

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ATOMIZAÇÃO A GÁS DO AÇO FERRAMENTA A2: EFEITO DOS
PARÂMETROS DE PROCESSO NAS CARACTERÍSTICAS DO PÓ

Laura Emi Tavoni Mathias

São Carlos-SP

2022

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ATOMIZAÇÃO A GÁS DO AÇO FERRAMENTA A2: EFEITO DOS
PARÂMETROS DE PROCESSO NAS CARACTERÍSTICAS DO PÓ

Laura Emi Tavoni Mathias

Projeto de Dissertação
apresentado ao Programa de Pós-Graduação
em Ciência e Engenharia de Materiais como
requisito parcial à obtenção do título de
MESTRA EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS

Orientador: Dr.Piter Gargarella

Agência Financiadora: (FAPESP - Processo: 2020/01452-6)

São Carlos-SP

2022

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus queridos pais, Maurício Mathias e Rosana Aparecida Tavoni Mathias, que sempre me apoiaram e cuidaram de mim durante toda a minha trajetória escolar e acadêmica. Meus pais sempre me incentivaram e incentivam-me a ser um ser humano melhor e estão sempre me apoiando nas minhas realizações pessoais e profissionais.

VITAE DO CANDIDATO

Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos – UFSCar 2018.



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Laura Emi Tavoni Mathias, realizada em 23/03/2022.

Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Piter Gargarella (UFSCar)

Prof. Dr. Claudio Shyinti Kiminami (UFSCar)

Prof. Dr. Eduardo Netto de Souza (Villares Metals)

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer imensamente ao meu orientador Piter Gargarella por ter acreditado e confiado em mim para a realização deste projeto, além de todo suporte, orientação, disponibilidade e por toda a troca de conhecimento durante todo o projeto.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

À FAPESP- Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pela concessão da bolsa de mestrado oriunda do Projeto Jovem Pesquisador, cujo número do processo é 2020/01452-6.

Ao Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), todo corpo docente e corpo técnico, em especial Edson D'almeida (Beto), Rover Belo, Water Mariano, Felipe e Rhuan por todo suporte para a condução da pesquisa.

À empresa Villares Metals S.A pela doação do material utilizado nesta pesquisa, o aço ferramenta AISI A2, comercialmente conhecido como VA2.

Ao Laboratório de Materiais Vítreos (LaMaV – UFSCar), em especial ao professor Dr. Murilo Camuri Crovace pelo auxílio e a realização dos ensaios de difração a laser dos pós.

Ao Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM) onde foram realizadas as análises de MEV, EDS e centelhamento.

Ao professor Claudio Kiminami e Claudemiro Bolfarini pela colaboração durante o período de qualificação e durante a defesa, novamente ao professor Claudio Kiminami e também ao Dr. Eduardo Netto de Souza.

Aos colegas de trabalho: Vitor Pinotti, Bruna Batistao, Pâmela Bomfim, Gustavo Figueira, Aylanna Marques, Adriel Pugliese e Nicolas Rojas por todo auxílio, trabalho em equipe, escrita de artigo, sugestões, discussões enriquecedoras e suporte emocional.

RESUMO

A atomização a gás é a principal rota de processamento de pós para a manufatura aditiva (MA). Este processo produz pós metálicos majoritariamente esféricos e finos, com elevado rendimento na faixa granulométrica para aplicações na MA. Além disso, é um processo de solidificação rápida que garante homogeneidade química e elevado grau de refinamento microestrutural. As ligas ferrosas possuem um grande espectro de propriedades e baixo custo, em que os aços ferramenta são uma classe especialmente importante para aplicações industriais. Esta dissertação produziu pós do aço ferramenta A2 por atomização a gás e avaliou a influência de parâmetros do processo nas características do pó produzido. O levantamento bibliográfico realizado não indicou a existência de um estudo sistemático sobre atomização e MA deste aço. Assim, analisar o processo de atomização a gás deste material é importante para garantir a produção de pós com características adequadas. Utilizando a ferramenta estatística de planejamento de experimentos (*DOE*), dois parâmetros de processamento foram avaliados: pressão de atomização e o superaquecimento do líquido. As variáveis respostas analisadas foram morfologia, tamanho médio e distribuição do tamanho de partículas, densidade e fluidez. Para caracterizar o pó foram utilizadas as técnicas de difração a laser, peneiramento, microscopia eletrônica de varredura, análise química por EDS, medidas de fluidez por funis de Hall e Carney e densidade por picnometria de Hélio e densidade aparente. O processo de atomização a gás do aço A2 apresentou-se adequado para a produção de pós para aplicações na MA. Também foi validado o modelo proposto por Lubanska que relaciona o diâmetro médio mássico das partículas com os parâmetros do processo. Além disso, o processo com o menor nível de pressão (20 Bar) e maior superaquecimento (300 K) apresentou a menor razão gás/metálico além de diâmetro médio das partículas (D50) e distribuição de tamanho de partícula similares aos demais pós produzidos.

Palavras-chave: Atomização a gás; Aço AISI A2; pressão de atomização; superaquecimento; manufatura aditiva.

ABSTRACT

GAS ATOMIZATION OF A2 TOOL STEEL: EFFECT OF PROCESS PARAMETERS ON POWDER CHARACTERISTICS

Gas atomization is the main method in powder metallurgy to produce powders for additive manufacturing (AM). The gas atomization process allows generally spherical and very fine metallic powders with great yield on the particle size range for AM applications. Moreover, this is a rapid solidification process that ensures chemical homogeneity and a high degree of microstructural refinement. Iron-based alloys have wide properties range and low cost, in which tool steels are especially important for industrial applications. This project produced A2 tool steel powders by gas atomization and evaluated the influence of the process parameters on the characteristics of the powders. No systematic study has been carried out on atomization and AM of this tool steel. Thus, analyzing the gas atomization process of this material is important to ensure the production of powders with proper characteristics. The statistical tool of design of experimental (DOE) was applied, and the atomization pressure and melt superheat process parameters were analyzed. The response variables analyzed were morphology, median particle size, particle size distribution, density and flowability. The powder characterization was done by laser diffraction, sieving, scanning electron microscopy, chemical analyses by EDS, flowability by Hall and Carney Flowmeter Funnel, density by helium pycnometry and apparent density. This study showed that the gas atomization process of the A2 tool steel was suitable for the production of powders for applications in AM. The model proposed by Lubanska, which formulate the mass median particle diameter, was also validated. Furthermore, the process with the lowest pressure level (20Bar) and the highest melt superheat (300K) has the lowest gas/metal ratio and mean particle size (D50) and particle size distribution similar to the other powders produced.

Keywords: Gas atomization; AISI A2 Steel; atomization pressure; overheating; additive manufacturing.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO	v
ABSTRACT.....	vii
ÍNDICE DE ASSUNTOS	ix
ÍNDICE DE TABELAS.....	xiii
INDICE DE FIGURAS.....	xvii
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS	xxiii
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DA LITERATURA	5
2.1. AÇO FERRAMENTA A2.....	5
2.2. ATOMIZAÇÃO A GÁS.....	9
2.2.1. MECANISMOS DA ATOMIZAÇÃO A GÁS.....	14
2.2.2. PARÂMETROS DO PROCESSO.....	20
2.2.2.1. PRESSÃO DE ATOMIZAÇÃO.....	20
2.2.2.2. SUPERAQUECIMENTO DO METAL LÍQUIDO.....	21
2.2.2.3. DIÂMETRO DA ABERTURA DO BOCAL DE LÍQUIDO	23

2.2.2.4. OUTROS	27
2.3. CARACTERÍSTICAS DO PÓ	28
2.3.1. TAMANHO DE PARTÍCULA.....	28
2.3.2. MORFOLOGIA DA PARTÍCULA	32
2.3.3. MICROESTRUTURA.....	35
2.3.4. DEFEITOS.....	37
2.4. PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS	40
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	45
3.1. MATERIAIS	46
3.2. MÉTODOS	46
3.2.1. PLANEJAMENTO DOS EXPERIMENTOS DE ATOMIZAÇÃO A GÁS	46
3.2.2. PRODUÇÃO DAS CARGAS	48
3.2.3. ATOMIZAÇÃO A GÁS.....	49
3.2.4. CARACTERIZAÇÃO.....	50
3.2.4.1. TAMANHO DE PARTÍCULAS DO PÓ.....	50
a) DIFRAÇÃO A LASER:.....	50
b) PENEIRAMENTO.....	51
3.2.4.2. ANÁLISE QUÍMICA	52
a) ESPECTROSCOPIA DE EMISSÃO ÓTICA	52

b) ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS).....	52
3.2.4.3. MORFOLOGIA DAS PARTÍCULAS	52
a) MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	52
b) MICROSCOPIA ÓTICA.....	53
3.2.4.4. DENSIDADE DO PÓ	53
a) DENSIDADE APARENTE DO PÓ.....	53
b) DENSIDADE POR PICNOMETRIA DE GÁS HÉLIO.....	53
3.2.4.5. FLUIDEZ DO PÓ	54
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	55
4.1. MODELAMENTO MATEMÁTICO.....	55
4.2. CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS	66
5.1.1. CARACTERIZAÇÃO DO PÓ DA GARRAFA PRINCIPAL	76
5.1.1.1. PENEIRAMENTO.....	76
5.1.1.2. DIFRAÇÃO A LASER.....	79
5.1.1.3. ANÁLISES QUÍMICAS	81
5.1.1.4. ANÁLISES MORFOLÓGICAS.....	83
5.1.1.5. DENSIDADE.....	90
5.1.1.6. FLUIDEZ.....	93
6. CONCLUSÃO.....	97

7. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA..... 99

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
<p>Tabela 1 - Matriz de projeto e os sinais para os efeitos no projeto fatorial 2^2.....</p>	42
<p>Tabela 2 - Tabela contendo a composição química do aço AISI A2 em % em massa segundo fonte da empresa fornecedora [70].</p>	46
<p>Tabela 3 – Faixa de composição química do aço AISI A2 segundo a norma ASTM A681-08:.....</p>	46
<p>Tabela 4 – Tabela contendo os fatores e seus respectivos níveis máximos e mínimos determinados para o DOE.</p>	47
<p>Tabela 5 – Tabela composta pelos quatro experimentos planejados contendo a combinação dos parâmetros pressão de atomização (P) e superaquecimento (ΔT) e seus respectivos níveis.</p>	48
<p>Tabela 6 – A tabela apresenta os valores dos parâmetros do processo h_m, P_m, d_o, ΔT e P e sua influência na variação percentual em relação a resposta D_{50} para os valores calculados teoricamente e os valores obtidos experimentalmente.....</p>	56
<p>Tabela 7 - Tabela contendo as variáveis físicas do aço A2 viscosidade cinemática (ν_m), tensão superficial (σ_m) e densidade (ρ_m) para cada condição de superaquecimento do processo.</p>	57
<p>Tabela 8 – Tabela contendo as variáveis velocidade do gás (U_g), fluxo mássico de metal (M) e fluxo mássico de gás (G) para cada condição de superaquecimento e pressão.</p>	58

Tabela 9 – Tabela contendo os valores de $D_{50} \pm 1,1$ obtidos por cálculos teóricos utilizando a equação de Lubanska e os valores experimentais. 59

Tabela 10 - Tabela contendo a análise de variância ANOVA para os dois fatores pressão e superaquecimento em que os parâmetros apresentados são o grau de liberdade (GL), a soma dos quadrados (SQ), a média dos quadrados (QM), o valor F e o valor P 65

Tabela 11 - Tabela contendo os parâmetros do processo pressão (P) e superaquecimento (ΔT), o parâmetro GMR , o rendimento do processo em pó (%), a porcentagem em massa do pó coletado pelo ciclone, o rendimento do pó na faixa de 20-75 μm e o D_{50} em μm obtidos das análises de difração a laser do pó global do processo. 67

Tabela 12 – Tabela contendo os principais dados obtidos das curvas de distribuição granulométrica obtidas na análise por difração a laser dos pós atomizados. Os dados D_{10} , D_{50} , D_{90} são obtidos da curva cumulativa em % de volume a 10%, 50% e 90 %, respectivamente, $\sigma_{84} / \sigma_{50}$ e $\sigma_{50} / \sigma_{84}$, as faixas dos inter decil (IDR), e os valores de largura meia altura ($FWHM$) das curvas de distribuição granulométrica com seus respectivos coeficientes de ajuste dos modelos estatísticos propostos R^2 70

Tabela 13 – Tabela contendo os valores de fluidez de Hall para as condições original do pó da garrafa principal na faixa de 20-75 μm e a mistura com o pó do ciclone, nas condições anterior e posterior a secagem. N/F significa que o pó não fluiu. 75

Tabela 14 – Tabela contendo os valores dos coeficientes a, b, c e d dos ajustes matemáticos das atomizações 01, 02, 03 e 04. 78

Tabela 15 – Tabela contendo os valores calculados de D_{10} , D_{50} , D_{90} a partir da equação 4.3 e os valores dos $IDRs$ calculados ($D_{90} - D_{10}$). 79

Tabela 16 - Tabela contendo os valores de D_{10} , D_{50} , D_{90} e o IDR obtidos da difração a laser..... 80

Tabela 17 - Tabela contendo a composição química do aço A2 definida pela norma ASTM A681, do fornecedor, do lingote obtido pela técnica de centelhamento e EDS e a média obtida por EDS para os pós das 04 atomizações..... 83

Tabela 18 - Tabela contendo a média e o desvio padrão em segundos (s) da fluidez obtida do Funil de Hall para os quatro pós atomizados na faixa granulométrica de 20-75 μm , após repeneiramento, após secagem e o pó repeneirado e secado..... 94

INDICE DE FIGURAS

	Pág.
<p>Figura 1 – Microestrutura do aço ferramenta A2. A) Condição recozida – carbeto esferoidais em uma matriz ferrítica. B) Austenitizado a 955°C, resfriado ao ar, duplamente revenido a 232°C por duas horas cada – carbeto em uma matriz de martensita revenida. C) Austenitizado a 1010°C, resfriado ao ar, sem revenimento – carbeto em uma matriz de martensita e austenita retida, estrutura de grãos grosseiros e carbeto fundidos indicando superaquecimento. D) Austenitizado a 982°C, resfriado ao ar até 204°C, duplamente revenido a 510°C por 2 horas cada – carbeto, martensita e martensita revenida e austenita retida [3].</p>	8
<p>Figura 2 - Diagrama esquemático mostrando o princípio da atomização a gás [29].</p>	11
<p>Figura 3 - Desenho esquemático mostrando as duas geometrias do bocal de saída do metal líquido: em queda livre (<i>free fall</i>) e confinado (<i>close-coupled</i>) [5].</p>	12
<p>Figura 4 – Design dos bocais de atomização a gás dos processos <i>close-coupled</i>: a) bocal tradicional e b) bocal De Laval [13].</p>	13
<p>Figura 5 - Modelo para a desintegração de um filme líquido por um jato de gás de alta velocidade [35].</p>	15
<p>Figura 6 - Fluxo de metal líquido e padrão de atomização: espalhamento lateral ocorre na saída do tubo de vazamento do líquido e um formato cônico é formado pela influência do jato de gás [37].</p>	16
<p>Figura 7 – Representação esquemática da zona de recirculação do gás [38].</p>	17

Figura 8 – a) Resistência capilar versus diâmetro do bocal para o caso do ângulo de contato líquido/sólido de 150° para diferentes metais e **b)** Resistência capilar versus ângulo de contato líquido/sólido para o caso do diâmetro do bocal de 1,0 mm para diferentes metais [14]. 24

Figura 9 – Pressão viscosa versus diâmetro do bocal para diferentes metais para comprimento do capilar de 40 mm e velocidade de descarga do líquido de 5 m/s [14]. 25

Figura 10 – Resistência ao fluxo de metal versus diâmetro do bocal para diferentes metais, com comprimento do capilar de 40 mm, velocidade de descarga de 5 m/s e ângulo de contato de 150° [14]. 26

Figura 11 - Curva de distribuição de tamanho de partículas do aço H13 atomizado a gás [52]. 29

Figura 12 - Variação do tamanho médio do pó de latão em função do GMR em kg/kg [30]. 32

Figura 13 - Imagem de MEV do aço H13 atomizado a gás [61]. 34

Figura 14 - Principais tipos de microestruturas de solidificação presentes em partículas super resfriadas de aços ferramenta ao Cr-Mo-V: a) monoblocos de dendritas de autenita em eutético austenita-carboneto, b) fragmentos de braços secundários de dendritas, c) composto – dendritas e grãos equiaxiais ou dendritas e fragmentos de dendritas, d) celular (grão refinado) – fragmentos de dendritas esferoidizados e partículas quase globular (células) localizadas no eutético [62]. 36

Figura 15 – O mecanismo de formação dos sacos é descrito esquematicamente em que a lâmina formada pode percorrer dois caminhos distintos: despedaçar-se em gotículas ou, caso a viscosidade aumente substancialmente, colapsar sobre si mesma formando uma partícula oca com bolhas de gás aprisionadas em seu interior [63]. 38

Figura 16 – Imagem de microscopia eletrônica de varredura da secção transversal do pó de H13 atomizado a gás [52].	39
Figura 17 - Fluxograma da metodologia experimental desenvolvida durante o presente projeto de pesquisa.	45
Figura 18 - Produção dos lingotes: a) forno carregado com os arames, e b) lingotes prontos.	49
Figura 19 - Imagem do atomizador a gás HERMIGA 75/5VI.	50
Figura 20 – Valores de D_{50} calculados baseado no modelo de Lubanska comparados aos valores de D_{50} obtidos experimentalmente. Os rótulos dos dados são a pressão de atomização (Bar) e o superaquecimento (K).	60
Figura 21 – Gráfico dos valores de D_{50} versus GMR obtidos pelos cálculos teóricos e pelos dados experimentais.	61
Figura 22 - Gráfico de superfície da variável resposta D_{50} obtida pelo efeito conjunto dos parâmetros do processo pressão de atomização e superaquecimento do metal líquido e gráfico no canto superior direito de outra vista lateral. Gráfico obtido do software de análise de dados <i>Origin</i>	63
Figura 23 - Gráfico da interação entre os dois fatores pressão e superaquecimento no diâmetro médio das partículas (D_{50}).	64
Figura 24 - Figura contendo os gráficos das curvas de distribuição granulométrica obtidas por difração a laser dos pós das quatro atomizações com seus respectivos parâmetros de processo P e ΔT , GMR calculados e D_{50} obtidos: a) Atomização 01; b) Atomização 02, c) Atomização 03 e d) Atomização 04. .	69
Figura 25 – Foto da base do atomizador mostrando onde se localizam os dois tipos de coletores (ciclone e garrafa principal).	72

Figura 26 – Figura contendo gráficos das curvas de distribuição granulométrica obtidas por difração a laser dos pós armazenados no ciclone para as quatro atomizações: a) Atomização 01; b) Atomização 02, c) Atomização 03 e d) Atomização 04. 73

Figura 27- Figura contendo gráficos das curvas de distribuição granulométrica obtidas por difração a laser dos pós armazenados na garrafa principal para as quatro atomizações: a) Atomização 01; b) Atomização 02, c) Atomização 03 e d) Atomização 04..... 74

Figura 28 – Curvas de distribuição granulométrica mássica dos pós armazenados na garrafa principal obtidas por peneiramento: a) Atomização 01; b) Atomização 02, c) Atomização 03 e d) Atomização 04. 77

Figura 29 – Espectro de raios-X característicos das partículas na faixa de 75-106 μm do pó da atomização 01. 82

Figura 30 - Imagens de MEV-SE da atomização 01 das seguintes faixas granulométricas: a) < 20 μm , b) 20-45 μm , c) 45-75 μm , d) 75-106 μm e e) 106-150 μm 84

Figura 31 - Imagens de MEV-SE da faixa granulométrica de 45-75 μm das atomizações: a) 01, b) 02, c) 03 e d) 04. 86

Figura 32 – Imagens de microscópio ótico da sessão das partículas dos pós da atomização 01 coletados pela a) garrafa principal e b) ciclone. 88

Figura 33 - Imagens de microscópio ótico da sessão das partículas dos pós da atomização 01 coletados pela garrafa principal nas respectivas faixas granulométricas a) <20 μm , b) 20-45 μm , c) 45-75 μm , d) 75-106 μm e e) 106-150 μm 89

Figura 34 - Gráfico da densidade esquelética do pó em função do diâmetro da partícula para as diferentes faixas granulométricas do pó da atomização 01..... 91

Figura 35 - Gráfico comparativo da densidade esquelética do pó das quatro atomizações em função do diâmetro da partícula para as faixas granulométricas de 20-45 μm e 45-75 μm 92

Figura 36 – Densidade Aparente de Carney para os pós das quatro atomizações abrangendo as faixas de tamanho de partícula de 20-75 μm com desvio padrão das medidas de 0,001 g/cm^3 93

SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

Ma : número de Match

We : número de Weber

v : velocidade do gás

c_s : velocidade do som

ρ_m : densidade do metal líquido

ρ_g : densidade do gás

d_0 : diâmetro do bocal de líquido

σ_m : tensão superficial do líquido

U_g : velocidade relativa entre gás e líquido

R : constante universal dos gases [8,314 J/Kmol]

T : temperatura

MM : massa molar do argônio

$k = C_p/C_v$: coeficiente entre as capacidades caloríficas do gás a pressão e a volume constante.

ΔP : pressão de sucção

P_t : pressão no bocal de metal

P_a : pressão atmosférica

g : aceleração da gravidade

U_l : velocidade do metal líquido

h_m : altura do metal líquido

G : fluxo mássico de gás

M : fluxo mássico de metal

P : pressão do gás

a : diâmetro do bocal de gás

η : viscosidade dinâmica

ν : viscosidade cinemática

ρ_s : resistência capilar

ρ_v : pressão viscosa

Θ : ângulo de contato líquido/ sólido

L : comprimento do capilar do atomizador

P_m : pressão aplicada no tundish

1. INTRODUÇÃO

As ligas ferrosas, em especial os aços, são os principais materiais de engenharia utilizados estruturalmente e desempenham um papel importante em todos os setores da economia. Sua produção está em constante expansão, tendo sua produção mundial triplicada desde a década de 70, período em que o Brasil teve sua produção multiplicada pelo fator seis [1, 2]. Dentre as classes dos aços, os aços ferramentas são materiais bastante utilizados na indústria, principalmente para trabalhar e moldar outros materiais. Sendo assim, suas propriedades desejadas são alta resistência ao desgaste, elevada dureza, boa resistência à quente, estabilidade dimensional e resistência mecânica suficiente para trabalhar os demais materiais [3].

A rota de processamento pela metalurgia do pó é importante, pois confere a esses materiais tamanhos e distribuição mais uniforme de carbeto, especialmente em largas sessões, além de reduzir a segregação química [4]. A metalurgia do pó é conhecida há milênios, sendo a moagem sua principal técnica que permitia a redução posterior dos minérios em seus respectivos metais. Com os avanços tecnológicos, os pós produzidos passaram a ser utilizados na prensagem e posterior sinterização para a fabricação de artigos sólidos. A metalurgia do pó também permite produzir materiais compósitos, confeccionar produtos porosos e a produção de partes *near-net-shape* [5, 6]. Comparada as rotas de fundição tradicionais, a metalurgia do pó é aplicada a um maior número de metais e ligas, permite a mistura de diferentes materiais gerando maior flexibilidade composicional, confere maior homogeneidade química, aumenta o grau de refinamento microestrutural, além de ser aplicável a materiais de difícil processamento por fundição ou conformação mecânica [6].

As rotas de processamento da metalurgia do pó envolvem diversos métodos de produção de pós metálicos que partem de princípios mecânicos, químicos e eletroquímicos [7]. Cada método de produção confere aos pós características particulares com relação a morfologia, distribuição de tamanho de partículas, composição e pureza [5, 6]. O principal método de produção de pó

metálico é a atomização, cujo princípio é a desintegração do metal em seu estado líquido. Esta é uma técnica extensamente utilizada com aplicações em uma ampla gama de metais e ligas, especialmente a atomização a gás utilizando gases inertes [6]. Tipicamente, este método produz pós esféricos com distribuição de tamanho do tipo log normal, com tamanho de partícula variando de 10 a 300 μm [7]. O processo é governado por um grande número de parâmetros operacionais, além da própria geometria do atomizador. Os principais parâmetros operacionais são a pressão do gás atomizador, diâmetro do bocal e o superaquecimento do metal líquido [5, 6, 8]. Esses parâmetros, quando criteriosamente controlados, permitem elevar o rendimento da produção de pós mais finos [7].

Dessa forma, a atomização a gás é uma rota de processamento extremamente importante para fabricação de pós metálicos, principalmente para aplicações nos processos de manufatura aditiva (MA). Os processos de MA são capazes de produzir peças “*near-net-shape*” com maior liberdade de design, permitindo a customização e redução de desperdício de matéria prima, além de possibilitar a redução do peso das partes produzidas e de etapas do processo [9–11]. A técnica de fusão de camada de pó por laser (*Laser Powder Bed Fusion – L-PBF*) é uma das principais classes de processos da MA, com espessura de camada variando de 30 a 50 μm [9, 12]. Os estudos indicam que estes pós devem ter tamanho máximo em torno de 100 μm , com faixas aproximadamente de 15 – 60 ou 15 - 80 μm [10, 12]. Além disso, pós esféricos e com superfície lisa permitem maior fluidez, espalhamento das camadas e empacotamento das partículas, conferindo camadas de pós mais uniformes e mais densas. Entre os parâmetros do processo L-PBF, a matéria prima inicial tem uma influência extremamente importante na qualidade da peça produzida [13, 14].

Entre os materiais de maior interesse para serem utilizados em MA estão os aços. Porém, poucos trabalhos são encontrados referentes a MA de aços ferramenta, principalmente quando se trata de aço ferramenta para trabalho a frio como o aço A2. O aço ferramenta para trabalho a frio A2 é utilizado na

produção de diversos tipos de ferramentas, principalmente moldes e matrizes. Como é um material com elevado potencial a segregação química, as altas taxas de resfriamento durante a manufatura aditiva podem conferir maior homogeneidade e refinamento microestrutural. Dessa forma, produzir ferramentas através da MA permite produzir partes com propriedades mecânicas superiores, além de ser economicamente sustentável. Apesar das vantagens de se confeccionar ferramentas e matrizes por MA, não há relatos na literatura de estudos sistemáticos sobre a atomização a gás do aço A2. A utilização do recurso estatístico de projeto de experimento (DOE) para explorar o processo de atomização a gás desta liga é importante para a obtenção de conclusões válidas e sólidas sobre a influência das variáveis do processo de atomização nas características do pó produzido.

Frente a isso, este projeto estudou a atomização a gás do aço A2 e analisou a influência de parâmetros do processo nas características do pó produzido. O projeto teve como objetivo determinar o conjunto de parâmetros ótimos para a produção de pós adequados para o processo de manufatura aditiva, além de verificar a aplicação do modelo de Lubanska, que relaciona o diâmetro médio das partículas com os parâmetros do processo. Dessa forma, a influência das variáveis de processo pressão de atomização e superaquecimento do líquido e da relação entre os fluxos mássicos gás-metal foram analisadas com o auxílio da ferramenta estatística *DOE*. As variáveis respostas avaliadas foram as características dos pós como tamanho médio e distribuição do tamanho de partículas, morfologia, densidade e fluidez.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1. AÇO FERRAMENTA A2

Durante toda a evolução da humanidade, a relação entre homem e material foi primordial. Algumas eras, inclusive, receberam nomes de materiais, como por exemplo a Idade da Pedra e a Idade dos Metais e, atualmente, a Idade do Silício. A idade do Ferro teve início em 1200 A.C e, à medida que foram ocorrendo avanços metalúrgicos, o aço passou a desempenhar um papel fundamental no desenvolvimento da sociedade [15]. Ainda nos dias atuais, a produção do aço é um forte indicador do estágio do desenvolvimento econômico de um país [16]. A produção mundial de ferro passou de $0,6 \times 10^9$ ton/ano na década de 70 para $1,87 \times 10^9$ ton/ano em 2019, e o Brasil no mesmo período teve sua produção multiplicada por um fator de seis. No mesmo ano, a China liderou a produção mundial de aço bruto, correspondendo a 53% do total e o Brasil ficou em nono lugar, com 1,7%. No cenário nacional, a participação dos setores consumidores de produtos siderúrgicos em 2019 foram de 37,6% na construção civil, 24,1% do setor automotivo, 20,5% do setor de bens de capital, 5,3% setor de utilidades domésticas e comerciais e 12,5% outros setores [1, 2]. Os aços são materiais de engenharia que desempenham um papel importante em todos os setores da economia. Os materiais metálicos são classificados de maneira geral entre ligas ferrosas e não ferrosas. Entre as ligas ferrosas, tem-se a subclassificação entre os aços e ferros fundidos. De acordo com o diagrama de fases ferro-carbono, o aço possui um teor de carbono de no máximo 2,11% peso [17, 18]. Além disso, os aços podem ser classificados de acordo com sua composição química, método de fabricação, aplicação final, formato do produto, microestrutura, tratamento térmico, entre outras formas. Porém, a classificação com base na composição química é a mais utilizada entre os principais sistemas de classificação dos ferros fundidos e aços: “American Iron and Steel Institute – AISI” e “Society of Automotive Engineers – SAE” [4, 17].

Aços ferramentas são utilizados para conformar outros materiais em formatos desejados. São aços carbonos ou ligados capazes de serem temperados e endurecidos [3]. Em operação, a maioria das ferramentas são

submetidas a carregamentos extremamente elevados e de aplicações rápidas. Dessa forma, estes materiais devem resistir a tais carregamentos grande número de vezes sem fraturar, deformar ou se desgastar excessivamente. Além disso, em muitas aplicações, os aços ferramentas devem apresentar essa capacidade sob condições de uso em altas temperaturas [4]. As principais características dos aços ferramentas são estabilidade dimensional e elevada temperabilidade, com propriedades desejáveis como elevada dureza a temperatura ambiente, resistência ao desgaste, resistência mecânica, elevada tenacidade, resistência mecânica e dureza a quente [3, 17]. Os principais elementos de liga destes aços são: Si, Mn, Cr, V, W, Co e Mo. Estes elementos elevam a temperabilidade, favorecem a formação de carbeto estáveis, duros e resistentes ao desgaste e conferem maior tenacidade e dureza a quente. A seleção do aço ferramenta depende de sua aplicação e das principais propriedades requeridas para tal. Assim, haverá uma combinação ótima dessas propriedades, visto que geralmente há um comprometimento entre as propriedades mecânicas dos materiais, como no caso de maximização da dureza, que acaba comprometendo a tenacidade [4, 17]. Além disso, o tratamento térmico é a fase mais importante na fabricação dos aços ferramentas, pois determina a estrutura e as propriedades finais da liga de acordo com as condições e necessidades de serviço [17]. Segundo o sistema americano AISI, a classificação dos aços ferramentas ocorre em sete categorias de acordo com método de têmpera, aplicação, características específicas e composição que são: temperáveis em água (W), resistentes ao choque (S), para moldes (P), para trabalho a frio (O, A, D), trabalho a quente (H), aços rápidos (T e M) e para fins especiais (L e F) [3, 4, 17].

