

**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 DA LIGA DE ALUMÍNIO AA2017: EFEITOS DOS
PARÂMETROS DE PROCESSO NAS CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DOS
PÓS PRODUZIDOS VISANDO APLICAÇÃO EM MANUFATURA ADITIVA

Vitor Eduardo Pinotti

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 DA LIGA DE ALUMÍNIO AA2017: EFEITOS DOS
PARÂMETROS DE PROCESSO NAS CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DOS
PÓS PRODUZIDOS VISANDO APLICAÇÃO EM MANUFATURA ADITIVA

Vitor Eduardo Pinotti

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

Orientador: Dr. Piter Gargarella

Agência Financiadora: Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo
(FAPESP) - Processo: 2020/08145-1

São Carlos-SP
2022

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Wilson e Teresinha, que nunca mediram esforços para que eu pudesse conquistar todos meus sonhos. Também, dedico ao meu irmão Felipe, que desde sempre foi uma inspiração na área acadêmica para mim.

VITAE DO CANDIDATO

Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos
(UFSCar) (2020)



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 do candidato Vitor Eduardo Pinotti, realizada em 15/07/2022.

Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Piter Gargarella (UFSCar)

Prof. Dr. Guilherme Zepon (UFSCar)

Prof. Dr. Régis Daniel Cava (UNIVILLE)

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

A Deus por ter permitido que eu continuasse meus estudos em uma Universidade renomada, além de sempre me guiar, colocar as pessoas certas em meu caminho e pela família que me deu.

Ao meu orientador Prof. Dr. Piter Gargarella por toda orientação, ensinamentos, aprendizados, grande apoio ao longo deste trabalho e, também, pelas inúmeras oportunidades que sempre me deu.

A minha família por todo amor, carinho e suporte que sempre me deram. Além, de sempre acreditarem em meu potencial e me incentivar em tudo.

Aos colegas de trabalho que possibilitaram momentos de discussão de resultados, sugestões, ensinamentos e, também, pelos momentos de descontração. Entre eles: Bruno, Nicolás, Laura, Bruna, Pâmela, Aylanna, Gustavo, Adriel, Brenda, Murillo, André e Lucas.

Ao PPGCEM e ao DEMa por todo suporte e infraestrutura que possibilitaram a realização desta pesquisa de Mestrado. Além do corpo docente e do corpo técnico, em especial ao Prof. Dr. Cláudio Kiminami, Edson D’Almeida (Beto), Rover Belo, Walter Mariano, Felipe e Rhuan.

Ao CCDM, LCE e LaMaV, que permitiram o uso das respectivas infraestruturas para realização de ensaios de caracterização.

A Alcoa pela doação de lingotes de alumínio comercialmente puro.

Ao Projeto Jovem Pesquisador FAPESP (processo nº 2017/27031-4) e todos seus membros, pela colaboração, discussões e sugestões ao longo desta pesquisa. Também, a FAPESP por financiar esta pesquisa de Mestrado e pelo fornecimento da bolsa (processo nº 2020/08145-1) acoplada ao projeto Jovem Pesquisador FAPESP citado anteriormente.

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

RESUMO

O principal método para produção de pós metálicos destinados a manufatura aditiva (MA) por fusão em leito de pó a LASER (L-PBF) é a atomização a gás. Ela produz pós metálicos com características adequadas para serem aplicados em MA/L-PBF. Porém, a otimização dos parâmetros do processo de atomização é necessária para a produção de pó com características específicas que levam a uma fluidez e densidade aparente adequadas para serem utilizados no processo de L-PBF. A escolha de um conjunto ótimo de parâmetros também pode proporcionar um aumento no rendimento de produção de pó. Todavia, a otimização da atomização a gás é complexa, pois envolve muitos parâmetros e, então, um estudo sistemático deve ser realizado para alinhá-los de acordo com a finalidade das partículas produzidas (e.g. MA/L-PBF, no caso desta pesquisa). Frente a isso, este trabalho teve como objetivo estudar a influência dos três principais parâmetros de processo em dois níveis (diâmetro do bocal (d_0): 1,5-2,5 mm; temperatura de superaquecimento (ΔT): 75-150 °C; pressão de atomização (P_G): 20-40 Bar) nas características físicas de pós da liga de alumínio AA2017. Observou-se que o tamanho médio de partícula (d_{50}) foi pouco afetado pela variação dos parâmetros, enquanto que a largura da curva de distribuição granulométrica foi significativamente alterada. O pó que demonstrou ser mais adequado para ser aplicado em MA/L-PBF foi produzido em experimento que utilizou um conjunto de parâmetros específico ($d_0=1,5\text{mm}$; $\Delta T=150$ °C; $P_G= 20$ Bar), apresentando fluidez (funil de Carney) e densidade aparente adequadas: 0,28 s/g e $1,51 \pm 0,02$ g/cm³, respectivamente. Essas propriedades ocorreram devido à combinação ótima de distribuição granulométrica e morfologia. Uma análise matemática também foi realizada, na qual os resultados obtidos experimentalmente foram comparados com cálculos teóricos baseados na equação de Lubanska. Identificou-se boa correlação entre o tamanho médio de partículas medido e calculado ($R^2 = 0,97$).

Palavras-chave: Atomização a Gás; Pó Metálico; Manufatura Aditiva; Ligas de Alumínio

ABSTRACT

GAS ATOMIZATION OF AA2017 ALUMINUM ALLOY: EFFECT OF PROCESS PARAMETERS IN THE PHYSICAL PROPERTIES OF POWDERS FOR APPLICATION IN ADDITIVE MANUFACTURING

Gas atomization is the main method to produce metal powders for LASER powder bed fusion (L-PBF), which is an additive manufacturing (AM) technique. It produces metallic powders with suitable characteristics to be applied in AM/L-PBF. The optimization of the parameters involved in the gas atomization process is necessary to produce powders with good fluidity and high apparent density, which are preconditions to be used in the L-PBF. The choice of an optimal set of parameters can also provide an increase in powder production yield. However, the optimization of this process is complex, because there are many parameters involved and, therefore, a systematic study must be carried out to better understand their correlation with the powder's characteristics and their application (e.g. MA/L-PBF, for that research). Based on this context, this work aimed to study the influence of the three main process parameters at two levels (nozzle diameter (d_0): 1.5-2.5 mm; superheating temperature (ΔT): 75-150 °C; atomization pressure (P_G): 20-40 Bar) on the physical characteristics of AA2017 aluminum alloy powders. It was identified that the average particle size (d_{50}) was poorly affected by the variation of parameters, while the width of the particle size distribution curve was significantly altered. The more suitable powder to be applied in AM/L-PBF was produced in an experiment with a specific set of parameters ($d_0=1.5\text{mm}$; $\Delta T =150\text{ °C}$; $P_G= 20\text{ Bar}$). It presents appropriate fluidity (funnel of Carney) and suitable apparent density: 0.28 s/g and $1.51 \pm 0.02\text{ g/cm}^3$, respectively. These behaviors occurred due to an optimal combination of granulometric distribution and morphology. Finally, mathematical analysis was performed, in which the results obtained experimentally were compared with theoretical calculations based on the Lubanska equation. A good correlation was observed between the measured and calculated mean particle size ($R^2 = 0.97$).

Keywords: Gas Atomization; Metallic Powder; Additive Manufacturing; Aluminum alloys.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	I
AGRADECIMENTOS	III
RESUMO.....	V
ABSTRACT	VII
ÍNDICE DE ASSUNTOS	IX
ÍNDICE DE TABELAS	XI
ÍNDICE DE FIGURAS	XIII
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES	XIX
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1 Liga de alumínio AA2017 (AA2017).....	5
2.2 Produção do pó metálico.....	11
2.2.1 Pós metálicos atomizados: métodos de atomização	11
2.2.1.1 Atomização a gás.....	14
2.2.1.1.1 Mecanismos da atomização a gás.....	16
2.2.1.1.2 Parâmetros de processo	21
(a) Temperatura de vazamento (superaquecimento) (ΔT).....	21
(b) Diâmetro do bocal (d_0)	22
(c) Pressão de atomização (P_c).....	27
(d) Outros.. ..	29
2.2.1.1.3 Características do pó	32
(a) Distribuição granulométrica	32
(b) Morfologia e rugosidade	36
(c) Densidade aparente, batida e esquelética.....	40
(d) Fluidez.....	41
(e) Microestrutura	41
2.2.1.1.4 Defeitos gerados em pós atomizados a gás.....	43
2.2.1.1.5 Atomização a gás de alumínio	47
2.3 O pó metálico para manufatura aditiva	48
2.4 Ferramenta estatística: planejamento de experimentos	50
3 MATERIAIS E MÉTODOS	59
3.1 Etapa experimental	60
3.1.1 Determinação dos fatores e níveis do planejamento de experimentos	60
3.1.2 Preparação dos lingotes da liga de alumínio 2017 (AA2017).....	62
3.1.3 Atomização a gás da liga de alumínio 2017 (AA2017)	65
3.1.4 Caracterização da amostra global	67

3.1.4.1 Distribuição granulométrica: espalhamento de LASER	68
3.1.4.2 Análise morfológica: Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	70
3.1.5 Caracterização da amostra faixa 20-75 μm	70
3.1.5.1 Fluidez: funil de Carney.....	72
3.1.5.2 Densidade aparente: funil de Carney.....	73
3.1.5.3 Densidade esquelética: picnometria por gás hélio	74
3.1.5.4 Porosidade interna: microscopia óptica	75
3.1.6 Caracterização do conjunto atomizado mais adequado para MA	75
3.1.6.1 Difração de raios-X.....	75
3.1.6.2 Microscópio eletrônico de varredura	76
3.2 Modelamento Matemático Através da Equação. de Lubanska.....	77
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	79
4.1 Etapa experimental	79
4.1.1 Atomização a gás da liga de alumínio 2017 (AA2017)	79
4.1.4 Caracterização da amostra global	82
4.1.4.1 Distribuição granulométrica: espalhamento de LASER	84
4.1.4.2 Análise morfológica: Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	94
4.1.5 Caracterização da amostra faixa 20-75 μm	99
4.1.5.1 Fluidez: funil de Carney.....	100
4.1.5.2 Densidade aparente: funil de Carney.....	103
4.1.5.3 Densidade esquelética: picnometria por gás hélio	104
4.1.6 Caracterização do conjunto atomizado mais adequado para MA	106
4.1.6.1 Análise da microestrutura e formação de fases nos pós	108
4.2 Modelamento Matemático Através da Equação. de Lubanska.....	116
4.2.1 Análise da viabilidade do uso da Equação de Lubanska.....	116
4.2.2 Análise da influência dos parâmetros de processo	122
4.3 Discussão geral dos resultados	129
5 CONCLUSÕES	131
6 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS.....	135
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	137

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 2.1 - Composição química (%p.) da liga de alumínio 2017.	5
Tabela 2.2 - Comparativo entre os métodos de atomização.	13
Tabela 3.1 - Conjunto de parâmetros utilizados nas atomizações a gás desta pesquisa.	62
Tabela 3.2 - Composição química (%p.) baseada na norma (teórica) e no lingote (prática) da liga de alumínio 2017.	64
Tabela 3.3 - Massa dos lingotes da liga de alumínio AA2017 após fusão e usinagem. A atomização em que os respectivos lingotes foram utilizados também é mostrada.	65
Tabela 4.1 - Dados das atomizações a gás realizadas junto com os parâmetros de processo utilizados e resultados obtidos.	80
Tabela 4.2 - Massas obtidas em cada experimento em conjunto com a proporção utilizada na confecção das amostras globais.	83
Tabela 4.3 - Dados de distribuição granulométrica das atomizações a gás obtidos a partir de espalhamento de LASER.	87
Tabela 4.4 - Rendimentos mássicos de produção da faixa 20-75 μm levando em consideração a massa da garrafa principal e a massa do lingote no início do processo.	99
Tabela 4.5 - Tempo de fluidez das respectivas amostras da At.4 na faixa granulométrica 20-75 μm	101
Tabela 4.6 - Densidade aparente obtida para cada uma das atomizações a gás realizadas na faixa granulométrica 20-75 μm	103
Tabela 4.7 - Densidade esquelética obtida para cada uma das atomizações a gás realizadas na faixa granulométrica 20-75 μm	105
Tabela 4.8 – Dados e equações utilizadas para determinação teórica de características do gás.	117
Tabela 4.9 – Dados e equações utilizadas para determinação teórica de características do material.	118
Tabela 4.10 - Valores medidos e calculados de tamanhos médios das partículas para as respectivas atomizações a gás realizadas.	120

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 - Microestrutura da liga de alumínio 2017 resfriada lentamente: (a) microestrutura em MO, onde as fases Al_2Cu e $AlSiMnFeCu$ são destacadas; (b) microestrutura em MEV mostrando precipitados ricos em cobre com morfologia de agulha.	6
Figura 2.2 - Mapeamento químico feito com EDS da liga de alumínio 2017 produzida com uma alta taxa de resfriamento.	7
Figura 2.3 - Imagens de campo claro de microscópio eletrônico de transmissão: (a) precipitados de Al_2CuMg localizados nos contornos de grão e uma estrutura não homogênea da matriz após o processo de resfriamento rápido; (b) estrutura eutética fina e lamelar composta por $\alpha-Al$ e precipitados da fase Al_2Cu	8
Figura 2.4 – Microestrutura da liga de alumínio 2017 fundida: (a) baixa magnificação (microscópio óptico); (b) alta magnificação (microscópio eletrônico de varredura).	9
Figura 2.5 – Mapeamento dos elementos na liga AA2017, o qual foi realizado a partir da técnica EDS.	9
Figura 2.6 - Atomizador a gás esquemático, identificando seus principais componentes.	14
Figura 2.7 - Mecanismo de formação das gotículas: (a) desintegração da superfície até obtenção das gotículas; (b) princípio da atomização.	16
Figura 2.8 - Etapas do processo de atomização gravado a partir de imagens obtidas em intervalos de 1/25 segundos. (a) Fluxo de metal líquido é liberado para a câmara de atomização; (b) gás atomizador é imposto no processo e inicia a quebra do fluxo de material fundido; um perfil cônico começa a ser formado; (c) perfil cônico totalmente estabelecido nas proximidades do bocal de transferência de material.	18
Figura 2.9 - Desenho esquemático demonstrando o fluxo de metal fundido sendo desintegrado pelo meio atomizador e localização da zona de recirculação de gás.	19
Figura 2.10 - Esquema ilustrando a passagem do metal fundido através do capilar do bocal, demonstrando o ângulo formado entre superfície líquida e sólida: (a) $\theta < 90^\circ$; (b) $\theta > 90^\circ$	23
Figura 2.11 - Resistência de capilaridade em função de: (a) diâmetro do bocal (d_0) mantendo um ângulo de contato fixo; (b) ângulo de contato (θ) mantendo um diâmetro de bocal fixo (os pesquisadores não comentaram a respeito de qual material o capilar era composto).	24
Figura 2.12 - Queda da pressão viscosa de acordo com o diâmetro do bocal utilizado (os pesquisadores não comentaram a respeito de qual material o capilar era composto).	25

Figura 2.13 - Designs de conjuntos de bocais em atomização a gás: (a) queda livre; (b) acoplado/confinado; (c) De Laval.	31
Figura 2.14 – Curvas de distribuição de tamanho para pós da liga Al-27Si (%p.) atomizados a gás.	32
Figura 2.15 – Variação do tamanho médio de partícula de acordo com G/M imposta no processo de atomização a gás de estanho puro.	36
Figura 2.16 - Morfologia de pós metálicos e os respectivos métodos de produção.	37
Figura 2.17 - Imagens de MEV de pós produzidos por diferentes métodos: (a) atomização a gás (In718); (b) redução química (Fe); (c) métodos mecânicos (Fe-18Cr-8Ni-12Mn-N); (d) atomização a gás (Ti-6Al-4V); (e) atomização a plasma (Ti-6Al-4V).	38
Figura 2.18 - Microestruturas superficiais de pós metálicos Al-27Si (%p.) atomizados a gás em diferentes tamanhos: (a,b) 200 μm ; (c) 20 μm ; (d) 5 μm	39
Figura 2.19 - Microestrutura de pós metálicos da liga Al-10%Si-4%Fe (%p.) atomizados a gás: imagens de MEV mostrando (a) fase com morfologia de agulha e (b) fases formadas.	42
Figura 2.20 - Gráficos que comparam o diâmetro médio de partícula com: (a) espaçamento dendrítico; (b) taxa de resfriamento (onde a tabela em anexo mostra as condições de cada experimento: ΔT : superaquecimento; P_G : pressão de atomização; d_0 : diâmetro do bocal).	43
Figura 2.21 - Esquema demonstrando as duas opções a serem seguidas pelo mecanismo “ <i>bag break-up</i> ”: caminho i: durante a solidificação, o “recipiente” pode quebrar; ou caminho ii: com aumento da viscosidade, o “recipiente” de metal líquido fecha e aprisiona o gás.	45
Figura 2.22 - Imagens de MEV de pós atomizados a gás da superliga MAR-M-247: (a) menor magnificação; (b) maior magnificação (em amarelo estão indicados alguns satélites).	45
Figura 2.23 – Efeitos principais da temperatura na resistência mecânica (u.a. representa “unidades arbitrárias”).	53
Figura 2.24 - Gráfico de interação entre densidade de fluxo e velocidade do componente transportador.	55
Figura 2.25 - Gráfico de Pareto demonstrando efeito de parâmetros e interações.	56
Figura 2.26 - Gráficos demonstrando o comportamento da vida útil de ferramenta de corte em função do ângulo de corte e velocidade de corte para: (a) gráfico de contornos; (b) superfície de resposta.	57
Figura 3.1 - Fluxograma mostrando as atividades desenvolvidas neste trabalho.	60

Figura 3.2 - Molde metálico utilizado para transferir o metal líquido ($\varnothing = 125$ mm e h = 170 mm).	63
Figura 3.3 - Lingotes de AA2017 após retirada do molde metálico.	64
Figura 3.4 - Atomizador a gás (Gas Atomiser HERMIGA 75/5VI (EAC) - <i>PSI-Phoenix Scientific Industries Ltd.</i>) utilizado neste trabalho.	66
Figura 3.5 - Pó metálico da liga de alumínio AA2017 produzido por atomização a gás.	67
Figura 3.6 - Misturador mecânico utilizado para realizar a mistura e homogeneização do pó metálico.	68
Figura 3.7 - Equipamento utilizado para obtenção das distribuições granulométricas, Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer 930 da marca <i>Horiba</i>	69
Figura 3.8 - Equipamento “Haver EML Digital Plus – Test Sieve Shaker” da marca <i>Haver & Boecker</i> em conjunto com as peneiras para classificação granulométrica.	71
Figura 3.9 - Lavadora ultrassônica da marca <i>Ecosonics</i>	72
Figura 3.10 - Conjunto utilizado para obtenção da fluidez a partir do funil de <i>Carney</i>	73
Figura 3.11 - Conjunto utilizado para obtenção da densidade aparente a partir do funil de <i>Carney</i>	74
Figura 3.12 - Equipamento <i>AccuPyc 1330–Micromeritics</i> para obtenção da densidade esquelética das partículas atomizadas a gás.	75
Figura 4.1 - Distribuições granulométricas obtidas por espalhamento de LASER das amostras globais referentes as At. 1, At. 2, At. 3, At. 4, At. 5 e At. 6 (meio líquido: etilenoglicol).	86
Figura 4.2 - Gráficos mostrando a influência da G/M imposta durante o processo de atomização a gás: (a) influência no IDR; (b) influência nos deciles.	89
Figura 4.3 - Curvas granulométricas a partir do espalhamento de LASER (meio líquido: etilenoglicol) comparando atomizações: (a) At. 3 e At. 4; (b) At. 1 e At. 2; (c) At. 1 e At. 4; (d) At. 2 e At. 3.	91
Figura 4.4 – Curvas granulométricas a partir do espalhamento de LASER (meio líquido: etilenoglicol) comparando atomizações At. 5 e At. 6.	92
Figura 4.5 - Curvas granulométricas a partir do espalhamento de LASER (meio líquido: etilenoglicol) comparando atomizações: (a) At. 4 e At. 5; (b) At. 1 e At. 6.	94
Figura 4.6 - Análise morfológica das amostras globais de cada uma das atomizações a gás realizadas (At. 1, At. 2, At. 3, At. 4, At. 5 e At. 6) (magnificação: 500x).	96

Figura 4.7 - Análise morfológica das amostras globais de cada uma das atomizações a gás realizadas (At. 1, At. 2, At. 3, At. 4, At. 5 e At. 6) (magnificação: 1000x).	97
Figura 4.8 - Formação de <i>rathole</i> : (a) e (b) demonstram a formação durante a realização do ensaio de fluidez nas partículas contempladas na faixa granulométrica 20-75 μm da At. 3; (c) esquema demonstrando o perfil do <i>rathole</i> visto frontalmente.	102
Figura 4.9 - Seções transversais de partículas na faixa granulométrica 20-75 μm obtidas através de MO para cada uma das atomizações a gás.	107
Figura 4.10 - Difratoograma de raios-X das partículas na faixa granulométrica 20-75 μm pertencentes a At. 4.	109
Figura 4.11 - Regiões i, ii e iii do difratograma de raios-X das partículas da At. 4 pertencentes a faixa granulométrica 20-75 μm	110
Figura 4.12 - Mapeamento dos principais elementos químicos presentes na partícula da liga de alumínio 2017: (a) menor magnificação e; (b) maior magnificação. O quadrado em amarelo em (a) refere-se a região ampliada em (b).	112
Figura 4.13 - Partículas pertencentes a faixa granulométrica < 20 μm , demonstrando diferentes microestruturas formadas devido às condições de solidificação impostas durante o processo de atomização a gás.	113
Figura 4.14 - Imagens de MEV da seção transversal das partículas de diferentes faixas granulométricas para análise do refinamento microestrutural: (a) < 20 μm ; (b) 20-32 μm ; (c) 32-45 μm ; (d) 45-53 μm ; (e) 53-75 μm ; (f) 75-106 μm ; (g) 106-150 μm ; (g) > 150 μm	115
Figura 4.15 - Regressão linear realizada a partir de dados dos tamanhos médios de partículas medidos e uso da Equação de Lubanska (2.1).	119
Figura 4.16 - Gráfico comparando tamanhos médios de partículas calculados ($d_{50,LUB}$) e medidos ($d_{50,EXP}$).	121
Figura 4.17 - Gráfico de Pareto levando em consideração os parâmetros de processo em estudo sendo aplicados na Equação de Lubanska (Equação 2.3).	122
Figura 4.18 - Gráfico de efeitos principais levando em consideração os parâmetros de processo em estudo sendo aplicados na Equação de Lubanska (Equação 2.3).	123
Figura 4.19 - Gráfico de Pareto levando em consideração os parâmetros de processo em estudo e medidas obtidas experimentalmente (medidos através do espalhamento de LASER).	125
Figura 4.20 - Gráfico de Efeitos Principais levando em consideração os parâmetros de processo em estudo e medidas obtidas experimentalmente (medidos através do espalhamento de LASER).	126

Figura 4.21 - Gráfico de interação levando em consideração os parâmetros de processo em estudo e medidas obtidas experimentalmente (medidos através do espalhamento de LASER). 128

SÍMBOLOS E ABREVIações

- A_0 : área da seção transversal da saída do fluxo de metal líquido (área transversal do bocal) [mm^2 ou m^2]
- AA2017**: liga de alumínio 2017
- A_G : área da seção transversal da saída do fluxo de gás [mm^2 ou m^2]
- ANOVA**: análise de variância
- C_p : capacidade calorífica a pressão constante [J/K]
- C_v : capacidade calorífica a volume constante [J/K]
- d_0 : diâmetro do bocal [mm ou m]
- d_{50} : tamanho médio de partícula [μm]
- $d_{50,EXP}$: tamanho médio de partícula obtido experimentalmente [μm]
- $d_{50,LUB}$: tamanho médio de partícula obtidos através da Equação de Lubanska [μm]
- DEMa**: Departamento de Engenharia de Materiais
- d_{FM} : diâmetro do fluxo de metal [mm ou m]
- DRX**: difração de raios-X
- DSC**: calorimetria diferencial de varredura
- E_d : espaçamento dendrítico [μm]
- EDS**: espectroscopia por energia dispersiva
- F**: quantidade de fatores a serem considerados no estudo (planejamento de experimentos)
- \dot{G} : taxa mássica de gás [kg/s]
- g**: aceleração da gravidade [m/s^2]
- G/M**: razão entre taxa mássica de gás e taxa mássica de metal
- h_m : altura da coluna de metal [mm ou m]
- IDR**: faixa inter decis
- K**: constante empírica da Equação de Lubanska
- k**: C_p/C_v (relacionados ao gás)
- L**: comprimento do capilar [mm ou m]
- L-PBF**: fusão em leito de pó a LASER
- \dot{M} : taxa mássica de metal [kg/s]
- MA**: manufatura aditiva
- M_a : número de Mach
- MET**: microscópio eletrônico de transmissão
- MEV**: microscópio eletrônico de varredura
- MO**: microscópio óptico
- N**: quantidade de níveis a serem considerados no estudo (planejamento de experimentos)
- nAA2017**: índice de refração da liga de alumínio 2017
- nETG**: índice de refração do etilenoglicol
- niso**: índice de refração do álcool isopropílico

- n_{REL}**: índice de refração relativo
- OVAT**: *one variable at a time*
- P_a**: pressão atmosférica [Pa ou Bar]
- P_G**: pressão de atomização [Pa ou Bar]
- P_m**: pressão metalostática [Pa ou Bar]
- PPGCEM**: Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais
- p_s**: pressão de capilaridade [kPa]
- P_t**: pressão na ponta do bocal de transferência do metal líquido [Pa ou Bar]
- p_v**: queda da pressão viscosa [kPa]
- R'**: tamanho dos ligamentos [μm]
- r**: tamanho das partículas provenientes de ligamentos [μm]
- R**: constante dos gases [L.kPa.K⁻¹.mol⁻¹]
- Re**: número de Reynolds
- S-OES**: espectrometria de emissão óptica por centelha
- T₂**: temperatura do gás [°C ou K]
- T_M**: temperatura de fusão do material [°C ou K]
- UFSCar**: Universidade Federal de São Carlos
- V_G**: velocidade do gás [m/s]
- V_M**: velocidade do metal [m/s]
- W_e**: número de Weber
- ΔP**: pressão de aspiração [Pa ou Bar]
- ΔT**: temperatura de vazamento (superaquecimento) [°C ou K]
- θ**: ângulo de contato [°]
- μ_G**: viscosidade dinâmica do gás [N.s.m⁻²]
- μ_M**: viscosidade dinâmica do metal [N.s.m⁻²]
- ν_G**: viscosidade cinemática do gás [m²/s]
- ν_M**: viscosidade cinemática do metal [m²/s]
- ρ_{ETG}**: densidade do etilenoglicol [g/cm³]
- ρ_G**: densidade do gás [g/cm³]
- ρ_{ISO}**: densidade do álcool isopropílico [g/cm³]
- ρ_M**: densidade do metal [g/cm³]
- σ_{ESC}**: tensão de escoamento [MPa]
- σ_G**: desvio padrão geométrico
- σ_{LRT}**: tensão limite de resistência a tração [MPa]
- σ_M**: tensão superficial do metal [N.m⁻¹]
- φ**: coeficiente de fricção

1 INTRODUÇÃO

Alumínio é o segundo metal mais utilizado no mundo, ficando atrás apenas do aço [1]. Em 2020, o tamanho de mercado global de aço era de US\$1.092 bilhões e espera-se um crescimento anual de 3,9% durante o período de 2021 a 2031 [2]. No caso do alumínio, em 2018, o tamanho do mercado global era de US\$160 bilhões, e espera-se que este valor alcance, aproximadamente, US\$250 bilhões até 2026 [3–5].

