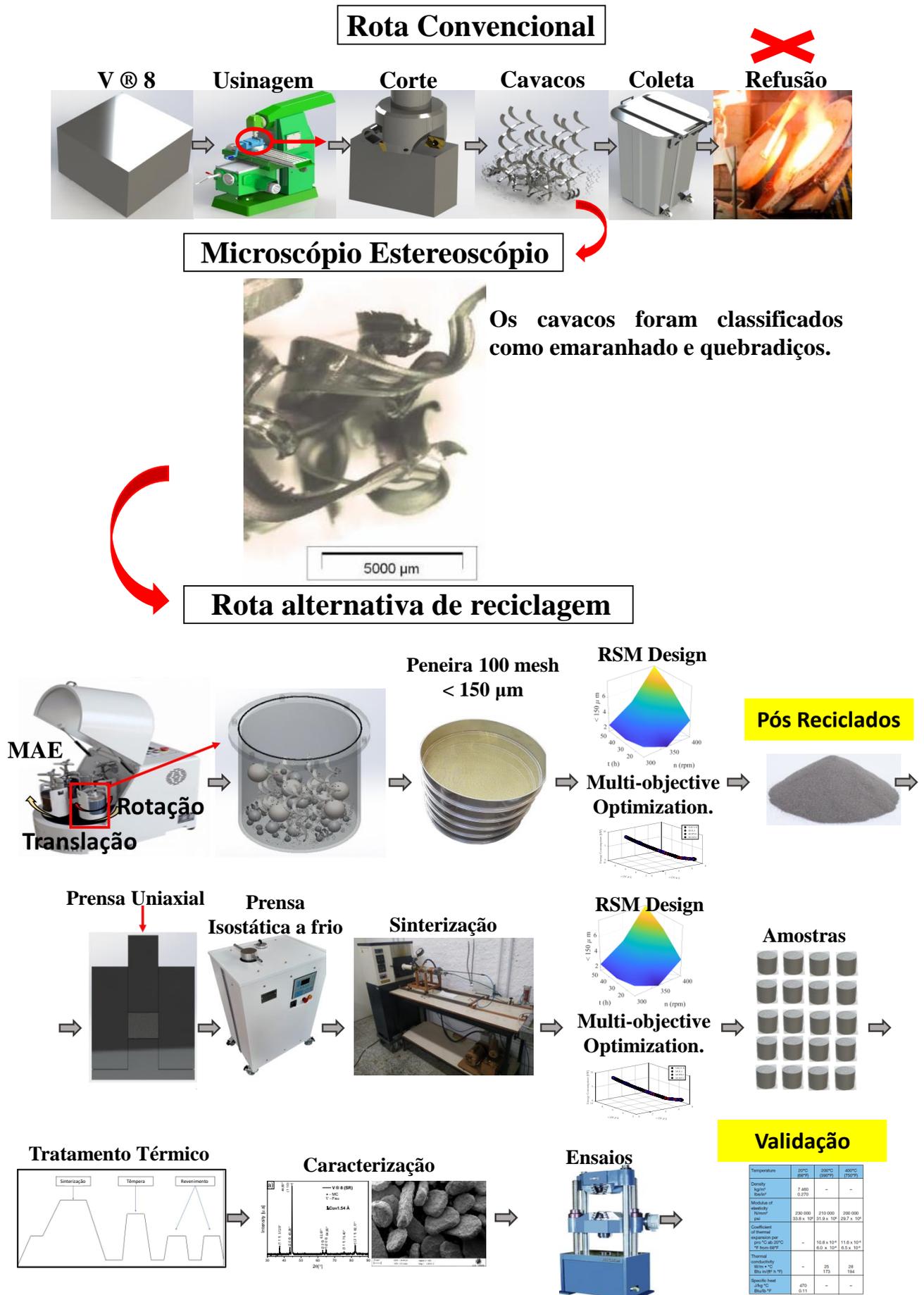
A indústria de usinagem é umas das maiores geradoras de resíduos metálicos industriais em todo mundo. No entanto, para minimizar o impacto destas práticas, milhares de empresas têm adotado uma postura amparada no estudo da reutilização e desenvolvimento sustentável. Estima-se que através da reciclagem, a indústria siderúrgica poupa energia suficiente para abastecer as necessidades anuais de eletricidade de mais de 18 milhões de casas. Outro dado importante é que para uma única tonelada de aço reciclado, se conserva: 1,13 toneladas de minério de ferro, 628 kg de carvão e 54 kg de calcário, ou seja, considerando aspectos ambientais e econômicos, o reaproveitamento se torna uma alternativa muito interessante, pois, o aço é feito de recursos minerais não renováveis (Sustainable, 2023).

Neste contexto, a reciclagem de resíduos metálicos, especialmente o aço, é frequentemente feita através da refusão, um processo que requer altas temperaturas e consome uma grande quantidade de energia. No entanto, nos últimos anos, a rota de metalurgia do pó tem se mostrado uma alternativa muito eficiente e eficaz na reciclagem de metais, oferecendo muitas vantagens em relação ao processo de refusão. A principal vantagem é o baixo consumo energético durante a produção, além da possibilidade de fabricação de peças com geometria complexa, sem necessidade de acabamento, reduzindo assim, a geração de resíduos e o consumo de energia (Verma; Saha; Chaira, 2018; Kumar; Bharti, 2021).

Assim sendo, a razão por trás desta pesquisa está em explorar um produto de alto valor agregado que muitas das vezes é descartado indevidamente nas empresas de usinagem. Além disso, serão utilizadas ferramentas poderosas como: a metodologia RSM para gerar a modelagem, o novo algoritmo chamado de *Multi-Objective Lichtenberg Algorithm* para encontrar as melhores configurações possíveis dos processos de MAE e sinterização, e por fim, serão feitas diversas caracterizações microestruturais e mecânicas do aço V[®] 8 reciclado com a finalidade de validação do processo.

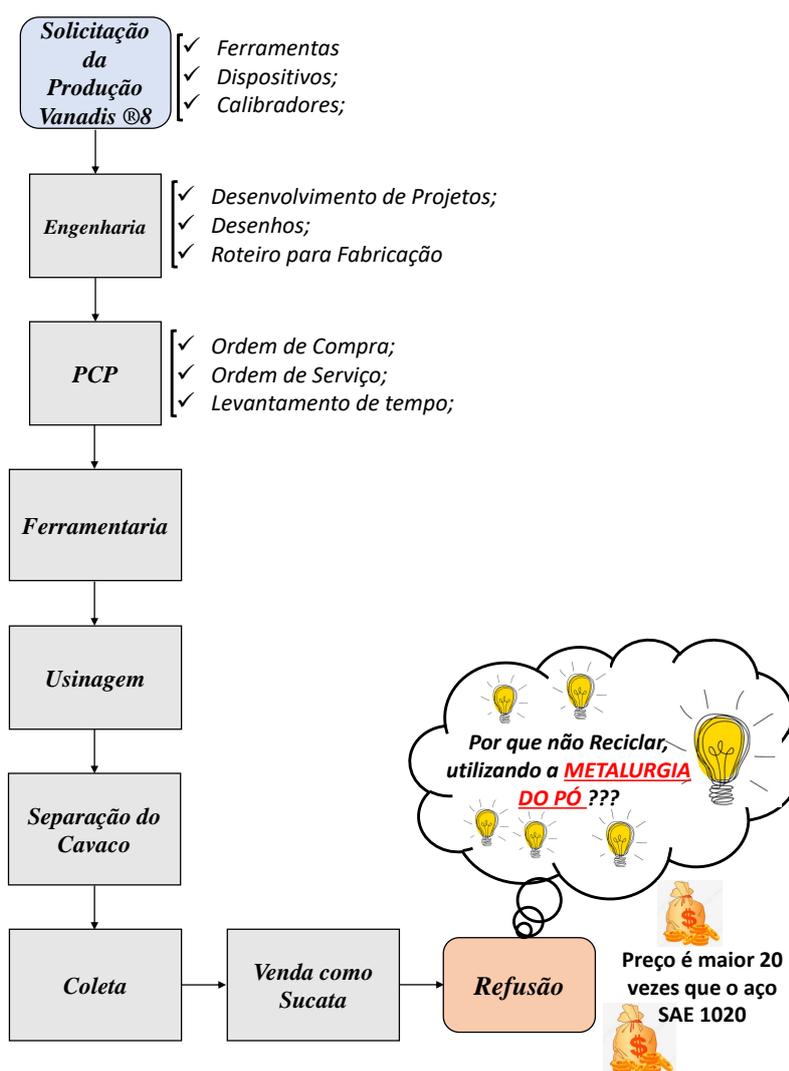
Na Figura 1.1 é mostrado um *overview* do trabalho com foco na rota alternativa de reciclagem via MP usando MAE.

Figura 1.1 – Resumo do trabalho.



A Figura 1.2 mostra um exemplo simples de como a V[®] 8 é solicitada em algumas empresas. Na primeira etapa, a produção solicita ferramentas de corte, dobra, repuxo ou calibração para auxiliar na fabricação de dispositivos. Após a solicitação, o departamento de Engenharia define a necessidade de uso e desenvolve o projeto, enviando todos os desenhos de fabricação para o PCP (Planejamento e Controle da Produção). Em seguida, o PCP tem a responsabilidade de emitir o pedido de compra e, paralelamente, preparar as ordens de serviço. Em seguida, a ferramentaria recebe o material e os desenhos, e o material é então usinado, onde é gerado o cavaco. As empresas que se preocupam com o ambiente recolhem estas aparas de forma mais seletiva, mas nem todas as empresas o fazem. Porém, todos os cavacos coletados são vendidos como sucata, onde esses resíduos metálicos são refundidos. Nesta condição, este estudo, além de propor a utilização de um novo algoritmo para otimizar um processo de reciclagem via metalurgia do pó, visa também estender esta pesquisa para outros materiais e processos, contribuindo efetivamente para o desenvolvimento sustentável.

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



2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Evolução histórica da microestrutura dos aços ferramenta fabricados por MP

A maior parte dos aços ferramenta produzidos pela rota da MP são produtos patenteados de acordo com confidencialidade dos processos de cada fabricante, por isso não estão listados na AISI (*American Iron and Steel Institute*). No entanto, apesar de hoje estes produtos serem itens consolidados no mercado, o desenvolvimento do processo de fabricação em larga escala é recente, acontecendo a partir do final do século XX.

Na década de 1960, um extenso estudo feito pela (*Crucible Materials Research Center to produce high-speed tool steels by powder metallurgy-PM*) tinha o objetivo de minimizar a segregação de carbonetos nos aços ferramenta. Embora a MP já existisse e era considerada a melhor técnica para solucionar este problema, na época, a tecnologia de fabricação em escala comercial com alta qualidade era inexistente. Assim, em 1967 a *Crucible* anunciou um novo método de metalurgia de partículas para produzir em escala industrial os CPM aços ferramenta. Neste estudo, para aplicações em ferramentas que realizam trabalhos a frio e a quente foi projetado um aço enriquecido com carboneto chamado de CPM 10V. Neste aço os teores de carbono e vanádio foram ajustados para equilibrar as composições estequiométricas e favorecer a formação de carbonetos do tipo MC ricos em vanádio (12,7%). Os resultados do CPM 10V se mostraram excelentes em aplicações para matrizes de corte, rolos e punções (Kasak; Dulis, 1978).

Assim, em 1981 foi realizado um estudo das propriedades mecânicas dos PM KHA HSS (*High Speed Steel*), uma das contribuições desta pesquisa foi mostrar que com relação a tempo de austenitização não houve praticamente nenhuma diferença entre o aço PM KHA e o aço convencional SKH5, mesmo o material PM tendo uma distribuição fina e uniforme de carbonetos do tipo M_7C_3 e *MC*. Outro ponto importante foi que os resultados experimentais mostraram que, com o aumento do teor de vanádio, a resistência a flexão do material convencional diminuiu, mas no aço PM se manteve em um valor elevado independente do teor de vanádio (Takigawa *et al.*, 1981).

No ano de 1983 foi publicado um artigo, comparando as propriedades mecânicas e desempenho de corte do aço sinterizado PM M2 HSS com o aço convencional forjado M2. Com base nas conclusões desta pesquisa, notou-se que o desgaste de flanco da ponta dos aços sinterizados com uma

densidade superior a 98% foi superior ao das ferramentas convencionais, isso se deu pela isotropia e redes de carbonetos ledeburíticos distribuídos homogeneamente (Kvasnicka, 1983).

Já em 1984 foi feita uma pesquisa sobre a precipitação de carbonetos primários e secundários no aço PM ASP HSS. Este artigo, mostrou a forte tendência do vanádio se concentrar nos carbonetos primários tipo MC , enquanto, molibdênio e tungstênio eram os principais elementos para formação do M_6C . As composições dos precipitados primários e secundários foram determinados pelas técnicas *Analytical Electron Microscopy-AEM* e *Atom-probe field-ion microscopy-APFIM* (Stiller *et al.*, 1984).

Kar e Upadhyaya (1990) processaram o aço T15 HSS por MP. O estudo objetivou quantificar os tipos de carbonetos e suas proporções nas fases de processamento: sinterização, recozimento e têmpera. O trabalho concluiu que a porcentagem do volume de carbonetos primários finos e grosseiros do tipo MC e M_6C aumentaram do estado sinterizado para a condição de tripla têmpera.

Bromark, Hedenqvist e Hogmark (1995) investigaram a resistência à erosão de três aços ferramenta diferentes (ASP23, ASP30 e Vanadis[®] 4) revestidos com nitreto de titânio TIN. Segundo os autores, a fração volumétrica de carbonetos e a resistência ao impacto dos aços controlaram a taxa de erosão e o desempenho tribológico global dos aços ferramenta.

Yan *et al.* (2008) analisaram a evolução microestrutural durante a laminação a quente e o tratamento térmico do aço para trabalho a frio PM Vanadis[®] 4. Verificou-se neste trabalho, que o processamento otimizado para a laminação foi 1050 °C e recozimento 900 °C. Não foi observado nenhuma estrutura de carbonetos eutéticos interligados e foram notados carbonetos esféricos finos do tipo MC e M_6C distribuídos uniformemente na matriz. Além disso, foi evidenciado que os carbonetos irregulares M_7C_3 precipitam-se preferencialmente nos limites de grão durante o resfriamento após o aço ter sido laminado a 1150 °C.

Em 2009, pesquisadores desenvolveram um artigo sobre a influência da atmosfera gasosa e da adição de carbonetos no comportamento da sinterização do aço ferramenta para trabalho a frio PM X220 e HSS PM X245. Os resultados mostraram que a adição de carbonetos aumentou a densidade do material sinterizado, enquanto a atmosfera de nitrogênio influenciou na redução da temperatura ótima de sinterização. Foi verificado também, que em aços para trabalho a frio com elevada liga de cromo, como o PM X220, as partículas de carbeto de titânio fundido dissolvem-se durante a sinterização e formam carbonetos estáveis do tipo MC (Weber *et al.*, 2009).

Hatami *et al.* (2010) realizaram um estudo sobre as propriedades de superfície relacionadas ao problema de *galling* (desgaste por aderência) dos aços para trabalho a frio PM Vancron[®] 40 ligado ao nitrogênio, em comparação ao PM Vanadis[®] 10 sem nitrogênio. Os resultados do trabalho mostraram que o Vancron[®] 40 apresenta um comportamento de desgaste superior ao Vanadis[®] 10, demonstrando uma vida útil 20 vezes superior quando utilizado como matriz. A principal causa da discrepância tribológica está no fato de que no Vancron[®] 40 se forma carbeto *MC* tipo VN que tem a metade da condutividade térmica comparada com os precipitados *MC* tipo VC que se formam no Vanadis[®] 10, ou seja, o calor devido a fricção é muito maior no Vanadis[®] 10.

Uma observação científica sobre o desempenho de corte de fresas esféricas na usinagem dos aços para trabalho a frio PM K490 *Microlean* e o HSS PM S790 *Microlean* foi investigado. Os resultados mostraram que através da otimização analítica dos parâmetros de corte, a vida útil da ferramenta pode ser aumentada significativamente. Além disso, na usinagem do material mais duro PM K490, a vida útil da ferramenta pode chegar a ser três vezes superior à do material menos duro HSS PM S790. Assim, conclui-se que não somente a dureza do material desempenha um papel fundamental na performance de corte, mas também a microestrutura e as características térmicas dos aços (Klocke *et al.*, 2011).

Tidesten *et al.* (2017) descrevem o desenvolvimento de uma nova liga PM de aços para trabalho a frio chamado de Vanadis[®] 8 (V[®] 8), que combina elevada resistência ao desgaste com alta ductilidade. Os resultados do estudo mostraram que o aço V[®] 8, apresenta composição química alterada em relação aos aços para trabalho a frio de velha geração (Vanadis[®] 10 e Vanadis[®] 6). A composição química alterada favoreceu a formação de um produto com microestrutura completamente homogênea com carbeto pequenos do tipo *MC* ricos em vanádio distribuídos uniformemente na matriz, isto portanto, fez deste material um aço especial, pois ao mesmo tempo que os carbeto não promovem a iniciação de fissuras, eles conseguem proteger o aço do desgaste, tornando-os ideal para aplicação onde se exige longa durabilidade.

Mussa *et al.* (2020) abordam em seu artigo, o desenvolvimento de um novo aço para trabalho a frio PM *Uddeholm* Vancron[®] *SuperClean*. Neste estudo foi investigado o desgaste por aderência (*galling*) e fadiga de três aços: Vancron[®] *SuperClean*, Vanadis[®] 8 e Vancron[®] 40. Verificou-se que o V[®] 8 contém apenas uma fase de carbeto *MC* tipo VC, o Vancron[®] 40 uma mistura de carbeto ricos em molibdênio e tungstênio (*M₆C*) e carbonitretos tipo VCN e o Vancron[®] *SuperClean* contém apenas carbonitretos tipo VCN. Os experimentos evidenciaram que o Vancron[®] *SuperClean* possui uma melhor resistência a lascagem e à nucleação de fissuras devido à fadiga, confirmando o benefício

da fase de carbonitretos na resistência de ferramentas como punções utilizadas em ferramentas para trabalho a frio.

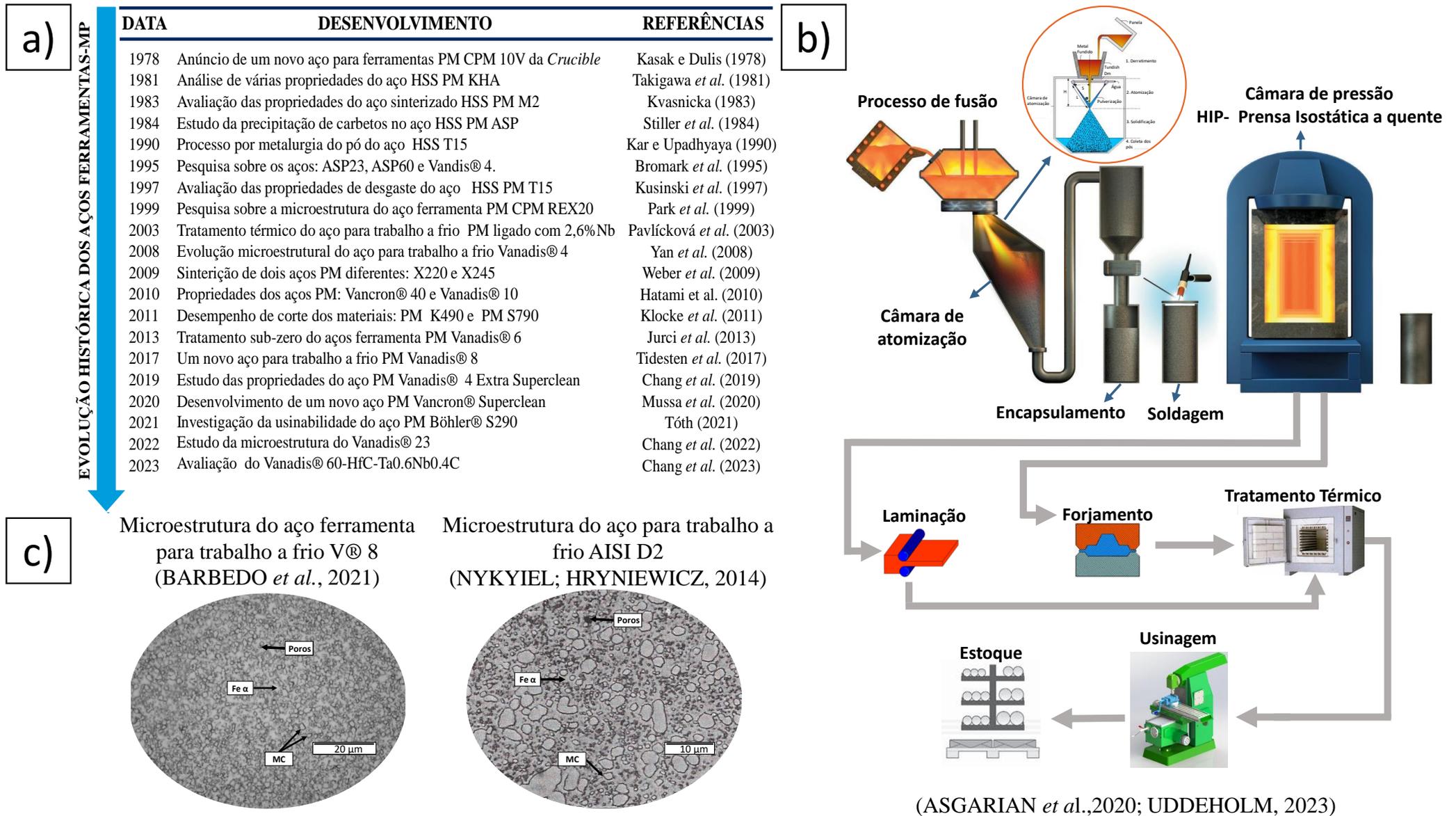
Tóth (2021) investigou a qualidade de superfície do aço ferramenta PM Böhler S290 após o processo de corte por eletroerosão a fio (*Wire Electrical Discharge Machine*-WEDM). A pesquisa concluiu que é possível obter uma boa qualidade de superfície no aço Böhler S290 por meio do processo de WEDM, desde que os parâmetros de corte sejam selecionados adequadamente.

Chang, Chang e Huang (2022) estudaram os efeitos da adição de diferentes proporções de pós de carbeto de cromo (Cr_3C_2), carbeto de tântalo (TaC) e carbeto de titânio (TiC) aos pós de aço de HSS Vanadis[®] 23. Os dados mostraram que a adição de 0,6% em massa de Cr_3C_2 , 0,2% em massa de TaC e 0,2% em massa de TiC aos pós do Vanadis[®] 23, sinterizados a 1245°C por 1 hora, resultou em boas propriedades mecânicas. Além disso, carbonetos refinados (tipo MC , M_6C e M_7C_3) precipitaram dentro dos grãos após tratamento térmico, resultando em um aumento da resistência à ruptura transversal.

Chang, Chen e Huang (2023) abordam a avaliação da microestrutura, austenita retida e propriedades mecânicas de um compósito de matriz de aço Vanadis[®] 60-HfC- $Ta_{0,6}Nb_{0,4}C$. Neste estudo foram adicionados diferentes proporções de pós de carbeto de hafnio (HfC) e de $Ta_{0,6}Nb_{0,4}C$ aos pós de aço rápido Vanadis[®] 60, e, em seguida, o material foi sinterizado a vácuo com temperaturas de 1215° a 1260°C por 1 h. Os resultados apresentaram uma temperatura ideal de sinterização de 1230°C e uma quantidade em massa de 0.5% HfC e 0.5% em massa de $Ta_{0,6}Nb_{0,4}C$. Os dados dos experimentos da microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e difração de elétrons retroespalhados (EBDS) mostraram que carbetos tipo (MC , M_6C e M_7C_3 e $M_{23}C_6$) apareceram no compósito após a sinterização a vácuo, tratamento térmico e tratamento sub-zero. Ou seja, o trabalho demonstrou que a adição de carbetos juntamente com uma combinação de parâmetros ótimos de sinterização a vácuo e tratamentos sub-zero, pode ser uma estratégia eficaz para melhorar as propriedades microestruturais e mecânicas dos compósitos de matriz de aço Vanadis[®] 60, abrindo caminho para aplicações em setores que exigem alta resistência e desempenho mecânico.

Conforme apresentado na Figura 2.1 (a) é feito um resumo mostrando a evolução microestrutural e os principais aços ferramenta desenvolvidos por MP ao longo dos anos.

Figura 2.1 – Evolução histórica microestrutural dos aços ferramenta fabricados por MP.



(ASGARIAN *et al.*, 2020; UDDEHOLM, 2023)

Embora a obtenção dos aços ferramenta ainda sejam amplamente realizadas por meio de rotas convencionais de metalurgia, onde o aço é fundido por exemplo no forno a arco elétrico (*Electric Arc Furnace-EAF*), um dos principais desafios enfrentados pelos especialistas na área de fundição está relacionado às taxas de resfriamento dos lingotes. Isso ocorre porque uma taxa de solidificação baixa e não uniforme resulta na segregação dos elementos de liga e na formação de carbeto primários grosseiros interdendríticos após o processo de solidificação. Como consequência, uma desvantagem significativa é a formação de uma microestrutura não homogênea, devido à alta segregação dos elementos de liga (Mahesh; Sankaran; Venugopal, 2012).

Nesse contexto, a metalurgia do pó emerge como o único processo capaz de solucionar esses problemas, o que tem levado ao crescente uso desse método na fabricação de aços ferramenta. A metalurgia do pó apresenta um grande potencial para produzir peças com distribuição uniforme de carbonetos devido à sua rápida solidificação. Atualmente, há inúmeras empresas em todo o mundo envolvidas na pesquisa e produção em larga escala desta técnica. Embora os números de produção não estejam amplamente disponíveis na literatura, o processo de atomização parece ser o mais utilizado pelas empresas fabricantes de aços ferramenta dentro do campo da metalurgia do pó (Chang; Zhao, 2013).

Na Figura 2.1 (b) é ilustrado como são fabricados os aços desenvolvidos por metalurgia do pó através da atomização. No início, materiais como: lingotes, barras ou blocos de aço são fundidos. Após a etapa de fusão, ocorre o processo de atomização, que envolve remoção de energia na forma de calor do metal fundido. Isso permite que o aço líquido seja separado em gotículas e, posteriormente, solidificado em forma de partículas. De acordo com o tipo de metal a ser fabricado, o processo de atomização é dividido em atomização por gás (*Gas of atomization process-GAP*) e atomização por água (*Water of atomization process-WAP*) (Asgarian *et al.*, 2020).

A atomização a gás ocorre quando o aço fundido é vazado dentro da câmara atomizadora e passa através de um orifício de dimensão controlada e entra em contato com um jato de alta pressão de gás inerte (argônio) ou ar e nitrogênio, através de bicos posicionados ao redor do bocal. A escolha do fluido depende do tipo de metal a ser aplicado, sendo que metais facilmente oxidáveis geralmente requerem o uso de gás inerte. O tamanho das partículas resultantes depende de diversos fatores, tais como taxa de fluxo do metal, o gás escolhido, pressão, dimensões do orifício e dos bicos de alta pressão, e temperatura do metal fundido (Seki *et al.*, 1990). Já a atomização a água é um processo bem similar a atomização por gás. Consiste na injeção de jatos de água de alta pressão contra o metal em estado líquido. Existem duas distinções principais em relação à atomização por gás. A primeira

diferença é com relação a geometria das partículas, pois com a utilização da água, o calor presente no metal líquido é extraído de forma mais eficiente, acelerando a solidificação do metal. Com isso, as partículas se formam com morfologia irregular com superfície rugosa. A segunda distinção é com relação a oxidação que ocorre quando a água entra em contato com o metal (Neikov, 2009).

Após o processo de atomização, o pó obtido passa por coleta e é inserido em moldes metálicos antes de ser consolidado por prensagem isostática a quente (*Hot isostatic pressing*-HIP). Durante o processo de encapsulamento, é essencial selar o molde para evitar qualquer contaminação externa no pó. Empresas como a Uddeholm, realizam o encapsulamento imediatamente após a atomização (Figura 2.1 (b)), garantindo a ausência de contaminação. A etapa de estabilização do compactado na prensa isostática a quente normalmente é conduzida a uma pressão de 100 MPa e temperatura média de 1100 °C. O tempo de processamento varia dependendo do material e do tamanho do recipiente. Após o processo de HIP, o produto passa por operações como laminação, forjamento, tratamento térmico, usinagem e estoque a fim de deixar o aço pronto para ser vendido comercialmente (Uddeholm, 2023; Lagutkin *et al.*, 2004; Tornberg; Fölzer, 2002).

Na Figura 2.1 (c) é apresentado uma comparação entre a microestrutura do aço V[®] 8 produzido por MP e o aço ferramenta similar classe D2 fabricado pelo processo convencional de fundição. Pode-se notar que, na metalurgia convencional, os carbeto são grandes e distribuídos de forma não uniforme na matriz, enquanto no aço MP, ocorre um refinamento dos carbeto distribuídos de forma homogênea na matriz (Barbedo *et al.*, 2021; Nykiel; Hryniewicz, 2014).

2.2 Efeitos dos elementos de liga

Os aços ferramenta possuem características distintas que são influenciadas pelos elementos de liga presentes em sua composição. Estas características variam de acordo com a capacidade do elemento químico de estabilizar a ferrita (α) em temperatura ambiente (elementos alfa-gêneos), ou a austenita (elemento gama-gêneos) (γ) (Tabela 2.1). Além disso, aos elementos que tem afinidade com o carbono se dá nome de elementos carburígenos (Mesquita, 2016).

Tabela 2.1 – Elementos de liga alfa-gêneos, gama-gêneos e os sublinhados são carburígenos.

Elementos Alfa-gêneos			Elementos Gama-gêneos	
<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)

Os elementos de liga desempenham um papel fundamental na modificação das propriedades dos aços ferramenta em relação à temperabilidade, quantidade e natureza dos carbonetos, bem como nas propriedades mecânicas após tratamento térmico. Essas modificações resultam no aumento da resistência mecânica das peças, na redução da distorção durante o tratamento térmico do aço, no aumento da resistência ao desgaste e na estabilidade dimensional em altas temperaturas (Hwang; Lee; Lee, 1998). Na Tabela 2.2 será apresentado um resumo dos efeitos que os principais elementos de liga exercem nos aços ferramenta.

Tabela 2.2 – Efeito dos principais elementos de liga nos aços ferramenta.

Elemento	Função	Propriedade	Referência
C	Favorece a formação de carbetos do tipo MC , sendo que a quantidade ideal depende de como os elementos de liga se interagem.	É o elemento de liga mais importante no aço. Propriedades como: resistência, ductilidade, temperabilidade e soldabilidade estão diretamente ligadas a este composto.	Roberts, Kennedy e Krauss (1998)
Mo	Atua como formador de carbetos do tipo M_2C . O Molibdênio em temperaturas em torno $700^{\circ}C$ a $800^{\circ}C$ torna os carbonetos do tipo M_2C instáveis, transformando-os em carbonetos do tipo M_6C .	Durante o processo de revenimento, o molibdênio pode induzir o endurecimento secundário, resultando em um aumento na resistência à fluência de aços de baixa liga em altas temperaturas.	Totten (2006)
Cr	O cromo é um elemento que apresenta características alfacéneas, em geral, estabiliza a ferrita. Ele eleva a temperabilidade do aço e promove a formação de carbonetos, como: $Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3 e Cr_3C .	Aumentam a dureza, tenacidade, resistência à oxidação e corrosão em teores acima de 11%, aumenta a temperabilidade.	Lazic <i>et al.</i> (2010)
V	Atua como estabilizador da ferrita e forma carbonetos do tipo MC . Inibem o crescimento de grão e quando combinados com o C e N podem formar carbonitretos que melhoram significativamente a resistência à fluência	Aumentam dureza a quente, temperabilidade, geralmente são pequenos e tem alta estabilidade térmica, por isso agem como barreiras, impedindo o crescimento de grão durante a austenitização.	Toit e Naudé (2011)
Si	Endurece o aço em baixas concentrações (até 1%). Altas concentrações promovem a redução de ductilidade. Auxilia na desoxidação, grafitação e aumento de fluidez.	Aumentam dureza a quente, temperabilidade, geralmente são pequenos e tem alta estabilidade térmica, por isso agem como barreiras, impedindo o crescimento de grão durante a austenitização.	Højerslev (2001)
Mn	Estabiliza a fase austenita, fraco formador de carbetos e se não estiverem presentes no aço, formam-se sulfuretos de ferro (FeS).	Aumentam a temperabilidade, soldabilidade, limite de resistência à tração e usinabilidade .	Bramfitt (2002)

Fonte: Autor

2.3 Formação de Carbetos nos aços ferramenta

Nos aços ferramenta, a formação de carbeto desempenha um papel fundamental na determinação das propriedades mecânicas, como dureza e resistência ao desgaste. Os carbeto são fases cristalinas compostas principalmente por carbono e outros elementos de liga, como ferro, cromo, vanádio, molibdênio e tungstênio. Eles são essenciais para melhorar a resistência e a durabilidade dos aços ferramenta (Blaha *et al.*, 2002).

Existem três tipos principais de carbeto nos aços ferramenta:

- Primários;
- Secundários;
- Terciários.

Os carbeto primários são formados durante a etapa de solidificação do aço ferramenta. Eles são precipitados durante a solidificação e não se dissolvem nas etapas posteriores. Esses carbeto são maiores, com tamanho acima de $5 \mu\text{m}$, e sua formação está relacionada à composição química do aço, aos elementos de liga presentes, à taxa de resfriamento e a outros fatores. A formação dos carbeto primários ocorre principalmente durante a solidificação e está ligada à segregação de elementos de liga, como o carbono (Presoly *et al.*, 2023).

Os carbeto secundários são formados durante os tratamentos térmicos dos aços ferramenta, como recozimento, revenimento e austenitização para endurecimento. Eles precipitam em temperaturas superiores a 500°C , onde os elementos de liga têm mobilidade suficiente para se difundir e formar carbeto complexos. Os carbeto secundários são classificados como grandes (com tamanho entre $1 \mu\text{m}$ e $5 \mu\text{m}$) e pequenos (com tamanho igual ou inferior a $1 \mu\text{m}$). A formação desses carbeto secundários está relacionada à morfologia e à temperatura do tratamento térmico, assim como à difusão dos elementos de liga (Mesquita, 2016).

Os carbeto terciários são menos comuns e são formados durante a usinagem e trabalho mecânico das ferramentas. Eles se formam quando as ferramentas são submetidas a temperaturas superiores a 650°C .

De maneira geral, a Tabela 2.3 apresenta uma lista dos carbonetos mais frequentemente encontrados nos aços ferramenta, descrevendo seus tipos e características principais.

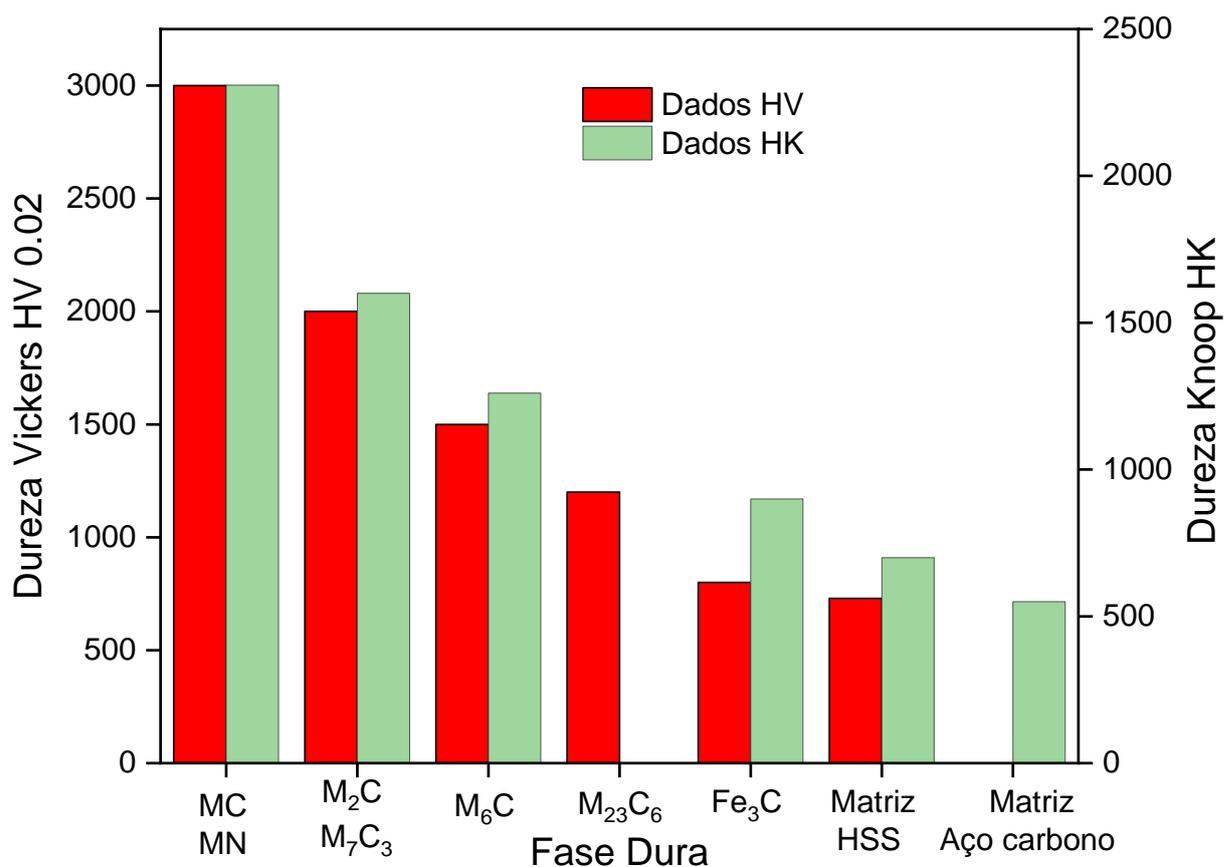
Tabela 2.3 – Características dos carbeto de elementos de liga nos aços ferramenta.

Carbetos	Estrutura Cristalina	Observações
M_7C_3	Hexagonal	Estes carbeto mais comuns em ligas à base de cromo. São conhecidos por sua resistência à dissolução em altas temperaturas e sua alta dureza, tornando-os resistentes à abrasão. Esses carbeto são frequentemente encontrados em ligas de aços rápidos HSS.
M_3C	Ortorrômbica	São conhecidos como carboneto do tipo cementita Fe_3C . Eles podem ser compostos por diferentes elementos, sendo os mais comuns Fe, Mn e Cr, e ocasionalmente incluem W, Mo e V em menor frequência.
M_6C	Cúbica de Face Centrada	Carbeto ricos em W e Mo. Podem conter quantidades moderadas de Cr, V, Co. Presente nas ligas HSS. Extremamente resistentes à abrasão.
$M_{23}C_6$	Cúbica de Face Centrada	Encontrada em aços com alto teor de cromo e aços rápidos. O cromo pode ser substituído pelo Fe na formação de carbeto com W e Mo.
M_2C	Hexagonal	Estes carbeto são ricos em W ou Mo, surgem após o processo de têmpera. Eles têm capacidade de dissolver de forma significativa no cromo.
MC	Cúbica de Face Centrada	Estrutura composta por carbeto ricos em Vanádio. São resistentes à dissolução, mas uma pequena quantidade que se dissolve durante o endurecimento secundário é reprecipitada, contribuindo para o aumento da dureza.

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

Na Figura 2.2 é apresentada uma dureza relativa entre os diferentes tipos de carboneto de liga encontrados em aços ferramenta. Observa-se que a cementita possui uma dureza significativamente menor em relação aos carboneto de liga. Em geral, quanto maior a quantidade de carboneto presentes e o teor de carbono na estrutura do aço, maior será a resistência do material para operações de usinagem em altas velocidades de corte.

Figura 2.2 – Microdureza relativa de diferentes tipos de carbeto nas matrizes de aços ferramenta.



Fonte – Adaptado de Toboła e Kania (2018)

2.4 Aços ferramenta para trabalho a frio *Super Clean Uddeholm*

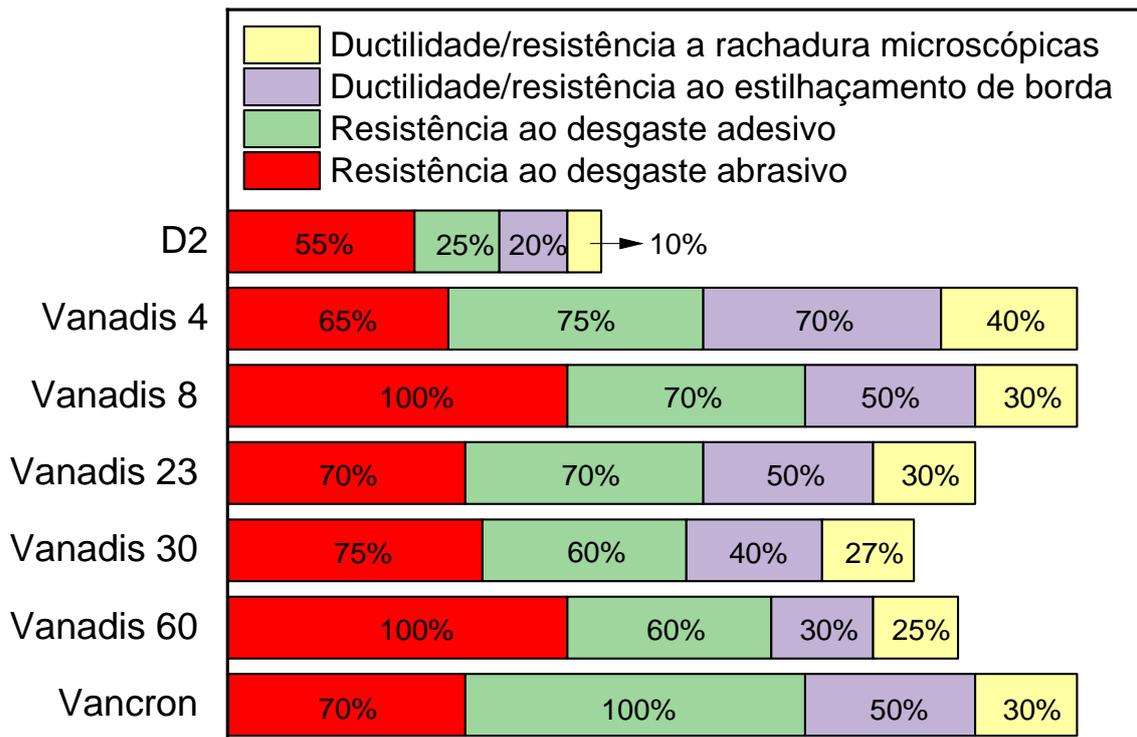
Os aços Vanadis e Vancron da família *Super Clean* são aços ferramenta fabricados por MP da empresa "*Uddeholm a voestalpine company*", desenvolvidos para aplicações que exigem alta resistência ao desgaste, durabilidade e tenacidade. Eles são amplamente utilizados em dispositivos e ferramentas de conformação que desempenham função em processos como: estampagem profunda, forjamento a frio, operações de corte e outras aplicações que requerem ferramentas robustas e de longa vida útil (Brazil, 2023).

A principal característica dos aços da família Vanadis é a presença de diferentes tipos de carbeto dispersos em sua matriz. A classificação desses aços é baseada em sua composição química, especialmente a concentração de vanádio (V), bem como o tipo de carbeto presentes. Os carbeto desempenham um papel importante na obtenção de propriedades mecânicas otimizadas, como alta dureza e resistência ao desgaste (Uddeholm, 2023).

Dentre os aços da nova geração *Super Clean*, destacam-se o: Vanadis[®] 4 Extra, Vanadis[®] 8, Vanadis[®] 23, Vanadis[®] 30, Vanadis[®] 60 e Vancron[®].

A Figura 2.3, mostra uma análise comparativa das propriedades mecânicas, como resistência ao desgaste abrasivo e adesivo, ductilidade, dureza e resistência a rachadura, entre os aços da *Uddeholm* família *Super Clean* fabricados por meio do processo de metalurgia do pó e um aço de referência D2 fabricado pelo método convencional. Essa comparação foi realizada considerando sua aplicação em trabalhos a frio.

Figura 2.3 – Propriedade mecânicas dos aços *Uddeholm Super Clean* em comparação ao aço D2.



Fonte – Adaptado de Brazil (2023)

2.5 Vanadis[®] 8

O aço V[®] 8 apresenta uma composição química específica, que inclui concentrações significativas de vanádio, cromo e molibdênio, além de uma alta concentração de carbono. Essa combinação de elementos é responsável por suas propriedades únicas. O aço é fabricado pela rota da metalurgia do pó, que permite a obtenção de uma microestrutura desejada e propriedades superiores.

O V[®] 8 se destaca por sua excelente resistência mecânica e ao desgaste abrasivo e adesivo. Sua alta resistência à compressão, boa ductilidade e elevada dureza são características importantes para a fabricação de materiais com alto desempenho.

Uma característica particularmente interessante desse aço é a ótima combinação entre resistência ao desgaste e tenacidade, que geralmente são consideradas propriedades opostas. Devido às suas propriedades superiores, o aço Vs[®] 8 é amplamente utilizado na indústria para a fabricação de componentes de operações de corte e cisalhamento, moldes, forjas a frio, matrizes para compactação de pós, facas, extrusoras e outras diversas aplicações. Sua elevada resistência ao desgaste e ao lascamento, juntamente com sua usinabilidade e estabilidade dimensional durante o tratamento térmico e superficial, contribuem para uma maior vida útil e redução de custos para produção (8, 2023).

Tidesten *et al.* (2017) comparam em seu artigo os ajustes da composição química dos aços Vanadis da velha geração em relação a nova geração *Super Clean*. Notou-se neste trabalho que a diferença entre a nova e velha geração é explicada pela formação dos carbeto (Tabela 2.4). Nos aços da velha geração V[®]6 e V[®]10 foi encontrado apenas carbeto do tipo *MC* (carbeto ricos em vanádio) e carbeto *M₇C₃* (carbeto ricos em cromo), em contrapartida, para os aços da nova geração V[®]8 e V[®]4 Extra foi encontrado apenas carbeto do tipo *MC*.

A resposta para isso está no fato de que os carbeto *MC* tem maior dureza, e em comparação a termos de microestrutura, os carbeto *M₇C₃* durante a solidificação precipitam primeiro, ou seja, eles tem mais tempo de crescerem e são mais grosseiros. O resultado dos aços da nova geração são produtos com microestrutura totalmente uniforme, apresentando carbeto pequenos distribuídos de forma homogênea na matriz. Particularmente no V[®]8 os carbeto tipo *MC* tem a função de evitar o surgimento de fissuras e proteção contra o desgaste.