Os aços ferramentas para trabalho a frio são classificados em: temperáveis à óleo (tipo O), temperáveis ao ar (tipo A) e alto carbono e alto cromo (tipo D). São aços também chamados de indeformáveis por sofrerem menores distorções durante o tratamento térmico de têmpera. Os aços tipo O apresentam profundidade de endurecimento média, com baixa dureza a quente. Já o grupo de aços tipo A apresenta grande profundidade de endurecimento

comparados ao tipo O. Apesar de possuírem temperaturas de têmpera mais elevadas, os aços tipo A apresentam empenamento mínimo durante o tratamento térmico, sendo recomendados para aplicações em matrizes de geometrias complexas. Aliado à isso, a elevada resistência ao desgaste e a elevada tenacidade tornam estes materiais adequados para a fabricação de punções e matrizes de diversos tipos [17]. No entanto, não possuem teor de liga suficiente para torná-los resistentes ao amolecimento em elevadas temperaturas, restringindo-os a aplicações que não envolvem uso prolongado ou aquecimentos repetidos acima de 250°C. Os aços ferramentas a frio, média liga, endurecidos ao ar (grupo A) contém elementos de liga suficientes para que sessões de até 102 mm de diâmetro sejam completamente endurecidas por resfriamento ao ar, a partir da temperatura de austenitização. Também é o grupo que apresenta distorção mínima e maior segurança durante o endurecimento [4]. Mn, Cr e Mo são os principais elementos de liga. Os tipos A2, A3, A7, A8 e A9 contém alto percentual de cromo (5,0%), conferindo-lhes uma resistência a quente moderada. Já os tipos A4, A6 e A10 têm baixo teor de cromo (1,0%) e alto teor de manganês (2,0%), sendo endurecíveis a partir de baixas temperaturas (110°C) [3, 4]. As principais aplicações dessa classe de aços são matrizes de estampagem, prensagem e cunhagem. A complexa microestrutura composta por carbeto de Cr e Cr-V dispersos na matriz martensítica beneficiam sua resistência ao desgaste [3, 4].

O aço ferramenta a frio endurecido ao ar do tipo A2 é utilizado em aplicações em que a tenacidade é mais importante que a resistência ao desgaste. A dissolução dos elementos de liga Cr, Mo e V na austenita torna esta liga altamente endurecível. Seções relativamente grandes podem ser endurecidas ao ar após tratamento de austenitização. Isto permite aplicações em matrizes com sessões mais largas e que requerem maior estabilidade dimensional e segurança durante o tratamento térmico. A microestrutura deste aço recozido é composta de ferrita com aproximadamente 15% em peso de carbeto, principalmente dos tipos M_7C_3 e $M_{23}C_6$. Quando austenitizado, a partir de 927°C, inicia-se a dissolução da maioria do C, Cr, Mo e V, permanecendo ainda carbeto residuais em torno de 5%. Para a completa dissolução destes

carbeto, deve-se austenitizar o aço em temperaturas acima de 970°C. Porém, para que não ocorra o superaquecimento gerando grãos grosseiros, evita-se temperaturas superiores a 1010°C [3]. Na **Figura 1** estão contidas micrografias do aço ferramenta A2 em algumas condições.

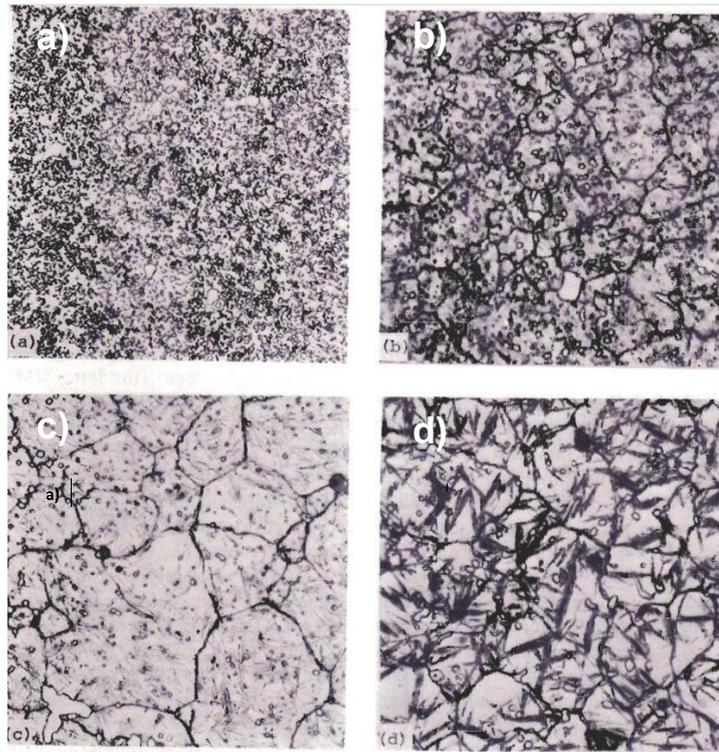


Figura 1 – Microestrutura do aço ferramenta A2. A) Condição recozida – carbeto esferoidais em uma matriz ferrítica. B) Austenitizado a 955°C, resfriado ao ar, duplamente revenido a 232°C por duas horas cada – carbeto em uma matriz de martensita revenida. C) Austenitizado a 1010°C, resfriado ao ar, sem revenimento – carbeto em uma matriz de martensita e austenita retida, estrutura de grãos grosseiros e carbeto fundidos indicando superaquecimento. D) Austenitizado a 982°C, resfriado ao ar até 204°C, duplamente revenido a 510°C por 2 horas cada – carbeto, martensita e martensita revenida e austenita retida [3].

Os aços ferramentas possuem forte tendência à segregação devido à concentração de soluto em regiões específicas em razão da redistribuição de soluto que ocorre durante a solidificação. Assim, os processos de solidificação

rápida, em especial a atomização a gás, possui a vantagem de produzir uma microestrutura com carbeto uniformemente e homoganeamente distribuídos. Ou seja, são processos que reduzem a segregação em escala micro e macroscópica, eliminam as trincas de solidificação e a tendência a heterogeneidades na microestrutura, garantindo melhores propriedades ao produto final. Além disso, a metalurgia do pó é a rota empregada para materiais extremamente duros que são difíceis de serem produzidos através da rota de fundição tradicional que requerem operações mecânicas de acabamento [4].

Os aços em geral, por possuírem elevado ponto de fusão, são pouco utilizados para o estudo do processo de atomização em si. Apenas alguns estudos sobre a confecção de barras através da técnica de *Spray forming* foram encontrados sobre o aço D2 [19]. Já para os processos de MA, o A2 é estudado apresentando peças com bom desempenho [20], mas apenas o aço ferramenta a quente H13 possui estudos mais consistentes [21]. Assim, estudos sobre o processo de atomização a gás de aços ferramentas são escassos na literatura, não havendo relatos especialmente sobre a atomização do aço A2.

2.2.ATOMIZAÇÃO A GÁS

A atomização é uma das principais rotas de processamento no contexto da metalurgia do pó. Seu princípio é a desintegração do metal líquido causada pela interação com fluido atomizador de elevada energia cinética [5, 6]. Teoricamente, qualquer material disponível na forma líquida pode ser atomizado. Embora a reatividade química de cada material limite a atmosfera e o meio atomizador, sua atomização independe das propriedades físicas e mecânicas usuais associadas ao material sólido. Assim, aplica-se a uma ampla faixa de ligas e é o método mais empregado especialmente por permitir produzir metais de alta pureza e partir de pós pré-ligados, ou seja, misturas de pós para modificação de ligas [22]. Os processos de atomização são inúmeros, sendo classificados basicamente com relação a forma de fusão do material, forma de fornecimento de energia para desintegração do líquido e tipo e geometria do bocal utilizado [6, 13]. No entanto, os métodos de atomização a água e a gás

correspondem a mais de 95% da capacidade mundial da produção de pós atomizados [5]. A atomização a água é majoritariamente aplicada a metais ferrosos, mas também é utilizada para cobre e suas ligas, ligas a base de níquel e zinco [5, 23]. A taxa de resfriamento é superior aos processos a gás, atingindo taxas de 10^3 - 10^4 K/s para partículas menores que 100 μm , porém implica um potencial oxidante maior, dependendo da reatividade da liga [6, 24, 25]. Devido à estes fatores, as partículas apresentam formatos predominantemente irregulares e superfícies mais rugosas com faixa de tamanho variando de 75 - 200 μm [26]. No entanto, apesar de ser atrativo economicamente pelo seu menor custo, possui limitações quanto a pureza, morfologia e reatividade dos metais [5, 6, 22]. Devido à aplicação em maior gama de metais e ligas, maior pureza e produção de pós majoritariamente esféricos, a atomização a gás é atualmente a principal rota de processamento de pós de alta qualidade [27].

Atomização a gás é o processo em que o metal líquido é perturbado por um gás de alta velocidade, ocorrendo transferência de energia cinética entre os fluídos. Parte desta energia cinética do fluido atomizador (no caso o gás) é transformada em energia superficial, pois ocorre a criação de superfícies livres. Assim, uma corrente de metal líquido é desintegrada em gotas por um jato ou corrente de gás com velocidades sub ou supersônicas que finalmente são solidificadas formando o pó [5, 28]. A técnica consiste na fusão a vácuo de uma carga metálica em um tundish contendo um tubo capilar com um bocal em sua base para transferência do metal líquido da câmara de fusão para a câmara de atomização. O líquido, após atingir determinado superaquecimento, escoar através desse bocal como uma corrente contínua até a câmara de atomização, localizada logo abaixo [28]. O diagrama esquemático da **Figura 2** mostra o princípio da atomização a gás.

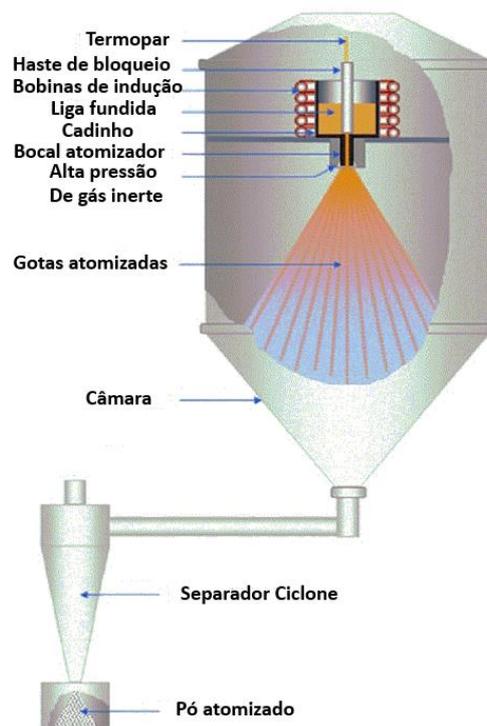


Figura 2 - Diagrama esquemático mostrando o princípio da atomização a gás [29].

No diagrama da **Figura 2** são mostradas as bobinas de indução do forno, o cadinho de contenção do metal, o termopar para medida de temperatura, a haste de bloqueio do bocal de transferência do metal líquido, bocal de saída de metal e de gás sob alta pressão, as gotas atomizadas e o ciclone separador que coleta o pó atomizado.

Os gases utilizados como meios atomizadores são nitrogênio (N_2), argônio (Ar) e hélio (He). Estes gases possuem viscosidades similares, mas diferem em densidade e condutividade térmica. As velocidades alcançadas por cada gás diferem, influenciando diretamente no pó obtido, sendo que o He apresenta a maior velocidade e o Ar, a pior [8]. A taxa de resfriamento dos processos de atomização a gás variam de $10^2 - 10^6$ K/s, sendo dependente da forma como ocorre a interação do metal líquido com o gás atomizador [6, 26].

A geometria do atomizador influencia diretamente nas características do pó produzido. O design do atomizador visa gerar o contato da corrente líquida

com o gás na região próxima ao plano de maior velocidade de saída do gás. Isso leva a maior eficiência do rompimento da corrente líquida, resultando em pós mais finos [23]. O arranjo entre o bocal de saída de gás e o bocal de vazamento de metal gera um número ilimitado de configurações possíveis do equipamento. Assim, os atomizadores são classificados quanto ao tipo de arranjo do bocal de saída de metal líquido que são os bocais abertos ou de queda livre (*free-fall nozzle*) e os bocais fechados ou confinados (*close-coupled nozzle*), conforme **Figura 3**.

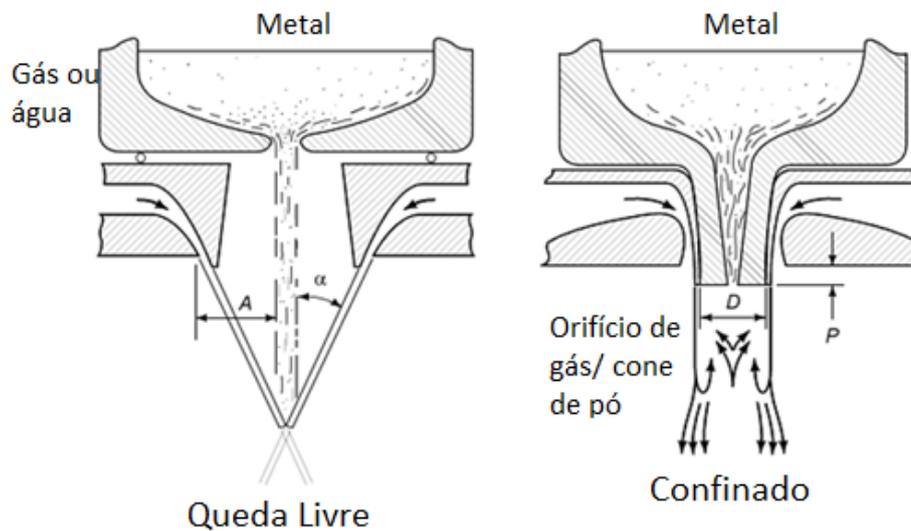


Figura 3 - Desenho esquemático mostrando as duas geometrias do bocal de saída do metal líquido: em queda livre (*free fall*) e confinado (*close-coupled*) [5].

O primeiro consiste em um design mais simples em que a corrente de metal líquida viaja em queda livre sob ação da gravidade a distâncias de 50-150 mm até ser impactada pelos jatos de gás. Nessa configuração o processo é ineficiente e produz pós grosseiros, com tamanhos geralmente acima de 50 μm [5, 8, 13, 25]. Já nos bocais acoplados, a distância percorrida pelo líquido até essa interação é menor, sendo atingido imediatamente pelo gás ao deixar o bocal. Os jatos de gás são dispostos de forma a maximizar sua energia cinética

no encontro com o metal líquido a ser atomizado. Isso gera uma redução do diâmetro médio das partículas, na faixa de 10 – 100 μm [14]. Estudos baseados na dinâmica do fluxo de gás permitiram a otimização do processo de forma a aumentar sua eficiência na redução do tamanho médio de partículas [30, 31]. Dessa forma, bocais de saída de gás com contorno dos canais de fluxo do tipo convergente-divergente (CD), conhecido como De Laval, foram desenvolvidos visando aumentar a eficiência e uniformidade da atomização, além de reduzir o consumo de gás [13, 14, 27]. O atomizador De Laval possui uma fenda do tipo anular para saída de gás, gerando um fluxo de gás distinto do tradicional, conforme representado na **Figura 4**.

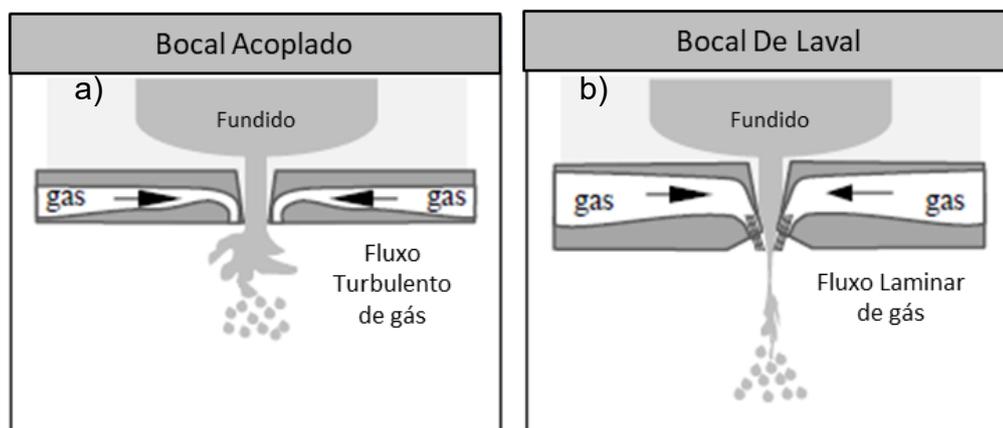


Figura 4 – Design dos bocais de atomização a gás dos processos *close-coupled*: a) bocal tradicional e b) bocal De Laval [13].

Nos bocais De Laval, um fluxo de gás laminar é acelerado a velocidades supersônicas, gerando pós com tamanhos de partículas na faixa de 15 – 45 μm com menor consumo de gás [13]. Embora este projeto do atomizador torne os processos confinados mais eficientes, estes são mais suscetíveis ao congelamento do metal na saída do bocal. Isto ocorre devido à violenta extração de calor na região final do tubo de passagem do líquido, causado pelo contato com o gás atomizador [5, 8, 14, 23, 28, 32]. Baseados nas configurações do tipo confinada, Anderson & Terpstra [33] desenvolveram um bocal de alta pressão (*High Pressure Gas Atomization – HPGA*) que apresenta um arranjo circular com

jatos discretos de saída de gás. Essa redução na área de fluxo de gás permite uma razão de fluxo mássico de gás e líquido praticamente constante (aproximadamente 1:1 – 4:1) [14, 33]. No entanto, o design do atomizador é um parâmetro pré definido, que se limita ao tipo de atomizador disponível para o processo. Assim, dado um modelo de atomizador, o único parâmetro físico capaz de ser modificado é o diâmetro da abertura do bocal de saída do metal, que será discutido mais adiante.

2.2.1. MECANISMOS DA ATOMIZAÇÃO A GÁS

O processo de atomização a gás promove a desintegração de uma corrente líquida pela ação de um jato de gás de alta velocidade. Este mecanismo está presente em todos os tipos de atomizadores. A fragmentação da corrente líquida em gotículas ocorre devido à transferência de energia cinética entre os fluidos, em que o metal líquido posteriormente é esferoidizado pela ação da tensão superficial e resfriado rapidamente gerando o pó metálico [27, 34]. Ao ser ejetado do orifício, o líquido forma uma lâmina fina que sofre certas oscilações devido à interação com a atmosfera do ambiente da câmara. Primeiro ocorre instabilidades do tipo Kelvin-Helmholtz, cujas primeiras ondas são aceleradas dando origem as instabilidades de Rayleigh-Taylor. Devido à isso, ondas sinuosas ou outros distúrbios crescem rapidamente em amplitude. Quando a amplitude dessas ondas atingem um valor crítico, ocorre sua desintegração e fragmentos são liberados. Estes fragmentos, denominados ligamentos, se contraem em ligamentos instáveis devido à ação da tensão superficial [35, 36].

Nesta etapa de fragmentação primária, quanto mais fino for o filme líquido, mais efetiva será a fragmentação. Esses fragmentos ou gotas passarão por um novo processo de desintegração somente se possuírem tamanho maior que um tamanho crítico. Este processo envolve critérios de estabilidade do líquido [8]. O primeiro modelo físico para este mecanismo de desintegração primária e formação das gotas foi proposto por Dombrowski e Johns em 1963 [35]. O modelo descreve três principais estágios: (I) crescimento das ondas em lâminas;

(II) fragmentação e formação dos ligamentos e (III) quebra dos ligamentos formando as gotas, conforme representado **Figura 5** [28, 35].

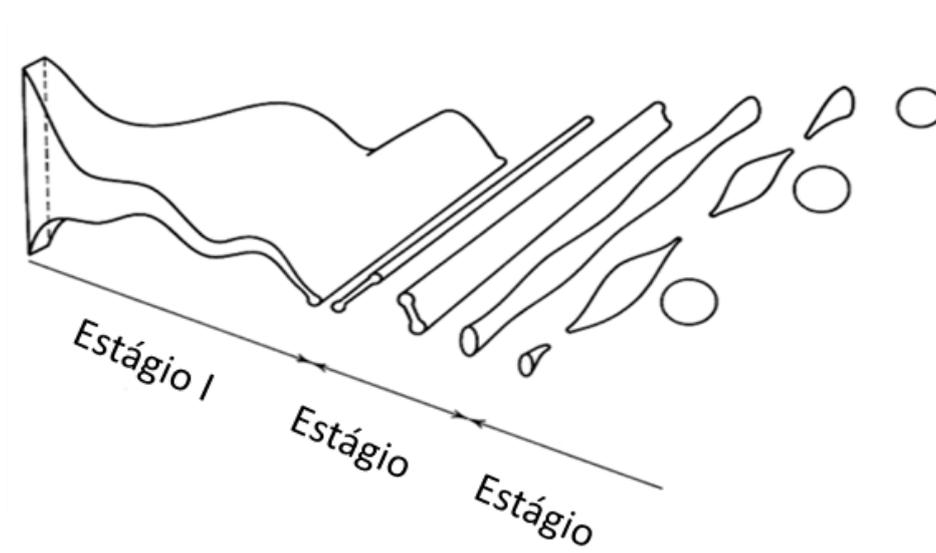


Figura 5 - Modelo para a desintegração de um filme líquido por um jato de gás de alta velocidade [35].

Nos processos de atomização a gás com bocais do tipo confinado, observa-se um padrão de fluxo da corrente líquida do tipo cônico oco, conforme mostrado esquematicamente na **Figura 6** [37]. A formação do filme líquido e o spray são claramente visíveis, especialmente para baixas taxas de fluxo de metal [8]. Nos bocais do tipo confinado, há a formação de uma zona de recirculação de gás e a formação de uma pressão de sucção na saída do bocal [34]. Com relação ao jato de gás, ocorre a expansão na saída do bocal, sendo acelerados a velocidades supersônicas até atingirem um determinado número de Mach ($Ma = v / c_s$, em que c_s é a velocidade do som). Isto garante um forte gradiente de pressão radial na base da abertura do metal [34].

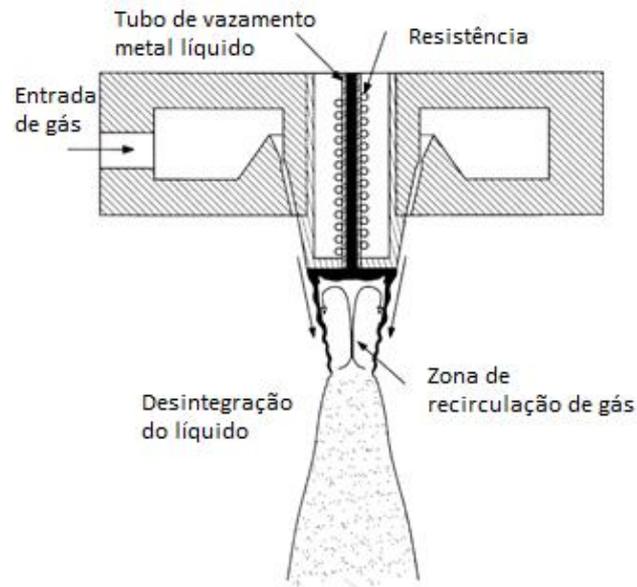


Figura 6 - Fluxo de metal líquido e padrão de atomização: espalhamento lateral ocorre na saída do tubo de vazamento do líquido e um formato cônico é formado pela influência do jato de gás [37].

Estudos mostram que o metal líquido entra na zona de circulação devido à ação da pressão de aspiração, que se origina da diferença entre a pressão atmosférica e a pressão na abertura do bocal de saída de líquido [34]. Esta pressão é determinada pela geometria do tubo e pela posição relativa do jato de gás, além de ser uma função da pressão de atomização. A elevada velocidade dos jatos de gás produz uma pressão positiva ou negativa na região da abertura do orifício de saída de líquido, influenciando a taxa de fluxo do metal. Se esta pressão for maior do que o efeito da gravidade, pode haver bloqueio do fluxo de líquido. Devido à isso, uma sobrepressão de em média 200 mbar é aplicada na câmara de fusão para garantir o fluxo do líquido. Assim, é necessário manter esta pressão de aspiração menor do que a pressão da câmara de fusão, de forma a favorecer o fluxo de metal [30]. A zona de recirculação de gás tem geometria semelhante a um cone invertido, havendo a formação de um ponto de estagnação no topo do cone, onde a velocidade do gás é nula enquanto sua pressão é máxima. Nesta região, a pressão é usualmente maior na linha central e isso força o metal no sentido externo, região onde a corrente de gás é mais

energética. A corrente de gás entra nessa zona no sentido topo - bocal, levando o líquido a se espalhar lateralmente (**Figura 7**) [8, 38]. Dessa forma, duas forças opostas são geradas na coluna de líquido: a pressão de estagnação e a sucção ambiente. Essas forças dão suporte a coluna de líquido para ser extrudada em um filme, chamado de efeito guarda-chuva, em que o líquido se espalha radialmente pela borda do bocal formando um filme fino.

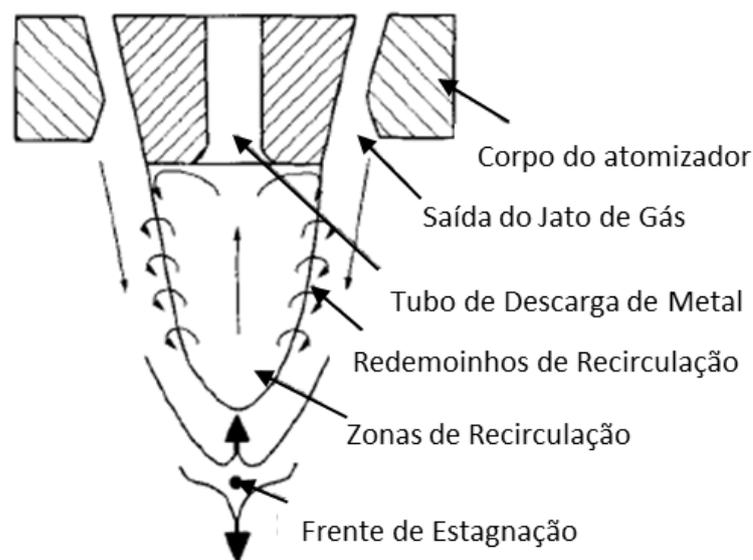


Figura 7 – Representação esquemática da zona de recirculação do gás [38].

Inúmeros estudos tentaram modelar o mecanismo de atomização para prever o tamanho das gotas formadas. Bradley desenvolveu um modelo matemático predizendo o tamanho da gota para velocidades de gás subsônica e sônica. O modelo, que considera a compressibilidade do gás e a viscosidade do líquido, é baseado no modelo físico de formação dos ligamentos [39]. Já a quebra destes ligamentos foi proposta por Castleman que derivou uma relação entre o tamanho dos ligamentos e o tamanho das gotas formadas após seu colapso [40]. A partir deste estudo, o modelo de Bradley pode prever o tamanho das gotas de maior frequência presentes no spray formado. Assim, a análise de Bradley deduz que o tamanho da gota é dependente apenas no número de Mach do fluxo de gás e da tensão superficial do metal [28].

O processo de quebra do metal líquido em um *spray* de gotas é subdividido em duas etapas denominadas atomização primária, que ocorre na periferia do bocal com o primeiro encontro com os jatos de gás, ou em um segundo estágio, atomização secundária, que ocorre durante o voo do líquido através da câmara de atomização. Assim, quanto mais fino o filme de metal líquido formado, maiores turbulências serão geradas, acarretando em um rompimento primário mais efetivo. Já filmes mais espessos podem sofrer uma quebra ineficiente ou incompleta, resultando na formação de pequenas folhas ou placas (*splats*) ao invés de gotículas. Assim, a segunda quebra ocorrerá somente se as gotas tiverem um tamanho acima de um tamanho crítico, enquanto que as de tamanhos menores permanecerão estáveis [7, 8]. Embora vários modelos físicos descrevam estes eventos, todos os modelos de formação da gota relacionam-se com o critério de estabilidade do metal líquido envolvendo o número de Weber (We), segundo a equação 2.1 [7, 28, 41].

$$We = \frac{\rho_m d_0 U_g^2}{\sigma_m} \quad (2.1)$$

Onde, ρ_m (kg.m^{-3}) é a densidade e σ_m (N.m^{-1}) é a tensão superficial do metal líquido, U_g é a velocidade relativa entre o gás e o líquido e d_0 é o diâmetro da abertura do bocal de vazamento do metal líquido para a câmara de atomização. Apesar de ser um número adimensional, o significado físico representa a razão entre as forças inerciais, relacionadas a $\rho_m U_g^2$ e as forças resultantes da tensão superficial, relacionadas a d_0 / σ_m [8, 42]. A velocidade do gás atomizador pode ser calculada através da equação (2.2) [5]:

$$U_g = \sqrt{\frac{RT}{MM} \cdot \frac{2k}{k-1} \left[1 - \left(\frac{P}{P_a} \right)^{\frac{k-1}{k}} \right]} \quad \text{m/s} \quad (2.2)$$

Em que $R = 8,314 \text{ J/Kmol}$ é a constante universal dos gases, $T = 298,15 \text{ K}$ é a temperatura do gás, $MM = 39,9 \text{ g/mol}$ é a massa molar do argônio, $k = C_p/C_v = 1,667$ que é o coeficiente das capacidades caloríficas do gás a pressão

e a volume constante, P pressão de atomização ou pressão do gás e P_a pressão atmosférica.

A atomização promove a fragmentação do líquido com o objetivo de obter pó com determinado tamanho de partícula. Como nenhum processo é capaz de produzir todas as partículas com tamanhos iguais, obtém-se uma distribuição de tamanho de partículas. Além do tamanho médio das partículas, sua distribuição é um parâmetro necessário para a completa caracterização do processo e para a análise de sua eficiência [22]. Os fatores que governam o tamanho médio das partículas e seu desvio são especialmente analisados [41]. Com o desenvolvimento dos processos de atomização a gás, também foram sendo propostos modelos para predição do tamanho médio de partículas. O processo de atomização e, conseqüentemente, sua distribuição de tamanho de partículas dependem das propriedades termodinâmicas dos materiais em questão e das condições de operação, além do próprio design do atomizador. As propriedades do metal são temperaturas liquidus, solidus/ fusão, intervalo de solidificação, densidade, condutividade térmica, tensão superficial, capacidade calorífica e calor de fusão; e do gás atomizador são densidade, capacidade calorífica, viscosidade e condutividade térmica. A distribuição do tamanho de partículas também é fortemente dependente dos parâmetros do processo, como diâmetro do bocal, pressão de atomização, temperatura de superaquecimento e a razão de fluxo metal/gás (Gas Metal Ratio – GMR) [26]. Com relação a geometria do pó atomizado, esta é também uma característica dependente das propriedades dos fluidos envolvidos e dos parâmetros dos processos. As propriedades que influenciam fortemente esta característica são tensão superficial e viscosidade do metal líquido [32]. Assim, a eficiência da atomização no que diz respeito ao rendimento de pó fino, pode ser melhorada pela manipulação das propriedades do gás e do metal líquido. Com relação ao gás, as propriedades em questão são pressão e temperatura. A velocidade de um gás é diretamente proporcional a raiz quadrada da sua temperatura absoluta. Assim, elevando-se a temperatura do gás, gera-se um aumento substancial da energia cinética disponível para o rompimento da corrente líquida em uma distribuição de gotículas mais finas. Já com relação ao líquido, as propriedades físicas que influenciam na eficiência da

desintegração do líquido são viscosidade, tensão superficial e densidade. Com o superaquecimento, visa-se elevar a energia de superfície líquida específica antes do início da atomização [8, 14]. Dados experimentais sobre a atomização envolvem uma interação sinérgica de aspectos concorrentes relacionados a dinâmica dos fluidos, fluxo de calor, transferência de massa e processos dinâmicos presentes durante a atomização de materiais metálicos [32]. Os principais parâmetros do processo serão apresentados na sessão posterior e seus possíveis efeitos serão discutidos.

