



**UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL**  
**PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO**  
**COORDENADORIA DE PÓS GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU***  
**PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**LEONARDO MENEGHEL**

**APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS DE GRANALHA DE AÇO-CARBONO POR  
METALURGIA DO PÓ**

Orientadora: Profa. Dr.<sup>a</sup> Jadna Catafesta  
Coorientadora: Profa. Dr.<sup>a</sup> Maria Cristina Moré Farias

Caxias do Sul, 2017

M541a Meneghel, Leonardo

Aproveitamento de resíduos de granalha de aço-carbono por metalurgia do pó / Leonardo Meneghel. – 2017.

75 f.: il.

Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, 2017.

Orientação: Jadna Catafesta.

Coorientação: Maria Cristina Moré Farias.

1. Caracterização de partículas metálicas. 2. Metalurgia em pó. 3. Resíduo de jateamento. 4. Equipamento de densidade batida. I. Catafesta, Jadna, orient. II. Farias, Maria Cristina Moré, coorient. III. Título.

Elaborado pelo Sistema de Geração Automática da UCS com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

"Aproveitamento de resíduos de granalha de aço carbono para fabricação de peças por metalurgia do pó."

**Leonardo Meneghel**

Dissertação de Mestrado submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Materiais da Universidade de Caxias do Sul, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais, Área de Concentração: Processamento, Caracterização e Simulação de Materiais.

Caxias do Sul, 23 de fevereiro de 2017.

Banca Examinadora:

Profa. Dra. María Cristina Moré Farias (orientadora)  
Universidade de Caxias do Sul

Prof. Dr. Daniel Rodrigues  
Brats

Profa. Dra. Janaina da Silva Crespo  
Universidade de Caxias do Sul

Prof. Dr. Alexandre Viecelli  
Universidade de Caxias do Sul

## RESUMO

Neste trabalho foram determinados os parâmetros de metalurgia do pó para utilizar o resíduo do processo de jateamento para transformá-lo em componentes. O resíduo foi avaliado quanto as suas características físicas e microestruturais, e os corpos sinterizados, quanto a microestrutura, a dureza e a densidade. As partículas do resíduo foram caracterizadas quanto a distribuição de tamanho por peneiramento apresentando uma distribuição gaussiana com diâmetro médio de partícula de 180  $\mu\text{m}$ . Na avaliação da morfologia do resíduo por análise de imagem foi possível identificar que o formato das partículas maiores que 300  $\mu\text{m}$  foi predominantemente esférico, com circularidade de 0,86, enquanto que nas partículas menores o formato foi de placas, com circularidade de 0,76. As propriedades de fluidez determinadas pelos métodos de ângulo de repouso e de funil Hall tiveram valores próximos dos materiais comerciais. A densidade por Arquimedes dos corpos verde e sinterizados e as densidades aparente de Arnold e de funil Hall foram avaliadas. A técnica de densidade batida foi utilizada para determinar a mistura ótima com maior densidade, definida pela composição de  $1/6$  de finos +  $1/6$  de médios +  $2/3$  de grossos a partir de misturas previamente estabelecidas de acordo com o planejamento de misturas de rede simplex com pontos adicionais. As diferentes misturas foram compactadas em prensa uniaxial com acionamento simples à 990 MPa de pressão e posteriormente sinterizadas na temperatura de 1200°C em atmosfera de argônio tecnicamente puro. Os corpos sinterizados apresentaram o estágio de crescimento do *pescoço*, uma microestrutura com presença de cementita globulizada em uma matriz ferrítica e microdureza de 230HV. Neste trabalho, foi possível determinar os parâmetros da metalurgia do pó e a mistura de tamanhos das partículas para obter componentes com densidade de 90% em relação a teórica, densidade essa encontrada em produtos industrializados. Para realização deste estudo, o equipamento de densidade batida foi projetado e construído pelo autor.

Palavras chave: Caracterização de partículas metálicas. Metalurgia do pó. Resíduo de jateamento. Equipamento de densidade batida.



## ABSTRACT

This research has determined the parameters of powder metallurgy in order to use the wasted powder from the shot blasting process and transform it in components. The wasted was evaluated by its physical and micro-structural characteristics, and the sintered bodies were characterized for its micro-structural, hardness and density. The particles of the wasted powder were characterized according the size distribution in sieving and found a Gaussian distribution with a medium particle dimension of 180  $\mu\text{m}$ . In the morphologic evaluation of the wasted by image analysis, it was possible to identify that the predominant shape of the particles bigger than 300  $\mu\text{m}$  were spherical, with circularity of 0.86, while the smaller particles were plate-shaped with the circularity of 0.76. The properties of flow rate determined by the Angle of Repose and the Hall Flowmeter Funnel methods achieved similar values of commercial powders. The Archimedes density of green and sintered bodies and the apparent density of Arnold and Hall Flowmeter Funnel were evaluated. The optimal mixture with higher density, composed by  $\frac{1}{6}$  small +  $\frac{1}{6}$  medium +  $\frac{2}{3}$  big, was found from pre-established mixtures according to the simplex lattice design and the technique of tapped density. Different mixtures were compacted in an uniaxial press with a single-action in 990 MPa and later sintered in 1200°C with a controlled argon atmosphere. The sintered bodies showed a growing neck stage, a micro-structure with globular cementite in a ferritic matrix, and the micro-hardness of 208 HV. In this work, it was possible to determine the parameters of powder metallurgy and the mixture of particle sizes in order to obtain components with 90% density in relation to theoretic density, which is found in commercial products. In order to complete this study, the tapped density equipment was designed and built by the author.

Key-words: Metallic particles characterization. Powder metallurgy. Shot blasting wasted. Tapped density equipment.

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>1</b>
1.1	OBJETIVO GERAL	1
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS DO TRABALHO	2
<b>2</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>2</b>
2.1	JATEAMENTO	2
2.1.1	Granalha de aço-carbono	3
2.1.2	Resíduo	4
2.1.3	Aproveitamento do resíduo	5
2.2	METALURGIA DO PÓ	7
2.2.1	Propriedades morfológicas das partículas	9
2.2.2	Distribuição de tamanho	13
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>15</b>
3.1	CARACTERIZAÇÃO DOS RESÍDUOS	15
3.1.1	Coleta	15
3.1.2	Análise granulométrica	16
3.1.3	Morfologia das partículas	17
3.1.4	Microestrutura	17
3.1.5	Microdureza	18
3.1.6	Densidade	18
3.1.7	Picnometria	18
3.1.8	Fluidez	18
3.1.9	Densidade batida	19
3.1.10	Remoção química de óxidos	20
3.1.11	Compressibilidade	20
3.2	OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA POR METALURGIA DO PÓ	21
3.2.1	Mistura dos pós	22
3.2.2	Compactação	23
3.2.3	Sinterização	23
3.3	CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS SÓLIDOS	24
3.3.1	Microestrutura	24
3.3.2	Porosidade	24
3.3.3	Microdureza	24
3.3.4	Densidade	25
<b>4</b>	<b>RESULTADOS</b>	<b>26</b>
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS	26
4.1.1	Análise granulometria	26
4.1.2	Morfologia e composição química das partículas	27
4.1.3	Microestrutura	32
4.1.4	Microdureza	34
4.1.5	Densidade	35
4.1.6	Picnometria	38
4.1.7	Fluidez	39
4.1.8	Densidade batida	40
4.1.9	Compressibilidade	41
4.2	CARACTERIZAÇÃO DO PROCESSO DE METALURGIA DO PÓ	43
4.2.1	Sinterização	43
4.3	CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS SÓLIDOS	44
4.3.1	Microestrutura	44
4.3.2	Porosidade	47
4.3.3	Composição química	47
4.3.4	Microdureza	48
4.3.5	Densidade	49
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES</b>	<b>51</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b>	<b>52</b>
<b>7</b>	<b>ANEXOS</b>	<b>60</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O processo de jateamento é amplamente utilizado na indústria para o tratamento superficial de componentes. Neste processo, a superfície do componente é mecanicamente modificada e submetida a um estado de compressão mecânica. Como consequência, a resistência superficial e a resistência à fadiga são melhoradas, a topografia da superfície modificada, as sujidades e camada de óxido removidas, entre outros efeitos (1, p. 1) (2, p. 8; 25; 147). Essa técnica utiliza abrasivos geralmente metálicos que são projetados na superfície dos componentes, impulsionados em altas velocidades pela força do ar comprimido ou pela força centrífuga de turbinas (2, p. 241) (3, p. 2).

O abrasivo gasto é removido do equipamento de jateamento e descartado. Esse resíduo se caracteriza por partículas de tamanho pequeno, geralmente menor que 400  $\mu\text{m}$ . Quando não são descartados em aterros industriais, os resíduos de jateamento são aproveitados com adição de aglomerante químico para produção de briquetes (4). Durante a fundição desses briquetes, alguns vapores resultantes das reações químicas são liberados para atmosfera e produzem, como consequência, efeitos nocivos. Alternativamente, o particulado desses resíduos de jateamento é favorável para o seu aproveitamento via metalurgia do pó (M/P). No entanto, até o momento não foram encontrados registros na literatura sobre essa prática. Desta forma, neste trabalho avaliou-se a viabilidade de aproveitamento por metalurgia do pó dos resíduos de granalha de aço-carbono, proveniente de processos de fundição e de acabamentos superficiais das indústrias metal mecânicas. Especificadamente, foram determinados os parâmetros técnicos da M/P adequados para aproveitamento de resíduos de granalha de aço-carbono, incluindo a classificação por tamanhos, mistura, compactação e sinterização dos pós (5, p. 22).

### 1.1 OBJETIVO GERAL

Aproveitamento dos resíduos do jateamento de granalha de aço-carbono, utilizando a técnica da metalurgia do pó para transformar em componentes com características técnicas suficientes para usos industriais futuros.

## 1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS DO TRABALHO

- caracterizar o resíduo quanto a morfologia, fluidez, densidade, dureza e microestrutura;
- avaliar o empacotamento do resíduo em função da distribuição de tamanho e distribuição granulométrica e morfologia dos resíduos de granalha;
- definir níveis de pressão de compactação e de temperatura de sinterização adequados para o processamento dos resíduos de granalha via metalurgia do pó;
- avaliar as mudanças das propriedades físicas e microestruturais e dos corpos consolidados em função das variáveis de sinterização.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 JATEAMENTO

O jateamento pode ser definido como um processo de fabricação em que o objetivo é a limpeza de superfícies (remoção de óxidos, revestimentos, sujidades, material aderido), modificação topográfica de superfícies (acabamento posterior à usinagem e decorativo) e tratamento mecânico de superfícies (*shot peening*). Nestes processos, pequenas partículas de alta dureza são utilizadas como o meio e são impelidas a altas velocidades em direção à superfície de trabalho (2, p. 5).

O processo de jateamento teve início em 1904 com a utilização de areia, contudo, a contínua inalação da poeira de areia ocasiona a silicose que é uma doença pneumoconiose provinda da sílica ( $\text{SiO}_2$ ), a qual se agrava de forma irreversível e sem cura. A utilização da areia em jateamento é proibida em vários lugares do mundo inclusive no Brasil, e são permitidos apenas o uso de outros tipos de abrasivos tais como: granalhas de aço-carbono, aço inoxidável, escória de ferro fundido, escória de alumínio, esferas de vidro, cascas de nozes entre outros (6, p. 16; 31) (7) (8, p. 75) (9) (3, p. 14; 26).

A limpeza que utiliza o processo de jateamento é considerada econômica e rápida quando comparada com processos de limpeza manual ou decapagem química. Na indústria são utilizados dois tipos de equipamentos para a projeção de partículas: os sistemas por fluido que geralmente se trata de ar comprimido (jateamento pressurizado) e sistemas por turbinas centrífugas (turbinado) (9) (10, p. 17)

### 2.1.1 Granalha de aço-carbono

A fabricação da granalha passa por vários processos sequenciais: fundição de sucata e ligas; atomização por gravidade com jatos de água direcionais; remoção dos formatos irregulares; têmpera; britagem; revenimento; classificação por peneiramento e embalagem. Como resultado deste processo são obtidas partículas de diferentes tamanhos, morfologias e durezas.

São comercializados tamanhos que variam de 300 a 2800  $\mu\text{m}$ , com durezas a partir de 390 HV passando dos 700 HV (11, p. 7) (12). De modo geral, são produzidas duas morfologias de granalha de aço-carbono, a esférica e a angular (Figura 1). A granalha esférica tem seu formato definido na atomização e é utilizada para limpeza de superfícies e *shot peening*. A granalha angular tem seu formato definido na britagem e provém de granalha esféricas que é utilizada para limpeza e preparação superficial e também corte de granito (11, p. 8).

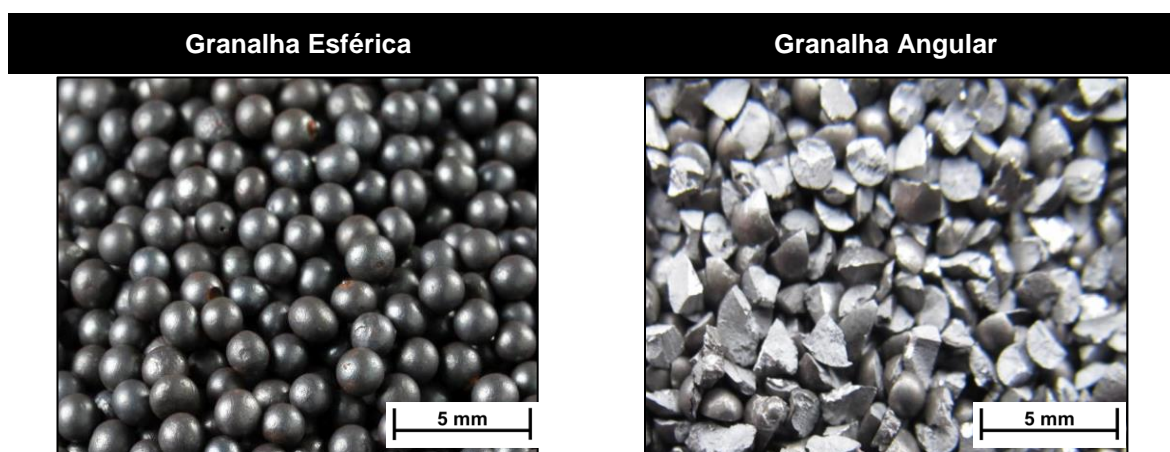


Figura 1 – Exemplo de granalha esférica e angular. (13)

As granalhas utilizadas no processo de jateamento deste estudo seguem as composições das normas (12), (14), (15) e a empresa fabricante possui certificado de qualidade (16). A Tabela 1, a Tabela 2 e a Tabela 3 apresentam respectivamente a composição química, distribuição granulométrica e a dureza das granalhas, fornecidas pelo certificado de qualidade do fabricante I.K.K. e comparadas com as normas vigentes.

		% C	% Mn	% Si	% P	% S	% Fe
<b>SAE J-827</b>	[%]	0,7 – 1,2	0,6 – 1,2	0,4 – 1,0	< 0,05	< 0,05	restante
<b>I.K.K.</b>	[%]	0,98	0,91	0,93	0,021	0,026	restante

Tabela 1 - Composição química da granalha modelo S-390H. (12) (17)

Abertura	[mm]	2,00	1,70	1,40	1,18	1,00	0,85	0,71
<b>SAE J-444</b>	[%]	zero	-	min 85	min 97	max 5	-	-
<b>I.K.K.</b>	[%]	zero	zero	98%	100%	zero	zero	zero

Tabela 2 – Distribuição granulométrica da granalha modelo S-390H. (15) (17)  
Quantidades acumuladas; Os campos marcados com “ - ” a norma não especifica valores.

<b>SAE J-827</b>	[HV/HRC]	<b>90% entre 293 a 528 (41 a 51 HRC)</b>
<b>I.K.K.</b>	[HV/HRC]	<b>451 HV (45 HRC)</b>

Tabela 3 - Dureza da granalha modelo S-390H. (12) (17)

## 2.1.2 Resíduo

O jateamento promove limpeza na superfície, removendo as sujidades que podem ser: carepa de laminação; oxidações; pinturas; óleos; solventes; entre outros dos quais possuem grande quantidade de componentes como chumbo, cromo, bário e demais. Desta forma, o descarte do resíduo do jateamento é compreendido por vários componentes e não somente a granalha em seu tamanho menor. Estes componentes são potencialmente prejudiciais à saúde, além de poluírem o meio ambiente (18) (19) (20).

O uso contínuo da granalha leva ao seu desgaste progressivo e redução do tamanho. As granalhas menores devem ser removidas do processo, pois não produzem trabalho efetivo. Isso se deve ao fato de que partículas de menor massa adquirem menor energia cinética no processo, e partículas de granalha com menor energia tem menor capacidade de remover sujidades e de realizar o trabalho mecânico superficial de *shot peening*. O fabricante I.K.K. recomenda remover do equipamento os tamanhos que forem menores a  $\frac{1}{4}$  do diâmetro inicial no caso de jateamento para preparação de superfícies (limpeza) e  $\frac{1}{3}$  para processos de *shot peening* em que a modificação mecânica da superfície é necessária.<sup>1</sup> Os equipamentos de jateamento possuem sistemas reguláveis para remoção contínua das granalhas menores e sujidades pertinentes do processo (21).

<sup>1</sup> Documento interno I.K.K.

A granalha reduz de tamanho devido as altas solicitações mecânicas em que é submetida durante o processo de jateamento. Muitos pesquisadores e indústrias avaliam o desgaste por ensaios de laboratório, simulando o uso da granalha em equipamentos menores. O ensaio Ervin tem sido adotado como padrão industrial (22), neste ensaio, 100 gramas de granalha são inseridos no equipamento que possui uma turbina de jateamento. Assim, a granalha é submetida a ciclos de impactos contra uma chapa de alta dureza, sendo projetado pela força centrífuga da turbina, a granalha quebrada é removida por separação em peneiras. O ensaio termina quando 100% em massa da granalha for reposta para manter as 100 gramas do início do teste. Com este ensaio é possível estimar a durabilidade da granalha em ciclos.

No caso do abrasivo de arame cortado, para aumentar a vida útil do analisou a forma da quebra das partículas e concluiu que muitas partículas partiam no sentido longitudinal devido as tensões internas produzidas na fabricação do arame. Os ensaios Ervin apresentam durabilidade de 2200 ciclos para o abrasivo, e o abrasivo com tratamento térmico e ampliou em 60% a vida útil (23, p. 80; 164)

A durabilidade do abrasivo de ferro fundido é de apenas 40 ciclos e conclui que, em geral, quanto maior a dureza do abrasivo menor a vida útil deste (24, p. 79 à 81).

Entre os fabricantes, é de censo comum que as partículas se partem/quebram durante o processo de jateamento, perdendo a sua capacidade abrasiva. O produtor de granalha de aço inoxidável VULKAN INOX GmbH, situado na cidade de Hattingen, na Alemanha, apresenta o comparativo entre vários abrasivos comercialmente vendidos, sendo que a granalha de aço inoxidável possui vida útil de 525 a 1300 ciclos (25). O fabricante I.K.K obteve 2800 ciclos nos ensaios da granalha de aço-carbono. O fabricante Polo-Ar, situado em São Paulo capital, apresenta resultados de 1,4 ciclos para areia e 10 ciclos para óxido de alumínio (26) (27, p. 172) (28, p. 3) (29, p. 1).

### **2.1.3 Aproveitamento do resíduo**

O principal destino do resíduo de jateamento são aterros industriais e, quando necessário, são realizadas análises prévias de toxicidade e os componentes tóxicos são estabilizados (30) (20, p. 3) (27, p. 172). A norma brasileira (31) classifica o resíduo de jateamento, quando não contaminado com tintas, solventes, e demais materiais perigosos, como resíduo sólido classe II.

Atualmente, existem formas de aproveitar o resíduo proveniente do jateamento,

sendo que uma conhecida técnica é a mistura do resíduo metálico de jateamento com concreto, utilizado em construções para aumentar a densidade do concreto (32, p. 520). A associação norte americana Surface Preparation, com distribuições pelo EUA, promove a coleta da granalha metálica usado para produção de blocos de concreto decorativos (33). Outra forma similar de aproveitamento que foi utilizada no passado é a adição do resíduo de jateamento por areia no concreto de asfalto. Nesta técnica, os resíduos são previamente limpos com a queima dos compostos sobressalentes em forno contínuo, em contrapartida, resíduos com alta concentração ferro não são recomendados, pois, quando o asfalto é posto em serviço, o resíduo oxida aumentando seu volume molar causando rachaduras no asfalto (34) (27). A fusão direta em fornos (indução, arco voltaico) não é possível, tendo que a empresa IKK do Brasil realizou o ensaio não obtendo sucesso.

A empresa Renova Beneficiamento de Resíduos Industriais Ltda., situada na cidade de Arujá-SP, possui o método de briquetagem para transformação do resíduo metálico de jateamento e demais resíduos. Neste processo, o resíduo passa por fornos rotativos por 10 min à temperatura de 500°C para remoção de água e óleos. Posteriormente, é prensado à frio em rolos com a adição de melaço de cana (6% em massa) ou dextrina (2% em massa) para auxiliar na aglomeração (5, p. 21). A Figura 2 apresenta a característica física do briquete produzido pela empresa Renova. Estes briquetes são utilizados nas siderúrgicas.

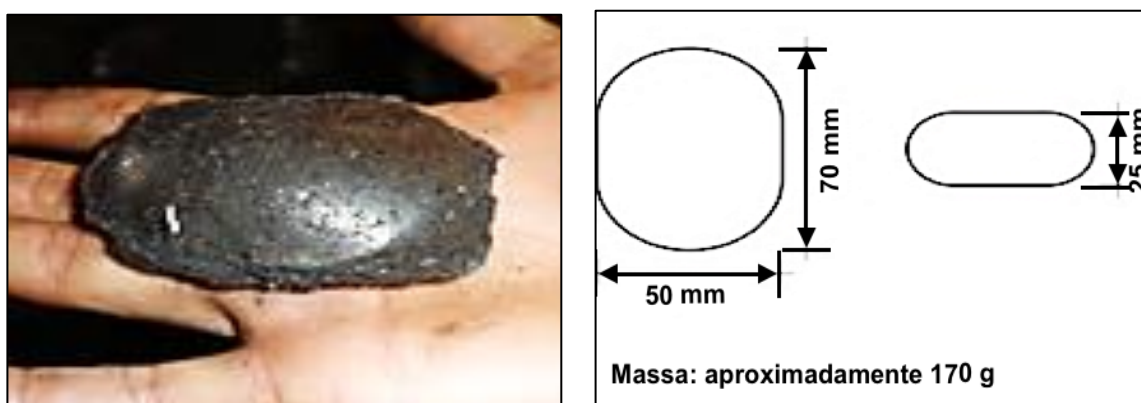


Figura 2 - Briquete produzido pela empresa Renova. (5, p. 30)

Uma forma patenteada (35), é a utilização do resíduo de jateamento de microesferas de vidro junto com lodo galvânico, areia de fundição e argila para formação de compostos cerâmicos. Neste processo, se utiliza até 25% em massa de



resíduo de jateamento no cerâmico. A Figura 3 apresenta o aspecto físico.

Outra técnica não usual de reaproveitamento de resíduo metálico de jateamento e patenteada (36), utiliza aglomerante para unir as partículas de menor dimensional, que segundo o autor, podem ser reaproveitadas em sistemas de jateamento por pressão.



Figura 3 – Compactado produzido com abrasivo de micro esfera de vidro. (35, p. 57)

## 2.2 METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó é um importante método de produção de componentes de engenharia pela aplicação de pressão e geração de forma em pós metálicos e cerâmicos. Durante ou posterior à compactação, ocorre a etapa do tratamento térmico de sinterização que interliga as partículas de pós. A sinterização ocorre abaixo da temperatura de fusão do principal material do componente (37, p. 1) (38, p. 3; 15).

O processo produtivo da M/P para a transformação do resíduo é vantajoso pelo seu custo econômico e sua sustentabilidade. A M/P é o processo de menor descarte e de menor consumo energético, se comparado aos processos usualmente praticados e acessíveis na indústria (38). A Tabela 4 apresenta a comparação.

Outras características da M/P mostradas na Tabela 5 confirmam as vantagens da M/P, em relação a outros métodos de fabricação, mesmo estes não sendo funcionais para a transformação de resíduos de granalha.

Processo	Custo	Lote Mensal	Massa Típica	Energia de Transformação	Perda de Matéria Prima	Impacto Ambiental
Sinterizado	Baixo	2.000 a 1.000.000	1 g a 2 kg	Baixa	1 a 2%	Baixo
Fundido	Médio	200 a 200.000	10 g a 80 kg	Alto	10 a 20%	Baixo
Microfundido	Médio	500 a 500.000	5 g a 2 kg	Alto	~5%	Médio
Forjado	Alto	1.000 a 1.000.000	5 g a 2 kg	Média	~%5	Baixo
Usinado (CNC)	Alto	1.000 a 100.000	5 g a 2 kg	Baixa	20 a 80%	Médio
Estampado	Baixo	20.000 a 2.000.000	1 g a 500 g	Baixa	10 a 50%	Baixo
Injeção sob Pressão	Baixo	1.000 a 100.000	1 g a 1 kg	Média	1 a 2%	Baixo
Extrusão a Frio	Médio	20.000 a 1.000.000	10 g a 500 g	Média	Até 1%	Baixo

Tabela 4 - Comparativo entre processos de fabricação. Traduzido (38)

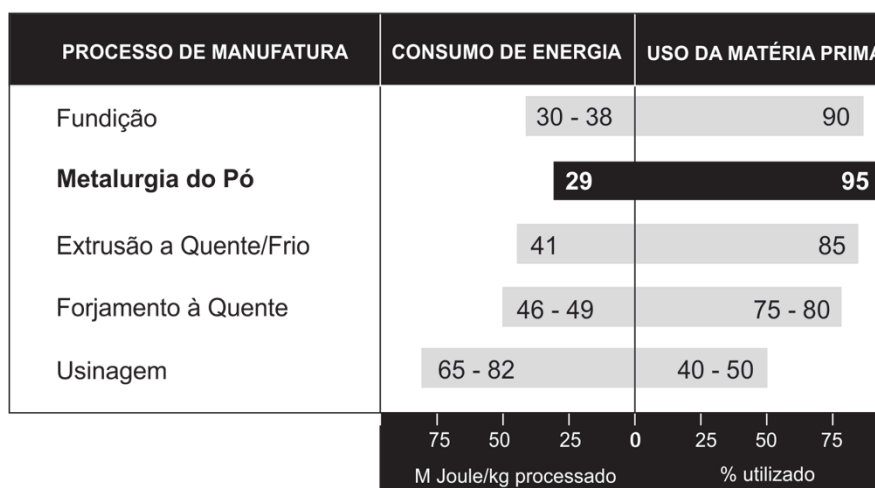


Tabela 5 - Vantagens da M/P comparado a outros processos. Adaptado (38)

A manufatura da M/P passa por várias etapas, no processo tradicional são:

- **Produção do pó:** A obtenção pode ser mecânica em que o tamanho do grão é reduzido pela sua quebra em moinhos ou por atomização. Neste último o metal fundido escoia por um orifício e é impactado por fortes jatos de fluido. A granalha deste estudo é obtida pela atomização em água. A produção de pó pelo método químico, é realizado pela redução dos compostos metálicos, que permite a remoção dos óxidos, nitretos, carbonetos, entre outros. Esse processo ocorre geralmente no estado sólido com a mistura de Ca (39, p. 6);
- **Compactação:** Nesta etapa, os pós são compactados no formato desejado

pela ação de pressão externa. O método usual na indústria é a compactação por ferramenta rígida montada em prensa axial (39, p. 121) (40, p. 164);

- **Sinterização:** Consiste no aquecimento dos componentes compactados a temperaturas de até  $\frac{3}{4}$  da temperatura de fusão do material principal do compactado. Com o aumento da temperatura, a difusão é acelerada, ocorre desta forma o transporte de material no estado sólido, que favorece a junção dos grãos de pós e a transformação do componente compactado em um corpo contínuo e coeso (41, p. 109) (39, p. 181).

### 2.2.1 Propriedades morfológicas das partículas

As partículas possuem diferentes formatos, tamanhos e texturas o que justificam a caracterização quanto a sua morfologia. O tamanho e formato das partículas estão relacionados com as propriedades físicas de tempo de escoamento, permeabilidade, ângulo de repouso, entre outras. Da mesma forma, a textura e a microestrutura da partícula são relacionadas com a superfície. Conhecer a morfologia das partículas é essencial para a M/P, mesmo assim, existe pouco progresso no entendimento das correlações entre morfologia e propriedades tecnológicas para sua utilização mais apropriada (42, p. 1) (43, p. 1) (44, p. 1) (45, p. 1).

A partir do século XX, muitos pesquisadores propuseram diferentes métodos para caracterizar qualitativamente e quantitativamente os pós e muitas terminologias foram utilizadas, porém não há um consenso. Neste trabalho será utilizada a terminologia de Mitchell e Soga (2005) representada na Figura 4, que é a mais utilizada atualmente (46, p. 87).

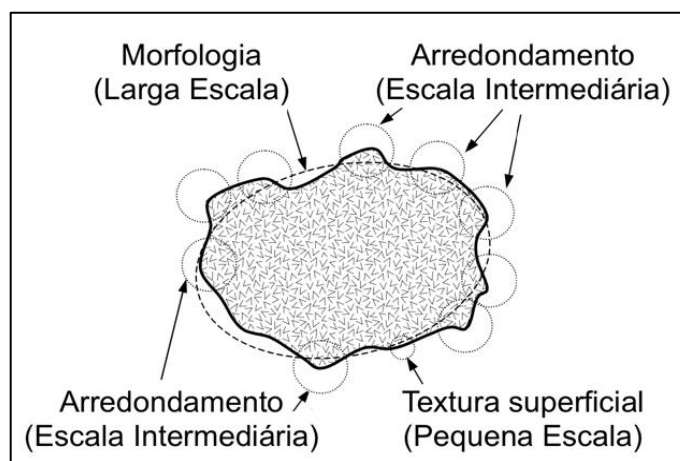


Figura 4 – Morfologia da partícula. Traduzido (42).

Uma forma de estabelecer números para caracterizar o formato da partícula (quantificar) é com a utilização de mapas (43), verificou que é possível obter valores satisfatórios para esfericidade com erros menores que 10%. Em análises que utilizam tabelas gráficas para o arredondamento os erros ficam muito acima de 10%. A Figura 5 apresenta o mapa e sua formulação matemática.