O que faz o alumínio ser tão demandado são suas propriedades e características, como: alta razão resistência/peso, altas condutividades térmica e elétrica, alta resistência à corrosão e sua estética. Devido a este conjunto de propriedades, as indústrias automobilísticas e aeronáuticas são algumas das que mais o utilizam [3–5]. Um levantamento demonstrou que em 2019 cerca de 26% do alumínio produzido globalmente foi utilizado no setor de transporte [3–5]. A resistência mecânica das ligas de alumínio pode ser melhorada a partir de diferentes métodos: endurecimento por solução sólida, refino de grãos (relação de Hall-Petch) ou endurecimento por precipitação, o mais eficaz entre estes métodos [4].

Com o avanço da manufatura aditiva (MA), foi sugerido o processamento de alumínio e suas ligas através desta nova tecnologia, porém foi identificado grandes desafios a serem superados, como competição com processos convencionais, baixa soldabilidade, baixa fluidez do pó, alta refletividade, alta condutividade térmica e formação de camada de óxido [6, 7].

Embora estes obstáculos estejam presentes, a MA de alumínio está ganhando importância e tem sido impulsionada em grande parte pela flexibilidade geométrica que o processo permite, além da possibilidade de economia de matéria-prima, redução do *lead time* e a obtenção de microestruturas refinadas devido à alta taxa de resfriamento imposta (as taxas podem alcançar valores da ordem de $\approx 10^3 - 10^6$ K/s em processos de MA por LASER) [7–9]. O principal processo de MA de metais é a Fusão em Leito de Pó a LASER (do inglês, *LASER Powder Bed Fusion*, L-PBF), no qual uma peça é construída camada a camada seguindo um desenho tridimensional [6]. As camadas de pó são fundidas seletivamente utilizando LASER e, devido ao pequeno volume de interação, uma alta taxa de resfriamento é obtida ($\approx 10^4$ K/s) [6, 10, 11]. As ligas comerciais Al-Si, pertencentes a série 400 (segundo a norma H35.1 sugerida pelo órgão internacional “*American National Standards Institute*” (ANSI)) são, geralmente, utilizadas no processo L-PBF em composições próximas ao eutético

(AlSi10Mg, Al12Si, A357 e A356), o que dificulta a ocorrência do fenômeno de trincas por solidificação, sendo a liga AlSi10Mg a mais estudada atualmente [7, 12–16].

Por outro lado, utilizando a mesma norma de classificação, as ligas de alumínio das séries 2000, 6000 e 7000, ou seja, aquelas que possuem alta resistência mecânica, são dificilmente processadas por L-PBF, devido à alta suscetibilidade ao fenômeno de trincas por solidificação e, conseqüentemente, não alcançam os requisitos necessários de resistência mecânica e ductilidade para indústrias de transporte [13]. Outra dificuldade encontrada nestas séries é a presença de elementos voláteis (Zn, Mg e Li), os quais podem evaporar durante o processamento, causando desvios de composição química [13].

No entanto, existe um grande interesse industrial no desenvolvimento e uso de ligas de alumínio que possuem alta resistência e que possam ser processadas satisfatoriamente através de MA [13, 17, 18]. Em um destes estudos, analisou-se a influência dos parâmetros de impressão na liga de alumínio AA2024 (Al-Cu-Mg) durante o processo de L-PBF e, por fim, os pesquisadores encontraram um limiar de densidade de energia (340 J/mm^3) que permitiu o alcance de densidades relativas de até 99,8% no componente final [17].

Ainda, dentro da classificação das ligas de alumínio pertencentes a série 2000, podemos citar a liga 2017, que é a mais antiga dessa família [19, 20]. Ela é uma liga Al-Cu que difere da liga 2024 por apresentar um teor de Mg mais baixo, sendo bastante utilizada na indústria aeronáutica [21]. Porém, não foram encontrados relatos na literatura sobre a L-PBF ou produção de pó dessa liga utilizando atomização a gás.

A literatura sugere que o principal método de produção de pós metálicos destinados a L-PBF é a atomização a gás, uma vez que concilia custo e produtividade de forma satisfatória [22, 23]. Além disso, a atomização a gás produz partículas com propriedades e características que se adequam aos requisitos propostos para matérias-primas que serão destinadas a L-PBF [3, 22]:

- Distribuição Gaussiana com tamanho de partícula inferior a $63 \mu\text{m}$ [24]: uma distribuição estreita de tamanho de partículas permite maior uniformidade na poça de fusão e, conseqüentemente, maior densidade pode ser alcançada na camada processada. Além disso, uma distribuição de tamanho de partículas balanceada é vantajosa, pois o empacotamento do pó depositado é maior, ou seja, partículas menores preenchem espaços

deixados entre as maiores. Assim sendo, a peça será mais densa e, então, apresentará melhores propriedades mecânicas. No entanto, o tamanho de partículas não pode ser muito pequeno (e.g. $< 20 \mu\text{m}$), uma vez que aglomerados seriam formados, o que prejudicaria o desempenho da matéria-prima, tal como, sua fluidez;

- Morfologia [3, 6, 25, 26]: partículas com morfologia esférica possuem maior fluidez, o que auxilia na uniformidade das camadas a serem processadas. Além disso, melhor fluidez pode resultar em empacotamentos satisfatórios, evitando a formação de vazios na peça final. Ainda, a presença de partículas satélites (partículas menores soldadas a partículas maiores) altera a morfologia esférica do pó metálico e diminui sua fluidez. Também em relação a morfologia, pode-se citar a rugosidade superficial, que influencia na absorvidade da energia do LASER;
- Outros [3, 6, 24–27]: (i) controle de oxidação das partículas, uma vez que óxidos podem remanescer mesmo após o processo de MA; (ii) controle da composição química, pois uma mudança pode alterar a microestrutura da peça impressa ou alterar o comportamento durante fusão, por exemplo, Si diminui o intervalo de solidificação; (iii) absorvidade/refletividade, ou seja, o quanto o material reflete/absorve do feixe de LASER. Por exemplo, o alumínio tem uma refletividade $> 91\%$, sendo necessário aumentar a potência do LASER; (iv) umidade, que pode prejudicar a peça processada por MA, sendo, portanto, necessário estocar o pó em lugares com atmosfera controlada ou, então, passar por processos de secagem antes do processamento.

Embora a atomização a gás seja um processo que permita a produção de pós com essas características, a otimização dos parâmetros de processo é necessária, pois as características da matéria-prima são de grande relevância para o processo L-PBF [28, 29]. Tais propriedades relacionadas ao pó terão impacto significativo na fluidez e empacotamento da matéria-prima e, conseqüentemente, na densidade e porosidade dos componentes processados [6, 28].

Frente a isso, este estudo teve como objetivo principal estudar a influência dos parâmetros do processo de atomização a gás da liga de alumínio AA2017 nas

características físicas dos pós produzidos. Além disso, a otimização dos parâmetros do processo de atomização a gás foi efetuada com auxílio da ferramenta estatística de planejamento de experimentos, que visou produzir um maior rendimento do processo, ou seja, buscou-se um aumento na quantidade de partículas obtidas que obedeceriam aos requisitos do L-PBF.

É importante citar que este trabalho esteve inserido no escopo “Projeto Jovem Pesquisador – FAPESP (nº 2017/27031-4): Influência de parâmetros de processo nas características metalúrgicas de peças fabricadas por manufatura aditiva”, o qual visa o estudo do processo L-PBF em aços e em ligas de alumínio, dentre elas a liga de alumínio AA2017.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Liga de alumínio AA2017 (AA2017)

A composição química da liga de alumínio AA2017 é mostrada na Tabela 2.1. Trata-se de uma liga endurecível por precipitação do sistema Al-Cu, a qual pode alcançar uma tensão limite de resistência à tração (σ_{LRT}) equivalente a 425 MPa, tensão de escoamento (σ_{ESC}) de 275 MPa e ductilidade de 22%, quando está na condição T4, ou seja, quando submetida a um tratamento térmico de solubilização, seguida de têmpera e envelhecimento natural [30].

Tabela 2.1 - Composição química (%p.) da liga de alumínio AA2017 [30].

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Outros
0,20-0,80	0,70 (máx.)	3,50-4,50	0,40-1,00	0,40-0,80	0,10 (máx.)	0,25 (máx.)	0,15 (máx.)	0,15 (máx.)

A partir da Tabela 2.1 percebe-se que o cobre é o principal elemento de liga da AA2017 e é, principalmente, ele que permite o aumento da resistência mecânica e da dureza do material através de tratamentos de envelhecimento, devido a formação do intermetálico Al_2Cu , porém a ductilidade é reduzida [31, 32].

Outro elemento importante nessa liga é o magnésio, o qual pode se juntar com o silício e formar o intermetálico Mg_2Si , que é de alta dureza, resultando no aumento das propriedades mecânicas [18, 31, 32]. Ligas Al-Cu-Mg-Si correspondem a uma família importante dentro da série 2xxx e, de modo que varia a razão entre os elementos Cu, Mg e Si, diferentes microestruturas são obtidas dependendo das fases formadas ($AlCuMgSi$ (conhecida como fase Q), Mg_2Si , Al_2Cu e Al_2CuMg (conhecida como fase S)) [18].

Além disso, a adição do manganês corrobora com o aumento de propriedades mecânicas (σ_{LRT} e σ_{ESC}), porém a ductilidade não é tão afetada [31, 32]. Em todo caso, os teores de magnésio e manganês não devem ultrapassar 1% em peso para que a ductilidade do material não seja tão prejudicada [31].

Visando uma otimização de aumentar as propriedades mecânicas através de tratamentos de envelhecimento, Mroczka et al. [4] submeteram amostras da liga de alumínio AA2017 a diferentes condições de tratamentos e concluíram que

a temperatura de solubilização mais adequada é de 500 °C. Além disso, identificaram a máxima dureza (144 HV₁₀) e limite de resistência à tração (449 MPa), o que demonstra um aumento de 20% em relação a amostra supersaturada (ou seja, uma condição em que a amostra foi solubilizada e posteriormente temperada, ficando com um excesso de elementos de liga solubilizados na matriz) [4]. Estes valores foram alcançados após 72 horas de envelhecimento natural [4]. Por outro lado, para amostras envelhecidas artificialmente (180 °C / 8 horas), obteve-se dureza de 137 HV₁₀ e $\sigma_{LRT} = 431$ MPa [4].

Contudo, ligas Al-Cu apresentam baixa resistência à corrosão quando expostas a ambientes neutros e de alta condutividade, uma vez que possuem microestrutura heterogênea, a qual compreende fases ativas (matriz) e nobres (intermetálicos/precipitados Al₂Cu) [21]. Soluções foram apresentadas para essa suscetibilidade, de modo que com maiores taxas de resfriamento ($10^2 - 10^3$ K/s), parte significativa dos intermetálicos não formariam ou seriam menores, diminuindo a ação do par fase ativa/fase nobre [21].

Szklarz et al. [21] investigaram o comportamento da liga de alumínio AA2017 submetida a diferentes taxas de resfriamento. A Figura 2.1a apresenta imagem de microscópio óptico (MO) para a liga na condição de processamento que envolveu menores taxas de resfriamento (os pesquisadores não explicitaram o método utilizado para confecção desta amostra, assim como não reportaram as taxas de resfriamento envolvidas) [21].

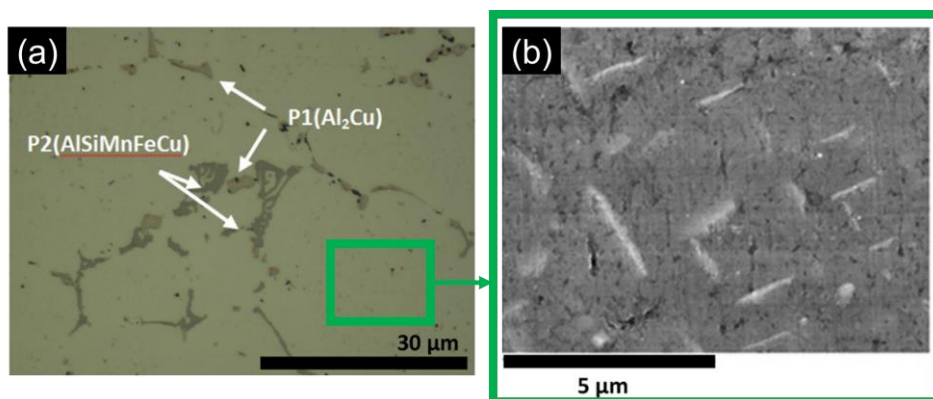


Figura 2.1 - Microestrutura da liga de alumínio 2017 resfriada lentamente: (a) microestrutura em MO, onde as fases Al₂Cu e AlSiMnFeCu são destacadas; (b) microestrutura em MEV mostrando precipitados ricos em cobre com morfologia de agulha [21].

Esta microestrutura era composta por matriz dendrítica α -Al com duas fases intermetálicas distintas localizadas nos contornos de grão [21]. Após análises em microscópio eletrônico de varredura (MEV) constataram que tais fases seriam Al_2Cu (P1) e AlSiMnFeCu (P2) [21]. Além disso, através de análises em maiores magnificações, pode-se observar que o cobre era distribuído de maneira heterogênea na matriz, uma vez que pequenas partículas com morfologia de agulha e ricas deste elemento puderam ser identificadas (Figura 2.1b) [21].

Esses pesquisadores produziram amostras solidificadas rapidamente através de fundição por sucção em molde de cobre [21]. As amostras obtidas foram analisadas em MEV e identificou-se uma rede eutética contínua (Figura 2.2) [21]. Através de medições dos braços dendríticos secundários, estimou-se que as taxas de resfriamento envolvidas durante o processo foram na faixa de 10^2 - 10^3 K/s [21]. A Figura 2.2 também mostra mapeamentos químicos obtidos por espectroscopia por energia dispersiva (do inglês, *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS)), o qual mostra a distribuição dos elementos de liga presentes no material e, conseqüentemente, comprovaram maior homogeneidade química, quando comparada com a amostra que envolveu menores taxas de resfriamento [21].

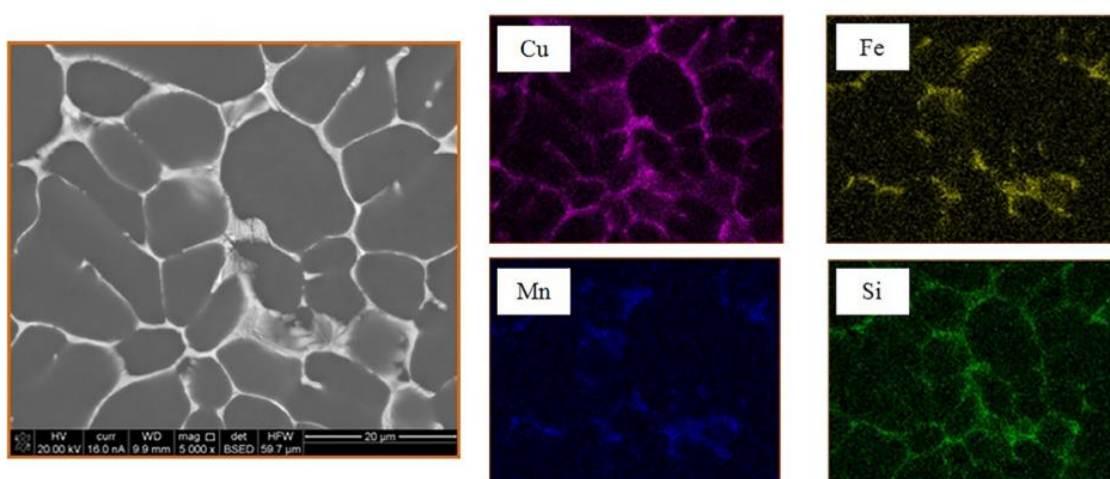


Figura 2.2 - Mapeamento químico feito com EDS da liga de alumínio 2017 produzida com uma alta taxa de resfriamento [21].

As amostras que foram submetidas a altas taxas de resfriamento também foram analisadas em microscópio eletrônico de transmissão (MET) [21]. Assim, através da técnica de difração de elétrons, pôde-se identificar a fase Al_2CuMg (S), a qual era circundada por uma solução sólida rica em alumínio, no caso a matriz $\alpha\text{-Al}$ [21]. Quando a difração de elétrons foi realizada na matriz, percebeu-se a presença de pequenos contrastes de precipitados nanométricos, os quais foram identificados como a fase Al_2Cu (Figura 2.3a) [21]. Frente a isso, os pesquisadores sugeriram que a matriz $\alpha\text{-Al}$ estava supersaturada, devido as altas taxas de resfriamento e, conseqüentemente, o sistema buscava a condição de menor energia livre, ou seja, o equilíbrio através da formação da fase Al_2Cu [21]. Também realizou-se difração de elétrons nas áreas interdendríticas, onde foram observadas fases refinadas e lamelares, sendo compostas por $\alpha\text{-Al}$ e Al_2Cu (Figura 2.3b) [21].

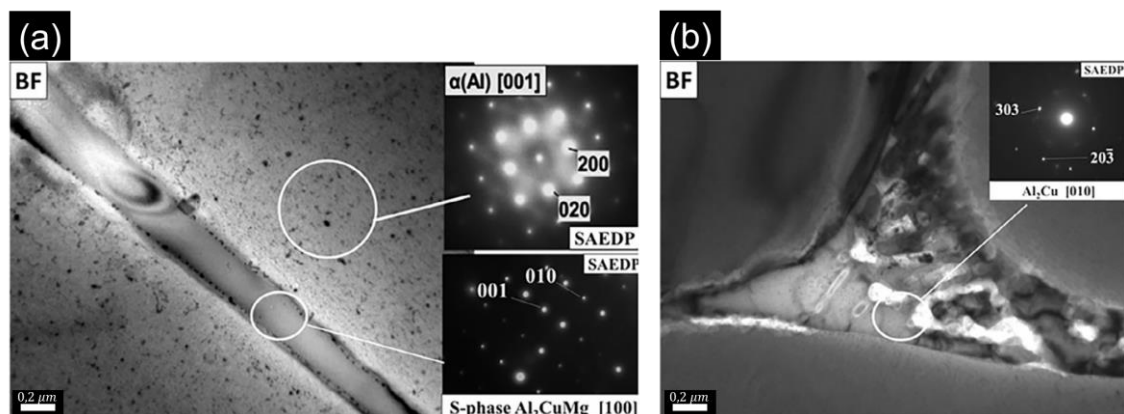


Figura 2.3 – Imagens de campo claro de microscópio eletrônico de transmissão: (a) precipitados de Al_2CuMg localizados nos contornos de grão e uma estrutura não homogênea da matriz após o processo de resfriamento rápido; (b) estrutura eutética fina e lamelar composta por $\alpha\text{-Al}$ e precipitados da fase Al_2Cu [21].

Ao fim do estudo constataram que a menor resistência à corrosão era devido à grande quantidade e tipos de intermetálicos presentes na microestrutura deste metal [21]. Assim, quando maiores taxas de resfriamento foram impostas no processamento da liga, menor quantidade de intermetálicos foi formada, além da formação de microestrutura mais refinada, o que possibilitou uma menor suscetibilidade à corrosão e maior dureza [21].

Um estudo semelhante ao anterior foi feito por Kwolek et al. [20]. Nele os pesquisadores realizaram uma análise do comportamento sob corrosão da liga de alumínio AA2017, considerando os constituintes possíveis de serem formados em sua microestrutura (Al_2Cu , Mg_2Si , AlCuMgSi (Q) e $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3(\text{Si,Cu})_2$) [20]. A partir de análises microestruturais, identificou-se uma microestrutura composta por grãos grosseiros de alumínio em solução sólida, os quais eram separados por intermetálicos alongados (Figuras 2.4a e 2.4b) [20].

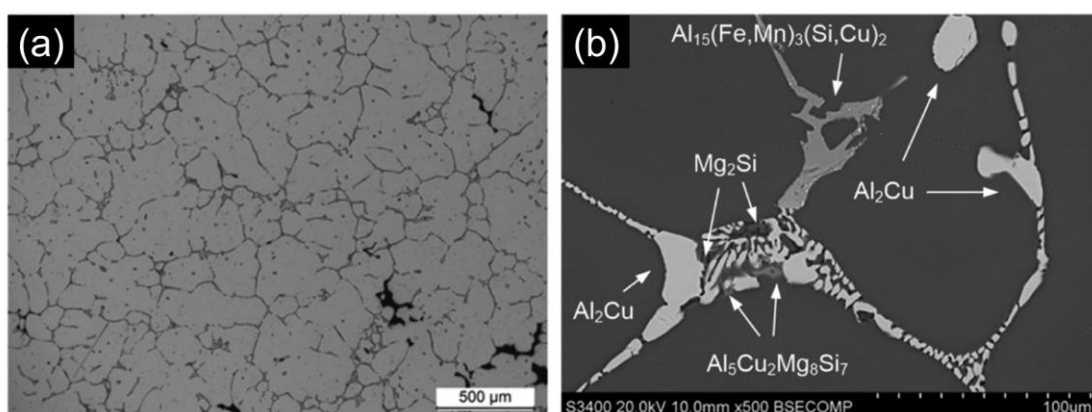


Figura 2.4 – Microestrutura da liga de alumínio 2017 fundida: (a) baixa magnificação (microscópio óptico); (b) alta magnificação (microscópio eletrônico de varredura) [20].

Também, foi utilizada a técnica de EDS, a partir da qual obteve-se um mapeamento dos elementos de liga ali presentes (Figura 2.5) [20].

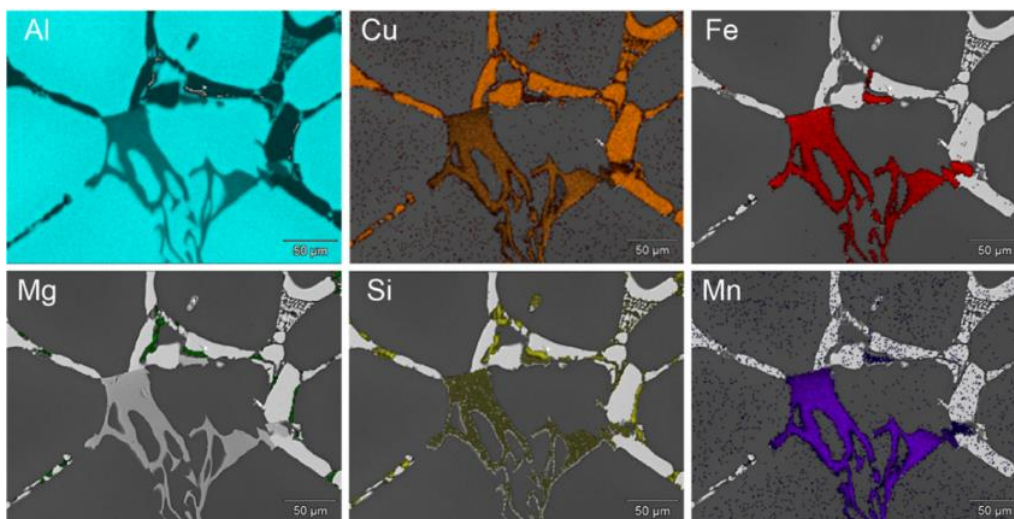


Figura 2.5 – Mapeamento dos elementos na liga AA2017, o qual foi realizado a partir da técnica EDS [20].

Assim, foi elucidado que a formação dos intermetálicos ocorreu devido ao limite de solubilidade existente entre a matriz e os elementos de liga, ou seja, os grãos em solução sólida foram os primeiros a se formarem e, então, segregaram os elementos para os contornos, dando origem às outras fases, como demonstrado na Figura 2.5 [20]. Porém, como o lingote produzido não foi solidificado em equilíbrio (resfriado ao ar em cadinho de alumina), quantidades maiores de Mg, Mn e Cu puderam ser mantidas na matriz: 0.5, 0.3 e 1.1 %at., respectivamente [20]. Assim sendo, a diferença de potencial entre o intermetálico Al_2Cu e a matriz (que estava com maior teor de elementos de liga dissolvidos, devido à solidificação fora do equilíbrio) ficou menor e, conseqüentemente, a força motriz para formação de pites também reduziu, ou seja, a liga apresentou uma maior resistência à corrosão [20].