2.2.2. PARÂMETROS DO PROCESSO

2.2.2.1. PRESSÃO DE ATOMIZAÇÃO

A pressão do gás é a variável do processo que possui efeito mais pronunciado no rendimento de pó fino. Esta pressão afeta a taxa de fluxo do gás e sua velocidade, a pressão de sucção e o comprimento da zona supersônica do jato [8]. O efeito da pressão de sucção altera a taxa de fluxo de metal pela criação de uma zona de baixa pressão na saída do tubo de entrega do metal. O fluxo de pressão nesta região é resultado da combinação da pressão do gás e do posicionamento relativo deste tubo em relação a posição de vazamento do líquido. Uma diferença de pressão existe na saída de líquido, sendo a diferença entre a pressão na abertura do bocal (P_t) e a pressão atmosférica (P_a) ($\Delta P = P_t - P_a$) uma função da pressão do gás de atomização [8, 26, 32, 37]. A velocidade do fluxo do metal líquido (U_l) é afetada por esta pressão de aspiração (ΔP), segundo a equação (2.3) [42]:

$$U_l = \sqrt{2gh_m - \frac{2\Delta P}{\rho_m}} \quad (2.3)$$

Onde, g é a aceleração da gravidade e h_m é a altura relativa da superfície do metal fundido e da abertura de vazamento do tubo de entrega. Assim, quando $\Delta P > 0$, a velocidade do fluxo de metal líquido diminui, podendo ter seu fluxo revertido para dentro da câmara de fusão; e quando $\Delta P < 0$, o metal líquido será atraído para o campo de atomização, tendo seu fluxo acelerado [42].

Estudos mostraram que maximizar o número de Weber gera uma quebra mais completa tanto na atomização primária quanto na secundária. Desde que o número We é diretamente proporcional a velocidade do gás ao quadrado, altas velocidades de gás são desejáveis. A relação da velocidade do gás com a pressão de atomização advém da expansão que ocorre quando o gás deixa o bocal, sendo acelerado a velocidades supersônicas [30]. Além disso, a quantidade de gás disposta é controlada pelo tamanho do orifício de saída do gás, da pressão e da temperatura do gás. Assim, a pressão influencia diretamente o fluxo de gás (G) através da equação 2.4 [5, 43]:

$$G = a \left(\frac{2}{k+1} \right)^{(k+1)/2(k-1)} \frac{P\sqrt{2g}}{\sqrt{RT}} \quad (2.4)$$

Onde, a é a seção transversal da abertura de saída do bocal de gás, k é a razão entre os calores específicos do gás a pressão e volumes constantes, P é a pressão do gás no reservatório, T é a temperatura do gás no reservatório e R é a constante universal dos gases [5].

Assim, a pressão de atomização determina a taxa de fluxo de gás e velocidade na área de atomização. Dessa maneira, de modo geral, altas pressões geram pós mais finos, ou seja, melhora a eficiência do processo. Isso ocorre, pois um aumento na pressão de atomização leva: a um aumento na velocidade do gás e, conseqüentemente, do número de Weber; um aumento na pressão de aspiração que gera um aumento ainda maior na razão gás-metal (GMR); e um maior gradiente de pressão na abertura do tubo de descarga do metal gera filmes líquidos mais finos [44].

2.2.2.2. SUPERAQUECIMENTO DO METAL LÍQUIDO

A temperatura do metal fundido ou seu superaquecimento (temperatura acima da temperatura *liquidus* da liga) influencia o processo de duas formas distintas: modificando as propriedades do metal em seu estado líquido e, caso não seja adequado, promovendo solidificação prematura do metal. As propriedades do metal líquido afetadas pelo superaquecimento são viscosidade,

densidade e tensão superficial. Além disso, o ângulo de contato entre o metal líquido e o capilar também é modificado com a temperatura [45]. A seguir, as equações relacionadas a influência da temperatura nas propriedades do ferro líquido são tensão superficial **(2.5)** [46], densidade **(2.6)** [47] e viscosidade **(2.7)**, **(2.8)** e **(2.9)** [47] e as equações para o aço inox são **(2.10)**, **(2.11)** e **(2.12)** [48],[49] respectivamente:

$$\sigma_m = 1918 - 0,43(T - 1811) \times 10^{-3} \text{ kg/s}^2 \quad (2.5)$$

$$\rho_m = 7034,96 - 0,926(T - 1811) \text{ kg/m}^3 \quad (2.6)$$

$$\log_{10}(\eta/\eta_0) = -0,7209 + \frac{2694,95}{T} \times 10^{-3} \text{ kg/ms} \quad (2.7)$$

$$\eta_0 = 1 \text{ mPa s} = 10^{-3} \text{ kg/ms} \quad (2.8)$$

$$v = \frac{\eta}{\rho} \text{ m}^2/\text{s} \quad (2.9)$$

$$\sigma_m = 1840 - 0,4(T - 1823) \times 10^{-3} \text{ kg/s}^2 \quad (2.10)$$

$$\rho_m = (69,4\%Fe) + (66,3\%Cr) + (71,4\%Ni) + (57,2\%Mn) + (51,5\%Mo) + (49,3\%Si) - 0,86(T - 1823) \text{ kg/m}^3 \quad (2.11)$$

$$\eta = e^{(-2,396 + (7950/T))} \times 10^{-3} \text{ Pa.s} \quad (2.12)$$

Dessa forma, verifica-se que com o aumento da temperatura ocorre a diminuição destas propriedades, além de reduzir o ângulo de contato. Tanto a redução da viscosidade e da tensão superficial, quanto a redução do ângulo de contato, que produz um filme mais fino, tornam mais efetivo o processo de atomização primária. Assim, de forma geral, maiores temperaturas favorecem a produção de pós mais finos [8, 38]. Segundo um estudo realizado por Unal utilizando a liga de alumínio AA2014 para as temperaturas de superaquecimento

de 775°C e 925°C, ocorrem variações de -2,65% na tensão superficial e de -18,00% na viscosidade. Segundo Unal, estas variações nas propriedades do líquido levam a um decréscimo de 10% no diâmetro médio das partículas obtidas [8]. No entanto, existe um limite inferior para o tamanho médio de partícula, em que é atingido um superaquecimento máximo necessário para modificar o tamanho das partículas. Também há limitação dessa temperatura com relação a evaporação de elementos de liga ou do próprio metal, bem como em relação a durabilidade do equipamento em questão [38].

Além disso, caso a temperatura do líquido não seja suficiente, pode haver acúmulo do metal na saída do bocal e uma solidificação prematura do líquido. Além da troca de calor que existe entre o metal líquido e o capilar, ocorre uma violenta extração de calor do líquido pela interação com o gás que o atinge em alta velocidade. Dessa forma, se houver acúmulo de material no capilar o processo pode ser interrompido [8, 38].

2.2.2.3. DIÂMETRO DA ABERTURA DO BOCAL DE LÍQUIDO

Durante o processo de atomização a gás, as forças motrizes envolvidas na transferência do metal líquido através de um capilar da câmara de fusão para a câmara de atomização são: pressão de aspiração e a força gravitacional. As forças de resistência ao escoamento do líquido são: a força capilar e a força viscosa [14]. À medida que se diminui o diâmetro do bocal, a resistência ao fluxo aumenta. Uma das formas de resistência ao fluxo é a resistência capilar, conforme a equação 2.13:

$$p_s = \frac{4\sigma_m \cos \theta}{d_0} \quad (2.13)$$

Sendo σ_m a tensão superficial do líquido, d_0 diâmetro do bocal e Θ ângulo de contato entre metal líquido/sólido do capilar. Para $\Theta < 90^\circ$, onde há molhabilidade do sólido pelo líquido, o valor da pressão capilar é positiva, favorecendo o fluxo do metal. Para $\Theta > 90^\circ$, o valor da pressão capilar é negativa, gerando uma força resistiva ao fluxo. Ou seja, à medida que se aumenta o ângulo

de contato, aumenta-se a resistência ao fluxo do metal líquido através do capilar. Nos processos de atomização a gás de metais, o capilar do bocal é feito de materiais refratários como grafite, alumina, magnésia, zircônia e nitreto de boro que, geralmente, possuem baixa molhabilidade pelos metais fundidos. Dessa forma, o ângulo de contato líquido/ sólido geralmente é maior do que 90° . Além disso, o ângulo de contato também influencia a espessura do filme formado, não podendo ser menor do que o valor definido pela relação $H_{\min} = (1 - \cos\Theta)^{0,22}$. Genericamente, quanto maior o superaquecimento, menor o ângulo de contato, mais fino é o filme no primeiro estágio da atomização. Assim, um pó mais fino será produzido [38]. Considerando um caso em que o ângulo de contato é de 150° , a resistência capilar varia na ordem de $10^0 - 10^1$ kPa quando o diâmetro do bocal (d_0) é reduzido de 4,0 mm para 0,5 mm, conforme apresentado pelo gráfico da **Figura 8 – a)**. Praticamente a mesma resistência é imposta na situação em que o diâmetro é fixado em 1,0 mm e o ângulo de contato varia de 100 a 170° , conforme apresentado pelo gráfico **Figura 8 – b)**.

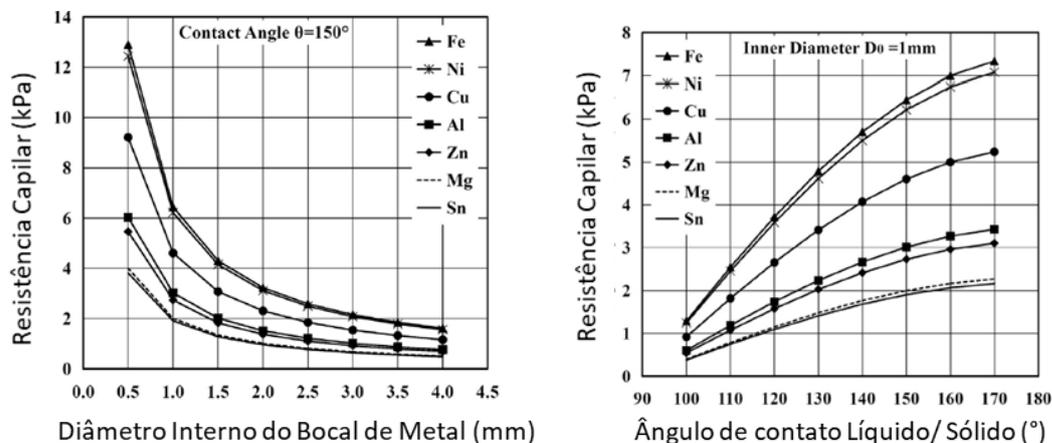


Figura 8 – a) Resistência capilar versus diâmetro do bocal para o caso do ângulo de contato líquido/sólido de 150° para diferentes metais e **b)** Resistência capilar versus ângulo de contato líquido/sólido para o caso do diâmetro do bocal de 1,0 mm para diferentes metais [14].

Além da pressão capilar, existe a resistência gerada pela própria viscosidade, denominada de pressão viscosa (p_v). Para um metal líquido

considerado um fluido incompressível e Newtoniano, a equação 2.14 descreve a relação da pressão viscosa [14]:

$$p_v = \frac{32\eta LU_l}{d_0^2} \quad (2.14)$$

Sendo η a viscosidade dinâmica, L o comprimento do capilar, d_0 o diâmetro do capilar e U_m a velocidade de descarga do metal líquido pelo bocal.

A **Figura 9** mostra que para uma velocidade de descarga $U_l = 5\text{ m/s}$ e comprimento do capilar de $L = 40\text{ mm}$, a pressão viscosa varia de $10^0 - 10^2\text{ kPa}$ quando o diâmetro do bocal varia de 4,0 mm para 0,5 mm.

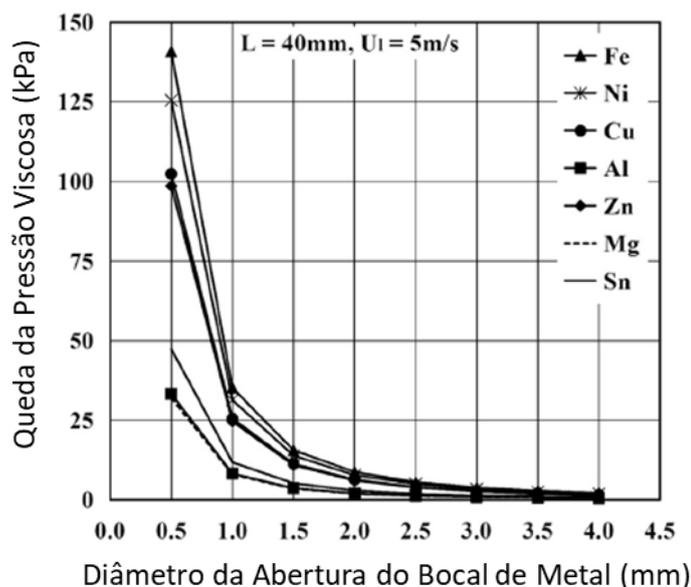


Figura 9 – Pressão viscosa versus diâmetro do bocal para diferentes metais para comprimento do capilar de 40 mm e velocidade de descarga do líquido de 5 m/s [14].

Dessa forma, a resistência máxima imposta pelo bocal é definida como a soma da resistência capilar e da resistência viscosa. Para as condições de ângulo de contato $\Theta = 150^\circ$, velocidade de descarga $U_l = 5\text{ m/s}$ e comprimento do capilar $L = 40\text{ mm}$, a resistência ao fluxo varia de $10^0 - 10^2\text{ kPa}$ para diâmetro variando de 4,0 mm para 0,5 mm, conforme **Figura 10**. Dessa forma, uma força

motriz adicional é necessária para garantir um fluxo de líquido adequado. Uma sob pressão é imposta ao metal (P_m) no tundish para melhorar seu fluxo que é gerada pelo preenchimento do forno com gás inerte para que seja obtida uma diferença de pressão entre a câmara de fusão e a de atomização. Isto impede que ocorra o bloqueio do fluxo de metal líquido (*clogging*) que pode interromper a atomização [14].

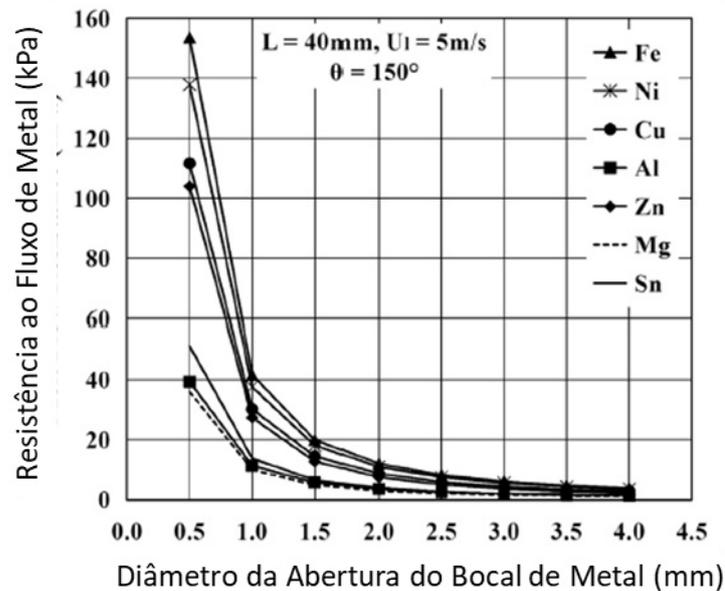


Figura 10 – Resistência ao fluxo de metal versus diâmetro do bocal para diferentes metais, com comprimento do capilar de 40 mm, velocidade de descarga de 5 m/s e ângulo de contato de 150° [14].

Além disso, o diâmetro da abertura do bocal determina o fluxo de metal líquido (M) para a câmara de atomização. A equação **2.15** apresenta o cálculo do fluxo mássico de metal líquido [50]:

$$M = \varphi \frac{\pi d_0}{4} \rho_m \sqrt{2 \left[\frac{P_m}{\rho_m} \right] + gh_m} \quad (2.15)$$

Onde, φ é o coeficiente de fricção, d_o é o diâmetro do bocal, ρ_m é a densidade do metal líquido, P_m é a pressão aplicada no tundish e h_m a altura do metal líquido na câmara de fusão.

Os pós produzidos utilizando menores diâmetros do bocal, além de reduzir o diâmetro médio das partículas, geralmente apresentam uma distribuição de tamanho mais estreita e uniforme. Isso implica em menor frequência de colisão entre gotas e partículas, devido sua inércias serem similares. Assim, os pós são mais esféricos e mais lisos com poucas partículas satélites e lamelas aderidas nas superfícies das partículas [14].

2.2.2.4. OUTROS

O tipo do equipamento disponível para realizar o processo de atomização a gás, em especial, considerando o design do bocal de saída do metal líquido, é extremamente importante nas características do pó produzido. Além do próprio design do atomizador, os principais parâmetros do processo são pressão de atomização, superaquecimento e diâmetro do bocal, todos já apresentados anteriormente. No entanto, devido à complexidade do processo, ainda há inúmeras outras variáveis importantes do processo e que serão apresentadas brevemente. Além das propriedades físicas do metal líquido descritas acima, as características físicas do meio atomizador, ou seja, o tipo de gás, também influenciam o processo. Os três principais gases utilizados na atomização a gás são Hélio (He), Argônio (Ar) e Nitrogênio (N₂). Estes gases possuem viscosidades similares, mas diferem quanto a densidade e a condutividade térmica. Estudos mostraram que atomizar com He aumenta rendimento de pó fino comparado ao N₂ e Ar, sendo que o Ar produz pó mais grosseiro [8]. Além disso, a temperatura do meio atomizador também apresenta grande influência no processo, visto que influencia diretamente na velocidade do gás. Pela lei dos gases ideais, a pressão de um gás está diretamente relacionada a sua temperatura. Estudos mostram que elevando a temperatura do gás é possível alcançar a mesma velocidade do gás com uma menor taxa mássica. Ou seja, é possível aumentar a eficiência do processo alterando a temperatura do gás

atomizador [51]. Também há outros fatores que influenciam o processo como a forma de fusão do material, tipo de cadinho utilizado, atmosfera durante fusão, atomização e resfriamento. Além dessas, ainda há outras variáveis de menor relevância no processo.

2.3. CARACTERÍSTICAS DO PÓ

2.3.1. TAMANHO DE PARTÍCULA

Pó é um material sólido granular cujo tamanho de partícula é menor que 1000 μm . Na metalurgia do pó, classifica-se o pó em grosseiro quando o tamanho de partícula é superior a 150 μm . Geralmente, são pós inadequados para os processos de conformação subsequentes. Os processos de produção de pós partem do princípio da desintegração dos metais sólidos ou em estado líquido em um espectro de tamanho de partículas. Assim, especialmente a atomização, não produz um tamanho específico de partícula, mas uma ampla distribuição de tamanho de partículas em torno de um valor médio. Geralmente, a curva de distribuição de tamanho de partículas dos processos de atomização seguem uma distribuição log-normal (**Figura 11**). Esta curva é descrita por dois parâmetros principais: tamanho médio mássico (D_{50}) e desvio padrão geométrico (σ_g), facilmente calculado como (D_{84}/D_{50} ou D_{50}/D_{16}). O desvio padrão geométrico representa a inclinação da curva, medida do tamanho da distribuição ou do espalhamento do tamanho de partícula em torno de um valor médio. Para um valor unitário, significa que todas as partículas possuem o mesmo tamanho. Valores acima porém próximos a um significam uma distribuição estreita, já valores superiores a unidade indicam ampla faixa de tamanho de partículas [32, 41]. Assim, a distribuição do tamanho de partícula é um dos parâmetros mais importantes dos pós, sendo a principal característica do processo. O rendimento e a eficiência do processo também podem ser caracterizados pelo rendimento da produção em torno de um tamanho médio específico. Assim, os fatores que governam o tamanho médio de partícula e seu desvio são de extrema importância para a metalurgia do pó. A **Figura 11** contém a curva de distribuição do tamanho de partículas e a curva cumulativa do pó do aço H13 atomizado a

gás. No gráfico também estão descritos os valores dos diâmetros cumulativos referentes a 10%, 50% e 90% do volume total das partículas [52].

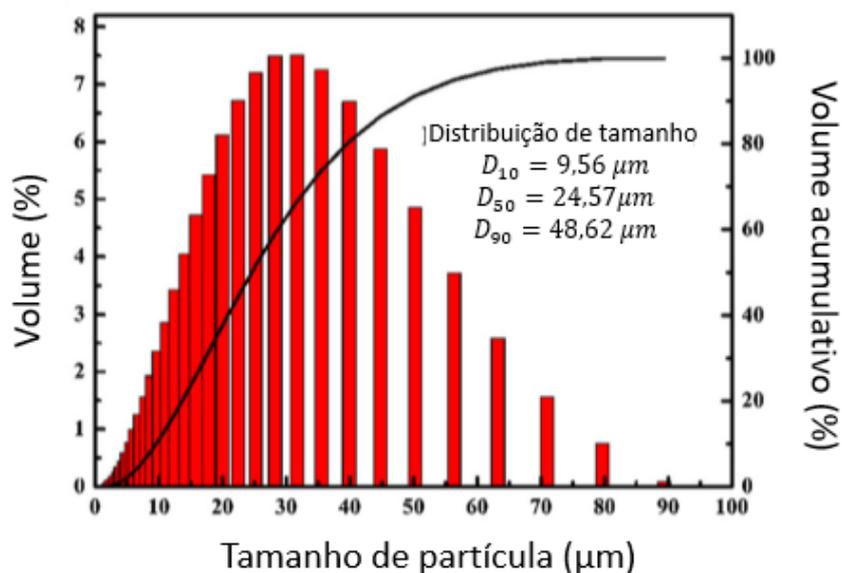


Figura 11 - Curva de distribuição de tamanho de partículas do aço H13 atomizado a gás [52].

As curvas de distribuição de tamanho de partículas podem diferir com relação a forma de representação dos dados. As principais formas de reportar o tamanho das partículas são com base na massa, volume e número. Cada método de caracterização possui uma base de dados específica e as curvas diferem uma da outra, dependendo da base selecionada [10].

Os fatores que governam o tamanho médio de partículas e o desvio em torno dessa média são importantes para a análise do processo. Dessa forma, o modelamento matemático visa obter um entendimento quantitativo do processo utilizando o mínimo possível de matemática [41, 53]. Os processos de atomização a gás são anteriores a aplicação em materiais metálicos, sendo inicialmente aplicados na atomização de fluidos e óleos. Diversas formulações empíricas foram desenvolvidas e, posteriormente, aplicadas a líquidos com propriedades físicas diferentes, como por exemplo as ceras. Assim, em 1964, Wigg [41] obteve uma relação entre o tamanho médio de partículas e diversas

viscosidades e razões de fluxo mássicos para atomização a água de ceras. Com o avanço tecnológico passou-se a estudar o processo de atomização de metais de baixo ponto de fusão como o estanho e os modelos matemáticos foram sendo aprimorados [41]. Desta forma, Lubanska, utilizando a literatura já existente sobre pós metálicos atomizados a gás e a relação desenvolvida por Wigg, derivou uma equação empírica para um tamanho de partícula (D_{50}) para atomização a gás do tipo *Free-Fall* do ferro utilizando nitrogênio, com atomizadores de jato de gás anular, segundo a equação **2.16** [23, 41]:

$$d_m = d_0 K \sqrt{\left[\frac{v_m}{v_g} \frac{1}{We} \left(1 + \frac{M}{G} \right) \right]} \quad (2.16)$$

Onde, v_m é a viscosidade cinemática do metal líquido, v_g é a viscosidade cinemática do gás, número de Weber (We) definido na equação **2.1** e K é uma constante definida de acordo com o tipo de atomizador e condições do processo. Segundo Lubanska, o valor de K também pode refletir o formato das partículas, além de ser influenciado pela estabilidade e centralidade da corrente de metal líquida que afeta consideravelmente as características da atomização [41]. A equação mostra que, além das propriedades dos fluídos envolvidos na atomização, o tamanho das gotas é principalmente afetado pelos fluxos mássicos de metal (M) e de gás (G) e a velocidade relativa entre os fluidos (U). Nos processos supersônicos, U pode ser aproximado a velocidade do gás U_g . Tanto G maior, quanto M menor, reduzem o tamanho médio das partículas. Porém, no primeiro caso será elevado o consumo de gás e no segundo, reduzido a produtividade [42]. Algumas outras relações empíricas podem ser transformadas em termos de modelos físicos para a formação das gotas, estabelecendo um critério de tamanho máximo de estabilidade. Assim, um tamanho máximo da gota (d_{crit}) é definido em função da tensão superficial (σ), densidade do gás (ρ_g) e velocidade do gás atomizador (v), através da equação **2.17** [23]. Dessa forma, a desintegração secundária das gotas com tamanho acima do d_{crit} somente ocorre se a pressão dinâmica devido a velocidade dos jatos de gás excederem a força de restauração devido a tensão superficial [23].

$$d_{crit} = \frac{\sigma}{\rho_g v^2} \quad (2.17)$$

Nos atomizadores do tipo confinado, a alta velocidade do gás atomizador promove uma sucção no orifício do tubo de alimentação do metal, conforme já relatado em sessões anteriores, influenciando assim a taxa de fluxo do metal fundido (M). Como M e G variam simultaneamente com a pressão, a dependência do tamanho de partícula com as condições do processo não podem ser descritas somente analisando a pressão de atomização isoladamente. Dessa forma, a razão de fluxo mássico gás/metal – GMR é o parâmetro mais adequado para análise do processo. Para um dado diâmetro do bocal d_o de metal, um GMR maior está diretamente associado a uma maior pressão de atomização. O contrário também é válido [30]. Além disso, o GMR é uma forma de comparar o quanto de superfície de pó é gerada por unidade de gás consumida. Nos bocais do tipo confinado, maiores eficiências são comparadas a GMR utilizando a simples equação 2.18 [5]:

$$d_m = k \sqrt{\frac{G}{M}} \quad (2.18)$$

A **Figura 12** mostra a dependência de D_{50} em relação ao GMR . Nota-se que, a partir de determinado valor, o diâmetro médio das partículas não pode ser consideravelmente reduzido apenas pelo acréscimo da pressão de atomização ou decréscimo da taxa de fluxo do líquido. Ou seja, o sistema atinge sua capacidade limite e determina o ponto ideal de trabalho, visando uma produção econômica e eficiente [30]. A eficiência do processo também pode ser medida com base na quantidade de pó gerado por unidade de volume de gás utilizado.

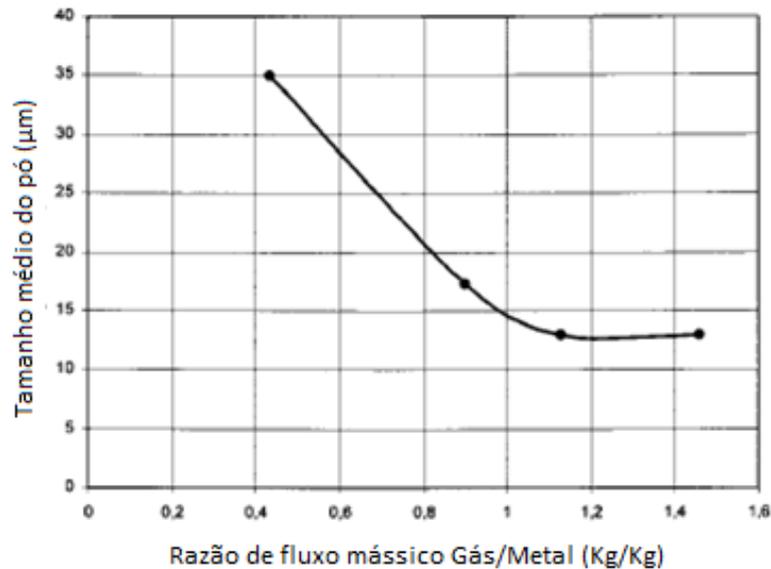


Figura 12 - Variação do tamanho médio do pó de latão em função do GMR em kg/kg [30].

No entanto, devido às características inerentes ao processo anteriormente explicadas, não é possível determinar previamente o parâmetro *GMR*. Dessa forma, é um parâmetro calculado após a realização do processo de atomização.

2.3.2. MORFOLOGIA DA PARTÍCULA

A morfologia das partículas é outro fator fundamental na caracterização do pó. A morfologia consiste na combinação dos fatores tamanho, formato e rugosidade superficial da partícula. O formato da partícula é determinado pelas dimensões da partícula e seus contornos de superfície. Partículas esféricas e com menor rugosidade superficial apresentam menor fricção interna, conferindo boas propriedades de fluidez e compressibilidade durante seu processamento [54]. A atomização a gás produz partículas majoritariamente esféricas, sendo uma das principais razões pela qual é um dos métodos mais utilizados. Esta característica decorre devido à ação da tensão superficial nas gotas ainda líquidas. A tendência a formatos esféricos advém da minimização da energia livre do sistema que ocorre através da redução da relação área/volume das partículas [23, 55]. Na ausência de efeitos de impurezas e de películas de óxidos

na superfície, o formato dos pós atomizados é determinado pela relação entre o tempo de esferoidização e o tempo de solidificação das gotículas formadas durante a desintegração do filme líquido. Se o tempo de esferoidização for menor que o de solidificação, as partículas adquirem formatos completamente esféricos, caso contrário, as gotículas se solidificam com formatos irregulares [42]. Assim, quanto maior a taxa de resfriamento, menor é o tempo disponível para que a força de tensão superficial consiga atuar na esferoidização da gota [23, 56]. Além disso, o tempo de esferoidização do pó é uma função diretamente proporcional a viscosidade e inversamente proporcional a tensão superficial, que dependem não só das reações de oxidação mas também da temperatura [57]. Para maiores temperaturas de vazamento, ou seja, maiores superaquecimentos, após a atomização, as gotas permanecem por um tempo ainda superaquecidas, permitindo ação da tensão superficial no processo de esferoidização. Assim, a esfericidade é favorecida pela alta tensão superficial, baixa viscosidade e intervalo de solidificação pequeno que são características de determinada liga, além dos efeitos da alta temperatura de vazamento e baixa velocidade do gás atomizador [56].