Tabela 2.4 – Composição química e formação de carbeto nos aços da família Vanadis.

Aço	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%V	% <i>MC</i>	% <i>M₇C₃</i>	% Carbeto
Velha Geração									
V [®] 6	2,1	0,4	0,4	4,8	3,6	8,0	11	6	17
V [®] 10	2,9	0,4	0,4	4,7	3,5	3,7	19	6	25
Nova Geração									
V [®] 8	2,3	1,0	0,4	6,8	3,6	8,0	18	–	17 8
V [®] 4	1,4	0,5	0,5	8,0	1,5	9,8	9	–	9

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

2.6 Tratamento térmico

Tratamento térmico (TT) dos aços consiste em aquecer o material a uma temperatura precisa e, em seguida, resfriá-lo, podendo ser em diferentes meios como: como óleo, água ou ar, a taxas variáveis. O objetivo deste processo é modificar as propriedades físicas e mecânicas dos materiais, visando atender às demandas específicas de suas aplicações. Isso inclui a melhoria da resistência, dureza, ductilidade, tenacidade, além do refinamento da microestrutura.

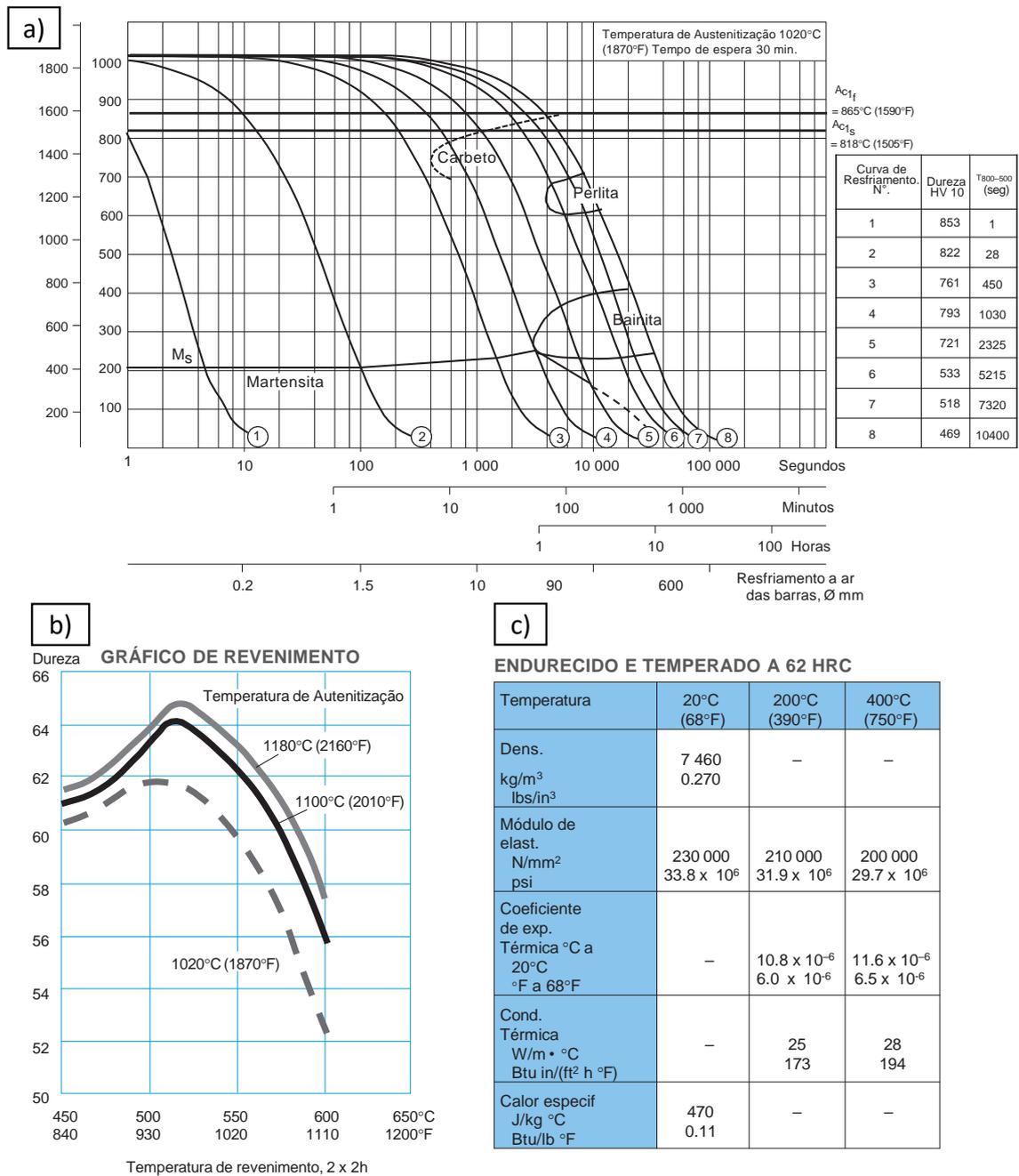
O tratamento térmico também é aplicado para aliviar tensões internas, recuperar as propriedades após deformação a frio e ajustar características como resistência ao desgaste e resistência à corrosão. Para isso, é fundamental planejar e executar o tratamento térmico com precisão, considerando o tipo de material, objetivos desejados e parâmetros adequados de tempo, temperatura e taxa de resfriamento (Rajan; Sharma; Sharma, 2011).

No caso dos aços Vanadis, uma prática comum é a *Uddeholm* disponibilizá-los em estado recozido por dois motivos. Primeiro, isso facilita os processos de usinagem e conformação mecânica, uma vez que os aços temperados e revenidos tendem a apresentar alta dureza, dificultando essas etapas. Segundo, permite que o cliente selecione o tratamento térmico adequado de acordo com sua necessidade.

Devido ao processo de Metalurgia do Pó utilizado na fabricação dos aços Vanadis, os carbeto já se encontram refinados e homoganeamente dispersos na matriz. Portanto, normalmente não é preciso tratamentos adicionais como normalização e esferoidização.

Na Figura 2.4 (a), (b), e (c) é mostrado um resumo com relação a curva TTT do aço V[®]8, gráfico de têmpera, e por fim, as propriedades mecânicas para o aço temperado a uma dureza específica de 62 *Rockwell C* (HRC).

Figura 2.4 – Tratamento térmico do aço V[®]8. (a) Curva TTT, (b) Têmpera e (c) Propriedade físicas.



Fonte – Adaptado de 8 (2023)

2.6.1 Aumento da resistência mecânica por meio da dureza nos aços ferramenta

O ajuste da resistência mecânica por meio da dureza pode acontecer em três fases nos aços ferramenta: primeiro é o endurecimento durante a etapa de austenitização, segundo o resfriamento ou têmpera, e terceiro o revenimento. Durante todas estas fases é essencial manter um controle preciso da temperatura, taxa de aquecimento e velocidade de resfriamento, a fim de reduzir ao mínimo dis-

torções, tensões residuais e fissuras. O endurecimento tem a capacidade de aumentar a precipitação e a resistência por meio da solução sólida (Roberts; Kennedy; Krauss, 1998).

2.6.2 Têmpera

A otimização do tratamento térmico de aços requer um conhecimento preciso da temperatura e do tempo de austenitização. Uma temperatura excessiva ou um tempo prolongado durante esse estágio pode resultar em problemas como crescimento de grão, empenamento, distorções, diminuição da resistência mecânica e perda de ductilidade.

Para evitar essas complicações, são realizadas várias etapas de pré-aquecimento com patamares estabelecidos.

Uma vez que a austenitização é concluída, os aços são temperados usando meios como óleo, ar, água, banho sal ou pressão de N_2 em forno a vácuo. A formação de martensita e a temperabilidade dos aços estão diretamente relacionadas à presença de elementos de liga, como carbono, manganês, cromo e molibdênio. Esses elementos deslocam a curva TTT para a direita, reduzindo as taxas de resfriamento para formação da martensita. Já a dureza do aço no estado recozido é influenciada principalmente pelos carbeto presentes na matriz. Durante a austenitização, alguns carbeto são dissolvidos na austenita, aumentando o teor de carbono e elementos de liga, resultando em maior dureza após a têmpera (Chang; Chen; Huang, 2023).

Carbeto com alta estabilidade térmica desempenham um papel importante ao impedir o crescimento dos grãos austeníticos durante o tratamento térmico. Essa característica contribui para a resistência ao desgaste dos aços. A fração volumétrica desses carbeto é um fator crucial para controlar o tamanho do grão austenítico.

Portanto, a eficiência do controle do tamanho de grão está diretamente relacionada à presença e distribuição dos carbeto (Kim *et al.*, 2015). Em resumo, o tratamento térmico da têmpera nos aços envolve a austenitização, dissolução de carbeto, resfriamento rápido e formação de martensita. O resultado de dureza no aço depende da presença e quantidade de carbeto na matriz, assim como da composição da matriz e do controle do tamanho de grão. A Tabela 2.5 faz um resumo sobre os carbeto formados nos aços Vanadis antes e depois do tratamento térmico.

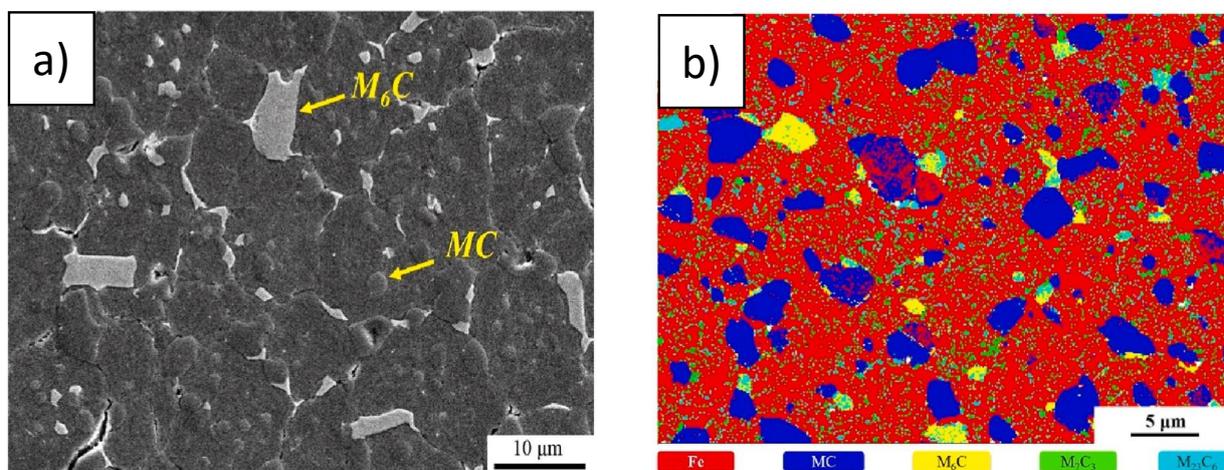
Tabela 2.5 – Carbetos antes e após a têmpera nos aços Vanadis.

Aço	Resfriamento	Carbetos antes do TT	Carbetos depois do TT	Referência
V [®] 6	Óleo	MC (Predominante) e M_7C_3	MC (Predominante)	Jurči <i>et al.</i> (2013)
V [®] 10	Água	MC (Predominante) e M_7C_3	MC (Predominante) e M_7C_3	Baykara e Bedir (2017)
V [®] 4	Gás de N_2 a 0.5 MPa durante 60 min.	MC (Predominante) e M_7C_3	—	Chang, Chuang e Huang (2019)
V [®] 23	Gás de N_2 a 0.8 MPa durante 30 min	MC (Predominante), M_6C e M_7C_3	MC (Predominante), M_6C , M_7C_3 e $M_{23}C_6$	Chang, Chang e Huang (2022)
V [®] 60	Gás de N_2 a 0.8 MPa durante 30 min	MC (Predominante), M_6C e M_7C_3	MC (Predominante), M_6C , M_7C_3 e $M_{23}C_6$	Chang, Chen e Huang (2023)

Fonte: Autor

Pela Tabela 2.5, após o tratamento térmico, os carbeto com alta estabilidade térmica são predominantes. O carbeto MC é destacado em todos os casos, enquanto na pesquisa Jurči *et al.* (2013), o carbeto M_7C_3 não foi encontrado após a têmpera, devido à sua solubilização na matriz austenítica.

A Figura 2.5 mostra uma análise do MEV (SE) da microestrutura de carbeto da amostra sinterizada do V[®]60, em comparação com a análise do MEV (EBDS) da amostra após tratamento térmico (Chang; Chen; Huang, 2023).

Figura 2.5 – MEV do V[®]60. (a) MEV (SE) antes do TT, (b) MEV (EBDS) após TT.

Fonte – Chang, Chen e Huang (2023)

2.6.3 Revenimento

A martensita é uma estrutura cristalina formada após o processo de tratamento térmico de têmpera com o objetivo de aumentar a dureza e resistência mecânica. No entanto, possui propriedades indesejáveis, como extrema rigidez e fragilidade. Materiais que contêm altos níveis de elementos de liga, podem desenvolver fissuras durante o processamento devido à alta tensão interna, tornando esses tipos de aço inutilizáveis, devido à perda de capacidade de absorção de energia (Aghajani *et al.*, s.d.).

Para investigar os problemas causados pela tensão interna, é recomendado realizar o tratamento de revenimento logo após a têmpera. O revenimento envolve o aquecimento do aço a uma temperatura abaixo da temperatura de austenitização por um período específico, a fim de equilibrar a temperatura e obter as propriedades mecânicas desejadas. Em aços ferramenta altamente ligados, a microestrutura resultante da transformação martensítica consiste em martensita (α'), austenita retida (γ_R) e carbeto que não foram dissolvidos durante a austenitização (Yarasu; Hornik; Jurci, 2023).

A martensita é metaestável e isto está relacionado ao aprisionamento de átomos nos interstícios da austenita. O tratamento de revenimento fornece energia para a difusão, permitindo que o carbono saia da supersaturação e forme carbeto. Dependendo da temperatura e do número de etapas de revenimento, toda a austenita retida pode se transformar em martensita revenida, resultando em um endurecimento secundário e uma estrutura mais estável. Assim, a presença de diferentes tipos de carbeto, como MC , M_7C_3 e M_2C , está relacionada à composição química do aço e aos parâmetros do tratamento térmico. A formação desses carbeto pode afetar a resistência mecânica, mas quando o aço contém elementos fortes formadores de carbeto, como cromo, vanádio e molibdênio, a recuperação da resistência mecânica acontece pela precipitação de carbeto finos e densos (Tidesten *et al.*, 2017).

2.7 Reciclagem de metais com alto valor agregado

A reciclagem desempenha um papel fundamental na preservação dos recursos naturais e na redução do impacto ambiental causado pela extração e produção de novos materiais. Entre os diferentes tipos de materiais recicláveis, os metais de alto valor agregado, especialmente aqueles fabricados por metalurgia do pó, como é o caso dos aços da família *Super Clean* da *Uddeholm*, desempenham um papel significativo na indústria metal mecânica (Cera *et al.*, 2023).

Segundo a associação Steel (2023), o consumo de aço pode variar entre em regiões do mundo devido a guerra na Ucrânia, no entanto, esta instituição realizou uma previsão de demanda por aço em 2023 que atinge a 1881,4 milhões de toneladas. Apesar deste número representar um crescimento de 2,2% em relação a 2022, a Recycling (2021) apresenta em seu relatório, que no ano de 2021 o valor de utilização de sucatas do aço chegou a ser 79,7% da produção mundial. Ou seja, embora a reutilização do aço esteja aumentando, existe muito espaço para o reaproveitamento.

Sendo assim, a busca pelo desenvolvimento sustentável tem se tornado uma preocupação central nas tomadas de decisão e ações estratégicas das grandes empresas. Neste contexto, a indústria metalúrgica em particular, enfrenta desafios significativos devido ao seu alto consumo de recursos naturais.

No entanto, é possível encontrar soluções inteligentes que otimizem o uso desses recursos e reduzam o impacto ambiental. Um exemplo é o reaproveitamento de aços ferramenta por meio da MP, que oferece vantagens em relação ao processo convencional, como principal exemplo temos a redução de consumo energético e a minimização da utilização de recursos não-renováveis. Além disso, este processo possibilita a produção de peças com geometrias complexas, controle rigoroso da composição química e distribuição uniforme de carbeto na matriz (Birat, 2020).

Materiais de alto desempenho como é o caso dos aços ferramenta produzidos por metalurgia do pó, quando chegam ao fim de sua vida útil, são descartados ou submetidos a um processo de refusão. Esse fluxo de resíduos abre espaço para estudos visando reduzir o descarte inadequado no meio ambiente, além de analisar uma rota economicamente viável para reutilização e fabricação de novos produtos (Silveira *et al.*, 2022).

Diversos trabalhos foram desenvolvidos no sentido de reaproveitar cavacos. Entre eles destacam-se: Dias (2018) que investigou a influência da adição de carbeto na reciclagem dos cavacos da liga da série X22 por metalurgia do pó, Kuffner (2018) que caracterizou e produziu um biocompósito de aço inox 316L com β -TCP, Mendonça (2018) que pesquisou a produção do compósito dúplex-carbeto por meio da moagem de alta energia, entre outros.

Sendo assim, esta pesquisa tem como objetivo viabilizar a reutilização dos cavacos gerados pela usinagem de um material de alto valor agregado, o V[®] 8, e assim promover a investigação de estudos que dão significado às abordagens inteligentes, explorando constantemente os métodos inovadores de reciclagem.

2.8 Metalurgia do pó

A MP é um processo de fabricação mecânica que se diferencia dos métodos tradicionais por não utilizar material fundido. Em vez disso, utiliza-se uma mistura de pós metálicos e não metálicos como matéria-prima para a fabricação de peças. Esta técnica permite a criação de materiais com propriedades químicas e físicas difíceis de serem encontradas em outros processos (Samal; Newkirk, 2015).

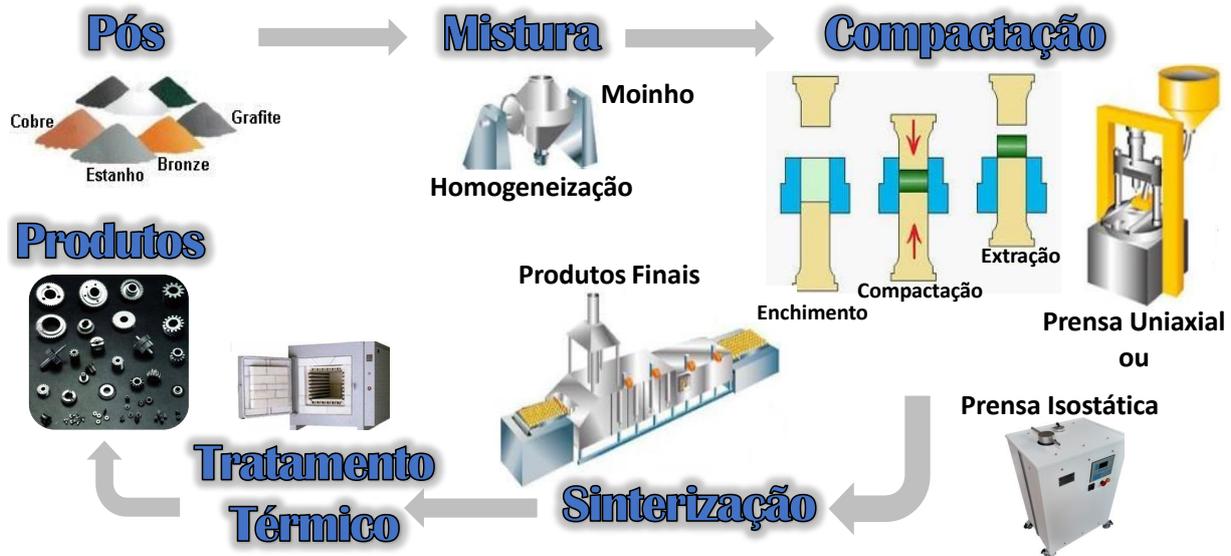
Uma das vantagens da metalurgia do pó é a capacidade de produzir peças com geometrias complexas dentro de tolerâncias específicas. Além disso, oferece um controle preciso da composição química e uma distribuição homogênea de componentes na matriz. O processo também elimina etapas de usinagem adicionais e resulta em uma redução mínima de desperdício de matéria-prima. A eficiência energética e a facilidade de automação são outras vantagens desse método (Akhtar *et al.*, 2018).

O emprego deste processo vem crescendo muito ao longo dos anos, e graças às suas vantagens podemos ver aplicação desta técnica em diversas pesquisas como:

- Ligas de alta entropia como o material $CrMnFeCoNi$ de alta resistência (Xing *et al.*, 2023).
- Material com gradação funcional SS316L/ Al_2O_3 para potenciais aplicações biomédicas (Canpolat; Çanakçı; Erdemir, 2023).
- Processos inovadores de produção de Ti a partir da MP com aplicação na indústria aeroespacial (Miko *et al.*, 2023);
- Compósitos de matriz metálica AA7178 reforçados com nanopartículas de SiC e TiO_2 (Bharat; Bose, 2023), entre inúmeros outros trabalhos que poderiam ser citados.

Conforme apresentado na Figura 2.6, o processo de metalurgia do pó envolve quatro etapas fundamentais: obtenção dos pós e mistura, compactação, sinterização e tratamento térmico. Os pós podem ser obtidos por diferentes técnicas, como atomização, eletrólise, moagem ou métodos químicos e físico-químicos. A compactação é realizada aplicando-se pressão aos pós, podendo ser em prensas mecânicas, isostáticas a frio ou a quente, entre outras. Em seguida, ocorre a sinterização, que é um processo controlado de aquecimento abaixo do ponto de fusão dos materiais, promovendo a coalescência das partículas, e por fim o tratamento térmico.

Figura 2.6 – Sequência da Metalurgia do Pó.



Fonte – Adaptado de SANTOS (2018)

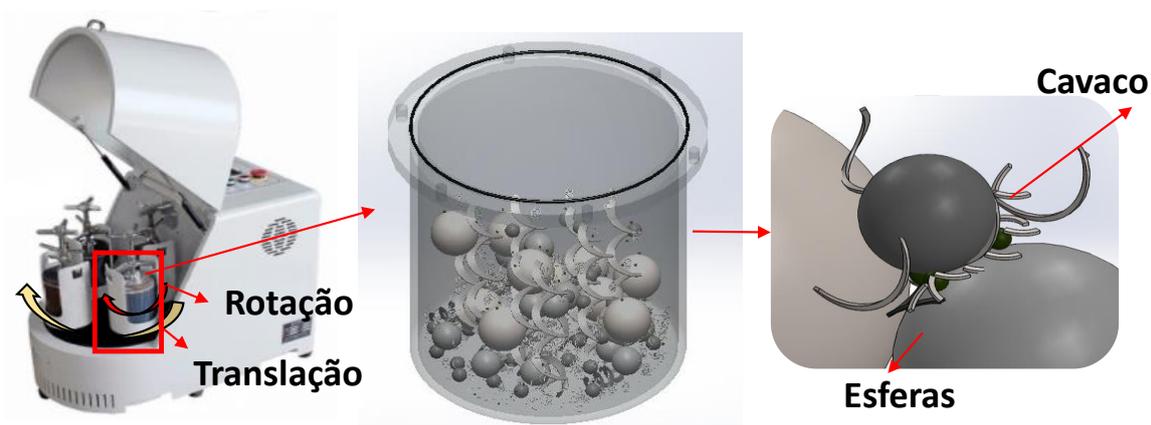
2.8.1 Moagem de alta energia

A metalurgia do pó tem utilizado a técnica conhecida como MAE desde a década de 1960, demonstrando alta eficiência e eficácia na produção de pós nanocristalinos, pós intermetálicos, pós compósitos e nanocompósitos. Esse método consiste na mistura de pós e engloba parâmetros que influenciam na distribuição granulométrica e no tamanho das partículas, resultando em mudanças significativas na microestrutura, como a alteração na estrutura ordenada dos átomos em um material cristalino e reações químicas devido às altas energias envolvidas (Zhang, 2004).

Entre as opções disponíveis economicamente viável para a homogeneização da mistura de pós e a redução do tamanho das partículas, destaca-se a MAE. A MAE consiste em dois processos fundamentais: a *mechanical milling* e *mechanical alloying*. A *mechanical milling* envolve a moagem de pós com composição uniforme, como metais puros, intermetálicos ou pós ligados, dispensando a necessidade de transferência de material para obter a homogeneização. Em contrapartida, a *mechanical alloying* é responsável pela formação de ligas, promovendo a homogeneização de pós de diferentes metais com distintas composições químicas (Suryanarayana, 2001).

A Figura 2.7 apresenta um moinho planetário com um vaso contendo esferas que, ao serem submetidas ao movimento de rotação e translação, colidem entre si, resultando em uma série de etapas sucessivas, como deformação plástica, fratura e soldagem a frio (Gorrasi; Sorrentino, 2015).

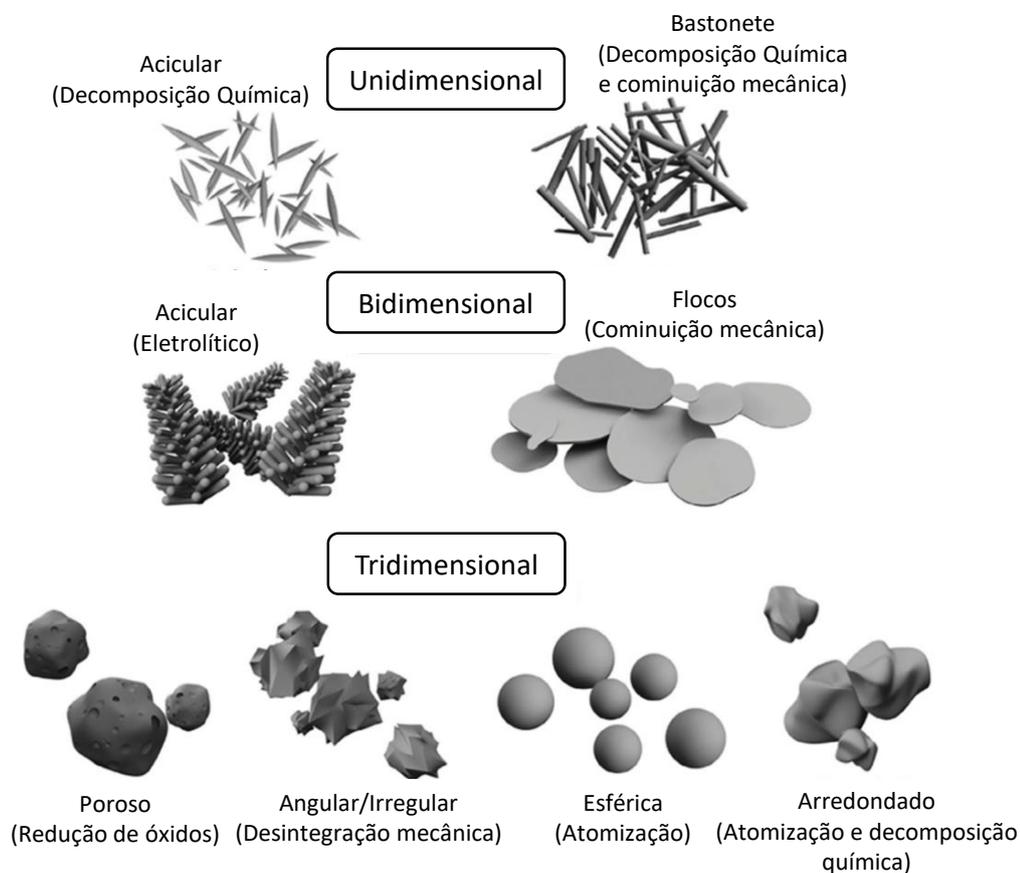
Figura 2.7 – Obtenção dos pós.



Fonte – Adaptado de Barbedo *et al.* (2021)

Nessa abordagem da MAE, há uma transferência de energia que resulta em atrito e desgaste, no qual as partículas podem adquirir diferentes morfologias, sendo assim, é apresentado na Figura 2.8 a alteração das formas dos grãos de pó inerente aos diferentes processos de fabricação.

Figura 2.8 – Obtenção dos pós.



Fonte – Adaptado de Bulut *et al.* (2021)

A MAE utiliza uma variedade de variáveis para alcançar a formação de fases e reduzir o tamanho de partículas de materiais sólidos. No entanto, seu processo é dividido em três categorias distintas quando aplicado a metais e suas ligas, sendo eles: processo dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil.

2.8.1.1 Dúctil-dúctil

Nos componentes dúctil-dúctil, ocorre a soldagem dos aglomerados de pó nas superfícies das esferas de moagem. A combinação de componentes dúcteis é crucial na MAE, sendo necessário ter pelo menos de 15% a 20% de um componente dúctil para obter uma liga. Essa justificativa pode ser atribuída aos processos sequenciais de soldagem a frio, endurecimento, fratura e ressoldagem. Durante o processo de moagem, os pós dúcteis são achatados e soldados a frio, formando estruturas lamelares. Em seguida, ocorre a modificação da morfologia das partículas, passando de equiaxial para estruturas fragmentadas. A soldagem aleatória das partículas de pós equiaxiais leva à formação da liga, resultando em soluções sólidas, fases intermetálicas e fases amorfas (Suryanarayana, 2001).

2.8.1.2 Dúctil-frágil

Neste processamento estão as moagens que envolvem a adição de carbetos em pequenas frações para aumentar a eficiência de cominuição e as ligas ODS (*Oxide dispersion alloys*), onde partículas de óxidos são dispersas em uma matriz metálica dúctil. Durante a moagem, as colisões entre as partículas de pó e as esferas geram achatamento, fragilizando as partículas de materiais dúcteis. No entanto, os elementos frágeis não são uniformemente distribuídos e são retidos pela matriz dúctil. Com o tempo de moagem, as lamelas da matriz são refinadas e o espaço interlamelar diminui, permitindo acomodar as partículas de pó dúcteis. O sistema alcança estabilidade entre soldagem a frio, fratura e deformação, tornando a estrutura homogênea. A formação de uma liga em um sistema dúctil-frágil depende da solubilidade sólida do componente frágil na matriz dúctil. Durante a moagem, as partículas de pó dúctil são achatadas e as partículas frágeis quebradiças são fragmentadas e dispersas na matriz dúctil. Com o aumento do tempo de moagem, as partículas de pó dúcteis endurecem devido ao encruamento e são refinadas. As partículas quebradiças frágeis podem estar uniformemente distribuídas na matriz dúctil se forem insolúveis, mas se forem solúveis, ocorre a formação de uma liga entre os componentes dúctil e frágil, alcançando homogeneidade química (Suryanarayana, 2004; Barbedo *et al.*, 2021).

2.8.1.3 Frágil-frágil

De forma surpreendente, as ligas podem ser formadas em sistemas compostos de dois ou mais componentes frágeis, como exemplo são as ligas Si-Ge e Mn-Bi. A moagem de misturas de intermetálicos frágeis pode resultar na formação de fases amorfas. Durante a moagem, ocorre a fragmentação das partículas frágeis, reduzindo seu tamanho. No entanto, há um limite de cominuição em que as partículas se comportam de maneira dúctil e não podem ser reduzidas. Notavelmente, durante a moagem de sistemas frágil-frágil, o componente mais duro é fragmentado e incorporado ao componente mais macio. Embora a difusão seja um fator essencial para a formação de ligas em vários sistemas, constatou-se que a formação de ligas não ocorre em sistemas frágil-frágil (Si-Ge) em temperaturas muito baixas, enquanto. Durante a moagem de componentes frágeis, os mecanismos que contribuem para a transferência de material podem envolver deformação plástica facilitada pelo aumento de temperatura em uma região em específico, microdeformação em volumes sem defeitos, deformação superficial ou estado de tensão hidrostática nas partículas durante a moagem (Suryanarayana, 2001).

2.8.1.4 Parâmetros de processo da MAE

A técnica de MAE envolve uma série de variáveis, o que torna este processo complexo para ser equacionado. Sendo assim, para desenvolver uma MAE com microestrutura controlada e, em alguns casos, alcançar a formação de ligas desejada é necessário conhecer bem a relação dos parâmetros com a característica do pó no final da moagem. Dentre os parâmetros principais, destacam-se:

- Tipos de moinho;
- Tempo de moagem;
- Velocidade de moagem;
- Razão entre o peso do material e o peso das esferas;
- Porcentagem de volume ocupado do recipiente de moagem;
- Atmosfera de moagem;
- Agentes controladores de processo (ACP's).

Na Tabela 2.6 é detalhado um resumo especificando qual a importância de cada variável da MAE.

Tabela 2.6 – Principais parâmetros da MAE.

Variável (MAE)	Especificação	Referência
Tipos de moinho	Existem basicamente 3 tipos de moinho: Spex , Planetary ball mills e Attritor mills ./ Spex : Moinho de agitação de alta energia. Processa em média de 10 a 20g por vez. Possui alta eficiência devido à alta velocidade./ Planetary ball mills : Moinho que utiliza movimento planetário. Processa até 500g. Alta eficiência devido à ação planetária./ Attritor : Moinho que utiliza uma combinação de eixos giratórios e agitadores para realizar a moagem. Processa de 0,5 a 40 kg de pó. Eficiência variável dependendo das características do moinho e das impurezas presentes no sistema.	Aliofkhazraei (2015)
Tempo de moagem	É o parâmetro mais importante de um processo de moagem, pois busca alcançar um estado estável entre fratura e soldagem a frio das partículas de pó. É desejável que o pó seja moído apenas pelo tempo necessário e não além disso, a fim de evitar a contaminação excessiva e a formação de fases indesejáveis.	Suryanarayana (2001)
Velocidade de moagem	A velocidade de moagem é um parâmetro importante no processo de moagem, pois afeta a transferência de energia para o pó. Em altas velocidades de moagem, a temperatura dentro do recipiente pode atingir valores elevados. Isso pode ser vantajoso em alguns casos, onde a difusão é necessária para promover homogeneização e/ou ligação nos pós. No entanto, em outros casos, o aumento da temperatura pode ser desvantajoso, acelerando o processo de transformação e resultando na decomposição de fases metaestáveis ou supersaturadas formadas durante a moagem. Aumentar a velocidade de moagem resulta em desgaste excessivo das ferramentas de moagem, o que pode levar à contaminação do pó.	Suryanarayana (2004)
Razão massa/bola	BPR-Ball-to-Powder Weight Ratio : O BPR, ou a relação entre o peso das esferas e o peso do pó, pode influenciar a taxa na qual ocorre uma reação durante a moagem. Um BPR mais alto leva a um tempo de reação mais curto, o que significa que a reação ocorre mais rapidamente. O BPR pode variar amplamente, desde valores tão baixos quanto 1:1 até valores tão altos quanto 220:1. O BPR de 10:1 é comumente usado em moinhos planetários e moinhos SPEX, enquanto moinhos de alta capacidade podem empregar BPRs mais altos, como 50:1 ou 100:1.	Aliofkhazraei (2015)
Proporção em peso entre esferas (pequenas, médias e grandes)	O preenchimento adequado do recipiente de moagem com pó e bolas é importante para permitir o movimento livre das partículas durante o processo de moagem e garantir a formação eficiente da liga. Geralmente, é recomendado deixar cerca de 50% do espaço do recipiente de moagem vazio. Isso permite o movimento adequado das bolas e das partículas de pó	Suryanarayana (2001)
Atmosfera de moagem	A atmosfera de moagem pode afetar a composição e a fase final do pó resultante. Os gases inertes mais comumente utilizados são o argônio e hélio. O nitrogênio normalmente não é utilizado em ligas metálicas para evitar reações e formação de nitretos.	Aliofkhazraei (2015)
Agentes controladores de processo	Os ACP's podem ser sólidos ou líquidos, com compostos orgânicos predominantes. Os principais são: ácido esteárico, alumina, metanol entre outros. $E = \gamma \cdot \Delta S$ é a equação que descreve a energia requerida.	Suryanarayana (2001)

Fonte: Autor

2.8.2 Compactação

A compactação é uma etapa essencial no processo de fabricação de materiais por MP. Ela desempenha um papel fundamental na modelagem da geometria da peça, visando atingir uma alta densidade e proporcionar resistência mecânica adequada.

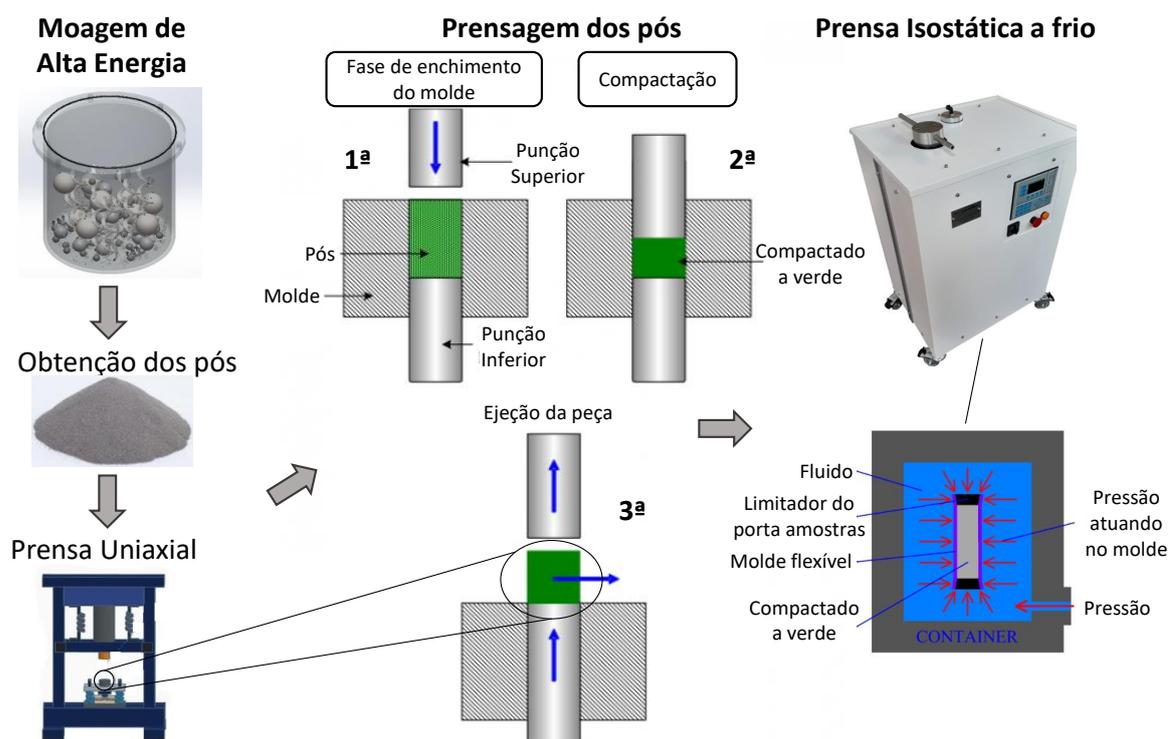
Sendo assim, uma das técnicas amplamente empregadas na compactação de pós é a utilização da prensa uniaxial. Durante este processo de prensagem, as partículas dos pós passam por três etapas distintas (Figura 2.9).

Na primeira etapa, as partículas são rearranjadas, preenchendo vazios e rompendo-se as ligações entre elas, com a condição de que a pressão aplicada supere o atrito interno. A segunda etapa envolve a deformação elástica das partículas, auxiliando na densificação por meio do reposicionamento e reorientação. Na terceira etapa, ocorre uma deformação plástica generalizada das partículas, resultando na fragmentação e união por soldagem a frio, com a morfologia das partículas sofrendo mudanças significativas. Além disso, estas etapas são essenciais para reduzir a porosidade e aumentar a densidade a verde do material compactado, sendo que o uso de lubrificantes, como estearatos e álcool polivinílico, pode aprimorar ainda mais a densidade alcançada (Šalak; Selecká; Danninger, 2005).

Outra técnica comumente utilizada na compactação de pós é a utilização da prensa isostática a frio. Nesse método, a pressão é aplicada de forma isostática, ou seja, uniformemente em todas as direções. O pó é colocado em um recipiente flexível, que é imerso em um meio pressurizado, podendo ser óleo. A aplicação da pressão isostática possibilita uma distribuição uniforme dessa força sobre o pó, resultando em uma compactação mais homogênea e com menor tendência à formação de vazios ou porosidade, aumentando significativamente a resistência mecânica (Attia, 2021).

Uma outra opção é a utilização da prensa isostática a quente. Nessa técnica, a compactação ocorre em temperaturas elevadas, o que permite a conformação de materiais metálicos e cerâmicos que em alguns casos dispensam processos de sinterização, reduzindo assim o consumo de energia. A pressão isostática a quente é aplicada uniformemente em todas as direções sobre o pó aquecido. A combinação de temperatura e pressão promove a consolidação compactado a verde (Bocanegra-Bernal, 2004).

Figura 2.9 – Compactação com prensa uniaxial e prensa isostática a frio.



Fonte – Adaptado de Kuffner *et al.* (2021), Knowledge (2023) e Manufacturing (2023)

2.8.3 Sinterização

Após o processo de compactação, a sinterização é realizada para dar forma final desejada à peça, garantindo propriedades químicas e mecânicas através da ligação entre os átomos das partículas.

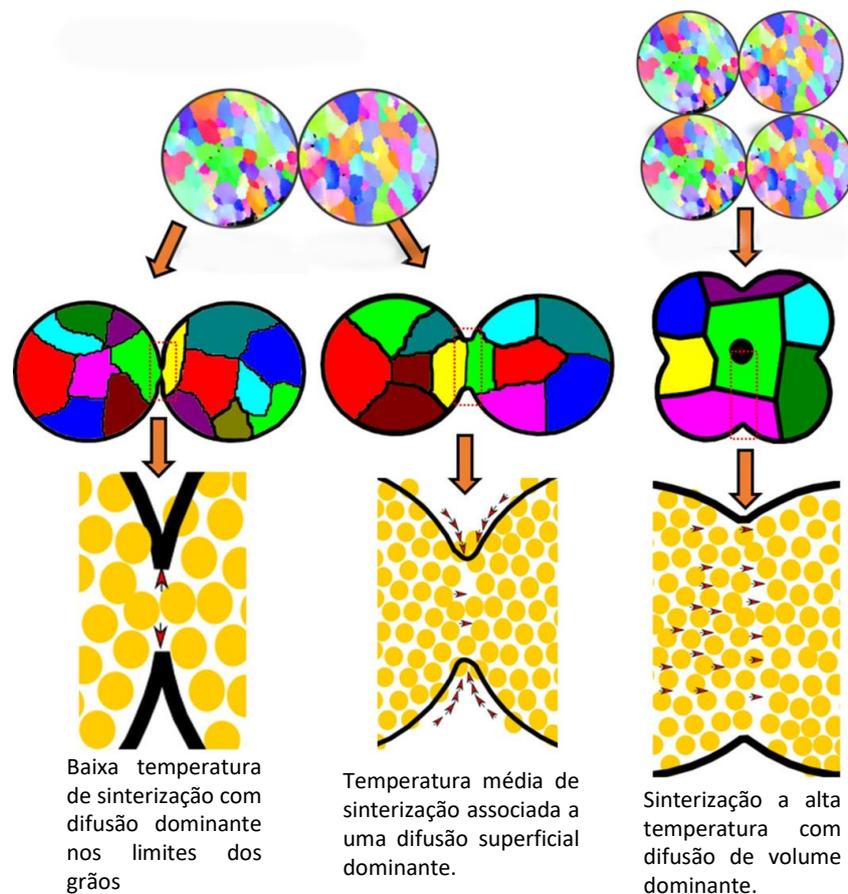
Este processo trata-se de um fenômeno altamente complexo da MP e pode ser descrito como um processo físico ativado termicamente, no qual um conjunto de partículas de um material específico, em contato entre si, obtém a propriedade de resistência mecânica (German, 1996).

Com o aquecimento do compactado a verde abaixo do ponto de fusão do material, aumenta-se a densidade, resistência mecânica e reduz-se a porosidade, devido à formação de ligações metálicas entre as partículas. Isso acontece porque a alta temperatura estimula saltos ou movimentos atômicos aleatórios, e a presença de área de superfície, curvatura e diferença de deformação inicial nas partículas direciona o movimento atômico para padrões diferentes. Ou seja, a difusão é o padrão mais comum durante a sinterização em estado sólido para densificação. Ela ocorre ao longo dos contornos de grão, sobre as superfícies e através da rede cristalina. Entre esses mecanismos, a difusão ao longo dos contornos de grão e da rede cristalina causa a densificação, enquanto a difusão superficial não causa. Com esses processos de difusão, a área superficial das partículas diminui, os contornos de grão reduzem seu ângulo de desorientação e alguns contornos chegam a se fechar. Isso, por sua vez, reduz

a energia livre total do sistema, o vínculo sinterizado entre as partículas cresce e o tamanho e a fração de porosidade diminuem. Assim, a densidade e as propriedades mecânicas do material sinterizado são melhoradas. Quanto maior a temperatura de sinterização, maior será o fluxo de difusão atômica por meio da difusão na rede cristalina e melhores serão os efeitos na densificação e nas propriedades mecânicas (German, 2005).

Assim, a sinterização em estado sólido envolve a densificação do compacto de pó no estado sólido através de três estágios sobrepostos. O estágio inicial é caracterizado pela formação de pescoços entre as partículas e sua contribuição para a contração do compacto é limitada. Durante o estágio intermediário, ocorre o arredondamento de poros, densificação e crescimento de grãos, com considerável densificação antes do isolamento dos poros. No estágio final, os poros isolados e esféricos encolhem através de uma difusão em massa lenta e ocorre a densificação final (Felege; Gurao; Upadhyaya, 2019). A Figura 2.10 mostra os três principais mecanismos de difusão durante a sinterização.

Figura 2.10 – Representação esquemática dos três principais mecanismos de difusão em diferentes temperaturas e seu impacto na sinterização das partículas.



Fonte – Adaptado de Felege, Gurao e Upadhyaya (2019)

2.8.4 Difusão

A difusão é um processo de transferência de massa que ocorre quando as partículas se movem e se redistribuem entre si, seja entrando em contato umas com as outras ou preenchendo espaços vazios. Esse mecanismo tem como objetivo reduzir a área superficial e a energia do sistema, impulsionado por forças termodinâmicas, resultando na diminuição do gradiente de concentração (Cussler, 2009).