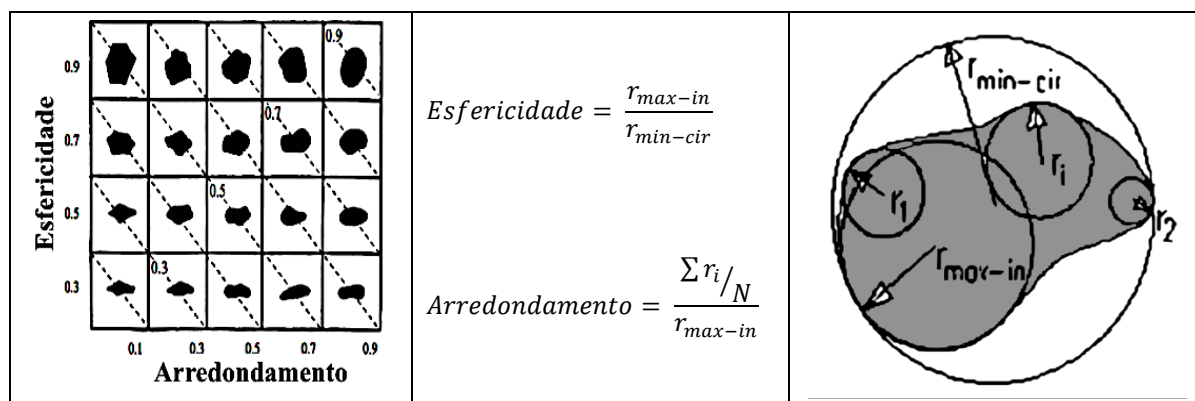


Figura 5 – Comparativo de arredondamento e esfericidade. (47, p. 19)

Em caracterizações qualitativas o método semivisual pode ser utilizado, neste método a análise é realizada com a inspeção visual da partícula e com comparações matemáticas. A Tabela 6 apresenta definições e formatos mais utilizados.

O método visual de análise das partículas depende da habilidade, experiência e interpretação do técnico. Com o avanço da tecnologia a utilização de programas computacionais para as análises de imagens ganhou importância pela sua praticidade, *ImageJ®*, *Image Analysis Pro®*, *WipFrag®*, entre outros, possuem grande capacidade matemática e uma ampla biblioteca de análises automáticas. Após obter a imagem digital, esta é transferida para o computador e posteriormente processada para que o programa possa reconhecer os contornos das partículas. A qualidade da imagem é essencial para obter dados com o mínimo de erros, utilizando a resolução de 1800 pixels quadrados por partícula são obtidos resultados com erros menores que 5% (43, p. 6).


















Termo	Exemplo Visual	Definição
Acicular		Delgado, largura e espessura similares e comprimento muito maior {L:B:T = (10-100):~1:~1}, geralmente produtos cristalinos
Angular		Formato com cantos vivos com forma aproximadamente poliédrica
Colunar		Partícula longa e fina, com largura e espessuras maiores que a acicular {L:B:T = (3-10):~1:~1}
Cubo		Partícula com formato em cubo, ângulos de 90° e faces lisas
Dendrítico		Partícula com formato típico de uma árvore (altamente ramificada)
Disco		Partícula com secção transversal aproximadamente circular, com diâmetro é maior em comparação com a espessura {D <sub>A</sub> :T = (1,3-10):~1}
Equant		Partícula com formato regular tendo comprimento, largura e espessura parecidas, incluindo cubos e esferas (desvio dimensional inferior a 40%)
Fibroso		Partícula filiforme, com alta proporção de alongamento, mais compridas e finas que as partículas aciculares {L:B:T = (>100):~1:~1}
Floco		Partícula fina e plana com comprimento e largura similares, {L:B:T = ~1:~1:<0,1}, alguns casos a superfície é curva
Fractal		Partícula com similaridade em diferentes escalas de tamanho
Granular		Formato de partícula irregular com dimensões parecidas, {L:B:T = (~1:~1:(0,5-2))}
Irregular		Partícula com dimensões parecidas sem nenhuma simetria
Ripa		Partícula longa e fina, como o formato de uma lâmina, {L:B:T = (10-50):(2-5):1}
Agulha		Ver acicular
Prato		Partícula plana com comprimento e largura similar, mas com espessura maior que a partícula em floco, {L:B:T = (~1:~1:(0,1-0,6))}
Haste		Partícula com seção circular pequena, diâmetro menor que o comprimento, {L:D <sub>A</sub> = (2-5):1}
Arredondado		Partícula sem formato, geralmente tem dimensões parecidas com cantos arredondados
Esfera		Partícula com diâmetro igual em todas as direções, é aceitável um desvio de até 5%

Tabela 6 - Definição geométrica do formato da partícula. (48, p. 17), adaptado e traduzido.

Diferentes expressões matemáticas foram criadas na tentativa de expressar em números o formato geométrico da partícula. A utilização de números para definir o formato da partícula facilita seu uso na matemática e em programas de computador, contudo, a classificação com apenas um único número/parâmetro não reproduz por completo o formato da partícula, exceto partículas totalmente esféricas (49, p. 11) (48, p. 13). A Tabela 7 apresenta alguns dos métodos.

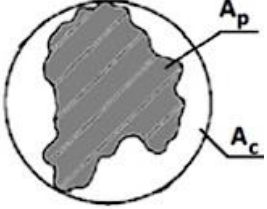
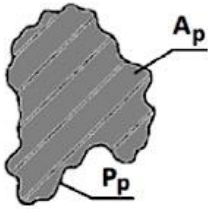
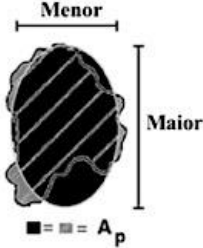
Terminologia	Arredondamento	Circularidade	Proporção de Alongamento (AR)
Figura			
Referência	Tickell (1938)	Riley (1941)	ImageJ Image Analysis Pro
Fórmula	$\frac{A_p}{A_c}$	$\frac{4 \cdot \pi \cdot A_p}{P_p^2}$	$\frac{\text{Maior}}{\text{Menor}}$

Tabela 7 - Métodos para descrever matematicamente a partícula. (43, p. 3; 4), traduzido.

As utilizações de diâmetros equivalentes possuem a vantagem de estarem relacionados com a massa, volume ou área da partícula, por outro lado, considerações devem ser feitas sobre os diferentes formatos que a representam. Na Tabela 8 diferentes diâmetros equivalentes foram calculados e seus dados demonstram que partículas que possuem proporção de alongamento próximo a 1 seus diâmetros equivalentes  $D_A$ ,  $D_S$ ,  $D_{Si}$ ,  $D_V$  são similares. Por outro lado, partículas com proporção de alongamento muito diferente de 1, possuem valores maiores para  $D_A$  e  $D_S$  quando comparado com  $D_V$ .

Formato	Dimensão, lxbxh lxdiam [ $\mu\text{m}^3$ ]	$D_{A \text{ rel.}}^a$ [ $\mu\text{m}$ ]	$D_{S \text{ rel.}}^a$ [ $\mu\text{m}$ ]	$D_{Si \text{ rel.}}^a$ [ $\mu\text{m}$ ]	L [ $\mu\text{m}$ ]	B [ $\mu\text{m}$ ]	T [ $\mu\text{m}$ ]	$D_{F \text{ max}}'$ [ $\mu\text{m}$ ]
Cubo	100x100x100	0,91	1,11	0,81	100	100	100	141
Esfera	124	1	1	1	124	124	124	124
Granulado	172;86	1,11	1,10	0,69	172	86	86	192
Granulado	108;108	0,99	1,07	0,87	108	108	108	153
Granulado	Projeção da lâmina	0,87	1,07	0,87	108	108	108	108
Disco	68;137	1,10	1,10	1,10	137	137	68	137
Disco Fino	23;234	1,88	1,46	1,5-1,9	234	234	23	234
Lâmina	215x215x21,5	1,96	1,52	1,4-1,7	215	215	21,5	304
Coluna	232x93x46	1,33	1,23	$\geq 0,8^b$	232	93	46	250
Agulha	585x58x29	1,68	1,46	$\geq 0,5^b$	585	58	29	588
Fibra	6,828;13,7	2,78	2,46	—	6,828	13,7	13,7	6,828

Tabela 8 - Diâmetros equivalentes de diferentes formatos de partículas com mesmo volume  $D_{V, \text{ref}}^a$ . - (48, p. 18), traduzido. <sup>a</sup> Relativo à esfera; <sup>b</sup> Depende das condições de peneiramento; Medidas das partículas em sua posição mais estável (menor comprimento perpendicular à mesa)

O diâmetro equivalente selecionado deve corresponder ao diâmetro de uma esfera que possua comportamento similar quando submetida a uma determinada técnica ou aplicação industrial. Desta forma, se o interesse é a área superficial da partícula para verificar a catálise,  $D_s$  deve ser utilizado (45, p. 11; 12).

Bem com o formato, existem formas de caracterizar o tamanho médio de uma distribuição de partículas, algumas utilizadas na indústria e em trabalhos acadêmicos estão exemplificadas na Tabela 9 (50, p. 35) (51, p. 4; 16) (45, p. 13).

Sigla	Fórmula	Exemplo
$D_{[1,0]}$	$D_{1,0} = \frac{\sum_i^n D_i}{n}$	$X_{nl} = D[1,0] = \frac{1+2+3}{3} = 2.00$
$D_{[2,0]}$	$D_{2,0} = \sqrt{\frac{\sum_i^n D_i^2}{n}}$	$X_{ns} = D[2,0] = \sqrt{\frac{1+4+9}{3}} = 2.16$
$D_{[3,0]}$	$D_{3,0} = \sqrt[3]{\frac{\sum_i^n D_i^3}{n}}$	$X_{nv} = D[3,0] = \sqrt[3]{\frac{1+8+27}{3}} = 2.29$
$D_{[3,2]}$ Diâmetro de Sauter	$D_{3,2} = \frac{\sum_i^n D_i^3}{\sum_i^n D_i^2}$	$X_{sv} = D[3,2] = \frac{1+8+27}{1+2+3} = 2.57$
$D_{[4,3]}$ Diâmetro de De Broukere	$D_{4,3} = \frac{\sum_i^n D_i^4}{\sum_i^n D_i^3}$	$X_{vm} = D[4,3] = \frac{1+16+81}{1+8+27} = 2.72$

Tabela 9 – Conceitos dos valores de médias e sua formulação matemática. (52, p. 27), traduzido e adaptado.

## 2.2.2 Distribuição de tamanho

A distribuição de tamanho (*Particle Size Distribution - PSD*) indica a quantidade de partículas presentes em cada tamanho. A escolha do método para a medição de partículas exerce forte influência no resultado final. Por exemplo, a medição de uma partícula pelo método de precipitação é diferente da medição por difração a laser, sendo assim, seus resultados são distintos. Em cada método são assumidos diâmetros equivalentes diferentes e quanto maior for a proporção de alongamento das partículas, maior será a diferença dos resultados entre os métodos. Demais métodos de análise de distribuição de tamanho seguem a mesma regra (53) (48, p. 18) (54, p. 2).

A caracterização de partículas tem grande interesse do meio industrial, uma vez que aproximadamente 75% de todos os produtos utilizados estão na forma de partículas (frutas, sementes, cereais, farinhas, cimento, farmacêuticos, sedimentos na



cerveja, pigmentos de tintas, entre outros) (48, p. 1). A forma mais tradicional para analisar a distribuição de tamanho destas partículas é através de gráficos obtidos pelo método de peneiramento (45, p. 13). (51, p. 16).

A Figura 6 apresenta uma curva diferencial de distribuição de partículas mono modal<sup>2</sup> (colunas). Neste gráfico a área das colunas é proporcional à quantidade em massa de partículas retidas em cada tamanho de peneira relacionada com a massa total. O gráfico permite analisar a distribuição de tamanhos de partículas, sua resolução entre outros dados (45, p. 13).

A norma (55) apresenta valores que podem ser obtidos a partir do gráfico acumulativo da Figura 6 (linha contínua da curva vermelha), os mais utilizados são:  $D_{0,1}$ ;  $D_{0,5}$ ;  $D_{0,9}$ <sup>3</sup>; sendo respectivamente os diâmetros que englobam 10%; 50%; 90% das partículas do gráfico. No ponto onde as curvas se encontram é a localização da mediana  $D_{0,5}$  e representa o diâmetro onde 50% das partículas estão acumuladas.

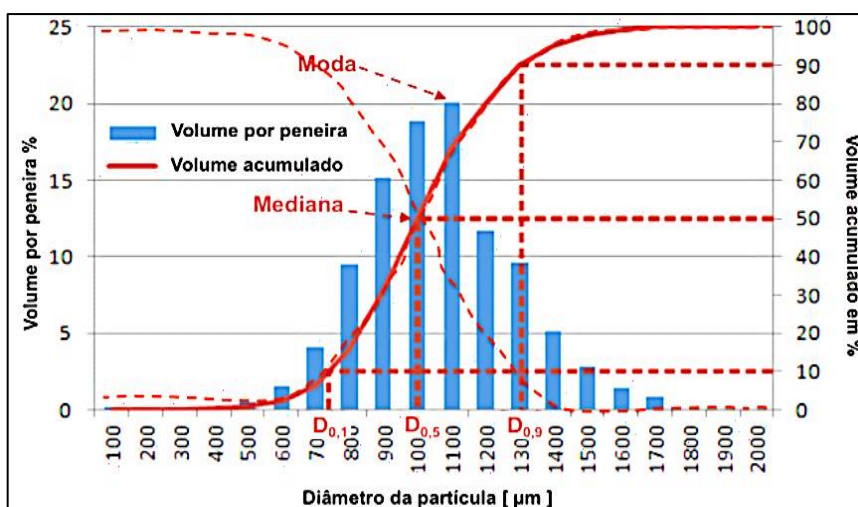


Figura 6 – Porcentagem acumulativa com representações. (56, p. 2), traduzido e editado

Dependendo da aplicação das partículas, são necessários diferentes métodos de análise de distribuição. A Figura 7 apresenta o resultado de uma análise de distribuição de tamanhos realizada por difração a laser. Neste método, o resultado é expresso em unidade de volume, representado pela linha azul. A conversão de volume para unidade de área e de frequência está representada, respectivamente pelas linhas tracejadas verde e vermelha. É notável a diferença entre as curvas decorrentes da

<sup>2</sup> Mono, Bi, [...] multimodal; refere-se o número de colunas que apresentam a moda.

<sup>3</sup> A norma ISO 9276/2014 utiliza a letra "x" para o diâmetro, neste trabalho será utilizado "D".



conversão, não sendo recomendado sua simples conversão e comparação com outras técnicas de medida. Por outro lado, é possível comparar o método de difração de raio laser com o método de análise por imagem, quando ambos são convertidos em volume (57, p. 9).

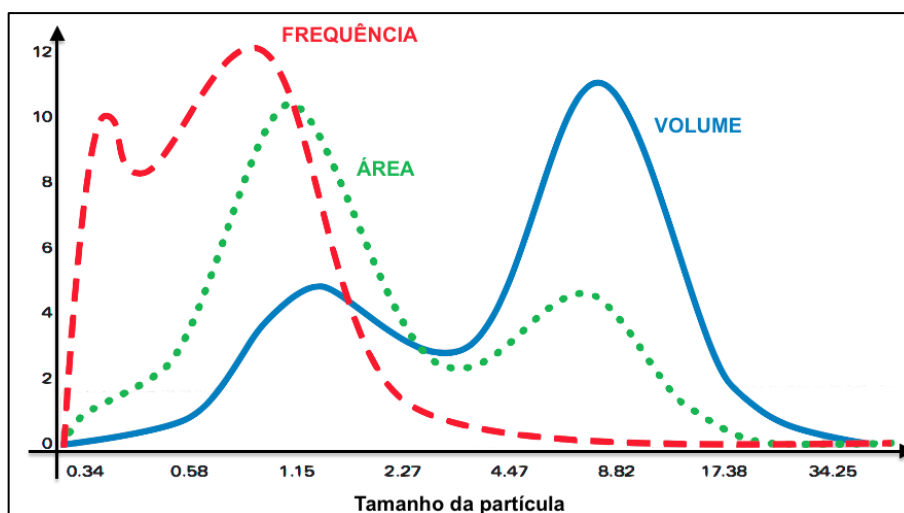


Figura 7 – Curva de volume transformada em frequência e área. (57, p. 9), traduzido

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, apresentam-se os métodos utilizados na caracterização dos resíduos de granalha provenientes do equipamento de jateamento de chassis e a caracterização dos corpos consolidados pela metalurgia do pó.

#### 3.1 CARACTERIZAÇÃO DOS RESÍDUOS

##### 3.1.1 Coleta

A granalha de aço-carbono foi coletada diretamente das embalagens do fabricante I.K.K. do Brasil LTDA e o resíduo foi coletado dos contêineres de descartes localizados no entorno do equipamento. A coleta das amostras foi realizada seguindo as práticas recomendadas pela norma (58) utilizando pá para pós estacionários, posteriormente, a amostra foi misturada e fracionada conforme recomendado pela norma. Em adição à norma, as amostras foram lavadas com acetona PA do fabricante DINÂMICA para remover eventuais resíduos oleosos que poderiam prejudicar as análises. Após a lavagem, a amostra foi seca em estufa por 4h na temperatura de 110°C sem atmosfera controlada.

### 3.1.2 Análise granulométrica

O peneiramento foi realizado seguindo os procedimentos das normas (59), (60) e (61) relacionadas à forma construtiva, aberturas padrão e inspeção das peneiras. Em adição, foram utilizados os procedimentos recomendados pelo fabricante de peneiras e sistemas para peneiramento *Endecotts Ltd*, situado na Inglaterra. O fabricante recomenda peneirar no máximo 100 g em amostras que possuam densidade acima de  $3 \text{ g/cm}^3$  em peneiras de  $\varnothing 200 \text{ mm}$ . Nesse estudo foram utilizadas peneiras de  $\varnothing 80 \text{ mm}$  e, para atender as recomendações, se utilizou a fração da massa que correspondente à área da peneira de  $\varnothing 80 \text{ mm}$ , em relação a área da peneira de  $\varnothing 200 \text{ mm}$ .

O peneiramento foi realizado no laboratório da empresa LR Meneghel Ltda com o auxílio de mesa vibratória do fabricante Telastem Peneiras Para Análises Ltda por 15 minutos (62, p. 553) com o reostato em 50% da intensidade à 60 ciclos por segundo.

As medições em massa foram obtidas com a utilização de balança semianalítica com fundo de escala de 0,01 g modelo PG5002RD do fabricante Mettler Toledo conforme Figura 8.

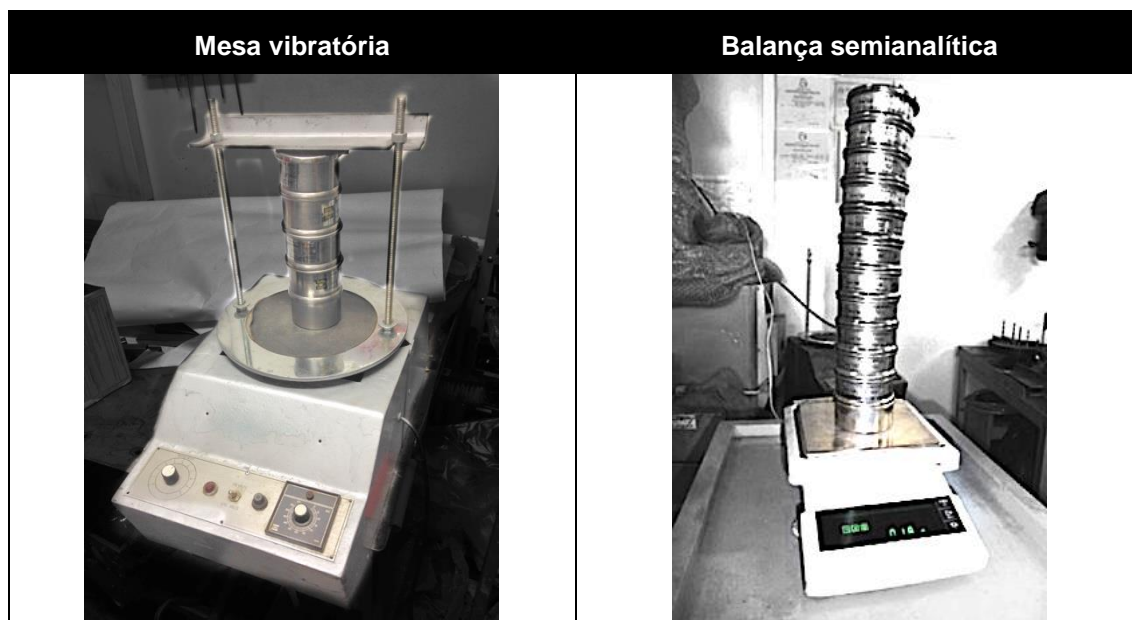


Figura 8 – Mesa vibratória, balança semi analítica e peneiras. Laboratório da empresa LR Meneghel Ltda

### 3.1.3 Morfologia das partículas

A obtenção de imagens para análise morfológica foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais (LCMAT) da UCS, utilizando o microscópio eletrônico de varredura com emissão de campo (FEG e MEV) modelo MIRA 3 da marca TESCAN com sistema de espectrometria por dispersão de energia (EDS) do fabricante SHIMADZU modelo SSX-550. Para o ensaio, as amostras foram fixadas com fita condutora de carbono sobre a porta amostra.

O formato predominante das partículas para cada tamanho do resíduo e da granalha nova foi caracterizado por imagens digitais obtidas por microscopia ótica.

### 3.1.4 Microestrutura

A caracterização microestrutural das partículas foi realizada no Laboratório de Análise Mecânica (LAMEC) da UCS onde as partículas foram separadas por tamanho para o embutimento. Foi utilizada a resina de embutimento modelo VariDur 10 do fabricante BUEHLER com cura na temperatura ambiente sem pressão externa. As amostras embutidas foram lixadas com a utilização de lixadeira modelo Telegramin-20 da marca STRUERS, lixamento manual com sequência de lixas de grão #320 até #1200 e polidas no equipamento modelo MiniMet 1000 do fabricante BUEHLER seguindo as etapas da Tabela 10 conforme recomendações do manual (63, p. 276). A amostra foi levada ao ultrassom entre as etapas de polimento para remover o abrasivo da etapa anterior.

O ataque químico das partículas foi realizado em solução ácida com 2% de ácido nítrico para revelar as microestruturas. As imagens foram obtidas pelo microscópio ótico do fabricante NIKON modelo EPIPHOT200 com câmera NIKON DCDXM12200F de conexão analógica acoplada.

	Abrasivo [ $\mu\text{m}$ ]	Tempo [min]	Velocidade [rev/min]	Força Normal [N]
1º Etapa	13	15	35	20
2º Etapa	9	15	35	20
3º Etapa	1	2	20	5

Tabela 10 – Sequência de polimento das amostras

### 3.1.5 Microdureza

A análise de dureza das partículas e dos corpos sinterizados foi realizada no Laboratório de Análise Mecânica (LAMEC) da UCS utilizando o equipamento microdurômetro do fabricante SHIMADZU, modelo HMV-2T. O ensaio foi realizado com penetrador de diamante de base quadrada com ângulo de  $136^\circ$  entre as faces. As partículas foram embutidas em resina e polidas. Devido ao pequeno tamanho das partículas, o ensaio foi realizado com carga de 25 g pelo período de 10 s. As conversões de dureza Vickers para demais foram realizadas conforme recomendações da norma (64) (65).

### 3.1.6 Densidade

Para determinar a variação de densidade aparente foi utilizado o funil de alumínio modelo Hall com orifício de  $\varnothing 2,5$  mm a uma altura de 25 mm do ponto de queda do particulado e as partículas foram separadas por tamanho. O ensaio seguiu as recomendações das normas (66) (67) (68). A Figura 9 apresenta a montagem do equipamento.

O ensaio de densidade pelo método de Arnold foi executado com a finalidade de determinar a densidade aparente das partículas que não escoaram pelo funil Hall. O ensaio simula a alimentação automática de uma sapata de enchimento de matriz industrial. Segundo a norma, os valores esperados deste ensaio são  $200 \text{ kg/m}^3$  maiores em relação à densidade aparente por funil Hall (69).

### 3.1.7 Picnometria

O ensaio de picnometria foi realizado para determinar a densidade da granalha e do resíduo e seguiu as recomendações da norma (70). Foi utilizado picnômetro de 5 mL, água destilada como fluido e para a remoção de eventuais bolhas as amostras permanecerem por 15 min em ultrassom. As análises foram realizadas na temperatura de  $20^\circ\text{C}$  com luva e o picnômetro seco e limpo com acetona.

### 3.1.8 Fluidez

No ensaio de fluidez foi utilizado funil usinado em alumínio no modelo funil Hall, produzido conforme recomendações das normas (71) (72) (73) (74) (68) com abertura de 2,5 mm conforme Figura 9. O ensaio foi realizado pelo método estático, no qual se completa o funil com 50 g de amostra e após é liberado o orifício de saída iniciando a

contagem do tempo para o escoamento. Foram realizados cinco ensaios por amostra sem adição de lubrificante. Determinar a fluidez do particulado tem relevância no entendimento do empacotamento, contudo, quando comparado aos processos em escala real a complexidade da interação entre as partículas torna o comportamento imprevisível (75, p. 70).

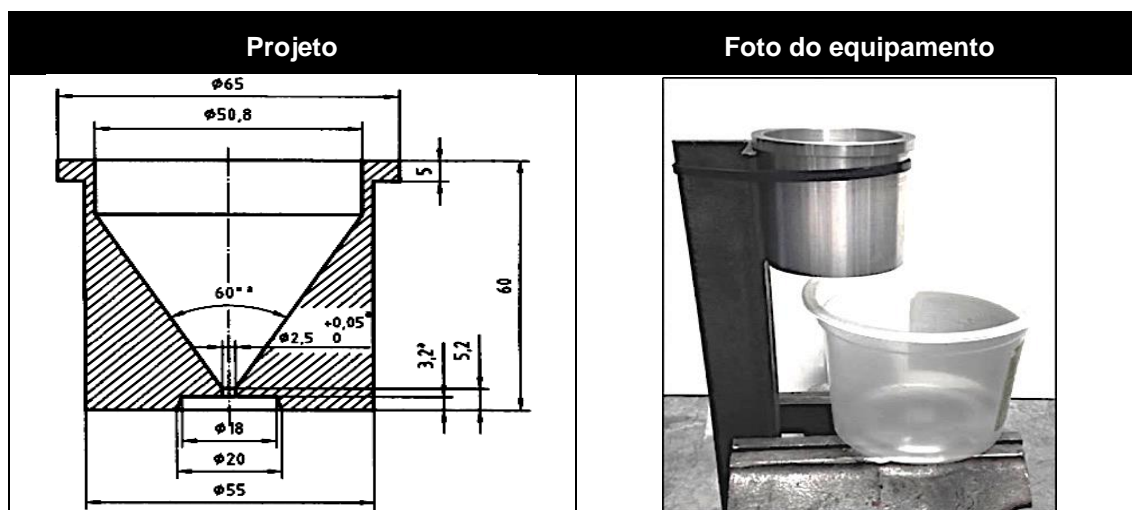


Figura 9 – Dimensões do funil Hall e imagem do funil usinado. (74) e foto

O ângulo de repouso foi utilizado para comparar a fluidez dos pós. Este ensaio é recomendado apenas para particulados não coesivos ou pouco coesivos. Foi utilizado o funil de Hall para depositar o particulado de forma uniforme sobre um disco de  $\varnothing$  32 mm a uma altura de 25 mm de sua base (76, p. 52).

### 3.1.9 Densidade batida

A densidade batida é um método para determinar a densidade de um pó a partir da mudança de seu volume, quando submetido a batidas ou vibrações de acordo com as normas para cada tipo de pó (77, p. 36). A densidade batida depende do número de batidas, distribuição granulométrica e morfologia da partícula.

Para realização do ensaio, foi construído um equipamento de densidade batida, a Figura 10 apresenta o equipamento no estágio de desenvolvimento e foi projetado para atender as principais normas (ASTM B527, ISO 3953, ISO 8967, entre outras) para pós metálicos ou não e demais normas pertinentes. O ensaio foi realizado com queda de 3 mm de altura por batida pelo efeito da gravidade, frequência de 250 batidas por minuto e o ensaio realizado até 10.000 batidas (78). Detalhes do projeto

do equipamento podem ser obtidas no anexo VIII deste documento.

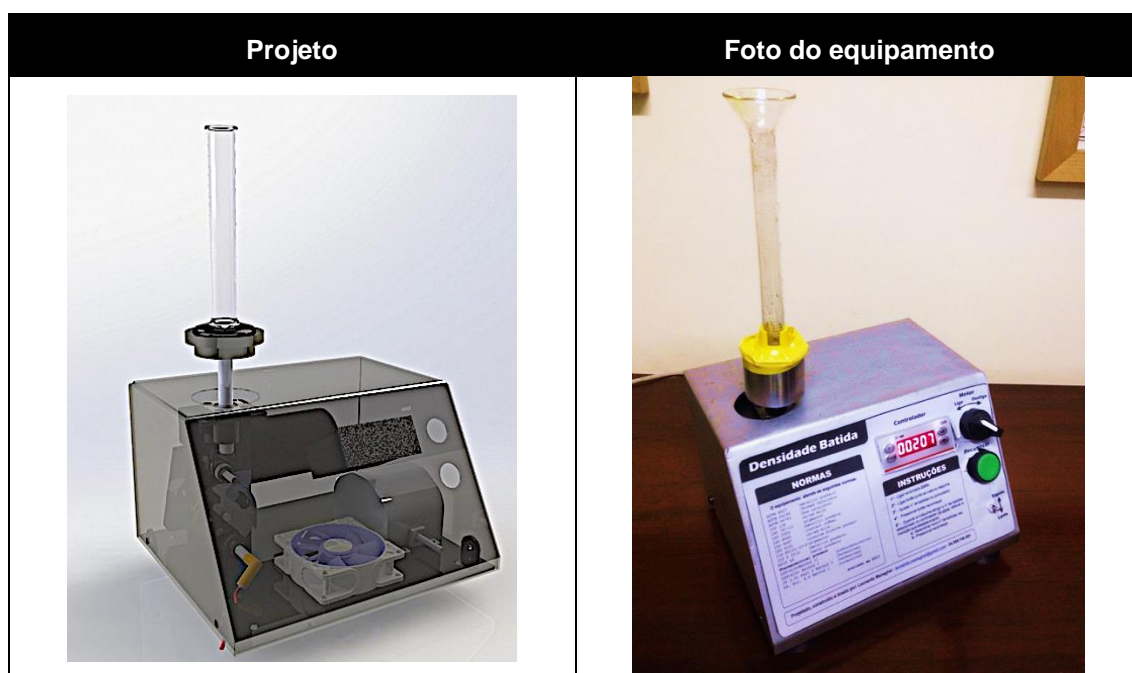


Figura 10 – Equipamento para densidade batida

### 3.1.10 Remoção química de óxidos

As amostras do grupo C passaram por decapagem química para remoção dos óxidos superficiais existentes. Neste ensaio foi utilizado ácido sulfúrico 10% em volume, na temperatura de 80°C, pelo período de 15 minutos (79, p. 85) e com agitação magnética. Para neutralizar o efeito ácido, o hidróxido de sódio foi adicionado à mistura até o pH igualar a 7, a amostra lavada com água destilada ionizada e seca em estufa a 110°C.