Os resultados e discussões apresentados por Kwolek et al. [20] corroboram aqueles feitos por Szklarz et al. [21], uma vez que em ambos estudos alcançou-se uma resistência à corrosão maior a partir do aumento da taxa de resfriamento. Logo, uma menor quantidade de intermetálicos foi formada, o que diminuiu a presença de pares de fases ativas e fases nobres e, além disso, a maior quantidade de Cu em solução sólida fez com que os potenciais das diferentes fases fossem mais próximos, favorecendo a resistência à corrosão [20, 21]. É importante destacar que a maior fração de Cu presente na matriz se deve a dois fatores: (i) maiores taxas de resfriamento; e (ii) presença do Mg aumenta a solubilidade do Cu em solução sólida [20].

Portanto, como demonstrado na literatura [20, 21], a microestrutura e conseqüentemente as propriedades da liga de alumínio AA2017 são fortemente influenciadas pelo histórico de processamento do material, ou seja, técnica utilizada e/ou do tratamento térmico a que foi submetida.

Durante esta pesquisa, foi estudada a produção de pós metálicos através da atomização a gás, a qual envolve altas taxas de resfriamento ($\approx 10^3$ – 10^6 K/s) [33–35]. Logo, as microestruturas destes estudos foram comparadas as dos pós produzidos ao longo deste trabalho de maneira qualitativa [20, 21].

2.2 Produção do pó metálico

O contexto de produção de pó metálico é muito extenso, devido aos diferentes métodos de fabricação, os quais podem ser classificados em: químicos, físicos e mecânicos [36]. Praticamente, qualquer material pode ser transformado em pó por um ou mais destes métodos [36]. A técnica escolhida deve estar relacionada ao tipo de aplicação, as propriedades desejadas e estrutura do produto final [36]. A seguir algumas técnicas foram classificadas [36]:

- Métodos químicos: redução química e decomposição química de compostos;
- Métodos físicos: método eletrolítico e atomização;
- Métodos mecânicos: impacto, atrito, cisalhamento e compressão.

Como já citado anteriormente, esta pesquisa esteve inserido no “Projeto Jovem Pesquisador – FAPESP (nº 2017/27031-4): Influência de parâmetros de processo nas características metalúrgicas de peças fabricadas por manufatura aditiva”, o qual visa o estudo de L-PBF e atomização a gás que, de acordo com a literatura, é o método de produção de pós mais adequado para L-PBF [3]. Assim sendo, nesta revisão bibliográfica será explorado o processo de atomização, focando na atomização a gás.

2.2.1 Pós metálicos atomizados: métodos de atomização

Durante o processo de atomização ocorre a quebra da corrente líquida de metal em um fino *spray*, o qual será resfriado e desintegrado em partículas através do meio atomizador. A taxa de resfriamento pode variar de 10^2 a 10^7 K/s, sendo significativamente maior do que as envolvidas durante processos de fundição convencionais [37, 38]. Esta técnica pode ser dividida, principalmente, em três categorias: atomização a água, atomização a plasma e atomização a gás [6, 37]. Independentemente do tipo utilizado, a tensão superficial é um dos fatores que mais influenciam no tamanho de partícula, além de outros aspectos que serão demonstrados posteriormente [37]. Vale ressaltar, como já colocado,

que dependendo da técnica utilizada para produção do pó, este poderá ter variações em suas propriedades e características, como: distribuição e tamanho de partículas, morfologia, superfície e fases formadas [36, 39].

O processo de atomização mais simples e barato é utilizando água como meio atomizador, o qual é empregado, principalmente, no processamento de pós de ferro e aço [6]. Este processo tem seu preço reduzido, devido ao meio atomizador, baixa energia para pressurização (comparada ao gás) e a alta produtividade [38]. Nele, o metal líquido é atomizado através de jatos de água pressurizados (tipicamente, 5 a 13 MPa) no momento em que é liberado da câmara de fusão [38]. A mistura resultante de pó e água segue para secagem e, posteriormente, classifica-se o pó obtido [38]. Neste processo, partículas na faixa de 5-500 μm são produzidas, apresentando diâmetro médio (d_{50}) de 100 μm [37, 38, 40, 41]. No entanto, o pó produzido possui uma morfologia irregular, a qual, segundo a literatura, prejudica o empacotamento do material [6]. Além disso, devido ao uso da água como meio atomizador, o oxigênio presente causa oxidação nas partículas, através da reação: $M + \text{H}_2\text{O} = \text{MO} + \text{H}_2$, podendo interferir na morfologia, ou seja, deixando-as irregulares [37].

O outro método existente é a atomização a plasma, que foi desenvolvida em 1995 pela *Pyrogenesis of Canada* e hoje é utilizada para o processamento de pós metálicos que são constituídos de titânio e suas ligas [37]. Durante a atomização a plasma, como o próprio nome expõe, o meio atomizador é o plasma. Logo um fio metálico posicionado no foco de três chamas de plasma alimenta o equipamento, sendo o material fundido e atomizado [37]. O pó obtido será altamente esférico, com ausência de partículas satélites, estreita distribuição de tamanho de partículas, tamanho médio de 40 μm e alta pureza, a qual ocorre devido à dois fatores: (i) como o metal não é fundido em cadinhos, não haverá contaminação e, conseqüentemente, uma vez que o material do arame é puro, assim continuará; (ii) uso de atmosfera inerte, a qual não permite reação entre partículas e ambiente de atomização [43]. No entanto, esta técnica tem alto custo, além da produtividade ser baixa (10-20 kg/h) [37, 42].

Outro modo de atomização é através do uso de gás como meio atomizador, sendo conhecido como atomização a gás. Este processo vem se

tornando o principal método para a produção de pós metálicos para uso em L-PBF, a qual é uma tecnologia que vem ganhando importância e que, de acordo com dados financeiros, seu valor de mercado deve atingir U\$26,68 bilhões em 2027 [22, 44].

Na atomização a gás, o metal é fundido (em atmosfera inerte ou vácuo) e, em seguida, uma fina corrente de fluxo de metal é liberada e dispersa em pequenas gotas através do gás utilizado altamente pressurizado (tipicamente, 350 kPa a 4 MPa), resultando na solidificação das partículas durante a queda [22, 38]. Logo, o pó produzido será esférico com uma distribuição de tamanho lognormal e tamanho de partícula em uma faixa de 10-300 μm . Além disso a quantidade de oxigênio presente será em torno de 100 ppm (0,01%) (no caso da utilização de gases inertes), o que está dentro dos requisitos para utilizar este pó no processo de MA [3, 22].

A Tabela 2.2 apresenta os métodos de atomização com suas principais características.

Tabela 2.2 – Comparativo entre os métodos de atomização [37, 38, 42, 45].

		Métodos		
		Atomização a água	Atomização a plasma	Atomização a gás
Fatores	Custo (relativo)	Baixo	Alto	Intermediário
	Produtividade (relativa)	Alta	Baixa	Alta
	d_{50} (μm) (relativo)	Alto	Baixo	Intermediário

Como a pesquisa envolveu o processo de atomização a gás com finalidade de produção de matéria-prima para MA, uma explicação detalhada sobre atomização a gás será conduzida na próxima seção.

2.2.1.1 Atomização a gás

O processo de atomização a gás ocorre pela desintegração do fluxo de metal fundido através de gases (ar, nitrogênio, argônio ou hélio) em alta velocidade [46, 47]. Portanto, a atomização ocorre pela transferência de energia cinética do meio de atomização para o metal [46, 47]. Logo, a razão $\frac{\text{taxa de gás}}{\text{taxa de metal}} = \frac{\dot{G}}{\dot{M}}$ (G/M) é um fator dominante no controle do tamanho das partículas, uma vez que o tamanho médio das partículas é inversamente proporcional à raiz quadrada de G/M [38].

Uma explicação detalhada do processo de atomização a gás é feita baseando-se na Figura 2.6.

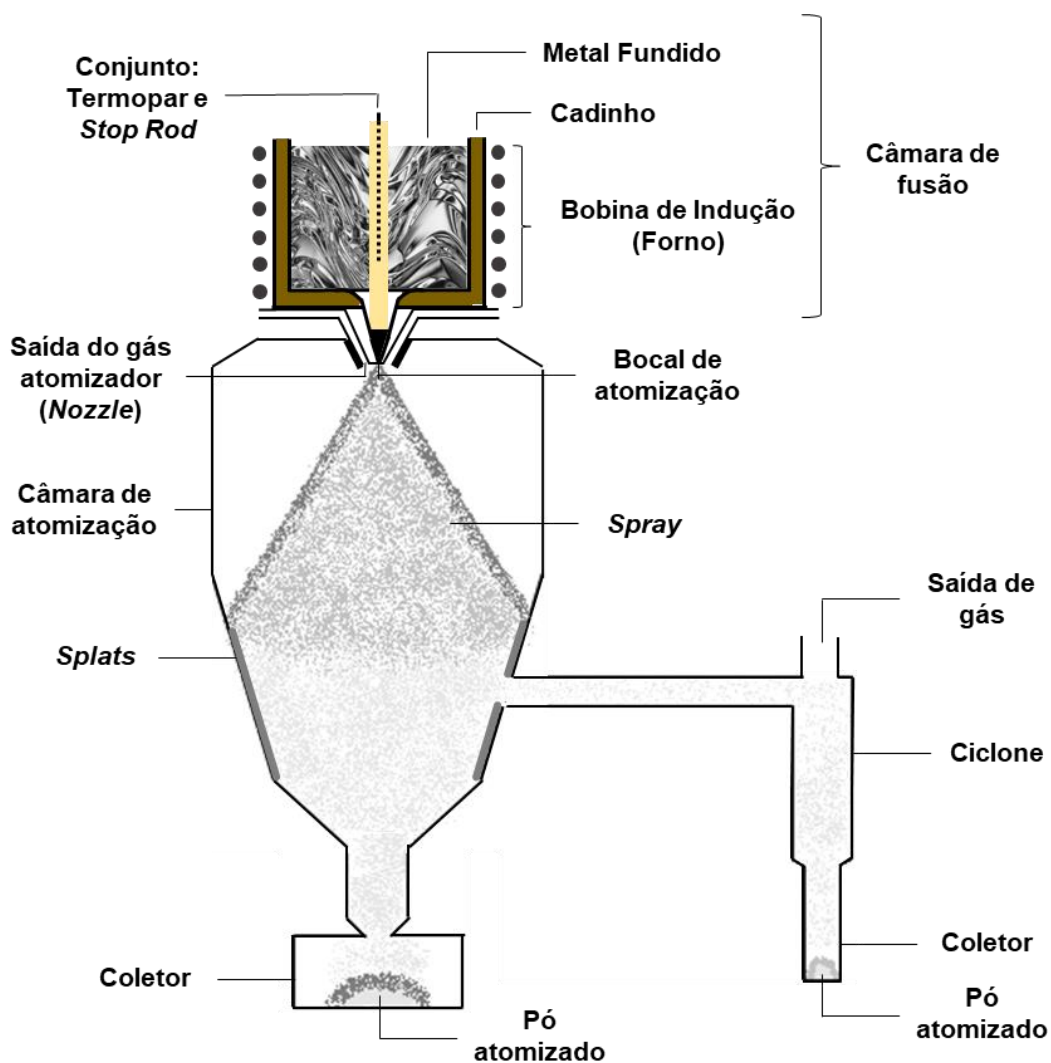


Figura 2.6 - Atomizador a gás esquemático, identificando seus principais componentes.

Em um primeiro momento, o material é depositado em um cadinho, no qual ocorrerá sua fusão através de forno de indução. Ainda no cadinho, pode-se observar o conjunto existente entre termopar e *stop rod*, uma vareta de Al_2O_3 que fecha o orifício inferior do cadinho, impossibilitando o vazamento do metal fundido. Considera-se este primeiro agrupamento como “câmara de fusão”. Posteriormente, quando se alcança a temperatura de vazamento desejada, o *stop rod* é levantado e o metal fundido pode fluir pelo orifício inferior no cadinho, contendo um tubo capilar com um bocal na ponta, e é por lá que o material é vazado para a câmara de atomização, devido às diferenças de pressões entre a câmara de fusão e a de atomização ou, até mesmo, devido à pressão atmosférica. Dessa maneira, o fluxo de metal fundido será atomizado através da utilização de jatos de gás em alta pressão, e, conseqüentemente as partículas se solidificam durante a queda. Também ocorre a formação de *splats* que são pequenas folhas ou placas que sofreram quebra ineficiente (incompleta) que aderem na parede do atomizador ou, então, se dirigem ao coletor. A última etapa é a coleta do pó atomizado nos coletores, que são de dois tipos: um logo abaixo da câmara de atomização, sendo que é neste que o pó mais grosseiro se deposita, chamado de garrafa principal; e um segundo coletor que é visto ao lado da câmara, chamado de ciclone, o qual recolhe o pó mais fino.

A desintegração da corrente de fundido em gotículas depende da velocidade relativa do gás (meio atomizador) e o líquido, o que pode ser favorecido através do *design* do atomizador, ou seja, o projeto do equipamento visa gerar contato do fluxo fundido com o gás atomizador e, conseqüentemente, gerar pós mais finos [48, 49]. No início da quebra do fluxo, a velocidade relativa entre o metal e o gás pressurizado é alta. Logo, altas taxas de resfriamento atuarão no processo, as quais ocorrem através de radiação e/ou convecção de calor entre gotículas atomizadas e meio atomizador [48]. Essas trocas de calor, por sua vez são influenciadas por outros parâmetros de processo, além da pressão do gás, como composição do gás, temperatura de superaquecimento e razão G/M [48].

2.2.1.1.1 Mecanismos da atomização a gás

Neste tópico serão mencionados mecanismos existentes na atomização a gás e que foram explorados pela comunidade científica, o que possibilita melhor entendimento da técnica.

Em um estudo proposto por Dombrowski e Johns [50], foi sugerida uma divisão da atomização a gás em três estágios distintos (Figura 2.7a): (i) crescimento de ondas; (ii) fragmentação e formação dos ligamentos; (iii) quebra dos ligamentos em gotículas.

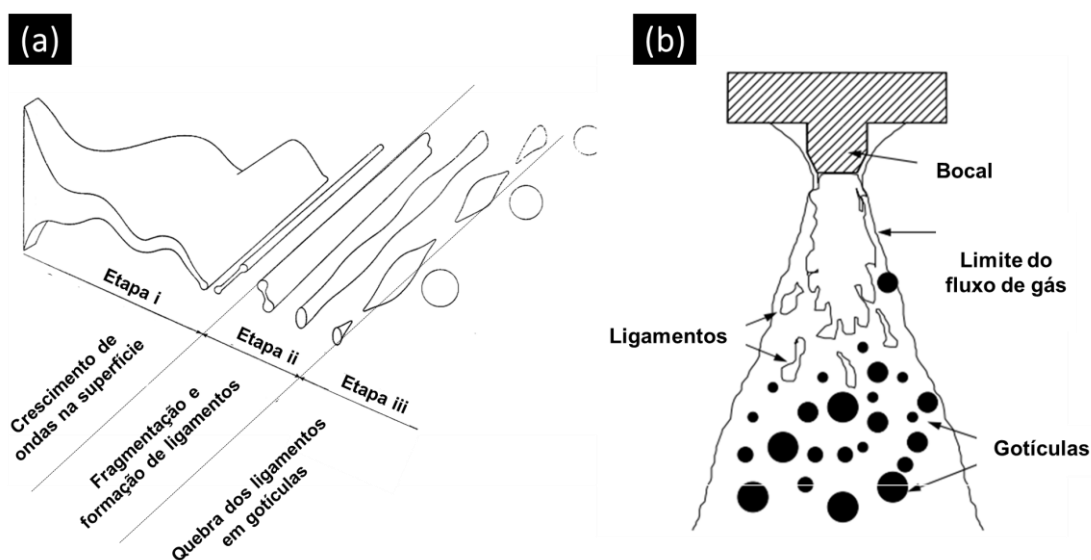


Figura 2.7 - Mecanismo de formação das gotículas: (a) desintegração da superfície até obtenção das gotículas; (b) princípio da atomização. Adaptado de [50, 51].

Em outras palavras, foi proposto um mecanismo de formação das partículas a partir de uma superfície de líquido: na atomização primária, ondas sinuosas de líquido estão presentes, sendo que elas aumentam cada vez mais, devido às perturbações no sistema; e quanto mais fino o filme de metal, mais turbulências são geradas e, conseqüentemente, ocorre uma quebra mais efetiva (etapa i). Em sequência, ocorre a formação dos ligamentos através da fragmentação dessas superfícies, uma vez que atingiram um tamanho crítico (etapa ii); em seguida, os ligamentos (que são corpos instáveis) se rompem em pequenas gotículas (etapa iii) [38, 50, 51]. Ao final, durante a atomização

secundária, as gotas podem sofrer desintegração adicional em voo, ou seja, podem ser quebradas em partículas ainda menores [51, 52]. No entanto, a atomização secundária poderá ocorrer apenas nas partículas que tenham diâmetro maior que um tamanho crítico, sendo este valor função da tensão superficial do metal líquido, da densidade do gás e da velocidade relativa entre a corrente de metal líquida e o gás atomizador; porém, as que forem menores do que o diâmetro crítico, permanecerão estáveis [51, 52]. A Figura 2.7b ilustra o comportamento do metal líquido durante sua atomização.

See et al. [53] analisaram resultados provenientes de atomização a gás com nitrogênio utilizando o modelo proposto por Dombrowski e Johns [50], ou seja, considerando a formação e quebra de ligamentos conforme proposto. Por fim, chegaram a conclusões práticas próximas das teóricas, o que validaria o modelo proposto [50, 53].

Em outro estudo, durante uma atomização a gás de estanho utilizando nitrogênio, as etapas do processo puderam ser observadas e analisadas através de imagens capturadas em intervalos de 1/25 segundos [46]. Em um primeiro momento, o metal líquido fluiu assim que o *stop rod* foi levantado, permitindo a transferência do material para a câmara de atomização (Figura 2.8a) [46]. Posteriormente, o gás atomizador foi liberado e iniciou-se a desintegração da corrente de metal líquido e, concomitantemente, um perfil cônico começou a ser formado (Figura 2.8b) [46]. Instantes depois, o formato cônico estava completamente estabelecido próximo ao bocal de transferência do material (Figura 2.8c) [46]. Por fim, ainda analisando a Figura 2.8, destaca-se que a configuração do conjunto de bocal utilizado por Ünal não é a mesma da utilizada neste trabalho de mestrado, ou seja, por mais que ambos eram acoplados, variações são encontradas, principalmente, na disposição dos jatos de gás [46].

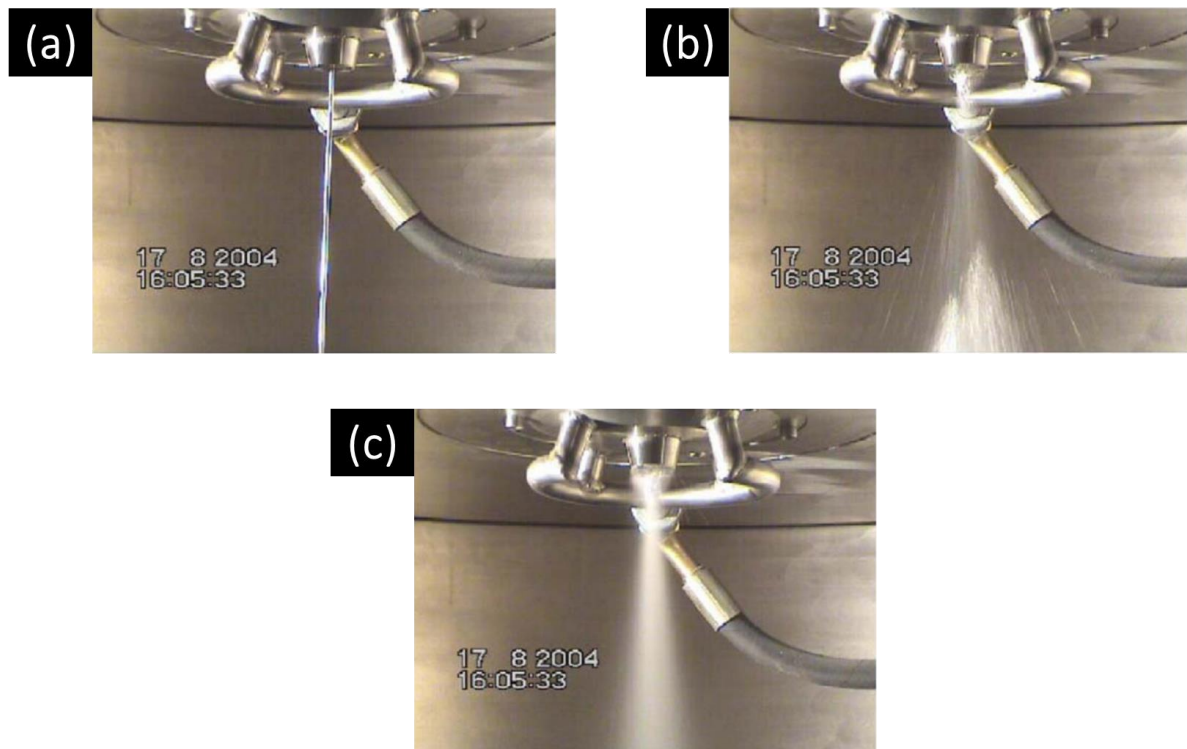


Figura 2.8 - Etapas do processo de atomização gravado a partir de imagens obtidas em intervalos de 1/25 segundos. (a) Fluxo de metal líquido é liberado para a câmara de atomização; (b) gas atomizador é imposto no processo e inicia a quebra do fluxo de material fundido; um perfil cônico começa a ser formado; (c) perfil cônico totalmente estabelecido nas proximidades do bocal de transferência de material. Adaptado de [46].

Este fenômeno foi explicado a partir do modelo proposto por Ting e Anderson [54]. Durante a atomização a gás, o metal é puxado para uma zona de recirculação, devido à pressão de aspiração formada na ponta do bocal de transferência do metal líquido (Figura 2.9) [54]. A pressão de aspiração é resultado da diferença entre a pressão atuante na ponta do bocal de transferência do metal líquido (P_t) e a pressão atmosférica (P_a) e, portanto, pode-se comportar como positiva ou negativa, o que influencia diretamente na taxa de fluxo de metal líquido (será detalhado na seção “2.2.1.1.2 Parâmetros de processo”) [55].

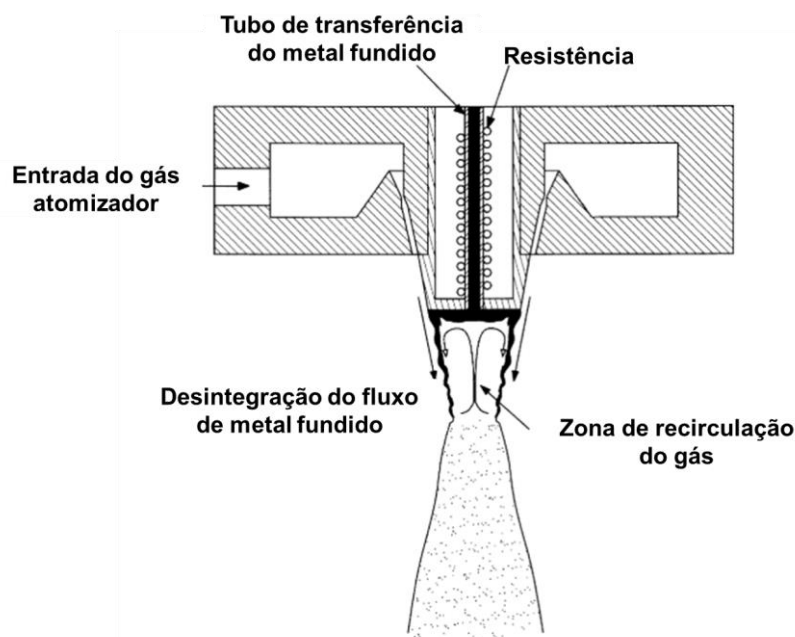


Figura 2.9 - Desenho esquemático demonstrando o fluxo de metal fundido sendo desintegrado pelo meio atomizador e localização da zona de recirculação de gás. Adaptado de [46].

Em suma, como a pressão na linha central da zona de recirculação é maior, o metal é forçado para as laterais e, conseqüentemente, alcança a região onde o fluxo de gás é mais energético, possibilitando uma quebra mais fácil da corrente de metal líquido, formando partículas mais finas [46, 54].