Pelo menos duas teorias explicam o movimento dos átomos na difusão de metais: a difusão por lacunas ou substitucional e a difusão intersticial. Na difusão intersticial, os átomos intersticiais migram para ocupar posições vazias entre os átomos no reticulado, sendo um processo mais eficiente. Já na difusão por lacunas, os átomos se movem de uma posição na estrutura cristalina para ocupar uma lacuna adjacente (Mehrer, 2007).

Em suma, a difusão pode ocorrer em dois estados: estado estacionário e estado não estacionário. A primeira lei de *Fick* (Equação 2.1) descreve a difusão em estado estacionário, ou seja, quando a taxa de difusão é constante ao longo do tempo. Essa lei afirma que o fluxo de difusão é proporcional ao gradiente de concentração. Esta expressão pode ser dada como:

$$J = -D \frac{dC}{dx} \quad (2.1)$$

Sendo J o fluxo de difusão, D o coeficiente de difusão e dC/dx o gradiente de concentração.

A segunda lei de *Fick* (Equação 2.2) descreve a difusão em estado não estacionário, onde a taxa de difusão varia com o tempo. Essa lei leva em consideração as mudanças na concentração em relação à posição e ao tempo. Matematicamente, pode ser expressa como:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (2.2)$$

Sendo $\partial C/\partial t$ a taxa de variação da concentração em relação ao tempo, $\partial^2 C/\partial x^2$ a segunda derivada da concentração em relação à posição e D o coeficiente de difusão.

2.9 Metodologia Superfície Resposta

A metodologia superfície de resposta (*RSM-Response Surface Methodology*) é um recurso dentro do (*DOE-Design of experiments*) que visa otimizar uma resposta influenciada por vários fatores. Esta técnica é muito eficaz porque é capaz de formar curvas entre fatores e respostas através de uma função quadrática, o que permite atingir rapidamente o ponto de otimização desejado no processo (Myers; Montgomery; Anderson-Cook, 2016).

A modelagem dos problemas por esta técnica é efetuada através do ajuste de modelos matemáticos com os resultados encontrados (Francisco *et al.*, 2022, 2023). Estes modelos podem ser uma equação de regressão linear simples (Equação 2.3) ou, caso apresentem curvatura, uma equação de regressão quadrática (Equação 2.4), sendo x as variáveis de projeto, y as respostas de interesse, e ε o erro associado. Alguns *designs* podem ser utilizados para determinar β , por exemplo: *box-Behnken design*, *central composite design*, fatorial de três níveis de *design* e *Doehlert design* (Weissman; Anderson, 2015).

$$y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \dots + \beta_kx_k + \varepsilon \quad (2.3)$$

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_ix_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii}x_i^2 + \dots + \sum_{i=j=1}^k \beta_{ij}x_ix_j + \varepsilon \quad (2.4)$$

Sendo:

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

A combinação utilizada neste trabalho para encontrar os coeficientes β foi o arranjo CCD (Central Composite Design). O objetivo deste arranjo é investigar respostas não lineares, avaliar interações entre fatores, otimizar um processo ou produto e explorar uma faixa ampla de níveis dos fatores. Em resumo, o CCD é construído por três grupos diferentes de elementos experimentais: fatoriais completos 2^k ou fatoriais fracionários 2^{k-p} , um conjunto de pontos centrais (*Center points*) e um grupo de pontos axiais (Montgomery, 2017).

Após a aquisição da modelagem, o próximo passo é realizar a análise de variância (ANOVA), examinando quais conteúdos são significativos e quais devem ser eliminados. Ao analisar os resultados dos experimentos, é importante verificar o valor (*P-Value*). Se o valor *P-Value* de um teste

individual for menor que o nível de significância comumente adotado, como 5%, isso indica que devemos rejeitar a hipótese de que os termos específicos não são significativos. Além disso, para avaliar os modelos, utiliza-se o parâmetro R^2 , que representa os dados ajustados, e este parâmetro é muito influenciado pelo número de variáveis independentes. Assim, nesta pesquisa foi utilizado o $R^2(\text{adj})$ ajustado, que não sofre com essa influência (De Oliveira *et al.*, 2019).

2.10 Algoritmo multiobjetivo de *Lichtenberg*

Recentemente, Pereira *et al.* (2022) desenvolveram uma nova meta-heurística inspirada nos fenômenos físicos das tempestades elétricas e dos relâmpagos de *Lichtenberg*. Essa abordagem resultou em modelos de alto desempenho tanto para problemas de único objetivo quanto para problemas de múltiplos objetivos. Os modelos foram testados e comparados com meta-heurísticas tradicionais e recentes, utilizando conjuntos de funções de teste famosas e complexas. O MOLA (*Multi-objective Lichtenberg Algorithm*) mostrou ser uma promissora abordagem, superando outros algoritmos tradicionais e recentes como: GA (*Genetic Algorithm*), PSO (*Particle Swarm Optimization*), ACO (*Ant Colony Optimization*), NSGA-II (*Non-dominated Sorting Genetic Algorithm*), MOPSO (*Non-dominated Sorting Genetic Algorithm*), MOEA/D (*Multi-objective Particle Swarm Optimization*), MOGOA (*Multi-objective Grasshopper Optimization Algorithm*) e MOGWO (*Multi-objective Grey Wolf Optimizer*).

O funcionamento do MOLA pode ser compreendido pela seguinte descrição: primeiramente, as figuras de *Lichtenberg* são criadas pelo algoritmo utilizando a teoria de agregação limitada por difusão para cobrir o espaço de busca. Para isso, as figuras possuem diferentes escalas e rotações a cada iteração do MOLA. Além disso, o algoritmo avalia a função objetivo em cada iteração e o menor valor encontrado aciona a criação da próxima figura (Pereira *et al.*, 2021).

Todos os pontos avaliados no espaço de busca do algoritmo geram soluções no espaço objetivo, e essas soluções são comparadas usando a relação de dominância de Pareto, onde as soluções não dominadas são mantidas no espaço de solução e as dominadas são descartadas. A cada iteração, o conjunto de soluções não dominadas forma a frente de Pareto atual do problema, que gradualmente se aproxima da frente real ao longo das iterações. O MOLA opera considerando todos os pontos da frente de Pareto atual como candidatos para a plotagem das LF's (*Lichtenberg Figures*). Em cada iteração, um desses pontos é selecionado aleatoriamente para traçar uma LF, resultando em uma busca direcionada nas regiões que apresentam melhores valores das funções objetivo no espaço das variáveis (Figura 2.11). A Figura 2.12 resume o MOLA.

Figura 2.11 – Estratégia de pesquisa básica do MOLA no espaço de concepção e no espaço objetivo.

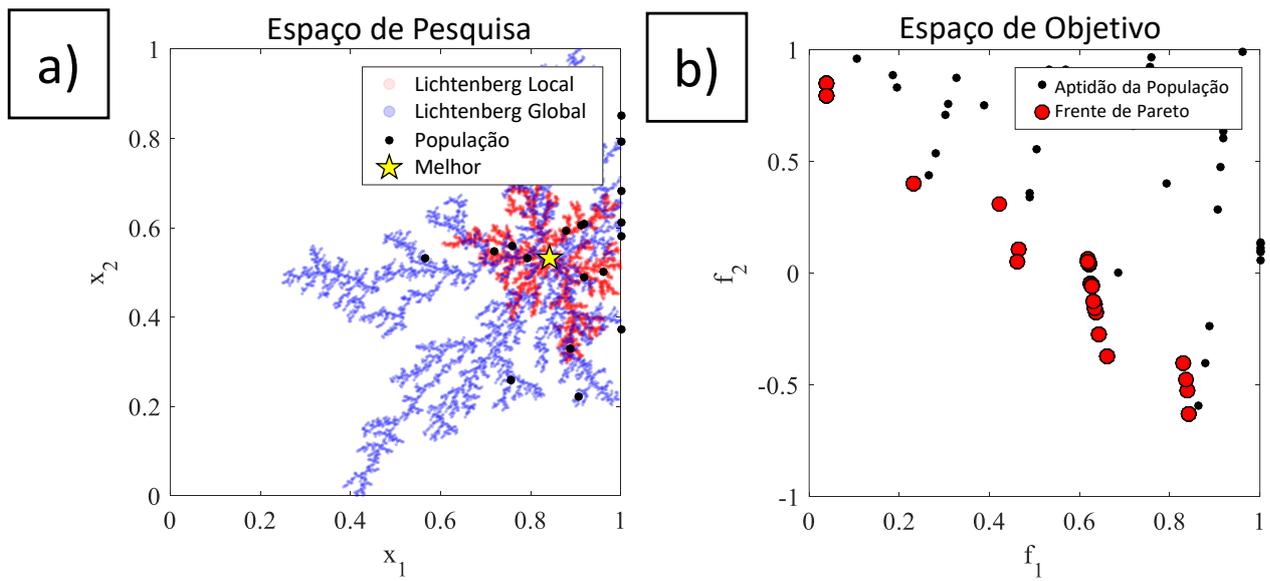
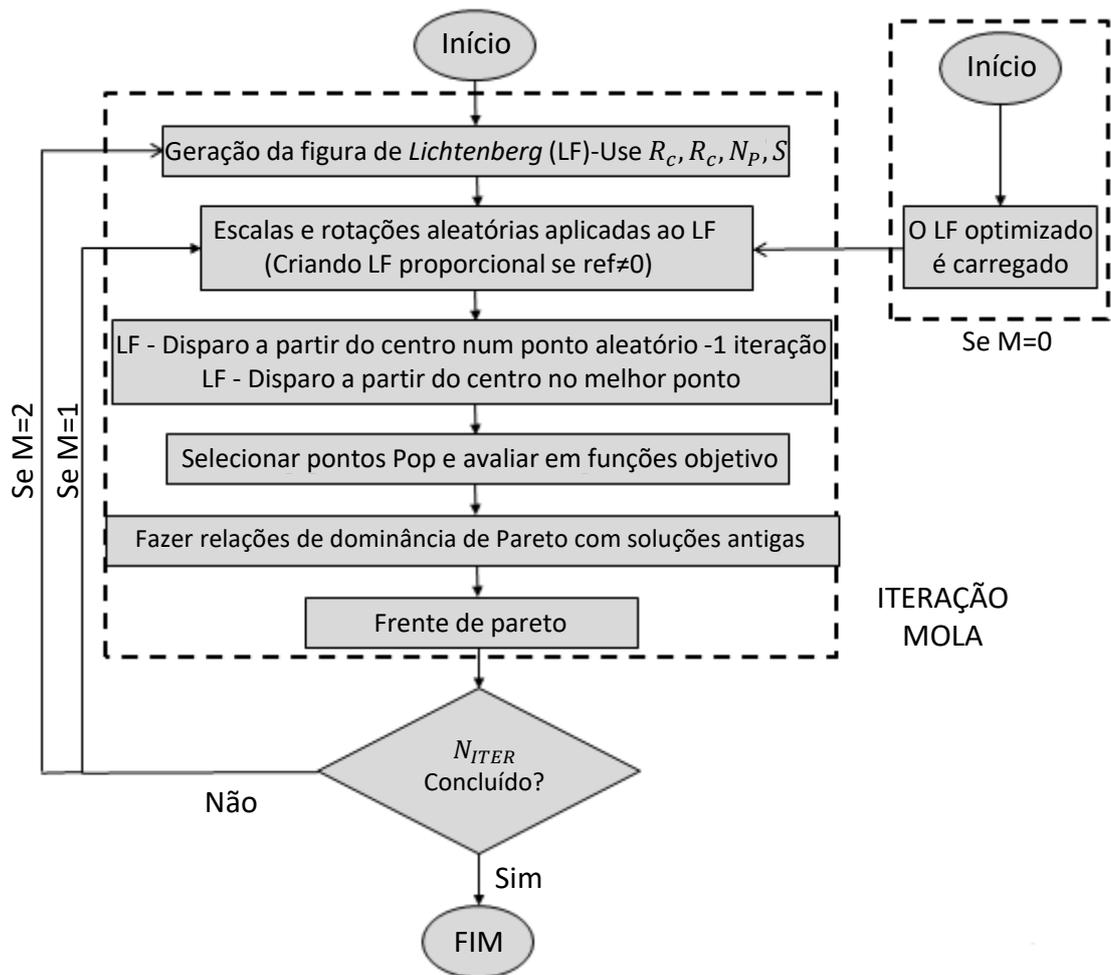
Fonte – Adaptado de Pereira *et al.* (2022)

Figura 2.12 – Fluxograma MOLA.

Fonte – Adaptado de Pereira *et al.* (2022)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

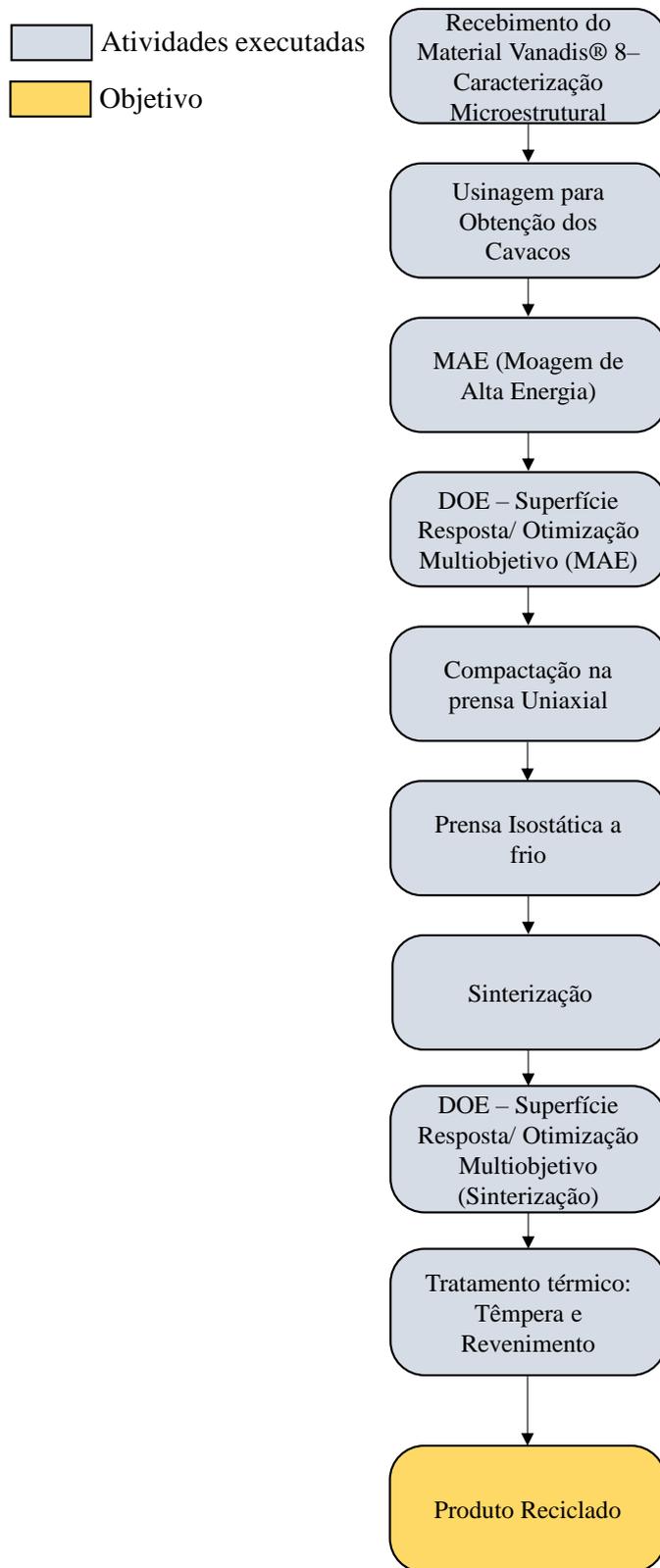
Os passos para desenvolvimento da tese, com a finalidade de viabilizar uma abordagem inovadora para enfrentar o desafio da reutilização eficiente dos cavacos obtidos pela usinagem do aço V[®] 8 estão na Figura 3.1. Inicialmente, após o recebimento do material, foi analisado o ensaio de espectrometria química disponibilizado pela *Uddeholm* na entrega do produto. Este ensaio foi essencial para identificar e quantificar os elementos químicos presentes no material, e comparar com os dados disponibilizados pelo catálogo do fabricante. Além disso, neste primeiro passo foi realizada a caracterização microestrutural do material no DRX e no MEV. Na etapa subsequente, realizou-se à usinagem do V[®] 8 na furadeira fresadora para obtenção dos cavacos.

Após a obtenção dos cavacos, uma revisão na literatura foi realizada para selecionar os parâmetros de moagem, e com isso, construir o planejamento de experimentos baseado na metodologia RSM para gerar o metamodelo com as equações. Através das equações obtidas pelo experimento foi realizada a otimização multiobjetivo, com a finalidade de encontrar os melhores parâmetros de moagem para maximizar a redução de partículas e minimizar o consumo de energia. Para validar a modelagem foram realizados experimentos de confirmação, ensaios como difração a laser, DRX e análise da morfologia no MEV modo (SE).

Depois da validação, utilizou-se os pós na configuração mais eficiente encontrada pelo algoritmo multiobjeto de *Lichtenberg*, e com isso, os mesmos foram compactados em uma prensa uniaxial e posteriormente, em uma prensa isostática a frio. Após a compactação, efetuou-se um estudo baseado em artigos para definir os valores das variáveis do processo de sinterização, e assim, foi desenvolvida a otimização multiobjetivo para encontrar os melhores parâmetros que pudessem maximizar a densificação, minimizar o consumo de energia e maximizar a dureza.

Na Figura 3.1, pode ser observado um fluxograma com legenda, atividades executadas e o objetivo do trabalho. Ao final desta pesquisa, busca-se comparar as propriedades mecânicas do produto reciclado com as do mesmo material em sua versão comercial, o aço ferramenta[®] fabricado pela *Voestalpine Uddeholm*. Para isso, serão analisados três parâmetros fundamentais: densidade, dureza e módulo de elasticidade.

Figura 3.1 – Fluxograma das principais etapas de desenvolvimento da tese.



Fonte – Autor

3.1 Materiais

Nesta pesquisa, utilizou-se o aço ferramenta V[®] 8 fornecido pela empresa *Uddeholm*. O material V[®] 8 foi recebido em forma de bloco com dimensões de (106 x 133 x 22) mm, com 2,4 kg, na condição recozido com dureza igual a 240 HB. A Tabela 3.1 mostra a composição química dada pelo *datasheet* comparada com o resultado da análise de espectrometria química realizada no material como recebido.

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

Elementos Químicos	Vanadis [®] 8 – % em peso	Espectrometria química – % em peso	Condição de entrega do material
C	2.3	2.32	Recozido ≤ 270HB
Si	0.4	0.38	
Mn	0.4	0.36	
P	–	0.023	
S	–	0.014	
Cr	4.8	4.76	
Mo	3.6	3.67	
W	–	0.05	
V	8.0	7.93	
Cu	–	0.10	

Fonte – Adaptado de 8 (2023)

3.2 Métodos

3.2.1 Usinagem para obtenção dos cavacos

Os cavacos provenientes da usinagem do V[®] 8, foram obtidos por fresamento na furadeira fresadora Kone KFF-30, sem o emprego de fluido refrigerante a fim de evitar contaminação. A usinagem foi realizada no Laboratório de Tecnologias Mecânicas (LTM). Além disso, com o intuito de prevenir a oxidação e diminuir o esforço na ferramenta de corte, utilizou-se uma rotação baixa 350 rpm, calculada com base na velocidade de corte de 70 m/min fornecido pelo catálogo da *Uddeholm*. Além disso os cavacos foram classificados como emaranhados e quebradiços, com geometria e tamanho médio caracterizados pelo estereoscópio binocular Modelo Olympus SZ61.

3.2.2 Preparação do material como recebido (CR) para análise microestrutural

A fim de examinar o material como recebido, realizou-se a preparação metalográfica da amostra. Para isso, uma amostra do material V[®] 8 foi cortado e embutido em resina termofixa na máquina embutidora PRE30, com uma pressão de 100 a 150 kgf/cm^2 . Em seguida, utilizou-se lixas nas grades 180, 240, 400, 600, 800 e 1200, em uma máquina da marca Arotex[®], modelo Aropol 2V, para polimento das amostras. Além disso, o polimento foi realizado com diluição (50% de água e 50% de alumina 0,05 μm). Para ataque químico e revelação microestrutural utilizou-se nital (4% de ácido nítrico e álcool) durante 4 segundos. Este procedimento foi conduzido no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM) da UNIFEI.

3.2.2.1 Microscópio óptico

A análise microestrutural do CR, incluindo a análise dos grãos e a distribuição dos carbetos, foi conduzida no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM) da UNIFEI. Para a captura das imagens microscópicas, foi utilizado um microscópio da marca OLYMPUS, modelo BX41M, em conjunto com o software Stream Basi[®]. As micrografias foram obtidas com ampliações de 100X, 200X, 500X e 1000X.

3.2.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para investigar a forma e o tamanho médio das partículas durante o processo de moagem, utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura no modo elétrons secundários (SE). O equipamento utilizado foi o modelo Carls Zeiss EVOMA15[®], equipado com o detector de espectroscopia por dispersão de energia da marca Bruker, modelo XFlash 6|10[®]. Instrumentos estes que estão disponíveis no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da UNIFEI.

3.3 Distribuição Granulométrica das Partículas

A fim de analisar a separação e a dispersão dos tamanhos das partículas ao longo do tempo de moagem, foram empregados dois instrumentos: o primeiro instrumento utilizado foi o agitador de peneiras eletromagnético da marca Berfel[®] para análises granulométricas e, o segundo instrumento utilizado, foi o Microtrac Bluewave S3500[®] para análise por difração a laser.

A primeira etapa para avaliar a evolução da moagem e a redução do tamanho das partículas

ao longo do tempo de moagem foi a peneiração dos pós. Para isso, foi programado o agitador eletromagnético de peneiras para operar com a máxima vibração durante um período de 15 minutos. Durante o processo, foi utilizada uma peneira de abertura 100 mesh ($150 \mu\text{m}$) para reter as partículas com tamanho superior a $150 \mu\text{m}$ e uma base para coletar as partículas menores que $150 \mu\text{m}$. Após a separação dos pós pelas peneiras, as amostras foram pesadas na balança de precisão 0,0001 (g) da marca SHIMADZU, modelo AUY220, com capacidade para 220(g). O experimento foi realizado no Laboratório de Processamento e Caracterização dos Materiais (LPCM).

As análises da distribuição volumétrica e do tamanho médio das partículas dos pós foram efetuadas por um granulômetro a laser *Microtrac Bluewave S3500* no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da UNIFEI. Esse equipamento é composto por dois lasers, um com comprimento de onda vermelho (780 nm) e outro com comprimento de onda azul (405 nm). Além disso, o granulômetro faz uso de um modelo de análise ótica baseada na Teoria de Dispersão de Mie (Microtrac, 2023), que fornece resultados em seu relatório com valores representados por 3 a 7 algarismos significativos.

3.4 Difração de raios X (DRX)

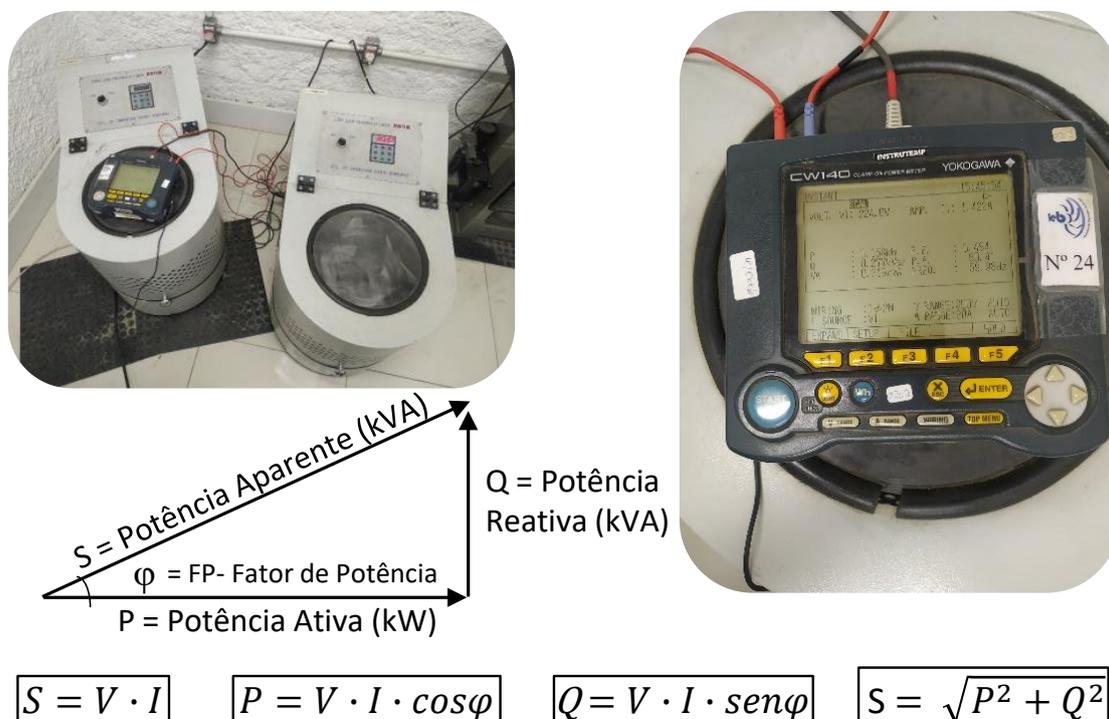
Tanto na amostra CR, quanto nas amostras após o processo de MAE e sinterização, utilizou-se a técnica de difração de raios X para avaliação de fases nesta pesquisa. O equipamento utilizado foi o *DRX-PANalytical X'Pert Pro, modelo B.V.*, com um comprimento de onda de $\text{CuK}\alpha$ ($1,5442 \text{ \AA}$). O intervalo de varredura utilizado foi de 30 a 90° , com fase de $0,02^\circ$ e um tempo de passo de $1,5 \text{ s}$. Os experimentos foram realizados no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE).

3.5 Consumo de energia nos processos: MAE e Sinterização

Para medir o consumo de energia do moinho planetário na moagem de alta energia e do forno no processo de sinterização, foi utilizado o analisador de energia modelo *Yokogawa CW 140*. Este equipamento permite extrair todas as informações relevantes de consumo de energia, como corrente, tensão, harmônicos na rede, fator de potência, potência ativa, potência reativa, potência aparente, consumo instantâneo, consumo médio, consumo em intervalos, entre outros parâmetros. Os passos para a medição envolveram a conexão do analisador ao moinho e ao forno, a configuração do equipamento para corrente alternada e tensão bifásica, a interpretação e a aquisição dos dados de consumo de energia. Neste estudo, a aquisição de dados baseou-se no cálculo do consumo de energia ativa durante os intervalos de moagem, uma vez que os fornecedores de energia costumam faturar as contas de energia com base neste parâmetro.

A Figura 3.2 mostra o analisador de energia ligado ao moinho planetário e a relação entre as grandezas: fator de potência (FP), potência ativa (P), potência reativa (Q) e potência aparente (S) (Emanuel, 1993).

Figura 3.2 – Analisador de energia.



Fonte – Autor

3.6 Refinamento de Rietveld

Uma série de técnicas e métodos amparados por suporte de softwares avançados existem na área de materiais para identificar e quantificar as fases presentes em um material metálico. Alguns exemplos desses métodos incluem: mapeamento de fases por meio da técnica de difração de elétrons retroespalhados MEV no modo-EBDS (Chang; Chen; Huang, 2023), o cálculo manual utilizando o procedimento de *Heyn*, conhecido como método de intercepto linear médio, descrito na norma ASTM E112-96-2010 (Van Niekerk; Du Toit; Erwee, 2012), o uso de imagens de microscopia ótica (MO) com a ajuda do software de código aberto *ImageJ*, entre outros. No entanto, a confiabilidade destas técnicas só é eficaz se as fases presentes do material apresentarem grandes diferenças na reflexão de luminosidade. Esta relação está associada a boa preparação da amostra, incluindo etapas como ataque químico e polimento. Como alternativa, neste trabalho, foi utilizado o refinamento de *Rietveld* com base nos dados do DRX em conjunto com o software GSASII®.

A metodologia do refinamento de *Rietveld* consiste em ajustar ou refinar os parâmetros de uma estrutura cristalina, inserindo dados como arranjos atômicos, parâmetros de rede, simetria es-

pacial, parâmetros de perfil e intensidade das reflexões. Esses dados podem ser encontrados em um banco de bases de estruturas cristalinas disponibilizados pelo governo Brasileiro pela CAPES (BdEC, 2023). O refinamento de *Rietveld* é uma técnica matemática criada pelo holandês *Hugo Rietveld* que, compara um padrão de difração experimental com um padrão de difração simulado, sendo este método baseado no modelo estatístico de mínimos quadrados. O progresso do refinamento é controlado por um conjunto de itens, sendo os mais utilizados o R_{wp} que representa a ponderação, R_{exp} e o ajuste S , que é a relação entre o R_{wp} e R_{exp} . Esses valores são calculados da seguinte forma Equação 3.1 e Equação 3.2 :

$$R_{wp} = \left(\frac{\sum_i W_i (Y_{i,obs} - Y_{i,calc})^2}{\sum_i W_i (Y_{i,obs})^2} \right)^{1/2} \quad (3.1)$$

$$R_{exp} = \left((N - P) / \sum_i W_i (Y_{i,obs})^2 \right)^{1/2} \quad (3.2)$$

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). De forma geral, o software *GSASII*[®] utiliza um método de ajuste empírico dos picos com base em uma função Lorentziana para a determinação do tamanho das partículas e uma função Gaussiana para modelar a fase da microdeformação. A convolução dessas duas funções resulta na função de *Voigt*. No entanto, devido à complexidade da função de *Voigt*, uma aproximação bastante precisa conhecida como função *pseudo-Voigt* é comumente utilizada em rotinas computacionais de refinamento (Jayatilake, 2019).

A qualidade do refinamento pode ser avaliada pela relação entre R_{wp} e R_{ext} , conforme Equação 3.3:

$$S = \frac{R_{wp}}{R_{ext}} \quad (3.3)$$

Em geral, ajustes de S inferiores do que 1 significam ajustes incorretos e divergência do refinamento. Ajustes maiores que 1,5 indicam ajuste inadequado ou a existência de um mínimo local. Portanto, é desejável que o valor de S esteja o mais próximo possível de 1, indicando que não há mais melhorias a serem feitas no refinamento, pois o valor de R_{wp} atingiu seu limite (Toby; Von Dreele, 2013; Larson; Von Dreele, 2004).

3.7 Moagem de Alta Energia

Parâmetros como a relação massa/espera (BPR) e a quantidade de massa em cada jarro de moagem foram fixados. Em cada jarro, foram utilizados 10 g de V[®] 8 em uma atmosfera inerte controlada por gás argônio, sendo o espaço dentro dos jarros distribuídos com proporção entre esferas pequenas, médias e grandes fabricadas em aço inoxidável. Os tamanhos médios dos diâmetros das esferas foram de 7,5, 11 e 17,5 mm, respectivamente. Com a configuração do moinho planetário programada para inverter o sentido de rotação a cada hora com parada de 10 minutos (Tabela 3.2).

Tabela 3.2 – Variáveis fixas do processo de moagem.

Qtd. de V[®] 8 em cada jarro (g)	BPR	Proporção entre esferas (pequenas, médias e grandes)	Gás Inerte	Inversão de rotação (h)	Parada em (min)
10	1:15	1/3	Argônio	1	10

Fonte – Autor

Nesta pesquisa o processo de MAE foi realizado no moinho planetário Noah-Nuoya modelo NQM 0,2L, localizado no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM) . As especificações dos parâmetros de processo utilizados na MAE foram selecionados com base em artigos científicos (Tabela 3.3). Para isso, foi realizada uma revisão da literatura para encontrar parâmetros de moagem para materiais da mesma classe do V[®] 8, como o V[®] 4 e o aço ferramenta 52100. Além disso, critérios como as limitações do moinho planetário Noah e testes experimentais foram conciliados para se chegar aos valores de entrada para rotação e tempo.

Tabela 3.3 – Visão geral dos parâmetros identificados em pesquisas relacionadas à MAE.

Autor	Assunto	Relação Masssa/Bola	n(rpm)	t(h)	Análise	Tipo de Moinho
Ozdemir <i>et al.</i> (2022)	Análise do comportamento de corrosão nas ligas de alumínio produzidas por MAE.	1:16	280	100	O impacto da MAE na corrosão e dureza das ligas de alumínio.	<i>Fritsch Pulverisette 5</i>
BR <i>et al.</i> (2022)	Transformação estrutural em Y_2O_3 nanocristalino durante a MAE.	—	1000	4 – 30	Examinar os efeitos do tempo de moagem nas alterações estruturais dos nanopós cúbicos de Y_2O_3 .	<i>Retsch-Emax</i>
Raimundo <i>et al.</i> (2020)	Análise da MAE na microestrutura dos pós compósitos Cu-20%WC preparados com WC reciclado.	1:4	400	50	Tamanho de partícula e homogeneidade dos pós.	—
Gatamorta <i>et al.</i> (2019)	MAE do aço inoxidável duplex com adição de carboneto de vanádio de (0-3%).	1:10 1:20	250 – 350	10 – 50	Morfologia e tamanho de partícula.	Moinho planetário
Huang, Chang e Yeh (2017)	Adição de carboneto de tungstênio ao pó do aço Vanadis® 4	—	300	6	Redução do tamanho de partícula.	—
Kumar <i>et al.</i> (2013)	Aumento da eficiência de moagem do aço AISI 52100 utilizando adição de carboneto de nióbio.	1:15	400	30	Morfologia e distribuição de partícula.	Moinho Planetário
Kumar <i>et al.</i> (2013)	Adição de 30% de carboneto de titânio no aço inoxidável 316.	1:9	250	10 – 50	Redução de tamanho de partícula.	<i>SV-IC5 type planet high-energy ball mill</i>

Fonte: Autor

Após a revisão dos trabalhos disponíveis na literatura, foram definidos os níveis dos valores dos parâmetros velocidade e tempo, conforme apresentado na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 – Limites inferior e superior do processo MAE considerado no projeto RSM.

Fator	Níveis		
	-1	0	+1
n(rpm)	300	350	400
t(h)	12	31	50

Fonte – Autor

3.8 Compactação

Para início da compactação a verde foi utilizado uma prensa hidráulica uniaxial da marca Schulz, com capacidade de 15 toneladas. Todos os corpos de prova (CP's) foram prensados dentro de uma matriz de formato cilíndrico de diâmetro 8 mm. Para avaliação da densidade aparente e dureza, prensaram-se amostras com 1,5 g de pó, dando uma altura média de 7 mm. Serão também confeccionadas amostras com 3,0 (g) para o ensaio de compressão, nas quais a altura média final ficou em torno de 13,3 mm, seguindo as diretrizes da norma ASTM E9-09, que estabelece que a razão entre altura e diâmetro deve situar-se entre 1,5 e 2,0.

Antes da prensagem propriamente dita, com a finalidade de facilitar a compactação e evitar a delaminação do pó durante a prensagem foi misturado aos pós em um almofariz juntamente com o aglomerante carboximetilcelulose (CMC), em uma proporção de 1,5%.

Depois, os pós foram introduzidos na matriz lubrificada com uma solução composta por 10% de estearato de zinco e 90% de acetona. O pó foi submetido a uma força de compressão de 3,0 toneladas-força, o que resultou em uma tensão de compactação aproximada de 590 MPa, ao longo de um período de 90 segundos. Esse procedimento foi repetido três vezes para viabilizar a redução da porosidade e garantir a adequada disposição das partículas do material.

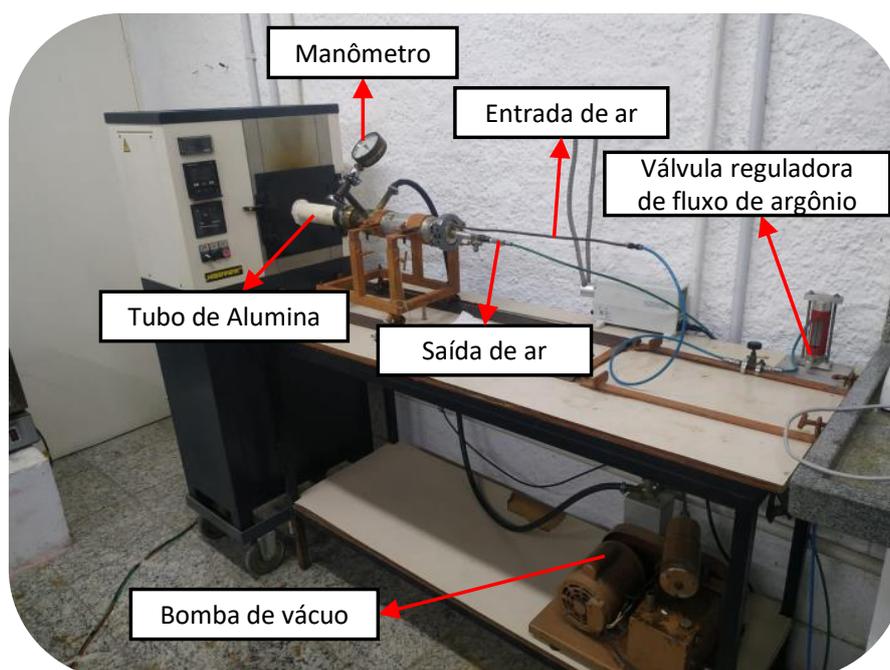
Por fim, as amostras foram prensadas na prensa de bancada isostática a frio (WT Indústria) com uma pressão de 350 MPa durante 15 minutos. Tanto a compactação uniaxial quanto a isostática a frio foram realizadas no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM).

3.9 Tratamento Térmico

3.9.1 Sinterização

A sinterização das amostras foi realizado no forno *Nabertherm*. O equipamento modelo *Schaltplan* consegue trabalhar com temperatura máxima até 1700°C e para esta pesquisa, utilizou-se atmosfera inerte de argônio 5.0 analítico (Figura 3.3).

Figura 3.3 – Forno tubular *Nabertherm*.



Fonte – Autor

O procedimento consistiu primeiro em inserir as amostras em uma navícula de alumina. Depois, antes de iniciar o processo de aquecimento do forno, foi realizado o mecanismo de purga por três vezes, para garantir a pureza da atmosfera interna. Cada ciclo de purga envolveu a aplicação de vácuo para remover o ar, seguida da inserção de argônio até que a pressão atingisse um valor positivo, e cada ciclo teve a duração de 3 minutos. A finalidade dessa etapa foi assegurar que o ambiente dentro do forno estivesse livre de oxigênio. Já a programação do forno foi configurada para uma taxa de aquecimento de 5°C por minuto, até atingir a temperatura de 450°C. Nessa temperatura, as amostras foram mantidas por 60 minutos com o propósito de eliminar completamente os materiais aglomerantes presentes, assim como o CMC (carboximetilcelulose) e estearato de zinco. A escolha de uma taxa de aquecimento lenta foi realizada para evitar uma volatilização rápida desses materiais aglomerantes, o que poderia levar à formação de trincas e à ruptura das amostras.

Após essa primeira etapa, a taxa de aquecimento foi aumentada para 15°C por minuto, até atingir a temperatura definida pelos limites superiores e inferiores do processo de sinterização. Assim

como na MAE, os fatores e níveis superiores e inferiores da sinterização foram baseados em artigos científicos como mostrado na Tabela 3.5.

Tabela 3.5 – Visão geral dos parâmetros encontrados em pesquisas relacionados à sinterização.

Material	T (°C)	t(h)	Tipo de sinterização	Autor
Vanadis 60-HfC- <i>Ta_{0,6}Nb_{0,4}C</i>	1215 – 1260	1	Vácuo	Chang, Chen e Huang (2023)
Vanadis 23 HSS	1230 – 1275	1	Vácuo	Chang, Chang e Huang (2022)
Vanadis 8	1250	1,5	Atmosfera de argônio	Gonçalves (2021)
Vanadis 4 Extra	1200 – 1280	1	Vácuo	Chang, Chuang e Huang (2019)

Fonte: Autor

Assim, de acordo com os trabalhos disponíveis definiu-se os valores dos níveis a serem estudados no processo de sinterização conforme apresentado na Tabela 3.6.

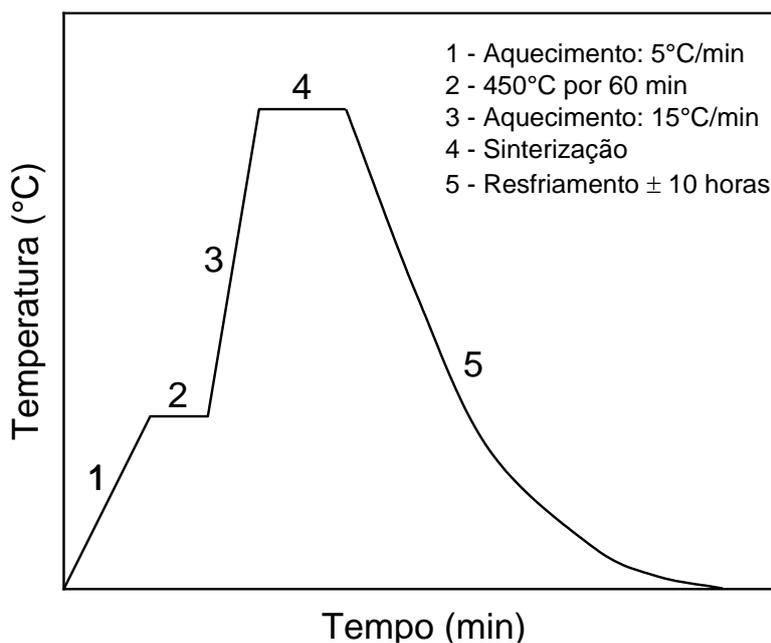
Tabela 3.6 – Limites inferior e superior do processo sinterização considerado no projeto RSM.

Fator	Níveis		
	-1	0	+1
T(°C)	1200	1250	1300
t(h)	1	1,5	2

Fonte – Autor

Por fim, subsequente ao processo de sinterização, as amostras foram resfriadas dentro do próprio forno. O tempo total de resfriamento foi de aproximadamente 10 horas. A Figura 3.4 e ilustra o ciclo completo de tratamento térmico de sinterização, incluindo as etapas mencionadas.

Figura 3.4 – Ciclo do processo de Sinterização.



Fonte – Autor

3.9.2 Têmpera

As amostras de aço Vanadis[®]8, tanto em sua forma original (estado como recebido) quanto na versão reciclada, foram submetidas ao processo de têmpera. Utilizou-se um forno tipo mufla, modelo PXW-5 da marca BRASIMET, disponível no LMM – UNIFEI. A austenitização foi realizada a 1180 °C por 30 minutos, seguida de resfriamento em óleo. Os parâmetros utilizados seguiram as recomendações de temperatura e tempo indicadas pelo catálogo técnico da Uddeholm (Uddeholm, 2023).

Para minimizar o risco de oxidação e descarbonetação, as amostras foram colocadas em uma caixa metálica com granulados de cementação. Este granulado trata-se de um produto que, em altas temperaturas, gera um gás responsável pela cementação de peças de aço acondicionadas em caixas metálicas. A finalidade da utilização destes granulados foi reduzir o potencial de oxidação e descarbonetação, devido à alta temperatura utilizada e pelo fato do tratamento ser realizado em atmosfera isenta de proteção.

3.9.3 Tratamento térmico de revenimento após sinterização e têmpera

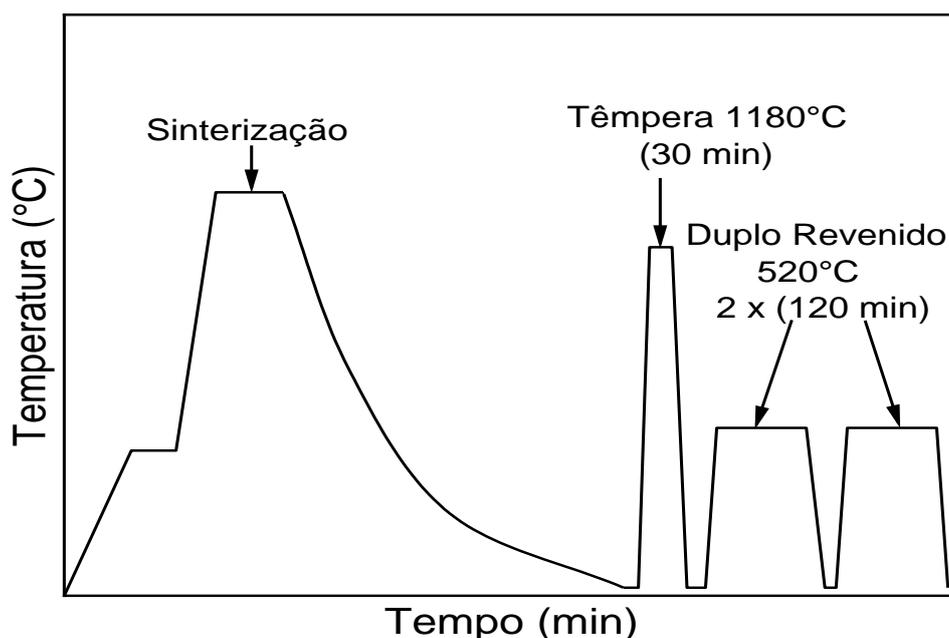
Após submeter as amostras ao tratamento térmico de sinterização e têmpera, a amostra como recebida e amostras reciclada passaram por um processo de duplo revenimento, conforme recomendado pelo catálogo da Uddeholm. Na Figura 2.4, observa-se que, para uma temperatura de austeniti-

zação de 1180°C, o revenimento deve ser realizado a 520 °C por 2 horas, repetido duas vezes, com resfriamento brusco em água. Esse procedimento visa alcançar a máxima dureza possível, que, de acordo com o fabricante, pode atingir aproximadamente 65 HRC.

Esse processo foi realizado em um forno mufla, marca BRASIMET, modelo PXW-5, no Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM). Como o Vanadis[®] 8 é um aço que possui alto teor de carbono e elementos de liga, um único ciclo de revenimento não é recomendado, pois esse material tende a apresentar uma alta fração de austenita retida após a têmpera. O segundo ciclo de revenimento é essencial para aliviar as tensões internas da martensita formada a partir da austenita retida no primeiro ciclo.

A Figura 3.5 apresenta um desenho esquemático dos tratamentos térmicos aplicados nas amostras, sendo eles, sinterização, têmpera e revenimento.

Figura 3.5 – Esquema final dos ciclos térmicos aplicados às amostras após compactação.