### 3.1.11 Compressibilidade

A curva de compressibilidade foi obtida para determinar a pressão ótima de compactação e gerar um compactado verde com maior densidade. O componente compactado é denominado de corpo verde até passar pelo processo de sinterização. Foram utilizados os critérios da norma (80), com a utilização de matriz cilíndrica de simples ação de  $\varnothing$  10 mm e o método de Arquimedes para determinar a densidade. Foram compactados três corpos de prova para cada tipo de mistura e a cada nível de pressão de compactação, sendo de 330, 660, 990, 1300 MPa.

### 3.2 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA POR METALURGIA DO PÓ

O resíduo foi classificado por peneiras quanto ao seu tamanho de partícula e separado em três grupos de acordo com a Tabela 11.

O **GRUPO A** é referente a classificação e separação por tamanho de partícula de resíduo, este estudo utilizou as partículas menores que 425  $\mu\text{m}$  por apresentarem tamanho adequado para a M/P.

O **GRUPO B** é constituído de três misturas provenientes do grupo A. Cada mistura é compreendida por 50 % em massa de duas amostras do grupo A. As misturas compreendem pós finos, médios e grossos.

O **GRUPO C** é constituído por misturas de tamanhos de partículas obtidas de acordo com a técnica de planejamento de experimentos do tipo planejamento de misturas rede simplex com respostas adicionais com o grupo B nos vértices.

O planejamento de rede simplex foi utilizado devido a capacidade de apresentar resultados confiáveis mesmo em sistemas com muitas variáveis e com erros experimentais (81, p. 530) (82, p. 349).

GRUPO A		AMOSTRA	[ $\mu\text{m}$ ]
	A1	<53 <sup>(1)</sup>	
	A2	53 a 106	
	A3	106 a 150	
	A4	150 a 212	
	A5	212 a 300	
	A6	300 a 425	

GRUPO B		AMOSTRA
	B1 <sup>(2)</sup>	1/2 A1 1/2 A2 <b>Finos</b>
	B2 <sup>(2)</sup>	1/2 A5 1/2 A6 <b>Grossos</b>
	B3 <sup>(2)</sup>	1/2 A3 1/2 A4 <b>Médios</b>

GRUPO C		AMOSTRA
	C1	2/3 B1 1/6 B3 1/6 B2
	C2	1/2 B1 1/2 B3
	C3	1/3 B1 1/3 B3 1/3 B2
	C4	1/2 B1 1/2 B2
	C5	1/6 B1 2/3 B3 1/6 B2
	C6	1/2 B2 1/2 B3
	C7	1/6 B1 1/6 B3 2/3 B2

Tabela 11 – Classificação do resíduo.

<sup>(1)</sup> Tamanho de partícula que passou pela peneira de 53  $\mu\text{m}$ . <sup>(2)</sup> As misturas foram realizadas com as medidas em massa e em misturador “Y” conforme item 3.2.1.

A Figura 11 apresenta o modelo de planejamento de misturas tipo rede simplex,

em que os pontos localizados nos vértices do triângulo representam as amostras do grupo B, e os pontos localizados na metade das arestas, nas medianas e no baricentro do triângulo representam as amostras do grupo C.

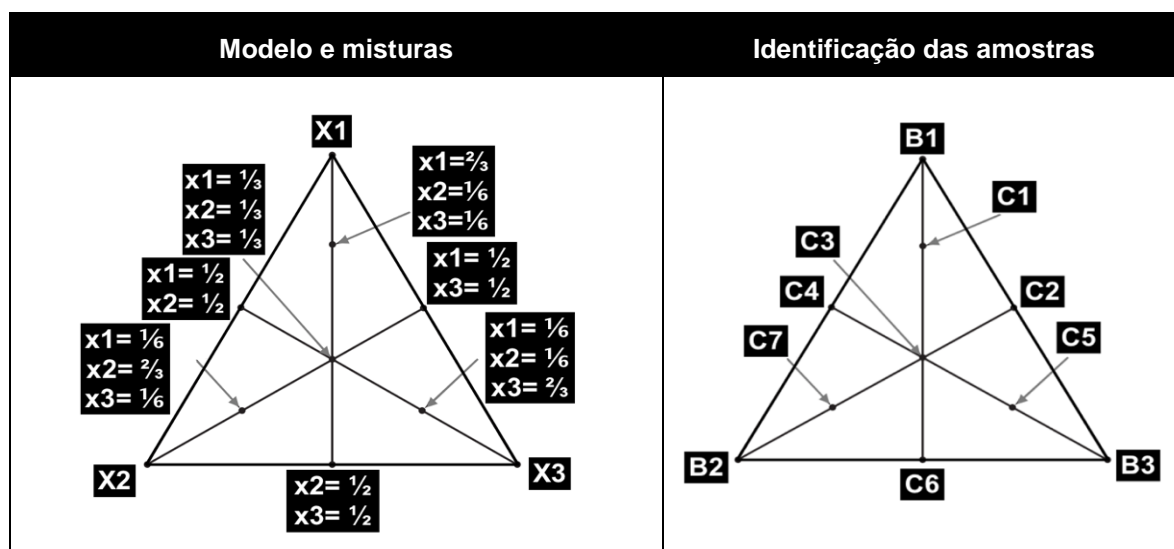


Figura 11 – Modelo de rede simplex com respostas adicionais (81, p. 535)

Sempre que possível, os resultados são apresentados com a classificação das partículas por tamanho e não por nomenclatura de amostra, desta forma facilita o entendimento dos gráficos, tabelas e figuras apresentados neste documento.

### 3.2.1 Mistura dos pós

As partículas foram separadas por tamanho pela técnica de peneiramento utilizando mesa vibratória. Para as amostras do grupo A e grupo B foi adicionado 0,5% em massa de lubrificante sólido estearato de zinco (Octadecanoato de zinco - IUPAC) do fabricante BRASIL MINAS de tamanho inferior a  $53 \mu\text{m}$ .

A Figura 12 apresenta o misturador modelo “Y” fabricado pelo autor em material PVC foi utilizado para a mistura do lubrificante com o resíduo de granalha.



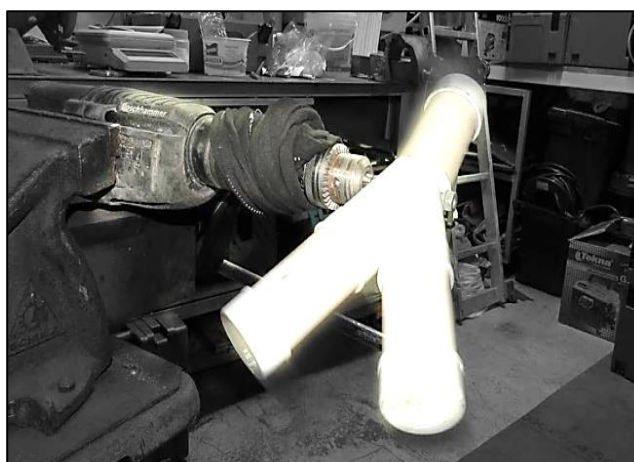


Figura 12 – Misturador de formato “Y”

O misturador foi acoplado a um mandril e misturado pelo período de 10 minutos, conforme recomendações de autores, foi utilizado o preenchimento de 30% a 50% da capacidade a velocidade crítica de rotação calculada de aproximadamente 50 revoluções por minuto (77, p. 251).

### 3.2.2 Compactação

Utilizou-se matriz de cavidade cilíndrica de  $\varnothing$  10 mm de simples acionamento, com altura de enchimento de aproximadamente 12 mm, reduzindo efeitos de atrito do pó com as paredes da matriz. A compactação foi realizada no laboratório da empresa LR Meneghel com prensa hidráulica manual do fabricante BOVENAU de 15 Ton (150.000 N), e mostrador hidráulico de carga.

Foi utilizada a pressão de  $(700\pm 25)$  MPa de compactação as amostras do grupo A e grupo B. Nas amostras compactadas com partículas maiores que 150  $\mu$ m foi observado o efeito aglutinante do lubrificante sólido de estearato de zinco, que auxiliou para manter o formato geométrico dos corpos verdes (83, p. 575) (40, p. 183) (84, p. 366). As amostras do grupo C foram compactadas com pressão de  $(990\pm 25)$  MPa conforme ensaio de curva de compressibilidade.

### 3.2.3 Sinterização

A sinterização foi realizada na empresa LR Meneghel em forno do fabricante TECKLABOR modelo mufla. Por não possuir atmosfera controlada foi utilizado um cilindro de aço inoxidável ABNT 403 com tubulações externas para passagem de gás de argônio tecnicamente puro (99,99%) à vazão de 5 L/min.

Na Figura 13 pode-se observar a rampa de aquecimento para o processo de sinterização das amostras.

Para o grupo A e grupo B de amostras, a taxa de aquecimento foi de 18 °C/min e o processo de sinterização ocorreu em três etapas: -aquecimento e remoção do lubrificante na temperatura de 550°C durante 60 min; -sinterização à temperatura de 1200°C por 60 min e; -resfriamento até a temperatura de 200°C em tempo inferior a 1 min por projeção de gás argônio nas amostras (39, p. 264) (62, p. 1067) (85, p. 8).

A temperatura de sinterização do grupo C foi de 1165°C.

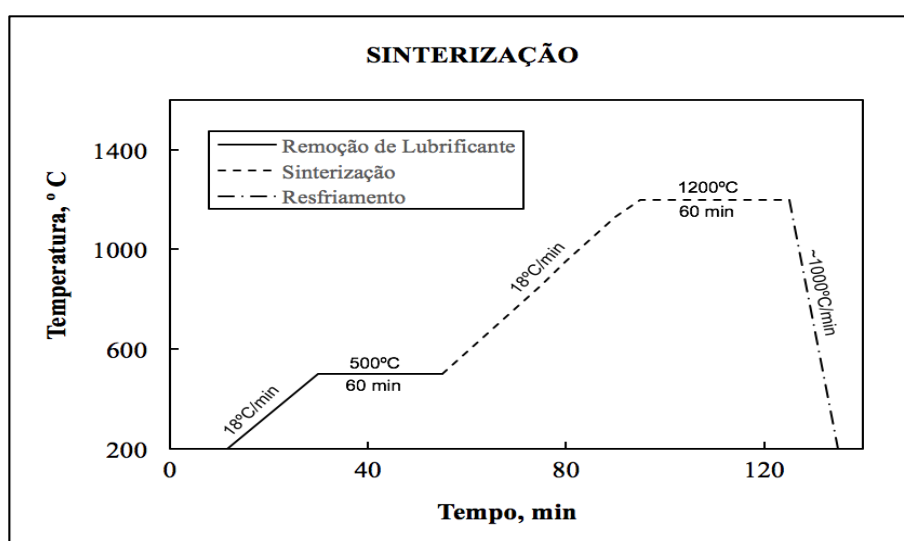


Figura 13 – Temperaturas de delubrificação, sinterização e resfriamento.

### 3.3 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS SÓLIDOS

#### 3.3.1 Microestrutura

A análise da microestrutura dos sinterizados seguiu o método exposto no item 3.1.4.

#### 3.3.2 Porosidade

Com o auxílio do programa computacional *ImageJ* foi determinada a área de poros existentes nos sinterizados e comparado com a densidade por Arquimedes.

#### 3.3.3 Microdureza

A análise de dureza dos sinterizados seguiu o método exposto no item 3.1.5.

### 3.3.4 Densidade

O método de ensaio Arquimedes foi escolhido por apresentar alta confiabilidade e repetitividade, (<0,1 % de desvio padrão) (86, p. 380; 385). O ensaio foi realizado no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LMCER) da UCS, com sistema de medição de densidade por Arquimedes acoplado a balança analítica modelo FA2104N do fabricante METTLER TOLEDO. As práticas laboratoriais seguiram as recomendações das normas (87) (88) (89) (90) (91). Água destilada foi utilizada como fluido de empuxo e detergente doméstico foi adicionado em 0,1% em massa como agente surfactante redutor da tensão superficial. As amostras foram submersas abaixo de 2,5 mm do nível da água e as eventuais bolhas aderentes à superfície das amostras foram removidas manualmente seguindo as recomendações das normas. As amostras continham massa de aproximadamente a 1 g.

$$D = \left[ \frac{A - (B - C)}{E} \right]$$

Fórmula (1)

**D**=densidade [kg/m<sup>3</sup>];

**A**=Massa da amostra no ar [kg];

**B**=Massa da amostra em água [kg];

**C**=Massa do suporte imerso na água [kg];

**E**=Densidade da água corrigida pela temperatura [kg/m<sup>3</sup>]

## 4 RESULTADOS

Neste tópicó serão apresentados os resultados consolidando os métodos. Os resultados comparam a granalha nova, antes da sua utilização, com o resíduo do processo.

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS

#### 4.1.1 Análise granulometria

Os resultados do peneiramento da granalha são apresentados na Figura 14, e é possível observar a distribuição monomodal da granalha nova. O gráfico acumulativo confirma a tendência.

A Figura 15 apresenta o peneiramento das partículas de resíduo, o histograma apresenta distribuição gaussiana e a coluna das partículas de tamanho 850  $\mu\text{m}$  é desproporcional à curva gaussiana normal. Esta coluna possui maior valor atribuído a predominância deste tamanho de partícula na granalha nova. Desta forma, por probabilidade foi separada como resíduo pelo sistema de jato de granalha que é dependente da regulagem constante do operador.

O tamanho médio  $D_{[1,0]}$  do resíduo é 180  $\mu\text{m}$  e da granalha 736  $\mu\text{m}$ .

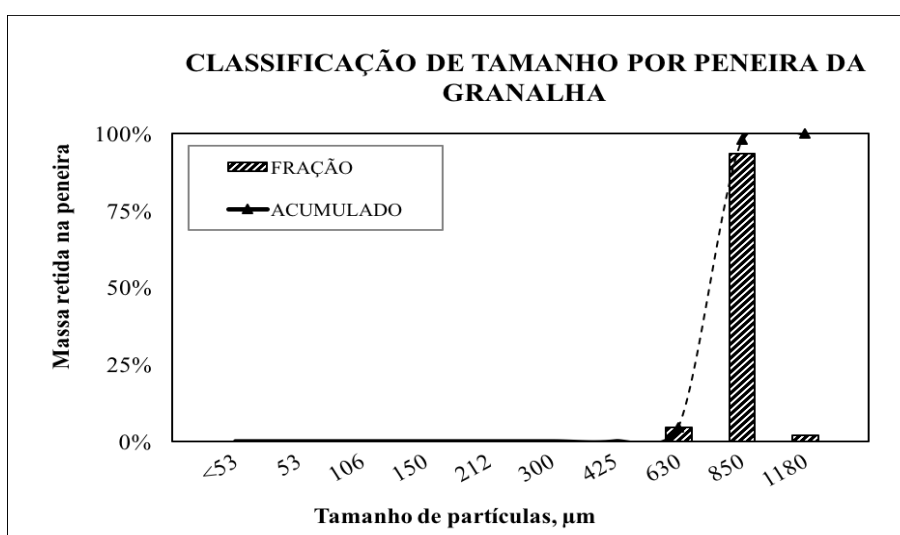


Figura 14 – Distribuição de tamanho por peneiramento, gráfico histograma e acumulativo da granalha.

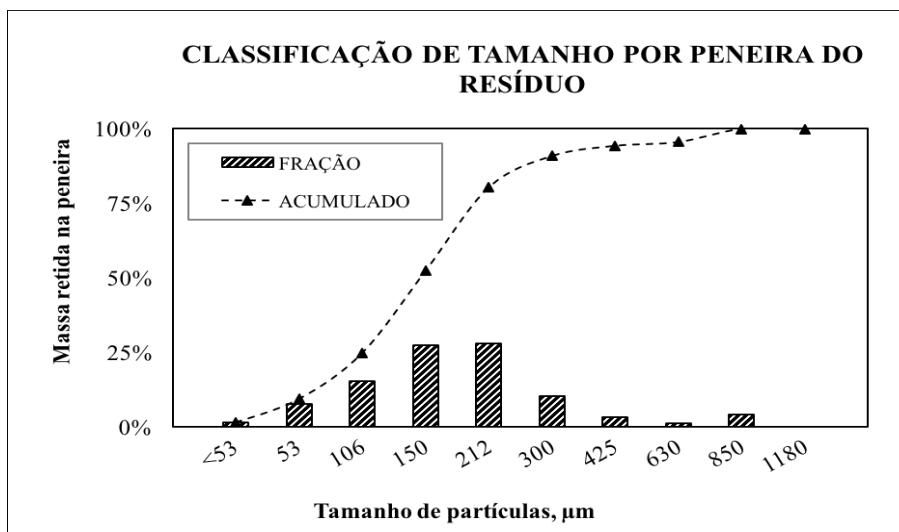


Figura 15 – Distribuição de tamanho por peneiramento, gráfico histograma e acumulativo do resíduo.

#### 4.1.2 Morfologia e composição química das partículas

Com a utilização do programa computacional *ImageJ* foram analisadas 8675 partículas. É possível observar a característica morfológica das partículas de resíduo na Figura 16 que os formatos esférico e de floco são predominantes, sendo este último apresentado geralmente com sua maior área projetada (posição mais estável perpendicular à mesa conforme item “b” da Tabela 8).

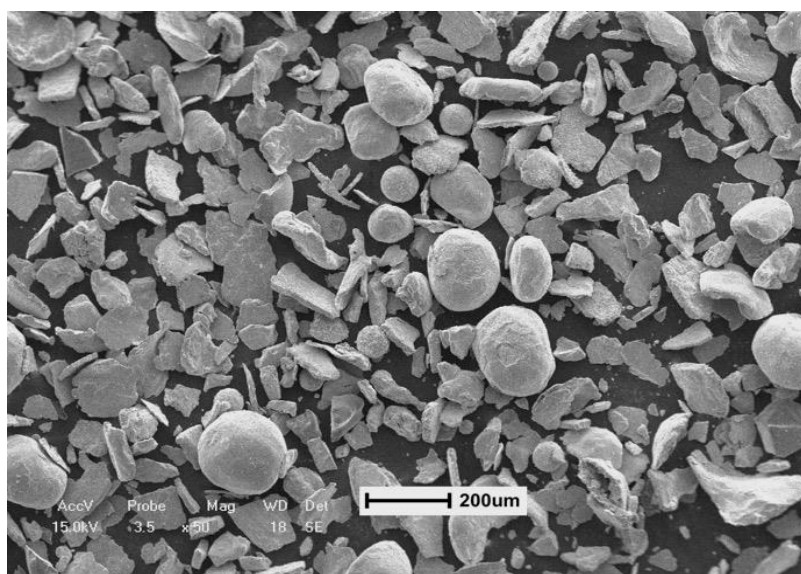


Figura 16 – Imagem obtida por MEV das partículas de resíduo

Nos mapeamentos químicos do resíduo apresentados na Figura 17 é perceptível a presença de regiões *escuras* que são atribuídas ao relevo da amostra, o relevo

interfere na leitura do sensor EDS do equipamento. A predominância do ferro e manganês confirmam a principal origem do resíduo que é proveniente da granalha de aço-carbono usada e descartada pelo equipamento.

Foram encontrados os elementos químicos alumínio, titânio e, os elementos enxofre e silício em concentrações maiores do que o aceitável para a granalha, segundo Tabela 1 e a norma (12). Estes elementos são provavelmente provenientes de tintas removidas pelo processo de jateamento. Os elementos cálcio e cromo não estão apresentados, mas foram encontrados em análises em outras regiões, confirmando a concentração de contaminação por pinturas juntamente com o resíduo de granalha. As partículas foram fixadas em fita adesiva de carbono, portanto, este elemento foi desconsiderado da análise.

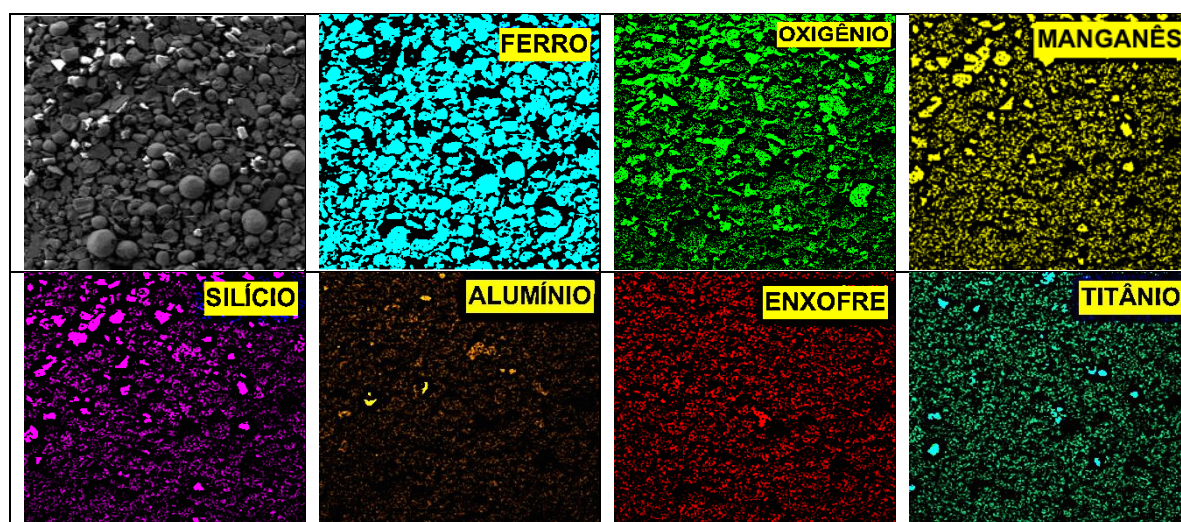


Figura 17 – Mapeamento químico obtido por EDS do resíduo

Foi realizado ensaio EDS das partículas de resíduo e de granalha separadas por tamanho, embutidas e polias. A granalha apresentou composição química constante entre os tamanhos analisados conforme mostra a Figura 18. Entretanto, resíduo exibiu grande variação da composição química, especialmente na proporção de ferro. É possível observar na Figura 19 a menor quantidade de ferro nas partículas de tamanho menores, sendo substituído pela maior quantidade de carbono e oxigênio. O carbono em excesso pode ser atribuído a contaminação do carbono contido na carepa de laminação da superfície dos componentes jateados. A maior proporção de oxigênio pode ser atribuída ao tempo maior de exposição que estas partículas tiveram durante o processo de jateamento e oxidaram.

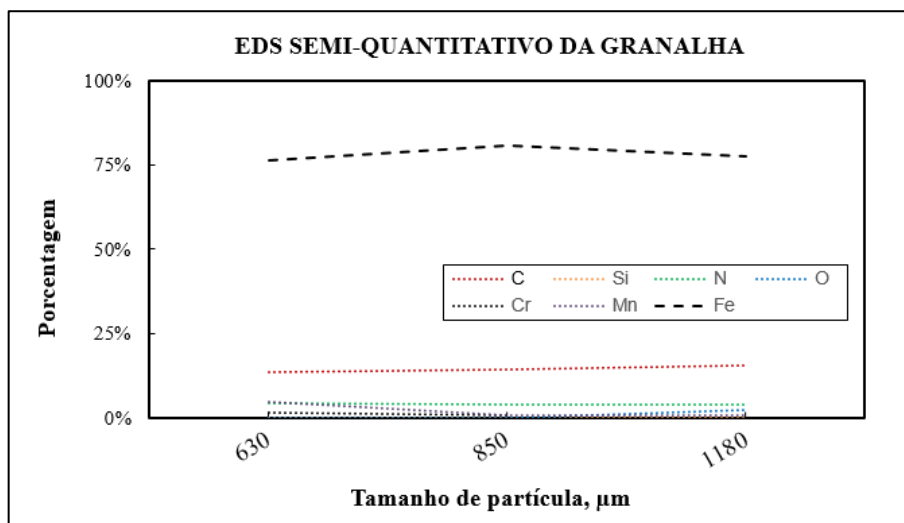


Figura 18 – EDS semi-quantitativo da granalha

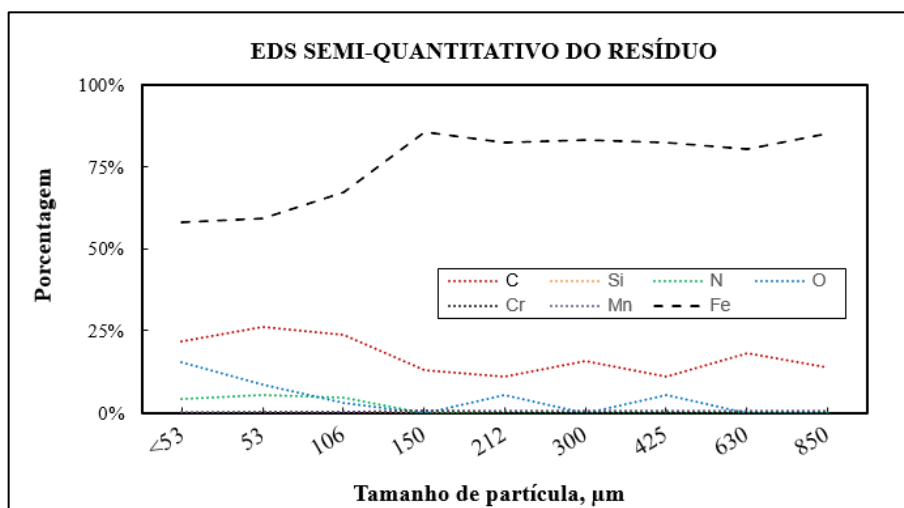


Figura 19 – EDS semi-quantitativo do resíduo

A variação química encontrada na Figura 19 pode ser confirmada na variação e densidade do ensaio de Arquimedes na Figura 30, sendo que o resíduo de menor dimensional possui menor densidade.

A Figura 20 apresenta a imagem obtida por MEV (microscopia eletrônica de varredura) das partículas de granalha nova, a granalha apresentou característica predominantemente esférica com partículas alongadas e irregulares que puderam ser avaliadas durante a análise. A Figura 21 apresenta regiões planas no contorno dos grãos maiores, devido ao contínuo impacto que a partícula é submetida durante o jateamento, encruando estas regiões das partículas. A deformação plástica resultante do trabalho mecânico a frio, abaixo da temperatura de recristalização é denominada

encruamento (92, p. 52) O Anexo VI apresenta o encruamento localizado em uma partícula de resíduo.

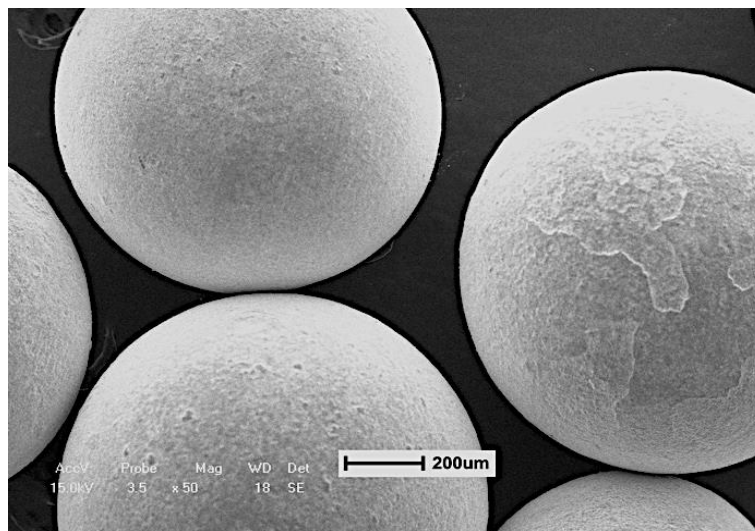


Figura 20 – Imagem obtida por MEV das partículas de Granalha

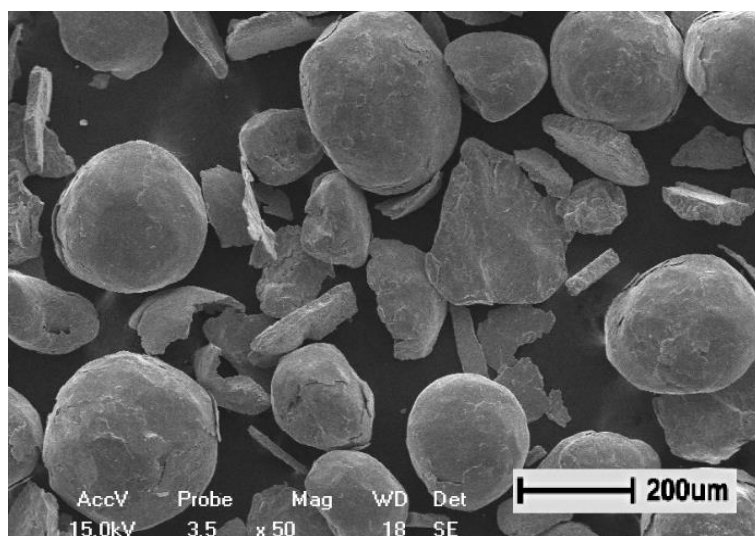


Figura 21 – Imagem obtida por MEV das partículas de resíduo da amostra A6

Foram utilizados os dados sem tratamento do programa *ImageJ* para o cálculo do arredondamento, da circularidade e a da proporção de alongamento, a Figura 22 e a Figura 23 apresentam os resultados por tamanho da granalha e de resíduo. Na Tabela 12 os valores da média e do desvio padrão são mostrados.



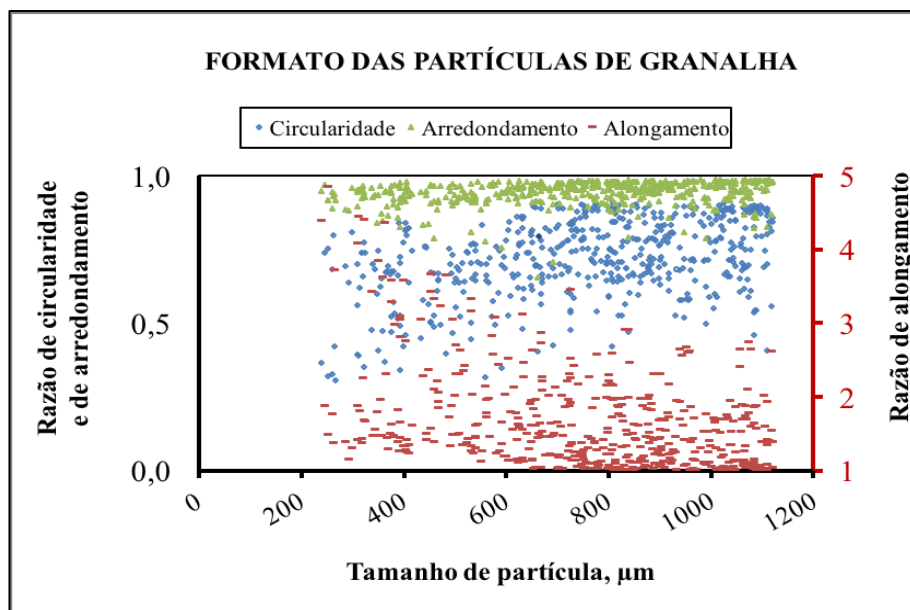


Figura 22 – Circularidade, Arredondamento e Alongamento, classificado por tamanho de partícula da granalha

As partículas de granalha possuem circularidade baixa devido as falhas na atomização (partículas esféricas unidas e/ou longas). O maior desvio padrão é do alongamento das partículas de granalha, portanto, para determinar a procedência do resíduo este item não deve ser utilizado. De forma similar a circularidade da granalha não apresenta valores mais altos que o resíduo.