Os pós atomizados possuem morfologia majoritariamente esférica ou quase esférica conforme apresentado na **Figura 13**. Em geral, a variação do fator de forma advém de pequenas partículas satélites aderidas as partículas maiores ou devido à formação de lamelas. No entanto, tanto as condições da atomização em si quanto as da câmara de atomização impactam diretamente no formato das partículas. Estas condições podem gerar pós esféricos mas também impor diferentes efeitos de colisão entre as partículas, levando a deformação e a formação de satélites e lamelas, ambos dependentes das taxas de colisão na região do spray. A adesão de partículas satélites nas partículas maiores é influenciada principalmente pela frequência de colisão, que é dependente da concentração de partículas em fluxo. Segundo estudos, a redução da concentração de partículas na área de atomização permite obter pós mais esféricos com menor presença de satélites. No entanto, as geometrias típicas da câmara de atomização conferem uma estrutura de fluxo específica, em que os padrões de fluxo geram uma zona de recirculação toroidal devido ao fluxo

encapsulado criado pelo fluxo de gás [58]. Além disso, a incidência de partículas satélites diminui à medida que é reduzida a presença de partículas menores. As gotas menores acabam sendo as primeiras a solidificarem e são mais facilmente aceleradas pela alta velocidade do gás [59]. O fluxo de recirculação de gás carrega as partículas menores, deixando-as em suspensão na zona de atomização, que acabam colidindo com as partículas maiores ainda não solidificadas completamente. Essa colisão pode causar adesão, penetração parcial ou fusão entre gotas, gerando as partículas satélites aderidas na superfície das partículas ou deformando-as, formando as lamelas que cobrem parcialmente a superfície das partículas. [14, 23, 58, 60]. Estudos mostraram que uma distribuição de tamanho de partículas mais estreita, ou seja, com tamanhos de partículas mais uniforme, geralmente obtida em processos que utilizam menores diâmetros do bocal, diminuem o efeito satélite. Isto ocorre devido às partículas possuírem inércia similares, o que reduz a frequência de colisão entre as gotas e as partículas [14]. Para obter as curvas de distribuição dos pós utilizam-se as técnicas de peneiramento e difração a laser, técnicas cuja acurácia é ampliada quando aplicadas as partículas morfologicamente esféricas [60].

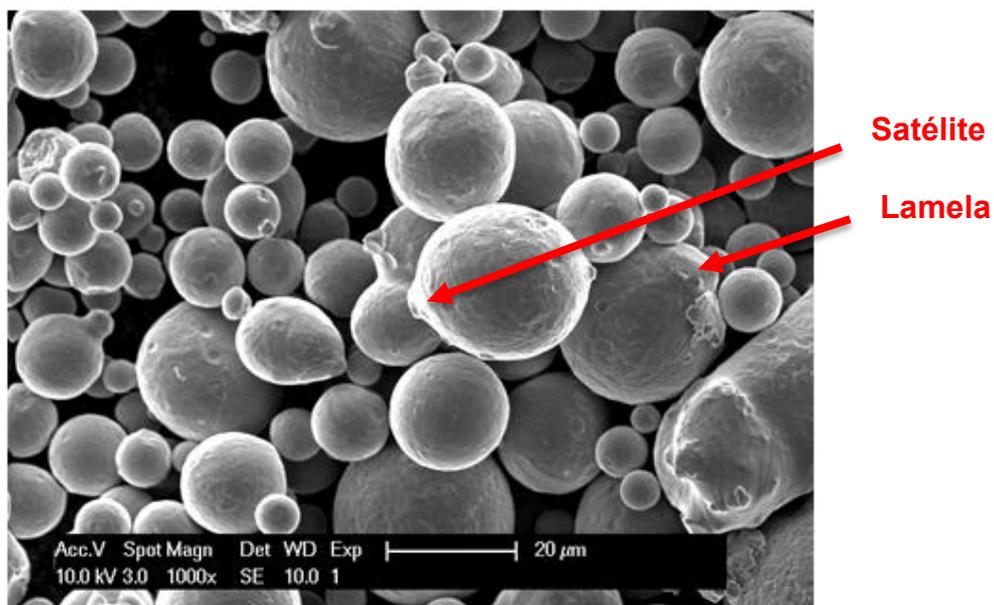
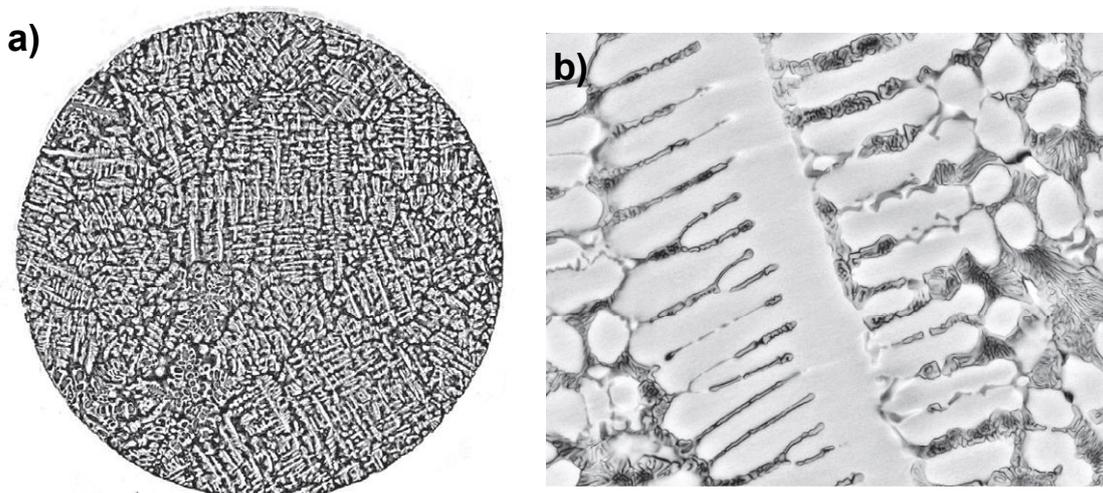


Figura 13 - Imagem de MEV do aço H13 atomizado a gás [61].

2.3.3. MICROESTRUTURA

Os processos de atomização são processos de solidificação rápida, cujas taxas de resfriamento atingem valores elevados, da ordem de $10^2 - 10^6$ K/s. A solidificação rápida gera grandes desvios do equilíbrio termodinâmico, permitindo algumas vantagens como por exemplo: extensão da solubilidade sólida e redução ou eliminação de segregação química [26]. As relativas altas taxas de resfriamento da atomização a gás resultam em uma microestrutura bastante refinada. Durante a solidificação do material, ocorre a formação de diferentes estruturas típicas de solidificação. Além disso, como na atomização ocorre diferentes superresfriamentos dependente do tamanho da partícula, uma variedade de microestruturas pode ser desenvolvida, sendo os principais tipos observados em toda a faixa granulométrica: dendritas, grãos refinados ou um composto de ambas, conforme imagem da **Figura 14**. No caso dos grãos refinados, eles são compostos por grãos equiaxiais ou fragmentos de dendritas [23, 62].



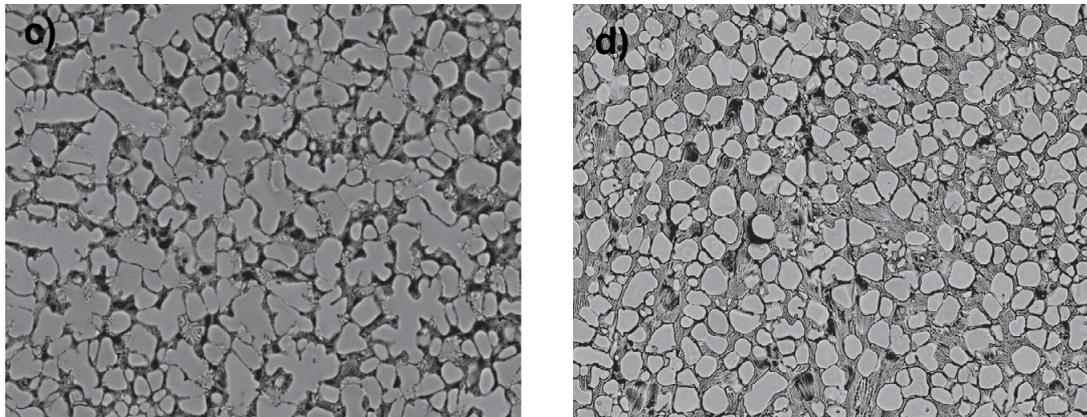


Figura 14 - Principais tipos de microestruturas de solidificação presentes em partículas super resfriadas de aços ferramenta ao Cr-Mo-V: a) monoblocos de dendritas de autenita em eutético austenita-carboneto, b) fragmentos de braços secundários de dendritas, c) composto – dendritas e grãos equiaxiais ou dendritas e fragmentos de dendritas, d) celular (grão refinado) – fragmentos de dendritas esferoidizados e partículas quase globular (células) localizadas no eutético [62].

No caso dos aços, fases de carbeto finos nas partículas superresfriadas localizam-se entre os braços secundários das dendritas ou compostos de colônias eutéticas são formados entre as dendritas, seus fragmentos ou entre os grãos equiaxiais. Em geral, o resfriamento e a solidificação das gotas superresfriadas no processo de atomização ocorre segundo os estágios: têmpera, nucleação, rápido crescimento de cristal durante a recalcência (solidificação quase-adiabática) e solidificação quase-isotérmica do fundido remanescente em partículas semi-solidificadas. Estudos indicam que a fragmentação das dendritas é induzida termicamente e as transições sucessivas da microestrutura dendrítica para a estrutura celular inicia-se pela separação dos braços dendríticos secundários. O processo continua pela fragmentação destes braços, sua esferoidização e posterior quebra do tronco das dendritas, seguida de esferoidização de seus fragmentos [62].

Uma das vantagens da metalurgia do pó para ligas complexas, além do refinamento microestrutural, é a potencial eliminação da macrosegregação característica dos processos de fundição tradicionais. Os processos de solidificação rápida obtêm sólidos com fases metaestáveis supersaturadas, pois nestas condições, ocorre a solidificação fora do equilíbrio. As fases supersaturadas resultam de elevadas taxas de resfriamentos em que não há tempo o suficiente para que ocorra a redistribuição de soluto [26]. Os processos de atomização a gás produzem composição química homogênea independentemente do tamanho de partícula. No entanto, condições desfavoráveis como elevados superaquecimentos e baixas taxas de resfriamento podem gerar reações indesejáveis e alterações na química das partículas. Assim, o refinamento da microestrutura é favorecido por baixas temperaturas de vazamento, altas pressões de atomização, menores taxas de fluxo e menor viscosidade do metal líquido.

2.3.4. DEFEITOS

O processo de atomização a gás envolve diversos mecanismos durante a formação das partículas que podem ocasionar porosidade interna. Esta porosidade é indesejada, pois dificilmente é removida durante os processos subsequentes de conformação, prejudicando assim as propriedades mecânicas da parte produzida. Durante a solidificação interdendrítica, o gás fica aprisionado devido à sua insolubilidade no sólido, sendo esta uma das principais fontes de porosidade das partículas. Neste caso, ocorre a formação de microporosidade, cujos poros são menores que 5% do diâmetro da partícula. Já poros maiores, variando de 10 a 90% do tamanho da partícula, originam-se do aprisionamento de gás no interior das gotas [23, 63]. Neste caso, é necessário examinar o mecanismo envolvido na formação da gota durante o *break up*. Há diversos mecanismos envolvendo o rompimento da corrente líquida que são classificados de acordo com a energia envolvida na interação do líquido com o gás durante o processo. Além dessa quebra da corrente, concomitantemente estão ocorrendo de forma dinâmica o resfriamento e solidificação dos ligamentos e/ou gotas e redução acentuada da viscosidade da gota até sua solidificação completa. Um

dos mecanismos mais energéticos chama-se *bag break up* em que o gás de alta velocidade fragmenta o líquido e este se transforma em lâminas em formato de um saco. Esta nova forma de saco libera pequenas gotas e, quando a viscosidade aumentar a um valor crítico, esta lâmina colapsa sobre si mesma formando uma gota oca com gás preso em seu interior [63]. A **Figura 15** abaixo apresenta esquematicamente o mecanismo descrito.

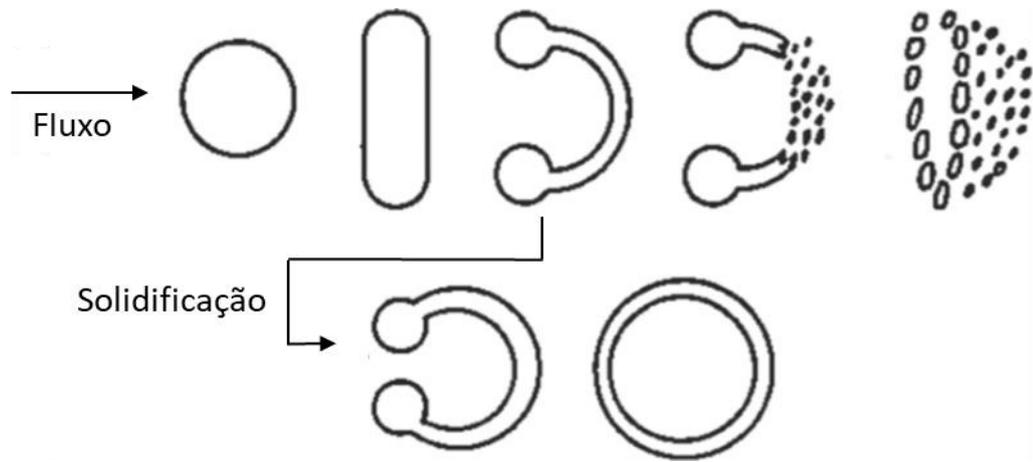


Figura 15 – O mecanismo de formação dos sacos é descrito esquematicamente em que a lâmina formada pode percorrer dois caminhos distintos: despedaçar-se em gotículas ou, caso a viscosidade aumente substancialmente, colapsar sobre si mesma formando uma partícula oca com bolhas de gás aprisionadas em seu interior [63].

Desta forma, uma das formas de aprisionamento de gás no interior das partículas advém do mecanismo de formação das gotas chamado *Bag Break-up*. A **Figura 16** apresenta uma imagem da sessão transversal do pó de aço H13 atomizado a gás [52].

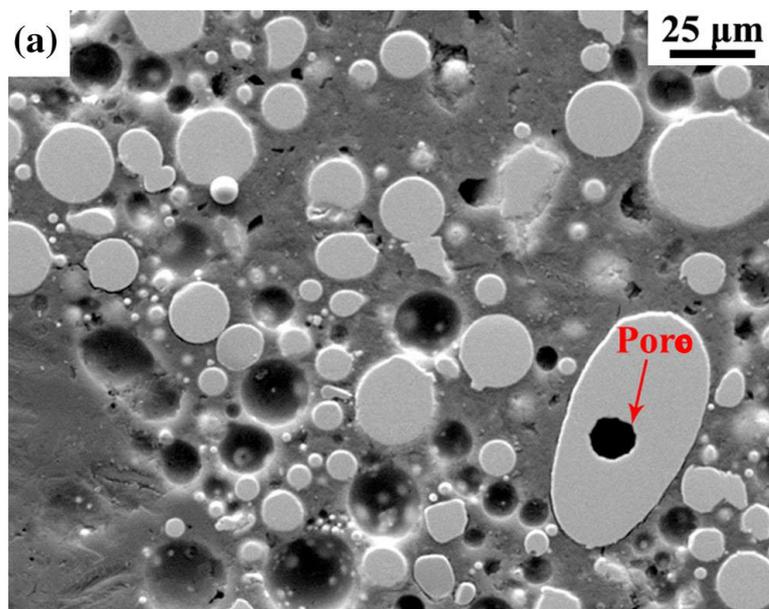


Figura 16 – Imagem de microscopia eletrônica de varredura da secção transversal do pó de H13 atomizado a gás [52].

Além da porosidade interna das partículas, há a possibilidade de formação de porosidade durante a conformação e construção das peças. A presença de partículas satélites, cujo mecanismo de formação já fora discutido anteriormente, altera o fator de forma das partículas. Além disso, a presença de partículas muito finas favorece a aglomeração devido à predominância das forças secundárias que geram atração entre as partículas. Impurezas superficiais como, por exemplo vapor d'água adsorvido, também promove a formação de aglomerados. Em todos esses casos em que ocorrem alterações na geometria das partículas, a fluidez e o empacotamento do pó é prejudicado, promovendo a formação de porosidade durante sua conformação [64].

Conforme apresentado nos itens anteriores, as vantagens dos pós atomizados são inúmeras como por exemplo a aplicação em grande número de ligas, homogeneidade composicional e a eliminação da macrosegregação e redução de tamanho de grão, melhorando assim a trababilidade e a reprodutibilidade das propriedades [56]. No caso de aços para fins especiais, a atomização com gás inerte pode ser necessária para atingir as especificações exigidas de conteúdo de oxigênio. Algumas aplicações mais críticas de aços

ferramentas e ligas de alta temperatura eliminam os processos que utilizam água, ar e nitrogênio. Apesar destas vantagens, o custo de produção utilizando gases inertes é mais elevado quando comparado a produções utilizando água ou ar [56].

2.4. PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

A condução de experimentos visando entender a relação entre as variáveis de entrada (input ou fatores) e as respostas (output ou desempenho) obtidas é de extrema importância para análise de processos. A estatística e seus métodos desempenham um papel de grande importância no planejamento, condução, análise e interpretação dos dados de experimentos. Quando diversas variáveis de processo influenciam uma determinada característica de um produto, a melhor estratégia é projetar o experimento para que conclusões válidas, confiáveis e sólidas possam ser obtidas de forma eficaz, eficiente e econômica [65].

O projeto de experimentos (*Design of experiments – DOE*) foi desenvolvido na década de 1920 pelo pesquisador Ronald Fisher, que conduziu experimentos na área da agricultura. Embora as ferramentas utilizadas não sejam novas, sua aplicação nas áreas científicas destacou-se a partir dos anos 80, cujo desenvolvimento de softwares facilitou sua aplicação, possibilitando, assim, sua expansão [65]. Suas aplicações práticas são classificadas em três tipos. A primeira e mais utilizada é a tradicional ou de exploração em que analisa os fatores nas variáveis resposta e inclui os estágios de triagem e caracterização. A segunda é a metodologia da superfície de resposta ou otimização, que além do comportamento do processo, determina um ponto ótimo de desempenho. E a terceira é o projeto de parâmetro robusto, conhecida também como método de Taguchi, cujo objetivo é determinar o projeto dos fatores controláveis de forma a minimizar a variabilidade dos fatores ruídos [66].

Os principais passos práticos e diretrizes para planejar e conduzir um DOE são: listar os objetivos, definir a/as variável(eis) resposta(s), determinar os

fatores e seus níveis, determinar o tipo de projeto experimental, executar o experimento utilizando o planejamento matriz, analisar os dados utilizando métodos estatísticos como a regressão e ANOVA e, por fim, obter as conclusões [65]. Uma das principais classes de técnicas de projetos estatísticos desse tipo são os métodos fatoriais. Tais projetos são claros e simples de implementar e seus resultados podem ser facilmente interpretados. Estes métodos foram criados para medir os efeitos aditivos na resposta para cada fator de entrada, além dos efeitos de interação entre os mesmos [67]. No caso de experimentos com apenas um fator, são simples experimentos de comparação que utilizam para análise os métodos t-teste ou ANOVA. A medida que se eleva o número de fatores, aumenta-se a complexidade do experimento. Além disso, eleva-se a necessidade de recursos, materiais e tempo, ampliando a dificuldade de manter as mesmas condições experimentais com o tempo. Assim, um experimento fatorial completo é adequado para um pequeno número de fatores e níveis. Caso o número de fatores seja elevado, torna-se necessário utilizar o planejamento fatorial fracionado [65].

Um caso geral de experimento fatorial completo é representado pela notação 2^k , sendo k o número de fatores e o número 2 representando o número de níveis. Cada combinação é chamada de tratamento, o número de unidades de teste para cada tratamento é denominada número de replicas. As letras maiúsculas são geralmente utilizadas para representar os fatores e as letras minúsculas, os tratamentos. Considerando apenas dois níveis, baixo (-) e alto (+) e dois fatores de análise, A e B, tem-se 2^2 que são quatro o número de combinações para este caso. Um exemplo de planejamento deste tipo de experimento está representado na **Tabela 1** abaixo [65]:

Tabela 1 - Matriz de projeto e os sinais para os efeitos no projeto fatorial 2^2 .

	A	B	AB
-1	-1	-1	+1
a	+1	-1	-1
b	-1	+1	-1
ab	+1	+1	+1

Sendo que AB representa a interação entre os fatores A e B. Este tipo de projeto é ortogonal, cujo modelo de regressão linear utilizado para análise é dado pela equação **2.19**:

$$y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_2x_2 + \beta_{12}x_1x_2 + \varepsilon \quad (2.19)$$

Em que x_1 e x_2 representam variáveis codificadas dos fatores A e B, respectivamente, e x_1x_2 o produto cruzado representando a interação AB. $x_j = -1$ e $x_j = +1$ representam os níveis dos fatores mínimos e máximos, respectivamente. Pode-se reescrever a equação **2.19** como uma regressão linear múltipla, considerando apenas $x_1x_2 = x_3$. A análise de variância (ANOVA) é utilizada em casos em que há mais de uma amostra de um determinado projeto para determinar se há diferenças estatísticas significativas entre as médias dos tratamentos [65].

Para um projeto cujo objetivo seja de exploração de um determinado processo, a primeira etapa consiste em definir os parâmetros e seus níveis. Isto é feito através da triagem que pode ser obtida de estudos realizados previamente e/ou obtidos da literatura referente ao processo a ser analisado. Assim, o

experimento fatorial é conduzido para mapear as relações entre os parâmetros, sendo possível determinar seus efeitos principais e os efeitos de suas interações. Assim, este tipo de análise fornece uma superfície de resposta para o processo em questão. Após obtidos os dados, estes são analisados utilizando técnicas estatísticas para fornecer uma equação de regressão linear dos dados experimentais, determinando as influências dos parâmetros e suas interações na variável resposta avaliada [67].

Miller et al. [68] utilizou a mesma ferramenta estatística no estudo do processo de fusão seletiva a laser (SLS). Um experimento fatorial foi realizado para analisar a resistência de amostras sinterizadas em função da potência do laser (Power), velocidade de varredura (SS), espaçamento entre as pistas (SPAC), tempo de atraso entre duas exposições consecutivas ao laser (Delay) e suas respectivas interações. Assim, este é um experimento de quatro fatores e dois níveis, gerando dezesseis tratamentos. A equação de regressão linear desenvolvida foi a seguinte:

$$y_{ijklm} = \mu + A_i + B_j + C_k + D_l + AB_{ij} + AC_{ik} + AD_{il} + BC_{jk} + BD_{jl} + CD_{kl} + ABC_{ijk} + ABD_{ijl} + ACD_{ikl} + BCD_{jkl} + ABCD_{ijkl} + \varepsilon_{m(ijkl)} \quad (2. 20)$$

Em que y é a variável resposta (resistência); μ é média global; ε é o erro aleatório; A, B, C, D são os efeitos principais, AB, AC, AD, BC, BD e CD são as interações entre dois parâmetros; ABC, ABD, ACD e BCD são as interações entre três parâmetros e ABCD a interação entre os quatro parâmetros.

Assim, o modelo de regressão obtido através desse estudo foi:

$$\begin{aligned} Resistência = & 1920 - 116xSS - 303.964xSPAC - 16,1xPower - \\ & 10.403xDelay + 17.790xSSxSPAC + 1,13xSSxPower + 3.512xSPACxPower - \\ & 227xSSxSPACxPower + 895xSSxDelay + 1.634,073xSPACxPower - \end{aligned}$$

$$139.734xSSxSPACxPower + 118xPowerxDelay - 10,2xSSxPowerxDelay - 19.711xSPACxPowerxDelay + 1.665xSSxSPACxPowerxDelay \quad (2. 21)$$

A precisão do modelo é de 94,9%, válida somente na faixa de valores determinadas no experimento. Com a obtenção do modelo, é possível verificar quais são os fatores de menor ou nenhuma significância e reduzir o modelo, simplificando-o. Também é possível verificar graficamente variando os parâmetros dois a dois.

Da mesma forma como foi conduzido o experimento de Miller, será conduzido no presente projeto. O tratamento estatístico posterior que será empregado aos dados do experimento será baseado na referência de Montgomery e Runger [69]. Este livro é referência em estatística para engenheiros e fornece a base estatística utilizada na análise de dados do DOE.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

O presente projeto possui sua parte experimental dividida em três etapas: a primeira consiste no planejamento dos experimentos, na fabricação dos lingotes e os experimentos de atomizações a gás; a segunda, na caracterização dos pós obtidos de cada atomização e a terceira, na análise dos resultados para determinação do conjunto de parâmetros ótimos do processo para a produção de pós visando aplicação nos processos de manufatura aditiva. O fluxograma da **Figura 17** apresenta de forma esquemática a metodologia empregada durante o desenvolvimento da pesquisa, que ocorreu completamente no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar).

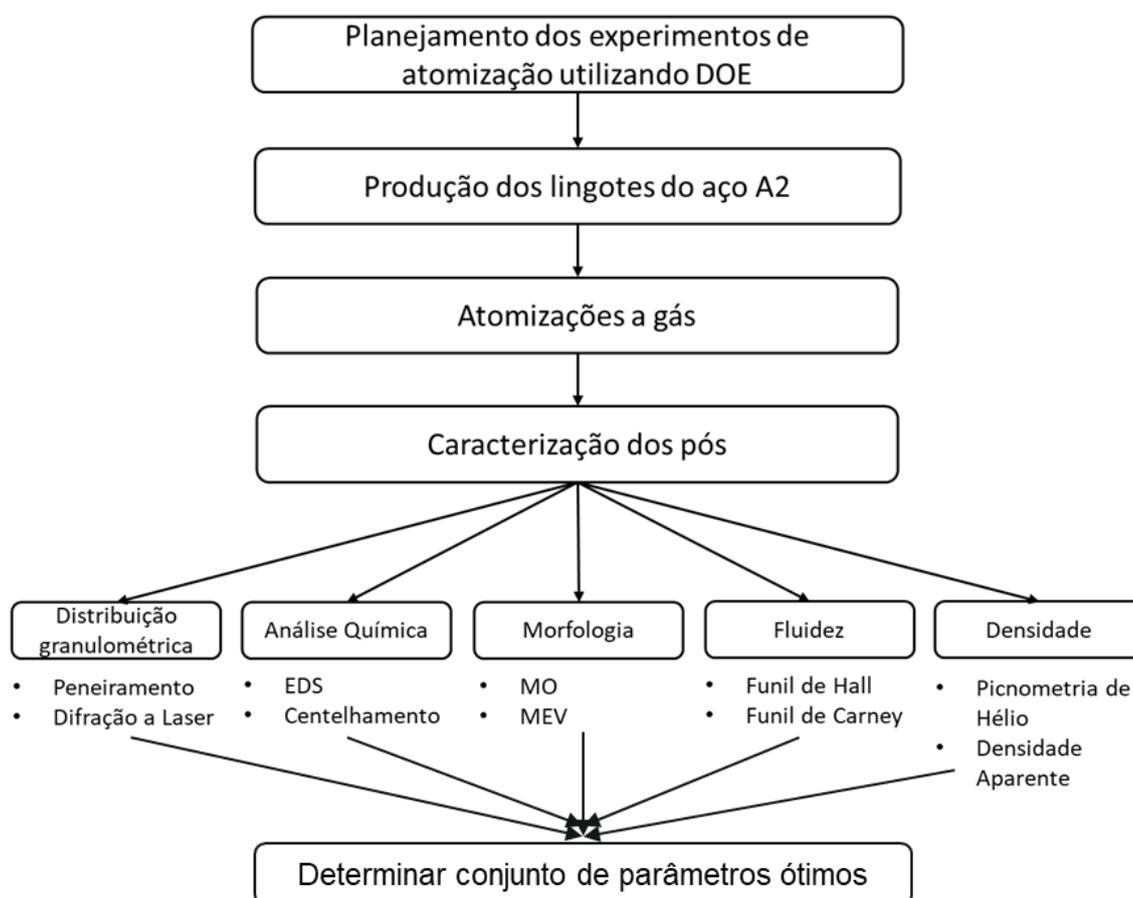


Figura 17 - Fluxograma da metodologia experimental desenvolvida durante o presente projeto de pesquisa.

3.1. MATERIAIS

O material utilizado durante a pesquisa foi o aço ferramenta A2 doado pela empresa VILLARES METALS S.A, cujo nome comercial é VA2. A composição química deste aço é mostrada na **Tabela 2**.

Tabela 2 - Tabela contendo a composição química do aço AISI A2 em % em massa segundo fonte da empresa fornecedora [70].

C %	Cr %	Mn%	Mo %	W %	Si %	V %
0,96	4,90	0,60	0,92	-	0,30	0,17

Segundo a norma **ASTM A681** [71] para especificação da composição química dos aços ferramentas, a faixa de composição do aço AISI A2 está contida na **Tabela 3**.

Tabela 3 – Faixa de composição química do aço AISI A2 segundo a norma ASTM A681-08:



TABLE 1 Chemical Requirements, %^A

UNS Designation ^B	Type	Carbon		Manganese ^C		Phosphorus, max	Sulfur, ^D max	Silicon		Chromium		Vanadium		Tungsten		Molybdenum	
		min	max	min	max			min	max	min	max	min	max	min	max	min	max
T30102	A2	0.95	1.05	0.40	1.00	0.030	0.030	0.10	0.50	4.75	5.50	0.15	0.50	0.90	1.40

3.2. MÉTODOS

3.2.1. PLANEJAMENTO DOS EXPERIMENTOS DE ATOMIZAÇÃO A GÁS

Em consonância com os objetivos do projeto, utilizou-se o Projeto de Experimentos (DOE) para projetar os experimentos de atomização do aço AISI A2. Os parâmetros analisados foram pressão de atomização (P) e

superaquecimento do metal líquido (ΔT). A **Tabela 4** apresenta os fatores e seus respectivos níveis.

Tabela 4 – Tabela contendo os fatores e seus respectivos níveis máximos e mínimos determinados para o DOE.

Fator/Nível	+1	-1
Pressão de atomização (P) [Bar]	40	20
Temperatura de superaquecimento (ΔT)	300	150

Os níveis dos fatores foram determinados de acordo com os estudos abordados na revisão da literatura aliados com a experiência adquirida pelo grupo de pesquisa. A pressão de atomização na maioria dos estudos está na faixa de 10 a 40 Bar [72, 73]. A pressão máxima fornecida pelo equipamento de atomização é de 50 Bar, portanto os níveis de pressão foram determinados de 20 e 40 Bar. Com relação ao superaquecimento, estudos apresentam variação de 50 a 300 K [8, 38, 73]. Assim, os níveis foram definidos em 150 e 300 K de forma a assegurar um aquecimento eficiente e evitar congelamento do metal durante sua passagem pelo bocal e trabalhar dentro do limite máximo de temperatura do equipamento, também evitando a vaporização dos elementos de liga.