Fonte – Autor

3.10 Densidade Aparente

A determinação da densidade aparente das amostras sinterizadas foi realizada utilizando o princípio arquimedes em conformidade com a NBR 6220:2011. Para isso, as amostras foram submersas em água destilada durante um período de 24 horas, sendo posteriormente mensuradas as massas seca, e a massa úmida. Para isso, utilizou-se uma balança de alta precisão da marca *Shimadzu*, modelo AUY 220, com precisão de quatro dígitos. A Equação 3.4 da densidade aparente é determinada pela expressão:

$$\rho_{ap} = \left(\frac{m_s}{m_u - m_i} \right) \cdot \rho_{\text{água destilada}} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (3.4)$$

Sendo:

ρ_{ap} - densidade aparente (g/cm^3);

m_s - massa seca em (g);

m_u - massa úmida em (g);

m_i - massa imersa da amostra destilada (g);

$\rho_{\text{água destilada}}$ - densidade da água [0,9973 g/cm^3 a 24°C]

A avaliação da porosidade aparente das amostras sinterizadas foi realizada utilizando o método de fração volumétrica (Equação 3.5). Sendo ε a porosidade, ρ_{ap} a densidade aparente da amostra sinterizada e ρ_t a densidade do material como recebido 7.46 g/cm^3 .

$$\varepsilon = \left(1 - \left(\frac{\rho_{ap}}{\rho_t} \right) \right) \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.5)$$

3.11 Simulação Computacional

A simulação computacional tem se tornado uma ferramenta indispensável na análise de materiais, especialmente no processo de metalurgia do pó (MP). Prever a formação e o equilíbrio de fases dos materiais, bem como entender como a microestrutura e o processamento afetam as propriedades e o desempenho, permite corrigir potenciais problemas antes da fabricação, reduzindo desperdícios de material e custos. Neste trabalho, foram realizadas simulações termodinâmicas para prever as fases formadas sob diferentes temperaturas de equilíbrio, assim como para validar a fração volumétrica de fases do aço Vanadis[®] 8 no estado como recebido (CR).

Para a realização dessas simulações, foi utilizado o método CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams), empregando o software Thermo-Calc[®] com o banco de dados TCHEA4 *High Entropy Alloys v4.2*. As simulações foram conduzidas no Laboratório de Metais e Processamento Avançado (LAMP) da Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP), localizado em São José dos Campos-SP. Os resultados gerados fornecem informações detalhadas sobre a fração molar das fases em função da temperatura.

3.12 Ensaios Mecânicos

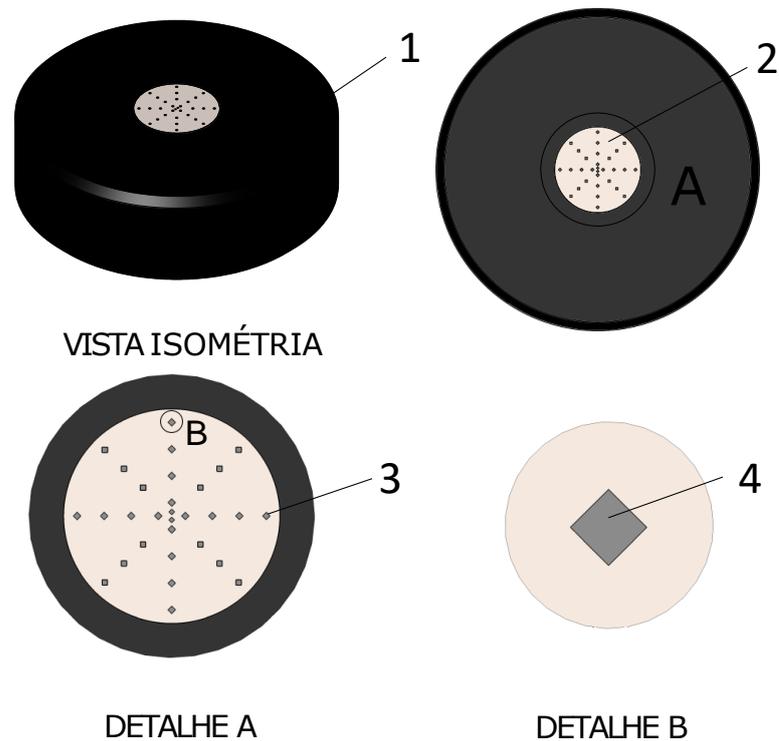
3.12.1 Ensaio de microdureza

Para avaliar a microdureza das amostras, foram utilizadas amostras com massa de 1,5 (g) cada. O teste consistiu em realizar 30 medições de microdureza *Vickers* em cada corpo de prova (CP), conforme Figura 3.6. As medições foram realizadas com um microdurômetro modelo Tester HV 1000 da marca Digimes, disponível no Laboratório de Materiais e Metalurgia (LMM) da UNIFEI.

O ensaio seguiu as diretrizes da norma ASTM E384. Na execução do teste, um penetrador de diamante com formato piramidal de base quadrada foi utilizado. A carga aplicada foi de 4,96 N (equivalente a 500g) durante um período de 15 segundos.

Foram analisadas as durezas das amostras do material original (CR) e das amostras recicladas em todas condições de tratamento térmico, sendo elas: sinterização, têmpera e revenimento.

Figura 3.6 – Representação esquemática do ensaio de microdureza *Vickers*.



1- Baquelite	3- Medições
2- Amostra	4- Indentação Vickers

Fonte – Autor

3.12.2 Ensaio de compressão

O ensaio de compressão foi conduzido conforme a norma ASTM E9-19 (2019), que estabelece que, para materiais de alta resistência, a razão entre altura (h) e diâmetro (d) deve variar entre 1,5 a 2,0. Com o diâmetro das amostras com 8,00 mm, a altura mínima requerida seria 12,00 mm. Considerando a contração esperada no processo de sinterização, as amostras foram preparadas com altura inicial acima de 12,00 mm, utilizando aproximadamente 3,00 g de pó metálico.

Após tratamento térmico de duplo revenido para obtenção de dureza próxima de 65 HRC conforme Figura 2.4 (b), foram selecionadas tanto a amostra como recebida (bulk) quanto a amostra reciclada com parâmetros otimizados para análise do ensaio de compressão e posterior comparação. O ensaio foi realizado em uma máquina universal de ensaios INSTRON-8801, com capacidade de 100 kN de força axial e tensão máxima de 21 MPa, localizada no Núcleo de Tecnologia de Compósitos (NTC) da UNIFEI.

As curvas de tensão de compressão (MPa) versus deformação (mm/mm) foram obtidas a partir dos dados experimentais, e assim foi possível calcular o módulo de elasticidade.

3.13 Planejamento de Experimentos Superfície Resposta (DOE-RSM)

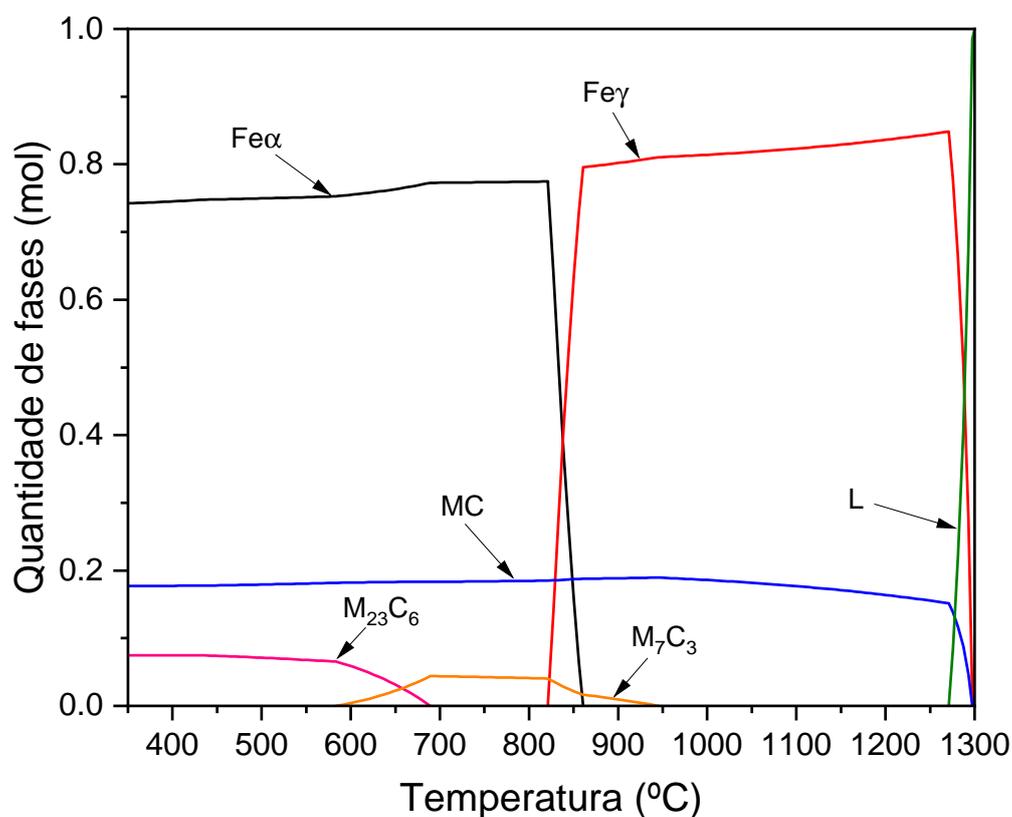
Para obter um metamodelo global dos processos: MAE e sinterização, foi desenvolvido o planejamento RSM para obter as equações para realização da otimização multiobjetivo neste trabalho. Considerando n o número de fatores, foram utilizados na MAE $n = 2$ (rotação e tempo) e na sinterização $n = 2$ (temperatura e tempo), os pontos fatoriais foram dados pela equação $2^n = 2^2 = 4$, pontos axiais $2 \cdot n = 2 \cdot 2 = 4$, com 5 *center points* e 3 réplicas, totalizando 39 experimentos para cada um dos processos, com $\alpha = 1$. Além disso, nesta pesquisa utilizou-se o sequenciamento de experimentos baseados no arranjo CCD (*Central Composite Design*) com auxílio do *software* Minitab 18.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Simulação termodinâmica no software Thermo-Calc[®]

A fim de prever a formação e fração molar das fases através da composição química do V[®] 8 (Bulk) conforme (Tabela 3.1), foi realizada uma simulação termodinâmica no software *Thermo-Calc*[®] (Figura 4.1).

Figura 4.1 – Fases presentes no V[®] 8 calculado pelo método CALPHAD utilizando o software Thermo-Calc[®].



Fonte – Autor

Com a simulação, foi possível observar que abaixo de 580°C, a microestrutura do aço é constituída por ferrita (Fe- α) e pelos carbeto tipo MC e M₂₃C₆. O carbeto MC permanece estável até altas temperaturas, sendo dissociado apenas quando o aço atinge sua fase líquida. Já o carbeto M₂₃C₆ se converte em M₇C₃, que se dissolve na matriz do aço ao se aproximar de 860°C. Com isso, os resultados da simulação foram validados comparando o difratograma obtido com a referência (Toboła; Cyboron; Łętocha, 2017), confirmando o domínio das fases de ferrita Fe- α (CIF-64998) e carbeto de vanádio (VC) tipo MC (CIF-22263).

4.2 Difração de raios X (DRX) para MAE

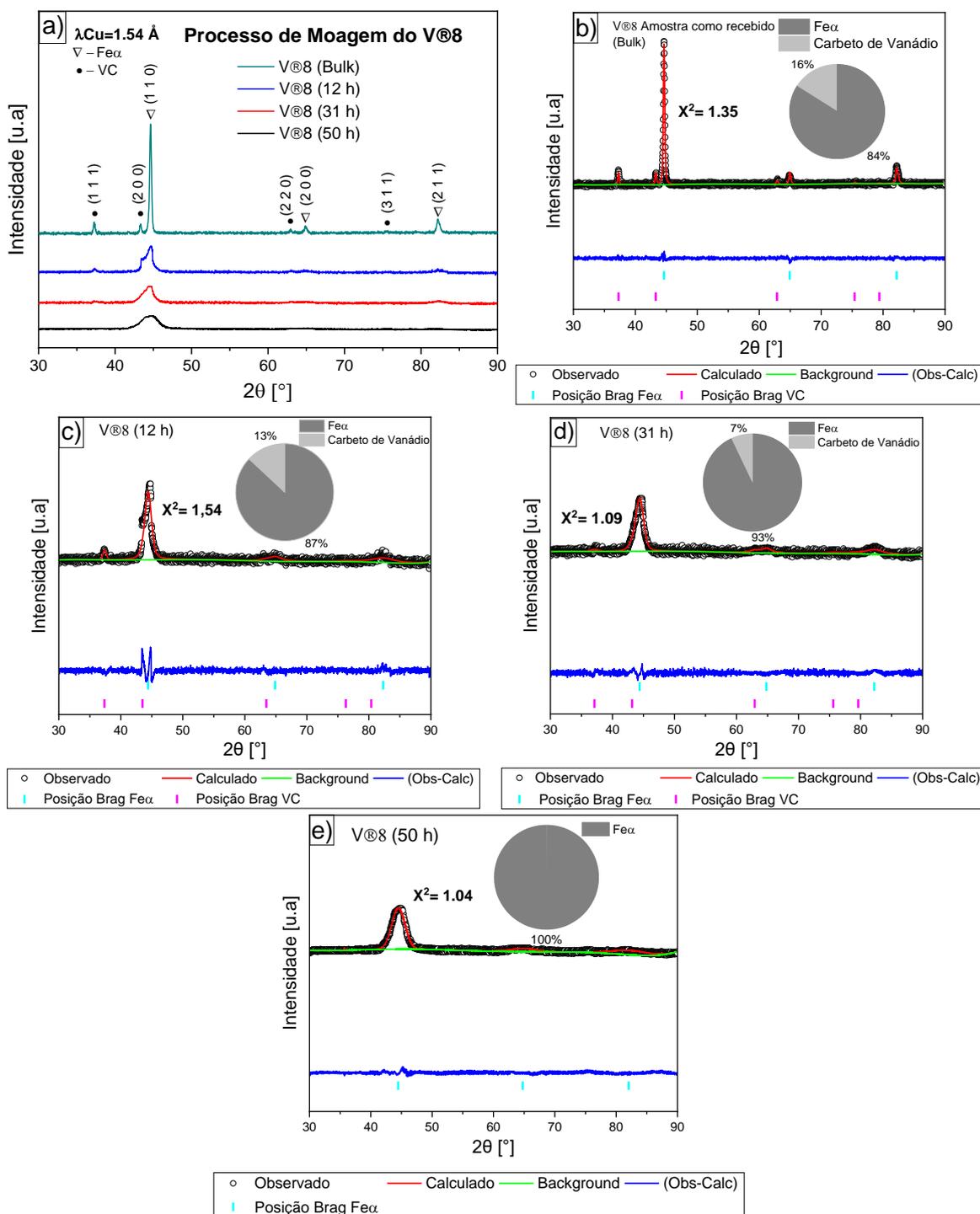
A análise de DRX nesta etapa foi realizada para elucidar as características microestruturais cristalinas tanto da amostra como recebida (*Bulk*) quanto dos pós durante a MAE. As fases presentes no material foram identificadas utilizando o software GSAS II[®] e o banco de dados de estruturas cristalinas (ICSD). Para a análise quantitativa, foi utilizado o refinamento de Rietveld (Bish; Howard, 1988), e os resultados foram obtidos utilizando o mesmo software.

A Figura 4.2 (a) apresenta os difratogramas após 12, 31 e 50 horas de moagem. O alargamento e a redução de intensidade observados nos picos das fases Fe- α e VC foram atribuídos à deformação microestrutural inerente ao processo de moagem de alta energia (MAE).

A Figura 4.2 (b, c, d e e) mostra o resultado do refinamento de *Rietveld* utilizado para quantificar as fases do processo de moagem apresentado na Figura 4.1 (a). O refinamento, realizado no software GSAS II[®], gera basicamente três curvas: a curva em vermelho representa o valor calculado pelo refinamento; a segunda curva é a curva de fundo (*background*), uma curva de ajuste polinomial; e a terceira curva mostra o erro, que é a diferença entre os valores observados e calculados. O ajuste feito pelo software é baseado no método dos mínimos quadrados, sendo que ajustes entre 1 e 1,5 são considerados adequados (Toby; Von Dreele, 2013). Na Figura 4.2 (b), para a amostra como recebida (*Bulk*), os resultados quantitativos revelaram 16% de carbonetos de VC dispersos em matriz ferrítica, sendo consistente com um estudo anterior Tidesten *et al.* (2017) que utilizou outras técnicas de quantificação de fases para o mesmo material. A formação de carbonetos de VC é predominante no V[®] 8 porque o objetivo é ter carbonetos distribuídos homogeneamente e com tamanhos menores entre os limites dos grãos, proporcionando maior ductilidade e resistência ao desgaste em comparação com os aços da família Vanadis, como o V[®] 4 Extra, V[®] 6 e V[®] 10.

A Figura 4.2 (c, d e e) mostra o conteúdo da fase VC das amostras após 12, 31 e 50 horas de moagem. Durante todo o processo de moagem, houve uma tendência de redução e alargamento dos picos nos padrões de difração de raios X (DRX), resultando em uma diminuição progressiva no conteúdo da fase VC para 13%, 7% e 0%. Essas mudanças nos picos de difração indicam a transição da estrutura cristalina original para um estado de deformação da rede cristalina. No processo de moagem de alta energia, ocorrem impactos contínuos entre as esferas de moagem e as partículas do material, levando a deformações severas na estrutura cristalina à medida que o tempo de processamento se estende (Suryanarayana, 2004).

Figura 4.2 – Caracterização do material (DRX): (a) Difração de raios-X após 12, 31 e 50 horas de MAE; Refinamento de *Rietveld* do V[®] 8 utilizando o software GSAS II[®]: (b) Bulk; (c) 12 h; (d) 31 h; e (e) 50 h.



Fonte – Autor

4.2.1 Determinação do parâmetro de rede, tamanho de cristalito e da microdeformação durante a MAE

Com base nos dados do refinamento de *Rietveld* obtidos por difração de raios X apresentados na Figura 4.2, foi possível compreender as mudanças na estrutura cristalina do material durante o

processo de moagem. Alguns parâmetros fundamentais para essa compreensão incluem o parâmetro de rede, o tamanho do cristalito e a microdeformação da fase não dispersa Fe α . A fase VC não foi observada devido à sua baixa fração volumétrica.

Entre os parâmetros mencionados, o parâmetro de rede representa a distância entre os átomos que se repetem periodicamente em uma estrutura cristalina, conforme a equação da lei de Bragg Equação 4.1 (Cullity, 1956).

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (4.1)$$

Onde n é a ordem de difração (geralmente n = 1), λ é o comprimento de onda do raio X e d é a distância entre planos dos índices de Miller h, k e l. Como a estrutura do Fe α é CCC, a distância entre planos d está relacionada com os parâmetros de rede a=b=c e aos índices de Miller pela seguinte Equação 4.2 (Cullity, 1956).

$$a = b = c = d_{h,k,l} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (4.2)$$

Para o cálculo do tamanho de cristalito e microdeformação, foi empregada a equação de *Williamson-Hall* (W-H) do modelo de deformação uniforme de tensão (*USDM - Uniform Strain Deformation Model*) (Equação 4.3), onde D representa o tamanho do cristalito em uma direção (hkl), λ é o comprimento de onda da radiação Cu-K α , K é a constante de *Scherrer* (K = 0,94) e β é a largura a meia altura do pico (FWHM). A Equação 4.4 representa a equação W-H para o modelo USDM, onde a deformação da rede ϵ é substituída pela tensão σ de acordo com a lei de *Hooke* ($\sigma = E_{hkl} \epsilon$) (Sivakumar *et al.*, 2019).

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\epsilon \sin \theta \quad (4.3)$$

$$\beta_{h,k,l} \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + \frac{4\sigma \sin \theta}{E_{h,k,l}} \quad (4.4)$$

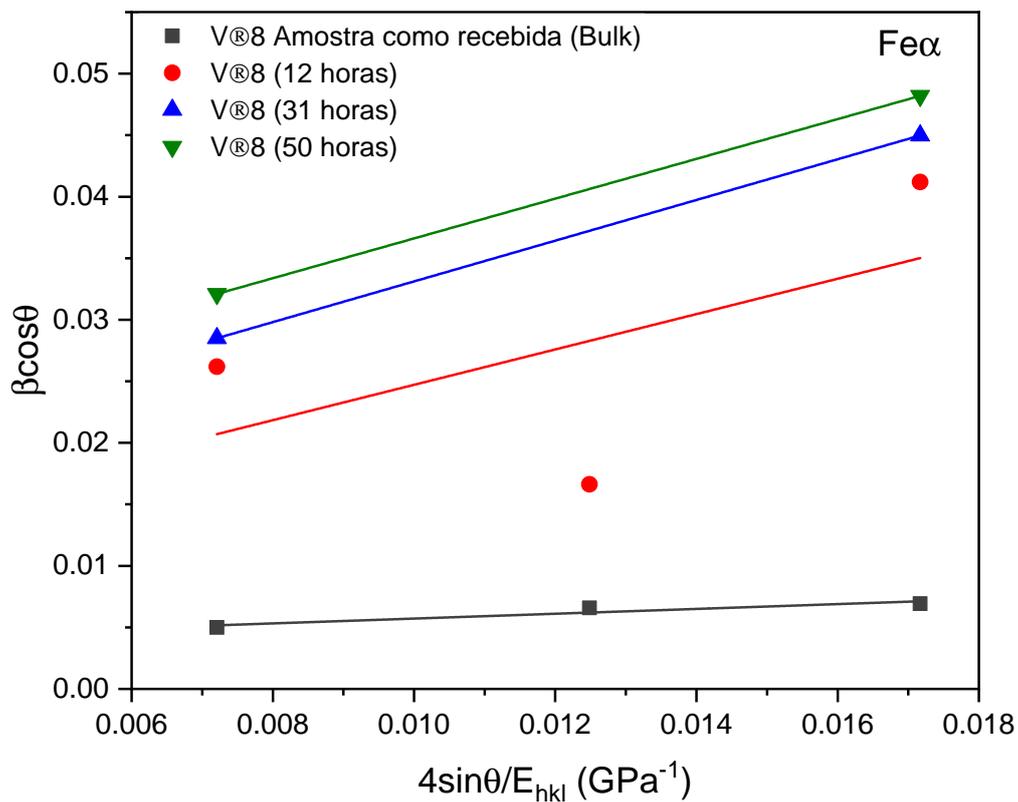
Para estrutura cristalina cúbica, o módulo de Young $E_{h,k,l}$ é dado pela Equação 4.5

$$\frac{1}{E_{h,k,l}} = S_{11} - 2 \left(S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44} \right) \left(\frac{h^2 k^2 + k^2 l^2 + l^2 h^2}{h^2 + k^2 + l^2} \right) \quad (4.5)$$

S_{11} , S_{12} e S_{44} são *elastic compliances* e, para o Fe, os valores de S_{11} , S_{12} e S_{44} são 8×10^{-12} , $-2,8 \times 10^{-12}$ e $8,6 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ respectivamente (Dieter, 2005).

Na Figura 4.3, é apresentada a representação gráfica da relação entre $\beta \cos\theta$ e $4 \sin\theta/E_{h,k,l}$ em função dos diferentes tempos de moagem.

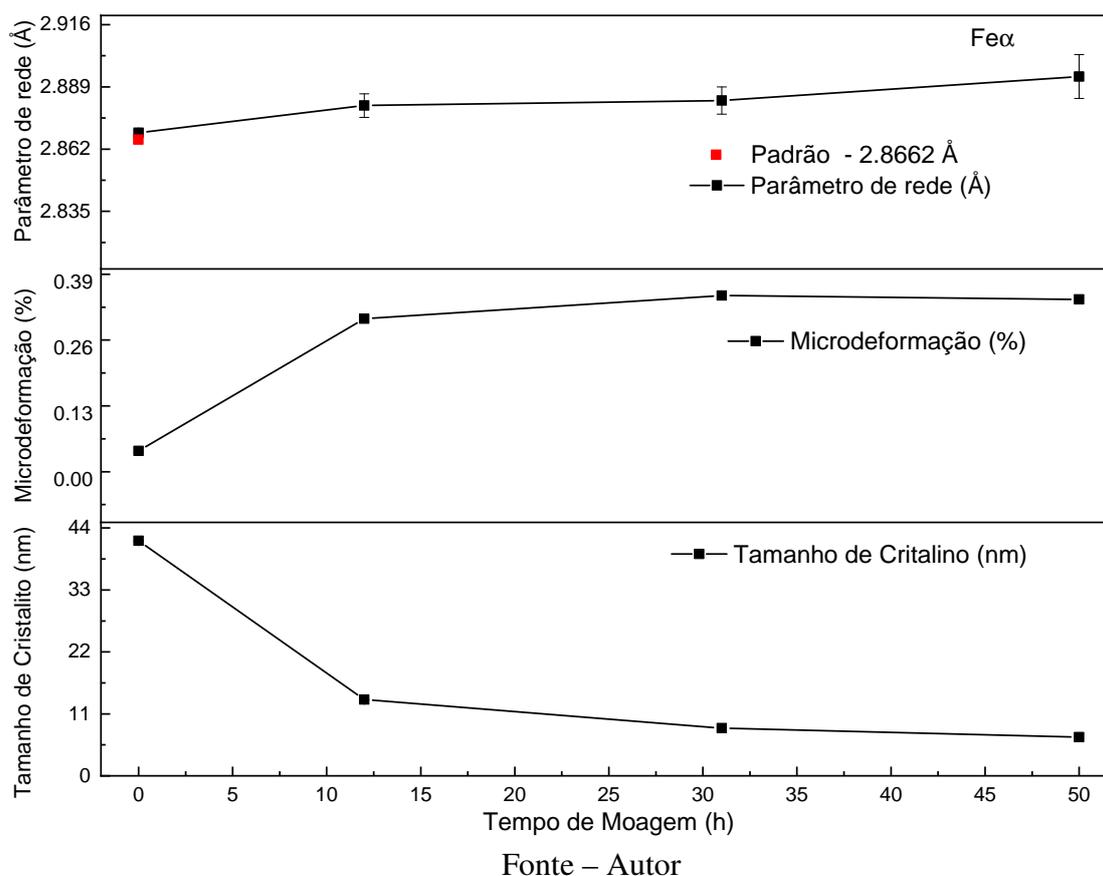
Figura 4.3 – Gráfico *Williamson-Hall* (W-H) do $V^{\text{®}} 8$ para o processo de moagem.



Fonte – Autor

Através da Equação 4.2, é possível calcular o parâmetro de rede das amostras comparando-os com a constante de rede padrão do $\text{Fe}\alpha$. Além disso, o tamanho dos cristalitos e a microdeformação podem ser determinados usando a equação linear (Figura 4.3), conforme ilustrado na Figura 4.4.

Figura 4.4 – Dependências do parâmetro de rede, tamanho de cristalito e microdeformação durante a moagem.



De acordo com a Figura 4.4, observa-se um aumento gradual no parâmetro de rede, de 2,8691 Å no início da moagem para 2,8935 Å após 50 horas de moagem. Esse aumento sugere que a energia liberada pelas colisões das bolas de moagem está induzindo distorções na estrutura cristalina da rede. Em relação ao tamanho do cristalito, foi observada uma redução significativa de 41,72 nm para 6,86 nm no final da moagem, indicando uma diminuição no tamanho das partículas ao longo do processo. Este resultado é consistente com observações semelhantes relatadas por Sivakumar *et al.* (2019) em seu estudo sobre a liga 617 reforçada com dispersão de óxido sintetizado. Além disso, a microdeformação também aumentou com o tempo de moagem, sugerindo um aumento na energia aplicada ao processo, resultando em uma redução no tamanho das partículas.

4.3 Metamodelagem (MAE)

Nesta seção, serão discutidos os resultados do processo de metamodelagem do processo da MAE.

4.3.1 Planejamento superfície de resposta

A Tabela 4.1 apresenta o resultado da matriz CCD RSM com todas as respostas experimentais obtidas em função de cada condição operacional. Estas respostas referem-se à granulometria e à energia consumida. Sendo assim, antes de iniciar a obtenção do metamodelo (equações ajustadas), uma análise exploratória e de sensibilidade das respostas foi realizada. Para isso, foi realizado a ANOVA para verificar os fatores com efeitos estaticamente significativos para a resposta (Figura 4.5). Como pode ser visto, são considerados relevantes os fatores ou interações que ultrapassem a linha pontilhada em 1,69; 1,69 e 1,7 respectivamente.

No caso da redução do tamanho de partículas (Figura 4.5 (a) e (b)), a rotação é o fator mais estatisticamente significativo porque com o aumento da frequência e conseqüentemente rotação do sistema, a energia liberada pelo impacto entre as esferas e material tornam mais eficientes a deformação plástica e a fratura das partículas, fazendo com que as partículas tenham uma redução de tamanho em um menor espaço de tempo. Outro ponto importante de se notar é que na (Figura 4.5 (a)), com exceção da relação quadrática do tempo, todos os outros parâmetros têm um efeito mensurável nas respostas. Na Figura 4.5 (b), todos os parâmetros tiveram um efeito estatisticamente significativo para a resposta, indicando que cada parâmetro está contribuindo de alguma forma para a variação do processo.

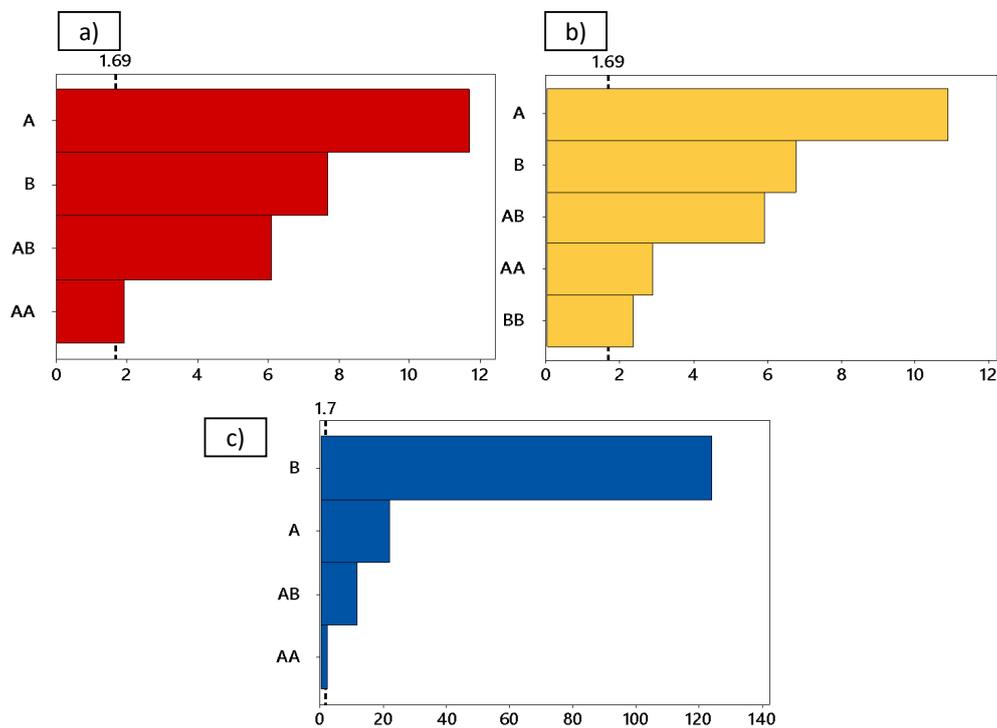
Já para o consumo de energia (Figura 4.5 (c)), o tempo de moagem é o fator mais significativo, mostrando que o equipamento consome mais energia operando por mais tempo do que quando precisa aumentar sua potência. A Figura 4.6 mostra o gráfico de violino das respostas experimentais do tamanho do grão e da energia consumida. Como pode-se ver, existe uma variação significativamente complexa na distribuição dos valores de resposta em função dos parâmetros de processo avaliados. Complementarmente, a Figura 4.7 mostra o resultado da análise de variância (ANOVA) também das respostas, a fim de mostrar a influência dos parâmetros do processo. Observa-se que quanto maior o tempo e a rotação, maior é eficiência na redução do tamanho das partículas. No entanto, em termos de consumo de energia, o resultado é o oposto. Assim, destaca-se que são objetivos (respostas) conflitantes. Além disso, o parâmetro rotação não tem tanta influência estatística no consumo de energia quanto o tempo de processo.

Tabela 4.1 – Resultado planejamento superfície resposta (peneiramento-MAE).

Amostra	V [®] 8 (g)	Variáveis de decisão		Respostas		
		n(rpm)	t(h)	≥ 150 μm (g)	< 150 μm (g)	E (kW)
1	10	300	50	6.2139	3.0830	7.350
2	10	400	12	5.3155	4.1600	2.100
3	10	350	12	7.5981	1.2867	1.992
4	10	350	31	6.1195	3.2841	4.898
5	10	350	31	5.7488	3.6994	5.053
6	10	300	31	7.5211	1.8468	4.495
7	10	300	12	6.4482	3.1749	1.752
8	10	400	31	2.7250	6.6210	5.704
9	10	300	12	6.5817	2.9660	1.740
10	10	300	31	7.4031	2.0703	4.433
11	10	300	31	6.7774	2.5971	4.557
12	10	300	50	7.3754	1.9510	7.200
13	10	350	31	5.1635	4.3243	4.960
14	10	350	50	4.6951	4.1330	7.900
15	10	350	31	6.1049	3.4580	5.084
16	10	350	50	4.8020	3.9651	7.850
17	10	400	31	2.5480	6.8884	5.580
18	10	350	31	5.9720	3.1231	5.022
19	10	350	31	5.2468	4.4491	4.929
20	10	350	50	3.8583	5.1040	7.800
21	10	350	31	4.4772	4.9991	5.053
21	10	350	31	4.4772	4.9991	5.053
22	10	300	50	6.9956	2.2998	7.100
23	10	400	31	3.9007	5.4890	5.363
24	10	350	31	5.6587	3.7642	5.022
25	10	400	50	2.0465	7.3991	8.850
26	10	400	12	5.7816	3.7085	2.088
27	10	350	12	7.7899	1.2855	1.944
28	10	400	50	0.9315	8.4922	8.950
29	10	300	31	6.2511	3.6535	4.960
30	10	400	12	5.9626	3.4262	2.220
31	10	300	12	6.8213	2.5531	1.728
32	10	350	31	4.2558	5.2852	4.867
33	10	350	31	4.5209	4.9218	4.929
34	10	350	31	5.5047	4.0471	4.867
35	10	350	31	5.5484	4.1481	4.960
36	10	400	50	1.3518	8.0543	9.200
36	10	400	50	1.3518	8.0543	9.200
37	10	350	31	5.8601	3.5006	4.929
38	10	350	31	4.4228	4.9289	5.115
39	10	350	12	6.7784	2.2362	1.908

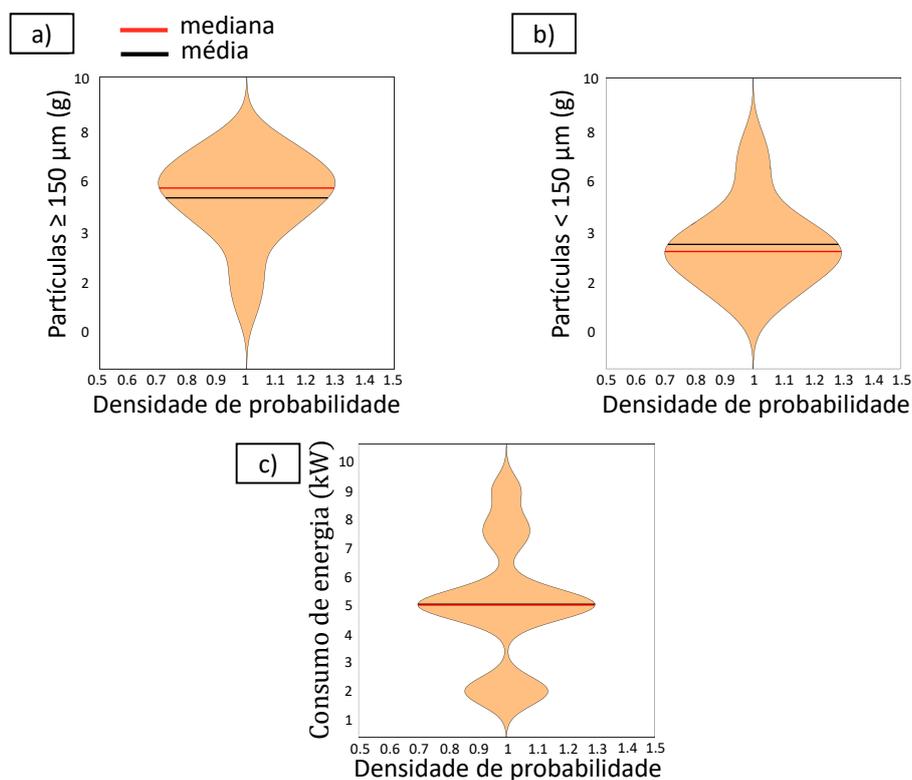
Fonte – Autor

Figura 4.5 – Gráfico de Pareto para: (a) Partículas $\geq 150 \mu\text{m}$ (g), (b) partículas $< 150 \mu\text{m}$ (g) e (c) Consumo de energia do moinho planetário E (kW). Legenda: A = Rotação (rpm) e B = Tempo (h)



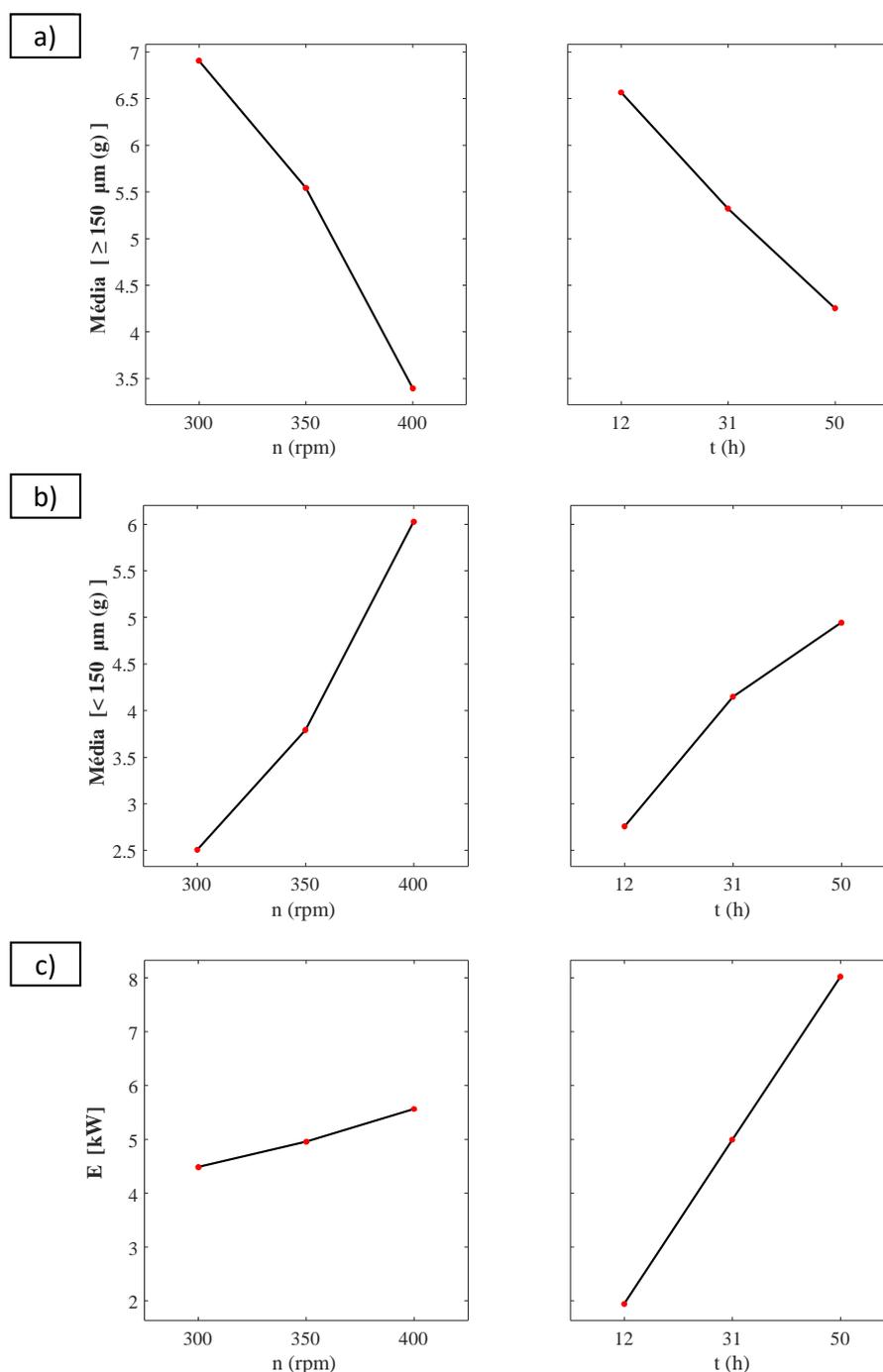
Fonte – Autor

Figura 4.6 – Gráfico de violino das respostas experimentais: (a) Partículas $\geq 150 \mu\text{m}$ (g), (b) partículas $< 150 \mu\text{m}$ (g) e (c) Consumo de energia E (kW).



Fonte – Autor

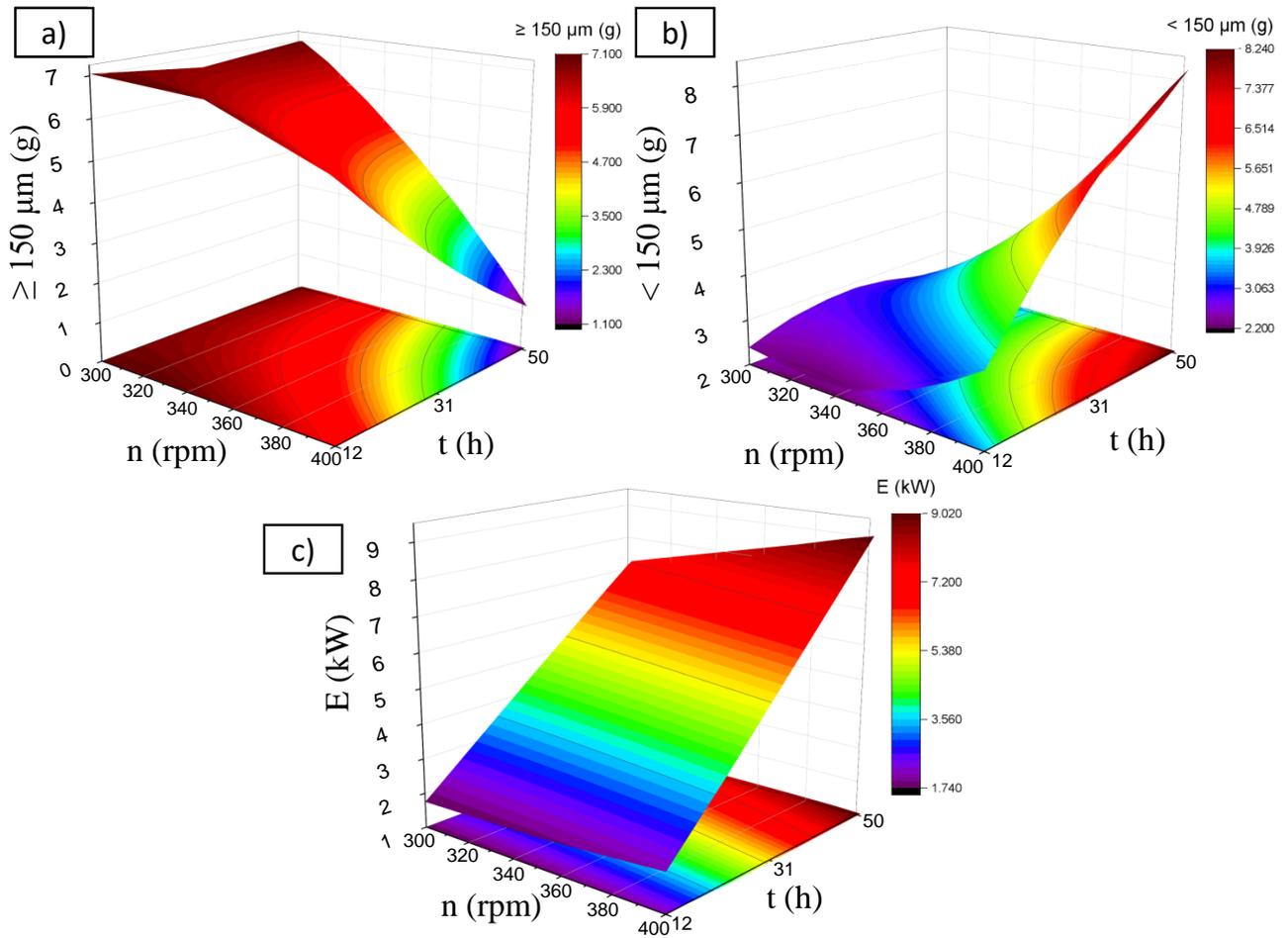
Figura 4.7 – Gráfico do efeito principal das respostas experimentais. (a) Partículas $\geq 150 \mu\text{m}$ (g), (b) partículas $< 150 \mu\text{m}$ (g) e (c) Consumo de energia E (kW).



Fonte – Autor

Adicionalmente, a Figura 4.8 mostra o gráfico da superfície de resposta em função dos dois principais parâmetros do processo. Este resultado foi obtido apenas em função das respostas avaliadas (pontos experimentais) sem o ajuste ótimo por RSM. Por meio das superfícies, observa-se que as respostas referentes ao tamanho de partícula possuem um perfil não-linear. Com isso, justifica-se o uso de um modelo quadrático no planejamento de experimentos, a fim de gerar um metamodelo fiel à realidade. Por outro lado, a resposta da energia apresenta um padrão mais linear.

Figura 4.8 – Gráfico de superfície das respostas experimentais: (a) $\geq 150 \mu\text{m}$ (g), (b) $< 150 \mu\text{m}$ (g) e (c) Consumo de energia E(kW).