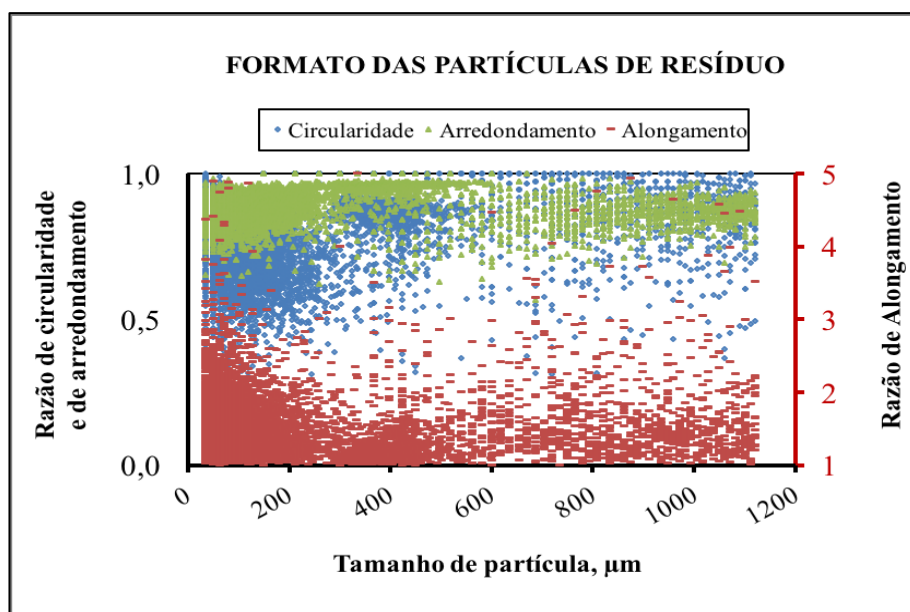


Figura 23 – Circularidade, Arredondamento e Alongamento, classificado por tamanho de partícula do resíduo

Verifica-se que o resíduo de tamanho maior que 300  $\mu\text{m}$  possui valor de circularidade mais alto conforme Tabela 12, isso se deve às solicitações mecânicas (impacto/encruamento) experimentado pelas partículas de granalha nova. O resíduo de tamanho menor que 300  $\mu\text{m}$  apresenta partículas irregulares em maior quantidade, provavelmente providas da sujidade do jateamento e em menor quantidade da granalha gasta.

	Circularidade		Arredondamento		Alongamento	
	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão
<b>Granalha</b>	0,72	0,13	0,95	0,04	1,64	0,70
<b>Resíduo</b>	0,79	0,12	0,89	0,05	1,50	0,44
<b>Resíduo &lt;300 <math>\mu\text{m}</math></b>	0,76	0,11	0,89	0,04	1,53	0,42
<b>Resíduo &gt;300 <math>\mu\text{m}</math></b>	0,86	0,11	0,90	0,06	1,44	0,49

Tabela 12 – Circularidade, arredondamento e alongamento da granalha e do resíduo

#### 4.1.3 Microestrutura

As imagens foram obtidas posterior à ataque químico. A granalha apresenta microestrutura bifásica do aço hipereutetóide que, conforme Tabela 1 é constituído de aproximadamente 1% em massa de carbono. A Figura 24 apresenta estrutura martensita com contornos de grãos de cementita, esta última identificada pela região clara (93, p. 162).

A Figura 25 apresenta a microestrutura do resíduo, sendo similar à da granalha na maior parte dos grãos analisados, algumas partículas apresentaram falta ou excesso exposição ao ataque químico que pode ser atribuído às diferentes composições químicas das partículas de contaminantes junto ao resíduo de granalha. Com o aumento no tamanho das partículas, a heterogeneidade ao ataque químico reduziu, indicando que as partículas maiores, separadas por tamanho, apresentam menor quantidade de contaminantes.

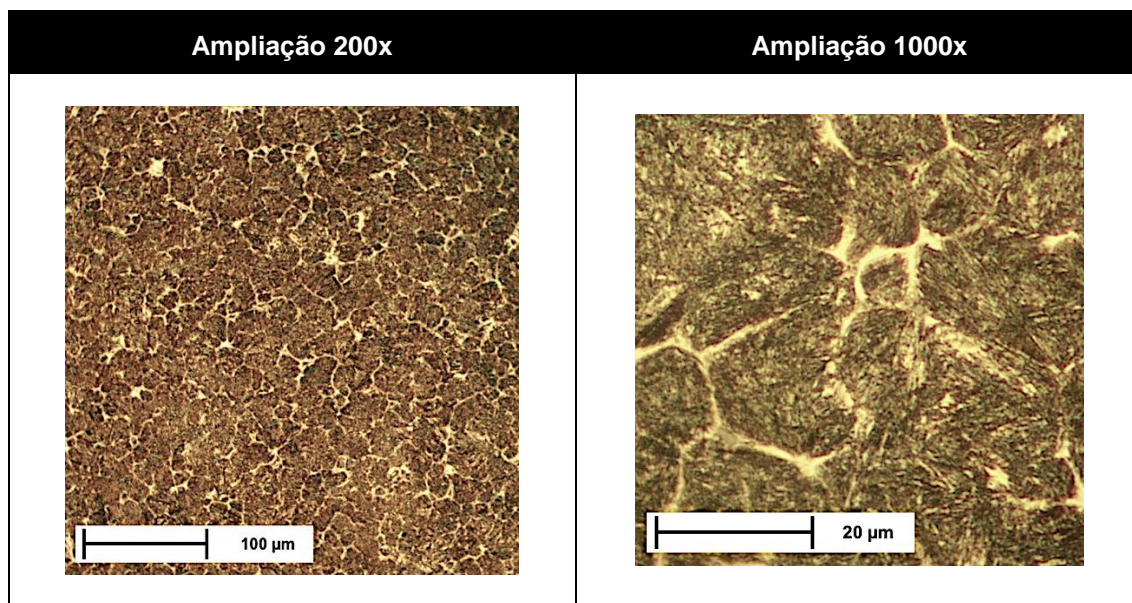


Figura 24 – Microscopia ótica da granalha com ataque químico

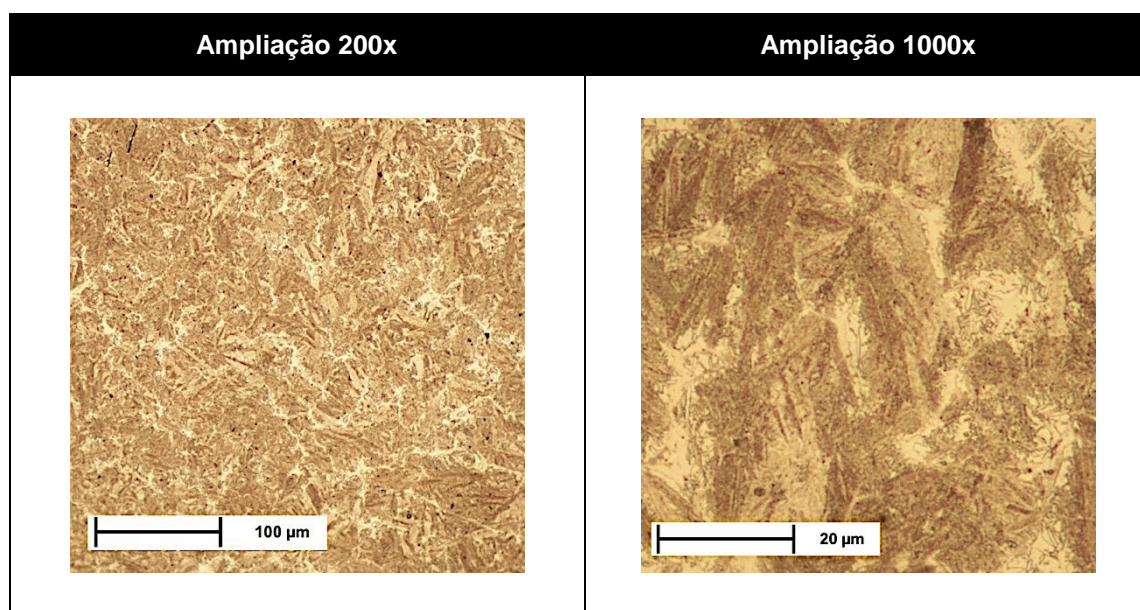


Figura 25 – Microscopia ótica do resíduo com ataque químico

A Figura 26 apresenta imagem obtida com iluminação indireta e lente polarizada, método para visualizar imperfeições e riscos. É possível observar poros da secção do particulado, a quantidade de poros foi avaliada utilizando o programa *ImageJ* e foi obtido que em média 3% de área da secção da granalha é constituída de poros. A granalha nova atende a norma (12) que permite o máximo de 10% de poros. Na secção 4.1.5, a densidade das partículas de pó e da granalha serão determinadas pelo método de Arquimedes.

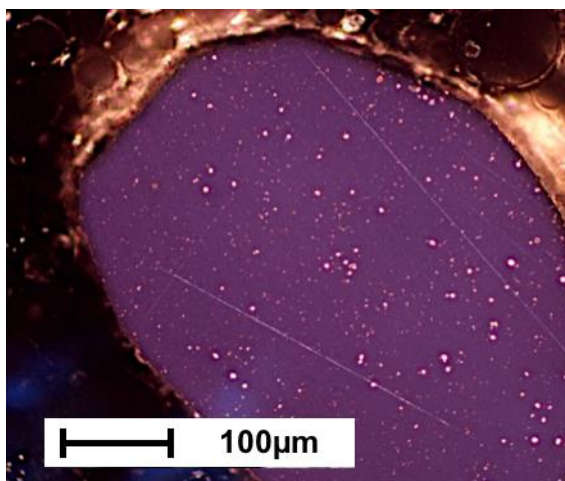


Figura 26 – Microscopia ótica com iluminação indireta e filtro polarizado da granalha

#### 4.1.4 Microdureza

A Figura 28 apresenta os resultados médios da dureza da granalha e do resíduo, sendo possível verificar a redução da dureza das partículas com o aumento do seu tamanho. Na fabricação da granalha, esta é submetida ao processo de tratamento térmico de têmpera e revenimento e devido as diferenças de tamanho, as taxas de aquecimento e resfriamento são diferentes, resultando na diminuição na dureza com o aumento do tamanho.

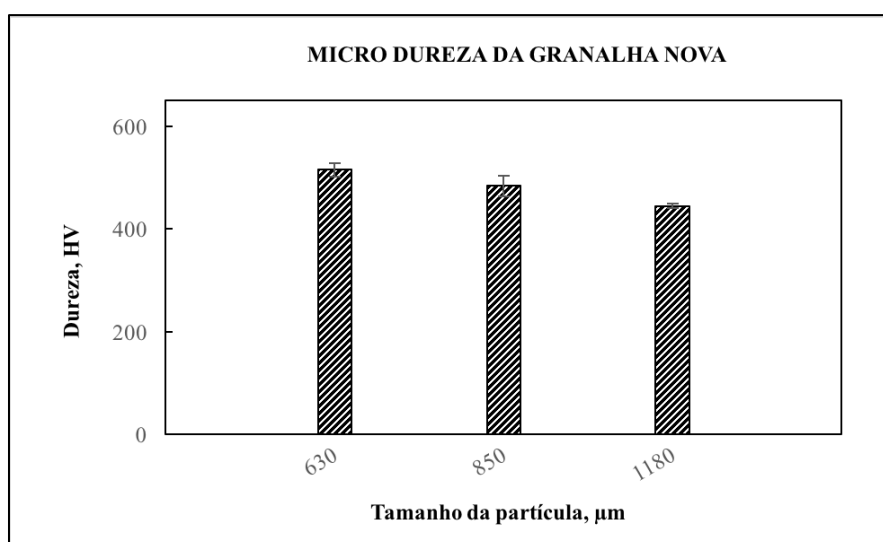


Figura 27 – Dureza da granalha classificada por tamanho

Verifica-se que o resíduo de tamanho maior que 300 μm tem valor de circularidade mais alto, isso se deve às solicitações mecânicas (impacto /

encruamento) experimentado pelas partículas de granalha nova. O resíduo de tamanho menor que 300  $\mu\text{m}$  apresenta partículas irregulares em maior quantidade, provavelmente providas das sujidades do jateamento e em menor quantidade da granalha gasta.

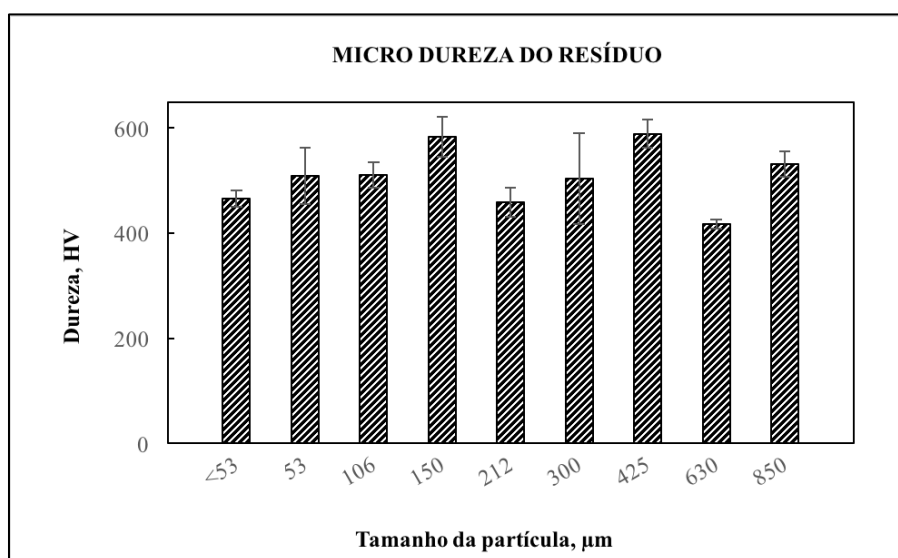


Figura 28 – Dureza do resíduo classificado por tamanho

A dureza do resíduo apresenta resultado diferente, pois as partículas que sofreram trabalho mecânico de encruamento estão misturadas com contaminantes provenientes do processo de jateamento. A dureza média da granalha é de 481 HV enquanto do resíduo é de 508 HV.

#### 4.1.5 Densidade

O método de Arquimedes foi utilizado para determinar a densidade das partículas da granalha e do resíduo. A Figura 29 apresenta o comportamento estável da granalha entre os tamanhos medidos, obtendo densidade média de  $7.305 \text{ kg/m}^3$  e desvio padrão de  $96 \text{ kg/m}^3$  enquanto o resíduo apresentou grande variação de densidade. A densidade média do resíduo é de  $6.784 \text{ kg/m}^3$  com desvio padrão de  $858 \text{ kg/m}^3$  apresentado na Figura 30.

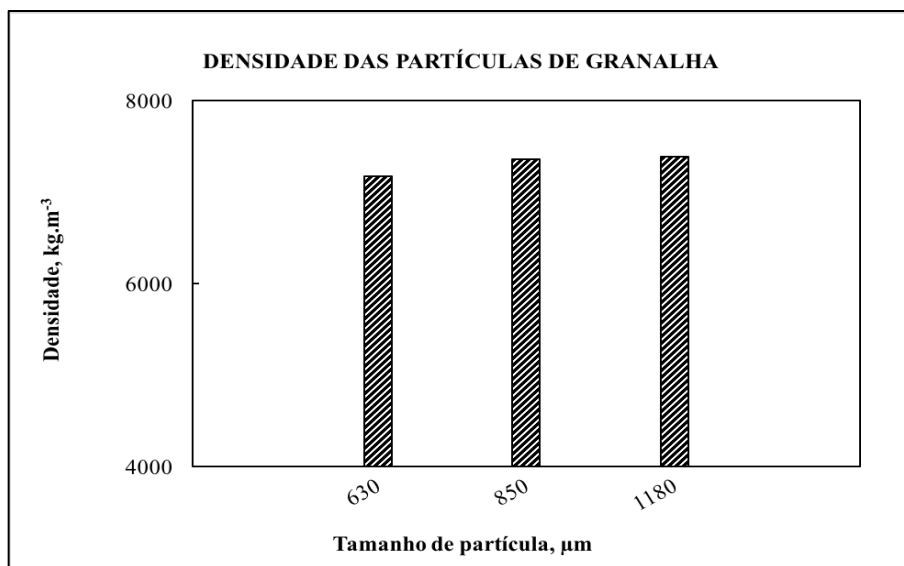


Figura 29 – Densidade das partículas de granalha

A Figura 31 apresenta os resultados dos ensaios de densidade dos corpos verde do grupo A, B e da mistura ótima do grupo C. Verificou-se que com o aumento do tamanho de partícula ocorre o aumento da densidade, refletindo nos resultados da densidade do corpo sinterizado, isto se deve principalmente a variação de densidade do resíduo confirmado na Figura 30 e pelo fato que partículas maiores possuem menor atrito para compactação, visto haver menos pontos de contato do que as partículas finas (94, p. 49).

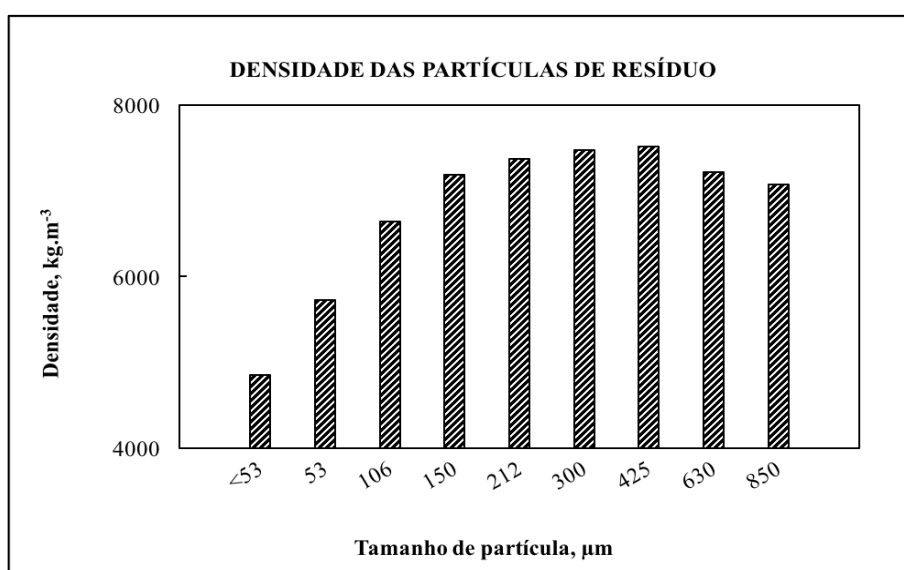


Figura 30 – Densidade das partículas de resíduo

Nas amostras do grupo C é possível verificar a melhora na densidade verde do

corpo comparado com as densidades dos corpos compactados dos grupos A e B. Isso devido a utilização da mistura de ótima densidade a batida, apresentado posteriormente no item 4.1.8 Densidade batida.

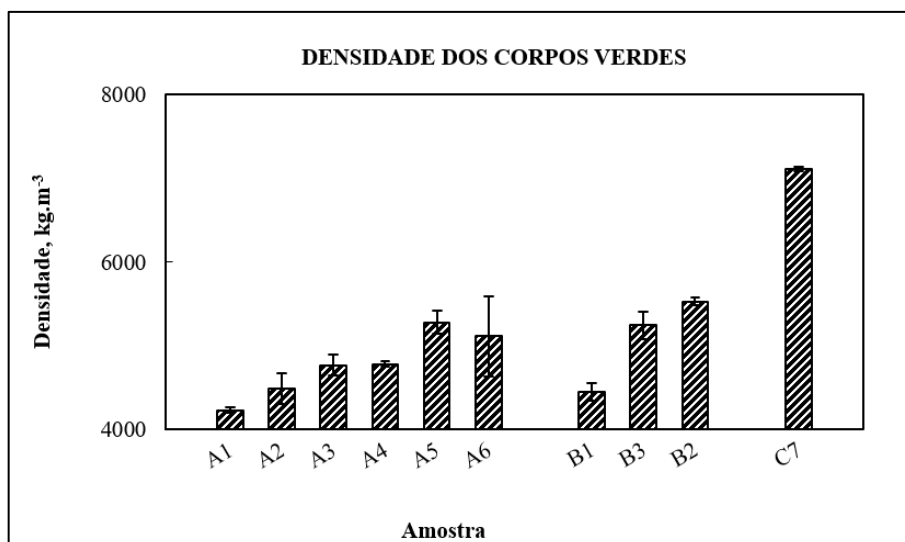


Figura 31 – Densidade dos corpos verde do grupo A, B e C

A Figura 32 apresenta os resultados da densidade aparente pelo método de funil Hall dos diferentes tamanhos de partículas. É possível verificar a tendência de aumento de densidade com o aumento do tamanho da partícula. As partículas <53 µm fluíram pelo funil com auxílio da plataforma vibratória com 60 oscilações por minuto, as demais fluíram sem necessidade de auxílio externo.

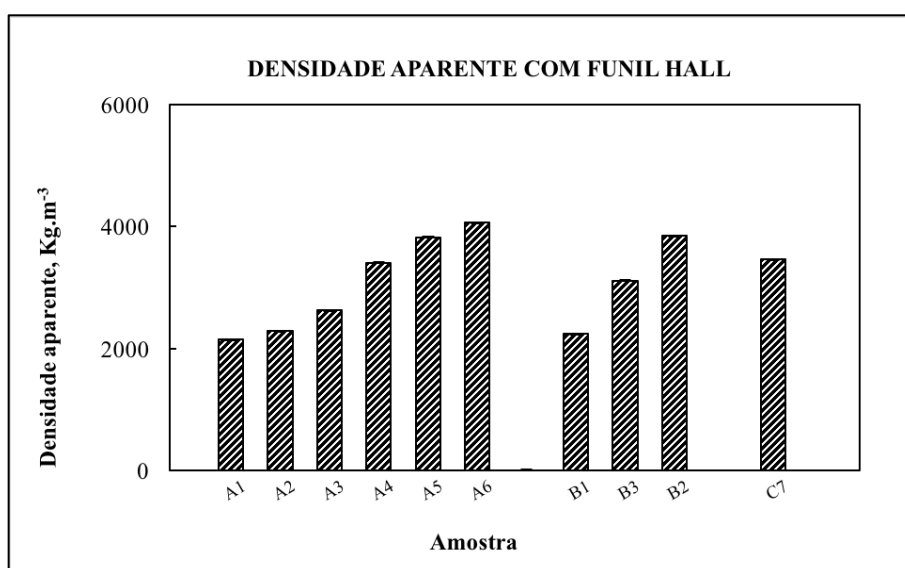


Figura 32 – Densidade aparente por funil Hall

O ensaio de densidade Arnold apresentou resultado semelhante ao ensaio do funil Hall e foi possível ensaiar as partículas  $>300 \mu\text{m}$ , que apresentaram pouca diferença de densidade.

A Figura 33 apresenta os resultados do método Arnold e os valores são maiores em comparação com método do funil Hall, o erro médio entre os ensaios é de 2,3% ou  $76 \text{ kg/m}^3$ . Segundo a norma (69), os valores do ensaio Arnold são até  $200 \text{ kg/cm}^3$  maiores em relação à densidade aparente por funil Hall (69).

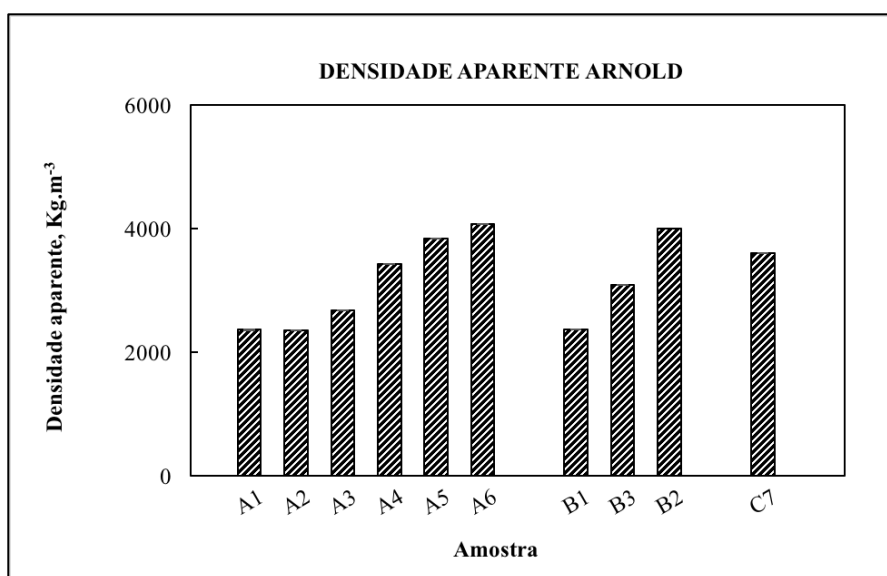


Figura 33 – Densidade aparente pelo método Arnold (os valores de desvio padrão são menores que os ponto)

Nos dois métodos apresentados, a densidade aparente está situada dentro da faixa esperada para utilização no meio industrial, que para o pó de ferro comercial está entre  $2300$  a  $3500 \text{ kg.m}^{-3}$  (62, p. 253) (95, p. 101).

#### 4.1.6 Picnometria

A densidade pelo método de picnometria apresentou valores similares ao método de Arquimedes da Figura 8. As partículas de menor tamanho tiveram valores de densidade menores, e as partículas maiores apresentaram valores de densidade similar à densidade do aço-carbono.



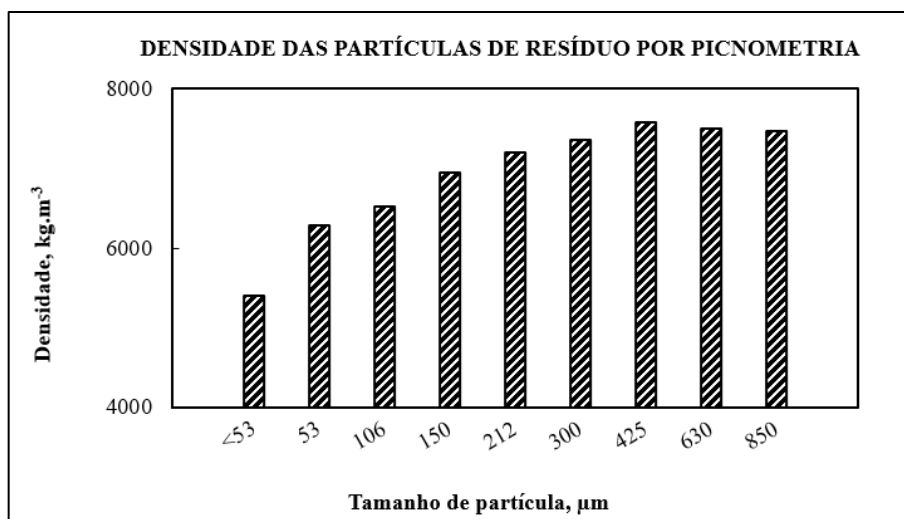


Figura 34 – Densidade do resíduo por picnometria

#### 4.1.7 Fluidez

O ensaio de tempo de escoamento apresentou redução da velocidade de escoamento com a diminuição do tamanho das partículas. A Figura 35 apresenta o gráfico do tempo necessário conforme o tamanho da partícula. As partículas <53  $\mu\text{m}$  e mistura <53 + 53  $\mu\text{m}$  não escoaram, o mesmo ocorreu para partículas > 300  $\mu\text{m}$ . O tempo para escoar das partículas de resíduo se encontram dentro da faixa de tempo dos pós comerciais, abaixo de 30 s (96, p. 255), desta forma facilitam a sua utilização (62, p. 255) (95, p. 101).

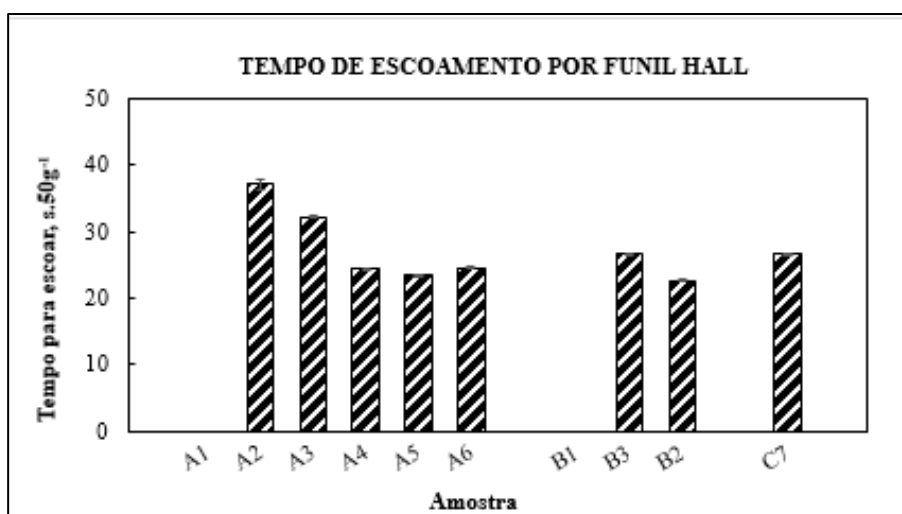


Figura 35 – Tempo de escoamento determinado pelo método funil Hall

O método de ensaio para determinar o ângulo de repouso do particulado

apresentou valores entre  $36,4^{\circ}$  a  $40,0^{\circ}$ . Estes valores se situam entre particulados que fluem de forma razoável a livre. A Figura 36 apresenta o ensaio com ângulos extremos maior e menor e a Tabela 13 seus resultados.

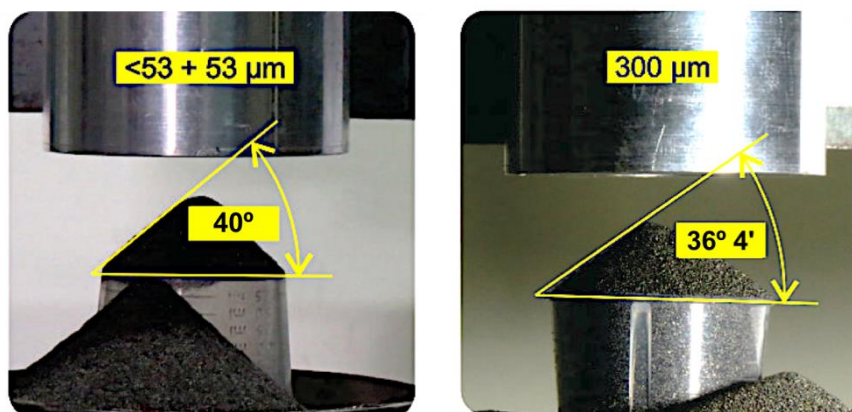


Figura 36 – Maior e menor ângulo de repouso

	[ $\mu\text{m}$ ]	<53	53	106	150	212	300	<53+53	106+150	212+300	C7
Ângulo	[ $^{\circ}$ ]	37,6°	38,8°	38,3°	37,4°	37,1°	36,4°	40,0°	37,2°	37,4°	37,7
Fluidez		Livre	Razoável	Razoável	Livre	Livre	Livre	Razoável	Livre	Livre	Livre

Tabela 13 – Ângulo de repouso relacionado com a fluidez esperada

#### 4.1.8 Densidade batida

O resultado do ensaio de densidade batida da Figura 37 apresenta a amostra C7 com a maior densidade. A diferença da densidade das partículas entre seus tamanhos teve influência no resultado, as amostras A1, A2, A3 e B1 resultaram nas menores densidades batida, estando coerente com a densidade por Arquimedes apresentado no item 4.1.5.