Desta forma, o planejamento dos experimentos foi desenvolvido contendo dois fatores e dois níveis, segundo a matriz do projeto contida na **Tabela 5**.

Tabela 5 – Tabela composta pelos quatro experimentos planejados contendo a combinação dos parâmetros pressão de atomização (P) e superaquecimento (ΔT) e seus respectivos níveis.

Experimento N°	P [Bar]	ΔT [K]
1	40	300
2	20	300
3	40	150
4	20	150

O processo de atomização é bastante complexo, composto por inúmeras variáveis que influenciam diretamente nas características do pó produzido. Para avaliação apenas dos parâmetros descritos acima, as demais variáveis foram fixadas. Com relação ao atomizador, este possui um design único, cujo diâmetro do bocal de saída de metal foi determinado 2,5 mm. Já com relação ao gás, foi fixado o tipo de gás usado, no caso o Argônio, e a sua temperatura foi mantida a temperatura ambiente. Assim, foi avaliado somente a influência da sua pressão. O material atomizado é o aço AISI A2, cuja carga de fusão foi fixada em torno de 5 kg, aliada a uma pressão na câmara de fusão de 0,3 Bar. Ao final, a razão entre os fluxos mássica do gás/metálico, parâmetro GMR, foi calculada para cada experimento realizado.

3.2.2. PRODUÇÃO DAS CARGAS

O material utilizado nesta pesquisa foi doado pela empresa *Villares Metals S.A* na forma de arame. Para sua utilização no processo de atomização, foi necessária a preparação das cargas no formato de lingotes adequados para o

atomizador (**Figura 18**). Assim, este arame foi preparado e fundido em forno de indução Power Trak modelo 50-30R VIP disponível no laboratório de fundição do DEMa/UFSCar.

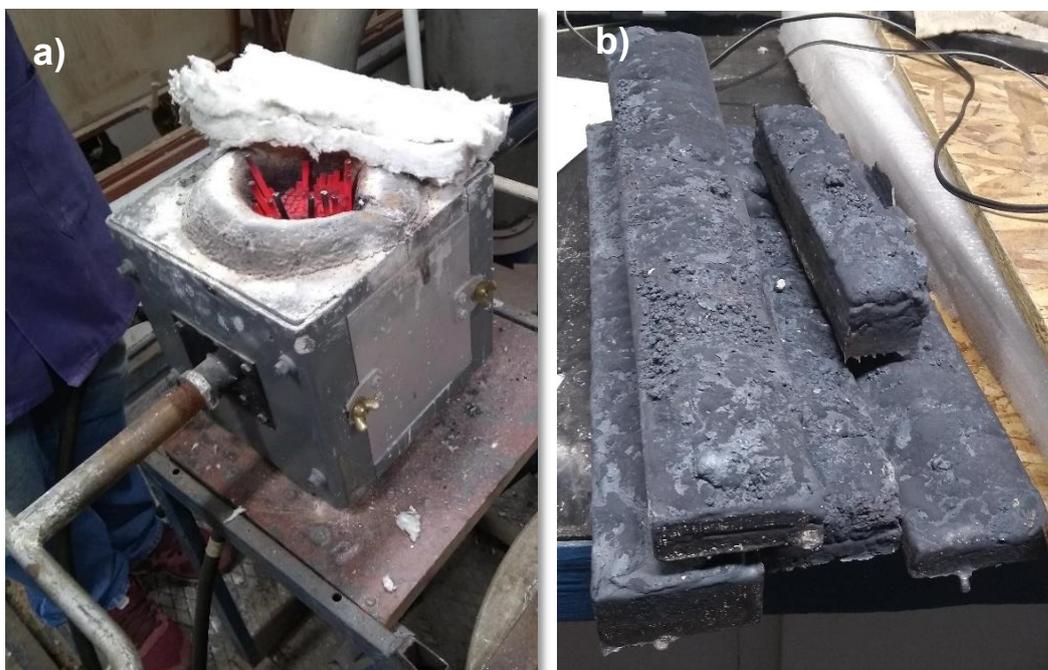


Figura 18 - Produção dos lingotes: a) forno carregado com os arames, e b) lingotes prontos.

3.2.3. ATOMIZAÇÃO A GÁS

O processo de atomização foi realizado no equipamento Gás Atomiser HERMIGA 75/5VI(EAC) da marca PSI localizado no Laboratório de Atomização e Revestimento – DEMa/UFSCar (**Figura 19**). O bocal de gás do atomizador é do tipo confinado com saída anular que direciona o jato de gás de alta velocidade podendo atingir o número de Mach de até 2. O gás atomizador utilizado foi o argônio e o diâmetro do bocal de saída de metal líquido foi de 2,5 mm. Os lingotes utilizados em cada experimento pesavam aproximadamente 5 kg.



Figura 19 - Imagem do atomizador a gás HERMIGA 75/5VI.

3.2.4. CARACTERIZAÇÃO

3.2.4.1. TAMANHO DE PARTÍCULAS DO PÓ

a) DIFRAÇÃO A LASER:

A técnica de difração a laser foi a principal técnica para análise de tamanho de partículas seguindo a norma **ASTM B822** [74]. O equipamento HORIBA LA-930 foi disponibilizado pelo laboratório de materiais vítreos LaMaV - UFSCar. O equipamento é um analisador de partículas que analisa o padrão de difração do laser quando este atravessa uma solução de partículas dispersas. Essa dispersão é feita via úmida e cada ângulo da dispersão está correlacionado a um diâmetro de partícula. A técnica é bastante rápida e permite a análise

estatisticamente representativa de uma solução. Porém, uma limitação da técnica é com relação a morfologia das partículas, pois a técnica assume que todas as partículas são perfeitamente esféricas para o cálculo dos diâmetros médios das partículas. Assim, caso as partículas sejam muito irregulares, com razões de aspecto muito alta, esta técnica fornece dados menos precisos [10]. Além disso, como a análise utiliza a dispersão via úmida, para melhorar sua acurácia, é necessário obter uma solução com dispersão adequada das partículas, de forma a evitar aglomeração e sedimentação. Desta forma, para a condução do procedimento de medição de tamanho de partículas, foram testadas duas soluções distintas: o álcool etílico (densidade = $0,78 \text{ g/cm}^3$) e o etilenoglicol (densidade = $1,11 \text{ g/cm}^3$). Esta análise permitiu concluir que a solução utilizando etanol não foi adequada para este estudo, pois permitiu que facilmente as partículas se aglomerassem, além de ser possível observar maior sedimentação. Portanto, optou-se por utilizar o etilenoglicol como solução. A técnica foi realizada para os pós individuais coletados pela garrafa principal e pelo ciclone e, posteriormente, analisado o pó global dos processos que é a mistura do pó coletado pela garrafa principal e pelo ciclone.

b) PENEIRAMENTO

A técnica de peneiramento foi utilizada para separação granulométrica e posterior obtenção da curva de distribuição granulométrica com base mássica. Para isso, foi utilizado o equipamento HAVER EML DIGITAL PLUS da Haver & Boecker, com amplitude de vibração de 50 % e tempo de peneiramento de 20 minutos. A quantidade de amostra utilizada foi determinada de acordo com as especificações das peneiras visando maximizar a eficiência do peneiramento, evitando assim o entupimento das aberturas caso haja excesso de material sobre a malha ou o desperdício de trabalho caso haja pouca amostra, seguindo a norma **ASTM B214** [75]. As peneiras utilizadas foram da marca BRONZINOX, cujas telas são em aço inox. As aberturas das peneiras selecionadas foram de 250, 150, 106, 75, 45 e 20 μm . Constatou-se a dificuldade de peneiramento do pó do ciclone devido à presença de partículas majoritariamente finas, que se aglomeram e ficam aderidas as partículas maiores, além de sujar

excessivamente as peneiras, necessitando de limpeza a cada etapa do peneiramento.

3.2.4.2. ANÁLISE QUÍMICA

a) ESPECTROSCOPIA DE EMISSÃO ÓTICA

A Espectrometria de Emissão Ótica é uma técnica muito utilizada para análise química de aços com boa precisão e eficiência. A fonte energética de excitação dos elétrons é uma centelha elétrica e o espectro dos fótons obtidos fornece informações sobre os elementos químicos presentes na amostra. Assim, foi utilizado uma fonte de faísca de alta voltagem para a determinação dos elementos químicos presentes nos lingotes do aço ferramenta A2, seguindo a norma **ASTM A681** [71].

b) ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

A análise química do lingote e do pó foram realizadas utilizando a técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) que utiliza as informações dos raios-X característicos, fornecendo uma análise semi-quantitativa dos elementos presentes na amostra. Para isto, foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo Quanta 400 com EDS modelo Oxford Inca Energy 250 acoplado ao equipamento. Este equipamento está disponível no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais CCDM - UFSCar.

3.2.4.3. MORFOLOGIA DAS PARTÍCULAS

a) MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Para análise de morfologia e da topografia das partículas, foi utilizado o MEV modelo Quanta 400 através do modo de formação de imagens por elétrons secundários (SE). Este modo de imagem fornece informações referentes a superfície da amostra com alta resolução (até 1 nm). Para amostras em pó, é possível analisar a rugosidade das partículas, a presença de partículas satélites, geometria e tamanho das partículas. Já a análise da sessão do pó permite

verificar a presença de poros e a microestrutura (fase, distribuição e tamanho de grão).

b) MICROSCOPIA ÓTICA

Diversas faixas granulométricas dos pós foram embutidas e preparadas metalograficamente para análise de suas sessões por microscopia ótica (MO). Primeiramente foram utilizadas lixas d'águas de granulometria 2000 μm seguido de polimento realizado com pasta de alumina de granulometria 1 μm . A análise foi realizada utilizando o microscópio ótico da marca Olympus, modelo BX41M-LED, disponível no Laboratório de metalografia do DEMa/UFSCar, obtendo-se imagens em diversos aumentos. As análises dessas imagens permitem avaliar a morfologia das partículas e verificar a presença de porosidade e de vazios internos, que posteriormente serão relacionadas com outras técnicas para analisar a porosidade das partículas.

3.2.4.4. DENSIDADE DO PÓ

a) DENSIDADE APARENTE DO PÓ

Uma das propriedades físicas mais importantes do pó é a sua densidade aparente. Esta técnica consiste no preenchimento de um recipiente calibrado com um volume fixo de 25 cm^3 que é preenchido com o pó que escoar livremente pelo funil de Carney. Neste caso, utilizou-se o funil de Carney, pois alguns pós não escoaram livremente pelo funil de Hall. Assim, determinou-se a Densidade Aparente de Carney (DA_c) pesando a massa de pó contida no recipiente e dividindo-a pelo volume do recipiente, segundo a norma **ASTM B417** [76].

b) DENSIDADE POR PICNOMETRIA DE GÁS HÉLIO

A técnica de Picnometria por Gás Hélio permite a determinação da densidade da estrutura/esqueleto do pó metálico. A técnica consiste na obtenção de uma amostra com volume apropriado para maior precisão da análise. Esta amostra é previamente pesada em uma balança analítica e inserida no cadinho padrão do equipamento que possui volume previamente conhecido. Durante a análise, o recipiente é totalmente preenchido com gás Hélio e o picnômetro mede

o volume esquelético da amostra que consiste no volume do material sólido mais os poros fechados dentro das partículas. Assim, a massa da amostra é utilizada para calcular a densidade esquelética do metal de acordo com a norma **ASTM B923** [77].

3.2.4.5. FLUIDEZ DO PÓ

A fluidez do pó metálico utilizado como matéria prima afeta seu comportamento nos processos de manufatura aditiva. O Funil de Hall é um método bem estabelecido para medir a fluidez e é bastante utilizado na área da metalurgia do pó. Sua maior vantagem é a facilidade de operação e equipamento de baixo custo. Seu princípio é simples: 50 g de pó é depositado no funil. Registra-se o tempo que o material leva para fluir através do funil e posteriormente calcula-se a taxa de fluxo, conforme a norma **ASTM B213** [78]. Caso o pó não flua livremente, utiliza-se o funil de Carney, norma **ASTM B964**, cuja diferença com relação ao funil de Hall é que este possui uma abertura com o dobro do diâmetro [79]. No entanto, tanto a presença de partículas muito finas quanto a presença de umidade podem influenciar na taxa de fluxo ou até mesmo impedir o pó de escoar. Os pós foram repeneirados utilizando a peneira de abertura 20 µm de forma a eliminar algumas partículas mais finas. Dessa forma, a fluidez também foi medida após os pós serem repeneirados e secados em estufa a vácuo.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados da pesquisa serão apresentados em duas sessões distintas. A primeira sessão será destinada ao modelamento matemático, onde serão apresentados todos os cálculos matemáticos derivados do modelo proposto por Lubanska e as análises estatísticas relacionadas. Além disso, será analisada a validação deste modelo para o processo de atomização a gás envolvido na pesquisa. Por último, a segunda sessão abordará a caracterização do pó, com enfoque no pó coletado pela garrafa principal do atomizador.

4.1. MODELAMENTO MATEMÁTICO

A equação de Lubanska (2.15) relaciona os principais parâmetros do processo com o diâmetro médio das partículas (D_{50}) da atomização a gás. Estes parâmetros são: altura do metal líquido (h_m), pressão da câmara de fusão (P_m), diâmetro do bocal de transferência do metal líquido (d_0), superaquecimento do metal líquido (ΔT) e pressão de atomização (P). Cada parâmetro teve sua influência analisada isoladamente, mantendo-se os demais constantes. Para isto, os efeitos dos parâmetros no diâmetro médio das partículas foram analisados dobrando seus valores. De acordo com a equação de Lubanska, quando os valores de h_m , P_m e d_0 aumentam, ocorre um aumento do D_{50} , enquanto que ΔT e P apresentam efeito inverso, no sentido de redução do D_{50} , conforme os dados da **Tabela 6**.

Tabela 6 – A tabela apresenta os valores dos parâmetros do processo h_m , P_m , d_0 , ΔT e P e sua influência na variação percentual em relação a resposta D_{50} para os valores calculados teoricamente e os valores obtidos experimentalmente.

	h_m (m)	P_m (Bar)	d_0 ($10^{-3}m$)	ΔT (K)	P (Bar)
	0,07 – 0,14	0,15 – 0,3	1,25 – 2,5	150 – 300	20 – 40
D50 teórico (%)	0,7	6,2	64,0	-14,4	-12,3
D50 experimental (%)	-	-	-	-11,5	-15,0

Conforme apresentado, os parâmetros altura do metal líquido e pressão na câmara de fusão possuem a menor influência, apresentando variações teóricas no D_{50} de 0,7% e 6,2%, respectivamente. Já o diâmetro do bocal apresenta a maior influência, pois ele determina a espessura da corrente líquida a ser atomizada. Embora de acordo com os cálculos teóricos este parâmetro quando dobrado seu valor aumenta o tamanho médio das partículas em 64,0%, optou-se por analisar a influência dos parâmetros superaquecimento e pressão, com influência de -14,4% e -12,3%, respectivamente. Experiências prévias do grupo sugeriram evitar bocais menores que 2,0 mm para a atomização de aços e ligas ferrosas devido à problemas de solidificação do metal no bocal durante o processo. Como o aço possui uma viscosidade bastante elevada e bocais menores, além de trocam calor mais facilmente com o líquido, impõem uma resistência ao fluxo do líquido maior, o risco do aço líquido congelar no bocal e interromper o processo é bastante elevado [8, 48].

O modelamento matemático consistiu em calcular todas as variáveis contidas na equação de Lubanska para determinar o D_{50} teórico para os respectivos parâmetros de processos envolvidos e, posteriormente, verificar se os valores calculados são coerentes com os valores experimentais. As propriedades do metal líquido viscosidade cinemática (ν_m), tensão superficial (σ_m) e densidade (ρ_m) variam apenas com o superaquecimento imposto e a viscosidade cinemática do gás (ν_g) varia apenas com a pressão de atomização, conforme apresentados nas equações. No entanto, a (ν_g) foi fixada em $1,28 \times 10^{-5}$ a pressão de 1 atm e temperatura de 20°C [80]. Os valores apresentados para as propriedades do metal foram calculados utilizando as equações dos aços inoxidáveis mas utilizadas para o aço ferramenta A2 (**2.9**, **2.10** e **2.11**) [48, 49]. A **Tabela 7** apresenta os valores calculados das propriedades mencionadas acima para os superaquecimentos de 150 e 300 K.

Tabela 7 - Tabela contendo as variáveis físicas do aço A2 viscosidade cinemática (ν_m), tensão superficial (σ_m) e densidade (ρ_m) para cada condição de superaquecimento do processo.

	ν_m ($N \cdot s/m^2$)	σ_m (N/m)	ρ_m (kg/m^3)
300 K	4,64E-03	1,76	6662
150 K	6,35E-03	1,82	6791

Além disso, há outros três parâmetros na equação que variam de acordo com as condições do processo que são: a velocidade do gás U_g (**2.2**) e o fluxo mássico de gás G (**2.3**) que dependem da pressão de atomização e o fluxo mássico de metal M , que de acordo com a equação **2.14**, depende apenas do superaquecimento do líquido. Embora o fluxo mássico de metal também dependa da pressão de sucção, esta não é possível de ser determina

matematicamente, pois é dependente de uma série de fatores relacionados ao processo conforme já mencionado anteriormente [30]. A **Tabela 8** contém os valores calculados de U_g , G e M para os quatro experimentos realizados.

Tabela 8 – Tabela contendo as variáveis velocidade do gás (U_g), fluxo mássico de metal (M) e fluxo mássico de gás (G) para cada condição de superaquecimento e pressão.

	U_g (m/s)	M (kg/s)	G (kg/s)
300 K	-	8,37E-02	-
150 K	-	8,46E-02	-
40 Bar	5,54E+02	-	2,54
20 Bar	5,51E+02	-	1,27

Dessa forma, com todos os parâmetros calculados, determinou-se o D_{50} teórico através da equação de Lubanska. O único parâmetro desta equação que é determinado empiricamente é a constante K , que é dependente do atomizador, do material e das condições do processo em si. Assim, o valor de K obtido através de regressão linear foi de 36,7, valor este próximo aos estudos realizados por Lubanska, que sugeriram valores entre 40 e 50 [41]. Caso os cálculos sejam realizados para o ferro puro, o valor da constante K é de 43. Com isso, os valores de D_{50} calculados foram próximos aos valores reais obtidos experimentalmente. A **Tabela 9** contém os valores de D_{50} calculados teoricamente através do modelo de Lubanska e os valores de D_{50} obtidos experimentalmente.

Tabela 9 – Tabela contendo os valores de $D_{50} \pm 1,1$ obtidos por cálculos teóricos utilizando a equação de Lubanska e os valores experimentais.

$K = 36,7$	D_{50} teórico (μm)	D_{50} exp (μm)
40 Bar e 300 K	21,5	22,1
20 Bar e 300 K	24,5	25,3
40 Bar 150 K	25,1	24,3
20 Bar e 150 K	28,7	29,4

Com os dados da tabela acima, obteve-se o gráfico da **Figura 20** em que analisou-se a acurácia do modelo matemático proposto por Lubanska comparando os valores de D_{50} teóricos e experimentais. O alto valor do coeficiente de determinação R^2 ($R^2 = 0,94$) indica boa congruência entre os dados. Ou seja, pode-se concluir que o modelo proposto por Lubanska, apesar de não ter sido desenvolvido para atomizadores do tipo confinado, apresenta bom ajuste ao processo em análise.

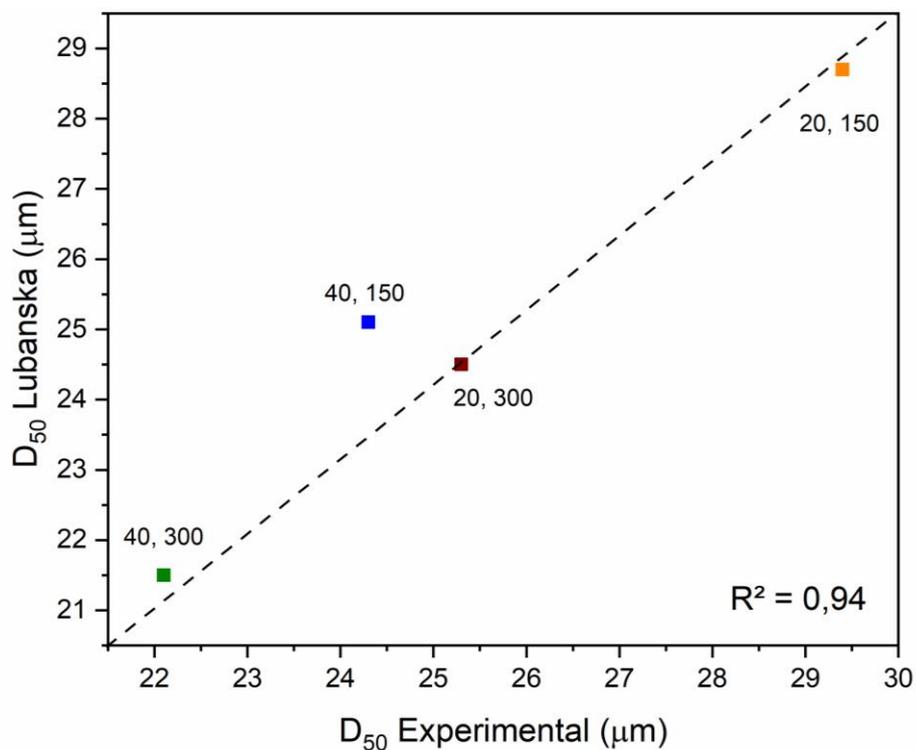


Figura 20 – Valores de D_{50} calculados baseado no modelo de Lubanska comparados aos valores de D_{50} obtidos experimentalmente. Os rótulos dos dados são a pressão de atomização (Bar) e o superaquecimento (K).

Já o gráfico da **Figura 21** apresenta a relação entre os valores de D_{50} versus o parâmetro GMR calculados teoricamente e obtidos experimentalmente.

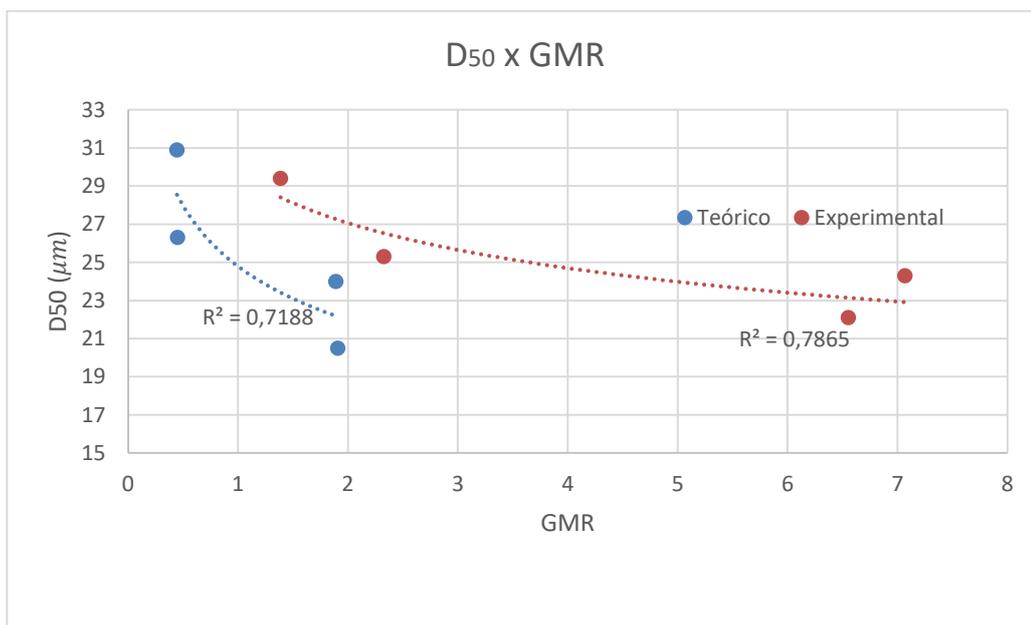


Figura 21 – Gráfico dos valores de D_{50} versus GMR obtidos pelos cálculos teóricos e pelos dados experimentais.

Verificam-se diferenças significativas entre os GMR experimentais e teóricos, especialmente para os experimentos que utilizaram uma pressão de 40 Bar. Estas diferenças decorrem principalmente devido ao fluxo mássico de metal (M). A equação proposta para o cálculo do M não considera os efeitos da pressão de sucção (*back pressure*) imposta pelo fluxo característico de gás neste tipo de atomizador. Assim, à medida que se aumenta a pressão, o efeito da pressão de sucção torna-se pronunciado, reduzindo o fluxo de metal líquido. Assim, além de G aumentar com o aumento da pressão, M também diminui, ampliando significativamente o parâmetro GMR . Por isto, há esta discrepância entre os valores teóricos e experimentais do parâmetro GMR para os processos que envolveram o maior nível de pressão. No entanto, apesar desta diferença, verifica-se que não ocorre redução do D_{50} na mesma proporção. Embora o GMR aumente em 500%, o D_{50} decresce apenas 17% (comparação entre os experimentos 03 e 04). Ou seja, assim como já discutido e apresentado na **Figura 12**, a partir de um determinado valor de GMR , o D_{50} não pode ser consideravelmente reduzido, condição em que o sistema atinge sua capacidade limite. Ou seja, trabalhar com processos utilizando pressão de atomização em

torno de 20 Bar é um ponto ótimo de trabalho, visando uma produção econômica e eficiente. Ressalta-se que esta discussão está centrada apenas no D_{50} e não está analisando as demais características do pó.

Apesar da diferença significativa apresentada entre os valores de GMR experimentais e teóricos, verifica-se que os cálculos do D_{50} utilizando o modelo de Lubanska foram próximos aos valores obtidos experimentalmente. No entanto, deve-se considerar que este modelo foi desenvolvido para um bocal do tipo *Free-Fall*, utilizando gás N_2 e para o Ferro puro. Neste trabalho, utilizou-se um atomizador do tipo confinado com saída anular de gás, utilizando o gás Argônio para atomizar o aço ferramenta A2. Assim, há diferenças significativas entre os processos e, conforme já discutido, a equação para o cálculo de M não abrange a influência da pressão de sucção. Todas estas condições devem ser consideradas quando se aplica o modelo de Lubanska para processos distintos. Existem estudos mais recentes que apresentam modificações para a equação de Lubanska, porém também são equações únicas para cada unidade atomizadora. Para o estudo em questão, foi possível utilizar a equação de Lubanska para prever o D_{50} devido ao alto valor do coeficiente de determinação ($R^2 = 0,94$), que indicou boa congruência entre os dados teóricos e experimentais.

A análise da variância (ANOVA) foi utilizada para avaliar se há influência estatística significativa entre os efeitos dos fatores isoladamente e do efeito de interação entre eles. O teste estatístico F e o valor P foram utilizados como indicadores e o nível de significância de 0,05 foi estabelecido. O gráfico de superfície resposta diâmetro médio das partículas (D_{50}) foi construído para analisar o efeito de interação dos fatores (**Figura 22**). Neste gráfico, há uma ligeira distorção da superfície, distanciando-se do plano perfeito. Isto evidencia a existência de interação entre os fatores, ainda que pequena. A combinação dos dois níveis máximos dos fatores promove o menor D_{50} e o oposto, com os dois níveis mínimos, produz o maior D_{50} . O gráfico menor inserido no canto

superior direito é uma outra vista do gráfico, acrescentada com o intuito de evidenciar a distorção da superfície.

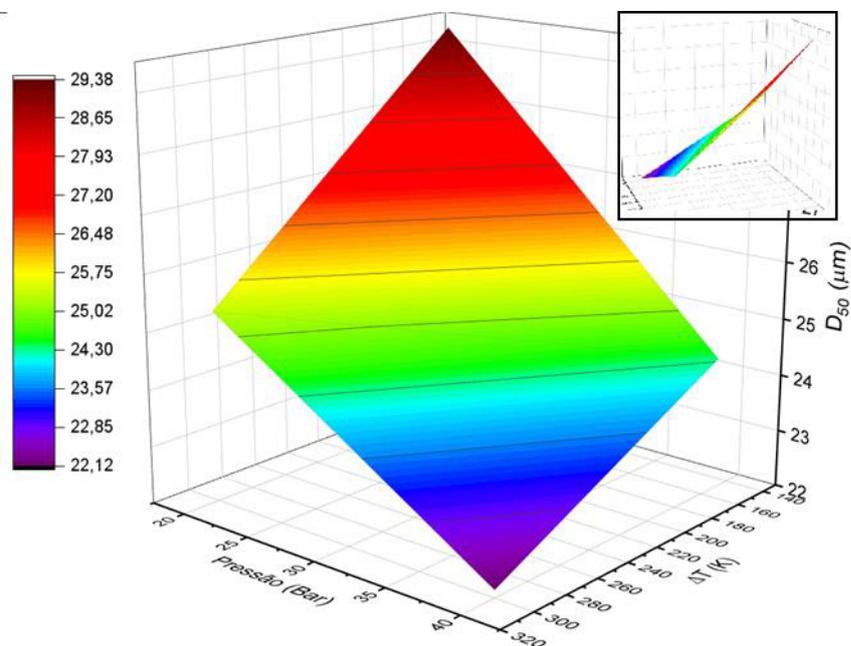


Figura 22 - Gráfico de superfície da variável resposta D_{50} obtida pelo efeito conjunto dos parâmetros do processo pressão de atomização e superaquecimento do metal líquido e gráfico no canto superior direito de outra vista lateral. Gráfico obtido do software de análise de dados *Origin*.

Os métodos estatísticos ANOVA e regressão linear foram aplicados utilizando o software *MINITAB*. A **Figura 23** apresenta o gráfico da interação dos fatores pressão e superaquecimento na resposta diâmetro médio (D_{50}) obtidos da análise realizada pelo *MINITAB*. Cada reta do gráfico apresenta a influência dos níveis da pressão para cada nível de superaquecimento. A relação obtida é linear, visto que há apenas dois pontos envolvendo cada parâmetro. No entanto, como estas retas não são paralelas entre si, indicando que estas se cruzariam em algum ponto do espaço, verifica-se assim a existência do efeito de interação entre os dois fatores.