Outro modelo foi proposto por Bradley [56], o qual prevê tamanhos de partículas quando estas são submetidas a velocidades subsônicas ou sônicas dos gases. Ele considera a compressibilidade do gás e a viscosidade do líquido, além de se basear em outro modelo físico sobre a formação e quebra dos ligamentos, proposto por Castleman [57], que sugeriu uma relação entre o tamanho dos ligamentos (R') e o tamanho das partículas (r) provenientes de cada um deles:

$$R' = 0,53 * r \quad (2.1)$$

Por fim, Bradley [56] pôde concluir que o tamanho das gotas formadas é dependente do número de Mach (M_a ; 2.2), do fluxo de gás e da tensão superficial do metal.

$$M_a = \frac{\text{velocidade do gás}}{\text{velocidade do som}} \quad (2.2)$$

Percebe-se até o momento e como sugerido por Lawley [58], existem muitos parâmetros influenciando no processo de atomização a gás (distância dos jatos de gás até a corrente de metal líquido; velocidade e vazão de gás; velocidade e vazão de metal; geometria e ângulo dos canais de saída de gás; temperatura de vazamento e tensão superficial do material). Em consequência disso, outras relações empíricas foram propostas na tentativa de prever o tamanho e/ou morfologia das partículas, assim como suas respectivas distribuições. Uma delas ficou conhecida como “Equação de Lubanska”, a qual leva o nome do pesquisador que a desenvolveu e relaciona diferentes parâmetros de processo com o tamanho médio de partícula (Equação 2.3). Além disso, é uma das equações mais utilizadas atualmente no contexto de atomização a gás [59, 60]. A Equação de Lubanska será detalhada posteriormente, quando for tratado o tamanho e distribuição das partículas.

$$\frac{d_{50}}{d_{FM}} = K * \left[\frac{v_M}{v_G} * \frac{1}{W_e} * \left(1 + \frac{\dot{M}}{\dot{G}} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.3)$$

O número de Weber (W_e) presente na Equação 2.3 é levado em consideração em vários modelos físicos que descrevem a estabilidade do metal líquido, como os comentados anteriormente [58]. Ele pode ser calculado de acordo com a Equação 2.4, a qual representa a razão entre forças inerciais ($\rho_M * V_G^2$) e forças de tensão superficial ($\frac{d_{FM}}{\sigma_M}$), ou seja, embora seja adimensional, possui um importante papel físico [52].

$$W_e = \frac{\rho_M * V_G^2 * d_{FM}}{\sigma_M} \quad (2.4)$$

O valor crítico de W_e , na qual a desintegração da corrente de metal líquido inicia, depende da viscosidade do líquido e da maneira como a velocidade entre as partículas e o gás varia [52]. O menor valor crítico de W_e já observado foi 13, o qual foi obtido em condições próximas de atomização de metais líquidos, ou seja, alta tensão superficial e baixa viscosidade [52].

Como demonstrado até o momento, o processo de atomização a gás é influenciado por diferentes parâmetros, sejam eles relacionados com o metal (temperatura *liquidus*, temperatura *solidus*, densidade, condutividade térmica, tensão superficial, capacidade calorífica, entalpia de fusão), meio atomizador (propriedades do gás em si, tipo de gás), equipamento (*design*) ou parâmetros do processo (pressão de atomização, temperatura de vazamento (superaquecimento), diâmetro do bocal e G/M) [61].

O seguinte tópico irá detalhar alguns dos principais parâmetros de processo envolvidos na atomização a gás. Além disso, outros fatores serão explicitados, uma vez que também influenciam ao longo do processo.

2.2.1.1.2 Parâmetros de processo

(a) Temperatura de vazamento (superaquecimento) (ΔT)

A diferença entre as temperaturas de fusão e vazamento do metal é conhecida como superaquecimento, ou seja, quando o material atinge o superaquecimento desejado, ele é liberado do cadinho para a câmara de atomização e a produção do pó se inicia [38]. Na atomização a gás, o superaquecimento é, geralmente, entre 75 a 150 °C [38].

Em um estudo realizado por Ünal [52] sobre a atomização da liga de alumínio AA2024, ficou evidente a influência da temperatura de vazamento do metal líquido no processo, isto é, no tamanho das partículas obtidas. A temperatura *liquidus* da liga era ≈ 620 °C; ele percebeu que, para temperaturas de vazamento a partir de 825°C, o tamanho médio de partícula não era muito influenciado ($d_{50} \approx 20\mu\text{m}$), porém em temperaturas mais baixas (775 °C), foram identificadas partículas mais grosseiras ($d_{50} \approx 25 \mu\text{m}$). Para explicar este comportamento, o pesquisador evidenciou dois pontos [52]:

- Variação das propriedades do metal: tensão superficial e viscosidade diminuem com o aumento da temperatura, o que facilita a quebra do fluxo de metal [52]. Logo, é esperado que maiores temperaturas resultem em menores partículas [52]. Além disso, o autor expôs equações que determinam a tensão superficial e viscosidade de

alumínio (e sendo possível extrapolar para ligas de alumínio), sendo respectivamente representadas pelas Equações 2.5 e 2.6 [52].

$$\sigma_M = 0,866 - 1,5 * 10^{-4} * (T_M - 660) \quad (2.5)$$

$$\mu_M = 0,1492 * 10^{-3} * \exp\left(\frac{16500}{R * T_M}\right) \quad (2.6)$$

- Solidificação prematura: caso a temperatura não seja alta o suficiente, a solidificação pode ocorrer antes mesmo que a quebra do fluxo de metal líquido esteja completa e, conseqüentemente, um efeito de “engrossamento” das partículas será observado [52]. Em um caso extremo, a solidificação pode ocorrer no próprio bocal de atomização (ou mesmo no capilar), o que interrompe o processo [52].

No entanto, Ouyang et al. [62] ao discutirem os resultados de experimentos de atomização a gás de cobre, levaram em consideração que o aumento do superaquecimento não pode ser feito em proporções tão exageradas, uma vez que o número de Weber das partículas iria diminuir abaixo de um valor crítico (no caso deles, foi 10,7) e, conseqüentemente, elas não iriam mais ser quebradas. Logo, o tamanho de partícula não pode ser reduzido apenas com o aumento do superaquecimento acima de faixas pré-estabelecidas. Além disso, aumentos exagerados de temperaturas poderiam causar evaporação de elementos presentes no material, danificar o equipamento em uso e, também, causar reação excessiva com o cadinho [34, 48, 62].

(b) *Diâmetro do bocal (d_0)*

Em processos convencionais de atomização a gás, as forças motrizes que atuam sobre o metal fundido para que este flua através do capilar e do bocal incluem: pressão de aspiração (formada na frente do bocal, devido às altas velocidades dos jatos de gás) e força gravitacional [63]. Sendo assim, bocais com maiores diâmetros são, geralmente, utilizados, uma vez que garantem a

passagem do fundido para a câmara de atomização sem entupir a passagem, pois superam as forças de capilaridade e viscosa, as quais atuam entre o metal líquido e a paredes internas do capilar e do bocal; porém, as partículas obtidas serão grosseiras [63].

A resistência causada pelo capilar pode ser calculada através da determinação da pressão de capilaridade (p_s) (Equação 2.7) [63].

$$p_s = \frac{4\sigma_M \cdot \cos\theta}{d_0} \quad (2.7)$$

Através da Equação 2.7, percebe-se que a pressão de capilaridade (força de capilaridade) é diretamente proporcional a tensão superficial do fundido (σ_M) e inversamente proporcional com o diâmetro do bocal (d_0) [63]. Em relação ao ângulo de contato (θ), quando $\theta < 90^\circ$ (Figura 2.10a), a pressão de capilaridade é positiva e, conseqüentemente, é considerada força motriz para o fluxo de metal fundido através do bocal indo em direção a câmara de atomização; no entanto, se $\theta > 90^\circ$ (Figura 2.10b), a pressão de capilaridade será negativa, o que irá gerar uma força de resistência ao fluxo de metal para a câmara de atomização [63].

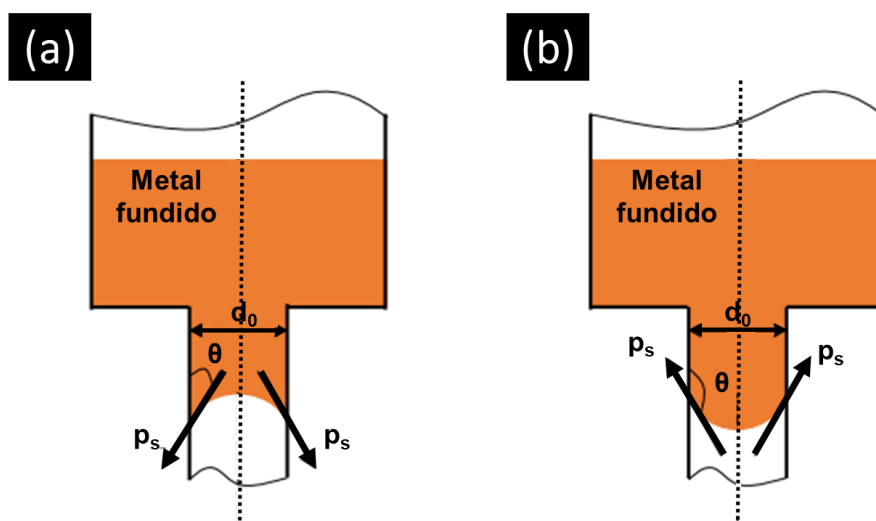


Figura 2.10 - Esquema ilustrando a passagem do metal fundido através do capilar do bocal, demonstrando o ângulo formado entre superfície líquida e sólida: (a) $\theta < 90^\circ$; (b) $\theta > 90^\circ$. Adaptado de [63].

Normalmente, os capilares dos bocais utilizados em atomização a gás são feitos de materiais refratários, como grafite, alumina, magnésia, zircônia ou nitreto de boro [63]. Na maioria dos casos, as superfícies destes materiais não são tão bem molhadas com os metais fundidos e, conseqüentemente, os ângulos formados entre as superfícies serão maiores do que 90° , ou seja, as forças de capilaridade irão atuar de forma oposta ao fluxo de metal para a câmara de atomização [63]. A Figura 2.11 demonstra a variação da resistência da capilaridade de acordo com o diâmetro do bocal e ângulo de contato, respectivamente, para diferentes metais que, normalmente, são atomizados [63].

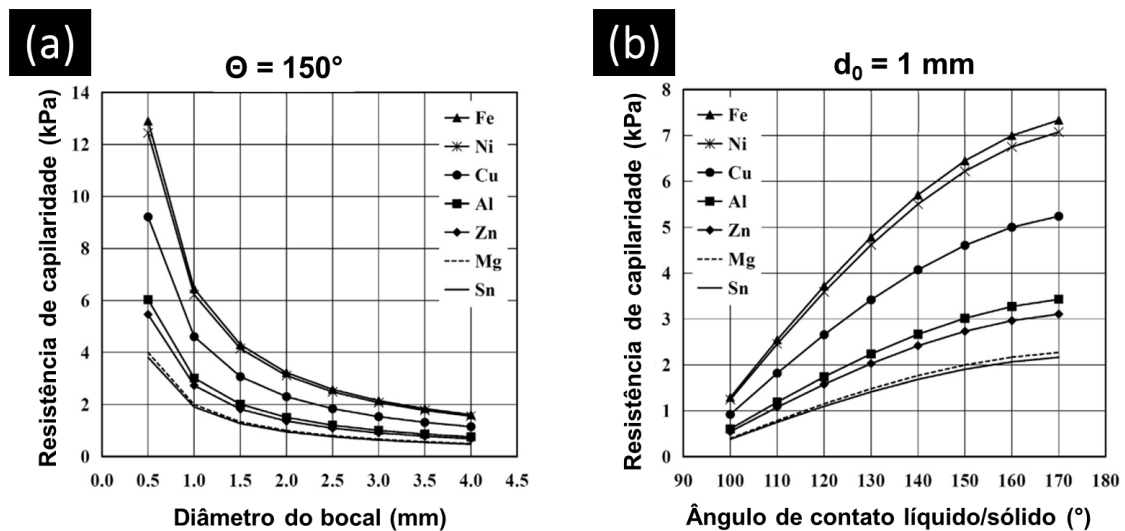


Figura 2.11 - Resistência de capilaridade em função de: (a) diâmetro do bocal (d_0) mantendo um ângulo de contato fixo; (b) ângulo de contato (θ) mantendo um diâmetro de bocal fixo (os pesquisadores não comentaram a respeito de qual material o capilar era composto). Adaptado de [63].

Como exposto anteriormente, outra força a ser superada para que o metal fundido possa fluir para a câmara de atomização é a resistência imposta pela viscosidade, ou seja, queda da pressão viscosa (p_v) (Equação 2.8) [63].

$$p_v = \frac{32\mu_M * L * V_M}{d_0^2} \quad (2.8)$$

Através da Equação 2.8, pode-se dizer que a queda da pressão viscosa é diretamente proporcional à viscosidade dinâmica do metal (μ_M), comprimento do capilar (L) e velocidade do fundido (V_M) no momento em que sai do bocal, além de ser inversamente proporcional com o diâmetro do bocal [63]. A Figura 2.12 indica a variação da queda de pressão viscosa em função do diâmetro do bocal.

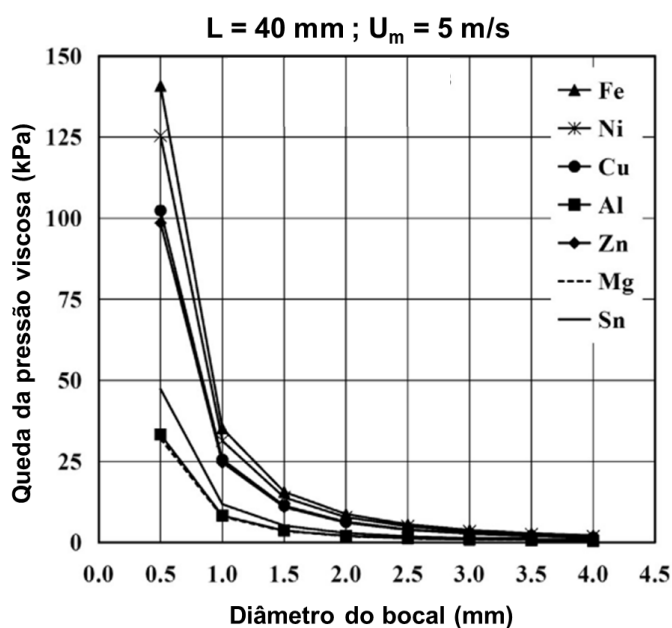


Figura 2.12 - Queda da pressão viscosa de acordo com o diâmetro do bocal utilizado (os pesquisadores não comentaram a respeito de qual material o capilar era composto). Adaptado de [63].

Logo, a resistência imposta contra o fluxo de metal fundido no bocal é composta por esses dois fatores: pressão de capilaridade e queda da pressão viscosa, as quais necessitam ser superadas para que o metal possa fluir para a câmara de atomização [63]. Portanto, forças motrizes adicionais são necessárias para o fluxo com um bocal de diâmetro pequeno; no caso da pesquisa de Li et al. [63], os autores exerceram uma pressão no forno que favoreceu o fluxo de metal através do bocal, visto que uma diferença de pressão existia entre o forno e a câmara de atomização. Ao final, os pesquisadores concluíram que quando um bocal de diâmetro menor era utilizado, pós mais refinados eram obtidos [63].

Embora exista todo o embasamento teórico proposto por Li et al. [63], a Equação de Lubanska (Equação 2.3) considera a taxa mássica do fluxo de metal líquido (\dot{M}) (Equação 2.9), ou seja, a quantidade de metal liberado em determinado período de tempo [64, 65]:

$$\dot{M} = \varphi * A_0 * \rho_M \sqrt{2 \left[\frac{P_M}{\rho_M} + gh_M \right]} \quad (2.9)$$

A Equação 2.9 leva em consideração o coeficiente de fricção (φ) (Equação 2.10). Para o cálculo deste coeficiente, é necessário a quantificação do número de Reynolds (Re) envolvido para tais condições de processo (Equação 2.11):

$$\varphi = 1 - \frac{7,96}{\sqrt{Re}} \quad (2.10)$$

$$Re = \frac{\rho_M * V_M * d_0}{\mu_M} \quad (2.11)$$

Analisando a Equação 2.9, percebe-se que o diâmetro do bocal de saída do metal fundido influencia no tamanho de partícula, uma vez que a área do bocal de saída do metal fundido (A_0) atua na taxa mássica de metal (\dot{M}), a qual está presente na Equação de Lubanska (Equação 2.3); além disso, o diâmetro do bocal também pode ser visto na Equação de Lubanska (Equação 2.3), porém com uma nomenclatura diferente (d_{FM}). Em suma, quanto maior o diâmetro de bocal utilizado, maior o tamanho médio de partícula.

Em um estudo realizado por Gao et al. [66] sobre atomização a gás de uma liga AlSi10Mg, os pesquisadores identificaram que quando maiores diâmetros de bocais eram utilizados, ou seja, presença de um maior diâmetro na corrente de fluxo de metal, o pó obtido era mais grosseiro. No estudo, eles utilizaram bocais variando de 4 mm a 5 mm, ao final observaram valores de d_{50} que variaram entre 25,67 μm e 31,75 μm [66].

(c) *Pressão de atomização (P_G)*

É bem conhecido pela literatura que um aumento na taxa do fluxo de gás (\dot{G}), proporciona um decréscimo no tamanho dos pós obtidos, considerando uma taxa fixa do fluxo de metal líquido (\dot{M}) [67, 68]. A Equação 2.12 demonstra o cálculo da taxa de gás utilizada no processo [65, 69].

$$\dot{G} = A_G \sqrt{(k\rho_G P_G) \left[\frac{2}{k+1} \right]^{(k+\frac{1}{k}-1)}} \quad (2.12)$$

Através da Equação 2.12, percebe-se que a pressão de atomização (P_G) influencia na taxa mássica do fluxo do gás e, conseqüentemente, no tamanho e distribuição de partículas, uma vez que, quanto maior a pressão de atomização, maior será a taxa mássica de gás utilizada e, então, menor será o tamanho médio de partícula, de acordo com a Equação de Lubanska (Equação 2.3). Por outro lado, a literatura mostra que a melhora no refinamento das partículas não pode ser diretamente atribuída ao aumento da pressão de atomização [46]. Este aspecto foi demonstrado através de uma diminuição do fluxo mássico de metal fundido com o aumento da pressão de atomização e, conseqüentemente, G/M aumentou, refinando do pó obtido [46].

Estudos presentes na literatura concordam que, elevando a velocidade do gás, maiores serão as chances de obtenção de uma atomização satisfatória [46, 70]. Isto está de acordo com estudos realizados sobre o número de Weber, o qual é diretamente proporcional ao quadrado da velocidade do gás (Equação 2.4), ou seja, demonstra que maiores valores de We, permitem quebras primárias e secundárias mais rápidas e efetivas [52, 58].

No entanto, foi demonstrado que para atomizadores com saídas de gás do tipo acoplado, os quais são preferíveis para produção de pós finos, existe a presença de ondas de choques próximas aos bocais de saída do metal fundido, ou seja, o gás não é totalmente expandido e, conseqüentemente, parte da energia que seria utilizada para a quebra do fluxo fundido é perdida [71]. Logo, um aumento exagerado na pressão de atomização não é sugerido, uma vez que

a qualidade dos pós será semelhante, além de ocorrer desperdício de gás em pressões muito altas, tornando o processo não rentável economicamente [52, 71].

Aliando as teorias e modelos expostos na literatura, a Equação 2.13 expõe como a velocidade do fluxo de metal (V_M) é calculada [70, 72]. Dentre os fatores presentes, tem-se a pressão de aspiração (ΔP).

$$V_M = \sqrt{2gh_M - \frac{2\Delta P}{\rho_M}} \quad (2.13)$$

A pressão de aspiração é resultado das altas velocidades de gás em baixas temperaturas próximo ao bocal de saída de material, e pode fazer com que o metal fundido seja empurrado na direção oposta ao seu fluxo em direção a câmara de atomização [65]. Logo, ela é considerada uma das principais causas de entupimento do bocal (ou mesmo do capilar), ou seja, pode ocorrer congelamento de material durante a transferência deste para a câmara de atomização e, conseqüentemente, interromper o processo [65]. De acordo com Mates e Settles [73], a pressão de aspiração (do inglês, *backpressure*) é formada, devido ao uso de bocais para saída de gás do tipo convergente-divergente, ou seja, ao ser liberado, o gás acelera e expande, atingindo velocidades supersônicas, o que gera um gradiente de pressão radial próximo ao bocal de saída de material e, conseqüentemente, uma zona de recirculação é formada, assim como foi demonstrado na Figura 2.9. Além disso, devido às altas pressões presentes na linha central desta região, o líquido é forçado para as laterais do cone, onde a energia cinética é mais elevada e ocorre uma atomização mais severa do material (Figura 2.9) [54, 55, 73].

Além disso, a quantificação da pressão de aspiração é obtida através da diferença da pressão que atua na ponta do bocal de transferência do metal líquido (P_t) e a pressão atmosférica (P_a) (Equação 2.14) [70, 72].

$$\Delta P = P_t - P_a \quad (2.14)$$

Assim sendo, ΔP pode ser um valor positivo ou negativo, dependendo da relação entre as pressões envolvidas. Caso, $P_t > P_a$, a pressão de aspiração será positiva e, então, a velocidade do fluxo de metal líquido irá diminuir, o que pode interromper o processo, uma vez que a velocidade pode ser nula ou até mesmo alterar a direção do fluxo de material. No entanto, se $P_t < P_a$, ΔP será negativo, o que irá aumentar a velocidade da corrente de metal líquido, favorecendo o processo de atomização a gás.

Portanto, o uso de pressões de atomização muito elevadas, além de causar um desperdício de gás, pode resultar na interrupção do processo, uma vez que este parâmetro influencia na velocidade da corrente de metal líquido e, conseqüentemente, na taxa mássica do fluxo de material, como demonstrado anteriormente. Além disso, observando o comportamento da Equação 2.13, fica nítido o motivo de a pressão de atomização influenciar na razão gás/metál, assim como proposto por Ünal [46].

A dificuldade do total controle do processo, principalmente, através da pressão foi destacada por Allimant et al. [72]. Eles pontuam o fato de que à medida que a atomização acontece, ou seja, que o cadinho se esvazia, a altura estática do fundido (h_M) diminui e, conseqüentemente, sugeriram que o processo nunca está em estado estacionário [72].

(d) *Outros*

Nesta seção, outros parâmetros de processo serão comentados para maior conhecimento do processo, embora os parâmetros de maior influência foram os descritos anteriormente (superaquecimento, diâmetro do bocal e pressão de atomização), que foram os selecionados para serem investigados nesse trabalho.

A natureza do gás atomizador pode alterar a qualidade do pó obtido. Zheng et al. [34] estudaram o efeito da composição do gás na taxa de resfriamento das gotículas. Os resultados mostraram que taxas de resfriamento aumentam conforme o tamanho da partícula diminui, podendo exceder 10^5 K/s para uma partícula menor que 20 μm de diâmetro [34]. Além disso, demonstraram que o hélio (baixa densidade, alta condutividade térmica e alta

capacidade calorífica) fornece a maior taxa de resfriamento, quando comparado com argônio e nitrogênio. Assim, de acordo com Lawley [59], o gás hélio produz partículas mais finas do que aquelas produzidas a partir de argônio e nitrogênio. Em complemento, Ünal [74] apresentou medidas de tamanho médio de partículas obtidas a partir de atomização com estes três tipos de gases, obtendo: 13,5 μm (He), 23,5 μm (N_2) e 25 μm (Ar).

A temperatura do gás utilizado também pode atuar no processo de atomização [52]. Dois tipos de benefícios poderiam ser alcançados com um aquecimento do meio atomizador: (i) o aquecimento do gás resultaria em um aumento de sua velocidade, facilitando os mecanismos de quebra do fluxo de metal líquido e, conseqüentemente, partículas menores seriam produzidas; (ii) com o aquecimento do gás, as taxas de resfriamento seriam diminuídas, o que possibilitaria um aumento da razão gás/metál, possibilitando obtenção de partículas ainda menores [52].

Outro importante fator a ser citado é o *design* do conjunto: bocal (componente que realiza a transferência do metal líquido da câmara de fusão para a de atomização) e *nozzle* (componente que realiza a transferência do gás atomizador para a câmara de atomização). Dietrich et al. [24] fizeram uma compilação dos modelos existentes:

- Queda livre (do inglês, *free fall*) (Figura 2.13a): é o conjunto mais comum de ser encontrado. Nele, o fundido metálico é levado para a câmara de atomização apenas pela força da gravidade. As partículas alcançam diâmetro médio, geralmente, maior que 50 μm . Sua principal desvantagem é a taxa de fluxo de fundido limitada. Outra desvantagem é a possibilidade de congelamento de material no bocal, o que interromperia o processo;
- Confinado (ou acoplado) (do inglês, *close-coupled*) (Figura 2.13b): nele, o gás atomizador “puxa” o fundido em direção a câmara de atomização, devido à diferença de pressão. Através desta configuração, o fluxo de metal fundido pode ser ajustado por meio da alteração do fluxo de gás, como já foi comentado anteriormente. Em comparação com o conjunto “queda livre”, as taxas envolvidas são

maiores, e partículas com diâmetros menores que 10 μm podem ser produzidas. Assim como no caso anterior, existe a possibilidade de solidificação de material no bocal de transferência, interrompendo o processo;

- “De Laval” (Figura 2.13c): neste conjunto o fluxo de gás é acelerado de maneira laminar em velocidade supersônica. Comparado aos outros dois modelos, este necessita de menores quantidades de gases e resulta em partículas com diâmetros na faixa de 15 a 45 μm e uma distribuição granulométrica estreita.

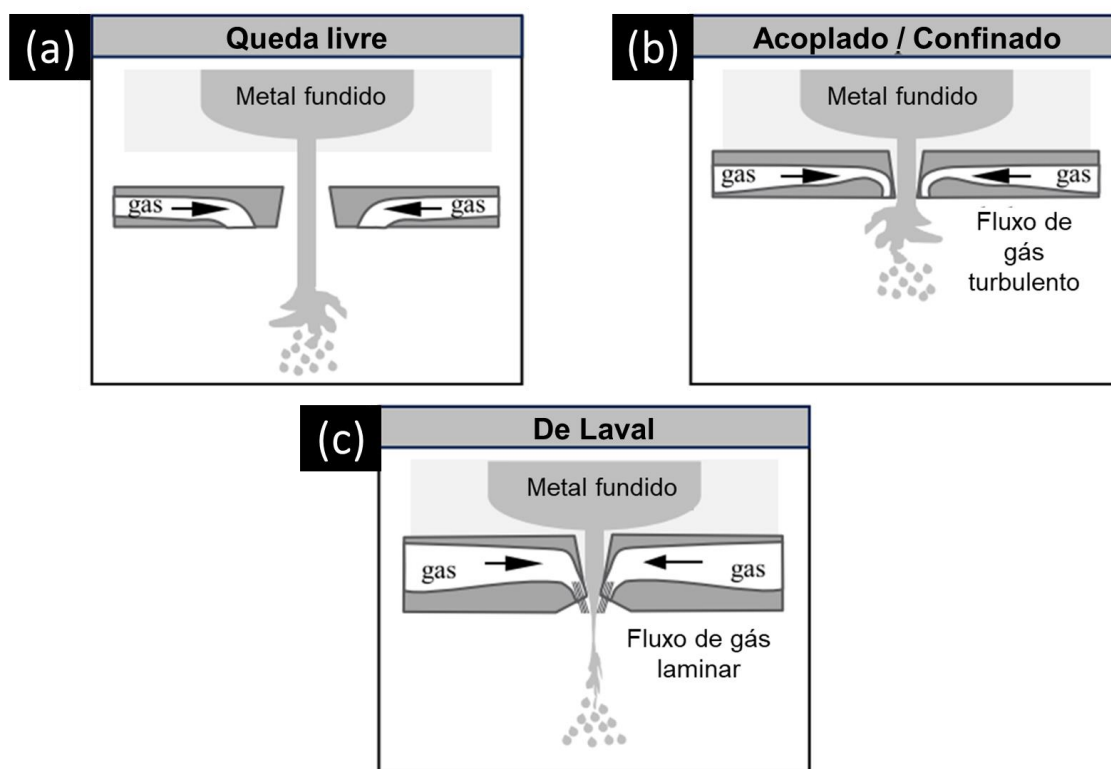


Figura 2.13 – Designs de conjuntos de bocais em atomização a gás: (a) queda livre; (b) acoplado/confinado; (c) De Laval. Adaptado de [24].