Os resultados de densidade batida do grupo C superam o valor encontrado na bibliografia que é de  $5.300 \text{ kg/m}^3$  para partículas esféricas ou  $3.1400 \text{ kg/m}^3$  para partículas irregulares ou  $700 \text{ kg/m}^3$  para partículas no formato de flocos ou placas, todas de pó de ferro comercial (96, p. 683). Desta forma confirma a eficiência do método de planejamento de rede simplex com respostas adicionais utilizado para proporcionar maior densidade nos pós (97, p. 50).

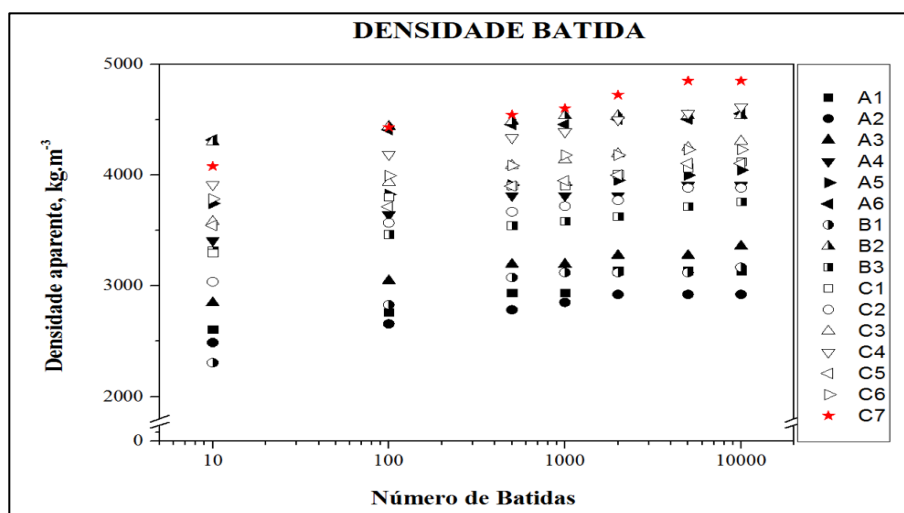


Figura 37 – Densidade batida

Na Figura 38 é possível verificar a diferença de densidade sem batidas, com o resíduo no início do ensaio e, no final do ensaio com 10.000 batidas. De forma geral, as maiores densificações ocorreram nas misturas de tamanhos de partículas. O que pode ser atribuído ao preenchimento dos espaços vazios pelas partículas menores destas misturas durante o ensaio de batidas.

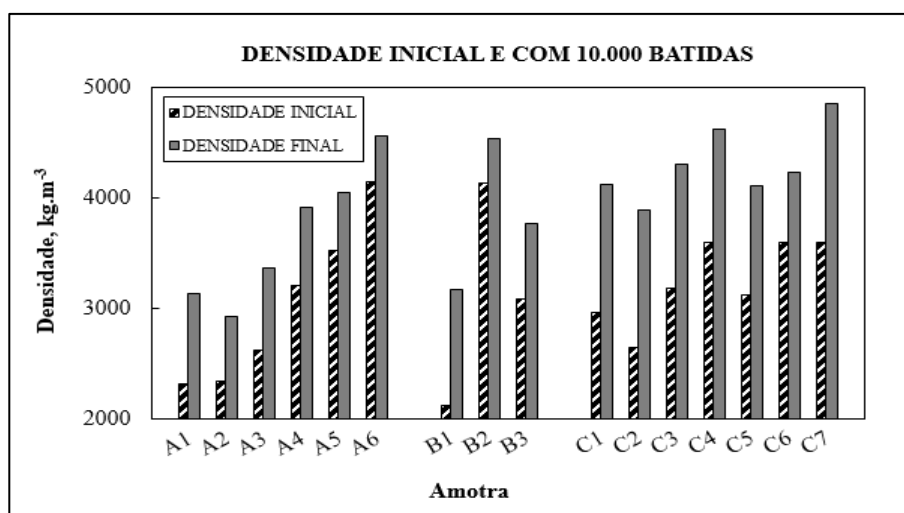


Figura 38 – Densidade inicial e com 10.000 batidas

#### 4.1.9 Compressibilidade

O ensaio de compressibilidade foi realizado com as misturas do grupo B por compor os vértices do planejamento de misturas de rede simplex, compreendendo a mistura dos pós analisados neste estudo. Na pressão de 330 MPa as amostras não apresentaram resistência mecânica suficiente ao serem removidas da matriz de

compactação e na pressão de 1300 MPa, devido às características e resistência mecânica da matriz, foi obtido apenas na mistura de  $<53 + 53 \mu\text{m}$ . A mistura  $106 + 150 \mu\text{m}$  apresenta valores de densidade sinterizada maiores para 660 MPa comparado a 990 MPa, possivelmente devido à segregação do pó e lubrificante no enchimento da matriz de compactação. Na Figura 39 é possível verificar o limite prático de densificação à verde de 990 MPa para a mistura  $<53 + 53 \mu\text{m}$ .

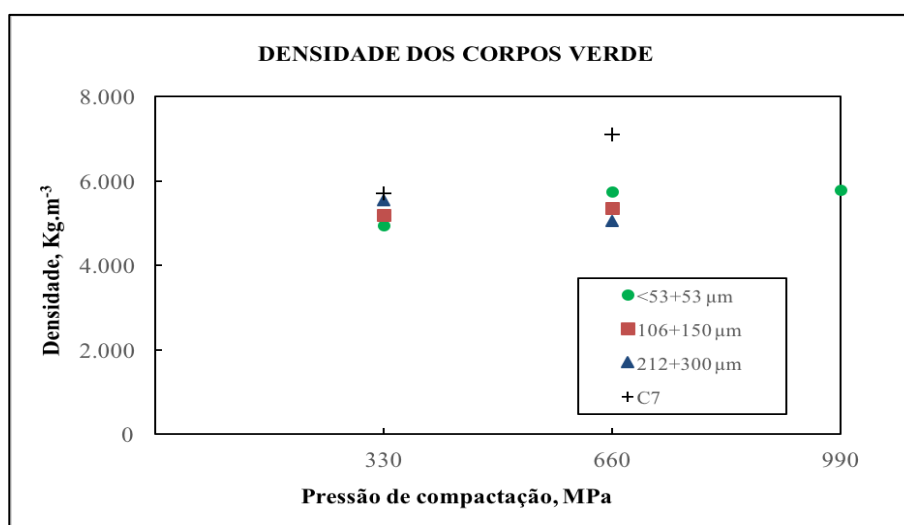


Figura 39 – Densidade por arquimedes das amostras da curva de compressibilidade

A densidade após sinterização das misturas apresentou comportamento estável. Na Figura 40 é possível observar a tendência do aumento de densidade conforme aumento da pressão de compactação.

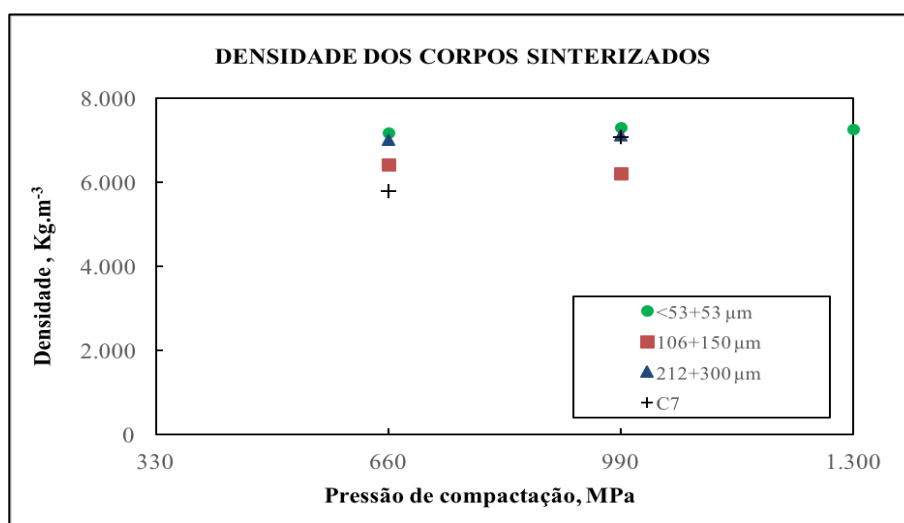


Figura 40 – Densidade por arquimedes das amostras da curva de compressibilidade sinterizadas

A mistura 212 + 300  $\mu\text{m}$  que demonstrou resultado inconsistente na densidade verde, posterior a sinterização, confirmou que com o aumento de pressão aumenta a densidade e manteve seu valor constante. Afirmando o limite prático de pressão de compactação. As pressões obtidas neste ensaio são superiores as utilizadas na indústria para pós e misturas de ferro, o que eleva os custos para a utilização deste resíduo na M/P (96, p. 822).

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DO PROCESSO DE METALURGIA DO PÓ

### 4.2.1 Sinterização

A Figura 41 mostra a aparência dos compactados verde e sinterizados das amostras do grupo A e grupo B. Os tamanhos 53, 106, 106 + 150, 212 e 300  $\mu\text{m}$  possuíam resistência verde baixa e se danificaram durante a sinterização.

É possível observar nas amostras compactadas com partículas a partir do tamanho 150  $\mu\text{m}$  a perda dimensional e a descaracterização do seu formato geométrico, portanto, foram descartadas. Do grupo A e grupo B, as amostras mais estáveis geometricamente foram as amostras com misturas de partículas, que apresentaram maior resistência mecânica verde no seu manuseio.

A Figura 42 apresenta as amostras que se danificaram durante a sinterização.

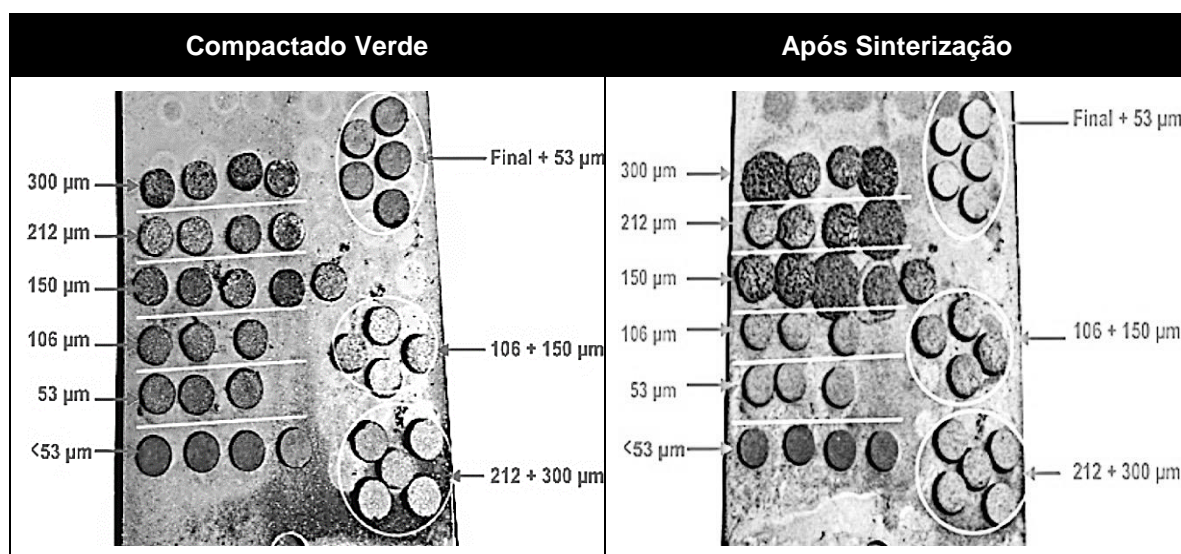


Figura 41 – Aparência dos compactados verde e posterior à sinterização do grupo A e grupo B – Diâmetro das amostras ~10 mm



Figura 42 – Aparência posterior à sinterização do grupo A e grupo B – Diâmetro das amostras ~10 mm

A amostra de maior densidade batida do grupo C foi sinterizada e na Figura 43 é possível ver o compactado verde e sinterizado, sendo que ambos apresentaram estabilidade dimensional.

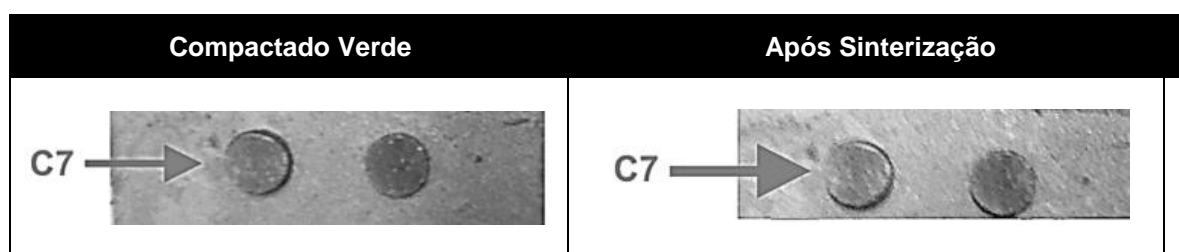


Figura 43 – Aparência dos compactados verde do grupo C – Diâmetro das amostras ~10 mm

## 4.3 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS SÓLIDOS

### 4.3.1 Microestrutura

A microestrutura dos corpos sinterizados do grupo A e grupo B evidenciaram grande quantidade de poros entre as partículas, os quais possuem característica irregular e não coalescidos, que indicam a deficiência do processo de sinterização e a falha de densificação do corpo, confirmado pela densidade na seção 4.1.5 e observado na Figura 44.

A amostra C7 de maior densidade batida apresentou poros em menor quantidade e na sua grande maioria no estágio inicial de coalescimento. Também é possível identificar os pescoços de ligação entre as partículas de pó, indicando o estágio inicial de sinterização, apresentado na Figura 45.



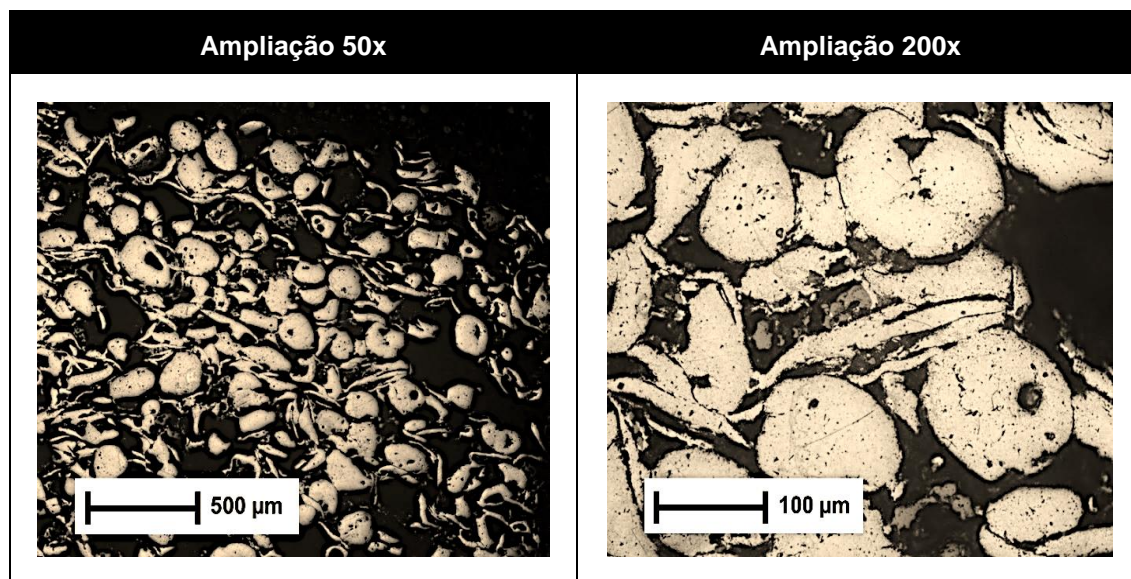


Figura 44 – Microscopia ótica do sinterizado da amostra B2 (212 + 300µm), sem ataque químico

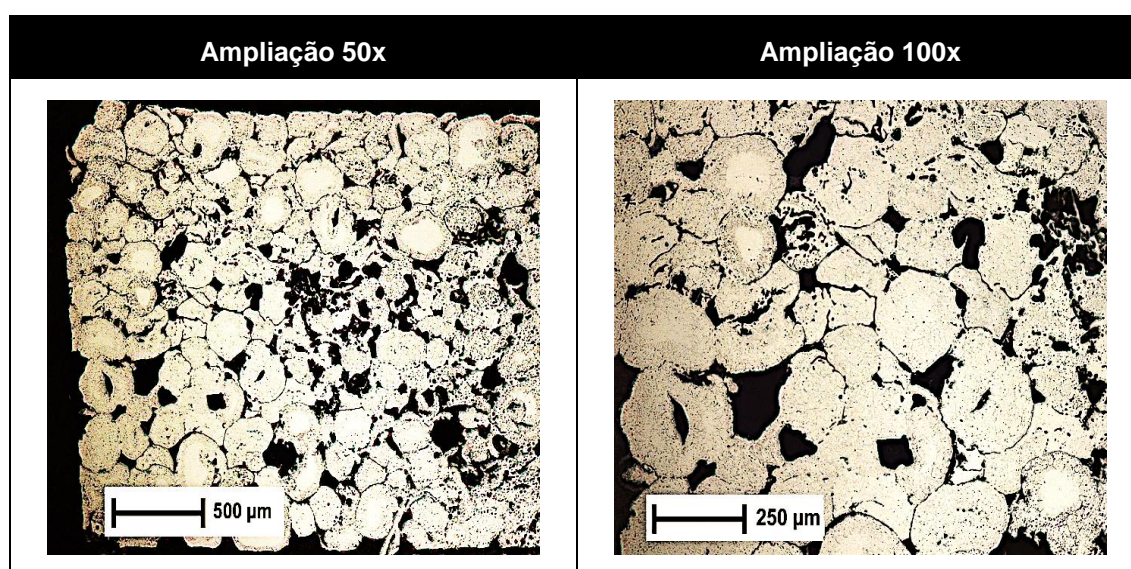


Figura 45 – Microscopia ótica do sinterizado da amostra C7, sem ataque químico

O ataque químico revelou a microestrutura dos corpos sinterizados, o grupo A e grupo B apresentaram microestrutura desuniforme com contornos de grãos pouco definidos e ocorrência de glóbulos esféricos conforme. Os glóbulos podem ser atribuídos a porosidade e a globulização da cementita. A globulização é decorrente do longo período de exposição do material a temperatura abaixo da temperatura eutetoide durante a remoção do ligante na sinterização, e pela sua distribuição homogênea, se caracteriza ser proveniente de um aço um aço martensítico. (98, p. 341) (99, p. 92) (96, p. 120).

A Figura 46 apresenta a microestrutura da amostra A3 com ataque químico.



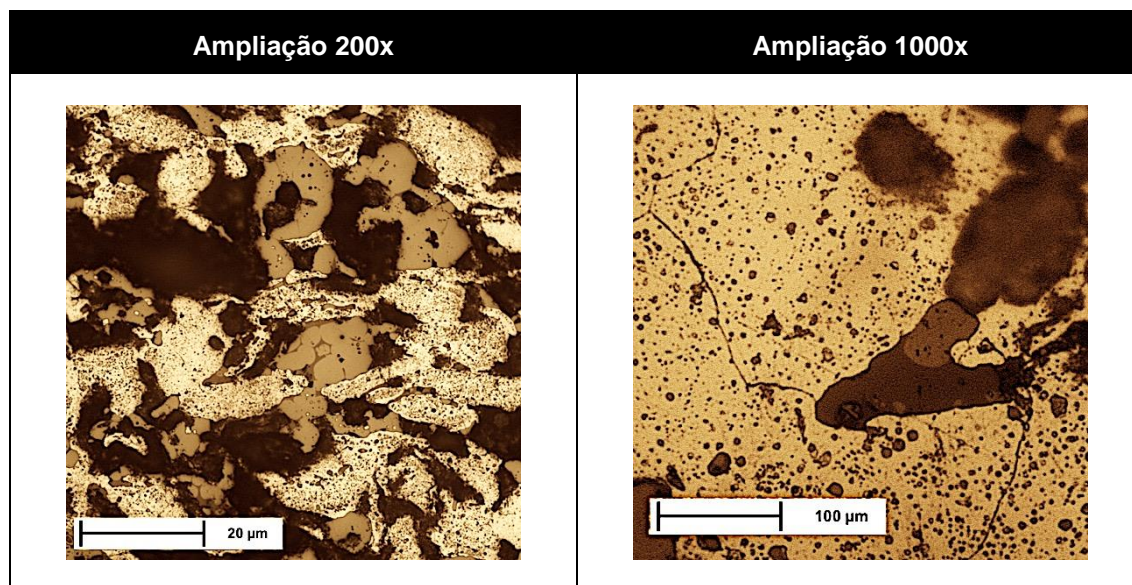


Figura 46 – Microscopia ótica do sinterizado da amostra A3, com ataque químico nital

A amostra do grupo C apresentou microestrutura semelhante ao grupo A e grupo B. Na Figura 47 é possível observar a grande quantidade de pequenas regiões circulares escuras de aparência similar a pequenos poros, estas regiões são poros e também cementita globulizada, ambos de aparência similar quando analisadas em microscópio ótico.

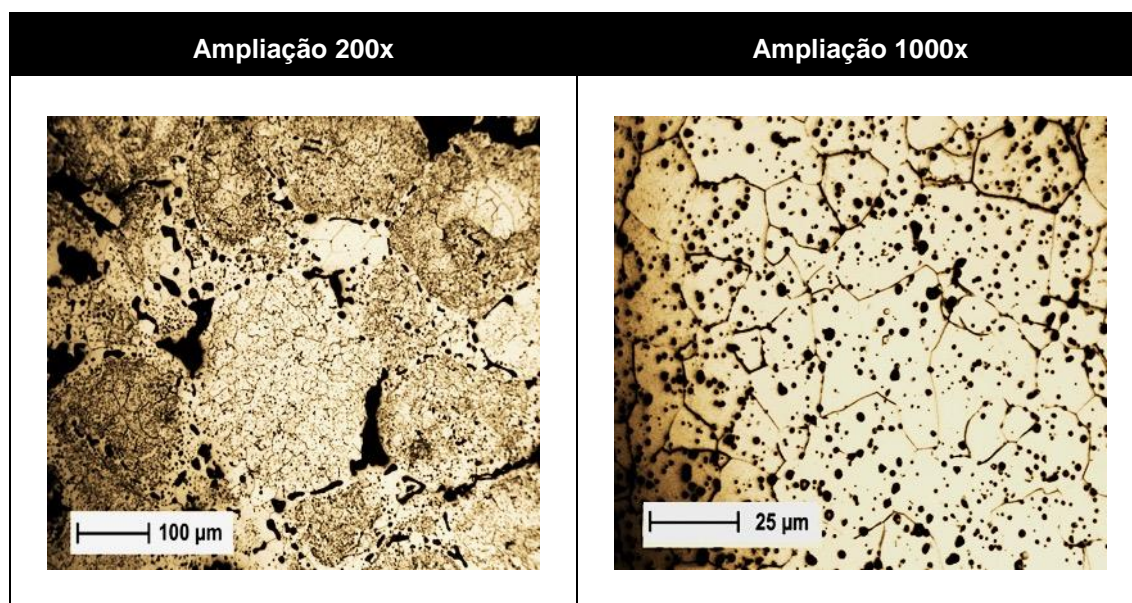


Figura 47 – Microscopia ótica da amostra C7 sinterizada, com ataque químico



### 4.3.2 Porosidade

A amostra C7 apresentou 10,1% de porosidade medida com o programa computacional ImageJ. Levou-se em consideração o controle de tons de cinza do programa para a correta delimitação dos poros e não extrapolar o resultado. Os valores assemelham-se com a densidade analisada no item 4.3.5. A Figura 48 e apresenta a análise realizada.

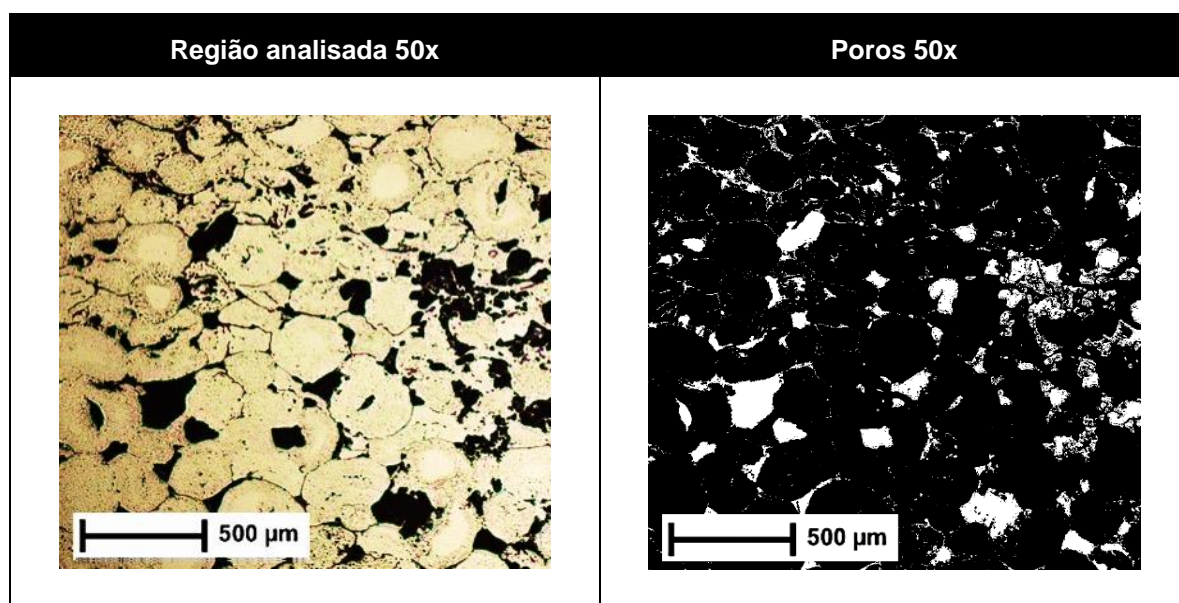


Figura 48 – Microscopia ótica do sinterizado da amostra C7

### 4.3.3 Composição química

O mapeamento químico da amostra C7 sinterizada apresenta a existência de elementos químicos semelhantes ao encontrado no mapeamento por EDS do resíduo da Figura 17. Na Figura 49 possível verificar a predominância do ferro e também regiões bem delimitadas contendo os elementos oxigênio, manganês, silício, titânio, cromo e carbono.

Os elementos químicos alumínio, potássio, titânio e o excesso de silício são provindos dos contaminantes que estavam presentes no resíduo.

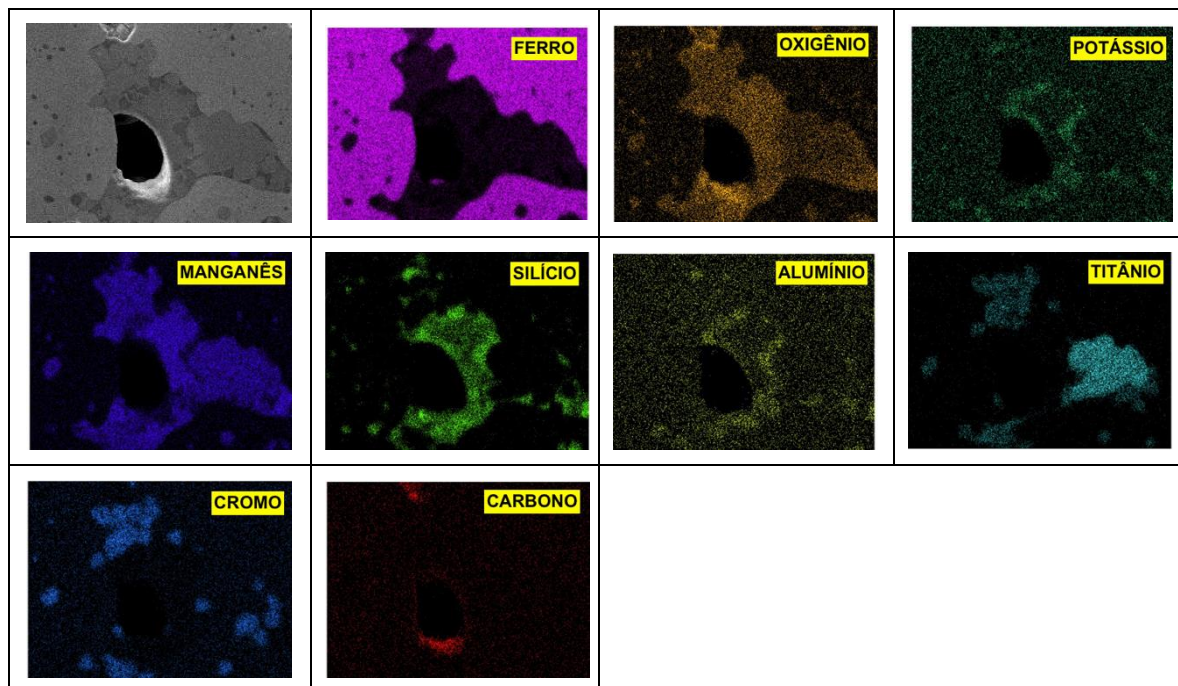


Figura 49 – Mapeamento químico obtido por EDS da amostra sinterizada C7

#### 4.3.4 Microdureza

A dureza dos corpos sinterizados do grupo A e do grupo B exibiram variação entre os tamanhos de partículas, contudo, permaneceram dentro do desvio padrão, com valores médios de 175 HV. A dureza dos corpos sinterizados da amostra C7 apresentaram dureza superior, com média de 230HV, observado na Figura 50.