Fonte – Autor

Após uma análise exploratória e de sensibilidade do conjunto de dados, o metamodelo foi então gerado utilizando a metodologia de superfície de resposta. O modelo ajustado foi obtido em função da matriz CCD já considerando o melhor ajuste possível com o auxílio do *backward elimination*. A técnica *backward elimination* tem o objetivo de simplificar o modelo, removendo as variáveis que têm menos impacto na resposta do sistema, sem comprometer significativamente a precisão do modelagem. As equações: Equação 4.6, Equação 4.7 e Equação 4.8 explicam o modelo já ajustado, apresentando coeficientes $R^2(\text{adj})$ satisfatórios, como mostra a Tabela 4.2. Essas equações são de extrema importância para a metodologia aqui discutida, pois serão utilizadas como função objetivo na etapa de otimização multiobjetivo.

$$J_1 = \geq 150 \mu\text{m}(g) = -16.8 + 0.1408n + 0.3049t - 0.000199n^2 + 0.000768t^2 - 0.001181n \cdot t \quad (4.6)$$

$$J_2 = < 150 \mu\text{m}(g) = 35.4 - 0.1958n - 0.2762t + 0.000276n^2 - 0.001555t^2 + 0.001229n \cdot t \quad (4.7)$$

$$J_3 = E(\text{kW}) = 4.18 - 0.0239n + 0.0390t + 0.000033n^2 - 0.000110t^2 + 0.000365n \cdot t \quad (4.8)$$

Tabela 4.2 – Resultados da regressão para as respostas experimentais.

Respostas	R ² (adj)
≥ 150 μm (g)	83.90 %
< 150 μm (g)	84.34 %
E (kW)	99.69 %

Fonte – Autor

4.3.2 Resultados da otimização multiobjetivo (MAE)

Nesta etapa foi realizada a otimização multiobjetivo. Uma vez obtidas as equações que traduzem eficientemente o modelo físico do problema (processo), estes podem ser utilizadas como função objetivo na formulação matemática da otimização.

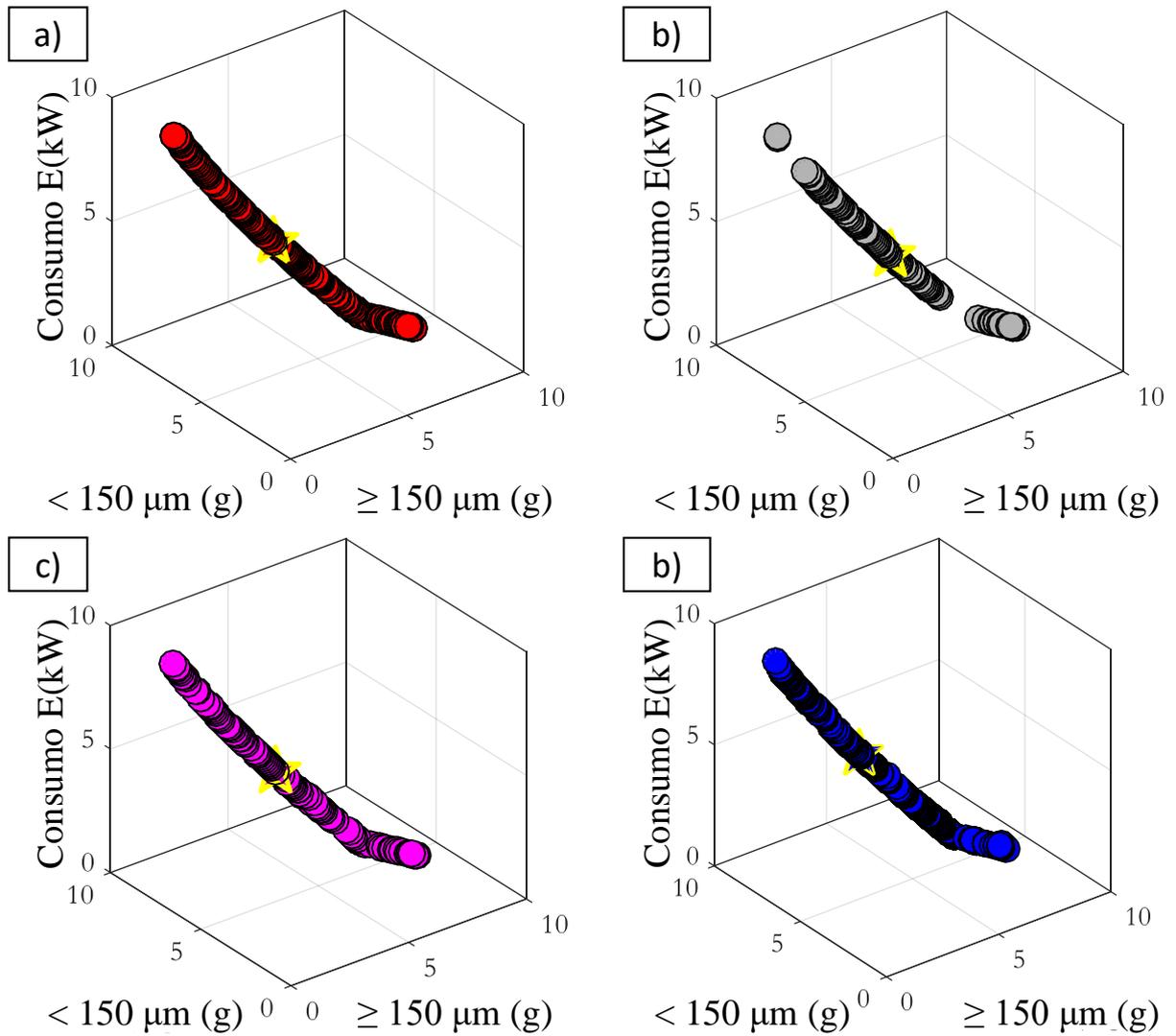
O enunciado do problema de otimização é destacado na Equação 4.9. O problema em questão é definido como uma otimização multiobjetivo não linear e sem restrições.

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Minimize } J_1(n,t) \\ \text{Maximize } J_2(n,t) \\ \text{Minimize } J_3(n,t) \end{array} \right. \text{ Onde : } \left\{ \begin{array}{l} 300 \\ 12 \end{array} \right\} \leq \left\{ \begin{array}{l} n \\ t \end{array} \right\} \leq \left\{ \begin{array}{l} 400 \\ 50 \end{array} \right\} \quad (4.9)$$

Para resolver este problema, o algoritmo MOLA foi definido como um otimizador. No entanto, nesta fase foi também avaliada a eficiência de três outros otimizadores, nomeados como: algoritmo genético não ordenado (NSGA-II), otimização multiobjetivo por enxame de partículas (MOPSO) e otimização multiobjetivo por girassol (MOSFO)

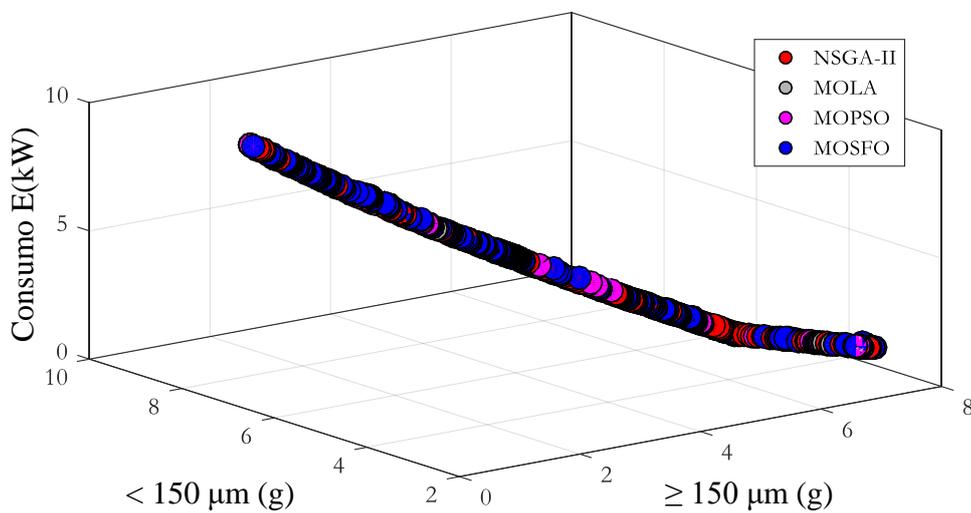
A Figura 4.9 mostra o resultado final obtido para os 4 otimizadores avaliados, destacando a frente ótima de Pareto ou superfície de Pareto. Entre as soluções ótimas ou soluções não dominadas, escolheu-se uma única solução considerando a mesma importância para os objetivos. Como técnica de decisão, foi escolhida a TOPSIS (*Technique for Order Preference by Similarity to Ideal Solution*). Em cada conjunto ótimo, a solução TOPSIS é destacada. A Figura 4.10 complementar à Figura 4.9 mostra todas as superfícies de Pareto para os 4 algoritmos em conjunto. Conclui-se que foi possível obter a frente real para o problema devido à reprodutibilidade alcançada.

Figura 4.9 – Soluções ótimas obtidas considerando diferentes metaheurísticas e a solução de tomada de decisão TOPSIS: (a) NSGA-II, (b) MOLA, (c) MOPSO e (d) MOSFO.



Fonte – Autor

Figura 4.10 – Todas as soluções ótimas não dominadas obtidas considerando diferentes metaheurísticas (MAE).



Fonte – Autor

Por último, a Tabela 4.3 apresenta os valores da melhor solução TOPSIS para cada um dos algoritmos. Em todos os casos, mesmo na presença de objetivos contraditórios, a rotação foi unânime no limite, ou seja, $n = 400$ rpm. Isto pode ser explicado pelo fato anteriormente discutido da baixa influência da rotação no consumo de energia. Por outro lado, o tempo de moagem obtido situou-se entre os limites de forma não trivial.

Tabela 4.3 – Variáveis de decisão otimizadas para as quatro otimizações multiobjetivo considerando critério de escolha TOPSIS.

Algoritmo	Variáveis de decisão		Objetivos		
	n(rpm)	t(h)	$\geq 150 \mu\text{m}$ (g)	$< 150 \mu\text{m}$ (g)	E (kW)
NSGA-II	399.97	26.72	3.7535	5.8843	4.7649
MOLA	400	23.85	4.1214	5.4933	4.2503
MOPSO	400	26.31	3.8034	5.8321	4.6929
MOSFO	399.98	28.71	3.5041	6.1422	5.1217

Fonte – Autor

A Tabela 4.4 mostra o resultado da confirmação experimental das respostas dos algoritmos, e a Tabela 4.5 mostra o erro entre a resposta da otimização do metamodelo e os dados obtidos no experimento de confirmação. Embora todos os algoritmos tenham apresentado resultados satisfatórios do ponto de vista da eficiência do consumo de energia e do erro percentual da previsão da quantidade de partículas geradas menores que $150 \mu\text{m}$ (g), o MOLA foi o algoritmo escolhido para a análise qualitativa da dispersão das partículas já que o algoritmo ofereceu o menor tempo de moagem.

Tabela 4.4 – Experiência de confirmação - otimização multiobjetivo (MAE).

Algoritmo	Variáveis de decisão		Objetivos		
	n(rpm)	t(h)	$\geq 150 \mu\text{m}$ (g)	$< 150 \mu\text{m}$ (g)	E (kW)
NSGA-II	400.00	27	4.1408	5.1458	4.683
			3.2463	6.1901	4.686
			3.6818	5.7642	4.654
MOLA	400.00	24	3.8110	5.9855	4.313
			3.5044	5.8787	4.262
			4.6164	5.1235	4.303
MOPSO	400.00	26	3.3097	6.4127	4.674
			4.4054	4.9216	4.749
			4.6123	4.6123	4.706
MOSFO	400.00	29	4.0524	5.8258	5.213
			3.2387	6.1640	5.089
			4.9876	4.5002	4.990

Fonte – Autor

Tabela 4.5 – Erro do metamodelo em relação à experiência de confirmação (%) (MAE)

Algoritmo	Erro (%)			Erro médio global \pm $D_{p_{med}}$
	$\geq 150 \mu\text{m}$ (g)	$< 150 \mu\text{m}$ (g)	E (kW)	
NSGA-II	9.35	14.35	1.74	7.42 \pm 2.8
	15.62	4.94	1.68	
	1.95	2.08	2.38	
MOLA	8.14	8.22	1.45	6.82 \pm 0.95
	17.61	6.56	0.27	
	10.72	7.22	1.22	
MOPSO	14.92	9.05	0.40	10.69 \pm 1.9
	13.67	18.50	1.18	
	17.54	20.66	0.28	
MOSFO	13.53	5.43	1.75	7.73 \pm 4.9
	8.19	0.35	0.64	
	29.74	36.49	2.64	

Fonte – Autor

4.4 Morfologia e análise qualitativa da dispersão de partículas abaixo de $150 \mu\text{m}$ (MAE)

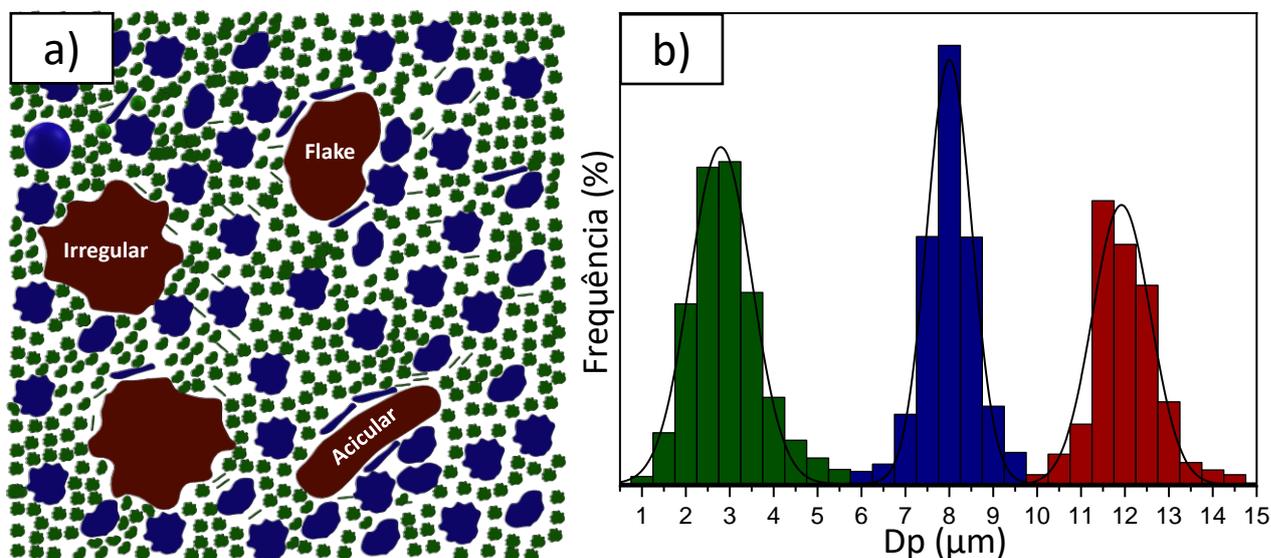
De acordo com Chang *et al.* (2011), que estudou o efeito dos processos de sinterização e tratamento térmico na microestrutura do aço ferramenta V[®] 4, os tamanhos originais das partículas deste aço após o processo de atomização estão entre 7-110 μm . Portanto, esta seria uma referência que se tem sobre a faixa de tamanho de partículas dos aços da família Vanadis. Em outro artigo Tornberg e Fölzer (2002), relatam em seu estudo que a *Böhler-Uddeholm* disponibiliza através do processo de atomização um pó com excelente qualidade e um tamanho médio de partícula de 60 μm . Consequentemente, utilizando o processo de moagem mecânica MAE para fabricar um subproduto reciclável com as mesmas características e propriedades mecânicas do produto vendido comercialmente, definiu-se como objetivo neste estudo alcançar parâmetros de moagem que maximizem a quantidade de produção em peso (g) de pós com tamanhos de partículas menores que 150 μm , com foco na redução do tempo de moagem e consumo de energia. Para tal, foi utilizado neste estudo o novo algoritmo de otimização MOLA (Pereira *et al.*, 2022).

No entanto, as respostas do algoritmo precisam ser comparadas com uma análise qualitativa das dispersões das partículas. Para isso, foi feita uma avaliação por granulômetro a laser, para avaliar qual das configurações apresentou a melhor dispersão volumétrica, ou seja, para cada configuração de tempo de moagem MM (*Mechanical Milling*), foi realizado o peneiramento e coleta de partículas

menores que $150\ \mu\text{m}$ (g). A justificativa para isso é que este trabalho tem a proposta de viabilizar uma rota alternativa de reciclagem, assim, faz sentido pensar nos processos subsequentes a obtenção do pó, como os processos de compactação e sinterização.

A Figura 4.11 (a) representa como funciona o empacotamento de partículas. Neste caso, o exemplo foi feito didaticamente com partículas de morfologia irregular, acicular e em flocos. Na Figura 4.11 (b), nota-se pelo gráfico que existem três tipos de populações representadas pelas gaussianas: partículas pequenas, médias e grandes. Dizemos que este tipo de empacotamento tem uma distribuição trimodal. De acordo com Dinger e Funk (1997), quanto maior o número de populações numa distribuição volumétrica, mais eficiente tende a ser o empacotamento. Isso pode ser explicado pelo fato de que, ao empacotar as partículas, é possível reduzir a porosidade devido ao preenchimento dos espaços pelas partículas mais finas. Como resultado, a redução da porosidade beneficia o processo de difusão e, com isso, é possível obter um material com maior densificação. Desta forma, as propriedades mecânicas e estruturais são otimizadas.

Figura 4.11 – Distribuição trimodal para: (a) representação genérica da dispersão de partículas e (b) modelo didático de representação estatística.



Fonte – Autor

A Figura 4.12 detalha a distribuição das partículas e a dispersão volumétrica a partir das análises realizadas no MEV/SE e no analisador de partículas a laser para os tempos de moagem de 12, 31, 50 e 24 horas. Sendo 24 horas o tempo obtido pelo algoritmo MOLA com a rotação máxima de 400 rpm, uma vez que este parâmetro tem baixa influência no consumo de energia. Além disso, foram analisados os parâmetros D10, D50, D90, MV e SD.

D10, D50 e D90 são as distribuições cumulativas das partículas de 10, 50 e 90%, respectivamente. MV é o diâmetro médio em microns da distribuição de volume representado pelo centro

de gravidade da distribuição, conhecido como tamanho médio de partícula ou tendência central, e este parâmetro é fortemente influenciado por uma alteração na quantidade de volume de partículas grandes na distribuição. SD é o desvio padrão em microns, uma medida da largura da distribuição.

A micrografia obtida por MEV após 12 horas de moagem é mostrada na Figura 4.12 (a), e pode ser visto que a maioria do material é pó com morfologia de partículas irregulares e uma pequena fração na forma de flocos e partículas aciculares. O tamanho das partículas e a presença de partículas na forma de flocos ou aciculares indicam que as 12 horas de moagem ainda não foram suficientes para uma redução significativa do tamanho das partículas (Salvo *et al.*, 2017). Na Figura 4.12 (b), é apresentado o resultado da difração a laser, que mostra uma variação entre os tamanhos de partículas de 26,16 μm a 296 μm . Além disso, observa-se que essa configuração é estatisticamente unimodal simétrica, sendo que 10% das partículas mais finas possuem tamanho de até 51,02 μm , 50% possuem dimensão de até 78,17 μm e 90% das partículas mais grossas possuem até 127,8 μm , com MV-85 μm e SD-28,83 μm .

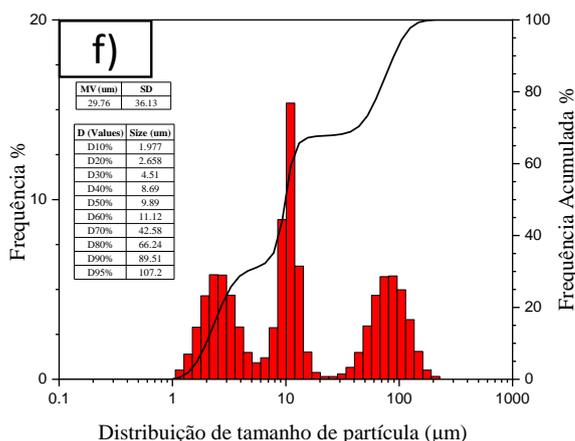
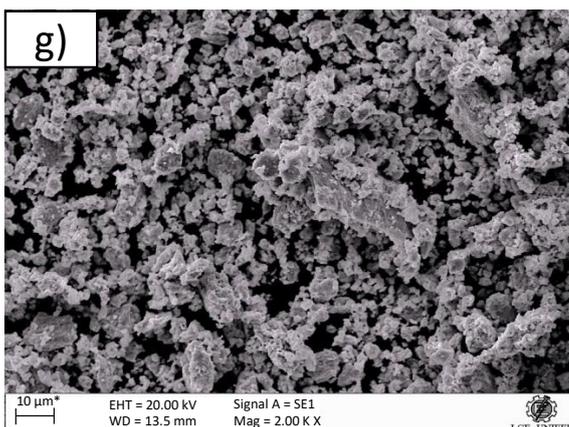
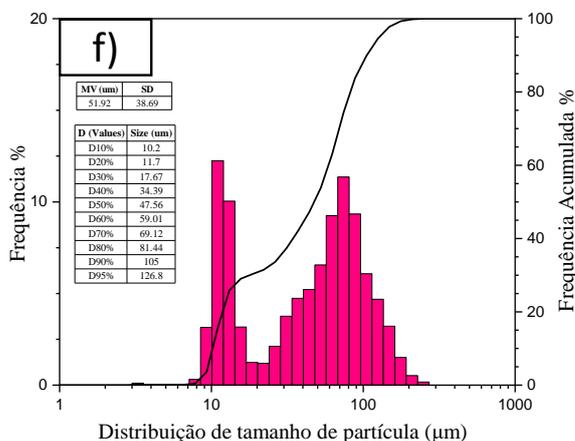
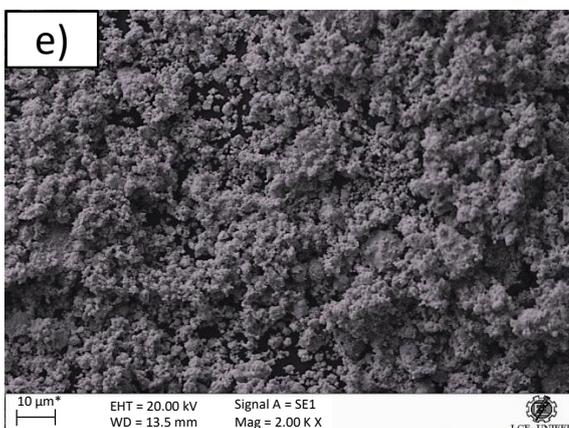
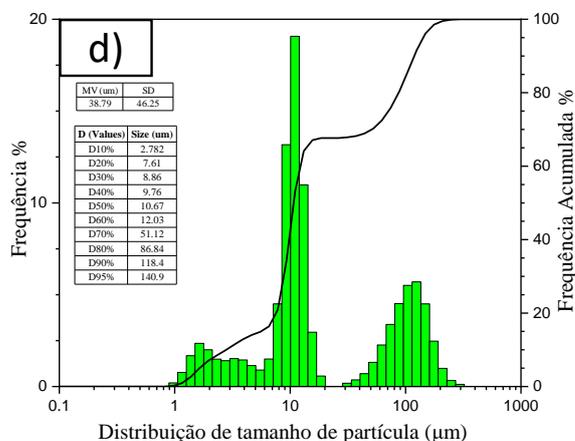
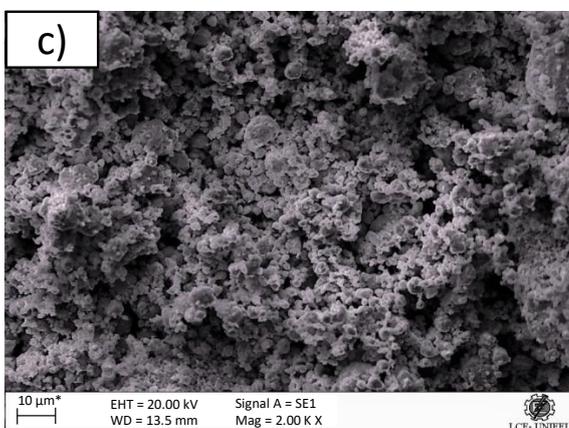
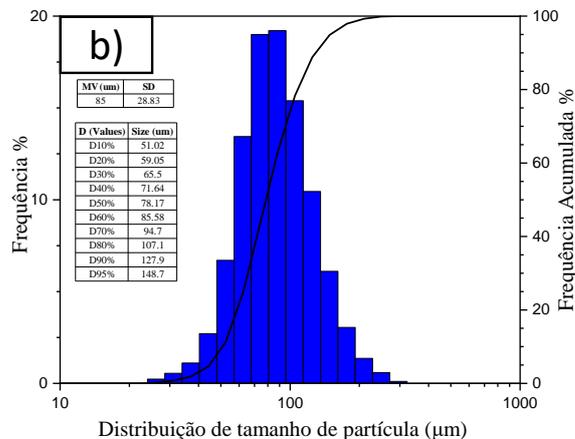
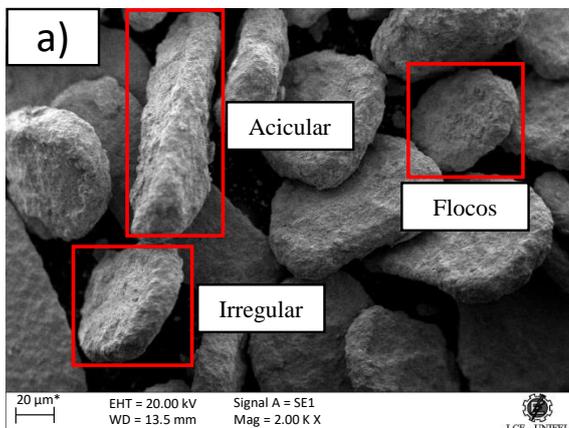
Na Figura 4.12 (c) é possível notar que com 31 horas, as partículas do tipo flocos e aciculares tiveram suas frações reduzidas e as irregulares aumentaram significativamente com a evolução do processo dúctil-frágil caracterizado pela moagem do V[®] 8 (Barbedo *et al.*, 2021; Suryanarayana, 2001). Enquanto que a Figura 4.12 (d) mostra uma variação de tamanho mínimo e máximo entre 0,972 μm a 248,9 μm , com distribuição bimodal, 10% das partículas mais finas com tamanho até 2,782 μm , 50% com até 10,67 μm , 90% com até 118,4 μm , MV-38,79 μm e SD-46,25 μm .

A Figura 4.12 (e) (50 horas de moagem), mostra que formaram-se agregados de partículas. Os agregados são um grupo de partículas ligadas entre si por forças fracas. Com a redução do tamanho das partículas na MAE, os pós da ordem de 1 a 100 μm de diâmetro têm uma forte tendência para se agregarem devido à relação coesiva entre a área de superfície e o seu volume (força de atração de Van der Waals). As possíveis causas para o aparecimento de agregados são partículas irregularmente entrelaçadas ou forças capilares causadas pela humidade (Grasso *et al.*, 2020; Baláž, 2008; Visser, 1989). Assim, os agregados são indesejáveis porque dificultam a análise do tamanho real das partículas. A Figura 4.12 (f) mostra a variação granulométrica entre 6,54 μm e 296 μm , distribuição bimodal, com 10% das partículas finas com até 10,2 μm , 50% com até 47,56 μm , 90% com até 126,8 μm , MV-51,92 μm e SD-38,69 μm . Se comparados os resultados de 50 horas de moagem com os de 31 horas, verifica-se que com o aumento do tempo de moagem, as partículas apresentam maior MV e maior variação entre dimensão máxima e mínima.

Comparando a Figura 4.12 (g) com a Figura 4.12 (a), foram observadas partículas predominantemente irregulares, com melhor dispersão e menor aglomeração na configuração de 24 horas. A Figura 4.12 (h) mostra partículas com variações entre as dimensões máximas e mínimas de 1,156 μm a 209,3 μm , distribuição trimodal, 10% com até 1,977 μm , 50% com até 9,89 μm , 90% com até 89,51 μm , MV-29,76 μm e SD-36,13 μm .

Através dos resultados, é possível concluir que a melhor configuração analisada no que diz respeito à dispersão das partículas é a amostra com um tempo de moagem de 24 horas (Figura 4.12 (g) e (h)). Este resultado é evidenciado pela distribuição estatística trimodal, como explicado na Figura 4.12, e pelas baixas amplitudes de MV e SD. Outro ponto importante é que à medida que o tempo de moagem aumenta, as partículas diminuem de tamanho como é o caso para 31 e 50 horas, no entanto, isso não implica que as partículas terão melhores disposições para proporcionar melhor densificação e menor porosidade nos processos subsequentes de obtenção dos pós, como compactação e sinterização.

Figura 4.12 – Micrografias (SEM/SE) e distribuição do tamanho das partículas (Difração a laser) 400 rpm durante (a) e (b) 12 horas, (c) e (d) 31 horas, (e) e (f) 50 horas, (g) e (h) 24 horas (MOLA).



4.5 Metamodelagem (Sinterização)

4.5.1 Planejamento superfície de resposta

A Tabela 4.6 mostra o resultado da matriz experimental CCD após compactação e tratamento térmico de sinterização. As respostas referem-se à densidade aparente, ao consumo de energia do forno e a dureza média em cada amostra.

Tabela 4.6 – Resultado planejamento superfície resposta (Sinterização).

Amostra	Peso V [®] 8 em (g)	Variáveis de decisão			Respostas	
		T(°C)	t(h)	D _{ap} (g/cm ³)	E (kW)	Microdureza (HV)
1	1.5	1200	1	5.9372	9.880	189.7
2	1.5	1300	1	6.7353	10.595	192.3
3	1.5	1200	2	5.8902	12.430	187.8
4	1.5	1300	2	6.5717	14.060	205.7
5	1.5	1200	1.5	5.8744	11.530	195.7
6	1.5	1300	1.5	6.8144	12.468	216.2
7	1.5	1250	1	6.3606	10.130	202.3
8	1.5	1250	2	6.8922	13.930	199.2
9	1.5	1250	1.5	6.6045	12.055	226.3
10	1.5	1250	1.5	6.7901	12.375	210.5
11	1.5	1250	1.5	6.5230	11.950	224.7
12	1.5	1250	1.5	6.5001	11.830	223.9
13	1.5	1250	1.5	6.4920	12.338	224.2
14	1.5	1200	1	5.5047	10.075	187.5
15	1.5	1300	1	6.5165	10.940	193.8
16	1.5	1200	2	6.0163	13.475	187.8
17	1.5	1300	2	6.9848	14.495	203.2
18	1.5	1200	1.5	5.9952	11.475	195.3
19	1.5	1300	1.5	6.8190	12.547	212.1
20	1.5	1250	1	6.2738	10.650	199.4
21	1.5	1250	2	6.4288	14.575	200.7
22	1.5	1250	1.5	6.8617	11.995	228.6
23	1.5	1250	1.5	6.2496	11.703	219.9
24	1.5	1250	1.5	6.5835	12.120	227.1
25	1.5	1250	1.5	6.5307	12.280	218.6
26	1.5	1250	1.5	6.3660	11.733	223.8
27	1.5	1200	1	5.5752	10.175	191.6
28	1.5	1300	1	6.8077	10.870	195.4
29	1.5	1200	2	6.0250	13.675	195.9
30	1.5	1300	2	6.7988	14.255	206.2
31	1.5	1200	1.5	5.8602	12.025	195.5
32	1.5	1300	1.5	6.7190	12.543	217.8
33	1.5	1250	1	6.3784	10.490	197.9
34	1.5	1250	2	6.7353	14.075	201.4
35	1.5	1250	1.5	6.6439	12.143	225.7
36	1.5	1250	1.5	6.6949	12.370	226.3
37	1.5	1250	1.5	6.3204	11.793	227.9
38	1.5	1250	1.5	6.2601	12.120	225.4
39	1.5	1250	1.5	6.6609	12.520	214.7

Fonte – Autor

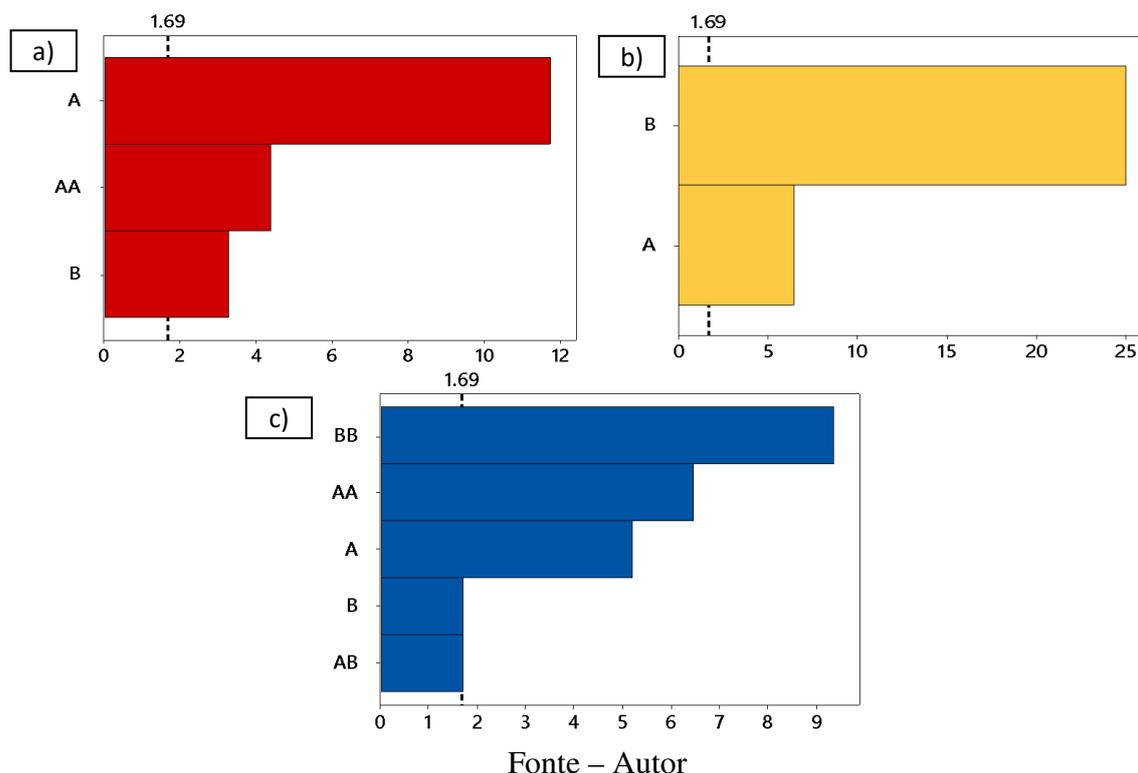
Sendo assim, da mesma maneira que foi feito na seção 4.2, uma análise baseada na técnica estatística ANOVA foi feita para investigar os fatores com efeitos significativos para as respostas (Figura 4.13).

Na avaliação da resposta densidade aparente (Figura 4.13 (a)), a temperatura é o fator mais estatisticamente significativo. A explicação para isso está na difusão dos átomos que é governada pela lei de *Fick* (Equação 2.1, Equação 2.2), que descrevem a taxa de difusão em função da concentração, do gradiente de concentração e da temperatura. Assim, ao aumentar a temperatura durante a sinterização, ocorre um aumento na taxa de difusão dos átomos, o que leva a uma maior mobilidade e rearranjo das partículas metálicas. Isso pode resultar em uma maior densificação e, conseqüentemente, em uma maior densidade aparente do material sinterizado.

Por outro lado, para o consumo de energia do forno (Figura 4.13 (b)), o tempo é o fator mais estatisticamente significativo. O tempo de sinterização afeta diretamente a quantidade de energia necessária para realizar o processo. Quanto mais tempo o material fica exposto a altas temperaturas, maior será o consumo de energia do forno. Embora o aumento da temperatura também possa contribuir para o consumo de energia do forno, o efeito do tempo é mais significativo nesse aspecto. Isso ocorre porque, à medida que o tempo de sinterização aumenta, a quantidade total de energia necessária para manter a temperatura constante durante esse período aumenta proporcionalmente. Portanto, um tempo de sinterização mais longo resultará em um consumo de energia do forno maior, independentemente da temperatura específica selecionada dentro da faixa estabelecida.

Para complementar a avaliação da densidade aparente, após o processo de sinterização, foi analisado o impacto da temperatura, do tempo e das suas interações na microdureza do V[®]8 (Figura 4.13 (c)). A relação quadrática do tempo, seguido da relação quadrática da temperatura foram os parâmetros mais estatisticamente significativos para a microdureza. Embora o parâmetro linear individual da temperatura e tempo, e interação entre temperatura e tempo sejam significativos eles não tiveram a mesma influência que a relação quadrática dos parâmetros isolados.

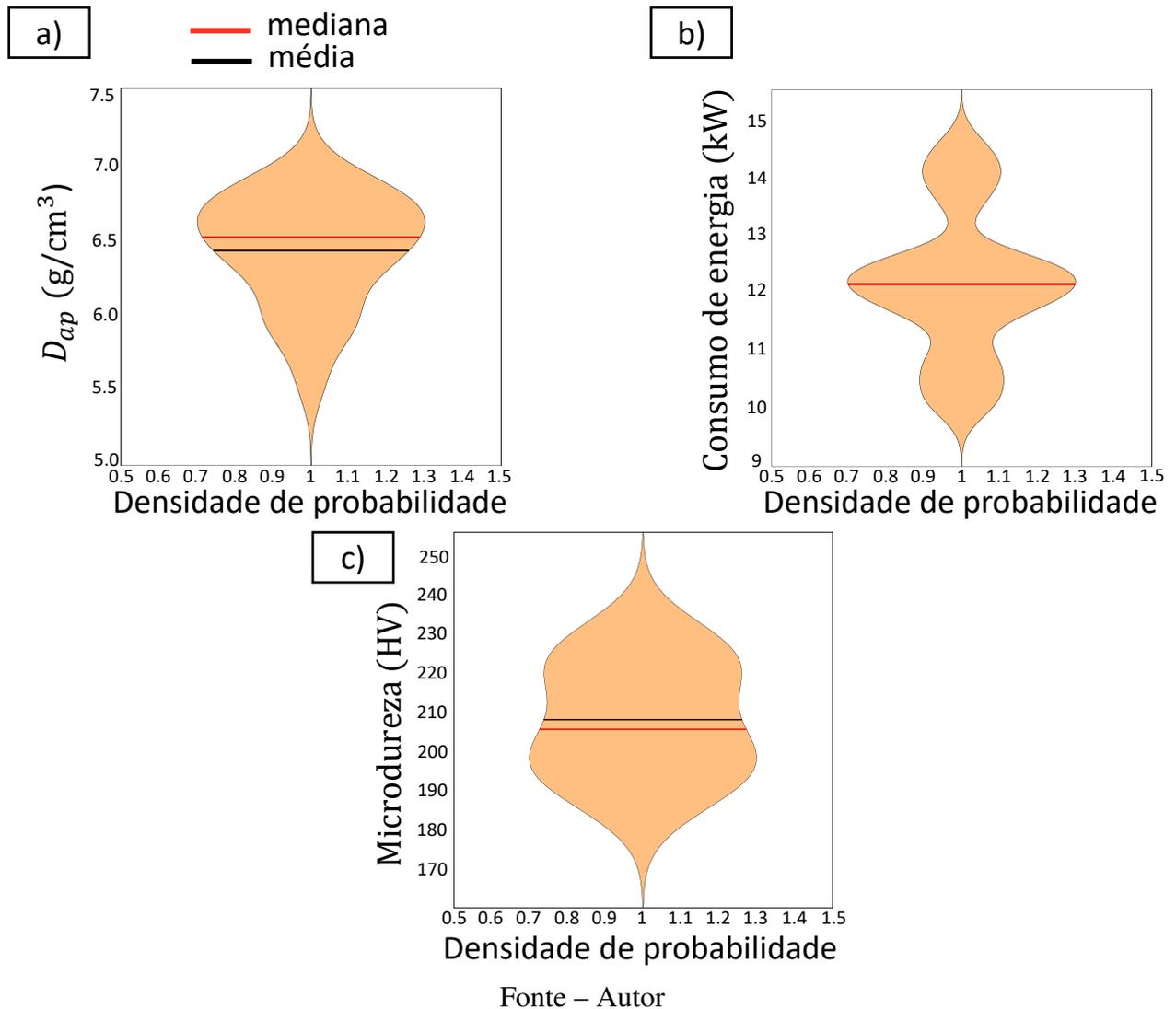
Figura 4.13 – Gráfico de Pareto para: (a) $D_{ap}(g/cm^3)$, (b) Consumo de energia do forno E (kW) e (c) Microdureza (HV). Legenda: A = Temperatura ($^{\circ}C$) e B = Tempo (h)



A Figura 4.14 apresenta gráficos de violino das respostas experimentais da densidade aparente, do consumo de energia e da microdureza.

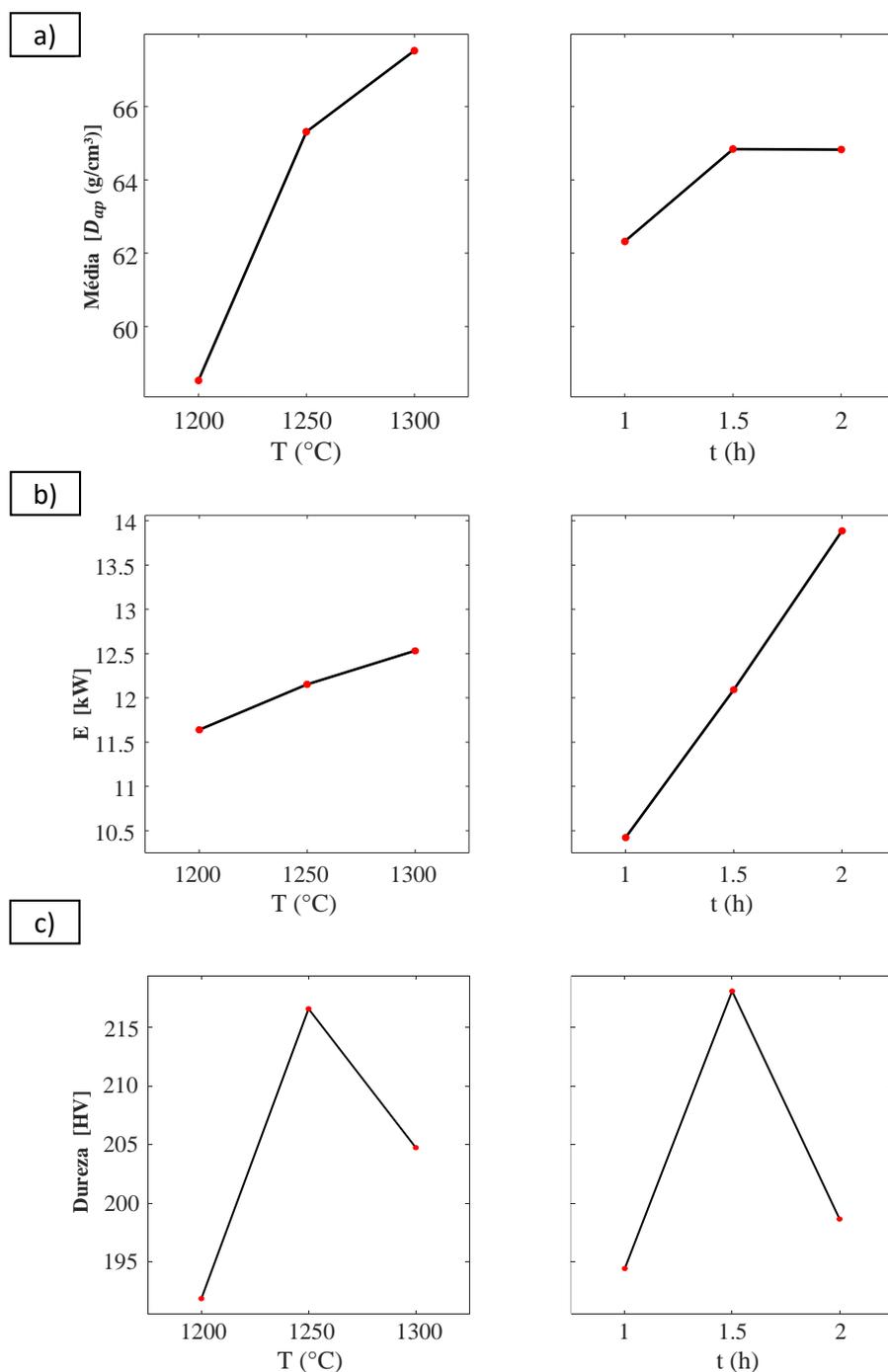
Na Figura 4.14 (a), observa-se que a largura do gráfico é mais acentuada na região correspondente à densidade aparente de 6,5 a 6,7 g/cm^3 , o que indica uma maior concentração dos dados nessa faixa. Além disso, a distribuição dos valores é assimétrica, sugerindo uma variação complexa na dispersão dos dados. Por outro lado, o gráfico da Figura 4.14 (b) mostra uma distribuição simétrica em relação à média e mediana, indicando que os dados referentes ao consumo de energia estão distribuídos de maneira equilibrada. Na Figura 4.14 (c), o gráfico de violino representa a distribuição da microdureza (HV). Diferentemente das figuras anteriores, esse gráfico apresenta uma assimetria com a maior densidade de dados na faixa de 190 a 210 HV. Isso sugere que os valores de microdureza estão concentrados nessa região. A forma alongada na parte superior indica uma menor frequência de valores extremos, enquanto a ausência de simetria reflete a dispersão desigual dos dados ao longo do intervalo analisado.

Figura 4.14 – Gráfico de violino das respostas experimentais: (a) $D_{ap}(g/cm^3)$, (b) Consumo de energia do forno E (kW) e Microdureza (HV).



Adicionalmente, na Figura 4.15 (a), observa-se que o aumento da temperatura e o incremento do tempo de sinterização, resultam em um aumento da densidade aparente até chegar nos *center points*. Após esse ponto, nota-se que a densidade aparente continua a aumentar com a temperatura, mas de maneira menos significativa, e permanece constante com o aumento do tempo de sinterização. Na Figura 4.15 (b), verifica-se que, à medida que a temperatura e o tempo de sinterização aumentam, também há um aumento no consumo de energia. Na Figura 4.15 (c), observa-se que a dureza aumenta de forma gradual com o aumento da temperatura e do tempo de sinterização, atingindo a valores máximos próximos aos *center points*, até que aconteça a inflexão. Esse comportamento sugere que o material se torna mais resistente à medida que os parâmetros de sinterização são intensificados, porém tem um limite, o que está relacionado à microestrutura. Portanto, esses parâmetros apresentam objetivos conflitantes, uma vez que maximizar a densidade aparente e microdureza pode levar a um maior consumo de energia.