Uma vez obtidos os pós metálicos através de atomização a gás, eles são caracterizados a partir de diferentes técnicas, que serão vistas no próximo tópico.

2.2.1.1.3 Características do pó

(a) Distribuição granulométrica

Pós atomizados, normalmente, seguem uma distribuição lognormal [38]. Logo, os dados de distribuição de tamanhos de partícula formam retas quando plotados cumulativamente em escala logarítmica, ou seja, gráficos com tamanho de partícula (μm) *versus* distribuição de partículas (%). Sendo assim, é possível a identificação de dois parâmetros: diâmetro médio da massa (d_{50}) e desvio padrão geométrico (σ_g), ambos definem toda distribuição de tamanho de partículas [38].

O desvio padrão geométrico representa a inclinação da curva, sendo então uma medida da largura da distribuição ou da distribuição do tamanho das partículas sobre o valor mediano e pode ser calculado como a razão dos diâmetros de tamanho de partícula obtidos em 84,1% e 50,0% do gráfico de peso acumulado [38]. Em caso de $\sigma_g = 1$, as partículas terão todas o mesmo tamanho [38].

A Figura 2.14 foi determinada durante o estudo dos efeitos de solidificação rápida na liga hipereutética Al-27Si (%p.) durante atomização a gás. Nela estão presentes as curvas de distribuição de tamanho (azul claro com círculos vazios) e de distribuição de tamanho cumulativa (azul escuro com quadrados preenchidos) e, assim, $d_{50} \approx 45 \mu\text{m}$ e $\sigma_g \approx 0,63$ foram identificados [75].

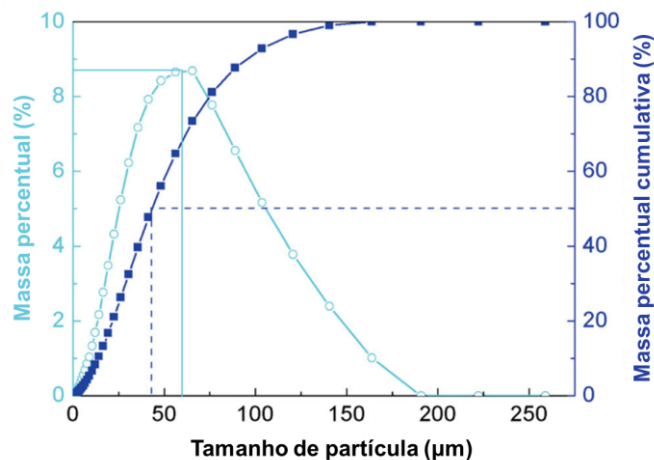


Figura 2.14 – Curvas de distribuição de tamanho para pós da liga Al-27Si (%p.) atomizados a gás. Adaptado de [75].

Para obter a distribuição granulométrica de determinada atomização, diferentes técnicas podem ser utilizadas [76]. Quando a medição dos tamanhos de partículas é iniciada, deve-se levar em consideração que, as medidas dependerão do método utilizado (por exemplo, peneiramento, microscopia/análise de imagens ou espalhamento de LASER), assim como do formato da partícula, por exemplo, caso a partícula tenha morfologia esférica, a descrição é facilitada, uma vez que a obtenção do diâmetro é direta [76]. No entanto, se a partícula possuir um perfil irregular, algumas simplificações são utilizadas: (i) ignorar a morfologia da partícula, como é feito no peneiramento, que utiliza apenas massas acumuladas para obtenção dos tamanhos; (ii) uso de diâmetro equivalente baseando-se em algum outro aspecto físico da partícula (volume, área superficial ou área projetada); (iii) no espalhamento de LASER, assume-se que todas as partículas são esféricas e calcula-se o diâmetro equivalente [76]. Portanto, a determinação do tamanho de partícula pode ser considerada como um assunto subjetivo e, conseqüentemente, muitos métodos estão disponíveis. Alguns deles são [76]:

- Peneiramento [76]: é um dos métodos mais utilizados, devido à sua simplicidade e baixo custo, porém a formação de aglomerados pode tornar esta prática imprecisa, além da grande quantidade de tempo necessário para realizá-la. Na prática, uma pilha de peneiras com malhas que diminuem no sentido do topo a base é colocada em um equipamento vibracional. Assim, as partículas são retidas nas peneiras a partir do momento em que se tornarem maior do que a abertura da malha. Finalmente, para extração dos dados de distribuição granulométrica, cada quantia de pó presente nas malhas é pesada e, então, reportada de acordo com a faixa correspondente. Os detalhes deste método são descritos na norma ASTM B214-16 [77];
- Microscopia/análise de imagens [76]: imagens são obtidas através de microscópios e, então, são processadas para cálculo do diâmetro equivalente a partir das projeções de áreas. Embora tais aproximações bidimensionais não tenham uma eficácia tão alta e o

tempo consumido seja alto, este método é bastante utilizado no contexto de MA. Porém, softwares que automatizam tais análises já são comercializados, possibilitando o procedimento em menor espaço de tempo.

- Espalhamento de LASER [76]: ocorre através de instrumentos que analisam o padrão de espalhamento do LASER quando este passa através de um meio com as partículas dispersas e, conseqüentemente, se obtém a distribuição granulométrica da amostra. Embora este método seja capaz de medir uma quantidade elevada de partículas, o que é estatisticamente favorável, além de necessitar de um curto período de tempo, ele assume que todas as partículas são perfeitamente esféricas e, portanto, gera desvios nos resultados obtidos.

Além dos diferentes métodos para caracterizar a distribuição granulométrica, o modo como os dados são apresentados também pode variar, o que permite diferentes interpretações do conjunto de partículas presente [76]. Entre estes modos tem-se, a base mássica, a qual é mais utilizada no peneiramento, ou seja, as faixas granulométricas serão relacionadas com a massa que possuem, como demonstrado na Figura 2.14 [75, 76]. Por outro lado, existe a base volumétrica, ou seja, as faixas granulométricas são relacionadas com o volume ocupado por elas na amostra total e, esta base é aplicada nas técnicas de microscopia/análise de imagens e espalhamento de LASER [76]. Por fim, pode-se citar a base numérica, a qual indica a quantidade de partículas presentes em cada faixa, e esta também é mais aplicada em microscopia/análise de imagens e espalhamento de LASER [76].

Aliado a prática, diferentes estudos foram realizados para determinação de modelos e equações para prever a distribuição de tamanho de partículas obtida após processos de atomização. Um deles foi o de Wigg [78], no qual obteve-se uma correlação para ceras de várias viscosidades ao longo de uma faixa de razão de fluxo de massa utilizando água como meio atomizador, porém a equação obtida não foi satisfatória. Este estudo foi baseado no de Clare et al.

[79], cujos testes variaram em uma ampla taxa de fluxo de massa em relação ao meio atomizador (ar), além de utilizar líquidos com diferentes viscosidades.

Em meio a várias pesquisas presentes na literatura, Lubanska [60] comparou estudos que analisaram características de metais líquidos, atomização a gás e *designs* distintos dos equipamentos e, com isso propôs uma modificação na equação proposta por Wigg [78]. Por fim, derivou uma equação empírica para o tamanho médio de partícula através de experimentos com atomizador a gás do tipo queda-livre, o qual processava ferro utilizando nitrogênio como gás atomizador [60]. Esta equação ficou conhecida como “Equação de Lubanska”, a qual foi exposta anteriormente (Equação 2.3) e é uma das mais utilizadas nos dias de hoje no contexto de atomização a gás [59, 60].

Lubanska coloca que a constante K presente na equação é determinada para cada condição particular de jatos de ar e corrente de metal líquido, e no caso dos experimentos realizados durante seu estudo, os valores encontrados estavam entre 40 e 50 [60]. Além disso, o pesquisador propôs que a constante K influencia na morfologia e tamanho das partículas produzidas [60]. Além desta constante, estão presentes na Equação de Lubanska: número de Weber, características do material processado e G/M, a qual é um importante parâmetro para os processos de atomização a gás [71].

Uma vez que a pressão de atomização influencia tanto na taxa mássica de vazão de gás como também na taxa mássica do fluxo de metal (como visto através da pressão de aspiração), é complicado assumir uma relação direta entre pressão imposta e tamanho de partículas [71]. No entanto, G/M é considerada uma boa expressão para tal comparação, de modo que uma variação em G/M afetará diretamente o tamanho e distribuição das partículas obtidas [71]. A Figura 2.15 indica a influência do parâmetro G/M. Ainda na Figura 2.15, é possível observar que a partir de um determinado valor de G/M não é mais possível diminuir o tamanho de partícula, ou seja, outras modificações (além de aumento da pressão e/ou diminuição do fluxo de metal) devem ser realizadas, caso o objetivo seja diminuir ainda mais o tamanho dos pós obtidos [71].

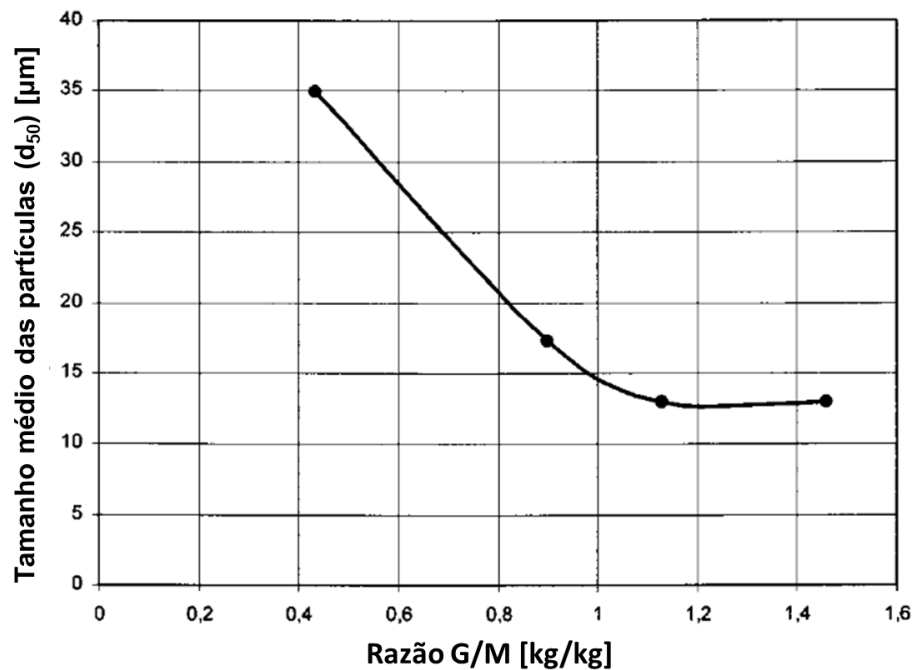


Figura 2.15 – Variação do tamanho médio de partícula de acordo com G/M imposta no processo de atomização a gás de estanho puro. Adaptado de [71].

(b) *Morfologia e rugosidade*

A morfologia do pó é caracterizada pela dimensionalidade e sua superfície de contorno [36]. A Figura 2.16 demonstra os diferentes formatos existentes em conjunto com os métodos que os produzem; no caso da atomização, existe a possibilidade de formação de pós com morfologias esférica tridimensional, irregular ou arredondada [36].

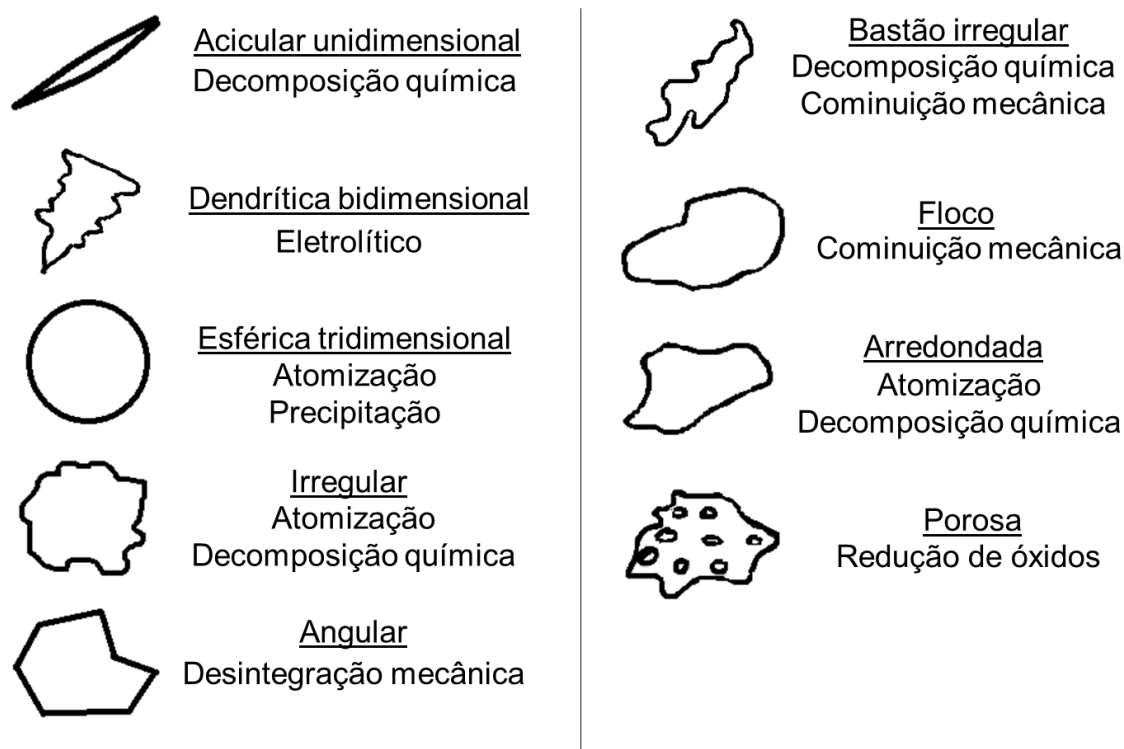


Figura 2.16 - Morfologia de pós metálicos e os respectivos métodos de produção. Adaptado de [36].

Strondl et al. [28] estudaram o efeito do formato das partículas na fluidez do pó em processos de manufatura aditiva. Eles identificaram que partículas mais esféricas geravam menos atritos internos e, conseqüentemente, alcançavam camadas depositadas mais densas [28]. A Figura 2.17 compara imagens realizadas via MEV de partículas resultantes de diferentes métodos de produção, mostrando a morfologia mais esférica das partículas atomizadas, principalmente, a à plasma [80].

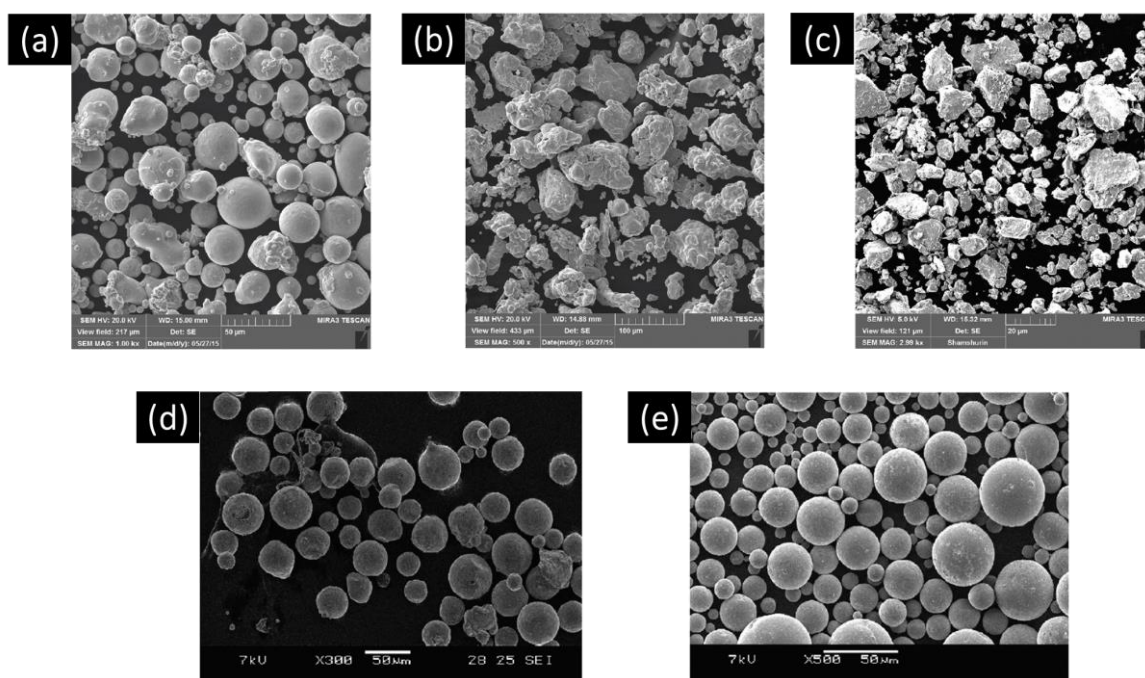


Figura 2.17 - Imagens de MEV de pós produzidos por diferentes métodos: (a) atomização a gás (In718); (b) redução química (Fe); (c) métodos mecânicos (Fe–18Cr–8Ni–12Mn–N); (d) atomização a gás (Ti-6Al-4V); (e) atomização a plasma (Ti-6Al-4V). Adaptado de [80].

Em relação às superfícies das partículas produzidas por atomização, elas têm um perfil mais liso e arredondado, em vez da presença de pontas e irregularidades [28, 36, 63, 76]. Além disso, uma análise através de MEV pode ser feita para exame da topografia do pó, incluindo identificação de contaminantes e aglomeração de partículas [75]. Esta técnica foi utilizada por Cai et al. [75] durante a análise de pós metálicos de Al-27Si (%p.) atomizados a gás (Figura 2.18).

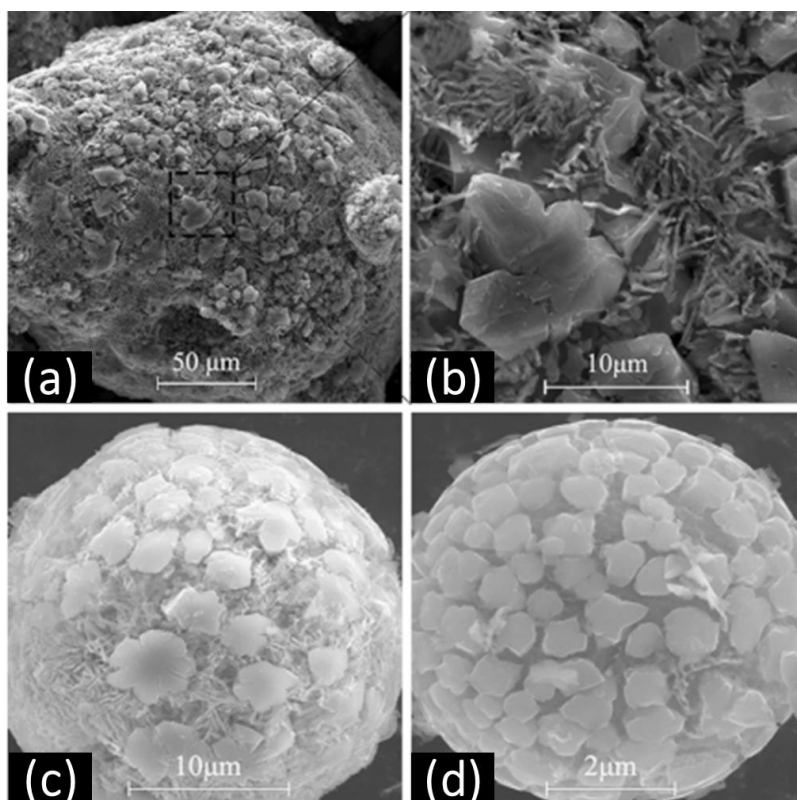


Figura 2.18 - Microestruturas superficiais de pós metálicos Al-27Si (%p.) atomizados a gás em diferentes tamanhos: (a,b) 200 μm ; (c) 20 μm ; (d) 5 μm [75].

Embora exista a tendência para obtenção de partículas esféricas na atomização a gás, a morfologia das partículas é determinada pela relação entre tempo de esferoidização e tempo de solidificação das gotículas [70]. Logo, se o tempo de esferoidização for menor do que o de solidificação, as partículas ficam em formato totalmente esférico antes da solidificação e, então, pós com formatos regulares e superfície lisa são produzidos [70]. No entanto, caso o tempo de solidificação seja menor do que o de esferoidização, as partículas serão completamente solidificadas antes de se tornarem esféricas e, conseqüentemente, os pós terão formatos irregulares [70]. Além disso, partículas menores podem se unir a maiores durante o voo, formando as “partículas satélites”, as quais prejudicam a morfologia esférica dos pós [70].

(c) *Densidade aparente, batida e esquelética*

A densidade aparente do pó refere-se a razão massa/volume, ou seja, a massa obtida em determinado volume, geralmente, expressa em g/cm^3 . Para medir este valor, pode ser utilizado o funil de Hall (ASTM B855-17 [81]) ou Carney (ASTM B417-18 [82]) em conjunto com um recipiente de volume conhecido, o qual não deve sofrer nenhuma interferência externa para que as partículas não se acomodem, ou seja, que a disposição delas permaneça a mesma desde o início do procedimento de medição [49, 76]. Por outro lado, na obtenção da densidade batida (ASTM B527-20 [83]), o recipiente é vibrado e, conseqüentemente, as partículas se acomodam entre si, e a densidade aumenta [49, 76]. A densidade batida é uma função da distribuição do tamanho de partícula, formato de partícula e rugosidade superficial; ela é sempre maior do que a densidade aparente [49]. Este aumento depende da extensão das forças de atrito originais entre as partículas, ou seja, quanto maior a fricção no pó original (tamanhos pequenos, formas irregulares e superfície rugosa), maior será o aumento na densidade batida, por exemplo, cobre em pó com formato esférico tem aumento de 18%, enquanto que pó de cobre com formato irregular tem aumento de 35% [36].

Para a medição da densidade esquelética, a técnica de picnometria é utilizada, a qual se baseia em um princípio de equalização de pressões entre diferentes câmaras e, conseqüentemente, o volume da amostra é obtido, permitindo o cálculo da densidade esquelética, uma vez que a massa imposta no procedimento é conhecida [84]. Embora outros gases possam ser utilizados, o hélio é preferencialmente imposto devido a seu comportamento próximo de um gás ideal, seu pequeno tamanho atômico e sua tendência desprezível para adsorção em temperaturas normais [84]. Um picnômetro convencional é equipado com duas câmaras de volume conhecido, sistema de monitoramento de pressões e sistema de controle de gás em altas pressões [84]. A partir disso, o procedimento é realizado e, por fim, o volume desconhecido da amostra é obtido [84]. Todas as etapas da técnica de picnometria por gás hélio devem estar de acordo com a norma ASTM B923-22 [85].

(d) *Fluidez*

A fluidez é definida como a capacidade das partículas de se movimentarem através da gravidade, sem a necessidade de outras forças externas, por exemplo, aquelas impostas através de gases [86]. Esta propriedade é de grande importância para os processos de L-PBF, uma vez que o pó deve ser facilmente espalhado através dos componentes da máquina, além de alcançarem uma densidade de empacotamento suficientemente alta, evitando a formação de defeitos nas camadas [86]. Portanto, pós com morfologias esféricas são recomendados, pois aumentam a fluidez e permitem um espalhamento uniforme da matéria-prima [24].

Os funis de Hall e Carney, além de serem utilizados na medição de densidade aparente, também têm uso na medição da fluidez das partículas, de acordo com as normas ASTM B213-20 [87] e ASTM B964-16 [88], respectivamente. Ambas as técnicas são semelhantes, o que muda entre elas são apenas as dimensões dos funis. Dessa maneira, a fluidez é caracterizada a partir da medida do tempo necessário para que 50 gramas de material escoem pelo funil [76]. O tempo de fluidez é, então, expresso em termos de massa por unidade de tempo, possibilitando a comparação entre diferentes amostras [76]. A literatura expõe outras técnicas de caracterização da fluidez, como ângulo de resposta e métodos utilizando células de cisalhamento, porém eles não serão detalhados nesta pesquisa [76, 86].

(e) *Microestrutura*

A atomização a gás é um processo de solidificação rápida (taxa de solidificação $\approx 10^3$ - 10^6 K/s) e, conseqüentemente, um aumento no limite de solubilidade das ligas pode ser observado, além de fases não previstas pelos diagramas de fases, microestrutura refinada e pouca segregação, ou seja, este processo é capaz de causar alterações microestruturais [33, 35, 89].