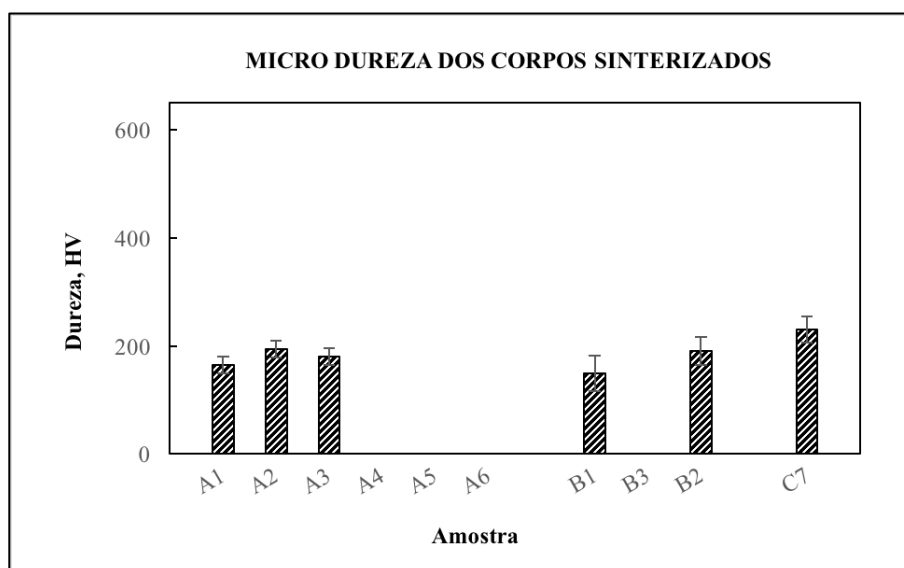


Figura 50 – Microdureza dos corpos sinterizados obtidos a partir das misturas dos grupos A e B

### 4.3.5 Densidade

A Figura 51 apresenta os resultados do ensaio de densidade dos corpos sinterizados, as amostras com faixas de tamanho de 150, 212 e 300  $\mu\text{m}$  perderam seu formato geométrico durante a sinterização e, portanto, não foi possível analisá-las pelo método de Arquimedes. As amostras do grupo B com misturas bimodais apresentaram densidade maior quando comparadas com as amostras monomodais do grupo A. Isso pode ser atribuído ao fato que em misturas contendo diferentes tamanhos as partículas as menores preenchem os espaços vazios deixados pelas partículas maiores, o que deve ter favorecido a densificação do grupo B (50, p. 299).

Para a amostra C7 que foi obtida com planejamento de rede de misturas simplex com respostas adicionais, foi possível obter a mistura ótima de diferentes tamanhos de partículas com maior densidade. A amostra C7 apresentou densidade de 90% com desvio padrão menor que 1,5% conforme Figura 51. Os componentes sinterizados comercialmente em condições semelhantes atingem densidades finais de até 91% (62, p. 37), confirmando a viabilidade e qualidade da utilização do resíduo pela técnica de M/P com os parâmetros propostos neste trabalho.

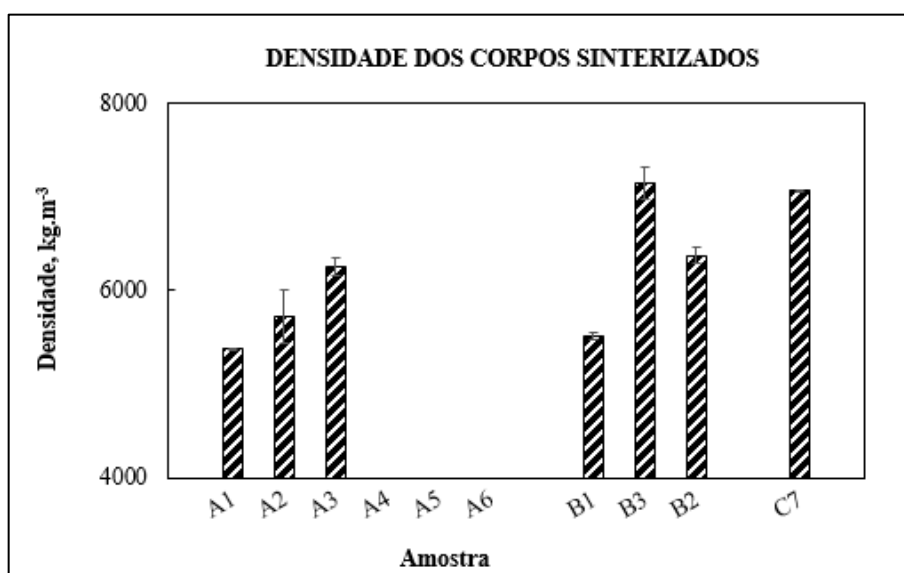


Figura 51 - Densidade dos corpos sinterizados do grupo A e do grupo B

A densificação dos corpos sinterizados pode ser observada na Figura 52, cuja as amostras dos grupos A e B obtiveram evidente densificação, contudo a amostra C7 do grupo C manteve densidade semelhante ao corpo verde.

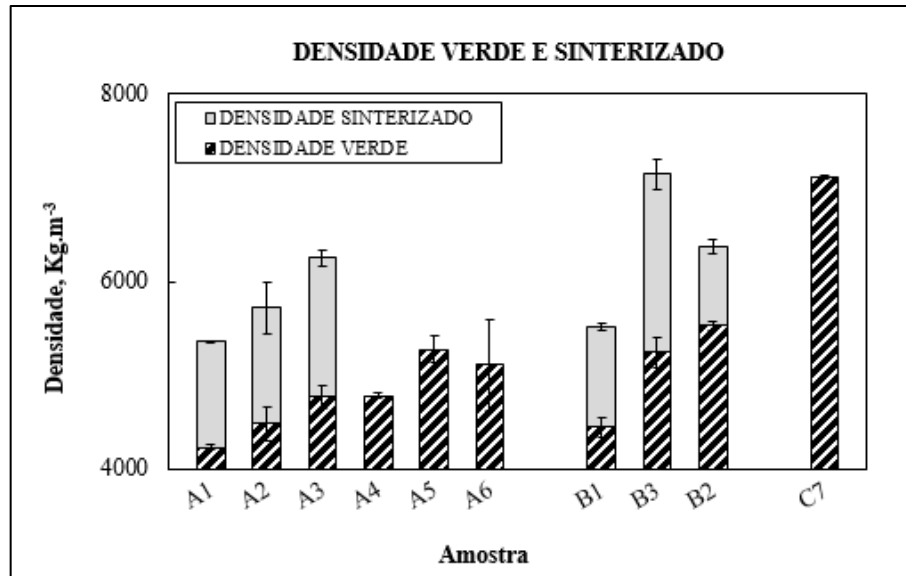


Figura 52 – Variação de densidade entre o corpo verde e após sinterização

## 5 CONCLUSÕES

A utilização da técnica de metalurgia do pó como forma de aproveitamento do resíduo de granalha apresenta-se possível. No entanto, os corpos consolidados pela M/P apresentaram baixa dureza e devem ser tratados termicamente para serem transformados em componente final com propriedades mecânicas satisfatórias. Comparado aos pós comerciais, esses possuem melhores propriedades de compressibilidade resultando em maior resistência verde, também possuem maior sinterabilidade.

Em termos de granulometria e morfologia de partículas, o resíduo de tamanho menor que aproximadamente 300  $\mu\text{m}$  possui maior alongamento (1,53), menor circularidade (0,76) e menor arredondamento (0,89), característica das partículas menores com formato de placas, o que dificulta o empacotamento.

No que se refere à fluidez das partículas, os resíduos de granalha classificados em todas as faixas individuais de tamanhos e em mistura de tamanhos apresentam valores satisfatórios para o escoamento. Isso possibilita o uso do resíduo em equipamentos, silos e transportadores já existentes nas indústrias.

As amostras do grupo A que possuem curva de distribuição de tamanho de partículas mono modal, não possuem resistência mecânica e estabilidade dimensional aceitáveis após a sinterização.

A densidade do resíduo variou de acordo com o seu tamanho, o que pode ser acreditado as contaminações. Essa variação tem influência na densidade do corpo sinterizado.

O limite de compressibilidade apresentou valor em torno de 990 MPa que é uma pressão acima da utilizada na indústria. Na que sinterização, a temperatura que demonstrou melhores resultados foi de 1165°C, pois ocorreu o desenvolvimento do pescoço. A dureza dos corpos sinterizados apresentou valores baixos confirmando a microestrutura ferrítica com cementita globulizada.

O método de densidade batida e o planejamento de mistura de rede simplex com respostas adicionais permitiram determinar a mistura ótima com a maior empacotamento e maior densidade, que é a mistura C7 que contém a composição de  $1/6$  de finos +  $1/6$  de médios +  $2/3$  de grossos.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Embora esteja confirmada a possibilidade da técnica da metalurgia do pó como forma de aproveitar o resíduo de granalha, a caracterização dos componentes sinterizados deve ser aprofundada.

**Mistura com pós comerciais:** Verificar as características tecnológicas quando adicionado resíduo, em proporções, aos pós comerciais;

**Densificação com fase líquida:** Verificar os aditivos tal como fósforo que podem ser utilizados para obtenção de fase líquida e melhorar a sinterização;

**Análise térmica:** Analisar por ensaio de análise térmica diferencial (DTA) e por dilatometria a temperatura e o tempo de sinterização respectivamente;

**Caracterização mecânica:** Os corpos verdes e sinterizados devem ser avaliados quanto a sua resistência mecânica, sendo uma importante propriedade para aplicação do material na indústria.

**Tratamento Térmico:** Analisar a temperabilidade dos componentes sinterizados, melhorando a propriedade de resistência mecânica;

## REFERÊNCIAS

- 1 JIANXIN, D. et al. Wear behavior of ceramic nozzles in sand blasting treatments. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 23, n. 2, p. 323-329, Fev. 2003. [http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219\(02\)00183-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219(02)00183-8); <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221902001838>.
- 2 WAGNER, L. **Shot Peening**. International Scientific Committee on Shot Peening. Garmish: Wiley-VCH. 2003.
- 3 NIOSH. **Abrasive Blasting Operations - Engineering Control and Work Practices Manual**. Public Health Service. Washington, p. 154. 1976.
- 4 RENOVA, G. Renova Reciclagem - A briquetagem no Brasil, 2015. Disponível em: <[http://www.gruporenova.com.br/reciclagem\\_atuacao.asp](http://www.gruporenova.com.br/reciclagem_atuacao.asp)>. Acesso em: 16 dez. 2015.
- 5 MARTINS, B. P. **Estudo de alternativas para reaproveitamento de resíduos sólidos das indústrias metal-mecânicas em processos siderúrgicos**. [S.l.]: URGs, 2010.
- 6 DEPARTAMENTO DE AÇÕES PROGRAMÁTICAS ESTRATÉGICAS. **Pneumoconioses**. [S.l.]: [s.n.], v. 1, 2006. 76 p. <http://adcon.rn.gov.br/ACERVO/cerest/DOC/DOC000000000043377.PDF>.
- 7 PORTAIRA Nº 99. **PORTARIA Nº 99, DE 19 DE OUTUBRO DE 2004**. [S.l.]: [s.n.], 2004. 1 p.
- 8 PORTARIA DO MINISTÉRIO DO TRABALHO E EMPREGO. **NR 15 - ATIVIDADES E OPERAÇÕES INSALUBRES**. [S.l.]: [s.n.], 2015. 85 p.
- 9 U.S. DEPARTMENT OF HEALTH AND HUMAN SERVICES. Silicosis Mortality, Prevention, and Control: 1968 - 2002, Abr 2005. Disponível em: <<http://www.cdc.gov/mmwr/preview/mmwrhtml/mm5416a2.htm>>. Acesso em: jan 2016.
- 10 GNECCO, C.; MARIANO, R.; FERNANDES, F. **Tratamento de Superfície e Pintura - Manual de Construção em Aço**. Rio de Janeiro: [s.n.], 2003. 94 p.
- 11 CATÁLOGO I.K.K. DO BRASIL. **Granalhas de Aço I.K.K.** São Paulo: Design, v. 01/94, 1994. 10 p.
- 12 SAE J-827. **High-Carbon Cast-Steel Shot**. [S.l.]: [s.n.], 2013.
- 13 FONDSAB S.R.L. Foud Sab Group, abril 2016. Disponível em: <[Fondsab.com](http://Fondsab.com)>.
- 14 SAE J-1993. **High-Carbon Cast-Steel Grit**. [S.l.]: [s.n.], 2013.
- 15 SAE J-444. **Cast Shot and Grit Size Specifications for Peening and Cleaning**. [S.l.]: [s.n.], 2012.
- 16 ISO 9002. **Quality systems -- Model for quality assurance in production, installation and servicing**. [S.l.]: [s.n.], 1994.
- 17 TAMASHIRO, E. **Quality Certificate**. W Abrasives S/A. Jacareí - SP, p. 1. 2016. (11881). Invoice 44965.
- 18 ENVIRONMENTAL ASSESSMENT. **Abrasive Blasting**. [S.l.]. 2011. [www.legislation.sa.gov.au / www.epa.sa.gov.au](http://www.legislation.sa.gov.au/www.epa.sa.gov.au).
- 19 NEW HAMPSHIRE DEPARTMENT OF ENVIRONMENTAL SERVICES. **AUTO BODY/COLLISION REPAIR GUIDANCE - Management of Sandblasting Waste**, 2010.
- 20 DEPARTMENT OF ENVIRONMENTAL QUALITY. **Recommendations For Abrasive Blasting Of Water Towers And Other Steel Structures**. [S.l.]. 1999. [www.deq.state.mi.us](http://www.deq.state.mi.us).
- 21 TUPY. **Granalhas Tupy - Acabamento Perfeito em Qualquer Aplicação**. Joinville: [s.n.], 2016.

- 22 SAE J-445. **Metallic Shot and Grit Mechanical Testing - For Information on Shot Durability Determination.** [S.I.]. 2013.
- 23 KERSCHING, U. The Shot Peening | Blast Cleaning Library. **Shot Peener**, 2002. <http://www.shotpeener.com/library/detail.php?anc=2002011>.
- 24 HALE, D. A. A test for Blast Cleanin and Peening Media. **Metal Progress**, 1967.
- 25 VULKAN INOX GMBH. **Comparición del Consume de Granalla GRITAL.** [S.I.]. 2004.
- 26 POLO-AR IND. DE EQUIP. LTDA. **Cabines de Jato - Processo de jateamento limpo, eficiente e econômico.** [S.I.]. 2000.
- 27 BURUIANA D.L., C. A. Recycling options for used sandblasting grit into road construction. **Recent Researches in Energy, Environment and Landscape Architecture**, ISBN: 978-1-61804-052-7, 2011.
- 28 PATEL, S. P. A. **Effective use and Maintenance of Shot-Blasting Machines.** Patel Furnace & Forging Pvt. Ltd. [S.I.]. 2011.
- 29 PATEL, S. P. A. **Shot Blasting In Foundry & Fotging Industres.** Patel Furnace & Forging Pvt. Ltd. [S.I.]. 2008.
- 30 MINESSOTA DEPARMENT OF TRANSPORTATION. **Transportation and Disposal Requirements.** [S.I.]. 2016. <http://www.dot.state.mn.us/environment/regulatedmaterials/pdf/paint/23-transportdispose.pdf>.
- 31 ABNT NBR 10004. **Classificação de Resíduos Sólidos.** [S.I.]. 2004.
- 32 EDWARD ALLEN, J. I. **Fundamentos da Engenharia de Edificações - 5ed:** Materiais e Métodos. 5ed. ed. [S.I.]: [s.n.], 2013. 995 p.
- 33 SURFACE PREPARATION. **Abrasive Lease & Recycle Programs.** [S.I.]. 2016. <http://www.surfacepreparation.com/product/abrasive-lease-recycle-programs>.
- 34 NAVAL FACILITES ENGINEERING SERVICE CENTER. **Recycling Spent Sandblasting Grit and Similar Wastes as Aggregate in Asphaltic Concrete.** [S.I.], p. 4. 1998.
- 35 SIMONE CANFIELD BORGIO, V. M. **Composições de Cerâmica Vermelha de Baixa Temperatura Utilizando Altos Teores de Lodo Residual de Processos Galvânicos.** PI 0503499-0, 2005.
- 36 LYNN, W. R.; PARENT, W. P. **Method of regenerating media for use in pressurized device.** WO1996005021 A1, 1996.
- 37 GERMAN, R. M. P/M Processing: A Brief Tutorial on Powder Metallurgy and Particulate Materials. **Center for Advanced Veicular Systems**, 2006. 13.
- 38 EUROPEAN POWDER METALLURGY ASSOCIATION. Introduction to Powder Metallurgy: The Process and Its Products, Shrewsbury, 2008. Disponível em: <<http://www.epma.com/powder-metallurgy-economic-advantages>>. Acesso em: 29 dez. 2015.
- 39 THÜMMLER, F. **Introduction to Power Metallurgy.** London: British Library, 1993. 330 p.
- 40 GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ. **A METALURGIA DO PÓ:** alternativa econômica com menor impacto ambiental. São Paulo - SP: Metallu Eventos Técnicos e Científicos, 2009.
- 41 CHIAVERINI, V. **Metalurgia do Pó, Técnica e Produtos.** São Paulo - SP: ABDR, 1992.
- 42 AMERICAN CHEMICAL SOCIETY. **Particle Size Distribution - Assessment and Characterization.** September 1985. ed. Washington: [s.n.], v. 1, 1987. 311 p.



- 43 RODRIGUEZ, J.M.; JOHANSSON, J.M.A.; EDESKÄR, T. **Particle Shape Determination by Two-Dimensional Image Analysis in Geotechnical Engineering**. [S.l.]: [s.n.], 2012.
- 44 SUGIMOTO, M.; MIYAJIMA, T.; YAMAMOTO, K. **Effect of particle shape on packing properties during tapping**. [S.l.]: [s.n.], 2000.
- 45 WOODCOCK, C. R. **Bulk Solids Handling: An introduction to the practice and technology**. [S.l.]: [s.n.], 2013. 522 p.
- 46 MITCHELL, J.; SOGA, K. **Fundamentals of soil behavior**. [S.l.]: [s.n.], 2005.
- 47 CHO, G.-C.; DODDS, J.; SANTAMARINA, C. **Particle Shape Effects on Packing Density, Stiffness and Strength –Natural and Crushed Sands-**. [S.l.]: [s.n.], 2006. 33 p.  
<http://materias.fi.uba.ar/6408/santamarina2.pdf>.
- 48 MERKUS, H. G. **Particle Size Measurements - Fundamentals, Practice, Quality**. [S.l.]: Springer, v. 1, 2008. 533 p.
- 49 COOKE, A.; SLOTWINSKI, J. **Properties of Metal Powders for Additive Manufacturing: A Review of the State of the Art of Metal Powder Property Testing**. [S.l.]: U.S. Department of Commerce, 2012. 28 p.  
<http://dx.doi.org/10.6028/NIST.IR.7873>.
- 50 MASUDA, H.; HIGASHITANI, K.; YOSHIDA, H. **Powder Technology Handbook**. 3th. ed. [S.l.]: Taylor & Francis Group, 2006. 920 p.
- 51 HOLDICH, R. G. **Fundamentals of Particle Technology**. Leicestershire: Midland Information Technology and Publishing, 2002. 173 p. Disponível em:  
<<http://www.innopharmalabs.com/tech/applications-and-processes/particle-size-distribution>>.
- 52 TREVIRANUS, I. Interpreting Your Laser Diffraction Particle Size Analysis Results - Decoding The Acronyms and Finding Insights. [S.l.]: Horiba Ltda, 2011. p. 54.
- 53 SHIMADZU. Particle Size Distribution Dependent on Principle of Measurement, 2016. Disponível em:  
<<http://www.shimadzu.com/an/powder/support/practice/p01/lesson02.html#container>>. Acesso em: 21 jan. 2016.
- 54 WEINER, B. B. **What is a Continuous Particle Size Distribution?** [S.l.]: Brookhaven Instruments, 2011. 3 p.  
<http://www.brookhaveninstruments.com/pdf/theory/What%20is%20a%20Continuous%20Particle%20Size%20Distribution.pdf>.
- 55 ISO 9276. **Representation of results of particle size analysis**. [S.l.]: [s.n.], 2014.
- 56 INNOPHARMALABS. A Guide to D-values in Pharmaceutical Particle Characterisation. In: \_\_\_\_\_ **Particle Size Distribution**. [S.l.]: [s.n.], 2016. <http://www.innopharmalabs.com/tech/applications-and-processes/particle-size-distribution>.
- 57 HORIBA SCIENTIFIC. A guidebook to Particle Size Analysis. [S.l.]: [s.n.], 2016.  
[https://www.horiba.com/fileadmin/uploads/Scientific/Documents/PSA/PSA\\_Guidebook.pdf](https://www.horiba.com/fileadmin/uploads/Scientific/Documents/PSA/PSA_Guidebook.pdf).
- 58 ASTM B215. **Standard Practices for Sampling Metal Powders1**. [S.l.]: [s.n.], 2015. 7 p.
- 59 ASTM E11. **Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes**. [S.l.]: [s.n.], 2004. 5 p.
- 60 NBR NM-ISO 2395. **Peneiras de ensaio e ensaio de peneiramento - Vocabulário**. [S.l.]: [s.n.], 1997. 9 p.
- 61 ISO 3310. **Test sieves – Technical requirements and testing - Part 2: Test sieves of perforated metal plate**. [S.l.]: [s.n.], 1999. 12 p.

- 62 ASM HANDBOOK COLLECTION. **Powder Metal Technologies and Applications**. [S.l.]: ASM, v. 7, 1998. 2763 p.
- 63 HÖGANÄS. **Metallography - Höganäs Handbook for Sintered Components**. [S.l.]: [s.n.], v. 3, 2015. 302 p.
- 64 ASTM E140. **Standard Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, Scleroscope Hardness, and Leeb Hardness1**. [S.l.]. 2013.
- 65 ISO 6507. **Metallic materials — Vickers hardness test**. [S.l.]: [s.n.], 2013.
- 66 ASTM B873. **Measuring Volume of Apparent Density Cup Used in Test Methods B 212, B 329, and B4171**. [S.l.]: [s.n.], 2012.
- 67 ASTM B212. **Apparent Density of Free-Flowing Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel**. [S.l.]: [s.n.], 2013.
- 68 ASTM D4180. **Vibratory Packing Density of Formed Catalyst Particles and Catalyst Carriers**. [S.l.]: [s.n.], 2013.
- 69 ASTM B703. **Apparent Density of Metal Powders and Related Compounds Using the Arnold Meter**. [S.l.]: [s.n.], 2010.
- 70 ASTM D854. **Standard Test Methods for Specific Gravity of Soil Solids by Water Pycnometer1**. [S.l.]: [s.n.], 2002.
- 71 ASTM B213. **Flow Rate of Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel**. [S.l.]: [s.n.], 2013.
- 72 ASTM B855. **Volumetric Flow Rate of Metal Powders Using the Arnold Meter and Hall Flowmeter Funnel1**. [S.l.]: [s.n.], 2011.
- 73 ASTM B964. **Flow Rate of Metal Powders Using the Carney Funnel**. [S.l.]: [s.n.], 2009.
- 74 ISO 4490. **Metallic Powders — Determination Of Flow Time By Means Of A Calibrated Funnel ( Hall Flowmeter )**. [S.l.]: [s.n.], 2006.
- 75 PRESCOTT, K. J.; ROGER, A. B. **On Powder Floability**. Pharmaceutical Technology. [S.l.]. 2000. Pharmaportal.com.
- 76 MCGLINCHEY, D. **Bulk Solids Handling - Equipment Selection and Operation**. 1. ed. Glasgow: BlackWell, 2008. 290 p.
- 77 NEIKOV, D. O.; NABOYCHENKO, S. S.; DOWSON, G. **Handbook of Non-Ferrous Metal Powders - Technologies and Applications**. [S.l.]: [s.n.], 2009.
- 78 ASTM B527. **Test Method for Tap Density of Metal Powders and Compounds**. [S.l.]: [s.n.], 2015.
- 79 THE NEBRASKA BUSINESS DEVELOPMENT CENTER. Pollution Prevention - Comprehensive reference collection. **Infohouse**. Disponível em: <<http://infohouse.p2ric.org/ref/27/26922.pdf>>. Acesso em: dez 2016.
- 80 ASTM B331. **Standard Test Method for 1 Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction**. [S.l.]: [s.n.], 2016. 4 p.
- 81 MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of Experiments**. 8. ed. [S.l.]: [s.n.], 2013.
- 82 SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E.; NETO, B. D. B. **Como Fazer Experimentos - Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. Campinas: [s.n.], 2001.

- 83 ARZT, E.; FISCHMEISTER, H. **Fundamental Aspects of the Compaction of Metal Powders**. Março. ed. [S.l.]: [s.n.], 1979. 573-580 p.
- 84 BAGLYUK, G. A.; POZNYAK, L. A. The sintering of powder metallurgy high-speed steel with activating additions. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, 41, 2002.
- 85 ASTM B925. **Standard Practices for Production and Preparation of Powder Metallurgy Test Specimens**. [S.l.]: [s.n.], 2015.
- 86 SPIERINGS, B. A.; SCHNEIDER, M.; EGGENBERGER, R. Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts. **Rapid Prototyping Journal**, 17, 2011. 380 a 386.
- 87 ASTM B962. **Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle**. [S.l.]: [s.n.], 2015.
- 88 ASTM B311. **Density of Powder Metallurgy (PM) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity**. [S.l.]: [s.n.], 2013.
- 89 ASTM C20. **Apparent Porosity, Water Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Burned Refractory Brick and Shapes by Boiling Water**. [S.l.]: [s.n.], 2015.
- 90 ASTM C29. **Bulk Density ("Unit Weight") and Voids in Aggregate**. [S.l.]: [s.n.], 2004.
- 91 ASTM C373. **Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products, Ceramic Tiles, and Glass Tiles**. [S.l.]: [s.n.], 2014.
- 92 CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica - Estrutura e Propriedades das Ligas Metálicas**. [S.l.]: [s.n.], v. 1, 1977.
- 93 COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4ª. ed. [S.l.]: Blucher, 2008.
- 94 KATEŘINA SKOTNICOVÁ, MIROSLAV KURSA, IVO SZURMAN. **POWDER METALLURGY - University Textbook**. Ostrava: [s.n.], 2014.
- 95 HÖGANÄS. **Material and Powder Properties - Höganäs Handbook for Sintering Components**. [S.l.]: [s.n.], v. 1, 2015. 114 p.
- 96 ASM HANDBOOK COLLECTION. **Heat Treating**. [S.l.]: ASM, v. 4, 1998. 2173 p.
- 97 MCGLINCHEY, D. **Characterisation of Bulk Solids**. Glasgow: [s.n.].
- 98 LINDSLEY, B. A.; MARDER, A. R. The Morphology and coarsening kinetics of spheroidized Fe-C binary alloys. **Acta Mater**, 46, n. 7, 1997. 341-351.
- 99 NUTAL, N. et al. Image analysis of pearlite spheroidization based on the morphological characterization of cementite particles. **Imaga**, 2010. 91-98.
- 100 GOLDSTEIN, J. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. 3. ed. [S.l.]: [s.n.], 2003.
- 101 WHEELABRATOR ALLEVAR D'ENTREPRISES. **Roughness**. [S.l.]. 2005.
- 102 CARSON, J. C. Abrasive Blasting: Understanding the Basics of Media Selection. **Products Finishing**, 2005.
- 103 CATÁLOGO GRANALHAS DE AÇO. **Indústria Mecânica**. São Paulo: [s.n.], 2000.
- 104 ALVES, C. J. **Aplicação das Técnicas de Radiação na Caracterização dos Materiais**. [S.l.]: [s.n.], 2015.

- 105 FOLEY, D. J.; VAN DAM, A. **Fundamentals of Interactive Computer Graphics**. [S.l.]: [s.n.], 1982.
- 106 ENDECOTTS. **Test Sieving Manual - A guide to the use, terminology and general information relative to tes sieves and equipment for particle analysis**. [S.l.]: [s.n.], 2016. 26 p.
- 107 CHRISTY, P. B. J. A. R. W. Optical constants of transition metals: Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, and Pd. **Physical Review B**, 1973. 5056 a 5070.
- 108 ASTM B821. **Liquid Dispersion of Metal Powders and Related Compounds for Particle Size Analysis**. [S.l.]: [s.n.], 2010. 4 p.
- 109 ASTM B822. **Test Method for Particle Size Distribution of Metal Powders and Related Compounds by Light Scattering**. [S.l.]: ASTM, 2010.
- 110 ASTM B822. **Test Method for Particle Size Distribution of Metal Powders and Related Compounds by Light Scattering**. [S.l.]: [s.n.], 2010. 4 p.
- 111 ALVES, C. J. **Aplicação das Técnicas de Radiação na Caracterização dos Materiais**. [S.l.]: [s.n.], 2015.
- 112 NETO, B. B.; SCARMINIO, S. I.; BRUNS, E. R. **Como Fazer Experimentos**. 2<sup>a</sup>. ed. [S.l.]: Unicamp, 2001.
- 113 I.K.K. DO BRASIL LTDA. **Certificado de Qualidade**. Jacareí: I.K.K., 2016. 1 p. Documento produzido no laboratório da I.K.K. do Brasil Ltda.
- 114 YARNTON, D.; DAVIES, T. J. The effect of lubrication on the compaction and sintering of iron powder compacts. **Powder Metall**, 1972.
- 115 MENEGHEL, L.; MARTINS, S. T. **Processo para Sinterização de Resíduos de Jateamento**. BR 10 2015 031935-5, 18 dez. 2015.
- 116 BRASIL - LEI 5.063/04. [S.l.]: [s.n.], 2004. 1 p.
- 117 GERMAN, R. M. **Liquid Phase Sintering**. New York: [s.n.], 1985. 240 p.
- 118 BOLLINA, R. **IN SITU EVALUATION OF SUPERSOLIDUS LIQUID PHASE SINTERING PHENOMENA OF STAINLESS STEEL 316L: DENSIFICATION AND DISTORTION**. [S.l.]: [s.n.], 2005. 192 p.
- 119 HÖGANÄS. **Production of Sintered Components - Höganäs Handbook for Sintered Components**. [S.l.]: [s.n.], v. 2, 2015. 170 p.
- 120 SCHATT, W. **Pulvermetallurgie , Sinter- und Verbundwerkstoffe**. Heidelberg: [s.n.], 1988.
- 121 HÖGANÄS. Metallography - Höganäs Handbook for Sintered Components. In: **HÖGANÄS Höganäs Handbook for Sintered Components**. [S.l.]: [s.n.], v. 3, 2015. p. 302.
- 122 NARASIMHAN, K. S.; SEMEL, J. F. **SINTERING OF POWDER PREMIXES – A BRIEF OVERVIEW**. Hoeganaes Corporation. [S.l.], p. 24. 2007.
- 123 NOBREGA NETO, S. C. **Influência na introdução do fósforo na sinterização da liga Fe+7Ni produzida via moldagem de pós por injeção**. Florianópolis: [s.n.], 2001. Tese de doutorado.
- 124 KELLY, N. R.; ETZLER, M. F. What is wrong with laser diffraction? - A Critical Review of Current Laser Diffraction Methods for Particle Size Analysis, 2013. Disponível em: <[http://www.donner-tech.com/whats\\_wrong\\_with\\_ld.pdf](http://www.donner-tech.com/whats_wrong_with_ld.pdf)>.
- 125 DAL BO, M.; AMARAL, S.; NEVES, W. F. Substituição do Mercúrio por Água na Determinação da

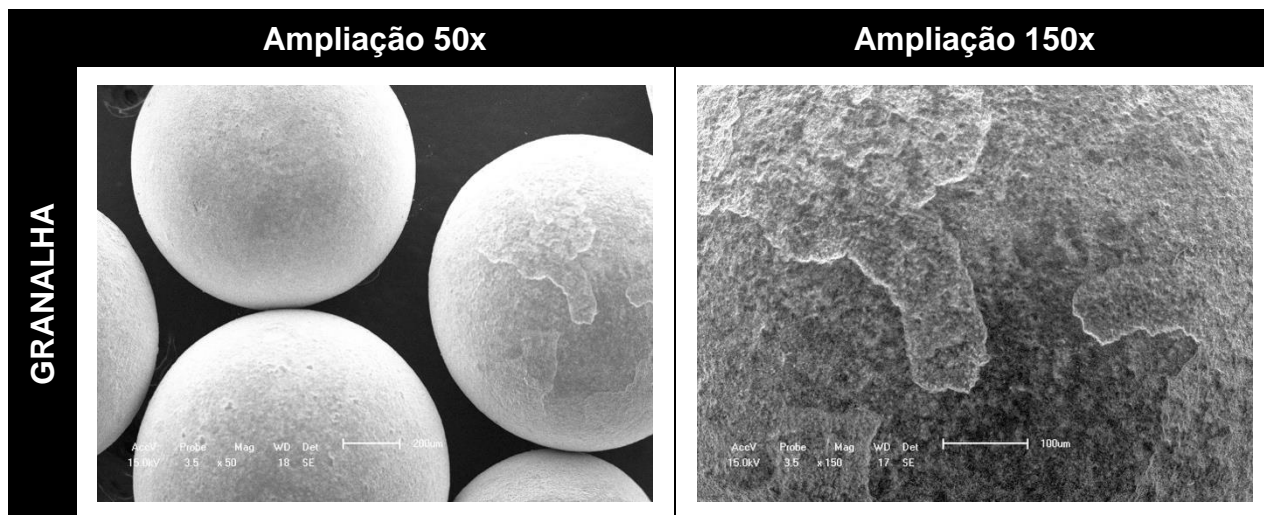
Densidade Aparente do Suporte Cerâmico Cru. **Cerâmica Industrial**, Criciúma - SC, 7 abril 2002. 5.