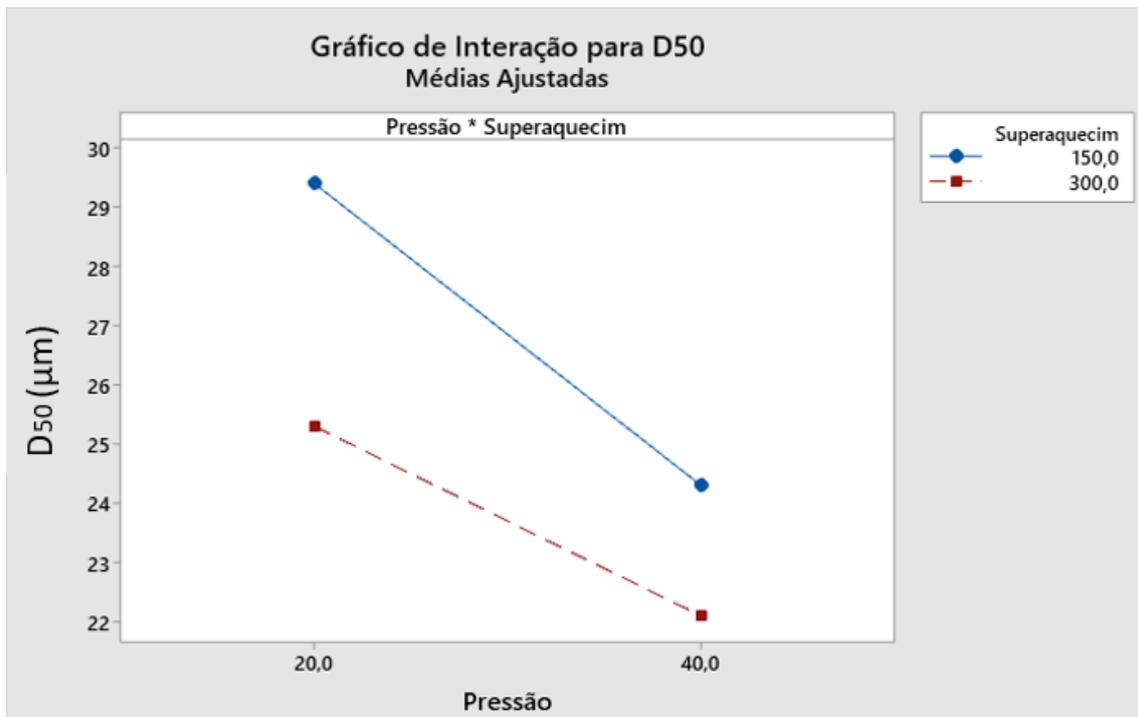


Figura 23 - Gráfico da interação entre os dois fatores pressão e superaquecimento no diâmetro médio das partículas (D₅₀).

Embora exista o efeito interativo entre os fatores, a ANOVA indicou que este poderia ser desconsiderado do modelo, visto que apresentou um valor da soma total dos quadrados (SQ) de 0,90, muito inferior à dos efeitos dos parâmetros isolados. O parâmetro SQ ajuda a expressar a variação total que pode ser atribuída a cada fator. Assim, quanto maior for esta relação, maior a influência dos tratamentos no resultado. O parâmetro quadrado médio (QM) é o valor de SQ dividido pelo grau de liberdade (GL). O valor F é o valor referente ao teste F, cujo valor é obtido pela divisão do valor QM de cada fator pelo QM do erro. Se este valor for maior que o *valor F* para o nível de significância (α) estabelecido, a hipótese nula poderá ser rejeitada, ou seja, significa que o efeito desse fator é significativo. Já o *valor P*, quando menor que α , indica que a hipótese nula poderá ser rejeitada. Abaixo está a **Tabela 10** da ANOVA analisando apenas os efeitos dos fatores isolados.

Tabela 10 - Tabela contendo a análise de variância ANOVA para os dois fatores pressão e superaquecimento em que os parâmetros apresentados são o grau de liberdade (*GL*), a soma dos quadrados (*SQ*), a média dos quadrados (*QM*), o *valor F* e o *valor P*.

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	2	27,1	13,6	15,0	0,2
Linear	2	27,1	13,6	15,0	0,2
Pressão	1	17,2	17,2	19,1	0,1
Superaquecimento	1	9,9	9,9	11,0	0,2
Erro	1	0,9	0,9		
Total	3	28,0			

Pela análise da tabela acima, o baixo *valor de F* e o alto *valor de P* indicam que os valores do D_{50} não apresentam variações estatisticamente significativas com as variações dos fatores pressão e superaquecimento.

Dessa forma, a regressão linear múltipla foi conduzida analisando apenas os efeitos dos fatores isoladamente. Assim, a equação **(4.1)** foi obtida com qualidade do ajuste do modelo, medida pelo coeficiente de determinação R^2 , de 96,78%.

$$D_{50} = 36,22 - 0,2075 * P - 0,021 * \Delta T \quad \text{(4. 1)}$$

No entanto, a aplicabilidade dessa equação é limitada, sendo útil apenas para a faixa de pressão e do superaquecimento analisados, além dos demais parâmetros fixados.

4.2. CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

O resumo das atomizações é apresentado na **Tabela 11** em que contém os níveis dos fatores pressão de atomização (P) e superaquecimento (ΔT), o parâmetro razão Gás/Metal (GMR) calculado após a realização dos experimentos, o rendimento do processo que é a razão entre a massa de pó total pela massa inicial do lingote, a porcentagem de pó coletado pelo ciclone em relação ao total de pó produzido, o rendimento considerando a quantidade de pó na faixa de interesse para aplicação em processos de L-PBF, que é de 20-75 μm , e o D_{50} (μm) obtido através da técnica de difração a laser pela análise do pó global do processo. O diâmetro médio das partículas (D_{50}) é apresentado neste momento de forma a comparar inicialmente os experimentos. Posteriormente, serão apresentadas e analisadas as respectivas curvas de distribuição granulométrica detalhadamente.

Tabela 11 - Tabela contendo os parâmetros do processo pressão (P) e superaquecimento (ΔT), o parâmetro GMR , o rendimento do processo em pó (%), a porcentagem em massa do pó coletado pelo ciclone, o rendimento do pó na faixa de 20-75 μm e o D_{50} em μm obtidos das análises de difração a laser do pó global do processo.

<i>Atomização</i>	<i>P (Bar)</i>	<i>ΔT (K)</i>	<i>GMR</i>	<i>Rendimento em pó (%)</i>	<i>% em massa do pó do ciclone</i>	<i>Rendimento 20-75 μm</i>	<i>D_{50} (μm)</i>
01	40	300	6,55	95,5	18,4	55,1	22,1
02	20	300	2,32	97,8	10,9	54,3	25,3
03	40	150	7,07	93,4	16,6	50,0	24,3
04	20	150	1,39	97,5	9,1	59,4	29,4

Os dados mostram que os experimentos conduzidos com a maior pressão, experimentos 01 e 03, apresentam valores de GMR superiores aos demais experimentos realizados com a menor pressão, experimentos 02 e 04. Conforme já discutido anteriormente, isto é característicos dos bocais confinado, devido à pressão de sucção na saída do tubo de alimentação de metal líquido. A magnitude dessa pressão é determinada pela geometria do tubo e sua posição relativa aos jatos de gás, além de ser uma função da pressão de atomização aplicada. Se essa pressão for maior do que a pressão da câmara de fusão, a taxa de fluxo pode ser reduzida [30]. Assim, o elevado valor de GMR das atomizações em questão pode ter sido incrementado pela redução também da vazão de metal em elevadas pressões devido à esse efeito. Dessa forma, a pressão não é o parâmetro mais adequado para caracterizar o processo isoladamente e sim o parâmetro GMR . Além disso, estas atomizações com maior

GMR apresentaram maior rendimento do pó do ciclone, pó tipicamente muito fino ($D_{90} < 45\mu\text{m}$, conforme será discutido posteriormente). No entanto, considerando o rendimento de pó na faixa granulométrica de interesse para os processos de *L-PBF*, que é a faixa de 20 – 75 μm , todas as atomizações apresentaram rendimento similares, exceto a atomização 04, que apresentou um rendimento ligeiramente superior. Com relação ao D_{50} , as atomizações com o maior nível de pressão também apresentaram os menores resultados. O aumento do superaquecimento contribui para a produção de pó mais fino devido à influência na redução da viscosidade e da tensão superficial do metal líquido. Com a redução da tensão superficial, menor é o ângulo de contato entre o metal líquido e o bocal, produzindo um filme líquido mais fino. Isso permite maior eficiência do processo de atomização primário, que, em adição ao maior tempo para a solidificação, aumenta a probabilidade de ocorrer a atomização secundária. Além disso, com o aumento da pressão de atomização, a energia cinética do gás aumenta, aumentando a eficiência da interação do gás com a corrente líquida. Assim, o pó do experimento 01 em relação ao pó 04 (maior e menor combinação de pressão e superaquecimento, respectivamente) apresentou uma redução percentual de 24,8% do D_{50} . Já com relação ao *GMR*, houve um aumento percentual do experimento 01 com relação ao 04 de 470%. Logo, a redução do tamanho médio de partículas não é proporcional ao incremento no consumo de gás, sendo que este apresenta-se excessivamente maior.

A primeira etapa da caracterização consiste na obtenção da curva de distribuição de tamanho de partículas obtida pelo método de difração a laser. A **Figura 24** apresenta as curvas das quatro atomizações realizadas.

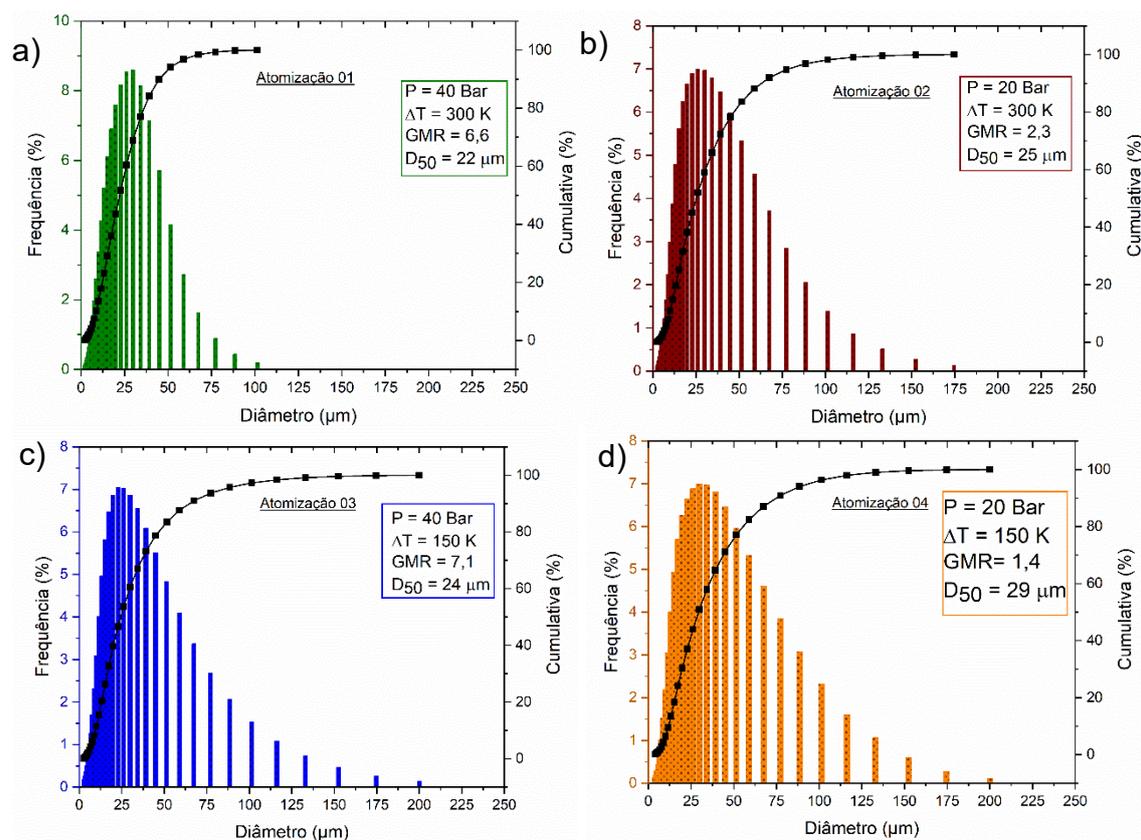


Figura 24 - Figura contendo os gráficos das curvas de distribuição granulométrica obtidas por difração a laser dos pós das quatro atomizações com seus respectivos parâmetros de processo P e ΔT , GMR calculados e D_{50} obtidos: a) Atomização 01; b) Atomização 02, c) Atomização 03 e d) Atomização 04.

A **Tabela 12** apresenta um resumo das principais propriedades das curvas de distribuição de tamanho de partículas. As propriedades são os diâmetros das partículas referentes aos decis de 10%, 50% e 90% da curva cumulativa D_{10} , D_{50} e D_{90} , os parâmetros calculados dos desvios geométricos $\sigma_{84} / \sigma_{50}$ e $\sigma_{50} / \sigma_{84}$, as faixas dos inter decil $D_{90} - D_{10}$, chamada de *Inter Decil Range (IDR)*, obtida da curva de distribuição cumulativa e o parâmetro Altura Meia Largura, denominado em inglês de *Full Width at Half Maximum (FWHM)*, obtido do ajuste matemático da curva de distribuição normal. Tanto os desvios geométricos, quanto os *IDRs* e *FWHMs* são medidas da largura da curva de distribuição.

Tabela 12 – Tabela contendo os principais dados obtidos das curvas de distribuição granulométrica obtidas na análise por difração a laser dos pós atomizados. Os dados D_{10} , D_{50} , D_{90} são obtidos da curva cumulativa em % de volume a 10%, 50% e 90 %, respectivamente, $\sigma_{84} / \sigma_{50}$ e $\sigma_{50} / \sigma_{84}$, as faixas dos inter decil (*IDR*), e os valores de largura meia altura (*FWHM*) das curvas de distribuição granulométrica com seus respectivos coeficientes de ajuste dos modelos estatísticos propostos R^2 .

<i>Atomização</i>	D_{10}	D_{50}	D_{90}	$\sigma_{84/50}$	$\sigma_{50/16}$	$D_{90} - D_{10}$	<i>FWHM</i>	R^2
01	8,8	22,1	44,9	1,77	2,02	36,1	0,62	0,98
02	10,1	25,3	67,5	2,14	2,05	57,4	0,74	0,99
03	9,5	24,3	64,5	2,15	2,07	55,0	0,77	0,99
04	11,6	29,4	77,3	2,1	2,06	65,7	0,83	0,99

Comparando os valores de D_{10} , D_{50} , e D_{90} das quatro atomizações, verifica-se que a atomização 01 apresenta os menores valores, seguida da atomização 03, 02 e 04. Ou seja, a atomização 01 produziu um pó mais fino que as demais. Com relação ao desvio geométrico calculado ($\sigma_{84} / \sigma_{50}$ ou $\sigma_{50} / \sigma_{84}$), apenas a atomização 01 mostrou menores valores, sendo que as atomizações 02, 03 e 04 possuem valores praticamente iguais. Com relação ao *IDR* e ao *FWHM*, as atomizações apresentaram o mesmo comportamento, sendo que a 01 também apresenta o menor valor. Ou seja, os menores valores significam curvas de distribuição com menor largura. Assim, seguem-se as atomizações 03 e 02 com valores próximos e a atomização 04 com a maior largura da curva. As curvas de distribuição granulométrica são do tipo Log Normal da qual é possível extrair o parâmetro *FWHM* através dos *fittings* destas curvas. Todos esses

parâmetros mencionados são formas distintas de estimar a dispersão da curva em torno do valor central. Assim, quanto menor estes valores, mais estreita a curva e quanto maiores, mais ampla a curva. Dessa forma, a curva 01, além de apresentar o menor D_{50} , apresentou também o menor D_{90} , caracterizando a curva de largura mais estreita, indicando um processo mais estável. Este resultado é coerente com os parâmetros utilizados que são máxima pressão e máximo superaquecimento. Ambos os fatores influenciam de forma a reduzir o diâmetro médio das partículas, portanto, combinando-os, obteve-se o pó mais fino.

Durante o processo de atomização, existem dois coletores de pó distintos que são os coletores denominados ciclone e o denominado garrafa principal (**Figura 25**). O coletor ciclone abriga o pó mais fino gerado pelo processo, geralmente com partículas abaixo de 45 μm e a garrafa principal abriga a maior parcela do pó atomizado (80 – 90%). Até o momento, as análises apresentadas anteriormente foram conduzidas para o pó global do processo, ou seja, a mistura do pó do ciclone com pó da garrafa principal. Para compreender as diferentes características desses pós coletados separadamente, as figuras **Figura 26** e **Figura 27** apresentam, respectivamente, as curvas de distribuição de tamanho de partículas obtidas pela técnica de difração a laser dos pós coletados no ciclone e na garrafa principal.

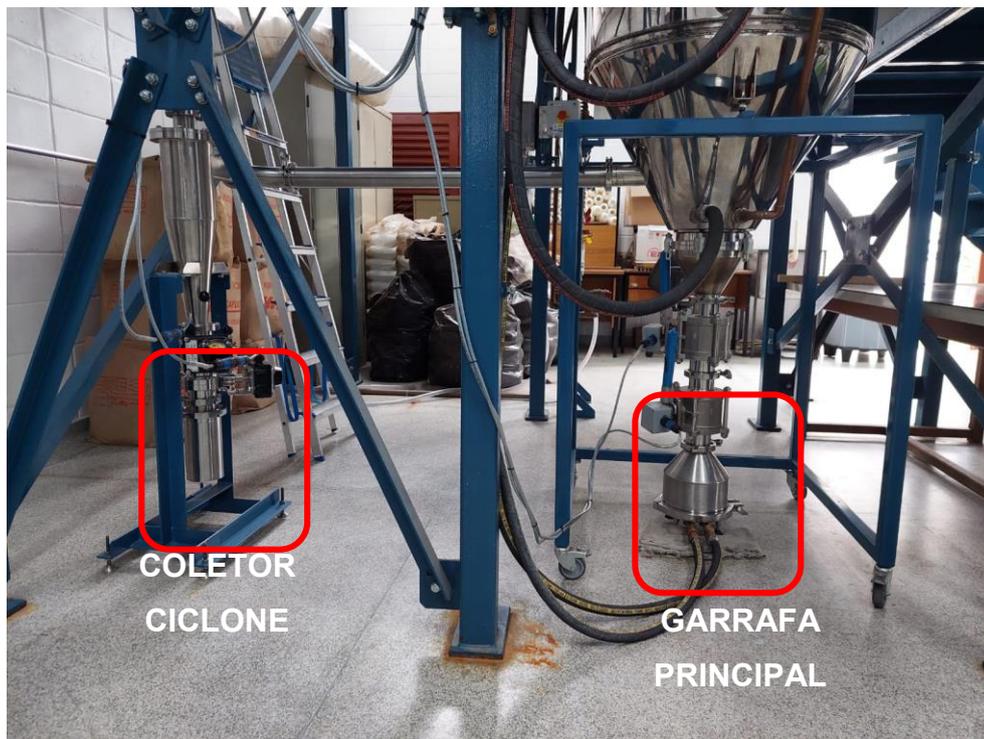


Figura 25 – Foto da base do atomizador mostrando onde se localizam os dois tipos de coletores (ciclone e garrafa principal).

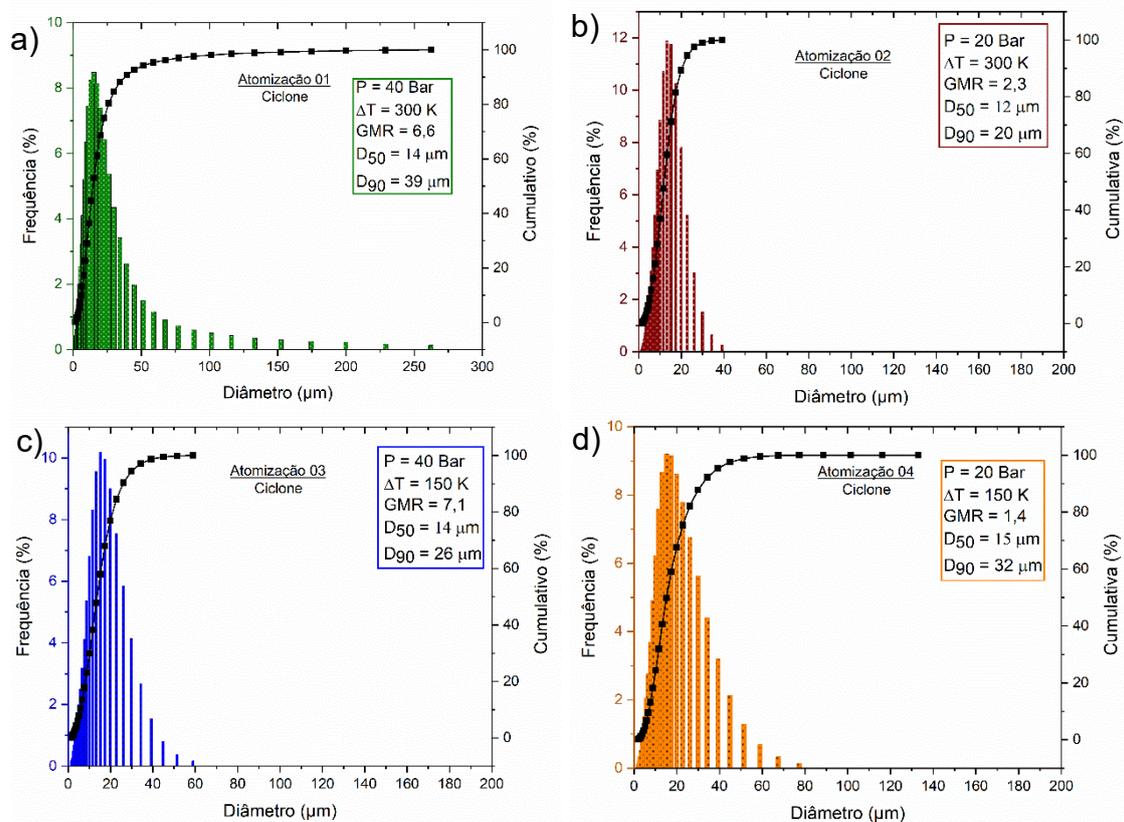


Figura 26 – Figura contendo gráficos das curvas de distribuição granulométrica obtidas por difração a laser dos pós armazenados no ciclone para as quatro atomizações: a) Atomização 01; b) Atomização 02, c) Atomização 03 e d) Atomização 04.

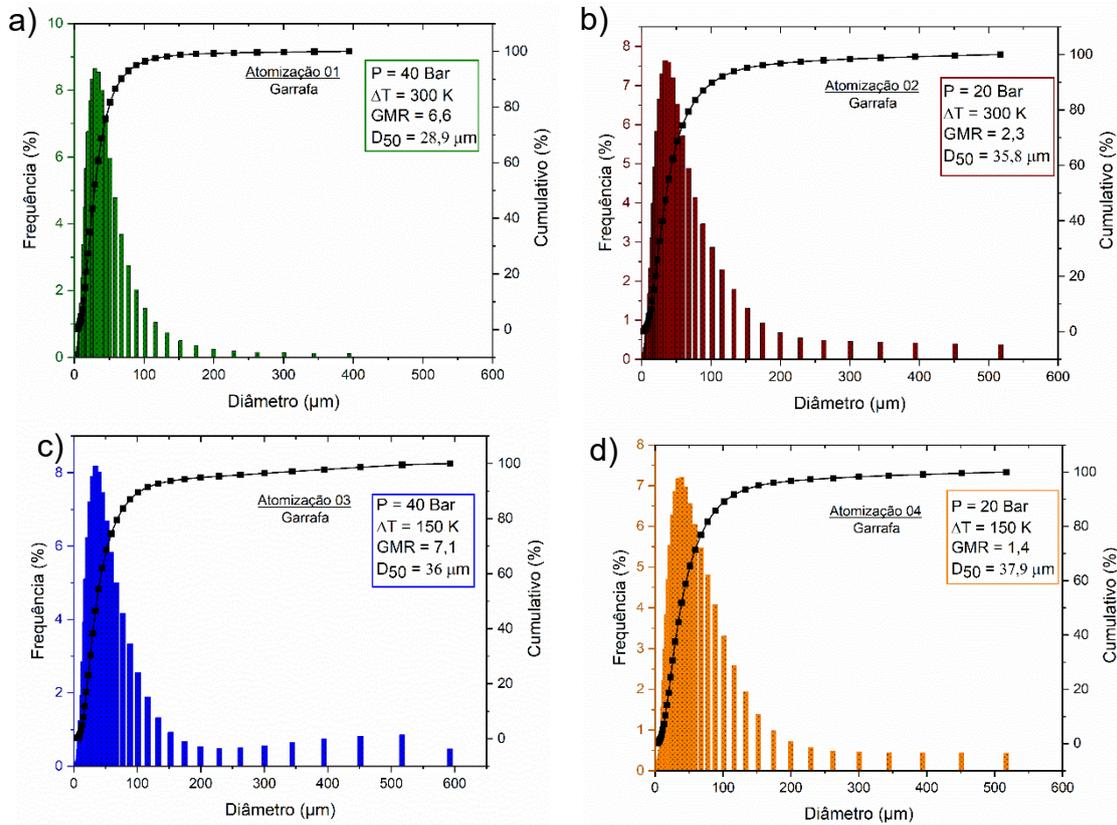


Figura 27- Figura contendo gráficos das curvas de distribuição granulométrica obtidas por difração a laser dos pós armazenados na garrafa principal para as quatro atomizações: a) Atomização 01; b) Atomização 02, c) Atomização 03 e d) Atomização 04.

Conforme apresentado nos gráficos acima, o pó coletado pelo ciclone é bastante fino, com $D_{90} < 39$ µm. Sabendo dessa característica com relação ao tamanho de partícula, realizaram-se testes de fluidez utilizando o funil de Hall em algumas condições do pó. Inicialmente, o pó da garrafa principal foi peneirado, separando a faixa granulométrica de 20-75 µm e realizado medidas de fluidez nesta condição inicial e após a secagem em estufa a vácuo a 110°C por 30 minutos. Em seguida, este pó da garrafa principal na faixa de 20-75 µm foi

misturado ao pó do ciclone (**Tabela 6**). Neste caso, apenas o pó 04 fluiu, mas não apresentou um comportamento estável, ou seja, de 10 medidas realizadas, apenas em 7 o pó fluiu livremente. Posteriormente, estes pós obtidos da mistura foram secados e apenas os pós 03 e 04 fluíram. Ou seja, a presença de partículas muito finas prejudica bastante a fluidez ao ponto de impedir o fluxo do pó através do funil. A **Tabela 13** apresenta os valores de fluidez dos pós em questão.

Tabela 13 – Tabela contendo os valores de fluidez de Hall para as condições original do pó da garrafa principal na faixa de 20-75 μm e a mistura com o pó do ciclone, nas condições anterior e posterior a secagem. N/F significa que o pó não fluiu.

Atomização	20-75 μm	Secado	Mistura	Secado
01	N/ F	16,9 \pm 0,1	N/ F	N/ F
02	N/ F	18,3 \pm 0,1	N/ F	N/ F
03	18,2 \pm 0,4	17,5 \pm 0,4	N/ F	19,1 \pm 0,6
04	22,5 \pm 0,1	20,7 \pm 0,2	24,6 \pm 0,9	19,0 \pm 0,5

A partir dessa análise, pode-se concluir que o pó coletado pelo ciclone é um pó muito fino, com D_{90} máximo de 39 μm . Embora produzido em proporções pequenas, máximo de 20% em massa de todo o pó do processo, é um pó fino o suficiente para prejudicar a fluidez. Desta forma, a mistura dos pós dos dois coletores não é adequada visando obter boa fluidez. Para a aplicação nos processos de manufatura aditiva, especialmente *L-PBF*, processos estes que requerem pós com uma fluidez adequada para a preparação do leito de pó com camadas densas e homogêneas, esta mistura dos pós tornaria-os inadequados.

Como o processo de atomização a gás parte de uma condição em que existem dois coletores distintos, cujos pós apresentam características distintas em relação a distribuição de tamanho de partículas, a caracterização a partir desta sessão será conduzida apenas para o pó coletado na garrafa principal.

5.1.1. CARACTERIZAÇÃO DO PÓ DA GARRAFA PRINCIPAL

5.1.1.1. PENEIRAMENTO

Os pós atomizados coletados pela garrafa principal foram peneirados para a separação granulométrica e para a obtenção das curvas de distribuição granulométrica mássica (**Figura 28**). As curvas obtidas abrangem as seguintes faixas de tamanho de partículas determinadas de acordo com as aberturas das peneiras utilizadas: <20 μm , 20-45 μm , 45-75 μm , 75-106 μm , 106-150 μm e >250 μm . Os rendimentos dos pós com partículas menores que 106 μm são de 93,1%, 86,5%, 93,4% e 87,7% para as atomizações 01, 02, 03 e 04, respectivamente. Já a faixa de interesse para aplicação nos processos de *L-PBF*, que é de 20-75 μm , apresentaram rendimento de 55,1%, 54,3%, 50,0% e 59,4%, respectivamente.

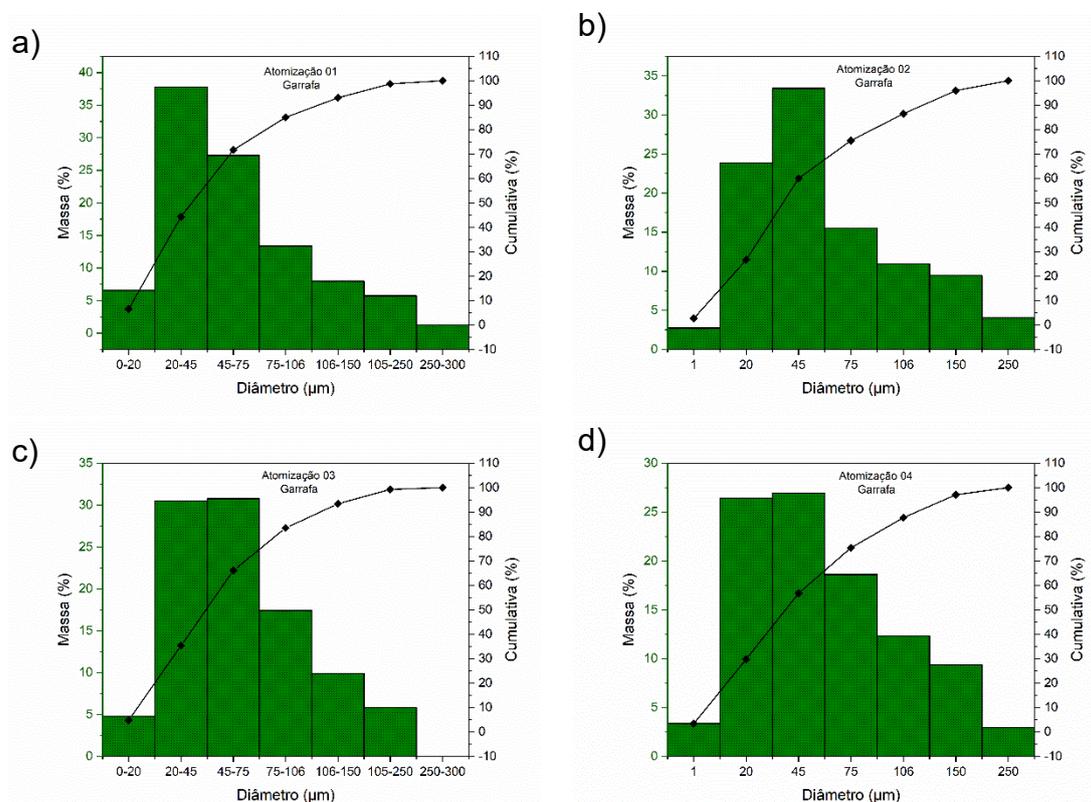


Figura 28 – Curvas de distribuição granulométrica mássica dos pós armazenados na garrafa principal obtidas por peneiramento: a) Atomização 01; b) Atomização 02, c) Atomização 03 e d) Atomização 04.