Baseando-se nestes aspectos, Bereta et al. [89] realizaram uma caracterização microestrutural de pós Al-10%Si-4%Fe (%p.) atomizados a gás. A Figura 2.19 ilustra a seção transversal de uma partícula de pó, evidenciando as fases formadas, as quais obtiveram microestruturas diferentes daquelas

previstas pelos diagramas de equilíbrio, ou seja, as condições cinéticas prevaleceram sobre as termodinâmicas [89]. Ao final do estudo, os pesquisadores concluíram que o processo de atomização a gás pode levar a solidificação para diferentes caminhos, devido às suas altas taxas de resfriamento e, assim, suprimir ou alterar a formação de fases intermetálicas indesejáveis [89].

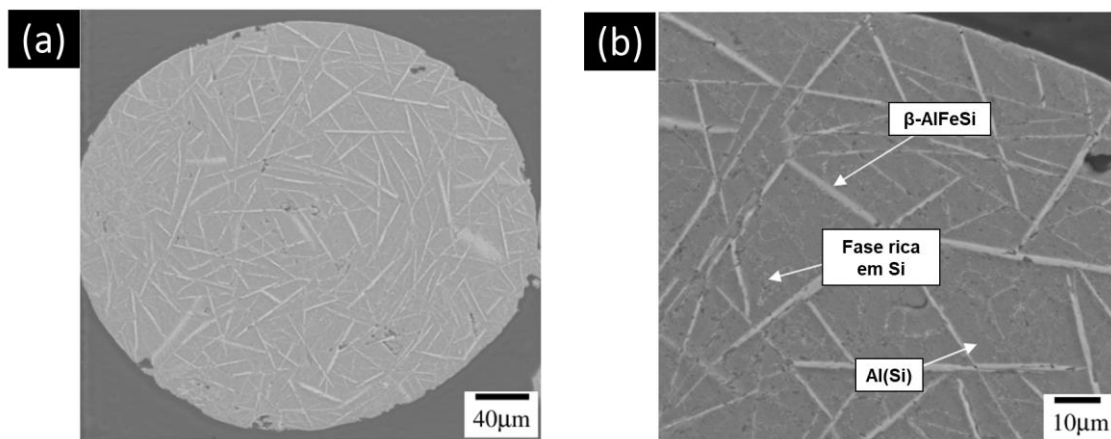


Figura 2.19 - Microestrutura de pós metálicos da liga Al-10%Si-4%Fe (%p.) atomizados a gás: imagens de MEV mostrando (a) fase com morfologia de agulha e (b) fases formadas. Adaptado de [89].

Ainda no contexto de caracterização microestrutural, Zheng et al. [34, 48] analisaram partículas da liga de alumínio AA2024 com MEV e identificaram uma estrutura dendrítica refinada, a qual é típica de solidificação rápida. Através das imagens, os espaçamentos dendríticos (E_D) de diferentes tamanhos de pós foram medidos e obteve-se a taxa de solidificação através da equação empírica: $E_D = 50 * \dot{T}^{0,333}$ [34, 48]. As Figuras 2.20a e 2.20b ilustram o espaçamento dendrítico e a taxa de resfriamento em função do diâmetro das partículas, respectivamente. Quando $d_{50} < 25 \mu\text{m}$, ocorrem taxas de resfriamento de até 10^5 K/s [34, 48].

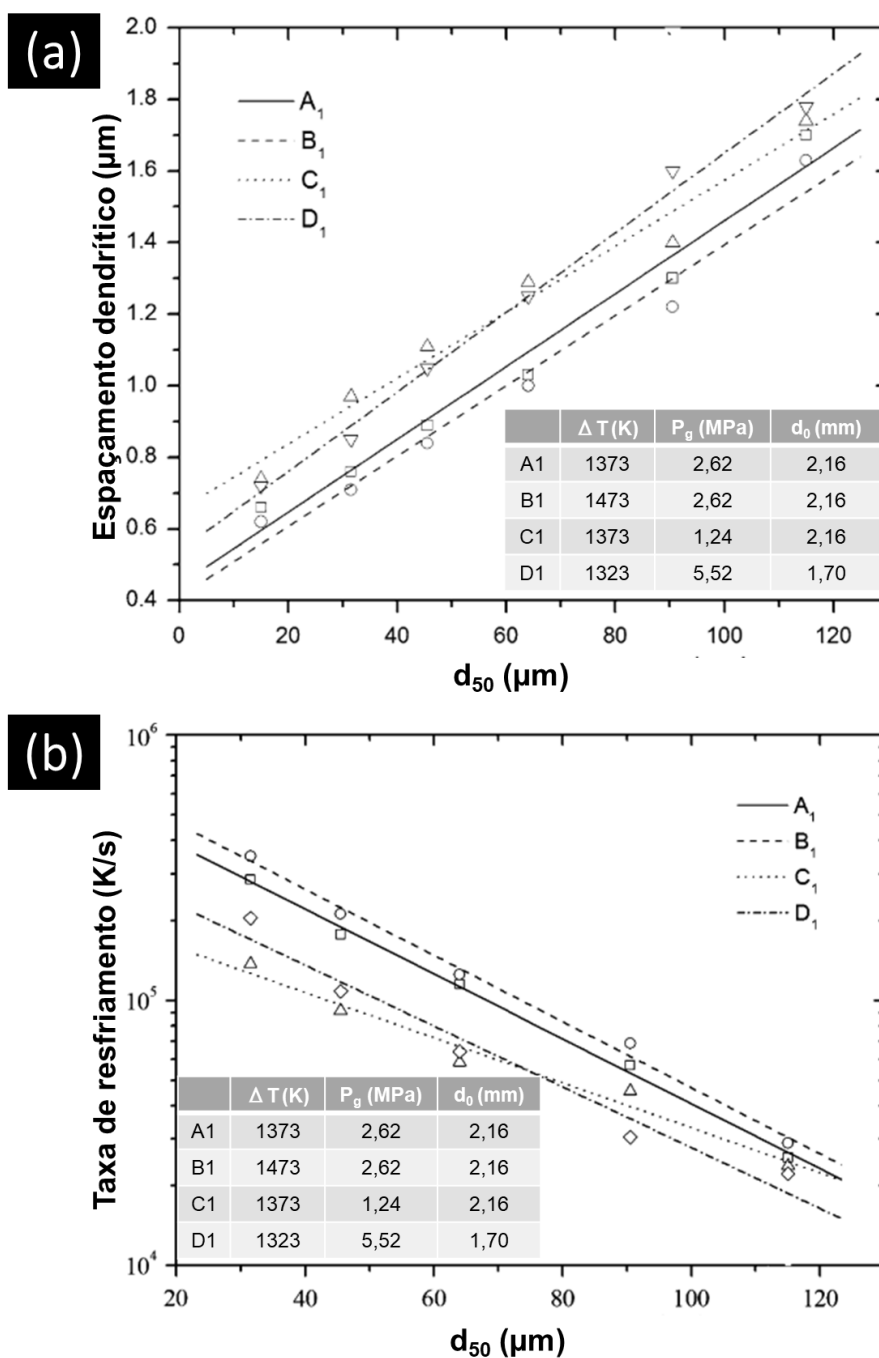


Figura 2.20 - Gráficos que comparam o diâmetro médio de partícula com: (a) espaçamento dendrítico; (b) taxa de resfriamento (onde a tabela em anexo mostra as condições de cada experimento: ΔT : superaquecimento; P_g : pressão de atomização; d_0 : diâmetro do bocal). Adaptado de [34].

2.2.1.1.4 Defeitos gerados em pós atomizados a gás

Como demonstrado anteriormente, a atomização a gás envolve diferentes parâmetros de processo, assim como uma grande gama de características que

os pós produzidos podem apresentar. No entanto, caso os parâmetros não sejam ajustados corretamente, defeitos podem ser identificados nas partículas analisadas através das técnicas de caracterização.

Em relação a estes defeitos, inclui-se a porosidade interna nas partículas, que podem alcançar dimensões de $> 10\text{--}90\%$ do diâmetro da partícula, quando o gás é encapsulado no pó [90]. Geralmente, as porosidades maiores ocorrem em partículas com diâmetros superiores a $70\ \mu\text{m}$ [90]. Por outro lado, os poros menores ($\ll 5\%$ do diâmetro da partícula) ocorrem devido a efeitos metalúrgicos de solidificação, não refletindo em grandes problemas [90].

O problema relacionado a prisão de gases no interior das partículas metálicas, que está ligado com os mecanismos de formação das gotículas, foi descrito por Anderson et al. [90]. Sabe-se que nos processos de atomização a gás, o fluxo de líquido é interrompido por mecanismos distintos, de acordo com a energia cinética entre o gás atomizador e o metal fundido e, posterior, resfriamento e solidificação das gotículas [90].

Quando um dos mecanismos mais energéticos atua, conhecido como “*bag break-up*” (Figura 2.21), estimulado em altas velocidades do gás, um fragmento fundido fica com morfologia semelhante a um recipiente e, então, se espalha em uma direção normal ao fluxo de gás [90]. Dessa maneira, o recipiente desprende gotículas pequenas de sua periferia, permitindo a formação de pequenas partículas (variação i) [90]. Por outro lado, se a viscosidade aumentar o suficiente, o recipiente colapsa sobre si mesmo para formar uma grande gota (esfera oca), a qual terá um bolsão de gás preso internamente (variação ii). Logo, para evitar a formação de gotas ocas, deve-se reduzir a energia cinética do processo de quebra, para evitar o mecanismo “*bag break-up*” [90].

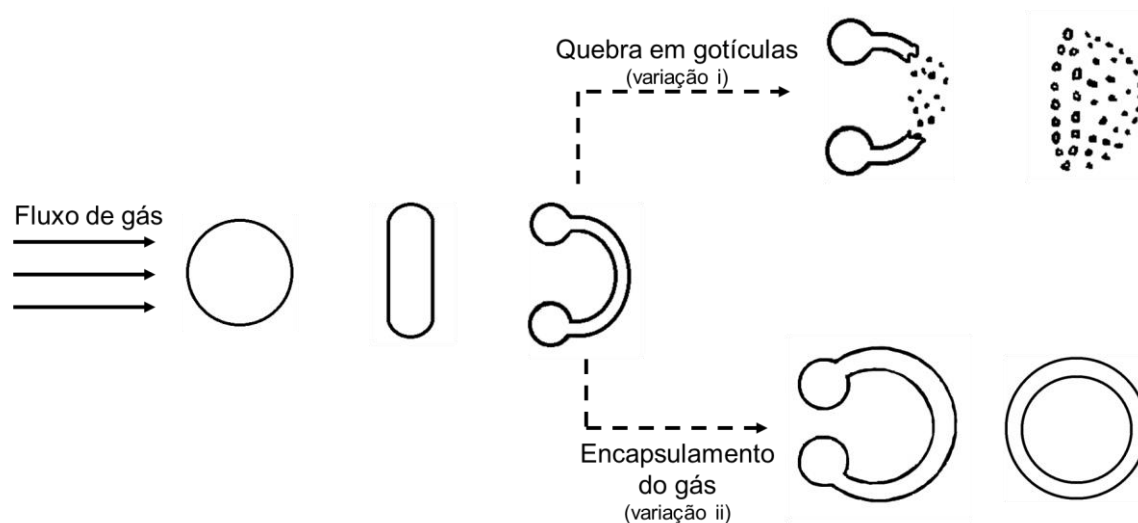


Figura 2.21 - Esquema demonstrando as duas opções a serem seguidas pelo mecanismo “*bag break-up*”: caminho i: durante a solidificação, o “recipiente” pode quebrar; ou caminho ii: com aumento da viscosidade, o “recipiente” de metal líquido fecha e aprisiona o gás. Adaptado de [90].

Na MA, estes vazios podem influenciar no limite de resistência à fadiga e tenacidade à fratura das peças produzidas [90]. Logo, são, provavelmente, o tipo mais importante de defeito que deve ser evitado para aprovação dos componentes produzidos via MA [90].

Outra anomalia que geralmente está presente nas partículas são os satélites (ou partículas satélite), as quais prejudicam a fluidez e empacotamento das camadas de pó no processo de MA [24]. Na Figura 2.22, partículas satélites são destacadas com os círculos pontilhados em amarelo.

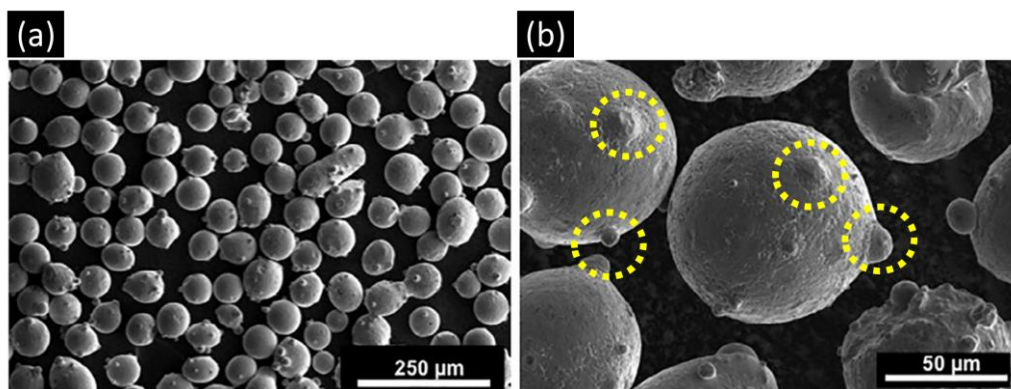


Figura 2.22 - Imagens de MEV de pós atomizados a gás da superliga MAR-M-247: (a) menor magnificação; (b) maior magnificação (em amarelo estão indicados alguns satélites). Adaptado de [90].

Uma das explicações para a ocorrência deste problema foi dada por Reich [91]. O pesquisador atribuiu a formação do satélite como um “encontro inevitável” de pós finos com pós mais grossos durante o voo a partir do *spray* [91]. Propôs que as partículas menores resfriam e solidificam antes das gotas maiores, devido à disposição delas no *spray* e, conseqüentemente, as mais finas aceleram em altas velocidades e, eventualmente, colidem nas gotículas ainda fundidas [91].

Outra explicação considera que os *designs* de câmara de atomização típicos de produção industrial de pós metálicos são os responsáveis pela formação das partículas satélites, de modo que “nuvens” de pós finos solidificados são arrastadas para o exterior do cone do *spray* e, conseqüentemente, se soldam nas partículas maiores [92].

Uma sugestão para contornar a questão das partículas satélites foi proposta por Achelis et al. [93], os quais colocam que para evitar a formação de partículas satélites, seria necessária uma recirculação do gás dentro da câmara, pois na ausência dela, muitas partículas sólidas ficam sobrevoando a câmara de atomização antes de sair dela e, conseqüentemente, existe a possibilidade de retornarem ao cone do *spray* e se aderirem em partículas ainda fundidas.

Além desses problemas expostos, a oxidação das partículas produzidas também merece atenção, pois a oxidação superficial influencia no comportamento do pó e é prejudicial [36]. No que diz respeito à aplicação de pó metálico oxidado em processos de MA, ele causará efeitos indesejáveis, uma vez que as camadas de óxido não apenas influenciam no comportamento do fluxo do pó, mas também impactam na poça de fusão e, conseqüentemente, alteram a composição do material e as propriedades mecânicas da peça [6].

O risco da oxidação é reduzido através do uso de gases inertes (tal como, argônio e nitrogênio), principalmente na atomização de materiais reativos como titânio e alumínio; no entanto, mesmo os menos reativos são processados dessa maneira [6]. Porém, é válido ressaltar que a microestrutura do pó obtido pode ser afetada pelo gás escolhido, uma vez que cada um possui diferentes propriedades, como mencionado anteriormente [6].

2.2.1.1.5 Atomização a gás de alumínio

A atomização a gás de alumínio segue as etapas já detalhadas, ou seja, o metal fundido é preparado em um forno e, então, transferido à câmara de atomização quando alcança uma temperatura de 75°C a 150°C acima de seu ponto de fusão, o que evita o congelamento de metal, ou seja, não ocorre solidificação de material no capilar/bocal de transferência para a câmara de atomização. Dessa forma, uma corrente de metal fundido alcança a câmara de atomização, tão logo jatos de gases pressurizados atingem o material e, conseqüentemente, formam-se as gotículas que posteriormente se solidificarão nas partículas de pó.

Uma vez que a reatividade do alumínio é alta, o pó é levado para um processo de passivação, ou seja, as partículas serão expostas à um ambiente controlado de oxigênio e terão suas superfícies oxidadas, para diminuir as chances de explosão em processos pós-atomização, ou seja, aumentando a estabilidade química do material [94, 95]. Em outras palavras, uma camada nanométrica de óxido (no caso de AlSi10Mg, $\approx 5\text{nm}$) se forma na superfície do alumínio, no momento em que o pó é exposto ao oxigênio e, conseqüentemente, irá aumentar a estabilidade do material, evitando reações com o ambiente [27].

Existem diferentes estudos na literatura sobre atomização a gás do alumínio, devido à importância deste material e deste método, como já foi dito [34, 48, 66, 96–98]. Gao et al. [66] estudaram a influência dos parâmetros na atomização a gás de uma liga AlSi10Mg através de um *nozzle* duplo de jatos de gás. Os resultados demonstraram que o diâmetro médio de todas as atomizações ficaram em torno de 25 a 33 μm ; enquanto que em um estudo de atomização a gás sem modificação no bocal, obteve-se diâmetros médios de partículas entre 33 a 38 μm [34]. No entanto, é preciso considerar que muitos fatores influenciam nestes valores. Além disso, Gao et al. [66] identificaram uma faixa de 70-85% de partículas que não continham satélites, mas apenas alguns pequenos aglomerados de duas a três partículas. Os pesquisadores também identificaram fatos bem consolidados na literatura [46, 52, 60]: (i) aumento do superaquecimento e/ou pressão de atomização, causa diminuição do tamanho

de partículas; (ii) aumento do diâmetro do bocal, causa aumento no tamanho de partículas.

Um estudo detalhado sobre atomização a gás de alumínio foi proposto por Zheng et al. [34, 48], o qual foi publicado em duas partes. O objetivo dos pesquisadores era realizar uma otimização dos parâmetros de processo a partir de simulações (parte i) e experimentos (parte ii) do comportamento térmico do material ao longo da atomização a gás de liga de alumínio. Para isso, analisaram o histórico térmico e as taxas de resfriamento das partículas durante o processo em diferentes combinações dos parâmetros: composição do gás, pressão do gás, temperatura de superaquecimento e razão gás/metalo. Ao final dos estudos, eles obtiveram resultados bem semelhantes aos que já foram expostos aqui, porém fazendo algumas considerações adicionais, por exemplo: propuseram que um aumento no superaquecimento do metal antes da atomização, realmente, resulta em uma diminuição do tamanho médio das partículas obtidas, no entanto, para temperaturas muito altas, reações químicas entre o metal e o gás podem ser desencadeadas. Em relação a pressão de atomização, o resultado foi o esperado, ou seja, quanto maior a pressão imposta, o diâmetro médio das partículas diminui até determinado valor, o qual se torna quase constante para valores muito elevados de pressão, assim como obtido por Ünal [52].

2.3 O pó metálico para manufatura aditiva

Há uma série de técnicas de consolidação dos pós metálicos, ou seja, eles podem ser laminados em folhas, extrudados em barras (quente ou frio), compactados isostaticamente (quente ou frio) ou compactação normal a quente [36]. Posteriormente surgiu a tecnologia de forjamento do pó, a qual se estabeleceu com viés de fabricação de peças de engenharia precisas que têm propriedades comparáveis com partes forjadas convencionalmente [36]. Além dessas técnicas, existe a MA, a qual é uma tecnologia moderna que vem chamando atenção nos últimos anos e pode ser utilizada como técnica de consolidação de pós metálicos [6].

A MA é uma tecnologia que pode produzir componentes camada a camada com base em padrões de varredura 2D (direções X e Y) que são definidos ao “fatiar” o projeto 3D de uma peça, realizado em *softwares* “*Computer Aided Design*” (CAD) [13]. Portanto, a MA está em contraste com as técnicas convencionais, uma vez que estas, geralmente, consistem na remoção de material, ou seja, partes indesejáveis são subtraídas de um bloco [22].

Esta tecnologia aplicada em materiais metálicos tem atraído a atenção de indústrias e pesquisadores pois oferece vantagens, como: reparo e customização de peças, capacidade de produzir peças com geometrias complexas, além de produtos com boas propriedades mecânicas, uma vez que altas taxas de resfriamento são impostas no processo (até $\approx 10^4$ K/s no processo L-PBF, uma das técnicas de MA mais utilizadas) e, conseqüentemente, gerando o refino de microestrutura, formação de fases metaestáveis e solução sólida supersaturada [6, 7, 11, 12, 99].

Frazier [10] elencou os principais metais utilizados no processo de MA: ligas de titânio, ligas de alumínio, aços (ferramentas e inoxidáveis), superligas e refratários. No entanto, destaca-se que a quantidade limitada de ligas comerciais possíveis de serem processadas por esta tecnologia é devido à necessidade do material apresentar boa capacidade de ser fundido e soldado [10, 11]. Assim sendo, pesquisas são realizadas para melhor entendimento do processo e, também, desenvolvimento de novos materiais [6–8, 13].

No processo de L-PBF, vários parâmetros estão presentes, por exemplo: densidade de energia, potência efetiva do LASER, velocidade de varredura do LASER, distância entre as trilhas (*hatching*) e espessura da camada depositada [100]. No entanto, não apenas parâmetros ligados diretamente com o processo devem ser levados em consideração, mas também relacionados às propriedades do material em si (refletividade, absortividade, condutividade térmica) e características da matéria-prima (tamanho e morfologia de partículas, evitar oxidação, controle da composição) [3, 101–104].

Como exposto anteriormente, o processo de atomização a gás é considerado um dos que mais produzem pós adequados para aplicação em L-PBF, ou seja, obedecendo aos requisitos citados (distribuição de tamanho de

partículas estreita com tamanhos menores do que 63 μm , morfologia esférica e lisa, controle de oxidação, composição química e umidade) [3, 6, 24–27]. Além disso, a atomização a gás envolve muitos parâmetros, conforme detalhado anteriormente, como: G/M, pressão de atomização, bocal de atomização e temperatura de vazamento [38, 52, 105]. Por isso, existe a importância de empregar a ferramenta estatística de planejamento de experimentos para otimizar os parâmetros e garantir um maior rendimento da produção de partículas adequadas para uso em MA/L-PBF, seguindo os requisitos detalhados anteriormente.

2.4 Ferramenta estatística: planejamento de experimentos

Os processos de manufatura podem ser cada vez mais compreendidos a partir de experimentos que objetivam alcançar um melhor conhecimento dos parâmetros de processo que ali atuam [106, 107]. Por exemplo, em indústrias, experimentos são conduzidos a partir de uma série de ensaios e, conseqüentemente, obtêm-se resultados quantificáveis, os quais possibilitam a identificação de ajustes necessários nos equipamentos, por exemplo [106]. Em suma, para uma melhoria contínua na qualidade dos processos e produtos é fundamental o entendimento do processo, ou seja, como as variáveis ali envolvidas irão influenciar no componente final [106]. Em um contexto de engenharia, experimentos são conduzidos com o intuito de explorar (entendimento dos dados do processo), estimar (determinação dos efeitos das variáveis) e confirmar (verificação dos resultados) [106].

Uma das práticas mais utilizadas é conhecida como “*one variable at a time*” (OVAT), ou seja, todas as variáveis são mantidas constantes e apenas uma é alterada e, assim, sua influência é determinada [106]. No entanto, esta técnica depende de muitos recursos, esforços, sorte, experiência e, até mesmo, intuição [106].

Logo, percebe-se a importância do uso de métodos estatísticos que possuem grande importância em planejar, conduzir, analisar e interpretar dados de tais experimentos [106]. Quando muitas variáveis atuam em um processo/produto, a melhor estratégia é projetar os experimentos de modo a

serem validados, realizáveis e conclusivos, através de eficiência prática e econômica [106]. Em suma, pode-se dizer que a validade das conclusões retiradas de um experimento depende em grande extensão da maneira de como o estudo foi conduzido [107].

Portanto, o objetivo de um planejamento estatístico de experimentos é entender o conjunto de variáveis em um processo que mais afeta o seu desempenho (experimento exploratório) e, em seguida, determinar os melhores níveis para essas variáveis e, conseqüentemente, obter desempenho satisfatório dos produtos, tal como reduzir quantidade de defeitos e aumentar o rendimento de produção [106, 107].

Muitas aplicações satisfatórias do planejamento de experimentos já foram exploradas e vantagens do uso dessa ferramenta foram identificadas, como: aumento da eficiência e estabilidade do processo, aumento da capacidade de produção, aumento do entendimento das relações entre parâmetros de processo e produto [106].

A seguir, será detalhada uma metodologia prática do planejamento de experimentos, a qual é dividida em quatro partes:

- Planejar [106]: (i) reconhecimento e formulação do problema; (ii) determinação da resposta/característica de qualidade; (iii) identificação das variáveis de processo; (iv) classificação das variáveis de processo (controláveis ou fixas); (v) determinação dos níveis das variáveis de processo; (vi) interações entre as variáveis;
- Projetar [106]: seleção da maneira mais apropriada para realização dos experimentos. Por exemplo, a metodologia clássica do planejamento de experimentos, na qual pode-se utilizar: fatorial completo, fatorial fracionário ou triagem. Nesta fase, também é determinado o tamanho do experimento, ou seja, quantos fatores e/ou interações existem, quantos níveis serão considerados, orçamento e recursos necessários. No caso de utilizar fatorial completo, a quantidade de experimentos é dada por N^F , ou seja, quantidade de níveis elevada a quantidade de fatores a serem considerados;

- Conduzir [106]: os experimentos anteriormente planejados são realizados nesta etapa, de maneira aleatória;
- Analisar [106, 107]: nesta etapa, os resultados obtidos nos experimentos são analisados e interpretados através de técnicas matemáticas e gráficas, que correlacionam as variáveis do processo em conjunto com as respostas obtidas.