<sup>1</sup> ImageJ - Programa computacional de domínio público destinado ao tratamento e processamento de imagens, mantido pelo *National Institute of Health – USA*. ([www.imagej.nih.gov/ij](http://www.imagej.nih.gov/ij)).

## 7 ANEXOS

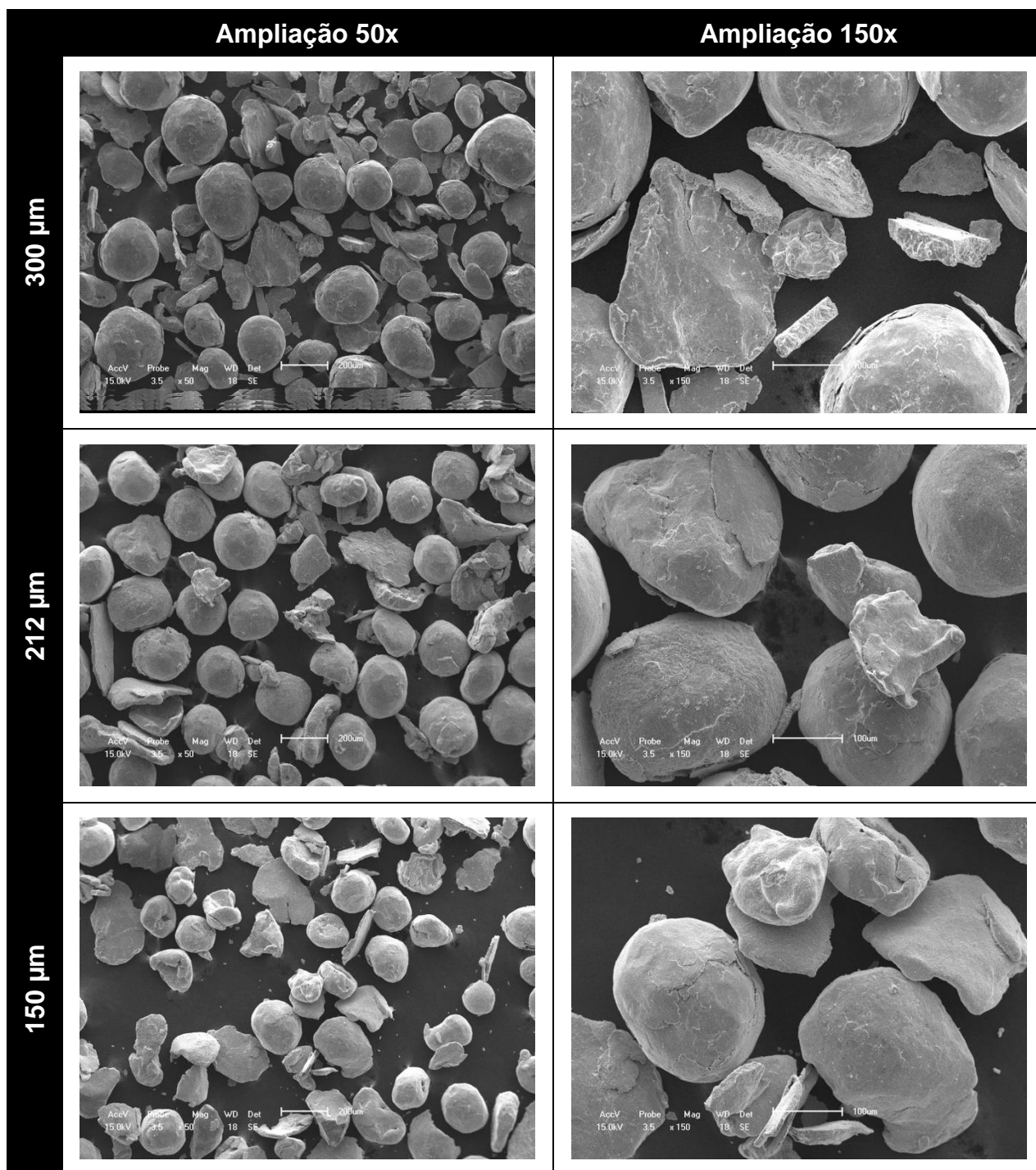
## ANEXO I – MORFOLOGIA DA GRANALHA

Imagens obtidas por MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) com os parâmetros de 15 kV, WD ~18 mm.

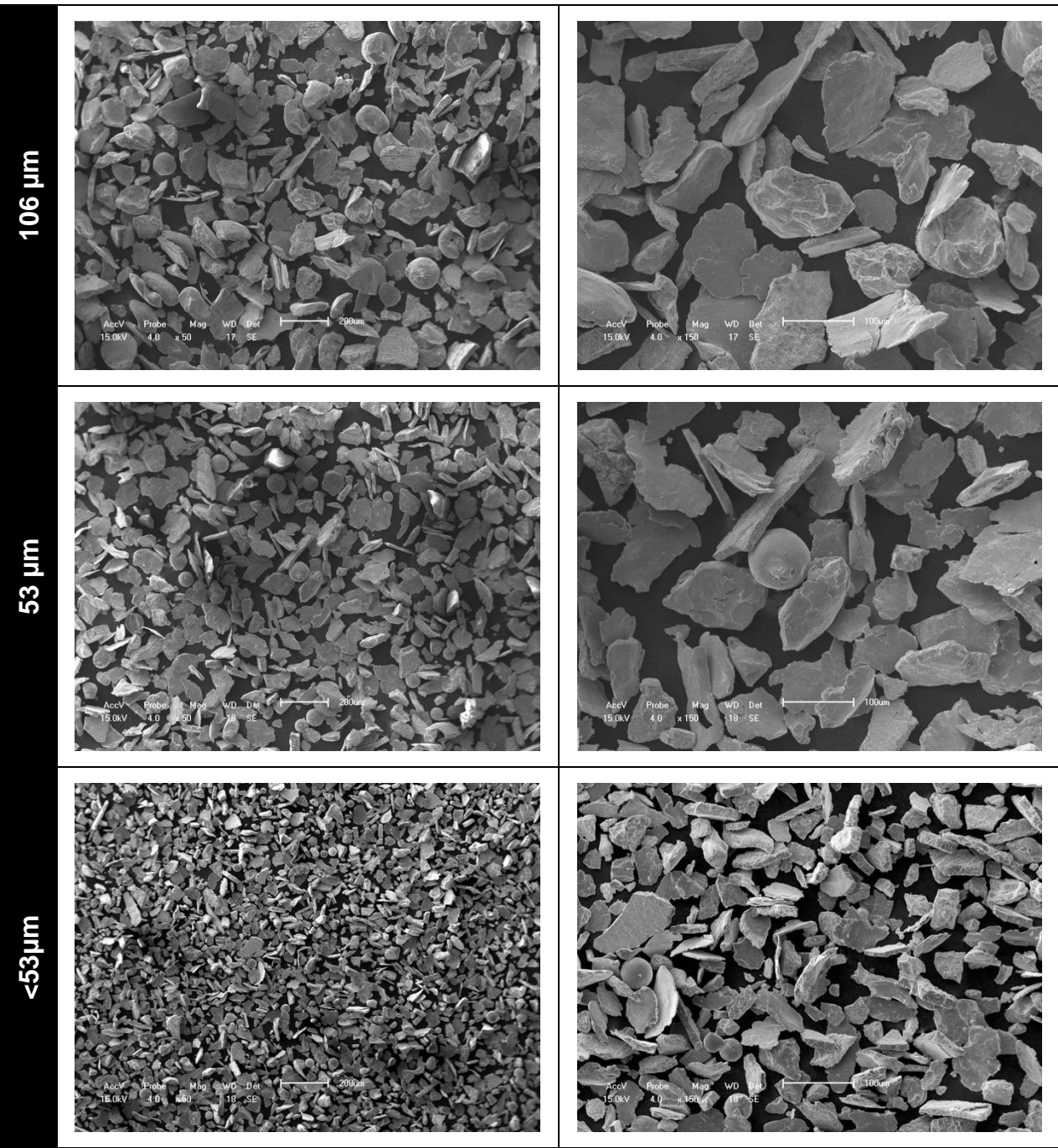


**ANEXO II – MORFOLOGIA DO RESÍDUO**

Imagens obtidas por MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) com parâmetro de 15 kV, WD ~18 mm.



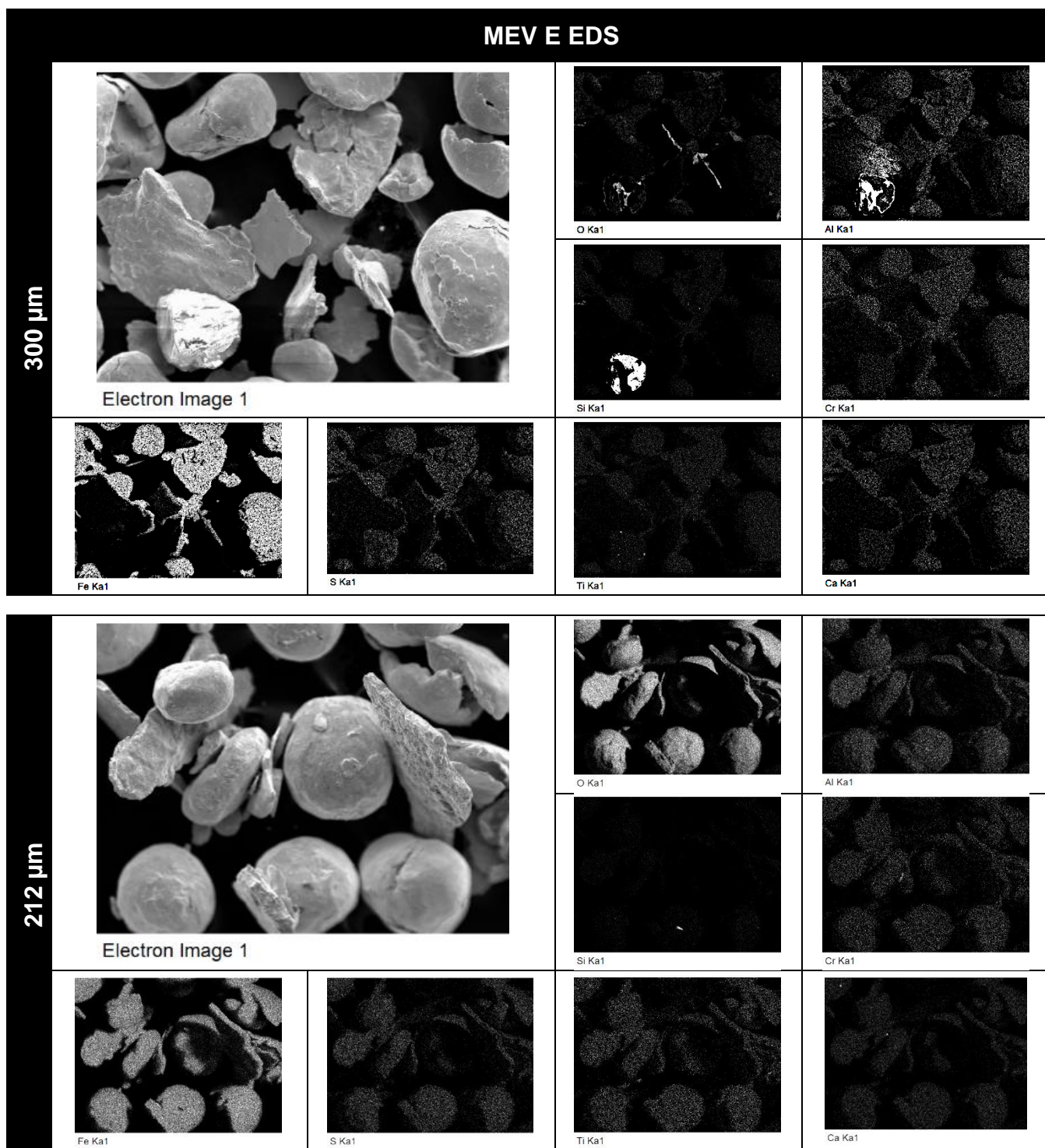


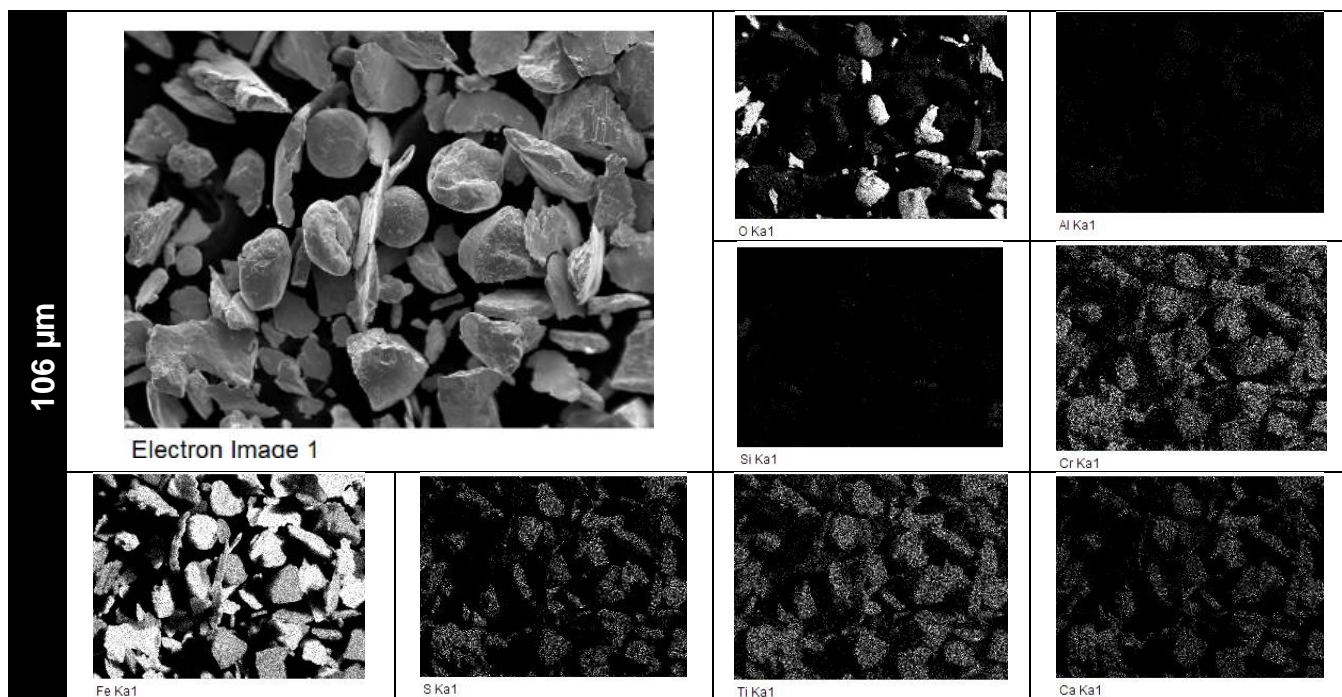
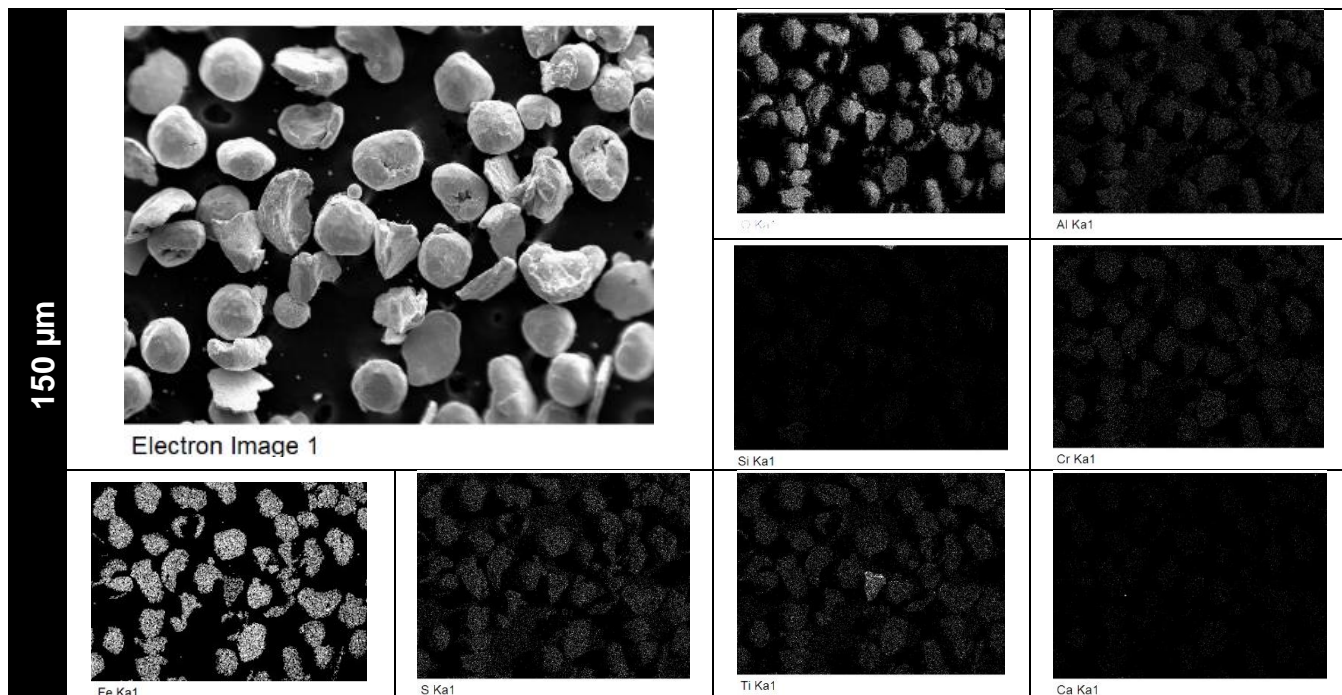




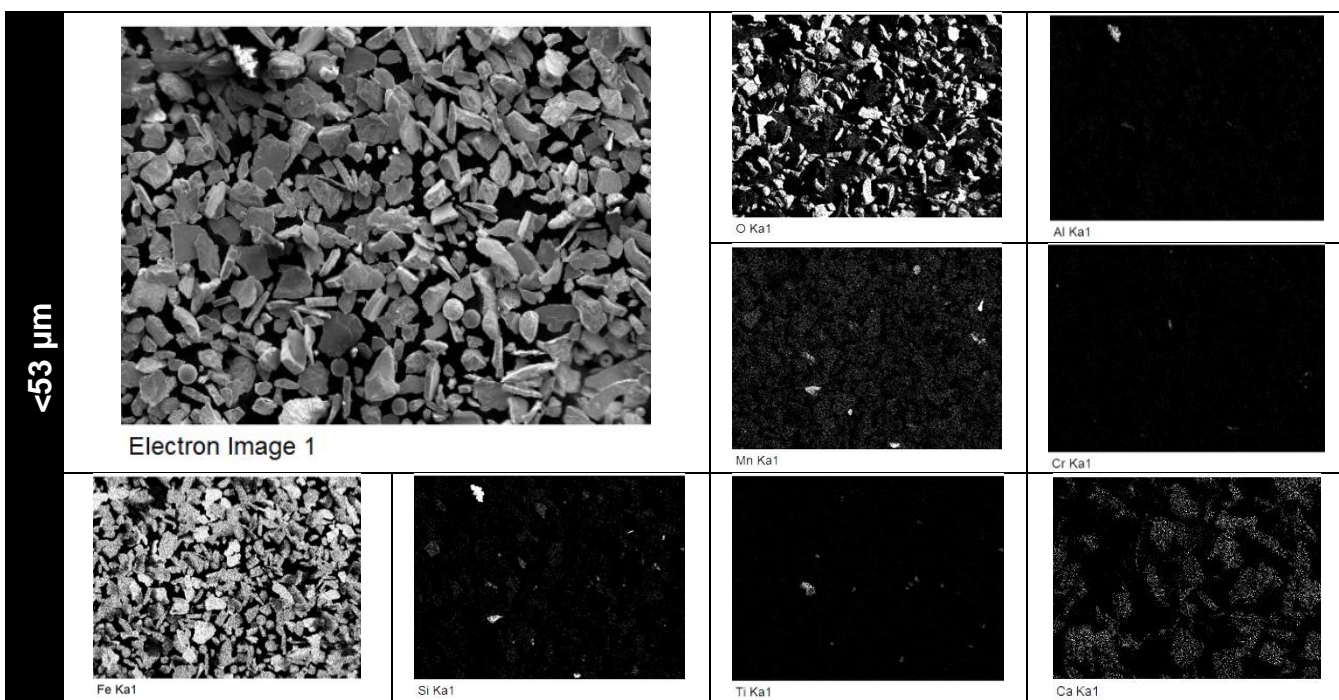
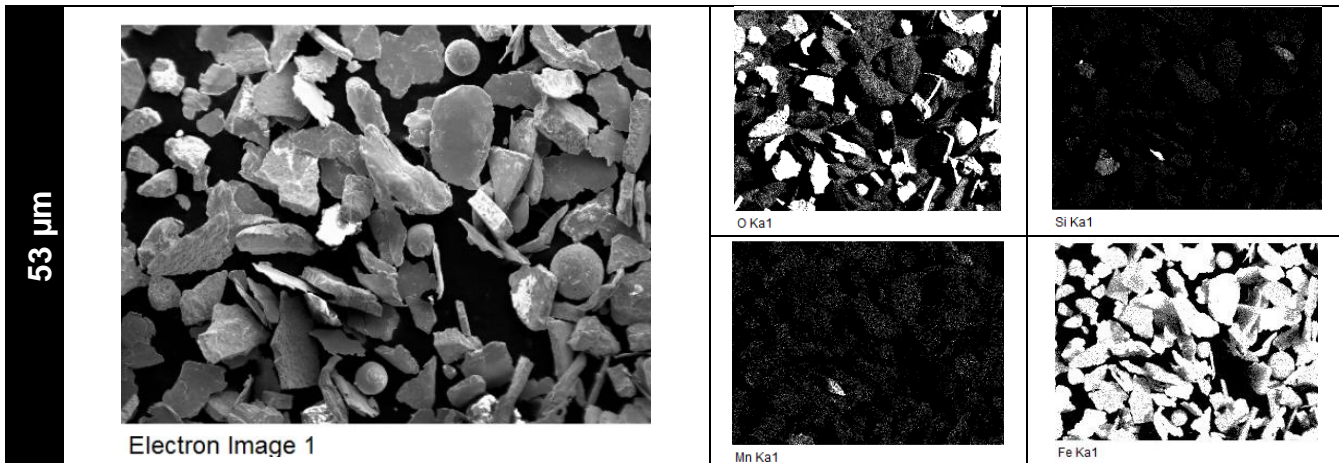
**ANEXO III – ESPECTROMETRIA POR DISPERSÃO DE ENERGIA**

As partículas foram classificadas por tamanho e fixadas em fita carbono adesiva. As imagens são para de referência.



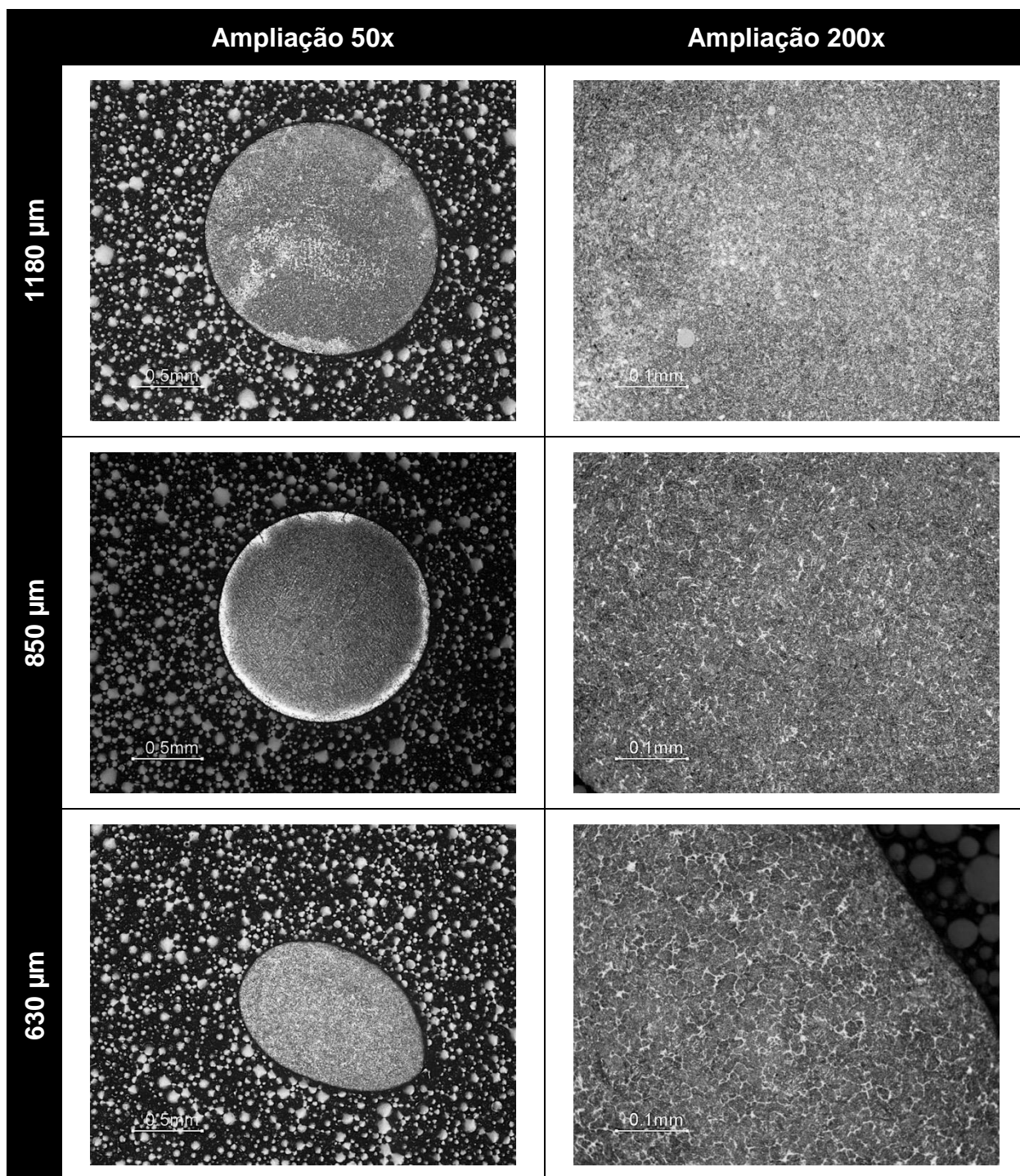






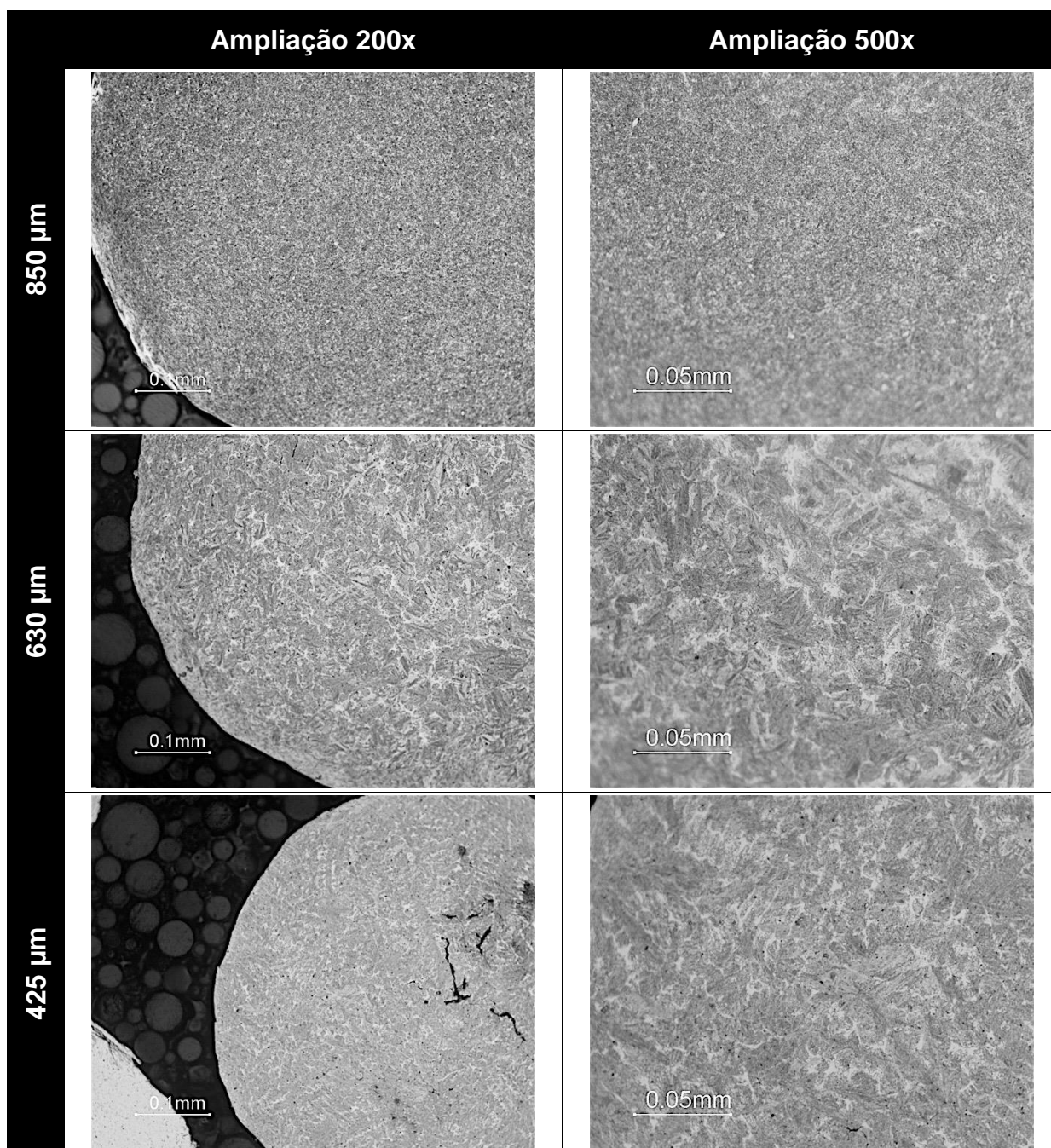
## ANEXO IV – MICROSCOPIA DA GRANALHA

As partículas foram classificadas por tamanho, embutidas, polidas e atacadas com ácido Nital 5% pelo período de aproximadamente 10 segundos.