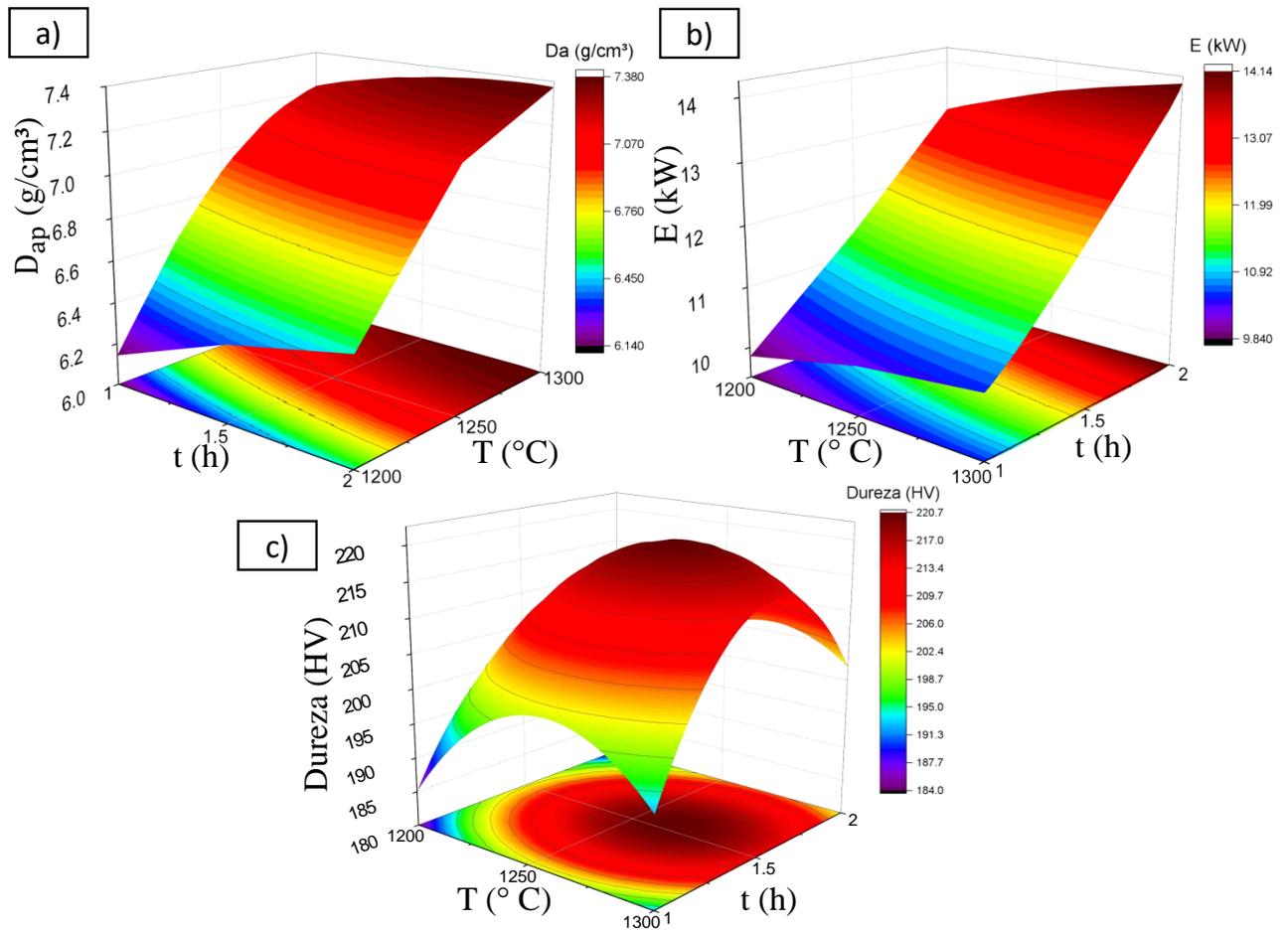
Figura 4.15 – Gráfico do efeito principal das respostas experimentais. (a) $D_{ap}(g/cm^3)$, (b) Consumo de energia do forno E (kW) e (c) Microdureza (HV).



Fonte – Autor

Além disso, na Figura 4.16 são apresentadas as superfícies de resposta em relação à temperatura e tempo de sinterização. Esses resultados foram obtidos exclusivamente a partir das respostas avaliadas nos pontos experimentais. Ao analisar as superfícies, é possível observar que as respostas relacionadas à densidade aparente (Figura 4.16 (a)) e microdureza (Figura 4.16 (c)) apresentam um comportamento não-linear. Por outro lado, a resposta relacionada ao consumo de energia (Figura 4.16 (b)) demonstra um padrão com tendência linear.

Figura 4.16 – Superfícies de respostas : (a) $D_{ap}(g/cm^3)$, (b) Consumo de energia do forno E (kW) e (c) Microdureza (HV).



Fonte – Autor

É interessante notar que a (Figura 4.16 (c)) complementa a (Figura 4.13 (c)), pois observa-se que a relação quadrática do tempo, seguida da relação quadrática da temperatura, foi mais estatisticamente significativa. Isso se explica porque a difusão atômica durante a sinterização é um processo dependente do tempo, onde, inicialmente, o aumento do tempo promove maior difusão, melhorando a densificação e, conseqüentemente, a dureza do material.

No entanto, após certo ponto, o excesso de tempo pode causar crescimento excessivo dos grãos ou a formação de poros, prejudicando a dureza, o que explica a relação quadrática observada. Quanto à influência quadrática da temperatura, o controle do coeficiente de difusão é realizado por ela, conforme descrito pela relação de Arrhenius (Petrowsky; Frech, 2010).

Inicialmente, o aumento da temperatura acelera a difusão, promovendo a coalescência dos grãos e a redução dos poros, o que aumenta a dureza. Porém, temperaturas elevadas podem levar ao crescimento dos grãos, comprometendo a integridade microestrutural e, portanto, a dureza. Essas análises são confirmadas pelos mecanismos de difusão (Djohari; Martínez-Herrera; Derby, 2009).

Por fim, para a interação entre tempo e temperatura, sabe-se que ambos afetam a taxa de difusão. Uma combinação adequada maximiza a difusão e, por consequência, a densificação, mas um desbalanceamento pode resultar em efeitos adversos, como recristalização ou oxidação (Dickinson; Heal, 1999). Embora a interação entre tempo e temperatura seja significativa, ela não se mostra tão preponderante quanto os efeitos quadráticos isolados, provavelmente devido à predominância da influência individual de cada parâmetro.

Após a análise dos dados do metamodelo, a partir da matriz CCD dos experimentos, foi calculado as equações (Equação 4.10, Equação 4.11, Equação 4.12) que explicam o modelo já ajustado.

$$J_4 = D_{ap}(g/cm^3) = -147.9 + 0.2374T + 0.2504t - 0.000091T^2 \quad (4.10)$$

$$J_5 = E(kW) = -4.23 + 0.00892T + 3.463t \quad (4.11)$$

$$J_6 = Microdureza(HV) = -7273 + 11.76T + 80.3t - 0.004715T^2 - 68.28t^2 + 0.1030T \cdot t \quad (4.12)$$

A Tabela 4.7 mostra o ajuste obtidos da modelagem. Nota-se que as equações apresentaram $R^2(\text{adj})$ satisfatórios, o que mostra uma boa aderência dos modelos aos dados.

Tabela 4.7 – Resultados da regressão (Sinterização).

Respostas	$R^2(\text{adj})$
$D_{ap}(g/cm^3)$	81.17 %
E (kW)	94.58 %
Microdureza (HV)	85.94 %

Fonte – Autor

4.5.2 Resultados da otimização multiobjetivo (Sinterização)

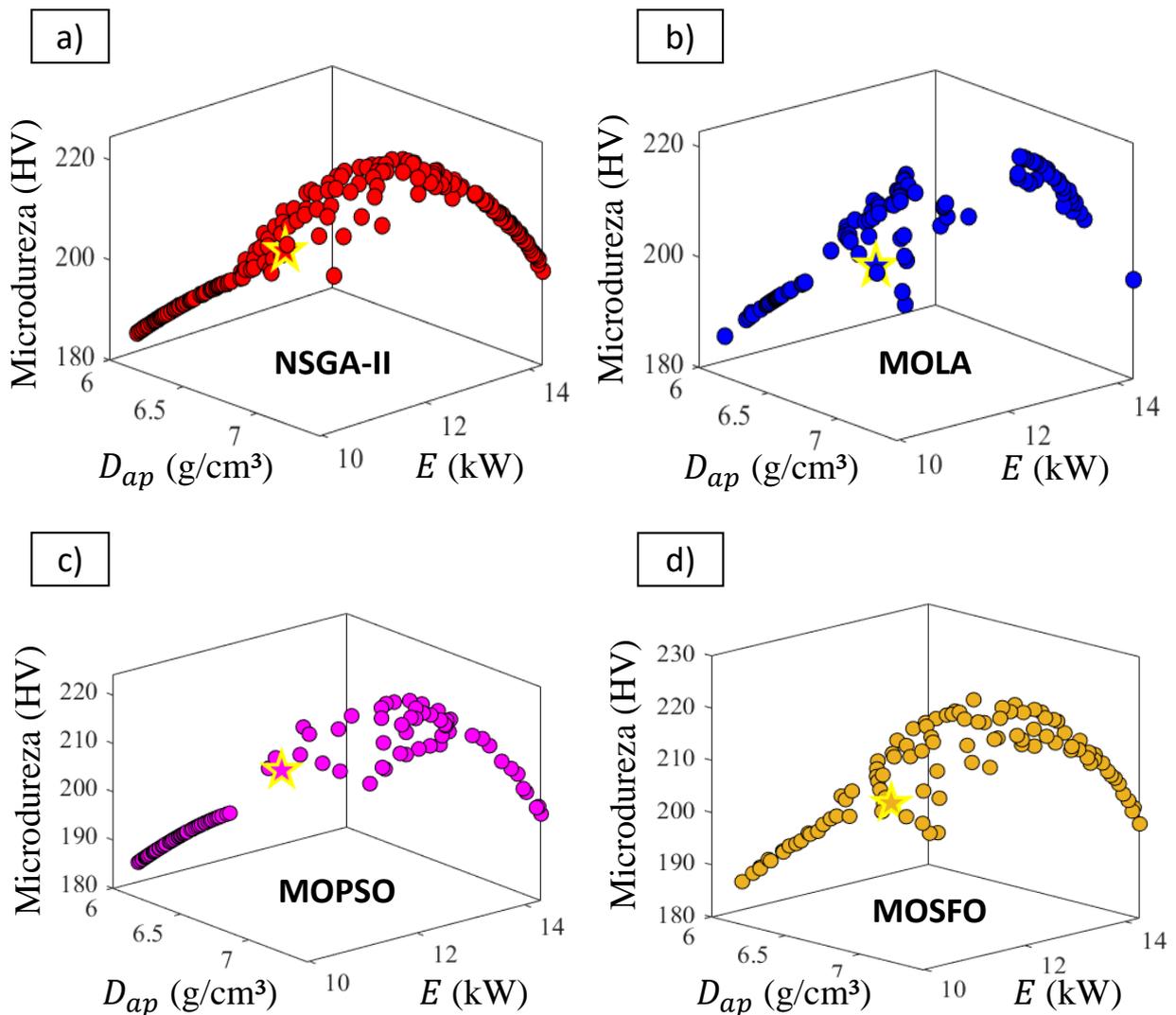
Os resultados da otimização do processo de sinterização, assim como na MAE (seção 4.2) foram realizados por otimizadores para abordar múltiplos objetivos. A análise foi realizada avaliando os parâmetros de temperatura e tempo. Durante o processo, foram identificados vários pontos ótimos, os quais serão mostrados por meio das frentes de Pareto. Além disso, para determinar o ponto de maior destaque entre esses melhores pontos, foi adotado o critério TOPSIS.

As condições de contorno da modelagem que regem o processo de sinterização nesta pesquisa foram definidas como uma otimização multiobjetivo não linear e sem restrições (Equação 4.13).

$$\begin{cases} \text{Maximize } J_4(T,t) \\ \text{Minimize } J_5(T,t) \\ \text{Maximize } J_6(T,t) \end{cases} \text{ Onde : } \begin{cases} 1200 \\ 1 \end{cases} \leq \begin{cases} T \\ t \end{cases} \leq \begin{cases} 1300 \\ 2 \end{cases} \quad (4.13)$$

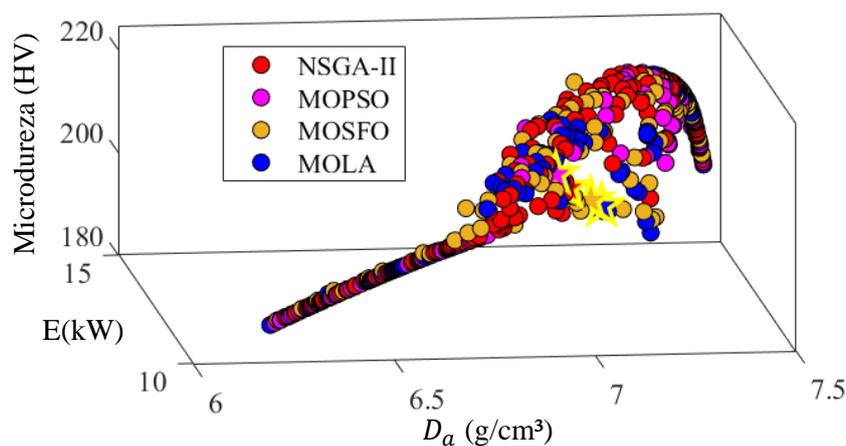
A Figura 4.17 apresenta os resultados finais obtidos para os quatro otimizadores, mostrando a frente ótima de Pareto ou superfície de Pareto. A partir das soluções não dominadas, foi selecionada uma única solução, considerando a mesma importância para todos os objetivos. Na Figura 4.17 a solução TOPSIS foi destacada em cada conjunto de dados ótimos.

Figura 4.17 – Soluções ótimas e tomada de decisão TOPSIS: (a) NSGA-II, (b) MOLA, (c) MOPSO e (d) MOSFO.



A Figura 4.18 complementa a Figura 4.17, exibindo todas as superfícies de Pareto para os quatro algoritmos em conjunto. Esses resultados demonstram a obtenção da frente real para o problema de otimização devido à reprodutibilidade alcançada.

Figura 4.18 – Todas as soluções ótimas não dominadas obtidas considerando diferentes metaheurísticas (Sinterização).



Fonte – Autor

Por fim, a Tabela 4.8 apresenta os valores da melhor solução TOPSIS para cada um dos algoritmos. Em todos os casos, mesmo que a maximização da densidade aparente e dureza sejam conflitantes com a minimização do consumo de energia do forno, o tempo de sinterização foi unânime no limite, ou seja, $t = 1$ hora aproximadamente. Isso pode ser explicado pela baixa influência estatística do aumento do tempo na densificação e microdureza, e pela grande influência do tempo no consumo de energia (Figura 4.13). Por outro lado, a temperatura de sinterização situou-se em uma faixa não trivial de se determinar.

Tabela 4.8 – Variáveis otimizadas para as quatro otimizações multiobjetivo considerando diferentes pesos TOPSIS (Sinterização).

Algoritmo	Variáveis de decisão		Objetivos (g)		
	T(°C)	t(h)	$D_{ap}(g/cm^3)$	E (kW)	Microdureza (HV)
NSGA-II	1253.02	1.06	6.95	10.62	209.79
MOLA	1264.21	1.01	7.04	10.55	206.49
MOPSO	1249.19	1.10	6.93	10.73	212.07
MOSFO	1260.26	1.02	7.01	10.56	207.59

Fonte – Autor

A Tabela 4.9 mostra o resultado da confirmação experimental das respostas dos algoritmos, e a Tabela 4.10 mostra o erro entre a resposta da otimização do metamodelo e os dados obtidos no experimento de confirmação. Embora todos os algoritmos tenham apresentado resultados satisfatórios do ponto de vista de maximização de densificação, minimização de consumo de energia e maximização

da microdureza; a configuração dada pelo MOLA foi escolhida para a análise qualitativa já que o este algoritmo ofereceu o menor erro percentual entre a resposta da otimização do metamodelo e os dados obtidos no experimento de confirmação.

Tabela 4.9 – Experiência de confirmação - otimização multiobjetivo (Sinterização).

Algoritmo	Variáveis de decisão		Objetivos		
	T(°C)	t(h)	$D_{ap}(g/cm^3)$	E (kW)	Microdureza (HV)
NSGA-II	1253	1	6.2940	10.82	175.9
			6.2174	10.79	189.5
			7.1569	10.90	216.3
MOLA	1264	1	7.1174	10.74	224.7
			7.1933	10.59	232.8
			5.6858	10.89	178.3
MOPSO	1249	1.10	6.0547	11.03	186.5
			7.2698	10.97	180.7
			6.4857	10.65	197.6
MOSFO	1260	1	7.3554	11.44	245.9
			5.4881	10.84	187.2
			6.1654	11.09	169.8

Fonte – Autor

Tabela 4.10 – Erro do metamodelo em relação à experiência de confirmação (%) (Sinterização).

Algoritmo	Erro (%)			Erro médio global $\pm D_{pmed}$
	$D_{ap}(g/cm^3)$	E(kW)	Microdureza (HV)	
NSGA-II	10.42	1.85	19.26	8 \pm 3.2
	11.78	1.58	10.74	
	2.89	2.57	3.01	
MOLA	1.09	1.77	3.2	7.2 \pm 5
	2.13	9.9	4.2	
	23.82	15.8	14.3	
MOPSO	14.46	2.72	13.74	7.8 \pm 12.2
	4.67	2.19	17.37	
	6.85	0.75	7.35	
MOSFO	4.70	7.69	15.60	7.40 \pm 2.4
	27.73	2.58	10.90	
	13.70	4.78	22.23	

Fonte – Autor

4.6 Caracterização microestrutural após tratamento térmicos de sinterização, têmpera e duplo revenimento

Após a validação do processo de otimização da amostra sinterizada, esta seção apresenta os resultados da caracterização por MEV e DRX, com a finalidade de elucidar as transformações ocorridas na microestrutura da amostra otimizada e sinterizada à 1264°C e 1 h, em comparação com a amostra como recebida *CR-Bulk*. Serão discutidas as mudanças observadas após os tratamentos térmicos de sinterização, têmpera e duplo revenimento.

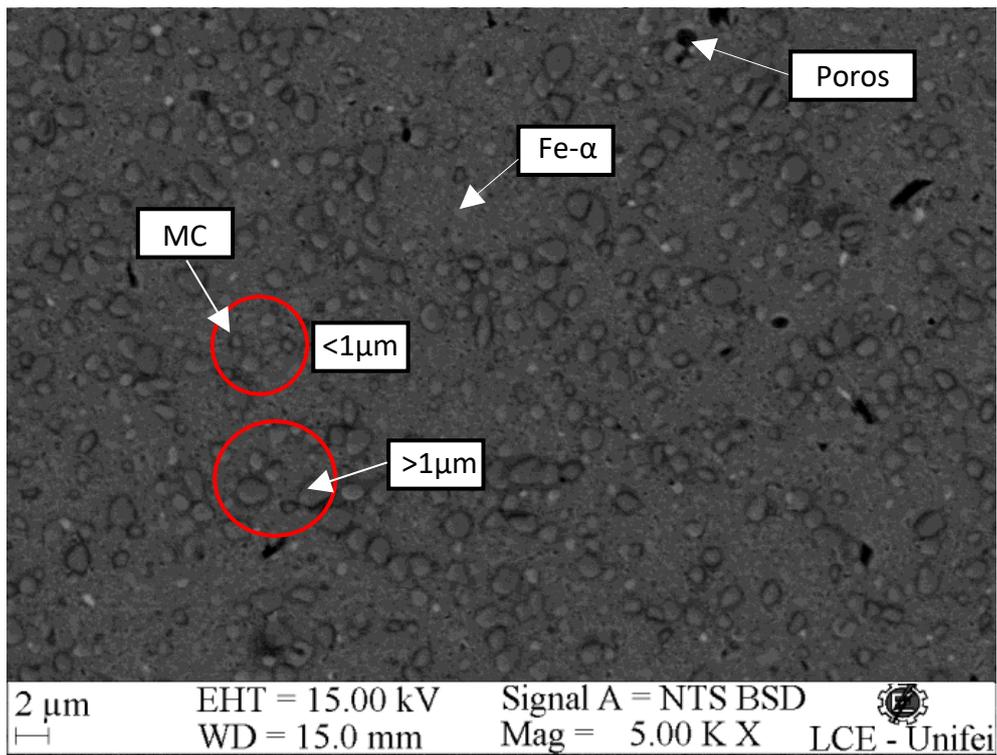
4.6.1 Vanadis[®] 8 comercial

4.6.1.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

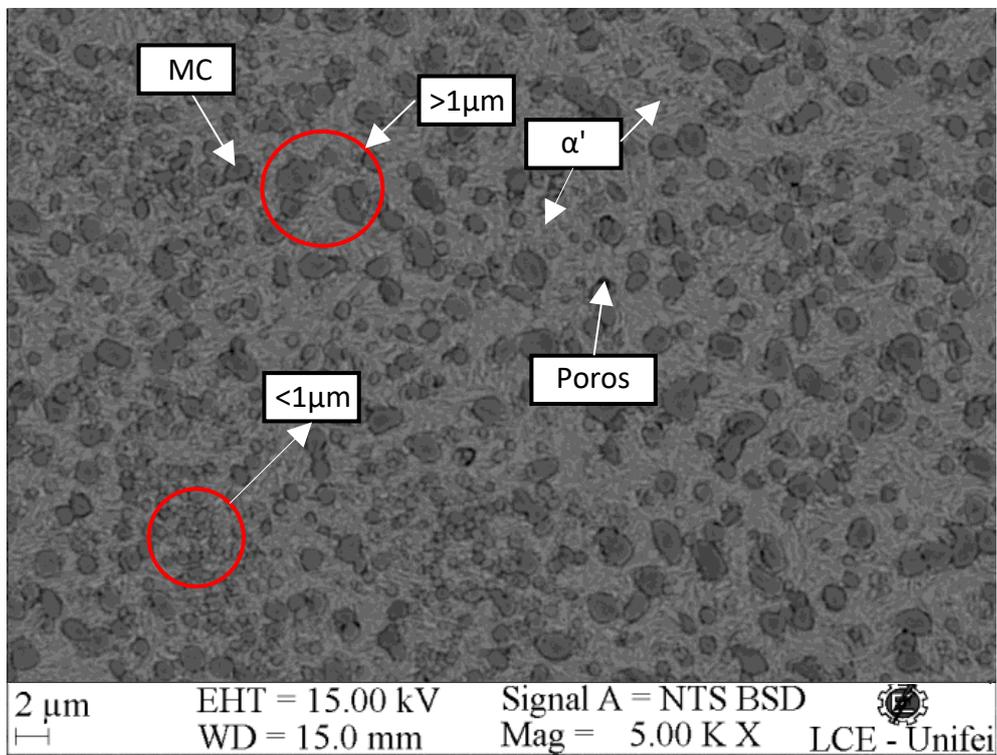
A Figura 4.19 mostra a micrografia da amostra do V[®] 8 comercial obtido por MEV-ERE. Observa-se que o aço no estado (recozido) possui uma microestrutura composta por carbeto primários finos do tipo MC, ricos em vanádio, distribuídos de forma uniforme em uma matriz ferrítica. Essas características são decorrentes do processo de produção por atomização, que proporciona uma alta taxa de resfriamento. Além disso, é possível notar a presença de carbeto com tamanhos inferiores a 1 μm e 2 μm , sendo também essa dimensão reduzida uma consequência do processamento deste material. Em contraste, os carbeto formados em processos de fundição convencional geralmente apresentam dimensões superiores a 8 μm (Chung *et al.*, 2013).

A micrografia da Figura 4.20 apresenta a microestrutura do aço após o processo de têmpera. Nessa condição, o aço foi aquecido a 1180°C, mantido a essa temperatura por 30 minutos e, em seguida, resfriado em óleo. A imagem mostra uma matriz martensítica (α') homogênea, com a presença de carbeto eutéticos primários do tipo MC, destacados por círculos vermelhos. Os carbeto MC apresentam tamanhos uniforme, com partículas maiores que 1 μm e outras com dimensões inferiores a 1 μm , distribuídas homogeneamente na matriz. Essa distribuição é característica do aço temperado, no qual os carbeto menores podem ter se dissolvido parcialmente na matriz devido à alta temperatura de têmpera. Além disso, são observadas pequenas porosidades distribuídas pela amostra, possivelmente remanescentes do processo de fabricação.

Em aços com alto teor de carbono e elementos de liga como é o caso do V[®] 8, a formação de austenita retida é esperada devido ao tempo insuficiente para total transformação de austenita em martensita, isso será possível identificar na difração de raios X (DRX).

Figura 4.19 – Micrografia (MEV-ERE) *Bulk* (estado recozido).

Fonte – Autor

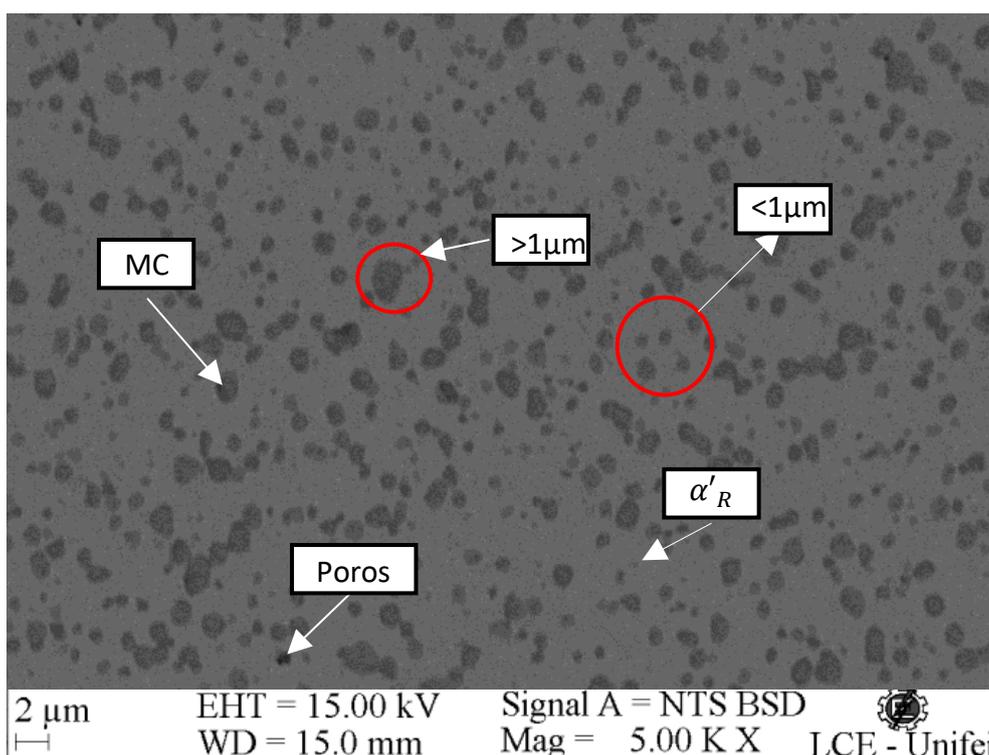
Figura 4.20 – Micrografia (MEV-ERE) *Bulk* (temperado).

Fonte – Autor

A Figura 4.21 mostra a micrografia do aço V[®] 8 após o tratamento térmico de duplo revenimento, conforme esquema de ciclo de tratamento térmico descrito na Figura 3.5. A microestrutura

resultante é composta por uma matriz de martensita revenida (α_R), com a presença de carbeto primários MC e porosidade residual. O objetivo desse tratamento foi transformar a austenita retida em martensita, além de aliviar as tensões internas causadas pelo resfriamento rápido durante a têmpera, resultando em um aumento da tenacidade do aço. É possível que tenham se formado carbeto secundários, mas com as técnicas de MEV e DRX não é possível identificá-los, pois esses carbeto são nanométricos e têm uma fração volumétrica muito pequena, fora do alcance de detecção do DRX.

Figura 4.21 – Micrografia (MEV-ERE) *Bulk* (duplo revenido).

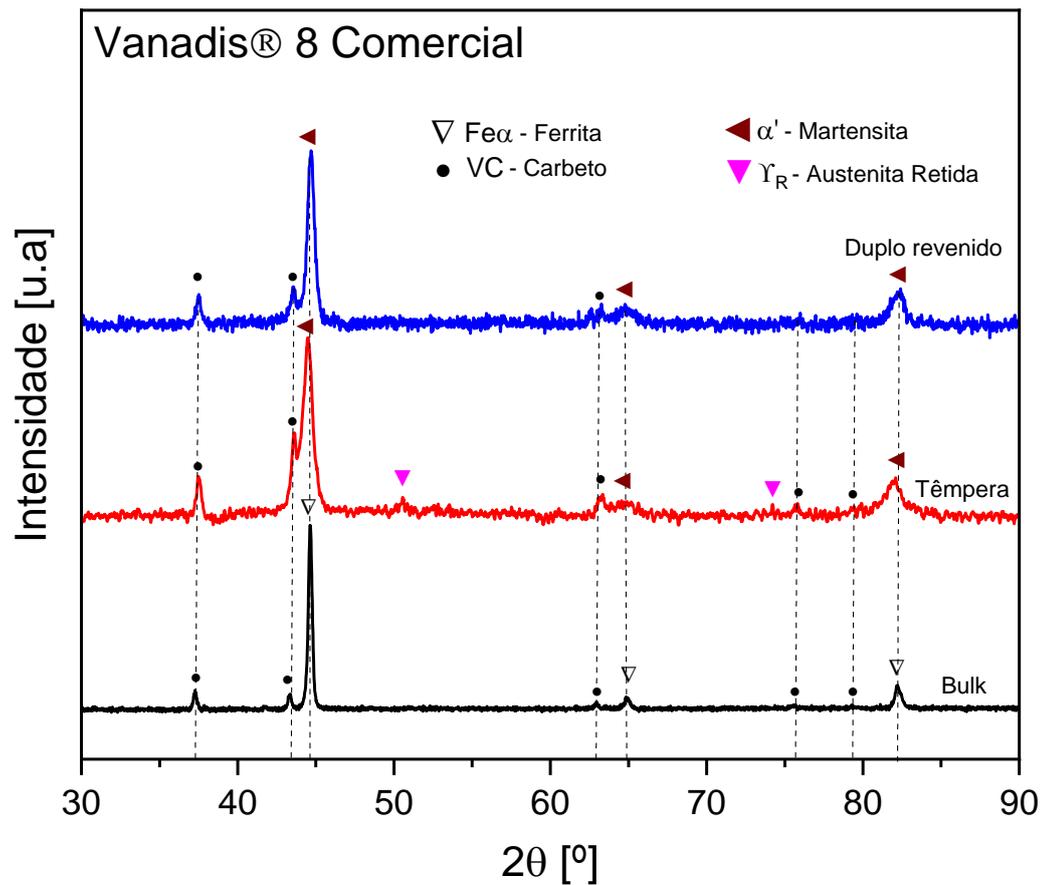


Fonte – Autor

4.6.1.2 Difração de raios X (DRX)

As análises de difração de raios X (DRX) realizadas nas amostras do V[®] 8 comercial em diferentes condições de tratamento térmico confirmaram a presença das fases esperadas. A Figura 4.22 ilustra os difratogramas da amostra comercial como recebida *CR-Bulk* no estado recozido em relação a amostra temperada e revenida, destacando o comportamento dos picos ao longo das transformações microestruturais.

Figura 4.22 – Difração de raios X da amostra comercial após tratamento térmico.



Fonte – Autor

Conforme já mencionado anteriormente na Figura 4.2 (a), para a amostra como recebido o DRX identificou a presença das fases carbeto de vanádio tipo MC (estrutura CFC) e Fe- α (estrutura CCC).

Após o tratamento térmico de têmpera, observou-se a formação de martensita (α'), a presença de carbeto não dissolvidos VC do tipo MC e a austenita retida (γ_R). Os picos associados à austenita retida correspondem aos padrões característicos de Fe- γ (estrutura CFC). A presença dessa fase era prevista, já que a alta velocidade de resfriamento impede a transformação completa em martensita. Observou-se ainda um ligeiro alargamento e deslocamento dos picos de martensita para a esquerda, o que indica uma supersaturação da estrutura cristalina por carbono e elementos de liga. Esse comportamento é característico de estruturas martensíticas formadas sob rápido resfriamento. Em contraste, os picos dos carbeto VC apresentaram um leve deslocamento para a direita, indicando uma possível distorção da rede cristalina resultante do resfriamento severo.

Na etapa de duplo revenimento, notou-se a completa transformação da austenita retida em martensita, decorrente da instabilidade da fase austenítica durante o aquecimento. Essa transformação é acompanhada pela precipitação de carbeto secundários, que, entretanto, não foram detectados nos

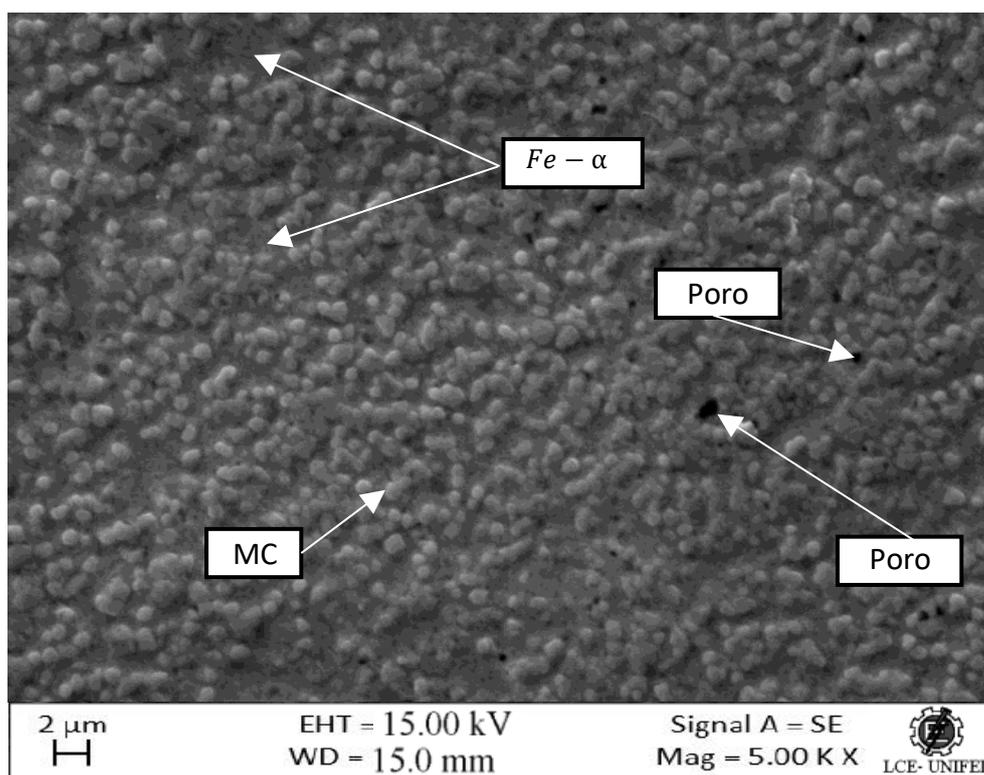
difratogramas devido à sua baixa fração volumétrica. Como o processo de revenimento foi realizado em uma atmosfera controlada, não foi identificados óxidos pelos difratogramas.

4.6.2 Vanadis[®] 8 (amostra reciclada)

4.6.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A Figura 4.23, obtida por MEV no modo Elétrons Secundários (ES) apresenta as características microestruturais da amostra reciclada do aço V[®] 8. Observa-se uma matriz ferrita (Fe- α), com carbeto do tipo MC ricos em vanádio dispersos na matriz. Além disso, observa-se uma região densa com uma baixa fração de poros, indicando uma boa compactação e sinterização, o que potencialmente favorece as propriedades mecânicas da amostra.

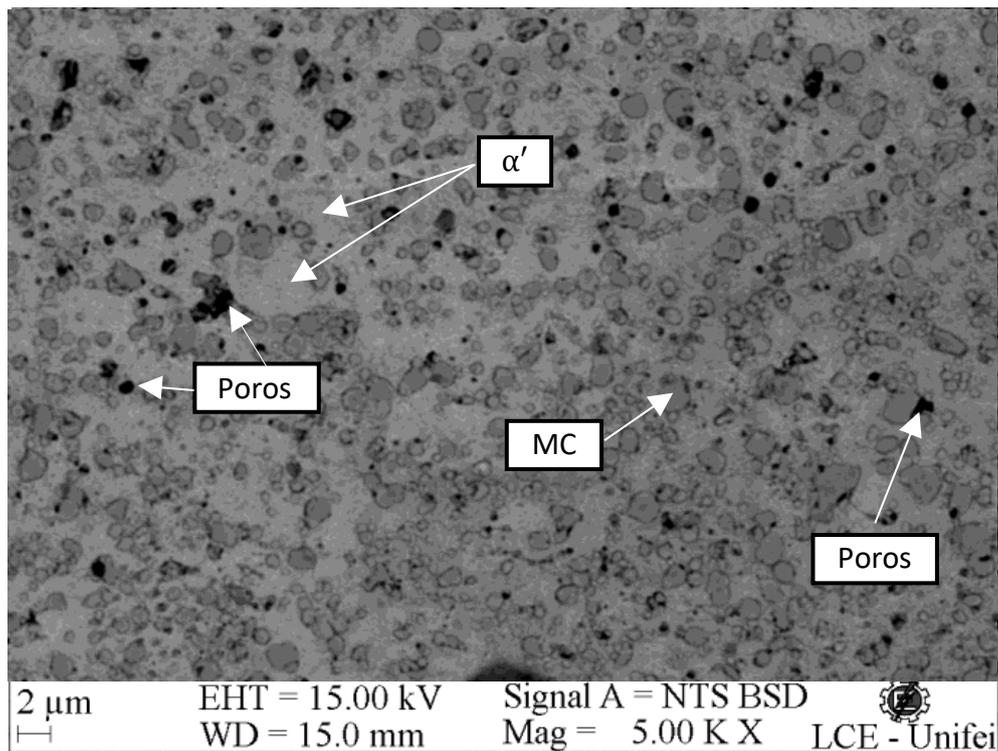
Figura 4.23 – Micrografia (MEV-ES) (sinterizado).



Fonte – Autor

A micrografia da amostra após o tratamento térmico de têmpera é mostrada na Figura 4.24. Nessa imagem, não foi possível identificar a austenita retida, sendo detectável apenas com o uso de DRX. Apenas carbeto do tipo MC e a martensita foram identificados depois da têmpera. Em relação a amostra sinterizada, notou-se um aumento na porosidade, possivelmente devido à re-sinterização realizada, que envolveu o aquecimento do aço a 1080°C.

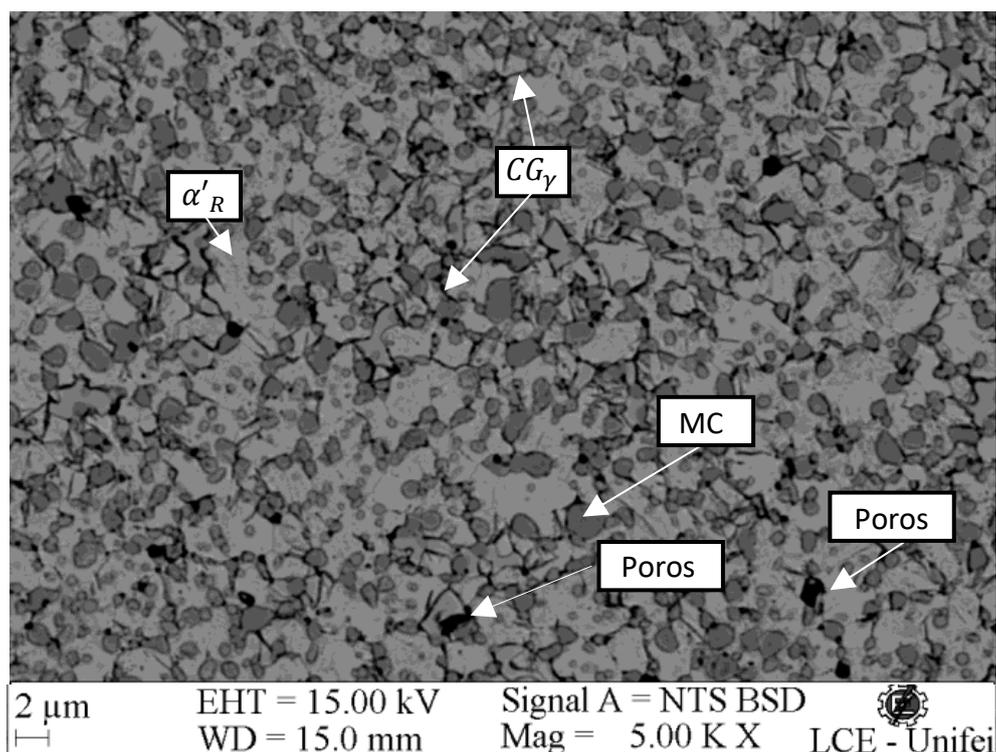
Figura 4.24 – Micrografia (MEV-ERE) (temperado).



Fonte – Autor

A Figura 4.25 mostra a microestrutura após o tratamento de revenimento (duplo revenido), em que toda a austenita retida foi transformada em martensita. Nessa imagem, são visíveis os contornos de grão austenítico, com carbeto do tipo MC distribuídos de forma característica onde os carbeto maiores se concentram nos contornos dos grãos, enquanto os menores estão localizados no interior dos grãos. Os carbeto de vanádio, apresentam uma morfologia irregular e atuam como barreiras à difusão atômica, devido à sua elevada estabilidade térmica. Esse comportamento pode ser explicado pela baixa entropia e elevada entalpia de formação dos carbeto de vanádio, o que reduz a energia livre de Gibbs, conferindo-lhes grande estabilidade e dificultando sua dissociação e posterior solubilização na matriz. Além disso, a transformação de austenita em martensita provoca uma expansão volumétrica, que pode resultar na separação de partículas que não completaram a difusão, contribuindo para a estrutura final observada após o revenimento.

Figura 4.25 – Micrografia (MEV-ERE)(duplo revenido).



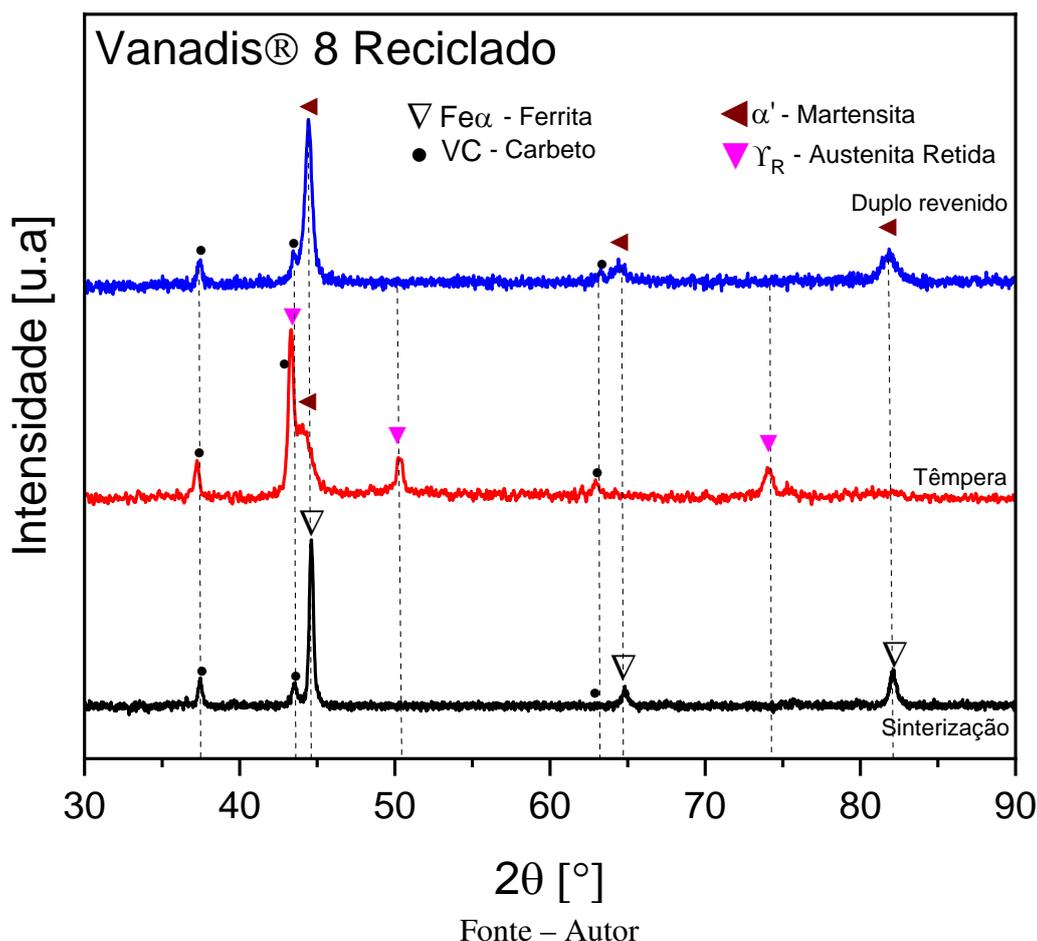
Fonte – Autor

4.6.2.2 Difração de raios X (DRX)

As difrações de raios X dos tratamentos térmicos de sinterização, têmpera e revenimento da amostra reciclada por meio da otimização multiobjetivo estão apresentadas na Figura 4.26. Durante a sinterização, observou-se uma reorganização cristalina nas fases dos pós de V^{®8}, com a formação da fase Fe- α e de carbeto do tipo MC, ricos em vanádio.

Após o tratamento térmico de têmpera, verificou-se uma maior presença de austenita (γ_R), acompanhada por uma menor fração de martensita (α) e por carbeto MC que não se dissolveram completamente. O difratograma, indica a ausência de regiões bem definidas de martensita, reforçando a predominância da austenita na amostra. Essa estabilização da austenita pode estar relacionada à presença dos carbeto de vanádio, que potencialmente retardam a transformação para martensita (Baker, 2009). Outra hipótese é que esses carbeto tenham se dissolvido parcialmente na matriz austenítica. De acordo com Jurči *et al.* (2013), carbeto de dimensões sub e nanométricas apresentam uma maior área superficial, o que reduz sua estabilidade e acelera a cinética de decomposição, facilitando sua dissolução na matriz.