Uma atenção maior será dada a etapa de “Analisar” os resultados provenientes do planejamento de experimentos, uma vez que é neste momento que a influência dos parâmetros é determinada, o que está englobado nos objetivos desta pesquisa.

Uma das principais ferramentas utilizadas para análise de planejamento de experimentos é a “análise de variância” (do inglês, *analysis of variance*, ANOVA) [108]. Esta ferramenta avalia a importância de um ou mais fatores, comparando as médias de variáveis de resposta nos diferentes níveis de fatores [108]. Duas hipóteses devem ser levadas em consideração: (i) hipótese nula, a qual afirma que todas as médias de população são iguais (H_0); (ii) hipótese alternativa, a qual afirma que pelo menos uma das médias de população é diferente das demais (H_1) [108]. Além disso, para efetuar uma ANOVA, o experimento deve apresentar uma variável resposta contínua e pelo menos um fator categórico com dois ou mais níveis [108].

Antes de expor um exemplo, é necessário a definição de alguns termos importantes para a ANOVA:

- Nível de significância (α) [109]: probabilidade de rejeitar H_0 , quando H_0 é verdadeira;
- Valor-p [109]: medida da força de evidência em seus dados contra H_0 . Quanto menor o valor de p, a evidência da amostra é mais forte para que H_0 seja rejeitado. Quando $p < \alpha$, rejeita-se H_0 , ou seja, para qualquer valor de $p > \alpha$, não deve rejeitar H_0 , porém para qualquer $p < \alpha$, deve-se rejeitar H_0 ;
- Estatística t [110]: teste de hipótese da média de uma ou duas populações distribuídas normalmente.

Agora, para exemplificar, supõe-se a situação: busca-se avaliar a durabilidade de quatro matérias-primas destinadas a confecção de tapetes (fator: tipo de tapete; resposta: durabilidade) [108]. Logo, coloca-se uma amostra de cada material em 10 diferentes casas e, após 60 dias, elas são avaliadas [108]. Por fim, se o valor p associado à estatística t for menor que nível de significância α , conclui-se que pelo menos uma média de durabilidade é diferente entre as outras [108].

Em suma, pode-se dizer que o procedimento de ANOVA funciona através da comparação da variância entre as médias de grupos versus a variância dentro dos grupos como uma maneira de determinar se os grupos são todos parte de uma população maior ou populações distintas com características diferentes [108].

Existem outras ferramentas de análise do planejamento de experimentos, algumas delas serão detalhadas a seguir.

A análise dos efeitos principais também pode ser realizada a partir de gráficos que compreendem cada nível do parâmetro de processo em conjunto com a resposta obtida [106]. A partir disso pode-se determinar: (i) como a resposta varia de acordo com alterações daquele parâmetro; (ii) a magnitude de variação, ou seja, a influência do fator [106]. A Figura 2.23 ilustra um exemplo, de modo que, quanto maior a temperatura exposta, maior foi a resistência a tração da amostra ensaiada [106].

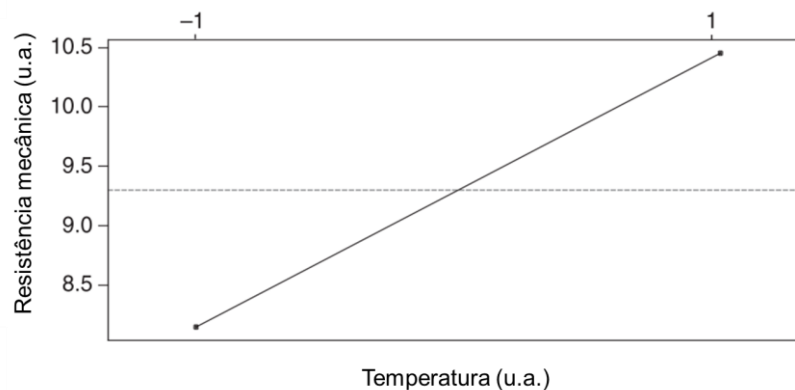


Figura 2.23 – Efeitos principais da temperatura na resistência mecânica (u.a. representa “unidades arbitrárias”). Adaptado de [106].

Por fim, pode-se dizer que o efeito de um fator pode ser obtido através da Equação 2.15, isto é, quanto maior a diferença entre $\overline{F}_{(+1)}$ e $\overline{F}_{(-1)}$, maior a influência do parâmetro [106].

$$E_f = \overline{F}_{(+1)} - \overline{F}_{(-1)} \quad (2.15)$$

Porém, em alguns experimentos, a diferença na resposta entre níveis de um mesmo fator pode não se comportar da mesma maneira, ou seja, há uma interação entre fatores [107]. O efeito de interação pode ser ilustrado graficamente e, apenas a partir de experimentos fatoriais é que podem ser identificados [107].

Outras ferramentas também podem determinar se dois parâmetros de processo estão interagindo, uma delas chama-se “gráfico de interação” [106]. No caso, se as linhas do gráfico de interação forem paralelas, não haverá interação entre os fatores [106]. Consequentemente, a mudança na resposta média de baixo para alto nível (ou inverso) não depende do nível do outro fator [106]. No entanto, se as retas não forem paralelas existe uma interação entre os fatores e, além disso, quanto maior o grau de afastamento de ser paralelo, mais forte o efeito de interação [106]. A Figura 2.24 ilustra um exemplo de gráfico de interação a partir de dados de densidade de fluxo e velocidade do componente transportador [106]. A partir do gráfico (Figura 2.24) percebe-se uma interação entre estes dois fatores, uma vez que as retas não são paralelas entre si [106].

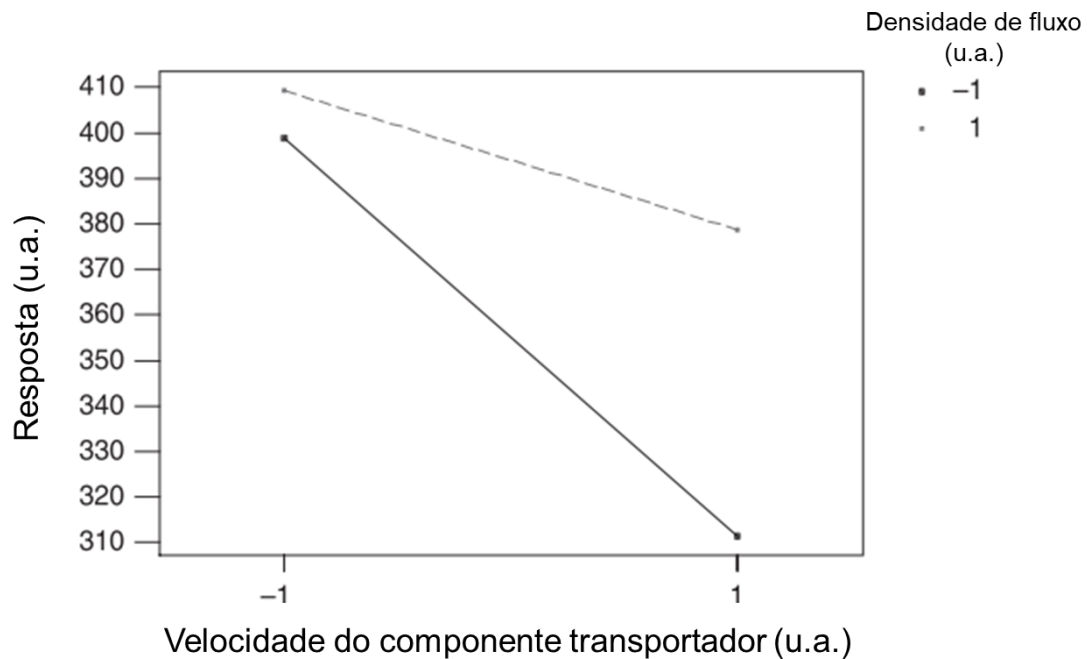


Figura 2.24 - Gráfico de interação entre densidade de fluxo e velocidade do componente transportador. Adaptado de [106].

Outra importante ferramenta para análise de interações entre parâmetros de processo é conhecida como “gráfico de Pareto”, o qual permite identificar qual o fator e efeitos de interação mais importantes para o processo [106]. O gráfico exibe valores e uma linha referênci, a qual indica se os efeitos são estatisticamente significantes [106]. Esta linha é traçada a partir do nível de significância imposto na análise [106]. Assim, qualquer efeito que ultrapasse esta linha de referênci é potencialmente importante [106]. Por exemplo, a Figura 2.25 ilustra um exemplo da vida útil de uma ferramenta [106]. A partir do gráfico de Pareto exposto (Figura 2.25) pode-se determinar que os fatores B (geometria da ferramenta) e C (ângulo de corte) são os mais importantes, além da interação AC (velocidade de corte e ângulo de corte) também ter significância no processo [106].

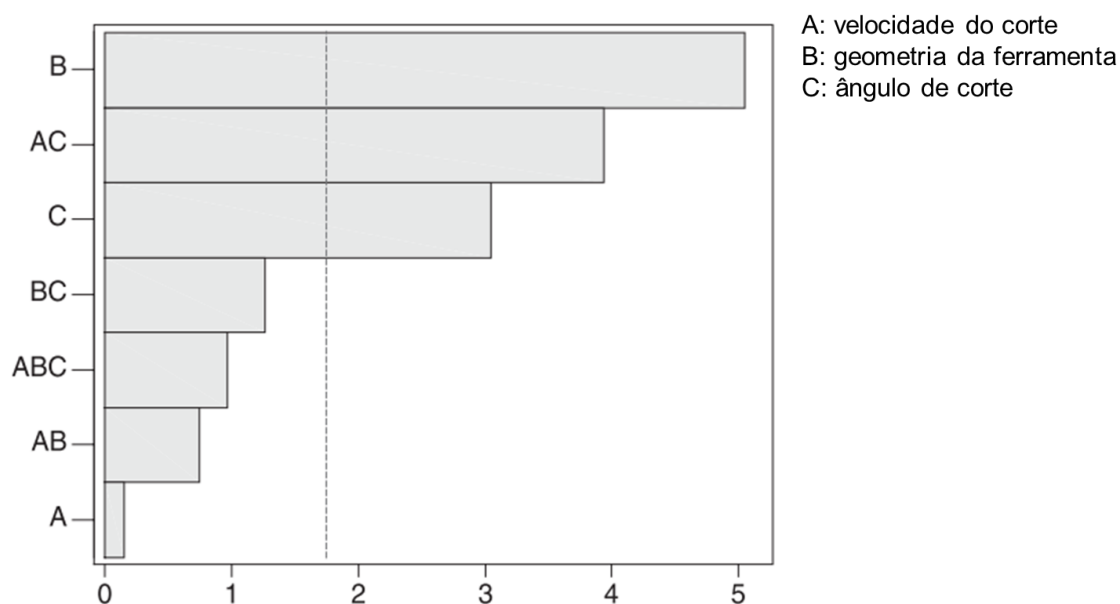


Figura 2.25 - Gráfico de Pareto demonstrando efeito de parâmetros e interações. Adaptado de [106].

Outro modo importante de interpretação dos resultados obtidos a partir do planejamento de experimentos é a partir de superfícies de resposta e modelos de regressão [106]. Através destas análises é possível estabelecer valores de resposta e condições de operações desejáveis [106].

Por exemplo, em um gráfico de contorno (Figura 2.26a), a superfície de resposta é vista como um plano bidimensional onde todos os pontos que possuem a mesma resposta são conectados e, conseqüentemente linhas de contorno são construídas, as quais possuem respostas constantes [106].

Por outro lado, quando uma visão tridimensional é exibida, uma imagem mais clara da resposta pode ser obtida (Figura 2.26b) [106]. Caso o modelo de regressão contiver apenas os efeitos principais e não considerar as interações entre eles, a superfície de resposta será um plano (linhas de contorno paralelas), porém se as interações forem levadas em consideração, além de retas, curvas estarão presentes [106].

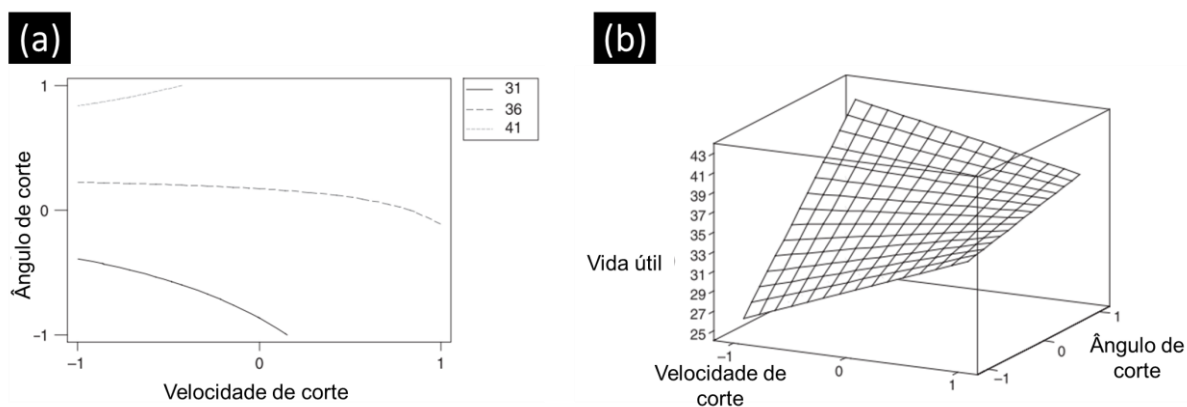


Figura 2.26 - Gráficos demonstrando o comportamento da vida útil de ferramenta de corte em função do ângulo de corte e velocidade de corte para: (a) gráfico de contornos; (b) superfície de resposta. Adaptado de [106].

Posterior a análise dos resultados, é possível correlacionar as respostas obtidas e os conjuntos de parâmetros de processo utilizados para obtenção de modelos matemáticos que preveem futuras respostas a serem obtidas a partir de outras combinações de fatores e níveis [106]. Em outras palavras, com a finalização da análise da influência dos parâmetros, uma regressão pode ser feita e, assim, obter uma equação matemática que correlacione os parâmetros individualmente, além de suas interações e a resposta a ser obtida [106].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

As atividades desenvolvidas nessa pesquisa de mestrado foram realizadas em duas etapas (Figura 3.1). A primeira delas foi experimental, onde foram realizados desde a determinação dos níveis e parâmetros utilizados na atomização a gás - com a aplicação destes nos experimentos de produção do pó - até a caracterização dos pós obtidos através de diferentes técnicas.

A segunda etapa foi teórica. Realizou-se um modelamento matemático baseado na Equação de Lubanska (Equação 2.3), que possibilitou uma comparação entre dados experimentais e teóricos, isto é, uma análise de como os parâmetros de processo influenciam em cada situação.

Todos os experimentos foram realizados na Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), utilizando diferentes técnicas e laboratórios.

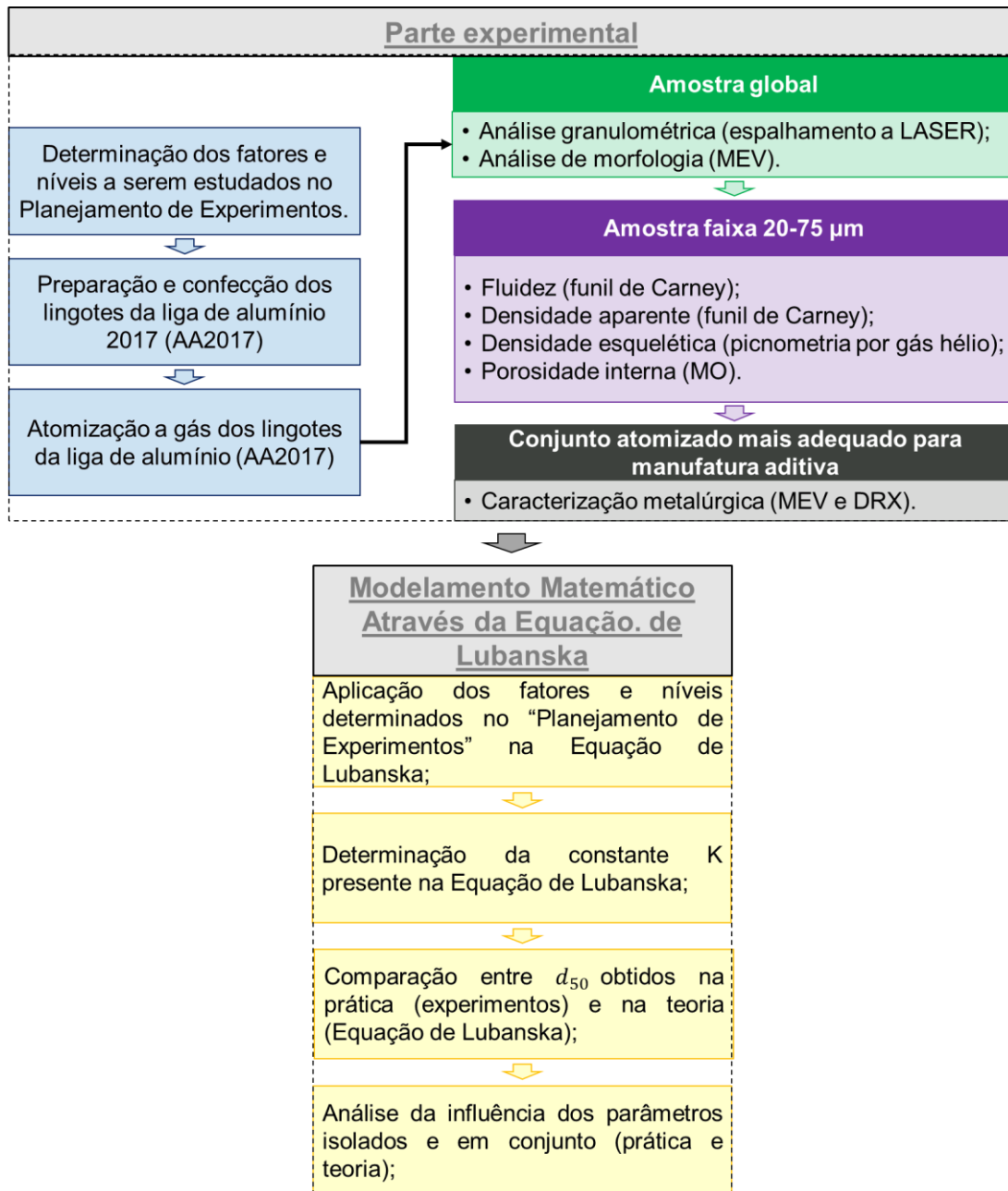


Figura 3.1 - Fluxograma mostrando as atividades desenvolvidas neste trabalho.

3.1 Etapa experimental

3.1.1 Determinação dos fatores e níveis do planejamento de experimentos

Como apresentado na seção "2 Revisão Bibliográfica", a atomização a gás é influenciada por uma série de parâmetros de processo, os quais influenciam nas características e propriedades das partículas produzidas. Portanto, sugere-se um melhor entendimento dos principais parâmetros de processo, além de uma otimização destes, para que maiores rendimentos

possam ser alcançados, por exemplo, em faixas adequadas para o processo de L-PBF. Baseando-se no tempo disponível, infraestrutura e principais objetivos deste trabalho, os parâmetros e respectivos níveis a serem estudados foram determinados a partir de resultados da literatura e experiências prévias do grupo de pesquisa que trabalha com atomização a gás no DEMa/UFSCar.

O principal objetivo desta pesquisa foi estudar a influência dos parâmetros de processo nas características físicas de pós produzidos por atomização a gás da liga de alumínio AA2017, e sugerir um conjunto de parâmetros otimizados para maior rendimento da produção na faixa proposta para L-PBF. Assim, foi escolhido o uso da metodologia de planejamento de experimentos da maneira clássica, utilizando o fatorial completo, uma vez que se tratava de uma otimização de processo de modo exploratório.

A partir da escolha do fatorial completo, pode-se determinar a quantidade de experimentos necessária, que é obtida através da Equação 3.1, onde N e F representam a quantidade de níveis e fatores a serem considerados no estudo, respectivamente.

$$N^F \quad (3.1)$$

Como discutido anteriormente, os três principais parâmetros do processo de atomização a gás são diâmetro do bocal, temperatura de vazamento e pressão de atomização [52, 65, 69]. Dessa forma, optou-se por estudar estes três fatores. E, conciliando tempo disponível para o estudo, infraestrutura e principais objetivos, foram escolhidos dois níveis para cada fator. Logo, a quantidade de experimentos foi dada por $N^F = 2^3 = 8$. Os níveis foram escolhidos da seguinte forma:

- Diâmetro do bocal: os níveis escolhidos foram 1,5 mm e 2,5 mm, uma vez que eram os bocais disponíveis para o processamento, possibilitando discussões e análises sobre a influência deste fator. Além disso, experimentos prévios foram considerados;
- Temperatura de vazamento: os níveis escolhidos foram 75 °C e 150 °C, uma vez que, segundo a literatura, na atomização a gás, a temperatura de superaquecimento é geralmente nesta faixa [38];

- Pressão de atomização: os níveis escolhidos foram 20 Bar e 40 Bar, baseando-se em experiências prévias e também na literatura, a qual indica o uso de uma pressão intermediária, buscando uma distribuição de tamanhos de partículas adequada, porém evitando que um excesso de gás seja imposto, o que causaria gasto de gás e também possível congelamento do metal a ser atomizado [72]. Além disso, levou-se em consideração que o atomizador a gás utilizado alcança uma pressão de atomização máxima de 50 Bar.

A Tabela 3.1 mostra as oito combinações possíveis entre estes fatores e níveis, ou seja, a combinação de parâmetros utilizada em cada atomização a gás.

Tabela 3.1 - Conjunto de parâmetros utilizados nas atomizações a gás desta pesquisa.

Combinação de parâmetros	Parâmetros e níveis		
	d_0 [mm]	ΔT [°C]	P_G [Bar]
i	1,5	75	20
ii	1,5	75	40
iii	1,5	150	20
iv	1,5	150	40
v	2,5	75	20
vi	2,5	75	40
vii	2,5	150	20
viii	2,5	150	40

3.1.2 Preparação dos lingotes da liga de alumínio 2017 (AA2017)

A liga de alumínio AA2017 foi produzida a partir de alumínio comercialmente puro (lingotes doados pela empresa ALCOA), cobre comercialmente puro, magnésio comercialmente puro, manganês (grau metalúrgico), silício (grau metalúrgico), titânio (99,99%), ferro (99,98%) e cromo (99,99%). É válido destacar que elementos com teores máximos indicados pela norma B211/B211M (cobre, zinco e titânio) foram adicionados propositalmente,

uma vez que buscava-se uma representação da liga de alumínio AA2017 com composição semelhante à comercial [30].

A produção da carga metálica (lingotes de 3 kg) foi feita seguindo os requisitos de composição química da AA2017 presentes na norma B211/B211M [30] e para sua fusão foi utilizado forno de indução da marca *Power Trak* modelo 50-30R VIP localizado no Laboratório de Fundição do DEMA/UFSCar. O metal fundido foi vazado em molde metálico ($\varnothing = 125$ mm e $h = 170$ mm) (Figura 3.2).



Figura 3.2 - Molde metálico utilizado para transferir o metal líquido ($\varnothing = 125$ mm e $h = 170$ mm).

Como foram previstas a realização de oito atomizações a gás, seriam necessários oito lingotes de AA2017, pois cada experimento requiritava um destes.

Em um primeiro momento, apenas uma carga foi confeccionada para aferição da composição química via S-OES, de acordo com a norma ASTM E1251 [111]. A composição química obtida respeitou os requisitos impostos pela norma, com exceção do Mn, o qual apresentou perda de massa na etapa de fusão do lingote (Tabela 3.2). Em seguida, os outros sete lingotes foram produzidos. É importante destacar que os elementos utilizados para a confecção

das cargas foram sempre de um mesmo lote/embalagem, para evitar desvio da composição química. Além disso, os lingotes foram todos pesados e fundidos separadamente, um a um. A Figura 3.3 apresenta alguns lingotes logo após serem retirados do molde metálico.

Tabela 3.2 - Composição química (%p.) baseada na norma (composição nominal) e no lingote (composição química) da liga de alumínio AA2017 [30].

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Outros
Composição nominal	0,20-0,80	0,70 (máx.)	3,50-4,50	0,40-1,00	0,40-0,80	0,10 (máx.)	0,25 (máx.)	0,15 (máx.)	0,15 (máx.)
Composição química	0,359 ± 0,0035	0,190 ± 0,0025	3,87 ± 0,054	0,018 ± 0,0001	0,61 ± 0,0071	0,0039 ± 0,0001	< 0,0010 ± 0,0009	0,0023 ± 0,0010	0,0458



Figura 3.3 - Lingotes de AA2017 após retirada do molde metálico.

Após a produção dos lingotes, eles foram usinados para que um encaixe satisfatório no cadinho utilizado na câmara de fusão do atomizador a gás fosse realizado, ou seja, o diâmetro externo das cargas metálicas foi reduzido em ≈ 10 mm, assim, mesmo que ocorresse a expansão térmica do material durante a refusão, o cadinho não seria trincado. Além disso, um furo (diâmetro ≈ 12 mm) no centro do lingote foi feito para que o *stop rod* pudesse ser posicionado de maneira correta no equipamento.

A Tabela 3.3 indica a massa final dos lingotes utilizados após fusão e usinagem e também a atomização em que foram utilizados. Percebe-se que uma quantidade maior que oito lingotes foi produzida, uma vez que algumas

atomizações falharam e, conseqüentemente, o material foi descartado devido a contaminações e/ou inviabilidade de reuso. Além disso, através da Tabela 3.3 percebe-se que apenas seis atomizações foram realizadas.

Tabela 3.3 - Massa dos lingotes da liga de alumínio AA2017 após fusão e usinagem. A atomização em que os respectivos lingotes foram utilizados também é mostrada.