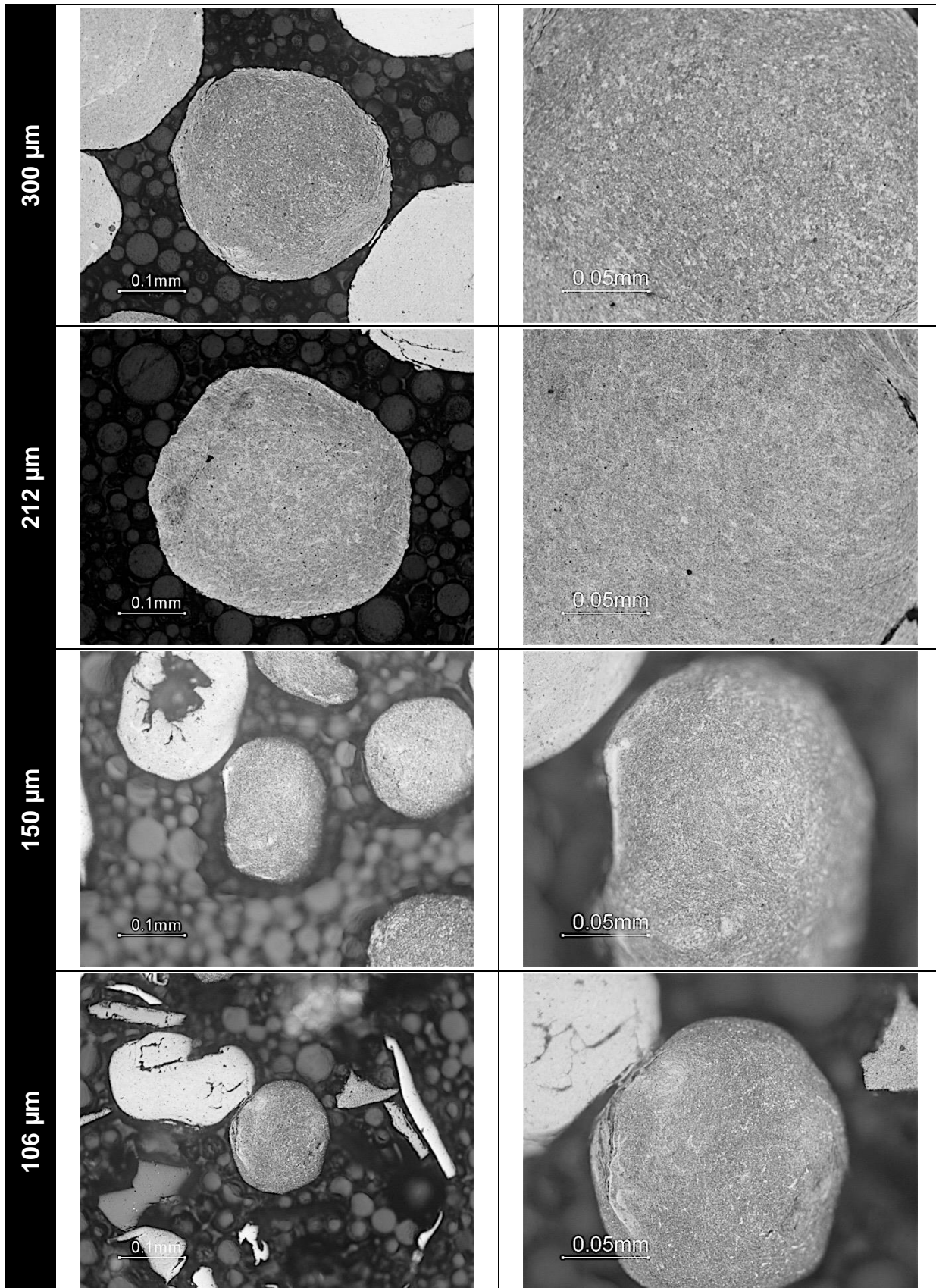


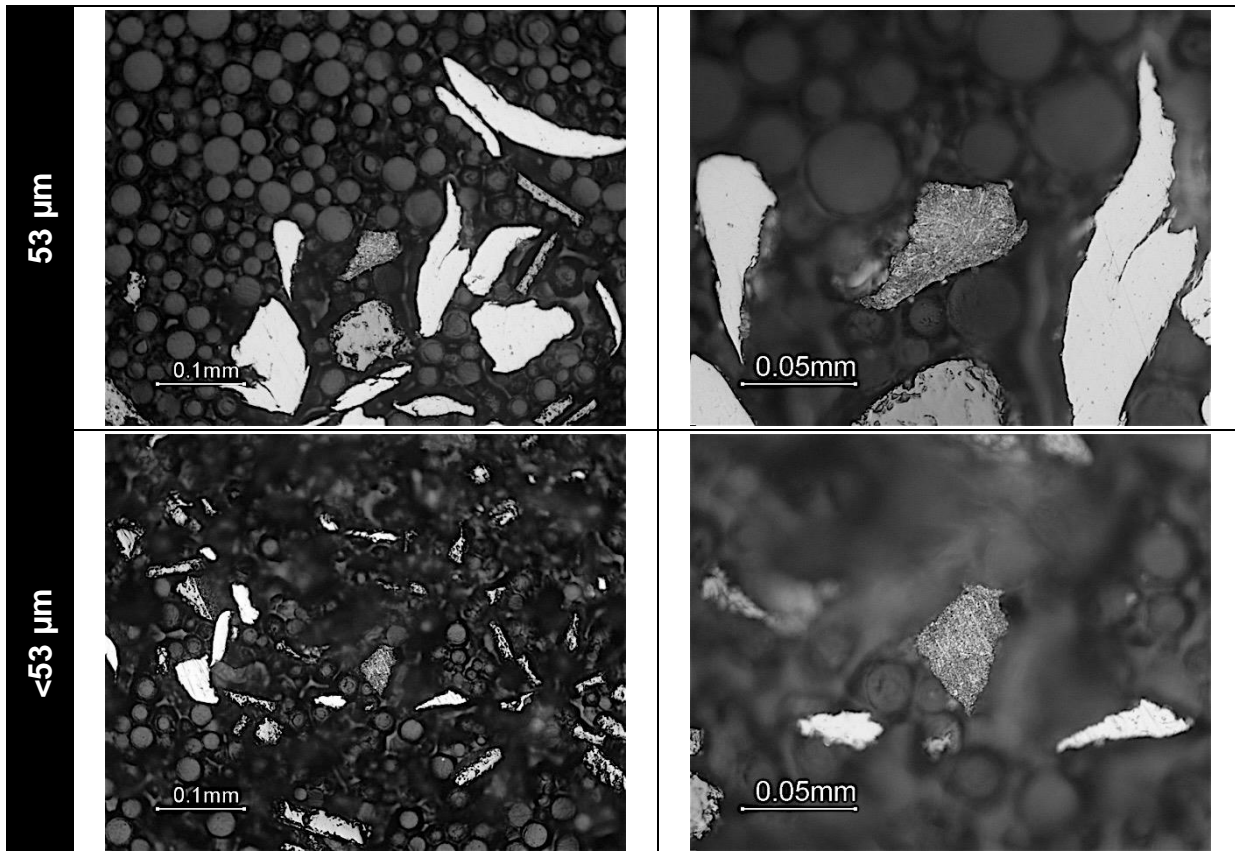
## ANEXO V – MICROSCOPIA DO RESÍDUO

As partículas foram classificadas por tamanho, embutidas, polidas e atacadas com ácido Nital 5% pelo período de aproximadamente 10 segundos.



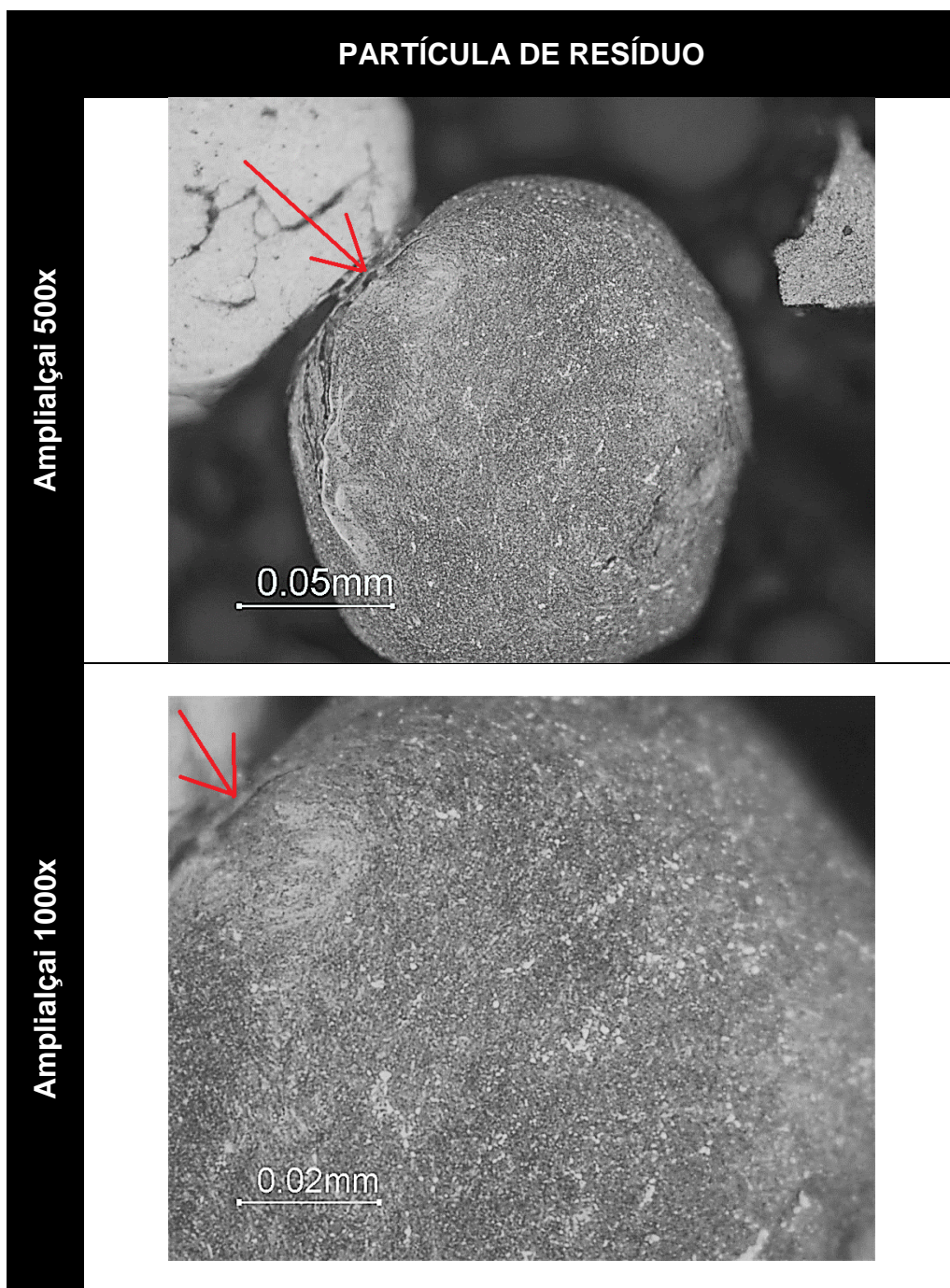






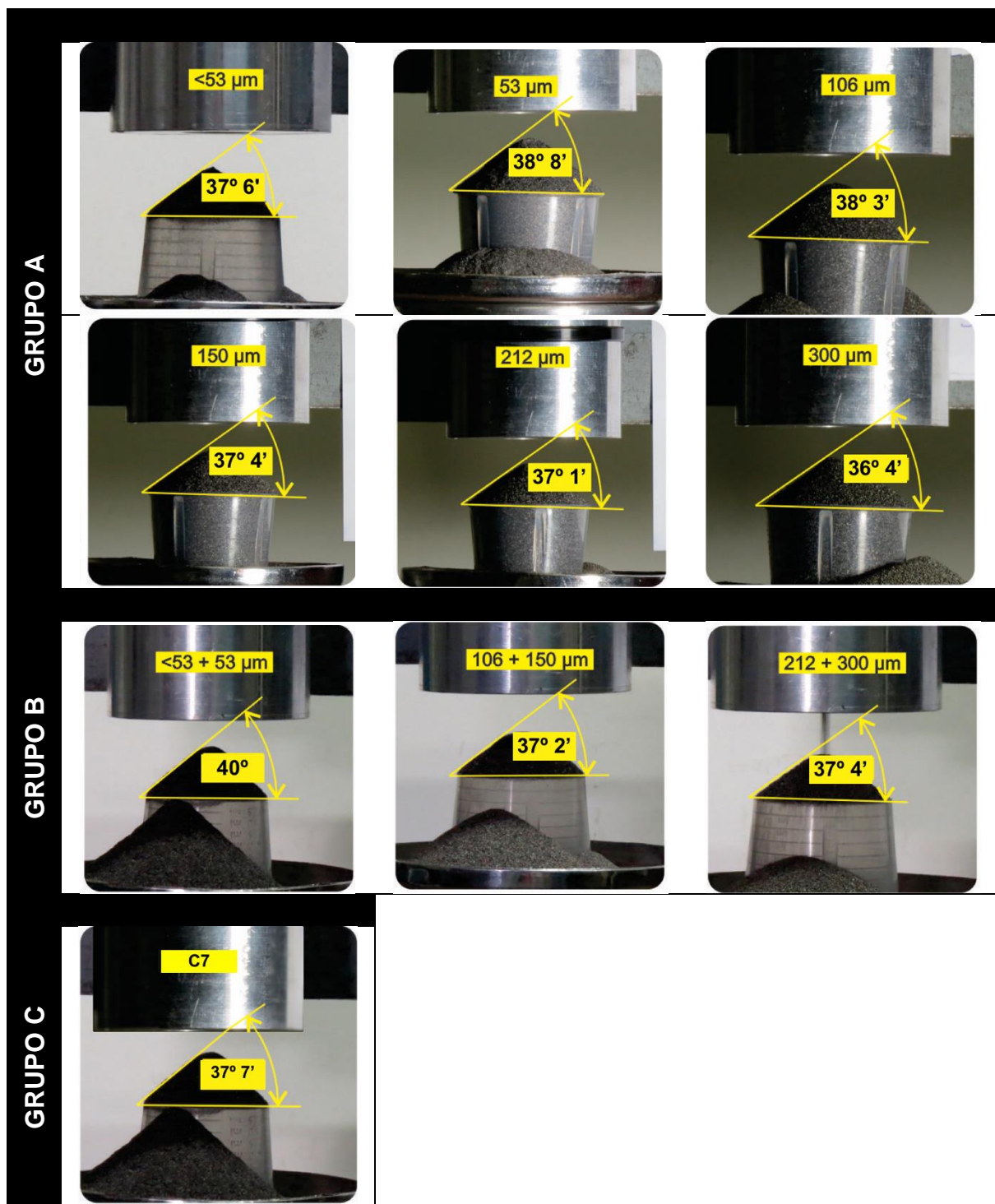
**ANEXO VI – REGIÃO COM TRABALHO MECÂNICO A FRIO - ENCRUADA**

A partícula foi embutida, polida e atacada com ácido Nital 5% pelo período de aproximadamente 10 segundos. A região demarcada apresenta direcionamento dos grãos devido ao trabalho mecânico exercido pelo processo de jateamento (encruada).





## ANEXO VII – ÂNGULO DE REPOUSO



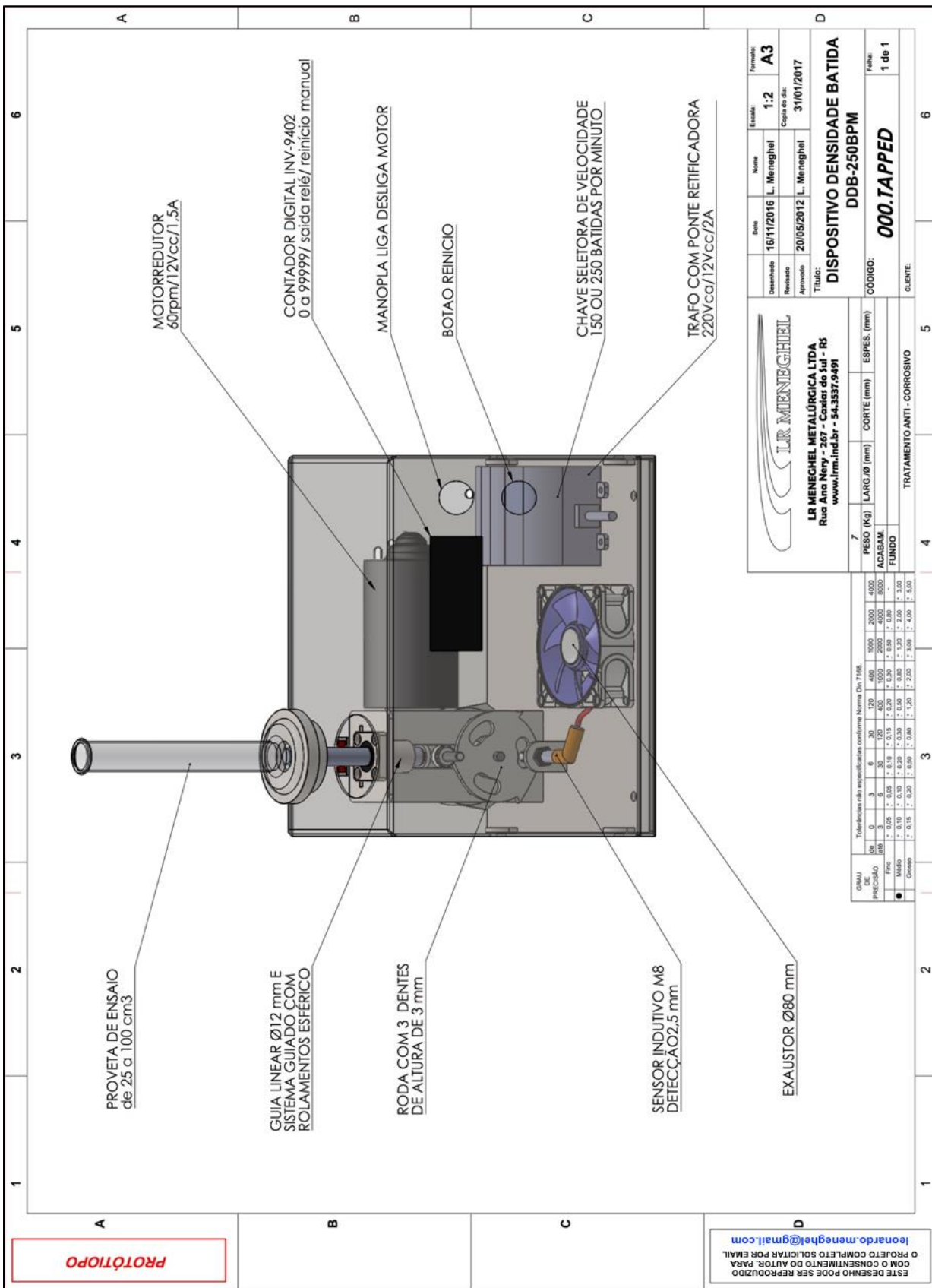
## ANEXO VIII – TAMANHO DE PARTÍCULA E PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS

Typical Properties of Particulate Materials.								
Particle size, $\mu\text{m}$	0.01	0.1	1	10	20	50	100	1000
Type	← nano →	← ultrafine →	← fine →	← medium →	← medium →	← single particles →	← coarse →	
Appearance	← sticky powder/lumps →							
Cohesivity	← strong →	← medium →	← medium →	← good →	← poor →			
Flowability dry	← poor →	← poor →	← (fairly) easy →	← (fairly) easy →	← (fairly) easy →	← (fairly) easy →	← (fairly) easy →	← (fairly) easy →
Aerability	← poor →	← poor →	← depends on solubility/swelling/wetting →	← easy (if non-soluble, non-swelling, wetted and setting suppressed) →	← easy (if non-soluble, non-swelling, wetted and setting suppressed) →	← easy (if non-soluble, non-swelling, wetted and setting suppressed) →	← easy (if non-soluble, non-swelling, wetted and setting suppressed) →	← easy (if non-soluble, non-swelling, wetted and setting suppressed) →
Dispersability	← (very) difficult →	← (very) difficult →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →
in air								
in liquid								
Attrition risk	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →
Breakage risk	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →
Degree of dusting	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →	← zero/small →
Aerosol transport distance	← large →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →
Deposition rate in air	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →
Sedimentation rate in water	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →	← zero/low →
Filterability	← zero/poor →	← high →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →
Dissolution rate	← (very)weak →	← Rayleigh →	← Mic →	← Fraunhofer →	← Fraunhofer →	← Fraunhofer →	← Fraunhofer →	← Fraunhofer →
Light scattering theor. model								
Turbidity particles in liquid	← zero/small →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →	← medium →

**Note:** The above properties depend on material properties, e.g., chemical composition, hygroscopicity, particle morphology, angularity, flakiness, density, brittleness, refractive index, etc. Annex 3B

FONTE: (48, P. 72)

ANEXO IX – EQUIPAMENTO DE DENSIDADE BATIDA



ESTE DESENHO PODE SER REPRODUZIDO  
 O PROJETO COMPLETO SOLICITAR POR EMAIL  
 leonardo.meneghel@gmail.com

## ANEXO X – TABELA DE PENEIRAS E CONVERSÕES

Internationale Analysensieb-Vergleichstabelle 2005 SIEBBÖDEN FÜR ANALYSENSIEBE (Prüfsiebe) Maschen- bzw. Lochweiten				125–1 mm TABLE 1			International Test Sieve Comparison Table 2005 TEST SIEVES, NOMINAL SIZES OF OPENINGS			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
ISO 565 · ISO 3310 Table 1, Millimetre sizes			DEU	FRA	GBR	NLD	USA		CAN	TYLER®
Hauptreihe Principal sizes R 20/3	ISO Nebenreihen Supplementary sizes R 20 R 40/3		DIN DIN ISO 3310	NF AFNOR NF ISO 3310	BSI BS 410 ISO 3310	N NEN 2560	ASTM E 11 # ASTM E 323 ●■	CGSB CAN/ CGSB- 8.2-M88 metric	TYLER Screen Scale	
	2000		2001	2000	2000	1998	2001		1988	1910
ISO 3310-1			Drahtgewebe #	125–1	125–1	125–1	125–1	125–1	125–1	26,5–1
ISO 3310-2			Rundlochung ●	125–1	125–1	125–1	125–1	125–1		
			Quadratlochung ■	125–4	125–4	125–4	125–4	125–3,35		
w	w	w	w	w	w	w	w	No.	w	Mesh
125	125	125	125	125	125	125	125	5 in.	125	
	112		112	112	112	112	112		112	
	100	106	106	106	106	106	106	4.24 in.		
			100	100	100	100	100	4 in. (b)	100	
90	90	90	90	90	90	90	90	3.1/2 in.	90.0	
	80		80	80	80	80	80		80.0	
		75	75	75	75	75	75	3 in.		
	71		71	71	71	71	71		71.0	
63	63	63	63	63	63	63	63	2.1/2 in.	63.0	
	56		56	56	56	56	56		56.0	
		53	53	53	53	53	53	2.12 in.		
	50		50	50	50	50	50	2 in. (b)	50.0	
45	45	45	45	45	45	45	45	1.3/4 in.	45.0	
	40		40	40	40	40	40		40.0	
		37,5	37,5	37,5	37,5	37,5	37,5	1.1/2 in.		
	35,5		35,5	35,5	35,5	35,5	35,5		35.5	
31,5	31,5	31,5	31,5	31,5	31,5	31,5	31,5	1.1/4 in.	31.5	
	28		28	28	28	28	28		28.0	
		26,5	26,5	26,5	26,5	26,5	26,5	1.06 in.		1.05 in.
	25		25	25	25	25	25	1 in. (b)	25.0	
22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	22,4	7/8 in.	22.4	.883 in.
	20		20	20	20	20	20		20.0	
		19	19	19	19	19	19	3/4 in.		.742 in.
	18		18	18	18	18	18		18.0	
16	16	16	16	16	16	16	16	5/8 in.	16.0	.624 in.
	14		14	14	14	14	14		14.0	
		13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	13,2	0.530 in.		.525 in.
	12,5		12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	1/2 in. (b)	12.5	
11,2	11,2	11,2	11,2	11,2	11,2	11,2	11,2	7/16 in.	11.2	.441 in.
	10		10	10	10	10	10		10.0	
		9,5	9,5	9,5	9,5	9,5	9,5	3/8 in.		.371 in.
	9		9	9	9	9	9		9.0	
8	8	8	8	8	8	8	8	5/16 in.	8.0	2.1/2
	7,1		7,1	7,1	7,1	7,1	7,1		7.10	
		6,7	6,7	6,7	6,7	6,7	6,7	0.265 in.		3
	6,3		6,3	6,3	6,3	6,3	6,3	1/4 in. (b)	6.30	
5,6	5,6	5,6	5,6	5,6	5,6	5,6	5,6	3.1/2	5.60	3.1/2
	5		5	5	5	5	5		5.00	
		4,75	4,75	4,75	4,75	4,75	4,75	4		4
	4,5		4,5	4,5	4,5	4,5	4,5		4.50	
4	4	4	4	4	4	4	4	4.00	5	5
	3,55		3,55	3,55	3,55	3,55	3,55		3.55	
		3,35	3,35	3,35	3,35	3,35	3,35	6		6
	3,15		3,15	3,15	3,15	3,15	3,15		3.15	
2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	2,8	7	2.80	7
	2,5		2,5	2,5	2,5	2,5	2,5		2.50	
		2,36	2,36	2,36	2,36	2,36	2,36	8		8
	2,24		2,24	2,24	2,24	2,24	2,24		2.24	
2	2	2	2	2	2	2	2	2.00	10	9
	1,8		1,8	1,8	1,8	1,8	1,8		1.80	
		1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	12		10
	1,6		1,6	1,6	1,6	1,6	1,6		1.60	
1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	14	1.40	12
	1,25		1,25	1,25	1,25	1,25	1,25		1.25	
		1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	1,18	16		14
	1,12		1,12	1,12	1,12	1,12	1,12		1.12	
1	1	1	1	1	1	1	1	1.00	18	16

Drahtgewebe # Woven Wire Cloth

Rundlochung ● Round Holes

Quadratlochung ■ Square Holes

(b) ASTM Supplementary values



Internationale Analysensieb-Vergleichstabelle 2005 SIEBBÖDEN FÜR ANALYSENSIEBE (Prüfsiebe) Maschen- bzw. Lochweiten				900-5 µm TABLE 2			International Test Sieve Comparison Table 2005 TEST SIEVES, NOMINAL SIZES OF OPENINGS					
1	2		3	4	5	6	7	8		9	10	11
ISO 565 · ISO 3310 Table 2, Micrometre sizes			DEU	FRA	GBR	NLD	USA		CAN	TYLER®		
Hauptreihe Principal sizes R 20/3 R 20 R 40/3			DIN ISO 3310	NF ISO 3310	BS 410 ISO 3310	NEN 2560	ASTM E 11 # ASTM E 161 ☐		CAN/ CGSB- 8.2-M88 metric	TYLER Screen Scale		
2000			2001	2000	2000	1998	2001 2000		1988	1910		
ISO 3310-1			Drahtgewebe #		900-20	900-20	900-20	900-20	850-20	850-20	900-32	850-20
ISO 3310-3			Electroformed ☐		500-5	500-5		500-5	500-5			
w			w	w	w	w	w	w	No.	w	Mesh	
	900	850	900	900	900	900	900	850	20	900	20	
	800		800	800	800	800	800			800		
710	710	710	710	710	710	710	710	710	25	710	24	
	630		630	630	630	630	630			630		
		600	600	600	600	600	600	600	30		28	
	560		560	560	560	560	560			560		
500	500	500	500	500	500	500	500	500	35	500	32	
	450		450	450	450	450	450			450		
		425	425	425	425	425	425	425	40		35	
	400		400	400	400	400	400			400		
355	355	355	355	355	355	355	355	355	45	355	42	
	315		315	315	315	315	315			315		
		300	300	300	300	300	300	300	50		48	
	280		280	280	280	280	280			280		
250	250	250	250	250	250	250	250	250	60	250	60	
	224		224	224	224	224	224			224		
		212	212	212	212	212	212	212	70		65	
	200		200	200	200	200	200			200		
180	180	180	180	180	180	180	180	180	80	180	80	
	160		160	160	160	160	160			160		
		150	150	150	150	150	150	150	100		100	
	140		140	140	140	140	140			140		
125	125	125	125	125	125	125	125	125	120	125	115	
	112		112	112	112	112	112			112		
		106	106	106	106	106	106	106	140		150	
	100		100	100	100	100	100			100		
90	90	90	90	90	90	90	90	90	170	90	170	
	80		80	80	80	80	80			80		
		75	75	75	75	75	75	75	200		200	
	71		71	71	71	71	71			71		
63	63	63	63	63	63	63	63	63	230	63	250	
	56		56	56	56	56	56			56		
		53	53	53	53	53	53	53	270		270	
	50		50	50	50	50	50			50		
45	45	45	45	45	45	45	45	45	325	45	325	
	40		40	40	40	40	40			40		
		38	38	38	38	38	38	38	400		400	
R*10	36		36	36	36	36	36			36		
32			32	32	32	32	32	32	450	32	450	
25			25	25	25	25	25	25	500		500	
20			20	20	20	20	20	20	635		635	
16 ☐			16 ☐	16 ☐			16 ☐	15 ☐				
10 ☐			10 ☐	10 ☐			10 ☐	10 ☐				
5 ☐			5 ☐	5 ☐			5 ☐	5 ☐				

Drahtgewebe # Woven Wire Cloth      Elektroformte Siebfolie ☐ Electroformed