Como as curvas obtidas através dos resultados do peneiramento trabalham com faixas de valores, para a determinação dos valores de D_{10} , D_{50} , D_{90} deve-se equacionar a curva mássica cumulativa. Para isto, utilizou-se o ajuste matemático da curva sugerido pelo programa online MyCurveFit [81]. O ajuste matemático sugerido abrange a equação a seguir com coeficiente do modelo proposto $R^2 > 0,99$ para os quatro experimentos.

$$y = d + \frac{a-d}{1+\left(\frac{x}{c}\right)^b} \quad (4.2)$$

A **Tabela 14** contém os valores dos coeficientes a, b, c e d da equação 4.3 dos ajustes matemáticos das atomizações 01, 02, 03 e 04.

Tabela 14 – Tabela contendo os valores dos coeficientes a, b, c e d dos ajustes matemáticos das atomizações 01, 02, 03 e 04.

Coeficientes	1	2	3	4
a	-5,3844	-0,0141	-0,0014	-0,0116
b	1,6177	1,9859	1,9685	1,8265
c	37,1887	52,0203	46,0928	53,6276
d	106,6755	1,0247	1,0570	1,0518

A **Tabela 15** contém os valores calculados de D_{10} , D_{50} , D_{90} a partir da equação 4.3.

Tabela 15 – Tabela contendo os valores calculados de D_{10} , D_{50} , D_{90} a partir da equação 4.3 e os valores dos *IDRs* calculados ($D_{90} - D_{10}$).

Atomização	D_{10}	D_{50}	D_{90}	<i>IDR</i>
01	12	33	109	97
02	18	51	142	124
03	15	44	112	97
04	17	51	143	126

Como mostrado na **Tabela 15**, os decis da atomização 01 são os menores, ou seja, é o pó mais fino. Com relação aos *IDRs*, a atomização 01 e 03 apresentam a mesma faixa, bem como as atomizações 02 e 04. Ou seja, as curvas de distribuição granulométrica apresentam a mesma amplitude para os processos realizados com o mesmo nível de pressão, sendo que quanto maior a pressão, menor os decis e o *IDR*, de acordo com o método de peneiramento.

5.1.1.2. DIFRAÇÃO A LASER

As curvas da difração a laser do pó da garrafa principal já foram apresentadas na **Figura 27**. A **Tabela 16** contém os valores de D_{10} , D_{50} , D_{90} obtidos da difração a laser do pó da garrafa principal e o parâmetro *IDR* ($D_{90} - D_{10}$) calculados.

Tabela 16 - Tabela contendo os valores de D_{10} , D_{50} , D_{90} e o IDR obtidos da difração a laser.

Atomização	D_{10}	D_{50}	D_{90}	IDR
01	13,2	28,9	67,5	54,3
02	15,0	35,8	102,5	87,5
03	16,4	36,4	105,1	88,7
04	15,2	37,9	106,4	91,2

Como mostrado na **Tabela 16**, os decis da atomização 01 são os menores, bem como o seu IDR , indicando o pó mais fino e a curva de distribuição granulométrica mais estreita. Já os demais pós apresentam valores muito próximos uns dos outros, com ligeiro crescimento no sentido do pó 02, 03 e por último, o 04.

Cada técnica de análise de tamanho de partículas difere na forma como os dados são coletados e representados. A base de dados fornecida pela técnica de difração a laser é baseada no volume das partículas, enquanto que a técnica de peneiramento, na massa das mesmas. Desta forma, para cada método de análise, as medidas podem diferir umas das outras. No entanto, apesar destas diferenças, verifica-se que independentemente da técnica, o menor D_{50} e IDR são para a atomização 01 e os maiores para a atomização 04. Ou seja, a combinação dos dois níveis máximos dos fatores produzem o pó mais fino e a curva granulométrica mais estreita.

Comparando as medidas obtidas por difração a laser e peneiramento, a distribuição granulométrica obtida por peneiramento mostra D_{90} deslocados para

valores 40 μm acima daqueles obtidos por difração a laser. Esta diferença inicialmente pode decorrer do fato da frequência relativa de um certo diâmetro das partículas serem diferentes quando trabalhado com base em volume e base em massa. Geralmente, quando a frequência de um determinado diâmetro na base volume é maior, na base massa é menor e vice e versa. Ou seja, quando dobra o raio da partícula, seu volume é multiplicado por um fator de 8, enquanto sua massa é apenas dobrada. As partículas mais finas também tendem naturalmente a aglomerarem-se devido à maior relação área/volume que intensificam suas forças atrativas. Além disso, durante o peneiramento há a possibilidade de absorção de umidade do ar devido à exposição do pó, elevando a umidade das partículas, que, conseqüentemente, também tendem a formar aglomerados. Desta forma, um peneiramento ineficiente pode gerar um enviesamento dos dados no sentido de engrossamento do pó. Com relação a difração a laser, há limitação da técnica para pós muito irregulares. Ou seja, como a técnica trabalha com a premissa de que as partículas são perfeitamente esféricas, pode ocorrer um enviesamento também da análise no sentido de engrossamento do pó caso a razão de aspecto das partículas seja muito diferente da unidade. Porém, independente das particularidades de cada técnica e de suas diferenças, estes podem ser comparados entre si. Assim, o pó 01 é o mais fino e de curva mais estreita e o pó 04, o mais grosso e de curva mais ampla.

5.1.1.3. ANÁLISES QUÍMICAS

A **Figura 29** apresenta o espectro característico do pó da atomização 01 apresentando os elementos químicos componentes da amostra. A análise de EDS é uma análise semi quantitativa devido sua baixa resolução em energia do MEV, dificultando a quantificação dos elementos mais leves. Todos os elementos da composição normativa do aço ferramenta A2 foram detectados. Além disso, durante a análise determinou-se a quantificação de alumínio de forma a verificar a contaminação durante o processo de atomização, visto que o atomizador também trabalha com ligas de alumínio. Apesar de no espectro

aparecer o Al, não foi detectado a presença deste elemento, pois nenhum pico característico foi observado.

O lingote produzido foi analisado por duas técnicas distintas: centelhamento e EDS. Conforme apresentado na **Tabela 17**, apesar das diferenças, ambas as técnicas detectaram os elementos químicos dentro da faixa especificada pela norma. Além disso, os pós atomizados apresentaram composição química semelhante ao lingote, indicando que o processo de atomização a gás não causou mudanças significativas na composição do lingote.

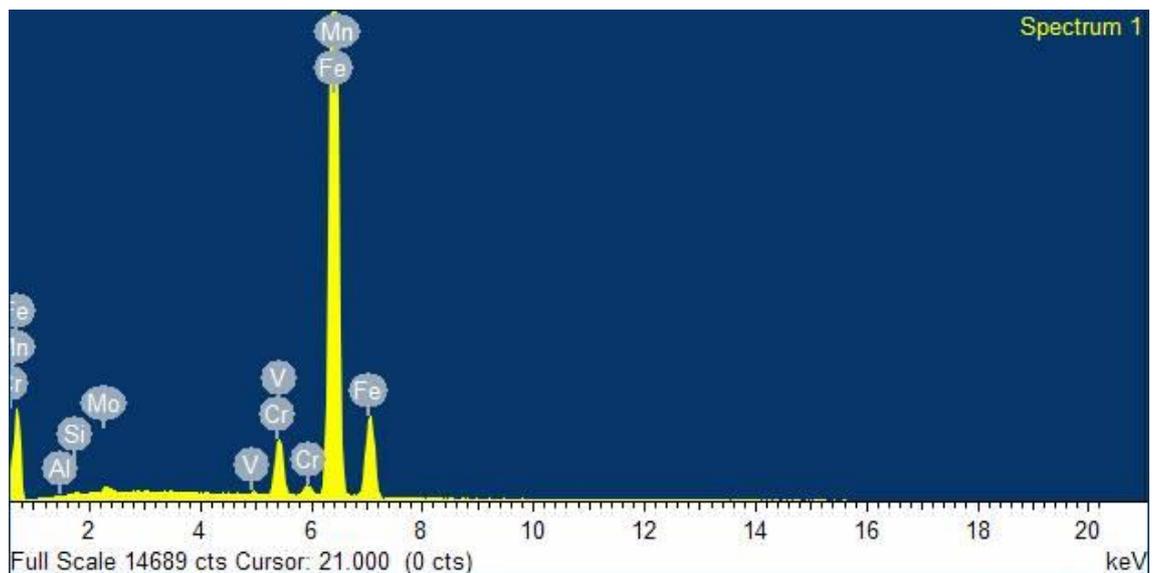


Figura 29 – Espectro de raios-X característicos das partículas na faixa de 75-106 μm do pó da atomização 01.

Tabela 17 - Tabela contendo a composição química do aço A2 definida pela norma ASTM A681, do fornecedor, do lingote obtido pela técnica de centelhamento e EDS e a média obtida por EDS para os pós das 04 atomizações.

	ASTMA681		Fornecedo r	Lingote		Média atomizações ± desvio padrão				
	Míni mo	Máx imo		Teórico	Centelha- mento	EDS	1	2	3	4
Elem ento (%pe so)										
Cr	4,75	5,5	4,9	5,28 ± 0,01	5,08 ± 0,03	5,08 ± 0,06	5,08 ± 0,08	5,08 ± 0,03	5,08 ± 0,04	
Mn	0,4	1	0,6	0,46 ± 0,01	0,56 ± 0,07	0,46 ± 0,06	0,45 ± 0,04	0,51 ± 0,07	0,51 ± 0,0	
Mo	0,9	1,4	0,92	0,99 ± 0,01	0,97 ± 0,10	0,88 ± 0,07	0,82 ± 0,06	0,80 ± 0,04	0,83 ± 0,02	
V	0,15	0,5	0,17	0,17 ± 0,01	0,19 ± 0,04	0,18 ± 0,04	0,16 ± 0,02	0,17 ± 0,01	0,17 ± 0,01	
Si	0,1	0,5	0,3	0,20 ± 0,01	0,20 ± 0,03	0,19 ± 0,02	0,11 ± 0,07	0,16 ± 0,0	0,22 ± 0,03	

5.1.1.4. ANÁLISES MORFOLÓGICAS

A morfologia das partículas de pó, característica composta pela geometria e rugosidade superficial das partículas, foi analisada por microscopia. A imagem formada pelos sinais dos elétrons secundários (SE) da microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite analisar as características da superfície dessas partículas. As imagens da **Figura 30** correspondem as diferentes faixas granulométricas do pó da atomização 01.

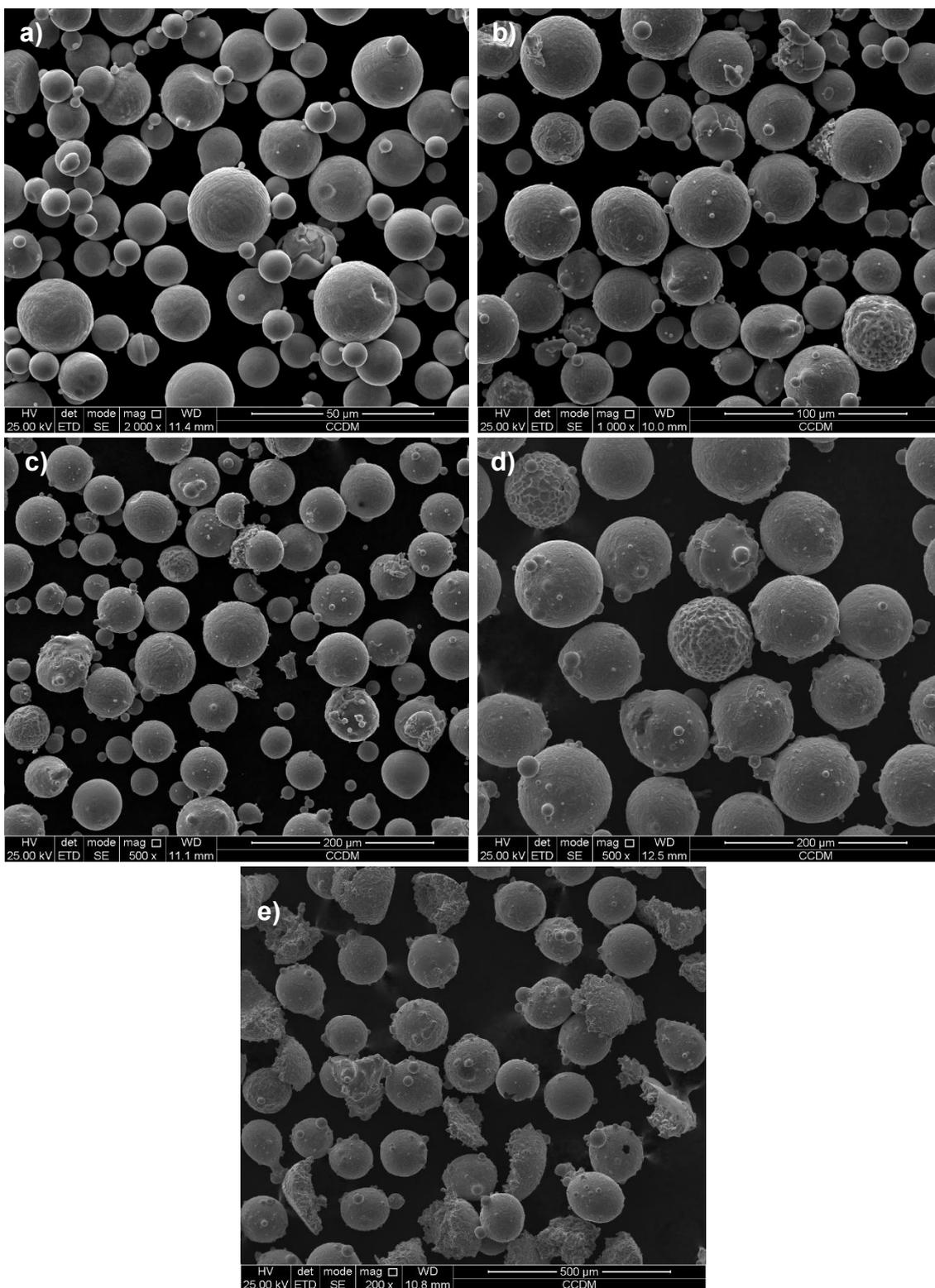


Figura 30 - Imagens de MEV-SE da atomização 01 das seguintes faixas granulométricas: a) <math>< 20 \mu\text{m}</math>, b) 20-45 $\mu\text{m}</math>, c) 45-75 $\mu\text{m}</math>, d) 75-106 $\mu\text{m}</math> e e) 106-150 $\mu\text{m}</math>.$$$$

Analisando as imagens acima, verifica-se que as partículas são majoritariamente esféricas em todas as faixas granulométricas analisadas, com exceção da faixa de 106-150 μm (**Figura 30 - e**), em que ocorre alteração na razão de aspecto de muitas partículas. Além disso, as partículas menores que 20 μm (**Figura 30 - a**) praticamente não apresentam partículas satélites. Também constata-se uma incidência maior de partículas menores que 20 μm nas faixas granulométricas de 20-45 μm e de 45-75 μm . Isso decorre da tendência as partículas menores se aglomerarem devido à maior área de superfície, que intensificam as forças atrativas de curto alcance, dificultando sua remoção durante o peneiramento.

Os metais em geral apresentam elevada tensão superficial e baixa viscosidade a elevadas temperaturas, por isso as partículas atomizadas tendem a esfericidade [58]. Neste processo de esferoidização das partículas está envolvida a relação entre o tempo de esferoidização e o tempo de solidificação. Nos casos em que o tempo de esferoidização for menor que o de solidificação, as partículas atingem geometria perfeitamente esférica [7, 14]. Essa tendência a esfericidade ocorre para todos os pós analisados, sendo que a variação no fator de forma ou na circularidade das partículas decorre principalmente da presença de partículas satélites. A teoria propõem que a formação de partículas satélites decorre da aceleração diferencial entre partículas com tamanhos distintos. As partículas menores, geralmente menores que 5 μm , devido ao fluxo de recirculação existente na câmara, retornam a zona de atomização, colidindo com as partículas maiores ainda não solidificadas completamente [14, 59]. Assim, as partículas menores apresentam maior esfericidade devido à menor probabilidade de adesão de outras partículas. Além disso, a variação do fator de forma também pode decorrer da deformação imposta pelo fluxo de gás principalmente para as partículas maiores que demoram mais tempo para se solidificarem, sendo que essas partículas deformadas estão presentes principalmente na faixa de 106-150 μm [58]. A **Figura 31** apresenta as imagens dos pós das quatro atomizações para a faixa granulométrica de 45-75 μm .

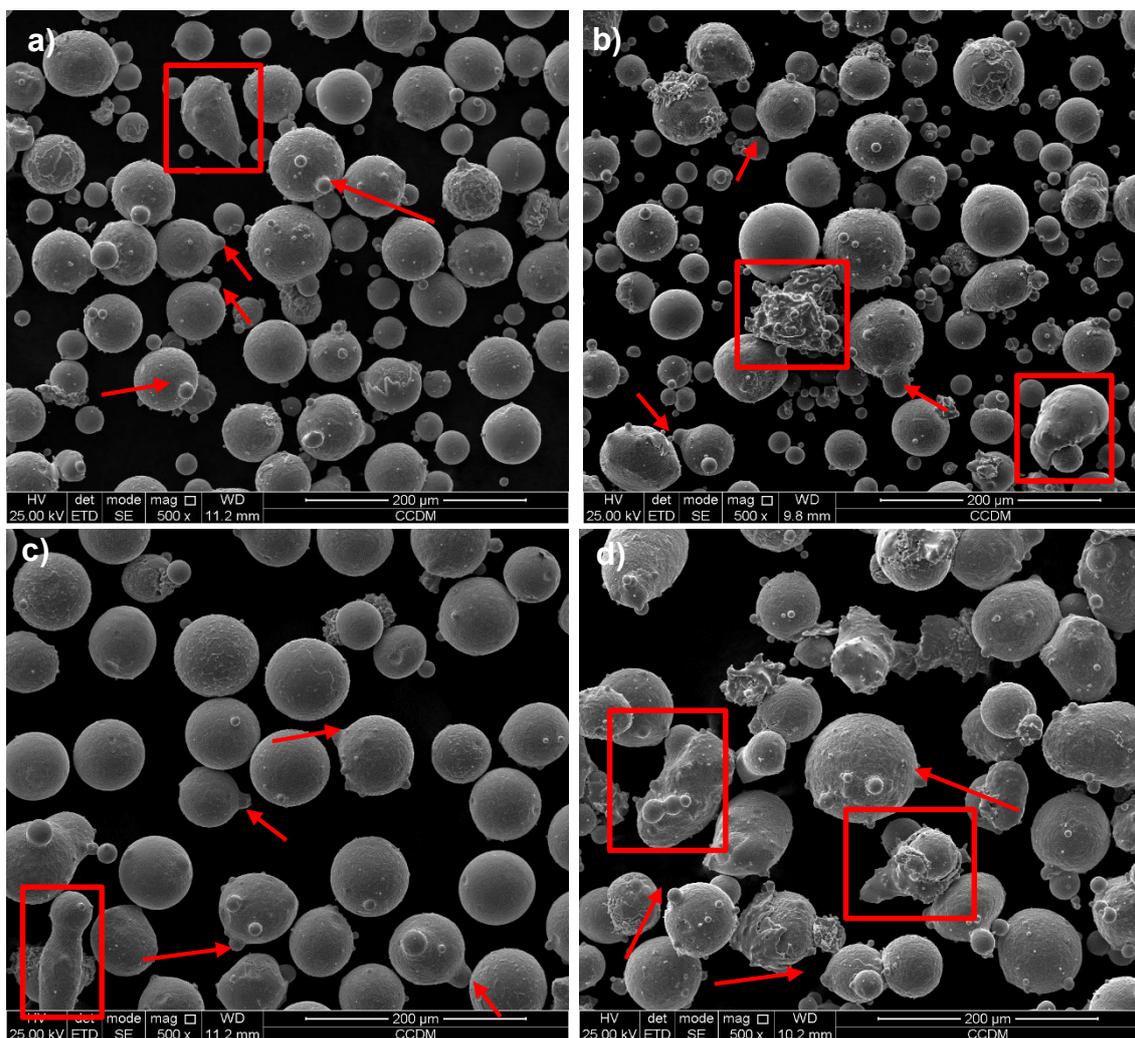


Figura 31 - Imagens de MEV-SE da faixa granulométrica de 45-75 μm das atomizações: a) 01, b) 02, c) 03 e d) 04.

As partículas satélites estão presentes em todos os pós analisados, apresentando menor incidência no pó referente ao experimento 03, com 18% a menos do que a média das atomizações, e maior incidência, com 17% acima da média, no experimento 04. Além disso, a atomização 03 apresentou menor incidência em 79% de partículas lamelares e de 41% de partículas irregulares e o pó 04 apresentou a maior incidência de partículas irregulares, 65% acima da média. A formação dessas partículas satélites é inerente ao processo devido ao próprio padrão de fluxo de gás presente na câmara de atomização. No entanto, como essas partículas satélites são geralmente partículas muito finas anexadas

as partículas maiores, os pós obtidos com curvas de distribuição de tamanho de partículas mais estreitas ou mais uniformes devem apresentar menor incidência de satélites. Isto ocorre devido às inércias das gotas serem similares gerando uma menor frequência de colisão no spray da atomização [14, 59].

O pó mais esférico e com superfície mais lisa é referente a atomização 03 (**Figura 31 - c**) e o mais irregular é o pó 04 (**Figura 31 - d**). O pó 03 apresenta o maior GMR, o que promove maior taxa de resfriamento das gotas. Já o 04 possui o menor GMR, ou seja, há maior probabilidade de deformação da gota devido à menor taxa de resfriamento, além de possibilitar a maior adesão de partículas satélites devido ao maior tempo para a completa solidificação. Verifica-se um comportamento semelhante entre os pós 01 e 03 e os pós 02 e 04, indicando que o maior GMR impõe um padrão de fluxo distinto com relação aos demais GMR, resultando em menor incidência de partículas satélites, lamelas e partículas não esféricas.

As imagens da sessão das partículas do pó da atomização 1 foram analisadas por microscopia ótica e as imagens contida na **Figura 32** apresentam os pós coletados pela garrafa principal e pelo ciclone. Pelo método de imagem também é possível constatar a grande diferença na distribuição de tamanho de partículas dos pós contidos em cada coletor, sendo o pó do ciclone visivelmente mais fino.

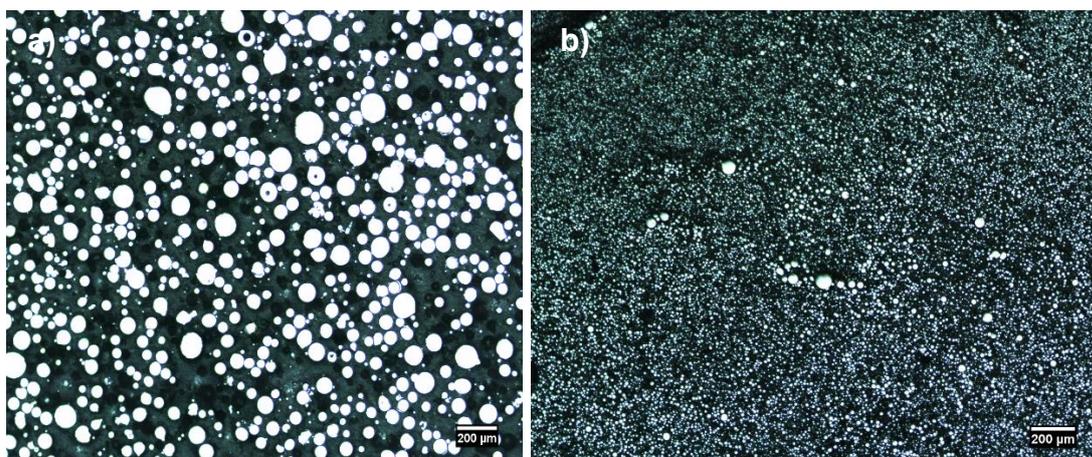


Figura 32 – Imagens de microscópio ótico da sessão das partículas dos pós da atomização 01 coletados pela a) garrafa principal e b) ciclone.

Além disso, as diferentes faixas granulométricas foram analisadas separadamente e as imagens da **Figura 33** são referentes ao pó da atomização 01 coletado pela garrafa principal.

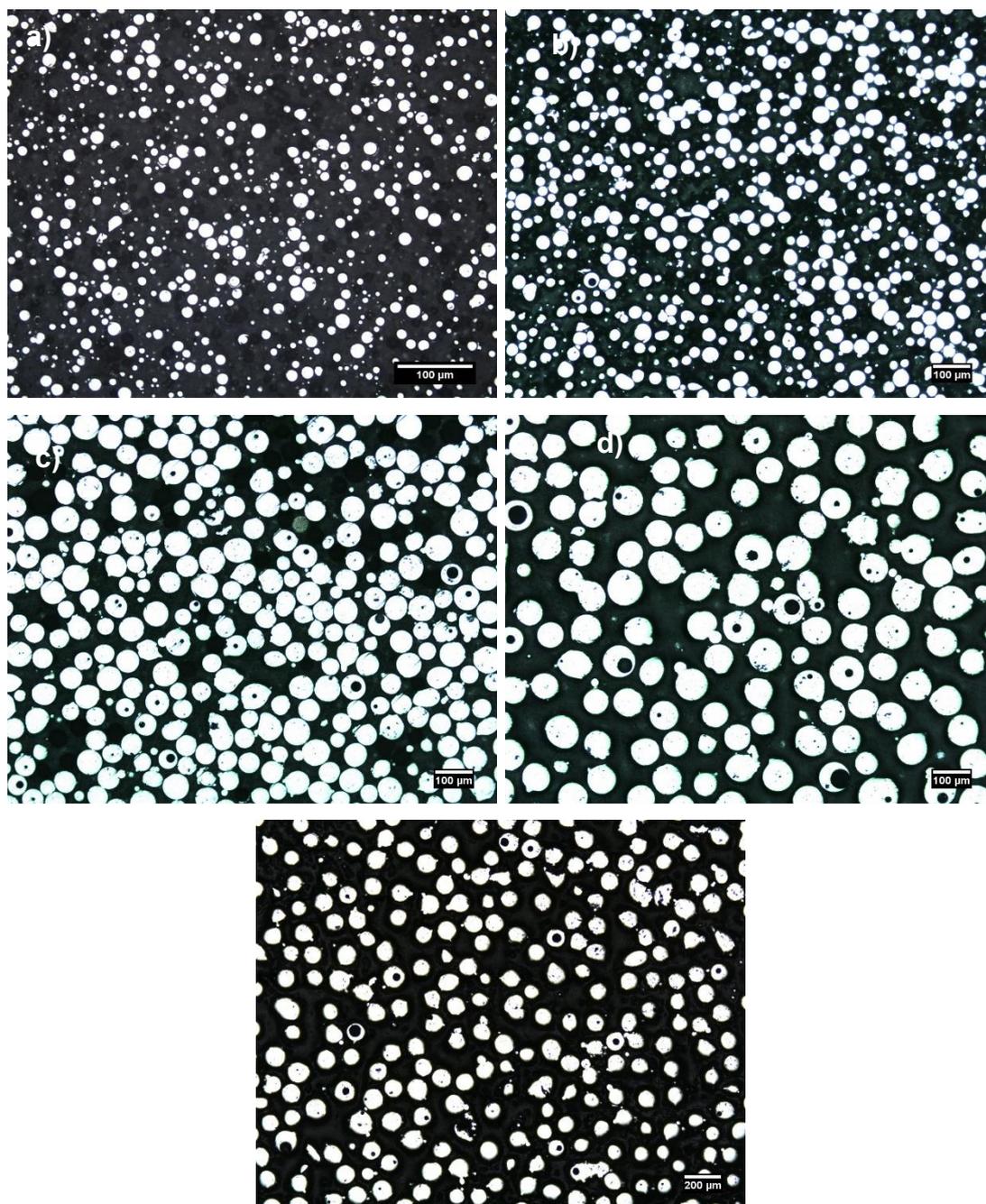


Figura 33 - Imagens de microscópio óptico da sessão das partículas dos pós da atomização 01 coletados pela garrafa principal nas respectivas faixas granulométricas a) $<20 \mu\text{m}$, b) $20\text{-}45 \mu\text{m}$, c) $45\text{-}75 \mu\text{m}$, d) $75\text{-}106 \mu\text{m}$ e e) $106\text{-}150 \mu\text{m}$.

Conforme já discutido durante as análises de MEV, as partículas são majoritariamente esféricas, constatando uma maior distorção dessa geometria

para as partículas maiores, referentes a faixa de 106-150 μm . Pela análise da sessão das partículas é possível verificar sua estrutura interna e constatar a presença de porosidade e vazios internos. Partículas ocas apresentam maior incidência nas partículas maiores e nas faixas de tamanho acima de 75 μm , constando a presença de “semi-partículas” com formato de lua. Conforme previamente apresentado, a formação desse tipo de defeito decorre do mecanismo de formação da gota chamado “Bag Break Up” [63]. Este mecanismo só é possível de ocorrer a partir de um tamanho crítico da gota, por isso sua ocorrência predominante nas partículas mais grosseiras. As análises quantitativa e comparativa entre os pós serão apresentadas na seção seguinte.

5.1.1.5. DENSIDADE

A densidade analisada por picnometria de gás hélio permite analisar a densidade esquelética ou real do pó, ou seja, é uma das formas de analisar a porosidade interna das partículas. A **Figura 34** apresenta a variação da densidade do pó em função do tamanho de partícula para o pó 01. Verifica-se que ocorre uma redução da densidade do pó à medida que se aumenta o tamanho da partícula. Este resultado confirma a análise feita anteriormente sobre a maior incidência de poros e partículas ocas nas frações mais grosseiras do pó.