Figura 4.26 – Difração de raios X da amostra reciclada após tratamento térmico.



A saturação de carbono e elementos de liga em aços ferramenta aumenta com a elevação da temperatura de austenitização, o que resulta na diminuição das temperaturas de transformação da martensita (M_i e M_f). Esse efeito leva a um aumento na fração volumétrica de austenita retida. A presença de austenita retida, por ser uma fase instável com propriedades mecânicas inferiores, como baixa dureza e resistência ao desgaste, pode comprometer o desempenho do material durante a aplicação, uma vez que pode se transformar dependendo da temperatura de operação.

Embora a austenita retida seja indesejável em aços ferramenta, o tratamento térmico de duplo revenimento é eficaz na conversão total dessa fase em martensita. Esse processo, além de promover a transformação completa da austenita, resulta na formação de carbeto do tipo MC, que contribuem para a melhora na resistência ao desgaste. Em geral, busca-se minimizar a quantidade de austenita retida, pois, sendo uma fase com propriedades mecânicas limitadas, ela comprometeria a dureza e a resistência ao desgaste do aço, prejudicando seu desempenho em condições de uso.

4.7 Caracterização mecânica

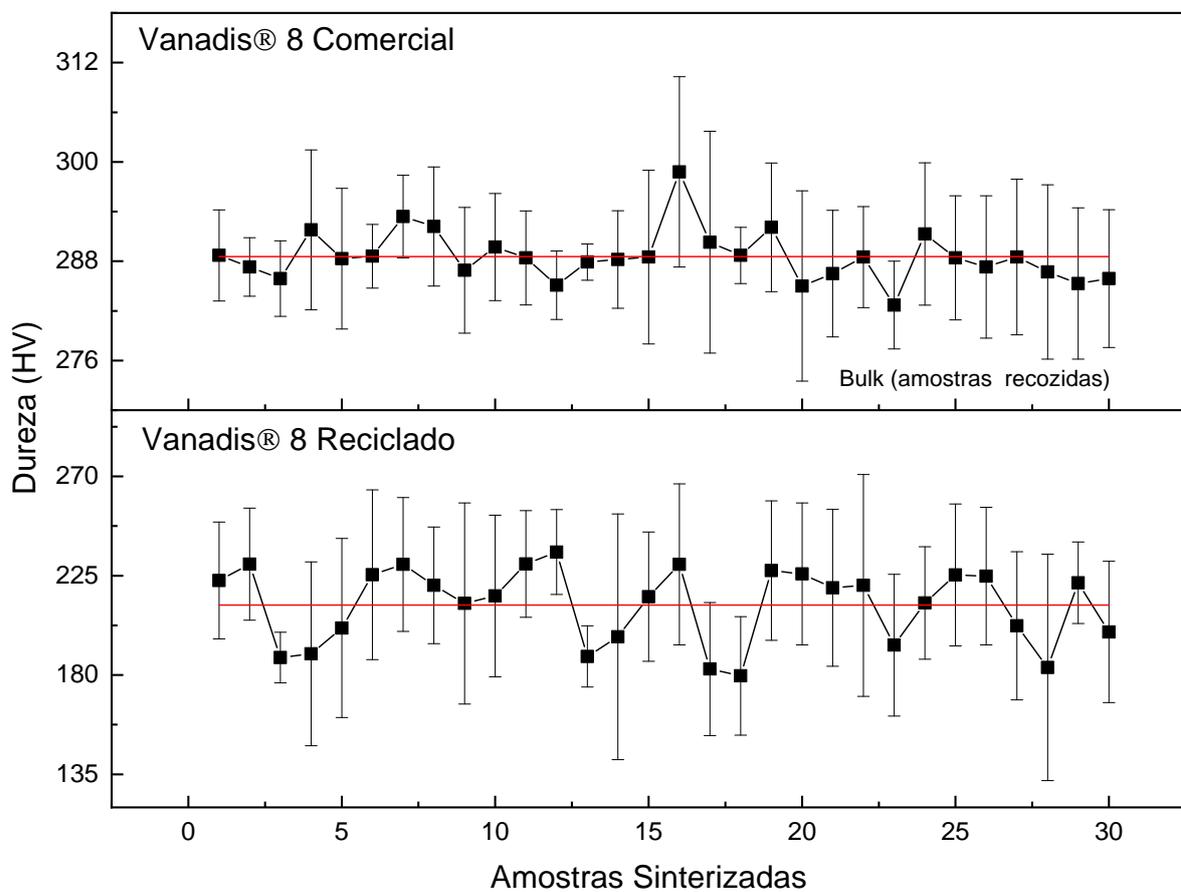
4.7.1 Ensaio de dureza

A técnica utilizada para medir a dureza do material foi o ensaio de microdureza *Vickers* (HV). O objetivo desse ensaio foi comparar as propriedades mecânicas da amostra comercial com as das amostras recicladas, considerando os resultados da otimização do processo. A análise incluiu a aferição das durezas nas diferentes etapas dos tratamentos térmicos: sinterização, têmpera e duplo revenimento.

No total, foram embutidas 30 amostras para cada condição de tratamento térmico, e foram feitas 30 medições em cada amostra, conforme estabelecido na subseção 3.9.3 e subseção 3.12.1.

A Figura 4.27 apresenta os resultados das durezas da amostra comercial no estado como recebido (CR) *Bulk* em comparação com as durezas das amostras recicladas durante a sinterização.

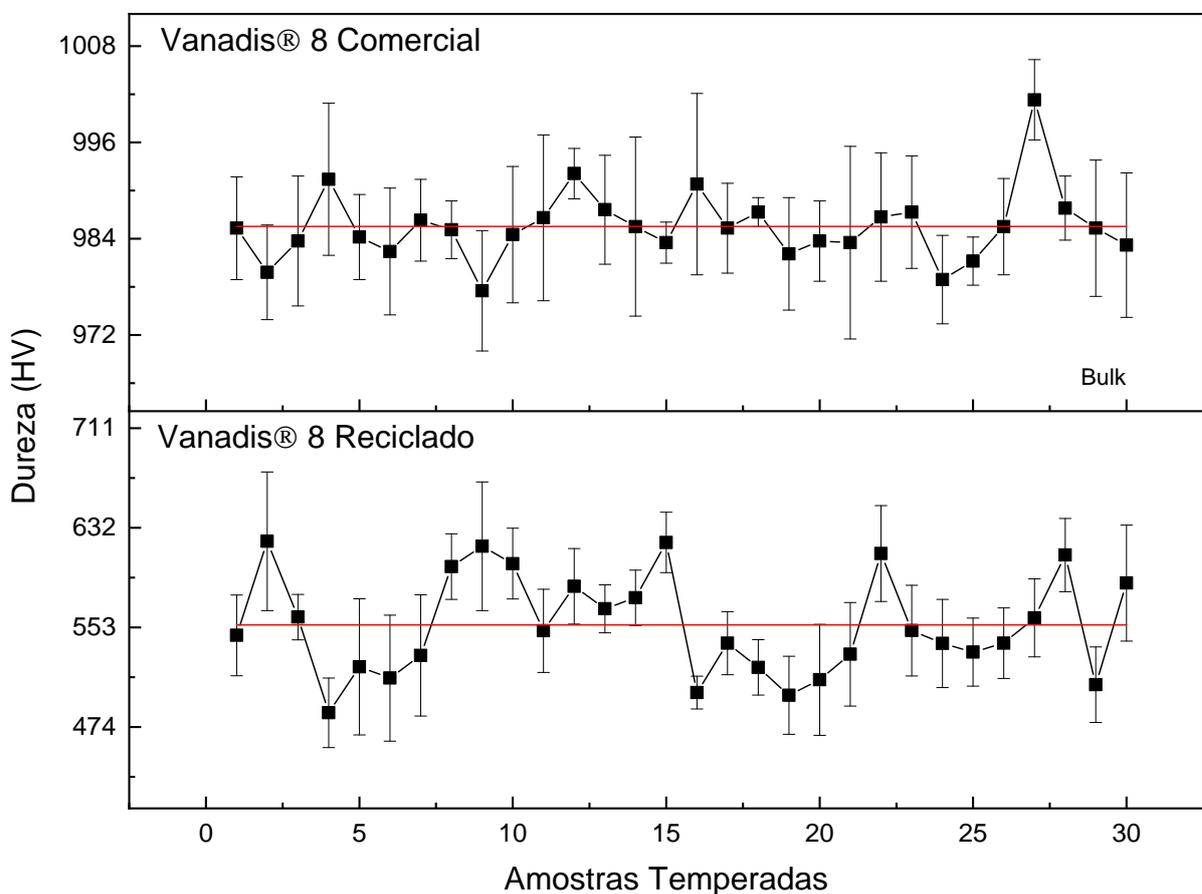
Figura 4.27 – Gráfico comparativo dos valores de dureza HV obtidos nos ensaios das amostras comerciais (*Bulk*) e das amostras recicladas após tratamento térmico de sinterização.



Fonte – Autor

As amostras do aço V[®] 8 comercial apresentaram dureza média de 288 HV, com variações entre 300 HV e 282,7 HV e desvios padrão mínimo e máximo de 13,4 e 20,1 HV, evidenciando baixa variabilidade nos valores da dureza. Em contrapartida, as amostras recicladas exibiram uma dureza média inferior, de 212 HV, com valores variando entre 235,7 HV e 179,6 HV, além de maior dispersão em torno da média, conforme demonstrado pelas barras de erro associadas aos desvios padrão das medidas. Essa diferença pode ser atribuída às distintas etapas nos processos de fabricação. O material comercial é produzido por metalurgia do pó, envolvendo técnicas como atomização, compactação em prensa isostática à quente e conformação mecânica por forjamento. Por outro lado, o material reciclado, ao não passar por esses processos, apresenta maior variabilidade microestrutural, redução nas propriedades mecânicas e maior porosidade. Entretanto, a otimização da rota de metalurgia do pó proposta neste trabalho permitiu que o material reciclado atingisse, em média, 75% da dureza do material original durante o processo de sinterização. Esse resultado evidencia o potencial da metodologia proposta para a reciclagem de materiais fabricados por metalurgia do pó, especialmente aqueles de alto valor agregado. Após tratamento térmico de têmpera, as amostras do V[®] 8 comercial apresentaram valores significativamente superiores em relação as amostras recicladas. (Figura 4.28).

Figura 4.28 – Gráfico comparativo dos valores de dureza HV obtidos nos ensaios das amostras comerciais (*Bulk*) e das amostras recicladas após tratamento térmico de têmpera.

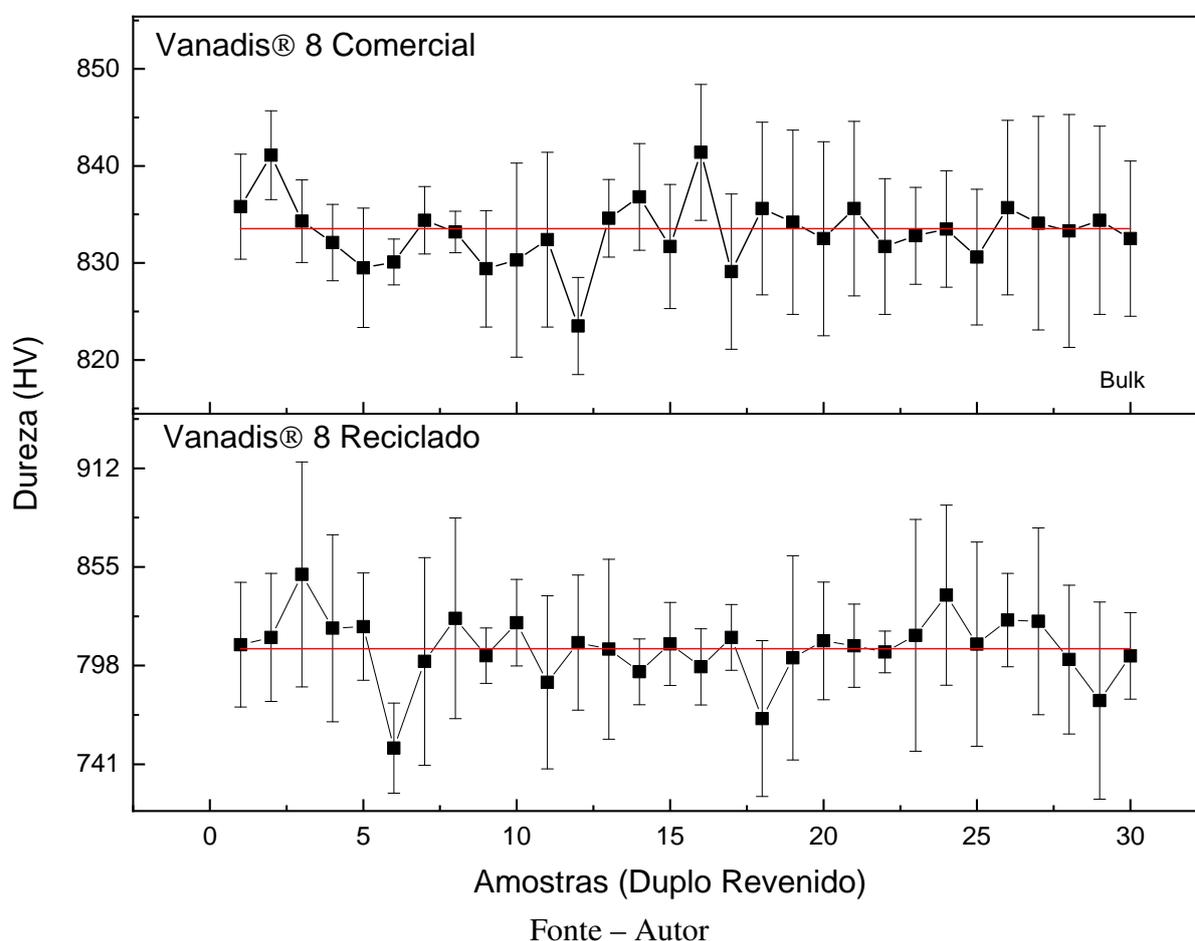


Fonte – Autor

A média da dureza do V[®] 8 comercial foi de aproximadamente 985 HV, com valores máximo e mínimo de 1001,3 HV e 977,5 HV, e desvios padrão variando entre 12 HV e 26,8 HV. Por outro lado, a média da dureza do material reciclado foi de cerca de 555 HV, correspondendo a 56,34% da dureza do material comercial, com valores máximo e mínimo de 621,3 e 501,3 HV, respectivamente. A diferença significativa entre os valores de dureza do material comercial para o reciclado pode ser atribuída, principalmente, à fração de austenita retida nas amostras recicladas e à menor porosidade no material comercial como evidenciados pelas Figuras 4.20, 4.22, 4.24 e 4.26. O V[®] 8, por ser um aço ferramenta de alto desempenho, tem uma alta fração de elementos estabilizadores da austenita, como vanádio e cromo. Isso torna mais provável a presença de austenita retida, especialmente em materiais reciclados ou sinterizados, onde a densidade inicial e a porosidade podem dificultar a uniformidade térmica e o controle do tratamento térmico conforme destacado por (Danninger; Calderon; Gierl-Mayer, 2017).

Por fim, os resultados das durezas da amostra comercial no estado como recebido (CR) *Bulk* em comparação com as durezas das amostras recicladas após o tratamento térmico de duplo revenimento podem ser vistos na Figura 4.29.

Figura 4.29 – Gráfico comparativo dos valores de dureza HV obtidos nos ensaios das amostras comerciais (*Bulk*) e das amostras recicladas após tratamento térmico de duplo revenimento.



Conforme especificado no catálogo do fabricante do aço V[®] 8 comercial (Figura 2.4), o tratamento térmico de duplo revenimento, realizado a 520°C por duas vezes, com duração de duas horas em cada ciclo, é essencial para alcançar a dureza máxima do material. Este processo teve como principal objetivo a conversão da austenita retida, uma fase metaestável, em martensita, além de aliviar tensões residuais decorrentes do tratamento de têmpera, resultando em maior tenacidade. Nas amostras do material comercial, o revenimento reduziu a dureza inicial, refletindo no alívio de tensões e prevenindo o endurecimento secundário. Por outro lado, as amostras recicladas exibiram um comportamento distinto durante o mesmo processo, apresentando um aumento na dureza após o duplo revenimento. Esse comportamento pode ser atribuído a dois fatores principais. O primeiro é a maior eficiência na transformação da austenita retida em martensita nas amostras recicladas, já que estas possuíam uma fração mais elevada, o que contribuiu significativamente para o aumento da dureza final. O segundo fator é que as amostras recicladas podem ter sido re-sinterizadas durante o tratamento térmico de têmpera e duplo revenimento, resultando em uma redução dos poros, maior densificação e, conseqüentemente, melhorias nas propriedades mecânicas do material.

No tratamento de duplo revenimento, o aço V[®] 8 comercial apresentou uma dureza média de 833,14 HV, com desvios padrão variando entre 12 e 21 HV. Quando convertido para a escala Rockwell C, esse valor médio equivale a aproximadamente 65 HRC, que representa a dureza máxima alcançável para este material, conforme especificado pelo fabricante. Em contra partida, o material reciclado apresentou uma dureza média de 808 HV, com desvios padrão que variaram de 12 a 67 HV, evidenciando uma maior dispersão dos dados em relação à média. Essa dispersão pode ser atribuída à presença de carbeto mais heterogêneos e dispersos na matriz do material reciclado. Ainda assim, a dureza média do material reciclado atingiu 96,9% da dureza do material comercial, demonstrando um desempenho satisfatório, especialmente considerando as diferenças na microestrutura resultantes do processo de reciclagem.

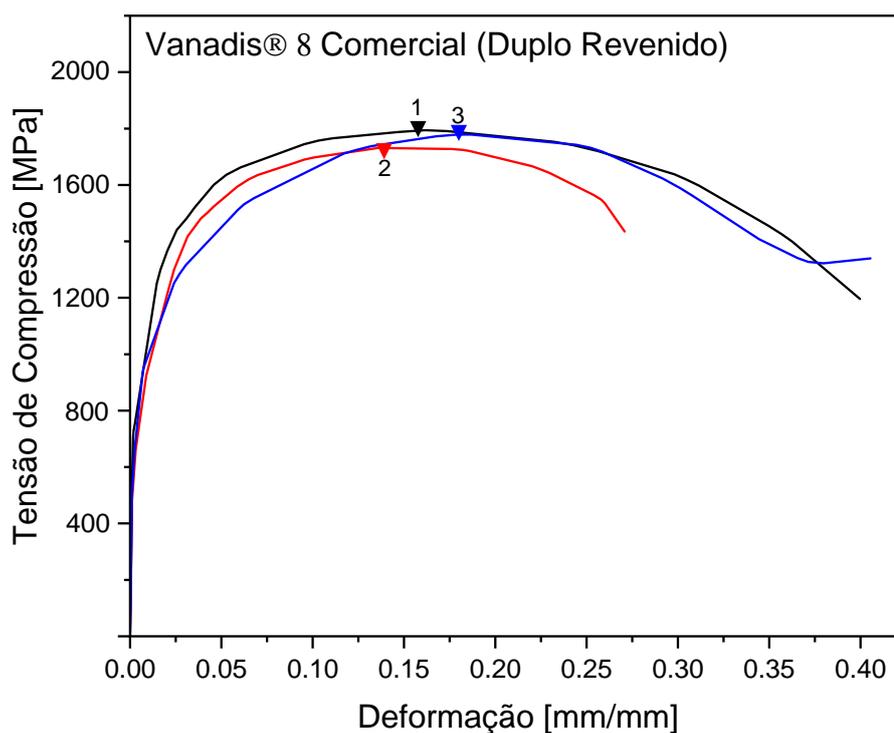
4.8 Ensaio de compressão

O ensaio de compressão é fundamental para a determinação das propriedades mecânicas de aços, especialmente daqueles frequentemente expostos a altas cargas compressivas, como o V[®] 8. Esse ensaio avalia o comportamento elástico e plástico do material sob condições de compressão, fornecendo dados fundamentais para a compreensão do desempenho mecânico em aplicações reais. Neste contexto, conforme ilustrado no fluxograma da Figura 3.1, a finalidade foi submeter as amostras comerciais e recicladas ao ensaio de compressão e calcular o módulo de elasticidade. Os ensaios foram realizados apenas nas amostras finais, ou seja, após o tratamento térmico de duplo revenimento.

Embora pareça ser relativamente simples, o ensaio de compressão apresenta diversos desafios técnicos que podem comprometer a precisão na mensuração das propriedades mecânicas do material. Conforme destacado por Kuhn (2000), um dos principais fatores que afetam a confiabilidade dos resultados é o desalinhamento entre os componentes do sistema de teste, que pode gerar tensões de flexão e tração, interferindo na correta avaliação dos parâmetros mecânicos. Em função desses desafios, o tratamento adequado dos dados experimentais torna-se fundamental.

Assim sendo, as curvas que relacionam tensão e deformação das três amostras comerciais ensaiadas são apresentadas na Figura 4.30.

Figura 4.30 – Tensão de compressão (MPa) em função da Deformação (mm/mm) para as amostras comerciais após duplo revenimento.



Fonte – Autor

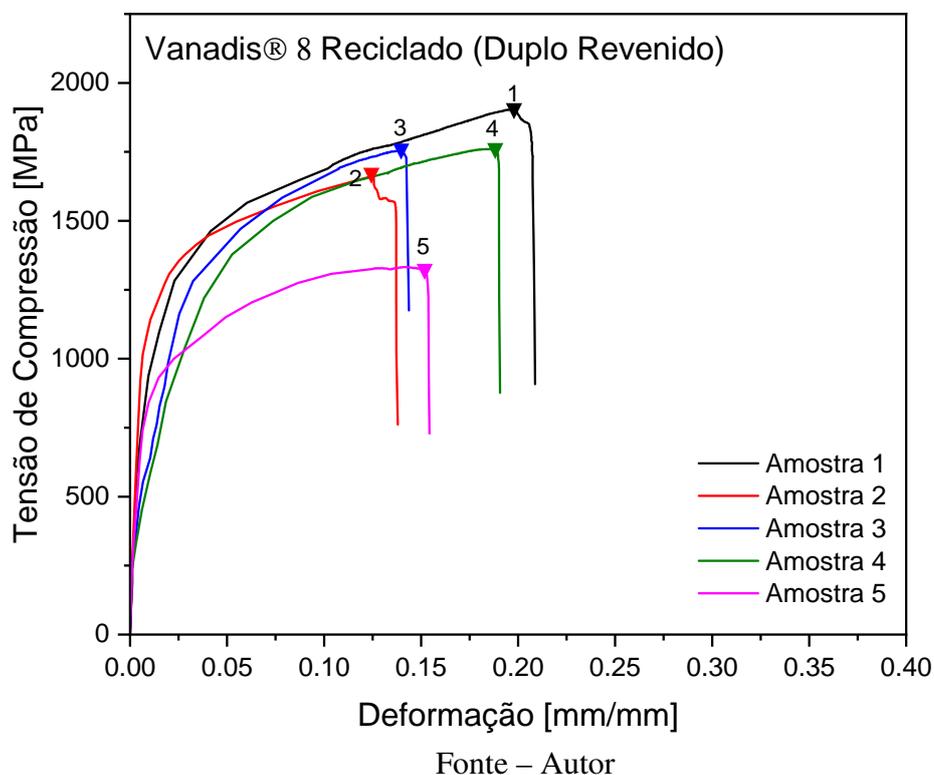
Observa-se que as curvas seguem um comportamento típico de aços ferramenta, com uma fase inicial elástica linear, seguida de uma região plástica até o ponto de tensão máxima, indicando o limite de escoamento do material antes da deformação permanente.

Os valores do módulo de elasticidade calculados a partir das curvas foram de 235,26 GPa, 216,73 GPa e 221,66 GPa, resultando em uma média de 224,55 GPa com desvio padrão de 9,60 GPa. O valor médio corresponde a 97,63% do especificado no catálogo (230 GPa) (Uddeholm, 2023)), confirmando a consistência dos resultados experimentais com os dados fornecidos pelo fabricante.

As tensões máximas de compressão alcançadas pelas amostras foram de 1773,94 MPa, 1737,28 MPa e 1778,38 MPa, com média de 1763,2 MPa. Esses resultados demonstram a elevada resistência mecânica do material, característica essencial para aplicações que exigem alto desempenho em condições severas de carga e desgaste. As diferenças observadas entre as curvas podem ser atribuídas a variações microestruturais ou a fatores experimentais, como as condições de contato entre a amostra e os platôs da máquina. No entanto, o ensaio demonstrou a adequação da amostra comercial, confirmando sua qualidade e desempenho para aplicações práticas.

Por fim, a Figura 4.31 mostra as curvas de tensão-deformação das amostras recicladas.

Figura 4.31 – Tensão de compressão (MPa) em função da Deformação (mm/mm) para as amostras recicladas após duplo revenimento.



Os valores do módulo de elasticidade calculados a partir das curvas de compressão das amostras recicladas foram de 168,16 GPa, 191,81 GPa, 124,66 GPa, 113,44 GPa e 170,68 GPa, resultando em uma média de 153,75 GPa, com desvio padrão de 33,20 GPa. O valor médio obtido equivale a 66,84% do módulo de elasticidade do material comercial, evidenciando uma melhoria significativa na eficiência do processo de reciclagem quando comparado a outros trabalhos, como os de Kuffner *et al.* (2017) e Gonçalves *et al.* (2023), que reportaram aumentos de apenas 1% e 7,39%, respectivamente. Contudo, o módulo de elasticidade do material reciclado ainda é inferior ao do material comercial, o que pode ser atribuído à presença de porosidade nas amostras recicladas.

As tensões máximas de compressão para as amostras recicladas foram de 1902,69 MPa, 1645,16 MPa, 1755,30 MPa, 1751,09 MPa e 1325,08 MPa, resultando em uma média de 1675,86 MPa. Observa-se que, para o material reciclado, a tensão máxima coincide com a tensão de ruptura. Esse comportamento é causado pela fragilidade associada à porosidade, que também resulta em menor ductilidade, evidenciada por deformações limitadas após a tensão máxima. Em contrapartida, no material comercial, há uma diferença mais pronunciada entre a tensão máxima e a tensão de ruptura, indicando uma maior capacidade de deformação plástica antes da falha.

A formulação matemática do módulo de elasticidade em materiais porosos pode ser descrita por um modelo baseado na relação empírica proposta por Phani e Niyogi (Kováčik, 1999):

$$E = E_0 \cdot \left(1 - \frac{p}{p_c}\right)^f \quad (4.14)$$

Sendo E o módulo de elasticidade efetivo do material poroso com porosidade p ; E_0 o módulo de elasticidade do material denso; p_c a porosidade na qual o módulo de elasticidade efetivo se torna zero e f o parâmetro dependente da morfologia dos grãos e da geometria dos poros do material poroso. Essa abordagem considera que, à medida que a fração de porosidade p aumenta, o módulo de elasticidade efetivo E do material diminui, seguindo uma relação crítica próxima de um limite de porosidade p_c . Para reduzir a porosidade e aprimorar as propriedades mecânicas, estudos futuros podem explorar técnicas adicionais, como a extrusão a quente ou a prensagem isostática a quente (HIP) na compactação do material.

Portanto, embora este trabalho tenha demonstrado a implementação de avanços na reciclagem de materiais metálicos alinhados à otimização multiobjetivo de processos, ele também ressalta a necessidade de esforços contínuos no desenvolvimento de métodos que superem as limitações observadas, promovendo maior sustentabilidade e eficiência.

5 CONCLUSÕES

5.1 Conclusões

A partir dos resultados obtidos no processo de reciclagem via metalurgia do pó do Vanadis[®] 8, as seguintes conclusões foram alcançadas neste trabalho:

- A moagem de alta energia (MAE) mostrou-se uma alternativa viável para a reutilização dos cavacos do aço ferramenta V[®] 8;
- As equações geradas pelo metamodelo (RSM) permitiram definir variáveis de decisão otimizadas com base na melhor solução TOPSIS para tamanho de partícula e consumo de energia;
- Dentre os algoritmos analisados, o algoritmo MOLA foi escolhido para a análise qualitativa das dispersões das partículas, devido ao seu menor tempo de moagem e eficiência no consumo de energia, o que resultou em uma economia de até 26 horas de processo;
- A configuração de moagem com tempo de 24 horas, obtida pelo algoritmo MOLA, apresentou a melhor dispersão qualitativa das partículas, evidenciada pela distribuição estatística trimodal com menor média volumétrica e baixa amplitude do desvio padrão, indicando um pó de alta qualidade para as etapas subsequentes do processo, como a compactação e a sinterização;
- Os resultados do processo de sinterização revelaram respostas otimizadas com ajustes satisfatórios de $R^2(\text{adj})$ de 81,17% para densidade aparente, 91,58% para consumo de energia e 85,94% para microdureza, permitindo a identificação de variáveis de temperatura e tempo otimizadas à 1264°C e 1 h. Além disso, o metamodelo desenvolvido apresentou um erro global de 7,2% em relação aos resultados experimentais, indicando boa precisão;
- Após tratamento térmico de têmpera e duplo revenimento, as amostras recicladas alcançaram na média, 96,9% da dureza do material comercial;
- Por fim, no ensaio de compressão, as amostras recicladas apresentaram em média 66,84% do módulo de elasticidade do material comercial.

5.2 Trabalhos Futuros

Considerando os resultados obtidos e as limitações identificadas ao longo desta pesquisa, propõem-se, a seguir, algumas direções para investigações futuras, visando à continuidade e ao aprofundamento deste estudo:

- Investigar como as variáveis razão massa-bola, taxa de ocupação do vaso e temperatura de moagem influenciam na redução e distribuição dos tamanhos das partículas.
- Realizar uma análise comparativa das propriedades de condutividade térmica, resistência abrasiva e adesiva entre as amostras dos materiais comerciais e recicláveis.
- Estudar os efeitos do processo de compactação por HIP (*Hot Isostatic Pressing*) na redução da porosidade.
- Avaliar a influência do processo de extrusão a quente na redução da porosidade.
- Explorar o uso dos pós reciclados em outros processos de manufatura envolvendo metalurgia do pó, como na impressão 3D de metais, utilizando o equipamento recentemente adquirido pela Unifei-Itajubá: a máquina OmmiSint-160[®] *Selective Laser Melting System*;
- Desenvolver um processo otimizado para a produção em larga escala do subproduto, considerando variáveis como custo, eficiência e controle de qualidade.

REFERÊNCIAS

- AGHAJANI, A.; BAGHERI, B.; TAHAEI, D.; ABBASI, D. *et al.* Microstructure Evolution of Tempered Martensite Ferritic Steel During Long-Term Creep. **Mahmoud, Microstructure Evolution of Tempered Martensite Ferritic Steel During Long-Term Creep**. Citado na p. 43.
- AKHTAR, S.; SAAD, M.; MISBAH, M. R.; SATI, M. C. Recent advancements in powder metallurgy: A review. **Materials Today: Proceedings**, Elsevier, v. 5, n. 9, p. 18649–18655, 2018. Citado na p. 45.
- ALIOFKHAZRAEI, M. **Handbook of Mechanical Nanostructuring, 2 Volume Set**. John Wiley & Sons, 2015. v. 1. Citado na p. 50.
- AMERICAN Iron and Steel Institute (AISI). 2023. Acesso em 8 de maio de 2023. Disponível em: <<https://www.steel.org/sustainability>>. Citado na p. 23.
- ANGELO, P.; SUBRAMANIAN, R.; RAVISANKAR, B. **Powder metallurgy: science, technology and applications**. PHI Learning Pvt. Ltd., 2022. Citado na p. 20.
- ASGARIAN, A.; TANG, Z.; BUSSMANN, M.; CHATTOPADHYAY, K. Water atomisation of metal powders: effect of water spray configuration. **Powder Metallurgy**, Taylor & Francis, v. 63, n. 4, p. 288–299, 2020. Citado na p. 31.
- ATTIA, U. M. Cold-isostatic pressing of metal powders: a review of the technology and recent developments. **Critical reviews in solid state and materials sciences**, Taylor & Francis, v. 46, n. 6, p. 587–610, 2021. Citado na p. 51.
- BAKER, T. Processes, microstructure and properties of vanadium microalloyed steels. **Materials Science and Technology**, Taylor & Francis, v. 25, n. 9, p. 1083–1107, 2009. Citado na p. 110.
- BALÁŽ, P. **Mechanochemistry in minerals engineering**. Springer, 2008. Citado na p. 91.
- BARBEDO, E. L.; GONÇALVES, P. H.; LAMOGLIA, M. S.; PONTES, A. M. P.; BASTOS KUFFNER, B. H.; GOMES, G. F.; SILVA, G. Analysis of milling efficiency of the Vanadis® 8 tool steel with additions of vanadium and molybdenum carbides. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 24, 2021. Citado nas pp. 21, 32, 47, 48, 91.
- BARBEDO, E. L.; PEREIRA, J. L. J.; OLIVEIRA, L. A. de; BARBEDO, M. D. G.; FRANCISCO, M. B.; GOMES, G. F.; SILVA, G. Optimizing reuse of Vanadis® 8 tool steel powders through multi-objective Lichtenberg algorithm: A powder metallurgy approach. **Advanced Powder Technology**, Elsevier, v. 35, n. 4, p. 104416, 2024. Citado na p. 21.
- BASE de estruturas cristalinas. 2023. Acesso em 12 de junho de 2023. Disponível em: <<https://bdec.dotlib.com.br/>>. Citado na p. 64.
- BAYKARA, T.; BEDIR, H. Effects of heat treatment on the mechanical properties of the Vanadis 4 extra and Vanadis 10 tool steels. OMICS International, 2017. Citado na p. 42.
- BHARAT, N.; BOSE, P. Optimizing the Wear Behaviour of AA7178 Metal Matrix Composites Reinforced with SiC and TiO₂ Nanoparticles: A Comparative Study Using Evolutionary and Statistical Methods. **Silicon**, Springer, p. 1–17, 2023. Citado na p. 45.

BIRAT, J.-P. Society, Materials, and the Environment: The Case of Steel. **Metals**, MDPI AG, v. 10, n. 3, p. 331, 2020. Citado na p. 44.

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. Citado na p. 76.

BLAHA, J.; KREMPASZKY, C.; WERNER, E.; LIEBFAHRT, W. Carbide distribution effects in cold work tool steels. In: PROCEEDINGS of the 6th international tooling conference. Karlstad University, Karlstad. 2002. P. 289–298. Citado na p. 34.

BOCANEGRA-BERNAL, M. Hot isostatic pressing (HIP) technology and its applications to metals and ceramics. **Journal of materials science**, Springer, v. 39, n. 21, p. 6399–6420, 2004. Citado na p. 51.

BR, V. K.; DASGUPTA, A.; GHOSH, C.; SINHA, S. K. Analysis of structural transformation in nanocrystalline Y2O3 during high energy ball milling. **Journal of Alloys and Compounds**, Elsevier, v. 900, p. 163550, 2022. Citado na p. 66.

BRAMFITT, B. L. Carbon and alloy steels. **Handbook of materials selection**, John Wiley & Sons, Inc. New York, p. 25–65, 2002. Citado na p. 33.

BROMARK, M.; HEDENQVIST, P.; HOGMARK, S. The influence of substrate material on the erosion resistance of TiN coated tool steels. **Wear**, Elsevier, v. 186, p. 189–194, 1995. Citado na p. 27.

BULUT, B.; UNAL, F.; BAYDOGAN, M.; KAYALI, E. S. Effect of Particle Morphology on Physical, Mechanical and Wear Properties of Cobalt Metal Powders. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, Springer, v. 74, p. 2345–2355, 2021. Citado na p. 47.

CANPOLAT, Ö.; ÇANAKÇI, A.; ERDEMIR, F. SS316L/Al2O3 functionally graded material for potential biomedical applications. **Materials Chemistry and Physics**, Elsevier, v. 293, p. 126958, 2023. Citado na p. 45.

CERA, M.; TRUDU, S.; AMADOU, A. O.; ASUNIS, F.; FARRU, G.; DE GAUDENZI, G. P.; DE GIOANNIS, G.; SERPE, A. Trends and perspectives in the use of organic acids for critical metal recycling from hard-metal scraps. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, Elsevier, p. 106249, 2023. Citado na p. 43.

CHANG, I.; ZHAO, Y. **Advances in powder metallurgy: properties, processing and applications**. Elsevier, 2013. Citado na p. 31.

CHANG, S.; TANG, T.; HUANG, K.; TAI, F. 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. Citado na p. 89.

CHANG, S.-H.; CHANG, C.-H.; HUANG, K.-T. In situ TEM observation of the microstructure characteristics of the vacuum sintering, sub-zero and heat treatments of Vanadis 23 high-speed steel by adding Cr3C2–TaC–TiC powders. **Powder Metallurgy**, Taylor & Francis, p. 1–13, 2022. Citado nas pp. 29, 42, 69.

CHANG, S.-H.; CHEN, C.-Y.; HUANG, K.-T. Microstructure, retained austenite, and mechanical properties evaluation of Vanadis 60-HfC-Ta0. 6Nb0. 4C steel matrix composite by vacuum sintering, sub-zero, and heat treatments. **Vacuum**, Elsevier, v. 210, p. 111885, 2023. Citado nas pp. 29, 41, 42, 63, 69.

CHANG, S.-H.; CHUANG, C.-Y.; HUANG, K.-T. Mechanical properties and microstructures of Mo₂C strengthened Vanadis 4 extra alloy steel by powder metallurgy and heat treatments. **ISIJ International**, The Iron e Steel Institute of Japan, v. 59, n. 7, p. 1354–1361, 2019. Citado nas pp. 20, 42, 69.

CHUNG, R.; TANG, X.; LI, D.; HINCKLEY, B.; DOLMAN, K. Microstructure refinement of hypereutectic high Cr cast irons using hard carbide-forming elements for improved wear resistance. **Wear**, Elsevier, v. 301, n. 1-2, p. 695–706, 2013. Citado na p. 104.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray Diffraction**. Addison-Wesley Publishing, 1956. Citado na p. 78.

CUSSLER, E. L. **Diffusion: mass transfer in fluid systems**. Cambridge university press, 2009. Citado na p. 54.

DANNINGER, H.; CALDERON, R.; GIERL-MAYER, C. Powder metallurgy and sintered materials. **Addit. Manuf**, v. 19, n. 4, pp, 2017. Citado na p. 114.

DE OLIVEIRA, L. G.; PAIVA, A. P. de; BALESTRASSI, P. P.; FERREIRA, J. R.; COSTA, S. C. da; SILVA CAMPOS, P. H. da. 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, p. 1785–1837, 2019. Citado na p. 56.

DIAS, A. N. O. **Produção e caracterização da liga bronze de alumínio obtida via metalurgia do pó utilizando moagem de alta energia**. 2018. F. 146. Doutorado em Materiais para Engenharia – Universidade Federal de Itajubá. Citado na p. 44.

DICKINSON, C.; HEAL, G. Solid–liquid diffusion controlled rate equations. **Thermochimica Acta**, Elsevier, v. 340, p. 89–103, 1999. Citado na p. 100.

DIETER, G. E. Mechanical metallurgy, 1988, si metric edition. **Grawhill Book Company, London**, 2005. Citado na p. 79.

DINGER, D. R.; FUNK, J. E. Particle-packing phenomena and their application in materials processing. **Mrs Bulletin**, Cambridge University Press, v. 22, n. 12, p. 19–23, 1997. Citado na p. 90.

DJOHARI, H.; MARTÍNEZ-HERRERA, J. I.; DERBY, J. J. Transport mechanisms and densification during sintering: I. Viscous flow versus vacancy diffusion. **Chemical Engineering Science**, Elsevier, v. 64, n. 17, p. 3799–3809, 2009. Citado na p. 99.

EMANUEL, A. E. On the definition of power factor and apparent power in unbalanced polyphase circuits with sinusoidal voltage and currents. **IEEE Transactions on Power Delivery**, IEEE, v. 8, n. 3, p. 841–852, 1993. Citado na p. 63.

EXTRA Vanadis ®8. 2023. Acesso em 3 de maio de 2023. Disponível em: <<https://www.eurotechni.com/en/vanadis-8-extra.html>>. Citado na p. 21.

FELEGE, G.; GURAO, N.; UPADHYAYA, A. Evolution of microtexture and microstructure during sintering of copper. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Springer, v. 50, p. 4193–4204, 2019. Citado na p. 53.

FRANCISCO, M. B.; PEREIRA, J. L. J.; PAIVA, A. P. d.; BARBEDO, E. L.; CUNHA JR, S. S. da; GOMES, G. F. Design optimization of reentrant auxetic tube using multiobjective Lichtenberg algorithm based on metamodelling. **Mechanics of Advanced Materials and Structures**, Taylor & Francis, p. 1–13, 2023. Citado na p. 55.

FRANCISCO, M. B.; PEREIRA, J. L. J.; VASCONCELOS, G. A. V. B.; CUNHA JR, S. S. da; GOMES, G. F. Multiobjective design optimization of double arrowhead auxetic model using Lichtenberg algorithm based on metamodelling. In: ELSEVIER. **STRUCTURES**. 2022. v. 45, p. 1199–1211. Citado na p. 55.

GATAMORTA, F.; MENDONÇA, C.; JUNQUEIRA, M.; BAYRAKTAR, E.; ANDRADE, B.; MELO, M. d. L.; SILVA, G. Optimization of the high energy milling process of chips of a stainless steel using the response surface modeling. In: SPRINGER. **MECHANICS of Composite, Hybrid and Multifunctional Materials**, Volume 5: Proceedings of the 2018 Annual Conference on Experimental and Applied Mechanics. 2019. P. 237–242. Citado na p. 66.

GERMAN, R. M. **Powder metallurgy and particulate materials processing: the processes, materials, products, properties and applications**. Metal powder industries federation, 2005. Citado na p. 53.

GERMAN, R. M. **Sintering theory and practice**. 1996. Citado na p. 52.

GONÇALVES, P. H. **Estudo da reutilização do aço uddeholm vanadis® 8 superclean pela rota da metalurgia do pó a partir da técnica de moagem de alta energia (mechanical milling)**. 2021. F. 174. Mestrado em Materiais para Engenharia – Universidade Federal de Itajubá. Citado na p. 69.

GONÇALVES, P. H.; PONTES, A. M. P.; LAMOGLIA, M. S.; KUFFNER, B. H. B.; SILVA, A. A. A. P. d.; SILVA, G. Solid State Recycling of Vanadis® 8 Steel Scraps Using Powder Metallurgy. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 26, e20230204, 2023. Citado na p. 118.

GONZALEZ-POCIÑO, A.; ALVAREZ-ANTOLIN, F.; ASENSIO-LOZANO, J. Optimization of quenching and tempering parameters for the precipitation of M7C3 and MC secondary carbides and the removal of the austenite retained in vanadis 10 tool steel. **Metals**, MDPI, v. 9, n. 6, p. 627, 2019. Citado na p. 21.

GORRASI, G.; SORRENTINO, A. Mechanical milling as a technology to produce structural and functional bio-nanocomposites. **Green Chemistry**, Royal Society of Chemistry, v. 17, n. 5, p. 2610–2625, 2015. Citado na p. 46.

GRASSO, S.; BIESUZ, M.; ZOLI, L.; TAVERI, G.; DUFF, A. I.; KE, D.; JIANG, A.; REECE, M. J. A review of cold sintering processes. **Advances in Applied Ceramics**, Taylor & Francis, v. 119, n. 3, p. 115–143, 2020. Citado na p. 91.

HATAMI, S.; NAFARI, A.; NYBORG, L.; JELVESTAM, U. Galling related surface properties of powder metallurgical tool steels alloyed with and without nitrogen. **Wear**, Elsevier, v. 269, n. 3-4, p. 229–240, 2010. Citado na p. 28.

HØJERSLEV, C. **Tool steels**. Risø National Laboratory Roskilde, Denmark, 2001. Citado na p. 33.

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 e Steel Institute of Japan, v. 57, n. 7, p. 1252–1260, 2017. Citado na p. 66.

HWANG, K. C.; LEE, S.; LEE, H. C. Effects of alloying elements on microstructure and fracture properties of cast high speed steel rolls: Part I: Microstructural analysis. **Materials Science and Engineering: A**, Elsevier, v. 254, n. 1-2, p. 282–295, 1998. Citado na p. 33.

JAYATHILAKE, R. S. **Oxygen Storage Properties of Ternary Metal Oxide Systems for Chemical Looping Reactions**. 2019. Tese (Doutorado) – University of Maryland, College Park. Citado na p. 64.

JURČI, P. Effect of Different Surface Conditions on Toughness of Vanadis 6 Cold Work Die Steel—A Review. **Materials**, MDPI, v. 12, n. 10, p. 1660, 2019. Citado na p. 20.

JURČI, P.; SOBOTOVÁ, J.; SALABOVÁ, P.; PRIKNER, O.; ŠUŠTARŠIČ, B.; JENKO, D. Subzero treatment of P/M Vanadis 6 ledeburitic tool steel. **International Heat Treatment and Surface Engineering**, Taylor & Francis, v. 7, n. 3, p. 125–128, 2013. Citado nas pp. 42, 110.

KAR, P.; UPADHYAYA, G. Liquid phase sintering and heat treatment of T15 grade PM high speed steel. **Metal Powder Report**, Elsevier, v. 45, n. 12, p. 841–843, 1990. Citado na p. 27.

KASAK, A.; DULIS, E. Powder-metallurgy tool steels. **Powder Metallurgy**, Taylor & Francis, v. 21, n. 2, p. 114–123, 1978. Citado na p. 26.

KIM, H.; KANG, J.-Y.; SON, D.; LEE, T.-H.; CHO, K.-M. Evolution of carbides in cold-work tool steels. **Materials Characterization**, Elsevier, v. 107, p. 376–385, 2015. Citado na p. 41.

KLOCKE, F.; ARNTZ, K.; CABRAL, G. F.; STOLORZ, M.; BUSCH, M. *et al.* Characterization of tool wear in high-speed milling of hardened powder metallurgical steels. **Advances in Tribology**, Hindawi, v. 2011, 2011. Citado na p. 28.

KNOWLEDGE source on Materials Engineering (Substances & Technologies). 2023. Acesso em 5 de junho de 2023. Disponível em: <https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=die_pressing_of_metallic_powers>. Citado na p. 52.

KOVÁČIK, J. Correlation between Young's modulus and porosity in porous materials. **Journal of materials science letters**, Kluwer Academic Publishers Boston, v. 18, n. 13, p. 1007–1010, 1999. Citado na p. 118.

KUFFNER, B. H. B. **Produção e caracterização de um Biocompósito de aço inox 316l com β -tcp utilizando a técnica de Gradação Funcional (FGM)**. 2018. F. 142. Doutorado em Materiais para Engenharia – Universidade Federal de Itajubá. Citado na p. 44.

KUFFNER, B. H. B.; CAPELLATO, P.; RIBEIRO, L. M. S.; SACHS, D.; SILVA, G. Production and Characterization of a 316L Stainless Steel/ β -TCP Biocomposite Using the Functionally Graded Materials (FGMs) Technique for Dental and Orthopedic Applications. **Metals**, MDPI, v. 11, n. 12, p. 1923, 2021. Citado na p. 52.

KUFFNER, B. H. B.; SILVA, G.; RODRIGUES, C. A.; RODRIGUES, G. Study of the AISI 52100 steel reuse through the powder metallurgy route using high energy ball milling. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 21, e20170546, 2017. Citado na p. 118.

KUHN, H. A. Uniaxial compression testing. In: **MECHANICAL Testing and Evaluation**. ASM International, 2000. P. 143–151. Citado na p. 116.

KUMAR, L.; KUMAR, P.; NARAYAN, A.; KAR, M. Rietveld analysis of XRD patterns of different sizes of nanocrystalline cobalt ferrite. **International Nano Letters**, Springer, v. 3, p. 1–12, 2013. Citado na p. 66.

KUMAR, N.; BHARTI, A. Review on powder metallurgy: a novel technique for recycling and foaming of aluminium-based materials. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, Springer, v. 60, p. 52–59, 2021. Citado na p. 23.

KVASNICKA, I. Mechanical properties and cutting performance of sintered M2 high speed steel. **Powder metallurgy**, Taylor & Francis, v. 26, n. 3, p. 145–148, 1983. Citado na p. 27.

LAGUTKIN, S.; ACHELIS, L.; SHEIKHALIEV, S.; UHLENWINKEL, V.; SRIVASTAVA, V. Atomization process for metal powder. **Materials Science and Engineering: A**, Elsevier, v. 383, n. 1, p. 1–6, 2004. Citado na p. 32.

LARSON, A. C.; VON DREELE, R. B. General structure analysis system (GSAS)(Report LAUR 86-748). **Los Alamos, New Mexico: Los Alamos National Laboratory**, 2004. Citado na p. 64.

LAZIC, V.; MILOSAVLJEVIC, D.; ALEKSANDROVIC, S.; MARINKOVIC, P.; BOGDANOVIC, G.; NEDELJKOVIC, B. Carbide type influence on tribological properties of hard faced steel layer-part I-theoretical considerations. **Tribology in Industry**, University of Kragujevac, Faculty of Engineering, v. 32, n. 2, p. 11, 2010. Citado na p. 33.

LIANG, Y.; MA, J.; ZHOU, B.; LI, W. Selective Anisotropy of Mechanical Properties in Inconel718 Alloy. **Materials**, MDPI, v. 14, n. 14, p. 3869, 2021. Citado na p. 20.

MAHESH, K.; SANKARAN, S.; VENUGOPAL, P. Microstructural characterization and mechanical properties of powder metallurgy dual phase steel preforms. **Journal of Materials Science & Technology**, Elsevier, v. 28, n. 12, p. 1085–1094, 2012. Citado na p. 31.

MANUFACTURING Home-Powder Processes. 2023. Acesso em 5 de junho de 2023. Disponível em: <https://thelibraryofmanufacturing.com/alt_powder_processes.html>. Citado na p. 52.

MEHRER, H. **Diffusion in solids: fundamentals, methods, materials, diffusion-controlled processes**. Springer Science & Business Media, 2007. v. 155. Citado na p. 54.

MENDONÇA, C. d. S. P. **Produção do compósito aço inoxidável dúplex-carbetos por meio de moagem de alta energia**. 2018. F. 179. Doutorado em Materiais para Engenharia – Universidade Federal de Itajubá. Citado na p. 44.

MESQUITA, R. A. **Tool steels: Properties and performance**. CRC press, 2016. Citado nas pp. 20, 32, 34.

MICROTRAC flex Software-Self-paced Tutorial. 2023. Acesso em 12 de junho de 2023. Disponível em: <<https://www.yumpu.com/en/document/read/4777408/self-paced-tutorial-for-microtrac-flex-software-microtrac-inc>>. Citado na p. 62.

MIKO, T.; PETHO, D.; GERGELY, G.; MARKATOS, D.; GACSI, Z. A Novel Process to Produce Ti Parts from Powder Metallurgy with Advanced Properties for Aeronautical Applications. **Aerospace**, MDPI, v. 10, n. 4, p. 332, 2023. Citado na p. 45.

- MIRANDA, A. P. F. Estudo de aços ferramenta pré-endurecidos, 2014. Citado na p. 32.
- MISHIGDORZHIYN, U.; SEMENOV, A.; ULAKHANOV, N.; MILONOV, A.; DASHEEV, D.; GULYASHINOV, P. Microstructure and Wear Resistance of Hot-Work Tool Steels after Electron Beam Surface Alloying with B₄C and Al. **Lubricants**, MDPI, v. 10, n. 5, p. 90, 2022. Citado na p. 20.
- MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. John Wiley & sons, 2017. Citado na p. 55.
- MORDYUK, B.; DEKHTYAR, A.; SAVVAKIN, D.; KHRIPTA, N. Tailoring Porosity and Microstructure of Alpha-Titanium by Combining Powder Metallurgy and Ultrasonic Impact Treatment to Control Elastic and Fatigue Properties. **Journal of Materials Engineering and Performance**, Springer, v. 31, n. 7, p. 5668–5678, 2022. Citado na p. 20.
- MUSSA, A.; KRAKHMALOV, P.; ŞELTE, A.; BERGSTRÖM, J. Development of a new PM tool steel for optimization of cold working of advanced high-strength steels. **Metals**, MDPI, v. 10, n. 10, p. 1326, 2020. Citado na p. 28.
- MYERS, R. H.; MONTGOMERY, D. C.; ANDERSON-COOK, C. M. **Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments**. John Wiley & Sons, 2016. Citado na p. 55.
- NEIKOV, O. D. Atomization and granulation. In: **HANDBOOK of non-ferrous metal powders**. 2009. P. 102–142. Citado na p. 32.
- NYKIEL, T.; HRYNIEWICZ, T. Effect of high-temperature heating on chemical changes in M₇C₃ carbides of AISI D2 tool steel. **International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy**, Przedsiębiorstwo Wydawnictw Naukowych Darwin/Scientific Publishing House DARWIN, v. 17, n. 3, p. 258–271, 2014. Citado na p. 32.
- OZDEMIR, F.; WITHARAMAGE, C. S.; DARWISH, A. A.; OKUYUCU, H.; GUPTA, R. K. Corrosion behavior of age hardening aluminum alloys produced by high-energy ball milling. **Journal of Alloys and Compounds**, Elsevier, v. 900, p. 163488, 2022. Citado na p. 66.
- PEREIRA, J. L. J.; FRANCISCO, M. B.; DINIZ, C. A.; OLIVER, G. A.; CUNHA JR, S. S.; GOMES, G. F. Lichtenberg algorithm: A novel hybrid physics-based meta-heuristic for global optimization. **Expert Systems with Applications**, Elsevier, v. 170, p. 114522, 2021. Citado na p. 56.
- PEREIRA, J. L. J.; FRANCISCO, M. B.; OLIVEIRA, L. A. de; CHAVES, J. A. S.; CUNHA JR, S. S.; GOMES, G. F. Multi-objective sensor placement optimization of helicopter rotor blade based on Feature Selection. **Mechanical Systems and Signal Processing**, Elsevier, v. 180, p. 109466, 2022. Citado nas pp. 56, 57, 89.
- PETROWSKY, M.; FRECH, R. Application of the compensated Arrhenius formalism to self-diffusion: implications for ionic conductivity and dielectric relaxation. **The Journal of Physical Chemistry B**, ACS Publications, v. 114, n. 26, p. 8600–8605, 2010. Citado na p. 99.
- PRESOLY, P.; GERSTL, B.; BERNHARD, C.; MARSONER, S.; ANGERER, P.; FRIESSNEGGER, B.; HAHN, S. Primary Carbide Formation in Tool Steels: Potential of Selected Laboratory Methods and Potential of Partial Premelting for the Generation of Thermodynamic Data. **steel research international**, Wiley Online Library, v. 94, n. 4, p. 2200503, 2023. Citado na p. 34.

RAIMUNDO, R. A.; COSTA, F. A.; MORALES, M. A.; SILVA, A. G.; GOMES, U. U. 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, v. 90, p. 105223, 2020. Citado na p. 66.

RAJAN, T. S.; SHARMA, C.; SHARMA, A. K. **Heat treatment: principles and techniques**. PHI Learning Pvt. Ltd., 2011. Citado na p. 39.

ROBERTS, G. A.; KENNEDY, R.; KRAUSS, G. **Tool steels**. ASM international, 1998. Citado nas pp. 33, 35, 41.

ŠALAK, A.; SELECKÁ, M.; DANNINGER, H. **Machinability of powder metallurgy steels**. Cambridge Int Science Publishing, 2005. Citado na p. 51.

SALES PEREIRA MENDONÇA, C. de; SANTOS RIBEIRO, V. A. dos; JUNQUEIRA, M. M.; SACHS, D.; OLIVEIRA, L. A.; MELO, M. d. L. N. M.; SILVA, G. Recycling chips of stainless steel by high energy ball milling. In: TRANS TECH PUBL. MATERIALS Science Forum. 2018. v. 930, p. 454–459. Citado na p. 21.

SALVO, C.; AGUILAR, C.; CARDOSO-GIL, R.; MEDINA, A.; BEJAR, L.; MANGALARAJA, R. Study on the microstructural evolution of Ti-Nb based alloy obtained by high-energy ball milling. **Journal of Alloys and Compounds**, Elsevier, v. 720, p. 254–263, 2017. Citado na p. 91.

SAMAL, P.; NEWKIRK, J. Powder metallurgy methods and applications. **ASM handbook of powder metallurgy**, v. 7, 2015. Citado na p. 45.

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. Citado na p. 46.

SEKI, Y.; OKAMOTO, S.; TAKIGAWA, H.; KAWAI, N. Effect of atomization variables on powder characteristics in the high-pressured water atomization process. **Metal Powder Report**, Elsevier, v. 45, n. 1, p. 38–40, 1990. Citado na p. 31.

SILVEIRA, L. R. d.; LAMOGLIA, M. S.; GONÇALVES, P. H.; KUFFNER, B. H. B.; SILVA, G. Obtainment of a new metal matrix composite from the recycling of UNS S31803 duplex stainless steel by powder metallurgy. **REM-International Engineering Journal**, SciELO Brasil, v. 75, p. 235–244, 2022. Citado na p. 44.

SIVAKUMAR, M.; DASGUPTA, A.; GHOSH, C.; SORNADURAI, D.; SAROJA, S. 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. Citado nas pp. 78, 80.

SNELLINGS, R.; MACHIELS, L.; MERTENS, G.; ELSSEN, J. Rietveld refinement strategy for quantitative phase analysis of partially amorphous zeolitized tuffaceous rocks. **Geologica belgica**, 2010. Citado na p. 64.

STEEL for Cold Work Tooling Brochure. 2023. Acesso em 3 de maio de 2023. Disponível em: <<https://www.uddeholm.com/app/%20uploads/sites/46/2019/10/Tech-Uddeholm-Cold-work-EN.pdf>>. Citado nas pp. 32, 36, 70, 117.

STILLER, K.; SVENSSON, L.; HOWELL, P.; RONG, W.; ANDREN, H.; DUNLOP, G. High resolution microanalytical study of precipitation in a powder metallurgical high speed steel. **Acta Metallurgica**, Elsevier, v. 32, n. 9, p. 1457–1467, 1984. Citado na p. 27.

SURYANARAYANA, C. Mechanical Alloying and Milling,(2004). **New York, USA**, 2004. Citado nas pp. 48, 50, 76.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in materials science**, Elsevier, v. 46, n. 1-2, p. 1–184, 2001. Citado nas pp. 46, 48–50, 91.

TAKIGAWA, H.; MANTO, H.; KAWAI, N.; HOMMA, K. Properties of high-speed steels produced by powder metallurgy. **Powder Metallurgy**, Taylor & Francis, v. 24, n. 4, p. 196–202, 1981. Citado na p. 26.

TIDESTEN, M.; MEDVEDEVA, A.; CARLSSON, F.; ENGSTRÖM-SVENSSON, A. A new cold work PM-grade combining high wear resistance with high ductility. **BHM Berg-und Hüttenmännische Monatshefte**, v. 3, n. 162, p. 117–121, 2017. Citado nas pp. 28, 38, 43, 76.

TOBOŁA, D.; CYBORON, J.; ŁĘTOCHA, A. Selected properties of Vanadis 8 tool steel after grinding and hard turning. **Mechanik**, v. 90, n. 10, p. 864–866, 2017. Citado nas pp. 21, 75.

TOBOŁA, D.; KANIA, B. Phase composition and stress state in the surface layers of burnished and gas nitrided Sverker 21 and Vanadis 6 tool steels. **Surface and Coatings Technology**, Elsevier, v. 353, p. 105–115, 2018. Citado na p. 36.

TOBY, B. H.; VON DREELE, R. B. GSAS-II: the genesis of a modern open-source all purpose crystallography software package. **Journal of Applied Crystallography**, International Union of Crystallography, v. 46, n. 2, p. 544–549, 2013. Citado nas pp. 64, 76.

TOIT, M. du; NAUDÉ, J. The influence of stabilization with TITANIUM on the HEAT-AFFECTED ZONE SENSITIZATION of 11 to 12% chromium ferritic stainless steels under low heat input welding conditions. **Welding in the World**, Springer, v. 55, p. 38–47, 2011. Citado na p. 33.

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. 2002. v. 1, p. 10–13. Citado nas pp. 32, 89.

TÓTH, L. Investigation on the surface quality of BÖHLER S290 Powder Metallurgical tool steel after WEDM machining. **European Journal of Materials Science and Engineering**, EJMSE, 2021. Citado na p. 29.

TOTTEN, G. E. **Steel Heat Treatment Handbook-2 Volume Set**. CRC press, 2006. Citado na p. 33.

UDDEHOLM a voestalpine company. 2023. Acesso em 20 de maio de 2023. Disponível em: <<https://www.uddeholm.com/brazil/pt-br/applications/aplicacoes-de-trabalho-a-frio/>>. Citado nas pp. 36, 37.

UDDEHOLM Vanadis® 8. 2023. Acesso em 22 de maio de 2023. Disponível em: <https://www.uddeholm.com/files/PB_Uddeholm_vanadis_8_english.pdf>. Citado nas pp. 38, 40, 60.

VAN NIEKERK, C. J.; DU TOIT, M.; ERWEE, M. W. Sensitization of AISI 409 ferritic stainless steel during low heat input arc welding. **Welding in the World**, Springer, v. 56, p. 54–64, 2012. Citado na p. 63.

VERMA, P.; SAHA, R.; CHAIRA, D. Waste steel scrap to nanostructured powder and superior compact through powder metallurgy: Powder generation, processing and characterization. **Powder Technology**, Elsevier, v. 326, p. 159–167, 2018. Citado na p. 23.

VISSER, J. Van der Waals and other cohesive forces affecting powder fluidization. **Powder technology**, Elsevier, v. 58, n. 1, p. 1–10, 1989. Citado na p. 91.

WEBER, S.; THEISEN, W.; CASTRO, F.; PYZALLA, A. Influence of gas atmosphere and hard particle addition on the sintering behavior of high alloyed PM cold work tool steels. **Materials Science and Engineering: A**, Elsevier, v. 515, n. 1-2, p. 175–182, 2009. Citado na p. 27.

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. Citado na p. 55.

WORLD Steel Association. 2023. Acesso em 24 de maio de 2023. Disponível em: <<https://worldsteel.org/steel-topics/statistics/world-steel-in-figures-2022/>>. Citado na p. 44.

WORLD Steel Scrap recycling. 2021. Acesso em 24 de maio de 2023. Disponível em: <https://www.bir.org/images/BIR-pdf/Ferrous_report_2017-2021_lr.pdf>. Citado na p. 44.

XING, Y.; LI, C.; MU, Y.; JIA, Y.; SONG, K.; TAN, J.; WANG, G.; ZHANG, Z.; YI, J.; ECKERT, J. Strengthening and deformation mechanism of high-strength CrMnFeCoNi high entropy alloy prepared by powder metallurgy. **Journal of Materials Science & Technology**, Elsevier, v. 132, p. 119–131, 2023. Citado na p. 45.

YAN, F.; SHI, H.; JIN, B.; FAN, J.; XU, Z. Microstructure evolution during hot rolling and heat treatment of the spray formed Vanadis 4 cold work steel. **Materials Characterization**, Elsevier, v. 59, n. 8, p. 1007–1014, 2008. Citado na p. 27.

YARASU, V.; HORNIK, J.; JURCI, P. Dry Sliding Tribological Behavior of Cryotreated Cr–V Le-deburitic Tool Steel against CuSn6 Counterpart. **steel research international**, Wiley Online Library, v. 94, n. 4, p. 2200453, 2023. Citado na p. 43.

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. Citado na p. 46.

Apêndices

Anexos

Uddeholm
Vanadis[®] 8
SuperClean

© UDDEHOLMS AB

No part of this publication may be reproduced or transmitted for commercial purposes without permission of the copyright holder.

This information is based on our present state of knowledge and is intended to provide general notes on our products and their uses. It should not therefore be construed as a warranty of specific properties of the products described or a warranty for fitness for a particular purpose.

Classified according to EU Directive 1999/45/EC
For further information see our "Material Safety Data Sheets".

Edition 4, 09.2016



CRITICAL TOOL STEEL PROPERTIES

FOR GOOD TOOL PERFORMANCE

- Correct hardness for the application
- Very high wear resistance
- Sufficient toughness to prevent premature failure due to chipping/crack formation

High wear resistance is often associated with low toughness and vice-versa. However, for optimal tool performance both high wear resistance and toughness are essential in many cases.

Uddeholm Vanadis 8 SuperClean is a powder metallurgical cold work tool steel offering a combination of extremely high wear resistance and good toughness.

FOR TOOLMAKING

- Machinability
- Heat treatment
- Dimensional stability in heat treatment
- Surface treatment

Toolmaking with highly alloyed steels means that machining and heat treatment are often more of a problem than with the lower alloyed grades. This can, of course, raise the cost of toolmaking.

Due to the very carefully balanced alloying and the powder metallurgical manufacturing route, Uddeholm Vanadis 8 SuperClean has a similar heat treatment procedure to the steel AISI D2. One very big advantage with Uddeholm Vanadis 8 SuperClean is that the dimensional stability after hardening and tempering is much better than for the conventionally produced high performance cold work steels. This also means that Uddeholm Vanadis 8 SuperClean is a tool steel which is very suitable for surface coatings.

APPLICATIONS

Uddeholm Vanadis 8 SuperClean is especially suitable for very long run tooling where abrasive wear is the dominating problem. Its very good combination of extremely high wear resistance and good toughness also make Uddeholm Vanadis 8 SuperClean an interesting alternative in applications where tooling made of such materials as cemented carbide or high speed steels tends to chip or crack.

Examples:

- Blanking and forming
- Fine blanking
- Blanking of electrical sheet
- Gasket stamping
- Deep drawing
- Cold forging
- Slitting knives (paper and foil)
- Powder pressing
- Granulator knives
- Extruder screws etc.

GENERAL

Uddeholm Vanadis 8 SuperClean is a chromium-molybdenum-vanadium alloyed steel which is characterized by:

- Very high abrasive and adhesive wear resistance
- High compressive strength, 64 HRC
- Very good through-hardening properties
- Good ductility
- Very good stability in hardening
- Good resistance to tempering back
- Good machining and grinding properties

Typical analysis %	C 2.3	Si 0.4	Mn 0.4	Cr 4.8	Mo 3.6	V 8.0
Delivery condition	Soft annealed to \leq 270 HB					
Colour code	Green/light violet					

PROPERTIES

PHYSICAL DATA

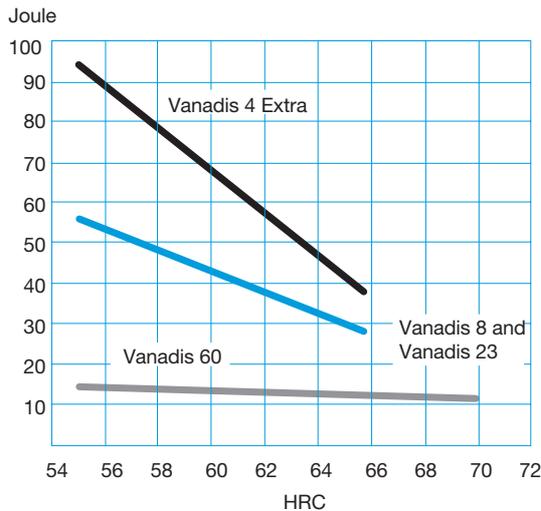
Hardened and tempered to 62 HRC.

Temperature	20°C (68°F)	200°C (390°F)	400°C (750°F)
Density kg/m ³ lbs/in ³	7 460 0.270	-	-
Modulus of elasticity N/mm ² psi	230 000 33.8 x 10 ⁶	210 000 31.9 x 10 ⁶	200 000 29.7 x 10 ⁶
Coefficient of thermal expansion per pro °C ab 20°C °F from 68°F	-	10.8 x 10 ⁻⁶ 6.0 x 10 ⁻⁶	11.6 x 10 ⁻⁶ 6.5 x 10 ⁻⁶
Thermal conductivity W/m • °C Btu in/(ft ² h °F)	-	25 173	28 194
Specific heat J/kg °C Btu/lb °F	470 0.11	-	-

DUCTILITY

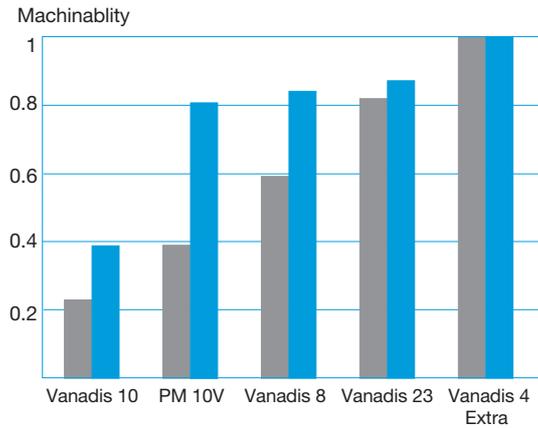
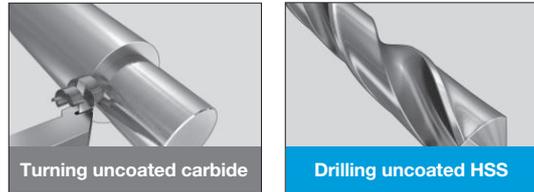
Impact test, unnotched, CR2 (thickness direction).

The impact strengths shown, are average values. Uddeholm Vanadis 8 SuperClean and Uddeholm Vanadis 23 SuperClean have a similar impact strength.



MACHINABILITY

Relative machinability for Uddeholm PM SuperClean steels Vanadis 10, Vanadis 8, Vanadis 23 and Vanadis 4 Extra compared with a 10% Vanadium steel from another producer, PM10V.



HEAT TREATMENT

STRESS RELIEVING

After rough machining the tool should be heated through to 650°C (1200°F), holding time 2 hours. Cool slowly to 500°C (930°F), then freely in air.

HARDENING

Pre-heating temperature: First pre-heating at 600–650°C (1110–1200°F) and second at 850–900°C (1560–1650°F)

Austenitizing temperature: 1020–1180°C (1870–2160°F)

Holding time: 30 minutes for hardening temperatures up to 1100°C (2010°F), 15 minutes for temperatures higher than 1100°C (2010°F).

Note: Holding time = time at hardening temperature after the tool is fully heated through. A holding time of less than recommended time will result in loss of hardness.

The tool should be protected against decarburization and oxidation during hardening.

Further information can be found in the Uddeholm brochure “Heat treatment of tool steels”.

QUENCHING MEDIA

- Vacuum (high speed gas at sufficient over-pressure minimum 2 bar)
- Martempering bath or fluidized bed at 200–550°C (390–1020°F)
- Forced air/gas

Note: Temper the tool as soon as its temperature reaches 50–70°C (120–160°F).

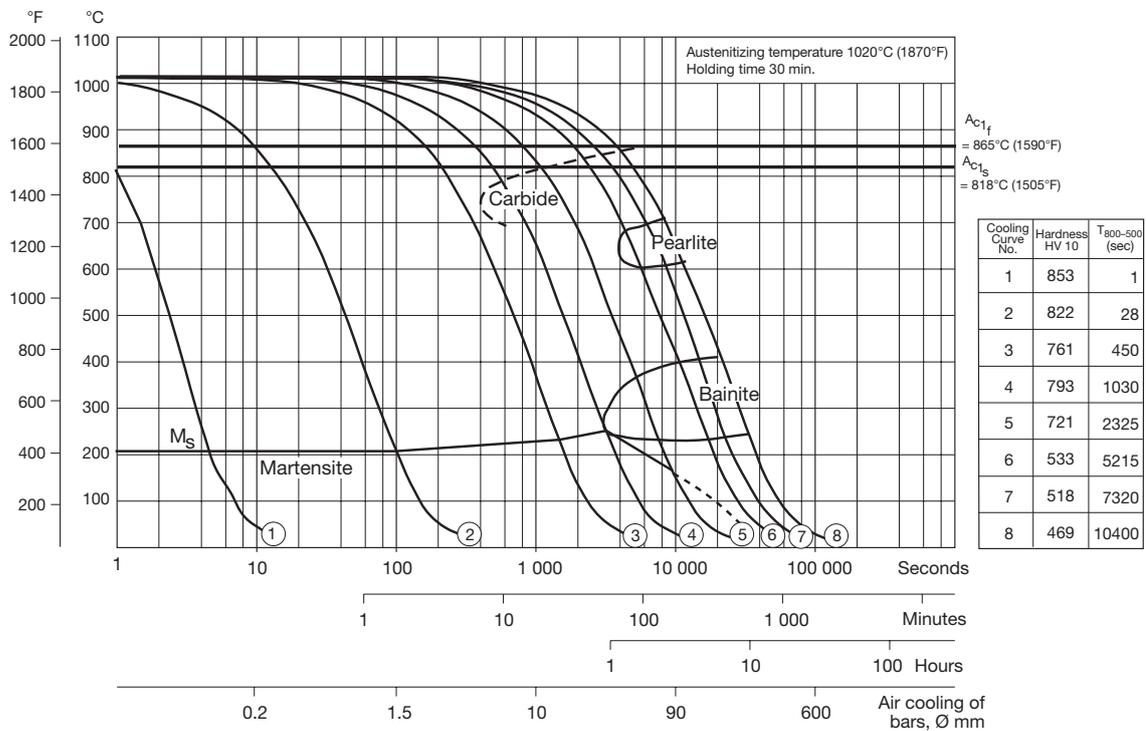
In order to obtain the optimum properties for the tool, the cooling rate should be as fast as possible with regards to acceptable distortion.

A slow quench rate will result in loss of hardness compared with the given tempering curves.

Martempering should be followed by forced air cooling if wall thickness is exceeding 50 mm (2").

CCT-GRAPH

Austenitizing temperature 1020°C (1870°F). Holding time 30 minutes.



TEMPERING

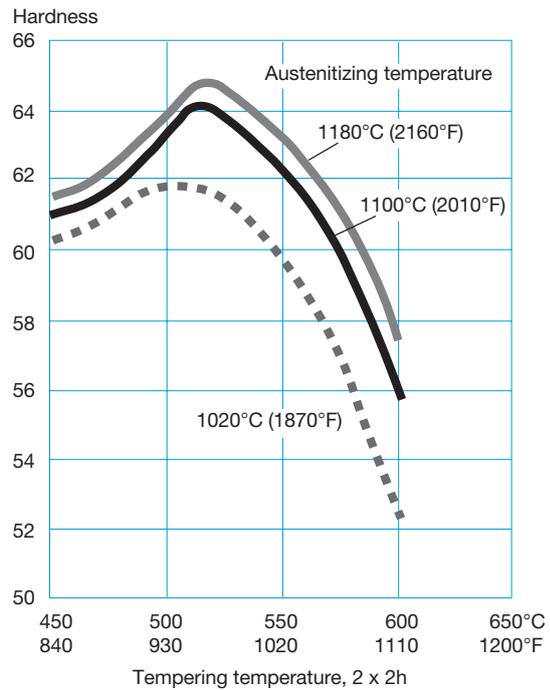
Choose the tempering temperature according to the hardness required by reference to the tempering graph. Temper at least twice with intermediate cooling to room temperature.

For highest dimensional stability and ductility, a minimum temperature of 540°C (1000°F) and three tempers is strongly recommended.

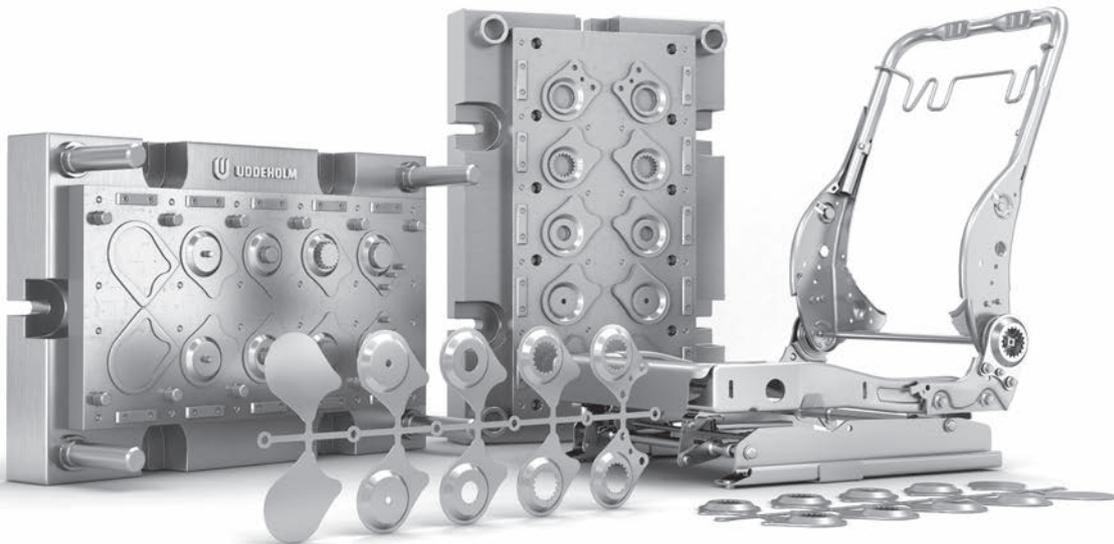
Tempering at a lower temperature than 540°C (1000°F) may increase the hardness and compressive strength to some extent but also impair cracking resistance and dimensional stability. However, if lowering the tempering temperature, do not temper below 520°C (970°F).

When tempering twice the minimum holding time at temperature is 2 hours. When tempering three times the minimum holding time is 1 hour.

TEMPERING GRAPH



The tempering curves are obtained after heat treatment of samples with a size of 15 x 15 x 40 mm, cooling in forced air. Lower hardness can be expected after heat treatment of tools and dies due to factors like actual tool size and heat treatment parameters.



CUTTING DATA RECOMMENDATIONS

The cutting data below are to be considered as guiding values which must be adapted to existing local conditions. Further information can be found in the Uddeholm publication "Cutting data recommendations".

Delivery condition: Soft annealed to ≤ 270 HB

TURNING

Cutting data parameter	Turning with carbide		Turning with high speed steel
	Rough turning	Fine turning	Fine turning
Cutting speed (v_c) m/min f.p.m.	70–100 230–330	100–120 330–395	8–10 28–22
Feed (f) mm/rev i.p.r.	0.2–0.4 0.008–0.016	0.05–0.2 0.002–0.008	0.05–0.3 0.002–0.012
Depth of cut (a_p) mm inch	2–4 0.08–0.16	0.5–2 0.02–0.08	0.5–3 0.02–0.12
Carbide designation ISO	*	*	–
	K20, P10–P20 C2, C7–C6	K15, P10 C3, C7	

* Use a wear resistant Al_2O_3 -coated carbide grade

DRILLING

HIGH SPEED STEEL TWIST DRILL

Drill diameter		Cutting speed, v_c		Feed (f)	
mm	inch	m/min	f.p.m.	mm/rev	i.p.r.
– 5	– 3/16	8–10*	26–33*	0.05–0.15	0.002–0.006
5–10	3/16–3/8	8–10*	26–33*	0.15–0.20	0.006–0.008
10–15	3/8–5/8	8–10*	26–33*	0.20–0.25	0.008–0.010
15–20	5/8–3/4	8–10*	26–33*	0.25–0.35	0.010–0.014

* For coated HSS drill $v_c = 14–16$ m/min. (46–52 f.p.m.)

CARBIDE DRILL

Cutting data parameters	Type of drill		
	Indexable insert	Solid carbide	Carbide tip ¹⁾
Cutting speed (v_c) m/min. f.p.m.	90–120 300–395	50–70 164–230	25–35 82–115
Feed (f) mm/rev i.p.r.	0.05–0.15 ²⁾ 0.002–0.006 ²⁾	0.08–0.20 ³⁾ 0.003–0.008 ³⁾	0.15–0.25 ⁴⁾ 0.006–0.010 ⁴⁾

¹⁾ Drill with replaceable or brazed carbide tip

²⁾ Feed rate for drill diameter 20–40 mm (0.8"–1.6")

³⁾ Feed rate for drill diameter 5–20 mm (0.2"–0.8")

⁴⁾ Feed rate for drill diameter 10–20 mm (0.4"–0.8")

MILLING

FACE AND SQUARE SHOULDER MILLING

Cutting data parameter	Milling with carbide	
	Rough milling	Fine milling
Cutting speed (v_c) m/min. f.p.m.	40–70 130–230	70–100 230–330
Feed (f_z) mm/tooth in/tooth	0.2–0.4 0.008–0.016	0.1–0.2 0.004–0.008
Depth of cut (a_p) mm inch	2–4 0.08–0.16	1–2 0.04–0.08
Carbide designation ISO	*	*
	K20, P10–P20 C3, C7–C6	K15, P10 C3, C7

* Use a wear resistant Al_2O_3 -coated carbide grade

END MILLING

Cutting data parameter	Type of mill		
	Solid carbide	Carbide indexable insert	High speed steel ¹⁾
Cutting speed (v_c) m/min. f.p.m.	35–45 115–148	70–90 200–260	5–8 ¹⁾ 16–26 ¹⁾
Feed (f_z) mm/tooth in/tooth	0.01–0.2 ²⁾ 0.0004–0.008 ²⁾	0.06–0.20 ²⁾ 0.002–0.008 ²⁾	0.01–0.3 ²⁾ 0.0004–0.012 ²⁾
Carbide designation ISO	–	³⁾ K15 P10–P20 C3, C7–C6	–

¹⁾ For coated HSS end mill $v_c = 12–16$ m/min (39–52 f.p.m.)

²⁾ Depending on radial depth of cut and cutter diameter

³⁾ Use a wear resistant Al_2O_3 -coated carbide grade

GRINDING

A general grinding wheel recommendation is given below. More information can be found in the Uddeholm publication "Grinding of tool steel".

Type of grinding	Annealed condition	Hardened condition
Face grinding straight wheel	A 46 HV	B151 R50 B3* A 46 GV
Face grinding segments	A 36 GV	A 46 GV
Cylindrical grinding	A 60 KV	B151 R50 B3* A 60 KV
Internal grinding	A 60 JV	B151 R75 B3* A 60 JV
Profile grinding	A 100 IV	B126 R100 B6* A 100 JV

* If possible, use CBN-wheels for this application

ELECTRICAL DIS-CHARGE MACHINING — EDM

If EDM is performed in the hardened and tempered condition, finish with “fine-sparking”, i.e. low current, high frequency.

For optimal performance the EDM’d surface should then be ground/polished and the tool retempered at approx. 25°C (50°F) lower than the original tempering temperature.

When EDM’ing larger sizes or complicated shapes Uddeholm Vanadis 8 SuperClean should be tempered at high temperatures, above 540°C (1000°F).

RELATIVE COMPARISON OF UDDEHOLM COLD WORK TOOL STEEL

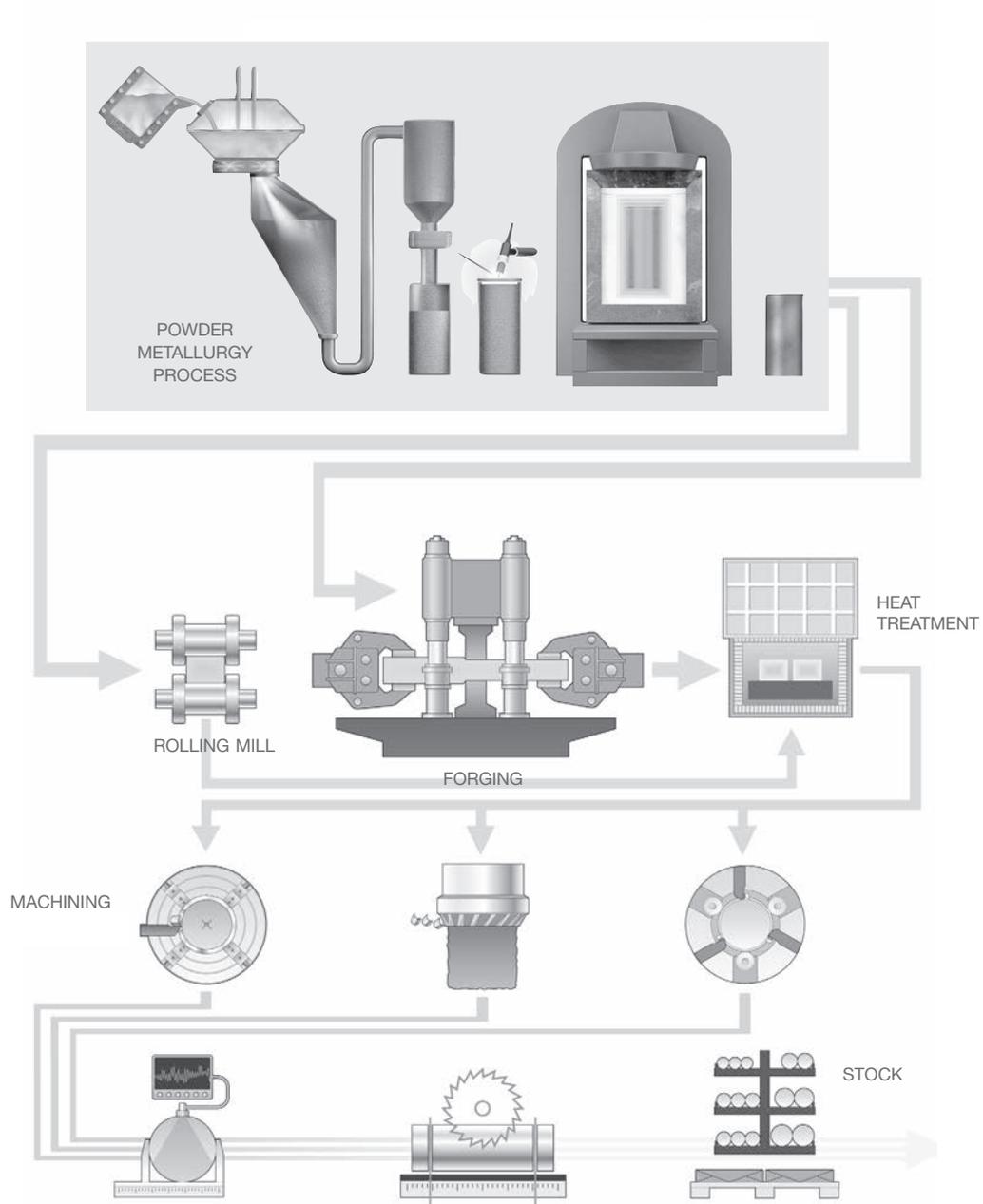
MATERIAL PROPERTIES AND RESISTANCE TO FAILURE MECHANISMS

Uddeholm grade	Hardness/Resistance to plastic deformation	Machinability	Grindability	Dimension stability	Resistance to		Fatigue cracking resistance	
					Abrasive wear	Adhesive wear/Galling	Ductility/resistance to chipping	Toughness/gross cracking
Conventional cold work tool steel								
Arne	█	█	█	█	█	█	█	█
Calmax	█	█	█	█	█	█	█	█
Caldie (ESR)	█	█	█	█	█	█	█	█
Rigor	█	█	█	█	█	█	█	█
Sleipner	█	█	█	█	█	█	█	█
Sverker 21	█	█	█	█	█	█	█	█
Sverker 3	█	█	█	█	█	█	█	█
Powder metallurgical tool steel								
Vanadis 4 Extra*	█	█	█	█	█	█	█	█
Vanadis 8*	█	█	█	█	█	█	█	█
Vancron 40*	█	█	█	█	█	█	█	█
Powder metallurgical high speed steel								
Vanadis 23*	█	█	█	█	█	█	█	█
Vanadis 30*	█	█	█	█	█	█	█	█
Vanadis 60*	█	█	█	█	█	█	█	█
Conventional high speed steel								
AISI M2	█	█	█	█	█	█	█	█

* Uddeholm PM SuperClean tool steels

FURTHER INFORMATION

Please contact your local Uddeholm office for further information on the selection, heat treatment, application and availability of Uddeholm tool steel.



THE POWDER METALLURGY PROCESS

In the powder metallurgy process nitrogen gas is used to atomise the melted steel into small droplets, or grains. Each of these small grains solidifies quickly and there is little time for carbides to grow. These powder grains are then compacted to an ingot in a hot isostatic press (HIP) at high temperature and pressure. The ingot is then rolled or forged to steel bars by conventional methods.

The resulting structure is completely homogeneous steel with randomly distributed small carbides, harmless as sites for crack initiation but still protecting the tool from wear.

Large slag inclusions can take the role as sites for crack initiation instead. Therefore, the powder metallurgical process has been further developed in stages to improve the cleanliness of the steel. Powder steel from Uddeholm is today of the third generation and is considered the cleanest powder metallurgy tool steel product on the market.

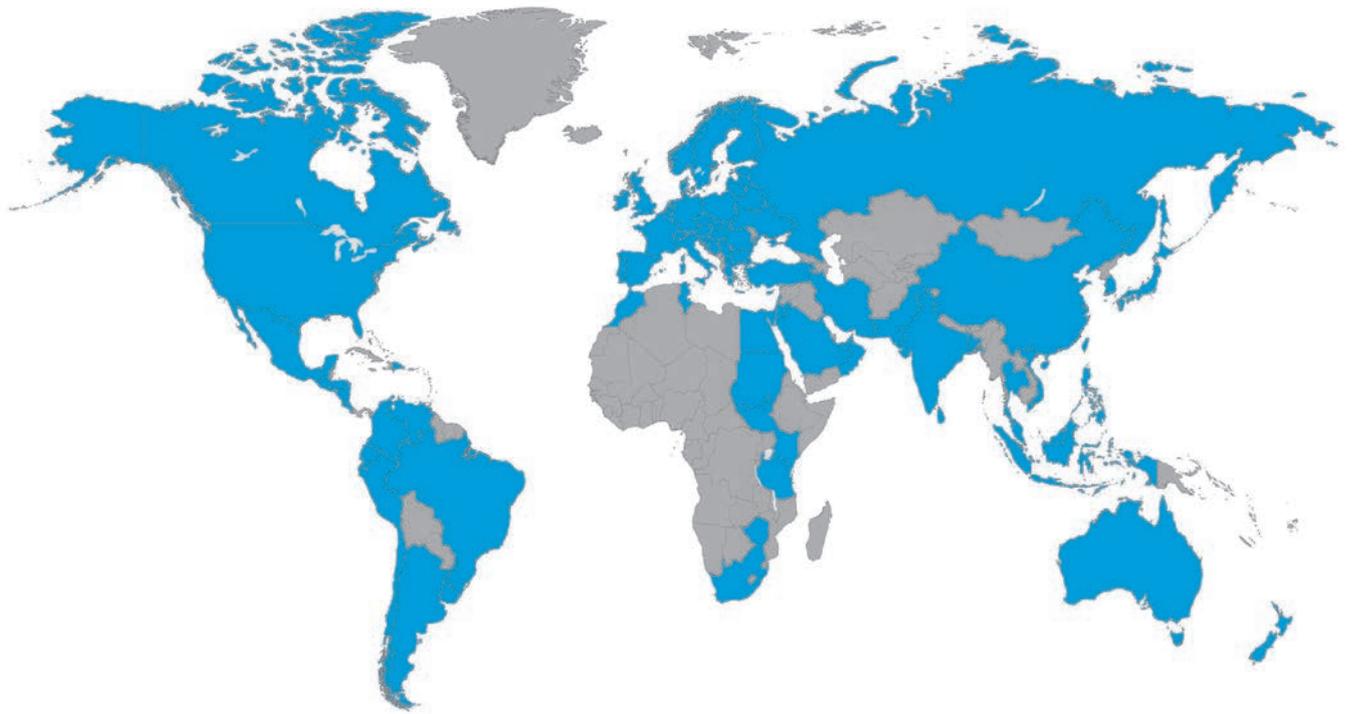
HEAT TREATMENT

Prior to delivery all of the different bar materials are subjected to a heat treatment operation, either as soft annealing or hardening and tempering. These operations provide the steel with the right balance between hardness and toughness.

MACHINING

Before the material is finished and put into stock, we also rough machine the bar profiles to required size and exact tolerances. In the lathe machining of large dimensions, the steel bar rotates against a stationary cutting tool. In peeling of smaller dimensions, the cutting tools revolve around the bar.

To safeguard our quality and guarantee the integrity of the tool steel we perform both surface- and ultrasonic inspections on all bars. We then remove the bar ends and any defects found during the inspection.



NETWORK OF EXCELLENCE

Uddeholm is present on every continent. This ensures you high-quality Swedish tool steel and local support wherever you are. We secure our position as the world's leading supplier of tooling materials.

Uddeholm is the world's leading supplier of tooling materials. This is a position we have reached by improving our customers' everyday business. Long tradition combined with research and product development equips Uddeholm to solve any tooling problem that may arise. It is a challenging process, but the goal is clear – to be your number one partner and tool steel provider.

Our presence on every continent guarantees you the same high quality wherever you are. We secure our position as the world's leading supplier of tooling materials. We act worldwide. For us it is all a matter of trust – in long-term partnerships as well as in developing new products.

For more information, please visit www.uddeholm.com