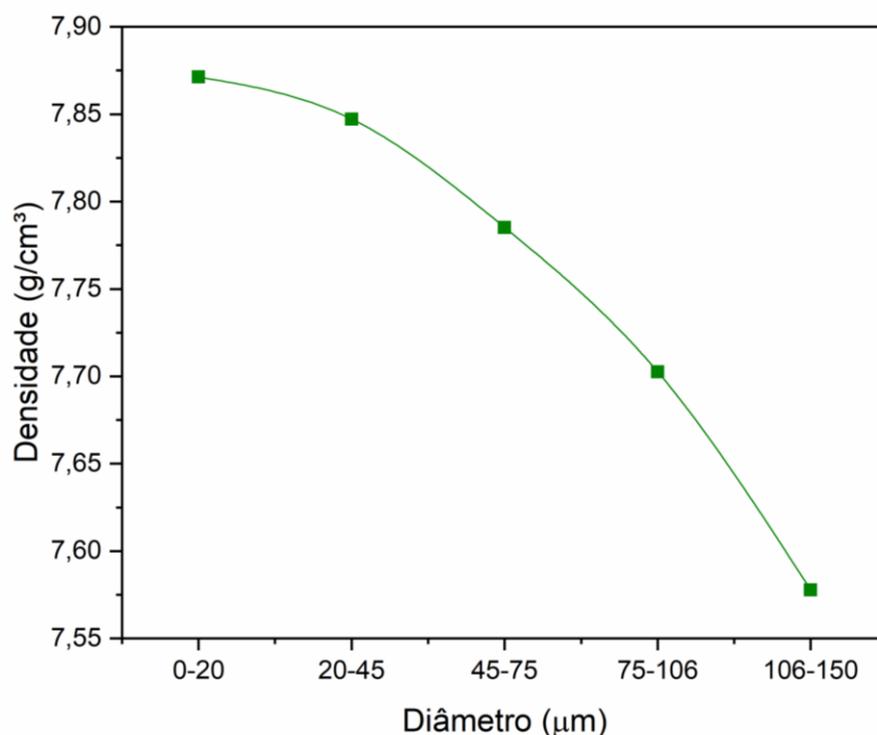


Figura 34 - Gráfico da densidade esquelética do pó em função do diâmetro da partícula para as diferentes faixas granulométricas do pó da atomização 01.

A tendência a redução da densidade com a elevação do tamanho da partícula foi observada em todos os experimentos realizados. A **Figura 35** apresenta os resultados das análises da densidade dos pós das faixas granulométricas 20-45 e 45-75 μm para todas as atomizações. Somente a atomização 01 apresentou um comportamento destoante devido à queda mais pronunciada da densidade em função do tamanho de partícula. Verifica-se que as partículas maiores apresentaram menor densidade para os experimentos 01 e 03 que são os processos que envolveram a maior pressão de atomização (40 Bar). Uma possibilidade decorre do fato de que esses processos impõem fluxos de gases mais intensos que podem promover a formação das partículas ocas denominadas de sacos devido ao mecanismo de *bag break up* ser favorecido em processos mais energéticos. No entanto, as variações entre os pós das quatro atomizações são muito pequenas, não chegando a 1% de diferença entre as densidades dos pós na mesma faixa de tamanho analisada.

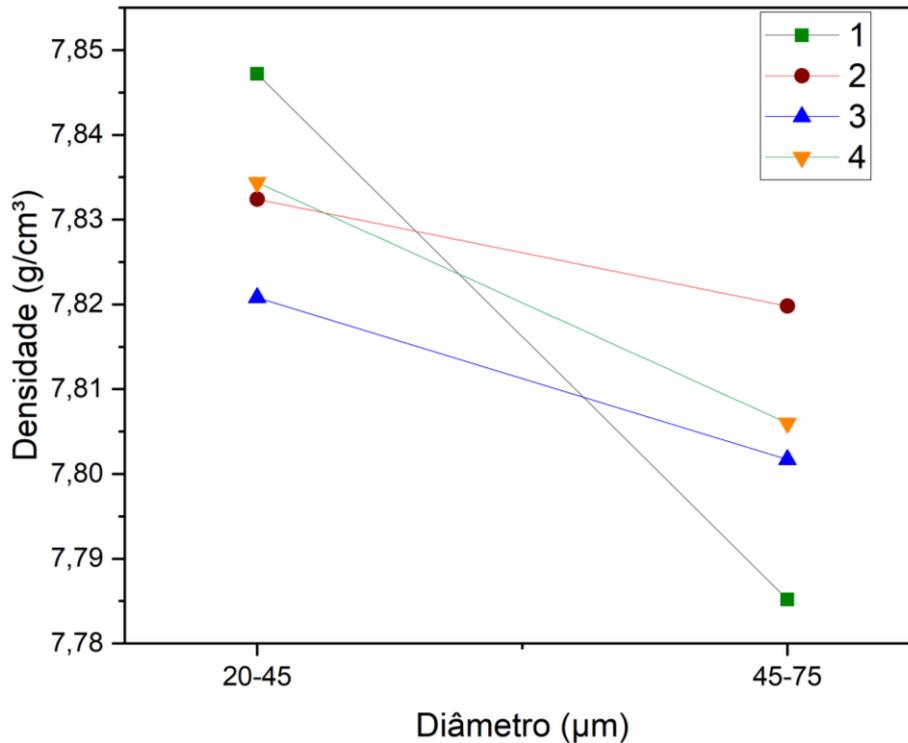


Figura 35 - Gráfico comparativo da densidade esquelética do pó das quatro atomizações em função do diâmetro da partícula para as faixas granulométricas de 20-45 µm e 45-75 µm.

Já a densidade aparente do pó é obtida através da massa de um volume definido de pó solto. Nesta análise, o pó flui livremente através do funil de Carney e preenche um volume definido de 25 cm³ (**Figura 36**). O empacotamento das partículas é dependente da distribuição do tamanho de partículas e da morfologia do pó. Geralmente, uma distribuição mais ampla de tamanho de partículas e morfologia mais esférica permitem melhor fluidez e melhor compactação do pó [7]. Distribuições mais amplas permitem que as partículas menores preencham os espaços vazios formados entre as partículas maiores, assim como geometrias mais esféricas e superfícies mais lisas geram menor força de fricção, garantindo também melhor empacotamento do pó. O gráfico da **Figura 36** apresenta as densidades aparentes dos quatro pós na faixa granulométrica de 20-75 µm. Dessa forma, o pó referente a atomização 03 apresenta a maior densidade aparente, seguido pelo atomização 02, sendo que a atomização 01 e 04

apresentam as menores densidades aparentes. O pó 03 apresenta a morfologia mais esférica e lisa e a proporção entre as faixas granulométricas mais homogênea (conforme apresentado no resultado do peneiramento). Devido à isso, é coerente que este pó apresente o melhor empacotamento, determinando assim a maior densidade aparente. Já o pó 04 possui partículas mais irregulares que prejudicam a fluidez e o empacotamento do pó, acarretando na menor densidade aparente. Os valores de densidade aparente encontrados são similares ao aço ferramenta H13 fornecido pela empresa Höganäs. O pó em questão está na faixa de 20-53 μm e apresenta densidade aparente de 4,2 g/cm^3 [82].

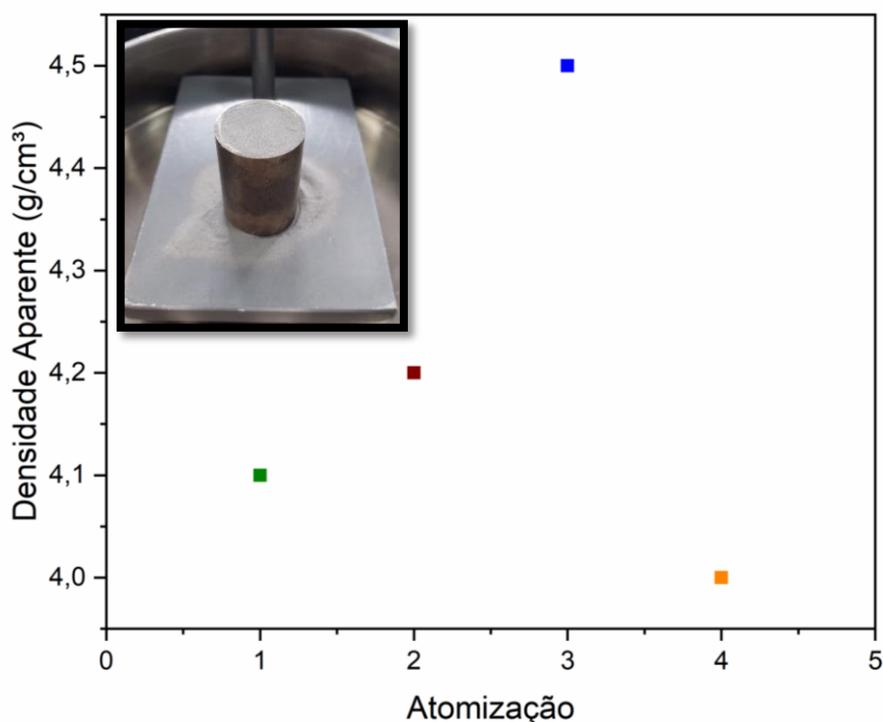


Figura 36 – Densidade Aparente de Carney para os pós das quatro atomizações abrangendo as faixas de tamanho de partícula de 20-75 μm com desvio padrão das medidas de 0,001 g/cm^3 .

5.1.1.6. FLUIDEZ

A fluidez dos pós atomizados foi analisada para a faixa granulométrica de 20-75 μm utilizando o Funil de Hall. As primeiras medidas foram realizadas no

pó após procedimento padrão de peneiramento. Posteriormente, como os pós originais referentes a atomização 01 e 02 não fluíram, optou-se por realizar dois procedimentos distintos: repeneirar o pó para eliminar partículas menores que 20 µm que ainda estavam agregadas ao pó e secar o pó utilizando uma estufa à vácuo durante 30 minutos a temperatura de 110°C. Por último, analisou-se conjuntamente a influência da eliminação de partículas mais finas e a secagem. Os resultados obtidos estão presentes na **Tabela 18**.

Tabela 18 - Tabela contendo a média e o desvio padrão em segundos (s) da fluidez obtida do Funil de Hall para os quatro pós atomizados na faixa granulométrica de 20-75 µm, após repeneiramento, após secagem e o pó repeneirado e secado.

Atomização	20-75 µm	Repeneirado	Secado	Repeneirado + Secado
01	N/ F	18,7 ± 0,4	16,9 ± 0,1	18,2 ± 0,9
02	N/ F	19,0 ± 0,3	18,3 ± 0,1	18,9 ± 0,8
03	18,2 ± 0,4	18,0 ± 0,1	17,5 ± 0,4	18,1 ± 0,1
04	22,5 ± 0,1	20,3 ± 0,2	20,7 ± 0,2	19,9 ± 0,1

Os resultados mostram que os pós 01 e 02 não fluíram livremente pelo funil de Hall. Porém, com o repeneiramento e eliminação de partículas mais finas, houve um aumento significativo na fluidez dos mesmos, visto que passaram a fluir de forma semelhante aos demais. Com relação apenas ao repeneiramento, os pós 03 e 04 apresentaram apenas uma ligeira melhora. Já com relação a secagem que implicou na eliminação de qualquer umidade capaz de alterar o escoamento do pó, verificou-se também uma ligeira melhora comparada as

condições iniciais, porém com comportamentos semelhantes aqueles que foram apenas repeneirados. Já o efeito combinado destes dois procedimentos não apresentou significativa melhora na fluidez. Com isso, foi possível inferir que os pós 01 e 02 possuíam mais partículas finas do que desejado e por isso não fluíram livremente em sua condição original. Além disso, o pó 03 apresentou o menor tempo de escoamento do pó, ou seja, melhor fluidez. Este comportamento decorre de suas características já mencionadas anteriormente como maior esfericidade e regularidade. A fluidez do pó do aço ferramenta A2 produzido é ligeiramente inferior à do pó comercial do aço H13 fornecido pela empresa Höganäs, cujo tempo de escoamento no funil de Hall é de 13 s [82].

6. CONCLUSÃO

O objetivo do trabalho consistiu em analisar a influência dos parâmetros do processo nas características dos pós do aço ferramenta A2 produzidos por atomização a gás. Desta forma, utilizou-se a ferramenta estatística DOE para o planejamento e condução dos experimentos, cujos fatores avaliados foram a pressão de atomização e o superaquecimento do metal líquido. Os níveis dos fatores variaram em máximo e mínimo e seus efeitos isolados e de interação foram avaliados. Com relação ao rendimento de pó total e o rendimento na faixa de interesse para aplicação no processos L-PBF não houveram diferenças significativas entre os quatro experimentos.

Após análises de tamanho de partículas, conclui-se que a atomização com a maior pressão e o maior superaquecimento (atomização 01) possui o menor D_{50} e o menor IDR ($D_{90} - D_{10}$), ou seja, é o pó mais fino com curva de distribuição de tamanho de partícula mais estreita. Já as atomizações com pressão mínima e superaquecimento máximo (atomização 02) e vice e versa (atomização 03) apresentaram poucas diferenças entre si e a atomização com a menor pressão e menor superaquecimento (atomização 04) apresentou os maiores valores de D_{50} e IDR . Pela análise da influência dos fatores na variável resposta D_{50} , verifica-se que existe interação entre os dois fatores, porém os efeitos de interação podem ser desprezados. Com relação ao consumo de gás calculado pelo parâmetro GMR , verifica-se uma variação elevada entre os experimentos. Assim, o ganho relativo da redução do tamanho de partícula com o aumento da pressão não ocorre proporcionalmente, pois enquanto o D_{50} diminui em 17%, o GMR aumenta em 500%.

Com relação ao modelamento matemático do processo, verificou-se uma boa acurácia do modelo proposto por Lubanska para o processo de atomização a gás utilizado na pesquisa, visto que possui um ajuste matemático de $R^2 = 0,94$ entre os valores do D_{50} teóricos e experimentais. No entanto, visando a aplicação dos pós atomizados a gás nos processos de manufatura aditiva, especialmente L-PBF, os pós não apresentaram fluidez adequada. Dessa forma, caracterizou-

se os pós dos dois coletores (garrafa principal e ciclone) separadamente. Os pós obtidos do coletor ciclone é bastante fino, com D_{90} máximo de 39 μm e um D_{50} médio de 14 μm . Desta forma, a mistura dos pós não se apresentou adequada, pois a presença de muitas partículas finas prejudica significativamente sua fluidez. Assim, caracterizou-se apenas o pó obtido do coletor da garrafa principal que abriga em torno de 90% em massa de todo pó produzido pela atomizador.

O pó da garrafa principal apresentou a mesma tendência do pó global, em que o pó da atomização 01 é o pó mais fino e o pó da atomização 04 é o mais grosseiro. Com a análise de fluidez dos pós na faixa granulométrica de 20-75 μm , os pós apresentaram comportamentos semelhantes após a secagem, apenas o pó 04 apresentou uma fluidez ligeiramente inferior. Embora as densidades esqueléticas dos pós não variem muito entre os quatro pós, a densidade aparente do pó 03 foi a mais elevada, em torno de 7% maior do que a segunda mais densa.

Em resumo, de acordo com a caracterização dos pós, o pó 03 apresentou as melhores propriedades de fluidez e empacotamento. No entanto, devido ao seu maior GMR , o que leva a um maior consumo de gás, este pó não apresenta o melhor custo benefício. Desta forma, é possível trabalhar com o pó 02 que, após passar pelo processo de secagem, apresenta fluidez similar ao do pó 03, além de apresentarem D_{50} e IDR similares. Devido à isso e por apresentar o menor GMR , a condição do experimento 02 é a mais adequada para produzir pós para a manufatura aditiva.

7. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- [1] IAB, I.A.B. A Siderurgia em Números 2020. **Instituto de Aço, Brasil**, 28, 2020. Disponível em: <https://institutoacobrasil.net.br/site/wp-content/uploads/2019/08/AcoBrasil_Mini_anuario_2019.pdf>.
- [2] IABR. Mercado Brasileiro do Aço. Análise setorial e regional. 39, 2020. Disponível em: <https://acobrasil.org.br/site/wp-content/uploads/2020/08/MBA_Edição-2020.pdf>.
- [3] SMITH, W.F. **Structure and properties of engineering Alloys**. 2ª ed. 1993.
- [4] MATERIALS, T.; COMPANY, I. Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. **ASM International**, 01, 841–907, 1993. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.31399/asm.hb.v01.a0001046>>.
- [5] HANDBOOK 07. Powder Metal Technologies and Applications. **ASM International**, 07, 1998. Disponível em: <<http://library1.nida.ac.th/termpaper6/sd/2554/19755.pdf>>.
- [6] LAVERNIA, E.J.; SRIVATSAN, T.S.; RANGEL, R.H. Atomization of Alloy Powders. **Atomization and Sprays**, 2, 3, 253–274, 1992. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1615/atomizspr.v2.i3.40>>.
- [7] NEIKOV, OLEG D.; STANISLAV S., NABOYCHENKO; DOWSON, G.. et al. **Handbook of Non-Ferrous Metal Powder - Technologies and Applications**. Firstª ed. Elsevier Ltd., 2009. Disponível em: <<http://library1.nida.ac.th/termpaper6/sd/2554/19755.pdf>>.
- [8] UNAL, A. Effect of processing variables on particle size in gas atomization of rapidly solidified aluminum powders. **Materials Science and Technology**, 3, December 1987, 1987.
- [9] DUDA, T.; RAGHAVAN, L.V. 3D Metal Printing Technology. **IFAC-**

- PapersOnLine**, 49, 29, 103–110, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ifacol.2016.11.111>>.
- [10] SUTTON, A.T. et al. Powder characterisation techniques and effects of powder characteristics on part properties in powder-bed fusion processes. **Virtual and Physical Prototyping**, 12, 1, 3–29, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1080/17452759.2016.1250605>>.
- [11] HERZOG, D. et al. Additive manufacturing of metals. **Acta Materialia**, 117, 371–392, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.019>>.
- [12] ABD-ELGHANY, K.; BOURELL, D.L. Property evaluation of 304L stainless steel fabricated by selective laser melting. **Rapid Prototyping Journal**, 18, 5, 420–428, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1108/13552541211250418>>.
- [13] DIETRICH, S. et al. A New Approach for a Flexible Powder Production for Additive Manufacturing. **Procedia Manufacturing**, 6, 88–95, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.promfg.2016.11.012>>.
- [14] LI, X. gang et al. Fine spherical powder production during gas atomization of pressurized melts through melt nozzles with a small inner diameter. **Powder Technology**, 356, 759–768, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2019.09.023>>.
- [15] NAVARRO, R.F. A Evolução dos Materiais. Parte1: da Pré-história ao Início da Era Moderna. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v, 1, 1, 1–11, 2006. Disponível em: <www.dema.ufcg.edu.br/revista>.
- [16] **A evolução dos materiais: da Pré-história ao início da Era Moderna**. Disponível em: <<https://acobrasil.org.br/site/historia-do-aco/>>.
- [17] CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos**. 1ª ed. ABM, 1987.

- [18] CALLISTER, W.D.J.; RETHWISCH, D.G. **Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução**. 8^{aa} ed. LTC, 2012.
- [19] SANDBERG, O.; JONSON, L. New generation of tool steels made by spray forming. **Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials**, 450–455, 2001.
- [20] HOFMANN, D.C. et al. Towards additively manufacturing excavating tools for future robotic space exploration. **Engineering Reports**, 2, 8, 1–12, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1002/eng2.12219>>.
- [21] PINKERTON, A.J.; LI, L. Direct additive laser manufacturing using gas- and water-atomised H13 tool steel powders. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, 25, 5–6, 471–479, 2005. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s00170-003-1844-2>>.
- [22] UPADHYAYA, G.S. Powder Metallurgy Technology. **Cambridge International Science Publishing**, 1, 1–5, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1073/pnas.0703993104>>.
- [23] NEIKOV, OLEG D.; STANISLAV S., NABOYCHENKO; MURASHOVA, IRINA V.; GOPIENKO, VICTOR G.; FRISHBERG, IRINA V.; LOTSKO, DINA V.; DOWSON, GORDON.; WILLIAMS, BERNARD; TOKHTUYEV, VALERIJ G.; NEIKOV, IVAN O.; LATYSHEVA, LARISSA A.; VASILIEVA, G.I. **Handbook of Non-Ferrous Metal Powder Technologies and Applications**. 2009.
- [24] DUNKLEY, J.J. Metal powder atomisation methods for modern manufacturing. **Johnson Matthey Technology Review**, 63, 3, 226–232, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1595/205651319X15583434137356>>.
- [25] DUNKLEY, J. J. Advances in atomisation techniques for the formation of metal powders. In: _____. **Advances in powder metallurgy: properties, processing and applications**. UK: WoodHead Publishing Limited, 2013.

p. 3–18. Disponível em: <www.woodheadpublishing.com>.

- [26] LAVERNIA, E.J.; SRIVATSAN, T.S. The rapid solidification processing of materials: Science, principles, technology, advances, and applications. **Journal of Materials Science**, 45, 2, 287–325, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s10853-009-3995-5>>.
- [27] XU, L. et al. Numerical simulations of molten breakup behaviors of a de laval-type nozzle, and the effects of atomization parameters on particle size distribution. **Processes**, 8, 9, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3390/pr8091027>>.
- [28] LAWLEY, A. Atomization of Specialty Alloy Powders. **Journal of Metals**, 33, 1981. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/bf03354395>>.
- [29] ZHENG, B. et al. Gas atomization of amorphous aluminum powder: Part II. experimental investigation. **Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science**, 40, 6, 995–1004, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11663-009-9277-4>>.
- [30] ÜNAL, R. Investigation on metal powder production efficiency of new convergent divergent nozzle in close coupled gas atomisation. **Powder Metallurgy**, 50, 4, 302–306, 2007. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1179/174329007X189595>>.
- [31] ALLIMANT, A. et al. Progress in gas atomization of liquid metals by means of a De Laval nozzle. **Powder Technology**, 190, 1–2, 79–83, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2008.04.071>>.
- [32] LAVERNIA, E.J.; SRIVATSAN, T.S.; RANGEL, R.H. Atomization of Alloy Powders. **Atomization and Sprays**, 253–274, 1992.
- [33] ANDERSON, I.E.; TERPSTRA, R.L. Progress toward gas atomization

- processing with increased uniformity and control. **Materials Science and Engineering A**, 326, 1, 101–109, 2002. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01427-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01427-7)>.
- [34] UNAL, R. The influence of the pressure formation at the tip of the melt delivery tube on tin powder size and gas / melt ratio in gas atomization method. 180, 291–295, 2006. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.06.018>>.
- [35] DOMBROWSKI, N.; JOHNS, W.R. The aerodynamic instability and disintegration of viscous liquid sheets. **Chemical Engineering Science**, 18, 7, 470, 1963. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/0009-2509\(63\)80037-8](http://dx.doi.org/10.1016/0009-2509(63)80037-8)>.
- [36] GOROSKOVSKI, M.; HERRMANN, M. Modeling Primary Atomization. **Annual Review of Fluid Mechanics**, 2008. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1146/annurev.fluid.40.111406.102200>>.
- [37] ÜNAL, R. The influence of the pressure formation at the tip of the melt delivery tube on tin powder size and gas/melt ratio in gas atomization method. **Journal of Materials Processing Technology**, 180, 1–3, 291–295, 2006. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.06.018>>.
- [38] OUYANG, H. wu; CHEN, X.; HUANG, B. yun. Influence of melt superheat on breakup process of close-coupled gas atomization. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)**, 17, 5, 967–973, 2007. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(07\)60209-X](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(07)60209-X)>.
- [39] BRADLEY, D. On the atomization of liquids by high-velocity gases. **Journal of Physics D: Applied Physics**, 6, 14, 1724–1736, 1973. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1088/0022-3727/6/14/309>>.
- [40] CASTLEMAN, R.A. The mechanism of the atomization of liquids. **Bureau**

- of Standards Journal of Research**, 6, 3, 369, 1931. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.6028/jres.006.023>>.
- [41] LUBANSKA H. Correlation of Spray Ring Data for Gas Atomization of Liquid Metals. **J Metals**, 22, 2, 45–49, 1970.
- [42] SI, C.R. et al. Design and evaluation of a Laval-type supersonic atomizer for low-pressure gas atomization of molten metals. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, 21, 6, 627–635, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s12613-014-0951-4>>.
- [43] DUNGKRATOK, C. et al. Analysis of Tin Powder Production Using a Pilot Gas Atomiser. **19th Conference of mechanical Engineering Network of Thailand**, October, 1–5, 2005.
- [44] TING, J.; PERETTI, M.W.; EISEN, W.B. The effect of wake-closure phenomenon on gas atomization performance. **Materials Science and Engineering A**, 326, 1, 110–121, 2002. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01437-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01437-X)>.
- [45] PERSSON, F.; ELIASSON, A.; JÖNSSON, P.G. Influence of liquid metal properties on water atomised iron powders. **ISIJ International**, 52, 12, 2130–2138, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.52.2130>>.
- [46] KASAMA, A. et al. SURFACE TENSION OF LIQUID IRON AND IRON-OXYGEN ALLOYS. 22, 1, 9–17, 1983.
- [47] ASSAEL, M.J. et al. Reference data for the density and viscosity of liquid aluminum and liquid iron. **Journal of Physical and Chemical Reference Data**, 35, 1, 285–300, 2006. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1063/1.2149380>>.
- [48] MILLS, K.C. et al. Equations for the calculation of the thermo-physical

- properties of stainless steel. **ISIJ International**, 44, 10, 1661–1668, 2004. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.44.1661>>.
- [49] SOLBERG, S.Ø.; YNDGAARD, F. **Thermophysical Properties**. 2008. v. 15. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1361/asmhba0005240>>.
- [50] FRITSCHING, U. **Spray Simulation -Modelling and Numerical Simulation of Sprayforming Metals**. Cambridge University Press, 2004.
- [51] HUSSAIN, S. et al. Effect of hot gas atomization on spray forming of steel tubes using a close-coupled atomizer (CCA). **Journal of Materials Processing Technology**, 282, October 2019, 116677, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116677>>.
- [52] WANG, M. et al. High-Temperature Properties and Microstructural Stability of the AISI H13 Hot-Work Tool Steel Processed by Selective Laser Melting. **Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science**, 50, 1, 531–542, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11663-018-1442-1>>.
- [53] GUTIERREZ-MIRAVETE, E. et al. A mathematical model of the spray deposition process. **Metallurgical Transactions A**, 20, 1, 71–85, 1989. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/BF02647495>>.
- [54] SUTTON, A.T. et al. Powders for additive manufacturing processes: Characterization techniques and effects on part properties. **Solid Freeform Fabrication 2016: Proceedings of the 27th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium - An Additive Manufacturing Conference, SFF 2016**, 1004–1030, 2016.
- [55] JEYAKUMAR, M.; KUMAR, S.; GUPTA, G.S. The influence of processing parameters on characteristics of an aluminum alloy spray deposition. **Materials and Manufacturing Processes**, 24, 6, 693–699, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1080/10426910902769384>>.

- [56] GUMMESONT, P.U. Modern Atomizing Techniques. **Powder Metallurgy**, 15, 29, 1972.
- [57] FLUMERFELT, joel F. **Aluminum Powder Metallurgy Processing**: Alum. Powder Metall. Process. Iowa State University, 1999.
- [58] BECKERS, D. et al. Impact of process flow conditions on particle morphology in metal powder production via gas atomization. **Advanced Powder Technology**, 31, 1, 300–311, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.appt.2019.10.022>>.
- [59] ÖZBILEN, S. Satellite formation mechanism in gas atomized powders. **Powder Metallurgy**, 42, 1, 70–78, 1999. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1179/pom.1999.42.1.70>>.
- [60] LUBANSKA H. Correlation of Spray Ring Data for Gas Atomization of Liquid Metals. **J Metals**, 22, 2, 45–49, 1970. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/bf03355938>>.
- [61] MERTENS, R. et al. Influence of powder bed preheating on microstructure and mechanical properties of H13 tool steel SLM parts. **Physics Procedia**, 83, 882–890, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.092>>.
- [62] BEHÚLOVÁ, M.; MESÁROŠOVÁ, J.; GRGAČ, P. Analysis of the influence of the gas velocity, particle size and nucleation temperature on the thermal history and microstructure development in the tool steel during atomization. **Journal of Alloys and Compounds**, 615, S1, S217–S223, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.01.174>>.
- [63] ANDERSON, I.E.; WHITE, E.M.H.; DEHOFF, R. Feedstock powder processing research needs for additive manufacturing development. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, 22, 1, 8–15, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cossms.2018.01.002>>.

- [64] NATH, S.D. et al. Adapting L-PBF process for fine powders: a case study in 420 stainless steel. **Materials and Manufacturing Processes**, 00, 00, 1–12, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1080/10426914.2021.1885707>>.
- [65] DURAKOVIC, B. Design of experiments application, concepts, examples: State of the art. **Periodicals of Engineering and Natural Sciences**, 5, 3, 421–439, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.21533/pen.v5i3.145>>.
- [66] ILZARBE, L.; VILES, E. Pratical applications of Design of Experiments in the field of engineering: A Bibliographical review. February, 417–428, 2008. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1002/qre>>.
- [67] FRANCESCHINI, G.; MACCHIETTO, S. Model-based design of experiments for parameter precision: State of the art. **Chemical Engineering Science**, 63, 19, 4846–4872, 2008. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2007.11.034>>.
- [68] MILLER, D.; DECKARD, C.; WILLIAMS, J. Variable beam size SLS workstation and enhanced SLS model. **Rapid Prototyping Journal**, 3, 1, 4–11, 1997. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1108/13552549710169237>>.
- [69] DOUGLAS C . MONTGOMERY E GEORGE C . RUNGER. **Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros**. 2009.
- [70] S.A, V.M. **Aço Ferramenta para Trabalho a Frio**. Disponível em: <<https://www.villaresmetals.com.br/villares/pt/Produtos/Acos-Ferramenta/Trabalho-a-frio/VA2>>. Acesso em: Jan. 31, 2021.
- [71] ASTM INTERNATIONAL. Standard Specification for Tool Steels Alloy. 94, Reapproved 2004, 1–14, 2005.
- [72] USLAN, I.; SARITAS, S.; DAVIES, T.J. Effects of variables on size and characteristics of gas atomized aluminum powders. **Powder Metallurgy**,

- 42, 2, 157–163, 1999. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1179/003258999665512>>.
- [73] PARIONA, M.M. et al. Application of mathematical simulation. **Journal of Materials Processing Technology** **102**, 221–229, 2000.
- [74] METHOD, S.T. Standard Test Method for Particle Size Distribution of Metal Powders and Related Compounds by Light Scattering. 97, 2006. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1520/B0822-20.2>>.
- [75] PRODUCTS, M.P. Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal Powders 1. **Annual Book of ASTM Standards**, 01, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1520/B0214-16.2>>.
- [76] FLOWMETER, P.; CUP, D. B417 - Standard Test Method for Apparent Density of Non-Free-Flowing Metal Powders Using the Carney Funnel. 11–13, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1520/B0417-18.2>>.
- [77] ASTM B923 – 10. B923 - Standard Test Method for Metal Powder Skeletal Density by Helium or Nitrogen. **ASTM International**, 02, Reapproved 2008, 10–13, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1520/B0923-21.2>>.
- [78] B213. Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel. **ASTM Standard**, 4–6, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1520/B0213-20.2>>.
- [79] B964. Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Carney Funnel. **ASTM Standard**, 4–6, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1520/B0964-16.2>>.
- [80] URIONABARRENETXEA, E. et al. Experimental study of the influence of operational and geometric variables on the powders produced by close-coupled gas atomisation. **Materials and Design**, 199, 2021. Disponível

em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109441>>.

[81] **My Curve Fit**. Disponível em: <<https://mycurvefit.com/>>.

[82] HÖGANAS. **AM H13 20-53**. Disponível em:
<https://www.hoganas.com/globalassets/download-media/sharepoint/brochures-and-datasheets---all-documents/additeve-manufacturing_am-h13_20-53_3049hog.pdf>.