Lingote	L1*	L2*	L3	L4	L5	L6	L7	L8	L9	L10
Massa [g]	2712	2726	2506	2560	2694	2702	2246	2230	2199	2710
Atomização	1	Falha	2	5	-	6	4	Falha	3	-

*lingotes não usinados externamente, apenas com furo central.

3.1.3 Atomização a gás da liga de alumínio 2017 (AA2017)

Os lingotes de AA2017 produzidos foram refundidos em forno de indução EKOHEAT da marca Ambrell e atomizados sob atmosfera de argônio no equipamento Gas Atomiser HERMIGA 75/5VI (EAC) fabricado pela *PSI-Phoenix Scientific Industries Ltd.*, cuja capacidade de produção máxima é 8 kg de pó da liga de alumínio. Esse equipamento está localizado no Laboratório de Atomização e Revestimento do DEMA/UFSCar (Figura 3.4).



Figura 3.4 - Atomizador a gás (Gas Atomiser HERMIGA 75/5VI (EAC) - *PSI-Phoenix Scientific Industries Ltd.*) utilizado neste trabalho.

O conjunto entre o bocal de transferência do metal líquido e a saída do gás atomizador é do tipo confinado. O gás é liberado através de uma saída anular, que direciona o argônio contra o material fundido, e possibilita o alcance de velocidades altas (até Mach 2). Uma pressão na câmara de fusão em 0,3 Bar foi utilizada em todos os experimentos, para evitar congelamento de material no bocal de transferência.

As atomizações a gás foram conduzidas de acordo com os parâmetros e respectivos níveis determinados a partir do planejamento de experimentos (Tabela 3.1). No entanto apenas seis dos oito conjuntos de parâmetros de processo estipulados foram realizados, pois o atomizador a gás ficou fora de serviço algumas vezes, impossibilitando a realização de todos os experimentos previsto inicialmente (no caso, os conjuntos de parâmetros “v” e “vi” não foram realizados).

A temperatura de fusão da liga foi determinada através de análises de calorimetria diferencial de varredura (do inglês, *Differential Scanning Calorimetry*, DSC), as quais foram realizadas em equipamento do modelo DSC404-NETZSCH sob fluxo de argônio constante e em taxas de aquecimento de 10 °C/min até 700°C. Assim, identificou-se a temperatura de fusão como sendo, aproximadamente, 643 °C.

Antes do início da produção do pó metálico, alguns dados foram anotados para análise posterior: (i) pressão inicial dos cilindros de gás argônio para cálculo da razão G/M envolvida no processo; (ii) massa do lingote utilizada para obtenção do rendimento do processo; (iii) duração do processo de atomização.

Após o término de cada atomização a gás, iniciou-se o processo de passivação das partículas com uso do equipamento “Rapidox 1100” da marca *Cambridge Sensotec*. Este procedimento ocorreu durante 30 minutos e, conseqüentemente, uma fina camada de óxido foi formada nas partículas, evitando eventuais problemas em pós-processamentos. Após o término da passivação, o pó metálico podia ser retirado dos depósitos (garrafa principal e ciclone) (Figura 3.5).



Figura 3.5 – Pó metálico da liga de alumínio AA2017 produzido por atomização a gás.

3.1.4 Caracterização da amostra global

Para caracterizar as atomizações como um todo, foi preparada uma amostra com menor quantidade de pó dos respectivos experimentos realizados, mantendo a proporção entre a garrafa principal e ciclone. Os seguintes passos foram seguidos para cada atomização:

- 1º passo (retirada do pó): após o término da atomização, as partículas depositadas na garrafa principal foram postas em um recipiente, e as que estavam no ciclone em outro. Em seguida, obteve-se as respectivas massas e a proporção entre elas. Logo, não se misturou o pó da garrafa principal e do ciclone;
- 2º passo (homogeneização I): ambos os recipientes foram levados à um misturador mecânico (Figura 3.6), no qual ficaram durante 1 hora com rotação de 35 RPM. No entanto, a cada 15 minutos, as garrafas eram rotacionadas 180°, para garantir melhor homogeneização das partículas;
- 3º passo (obtenção da amostra global e homogeneização II): em um terceiro recipiente, fez-se a amostra global. Ou seja, escolheu-se uma massa arbitrária, no caso, 200 gramas para a amostra global; em seguida, mantendo a proporção calculada no “1º passo”, fez-se a mistura das partículas. Por exemplo, se a proporção obtida foi 3:1 (garrafa principal : ciclone), na amostra global foi colocada 150

gramas de pó proveniente da garrafa principal e 50 gramas do pó proveniente do ciclone. Por fim, este recipiente também foi levado para mistura mecânica, seguindo as mesmas condições do “2º passo”;

- 4º passo (retirada de amostras para caracterização): finalmente, a partir do terceiro recipiente foram retiradas amostras da amostra global para que fossem destinadas à diferentes técnicas de caracterização (espalhamento de LASER e MEV).



Figura 3.6 – Misturador mecânico utilizado para realizar a mistura e homogeneização do pó metálico.

3.1.4.1 Distribuição granulométrica: espalhamento de LASER

A amostra global das diferentes atomizações foi submetida a este ensaio com o objetivo de obter a sua distribuição granulométrica. Assim, a técnica de espalhamento de LASER foi realizada seguindo a norma ASTM B822 [112]. O equipamento utilizado foi o Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer 930 da marca *Horiba*, localizado no Laboratório de Materiais Vítreos (LaMaV) do DEMa/UFSCar (Figura 3.7).



Figura 3.7 – Equipamento utilizado para obtenção das distribuições granulométricas, Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer 930 da marca *Horiba*.

Este ensaio é feito a partir de uma solução contendo as partículas de metal, de modo que um feixe de LASER atravessa o conteúdo e, então, através do espalhamento da luz, o perfil de distribuição granulométrica é gerado [76]. Como a técnica ocorre a partir do espalhamento de LASER, o índice de refração do material analisado ($n_{material} = n_{AA2017} = 1,55$) e do meio líquido (n_{meio}) foram necessários para posterior cálculo do índice de refração relativo ($n_{rel} = \frac{n_{material}}{n_{meio}}$) [113, 114]. A desvantagem presente na técnica é que ela considera todas as partículas como esféricas, o que algumas vezes pode não corresponder com a realidade [76].

Em relação ao meio em que as partículas foram depositadas, ele deveria garantir que o pó ficasse em suspensão, evitando a formação de aglomerados. Logo, testou-se dois meios líquidos: álcool isopropílico ($\rho_{ISO} = 0,78 \text{ g/cm}^3$; $n_{ISO} = 1,37$) e etilenoglicol ($\rho_{ETG} = 1,11 \text{ g/cm}^3$; $n_{ETG} = 1,42$) [115]. Assim, o que correspondeu a melhor dispersão das partículas foi escolhido. Nesse trabalho, o líquido que apresentou melhor resultado foi o etilenoglicol.

Além disso, buscou-se sempre deixar as partículas em movimento, a partir do momento em que elas eram colocadas no meio líquido (álcool isopropílico ou etilenoglicol), para evitar sedimentação e/ou aglomeração. Por exemplo, antes de serem postas no equipamento para análise, elas eram submetidas a 3 minutos de ultrassom, ou seja, caso existisse algum aglomerado, a tendência

seria quebrá-lo, e não permitindo que ele influenciasse nos resultados. Também, quando a amostra era depositada no equipamento, componentes internos a ele faziam com que o pó sempre estivesse em movimento: *spindle* e ultrassom interno.

3.1.4.2 Análise morfológica: Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Cada amostra global também foi submetida a análise de MEV. Com essa análise pôde-se averiguar a condição morfológica da partícula (formato, formação de aglomerados e presença de partículas satélites), possibilitando uma comparação com os parâmetros de processo impostos ao longo da produção do pó. Como o objetivo era avaliar a morfologia das partículas, elas não foram embutidas, mas sim dispostas sobre uma fita adesiva de carbono, onde foram espalhadas de maneira homogênea. É importante destacar que as partículas não foram pressionadas contra a fita adesiva de carbono, mas sim despejadas, evitando qualquer deformação delas. Também, o material analisado nesta etapa não foi destinado a tratamento térmico de secagem, ou seja, a umidade presente pode ter influenciado.

Assim, utilizou-se MEV Quanta 400 na função de elétrons secundários, possibilitando a verificação da morfologia das partículas. O equipamento está localizado no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM/DEMa).

3.1.5 Caracterização da amostra faixa 20-75 µm

Com o intuito de analisar uma faixa de tamanho de partículas mais adequada ao processo de MA, a fração de pó na faixa 20-75 µm foi separada e caracterizada. Na literatura é sugerido utilizar partículas menores que 63 µm no processo de L-PBF [24]. Porém, pós de alumínio possuem baixa fluidez e grande possibilidade da formação de aglomerados, o que pode dificultar o uso deste material como matéria-prima em L-PBF [6, 7, 116]. Assim, para evitar possíveis problemas, optou-se em utilizar a faixa 20-75 µm.

A retirada destas amostras foi mais simples do que no caso anterior. Quando se finalizou o “2º passo (homogeneização I)” das amostras globais, 1000 gramas da garrafa principal foram separados para posterior análise da faixa 20-75 μm .

Posteriormente, realizou-se peneiramento da quantidade de 1000 gramas de pó em equipamento “Haver EML Digital Plus – Test Sieve Shaker” da marca *Haver & Boecker*, com amplitude de vibração de 40% e tempo de peneiramento de 30 minutos. A quantidade de pó colocada a cada ciclo de peneiramento foi de 100 gramas, o que respeitou as especificações das peneiras utilizadas, uma vez que o excesso de material poderia causar entupimento das malhas, reduzindo a eficiência do procedimento. As peneiras utilizadas foram de tamanhos 20 μm , 32 μm , 45 μm , 53 μm , 75 μm , 106 μm e 150 μm , todas da marca *A Bronzinox*. O conjunto utilizado para o peneiramento, está mostrado na Figura 3.8.



Figura 3.8 – Equipamento “Haver EML Digital Plus – Test Sieve Shaker” da marca *Haver & Boecker* em conjunto com as peneiras para classificação granulométrica.

Além disso, a cada três ciclos de peneiramento, ou seja, a cada 300 gramas de pó peneirados, todas as peneiras eram lavadas em lavadoras ultrassônicas da marca *Ecosonics* (Figura 3.9) e, então, secas em estufa,

possibilitando melhor rendimento e separação das partículas baseadas nas malhas impostas. Todo processo de peneiramento foi feito de acordo com a norma ASTM B214-16 utilizando a infraestrutura do Laboratório de Atomização e Revestimento do DEMa/UFSCar [77].



Figura 3.9 – Lavadora ultrassônica da marca *Ecosonics*.

Ao final do peneiramento, as partículas contidas na faixa 20-75 μm foram colocadas em uma garrafa e esta levada ao misturador mecânico para homogeneização, seguindo o mesmo procedimento descrito anteriormente. Por fim, pequenas amostras da garrafa puderam ser retiradas, de modo a serem caracterizadas e representando o todo da faixa de 20-75 μm da respectiva atomização a gás.

3.1.5.1 Fluidiez: funil de Carney

Para determinação da fluidez do conjunto de pós atomizados a gás optou-se pelo método com o funil de Carney, de acordo com a norma ASTM B964-16 [88].

Para esta análise, foram testadas 5 amostras (cada uma com 50 g e ensaiada 10 vezes) para cada atomização a gás. Elas foram testadas antes de serem aquecidas e, depois de serem aquecidas durante 24 horas em forno à 80

°C à vácuo, retirando a umidade ali presente, a qual poderia influenciar no comportamento das partículas [86]. A Figura 3.10 ilustra o conjunto utilizado para obtenção da fluidez a partir do funil de Carney.



Figura 3.10 – Conjunto utilizado para obtenção da fluidez a partir do funil de Carney.

3.1.5.2 Densidade aparente: funil de Carney

Para determinação da densidade aparente do conjunto de pós atomizados a gás optou-se pelo método com o funil de Carney, de acordo com a norma ASTM B417-18 [82].

Para esta análise, foram testadas 2 amostras (cada uma com 125 g e ensaiada 5 vezes) para cada atomização a gás. Elas foram testadas depois de serem aquecidas durante 24 horas em forno à 80 °C à vácuo, retirando a umidade ali presente, a qual poderia influenciar no comportamento das

partículas [86]. A Figura 3.11 ilustra o conjunto utilizado para obtenção da densidade aparente a partir do funil de Carney.



Figura 3.11 – Conjunto utilizado para obtenção da densidade aparente a partir do funil de Carney.

3.1.5.3 Densidade esquelética: picnometria por gás hélio

Para determinação da densidade esquelética do conjunto de pós atomizados a gás optou-se pelo método de picnometria por gás hélio, de acordo com a norma ASTM B923-22, utilizando equipamento “AccuPyc 1330 - *Micromeritics*” presente no Laboratório de Cerâmica do DEMA/UFSCar [85] (Figura 3.12). Para esta análise, foi testada 1 amostra (ensaiada 5 vezes) para cada atomização a gás.



Figura 3.12 – Equipamento AccuPyc 1330 – *Micromeritics* para obtenção da densidade esquelética das partículas atomizadas a gás.

3.1.5.4 Porosidade interna: microscopia óptica

Em seguida, para visualização da seção transversal das partículas e, conseqüente, visualização de porosidades internas, as mesmas amostras que foram submetidas a picnometria de gás hélio foram embutidas a frio em resina, lixadas com lixas d'água de mesh 2000 e 5000 e, então, polidas com óxido de cromo e pasta de diamante (1 μm). Por fim, analisadas no microscópio óptico (marca *Olympus* e modelo BX41M-LED), localizado no Laboratório de Metalografia.

3.1.6 Caracterização do conjunto atomizado mais adequado para MA

A partir das caracterizações realizadas, pôde-se determinar qual das atomizações a gás resultou no conjunto de partículas mais adequadas para uso em L-PBF e esta foi destinada à análise microestrutural e de formação de fases. Ressalta-se que não foi realizada uma comparação da influência de parâmetros de processo na microestrutura das partículas produzidas, uma vez que somente um dos experimentos realizados foi submetido a esta análise.

3.1.6.1 Difração de raios-X

Para avaliação da formação de fase das partículas utilizou-se da técnica de difração de raios-X (DRX). No entanto, apenas uma amostra (faixa 20-75 μm)

foi analisada, uma vez que o foco era obtenção das fases formadas no conjunto, e, possivelmente, elas seriam as mesmas independentemente das faixas granulométricas. A amostra foi obtida a partir de peneiramento e mistura das faixas escolhidas (seguindo os respectivos procedimentos descritos anteriormente).

Para esta análise, utilizou-se difratômetro da marca *Bruker* modelo D8 Advance Eco, com radiação $K\alpha$ -Cu operando à 25 mA e 40 kV. O equipamento opera em uma geometria Bragg-Brentano θ - θ , com diâmetro do goniômetro de 250 mm. Os ensaios ocorreram em uma faixa de varredura em 2θ de 10 - 90° , com um passo de $0,02^\circ$ e um tempo de varredura de 30 minutos, utilizando equipamento localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural do DEMa/UFSCar. Posteriormente, os dados foram plotados e as fases formadas identificadas a partir de fichas cristalográficas das respectivas fases possíveis de serem formadas na AA2017.

3.1.6.2 Microscópio eletrônico de varredura

Para completar a caracterização microestrutural das partículas utilizou-se microscópio eletrônico de varredura. Diferentes amostras representando cada faixa granulométrica, previamente peneiradas, foram embutidas a frio em resina, lixadas (*mesh* 2000 e 5000) e, então polidas com óxido de cromo e pasta de diamante ($1\ \mu\text{m}$), utilizando a infraestrutura do Laboratório de Metalografia do DEMa/UFSCar.

Por fim, foram encaminhadas a análise em MEV (Quanta 400) presente no Centro de caracterização e desenvolvimento de materiais (CCDM), na função de elétrons retroespalhados, possibilitando a identificação de contrastes químicos e, conseqüente observação da microestrutura. Além disso, análises de EDS foram realizadas, sendo uma técnica de análise química semi-quantitativa.

3.2 Modelamento Matemático Através da Equação. de Lubanska

Com o intuito de realizar uma comparação entre estudos práticos e teóricos, foi feita uma seção voltada para análises das equações envolvidas no contexto de atomização a gás utilizando o *software* estatístico Minitab 19.

Além disso, utilizando o mesmo programa computacional, um modelamento matemático foi aplicado para identificar os efeitos dos parâmetros de processo na prática e na teoria, os quais puderam ser avaliados através de gráficos de Pareto, gráficos de efeitos principais e gráficos de interações de fatores.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Etapa experimental

4.1.1 Atomização a gás da liga de alumínio 2017 (AA2017)

A Tabela 4.1 mostra a ordem das atomizações realizadas junto com o conjunto de parâmetros utilizados (os conjuntos de parâmetros “v” e “vi” não estão contemplados, pois não foram realizados). Além disso, alguns resultados obtidos logo após o final de cada processo (temperatura de vazamento obtida, tempo de atomização, rendimento e G/M) também são mostrados. Destaca-se que a “temperatura de vazamento obtida” indicada na Tabela 4.1, foi àquela medida exatamente no momento que o metal fundido começou a ser vazado para a câmara de atomização.

Antes de prosseguir com a discussão, a partir deste momento, optou-se por chamar cada experimento pelo seu respectivo número, por exemplo, a “Atomização 1” foi realizada com a combinação de parâmetros iv ($d_0 = 1,5\text{mm}$; $\Delta T = 150\text{ °C}$; $P_G = 40\text{ Bar}$). Porém, nos referiremos a ela apenas como “At. 1”.

Tabela 4.1 – Dados das atomizações a gás realizadas junto com os parâmetros de processo utilizados e resultados obtidos.

Atomização	Combinação de parâmetros	Parâmetros e níveis			Resultados obtidos logo após o término da atomização a gás			
		d_0 [mm]	ΔT [°C]	P_G [Bar]	ΔT obtida [°C]	Tempo de atomização [s]	Rendimento [%]	G/M [-]
5	i	1,5	75	20	122	506	94,3	10,7
6	ii	1,5	75	40*	127	611	94,6	16,9
4	iii	1,5	150	20	177	577	98,7	14,6
1	iv	1,5	150	40*	178	377	92,0	15,9
3	vii	2,5	150	20	157	82	97,0	4,0
2	viii	2,5	150	40*	157	317	95,2	15,7

*pressão de atomização não foi constante ao longo de todo processo

Antes de discutir efetivamente os resultados apresentados na Tabela 4.1, duas considerações serão feitas:

- Pressão de atomização (P_G): At. 1, At. 2 e At. 6 seriam realizadas com pressão de atomização em 40 Bar, porém elas não tiveram pressão constante ao longo do processo de produção do pó. A pressão de atomização decaiu ao longo do processo;
- Temperatura de vazamento (ΔT): foram encontradas dificuldades no controle da temperatura de vazamento do metal líquido, ou seja, como o aquecimento do material foi realizado por indução e regulado através da potência imposta, o forno estava em constante aquecimento/funcionamento, o que fazia o material “sempre” estar aquecendo. Além disso, após a fusão do metal, a rampa de aquecimento era muito elevada. Logo, principalmente para as atomizações que buscavam uma temperatura de superaquecimento em 75 °C, grandes dificuldades foram encontradas. No entanto, por mais que as temperaturas de vazamento não tenham sido exatamente as planejadas, elas respeitam uma tendência qualitativa, isto é, as atomizações que eram para obter temperatura de superaquecimento mais alta, acabaram sendo vazadas em temperaturas mais elevadas.

A partir da Tabela 4.1 pode-se observar que os rendimentos das atomizações realizadas foram satisfatórios, de modo que todas produziram uma quantidade de pó ao menos de 90% da carga colocada no início do processo. A massa perdida ao longo do processo ficou retida no cadinho em que ocorre a refusão do lingote e/ou formou *splats*.

Além disso, o tempo de processo e G/M de cada atomização a gás também foi obtido. Percebe-se que, devido à influência de diferentes fatores e interações entre eles, a tarefa de obter uma correlação direta entre tempo de processo e G/M é complexo, pois mesmo que as massas dos lingotes fossem próximas, não eram exatamente iguais, podendo influenciar no tempo de

atomização. Dessa forma, foi considerado apenas o fator G/M, uma vez que este correlaciona a massa imposta com o tempo.

Generalizando, pode-se dizer que, ao manter a temperatura de superaquecimento constante, os parâmetros diâmetro do bocal e/ou pressão de atomização vão influenciar diretamente em G/M (considerando os três principais parâmetros de processo atuantes na atomização a gás). Em outras palavras, se além da temperatura, o diâmetro do bocal também for mantido constante, quanto maior a pressão de atomização, maior será G/M, uma vez que ocorrerá aumento de \dot{G} . Por outro lado, se além da temperatura, a pressão de atomização for mantida constante, o diâmetro do bocal controlará G/M, de modo que maiores bocais resultarão em menores G/M, uma vez que \dot{M} foi maior. Por fim, pode-se dizer que, de modo qualitativo, estes resultados eram os esperados, ou seja, a influência da taxa mássica de gás e/ou taxa mássica de metal em G/M.

No entanto, ao considerar uma variação da temperatura de superaquecimento, a literatura coloca que um aumento neste parâmetro de processo resulta em uma diminuição da viscosidade do material líquido, porém \dot{M} quase não é afetado e, conseqüentemente, G/M acaba não sendo influenciada por maiores temperaturas de superaquecimento [117]. No caso dos experimentos realizados neste trabalho, obteve-se um comportamento distinto, ou seja, ao comparar a At. 4 com a At. 5 e a At. 1 com a At. 6 percebe-se que a variação da temperatura de superaquecimento influenciou de maneira distinta, ou seja, no primeiro caso, maior ΔT acarretou em maior G/M, mas na segunda comparação, o comportamento foi o inverso. Portanto, não foi possível confirmar a teoria proposta pela literatura.

4.1.4 Caracterização da amostra global

Como descrito, após o término de cada atomização a gás, as partículas presentes na garrafa principal não foram misturadas com aquelas depositadas no ciclone. A Tabela 4.2 ilustra as respectivas massas obtidas em cada experimento, além da proporção entre elas e as massas envolvidas na confecção das amostras globais.

Tabela 4.2 - Massas obtidas em cada experimento em conjunto com a proporção utilizada na confecção das amostras globais.

At.	Parâmetros e níveis			Massas produzidas			Amostra global		
	d_0 [mm]	ΔT [°C]	P_G [Bar]	Garrafa principal [g]	Ciclone [g]	Proporção	Garrafa principal [g]	Ciclone [g]	Total [g]
5	1,5	75	20	1662	753	2,21	137,7	62,31	200
6	1,5	75	40	1881	675	2,79	147,2	52,77	200
4	1,5	150	20	1628	588	2,77	147,0	53,05	200
1	1,5	150	40	1940	556	3,49	155,5	44,54	200
3	2,5	150	20	2002	132	15,17	187,6	12,37	200
2	2,5	150	40	1925	460	4,18	161,4	38,61	200

A partir da Tabela 4.2 pode-se realizar algumas comparações, considerando uma temperatura de superaquecimento constante. Ademais, destaca-se que a coluna “proporção” se refere a $\frac{\text{massa de pó na garrafa principal [g]}}{\text{massa de pó no ciclone [g]}}$.

Foi explicado anteriormente que, o aumento da pressão resulta no aumento de G/M. Assim, considerando temperatura de superaquecimento em 75 °C e diâmetro de bocal em 1,5 mm esperava-se que, dentre as atomizações nestas condições, a de maior pressão (At. 6) resultaria em uma maior fração de pó no ciclone, em comparação a outra (At. 5), uma vez que, segundo a literatura, quanto maior G/M, mais refinadas serão as partículas [38]. Porém, a Tabela 4.2 mostra que a At. 6 (40 Bar) conteve, proporcionalmente, uma maior massa na garrafa principal do que em relação a At. 5 (20 Bar). Isso pode ser explicado de acordo com a pressão de atomização imposta.

Em outras palavras, o aumento da pressão de atomização causou um aumento na velocidade de vazamento de metal líquido, uma vez que a pressão de aspiração envolvida foi negativa. Assim, \dot{M} aumentou e, conseqüentemente, uma maior quantidade de partículas a serem depositadas na garrafa principal foi formada. Ademais, como a pressão aumentou, \dot{G} também foi maior, e este

aumento sendo proporcionalmente mais elevado que o de \dot{M} , possibilitou também um aumento em G/M.

Caso, a temperatura de superaquecimento seja aumentada para 150 °C, entre a At. 1 (40 Bar) e a At. 4 (20 Bar), percebe-se o mesmo comportamento identificado anteriormente.

Porém, quando o diâmetro de bocal foi considerado o maior (2,5 mm), uma tendência inversa foi identificada. Ou seja, comparando At. 2 e At. 3, as quais foram realizadas com temperatura de superaquecimento em 150 °C, diâmetro de bocal de 2,5 mm e pressões de atomização em 20 Bar e 40 Bar, pôde-se observar que independente do aumento da pressão, a At. 3 (20 Bar) ainda apresentou a maior proporção de massa na garrafa principal. Isto pode ser explicado pelo fato de que na At. 3, tanto o diâmetro do bocal (2,5 mm), quanto a pressão imposta (20 Bar) colaboravam para produção de partículas mais grosseiras. Portanto, mesmo que na At. 2 (40 Bar) a velocidade do metal líquido fosse maior, na At. 3 (20 Bar) o fluxo de metal foi muito grosseiro, uma vez que o bocal foi de 2,5 mm e a pressão muito baixa (20 Bar), a qual não conseguiu quebrar completamente a corrente de metal líquido, resultando em partículas mais grosseiras e *splats*.

Agora, se considerarmos a temperatura de superaquecimento constante em conjunto com a pressão imposta e, então, variar o tamanho do bocal, observou-se que sempre os maiores bocais providenciaram a maior razão entre garrafa principal e ciclone. Por exemplo, comparando At. 1 e At. 2, as quais foram realizadas com temperatura de superaquecimento em 150 °C, pressão de 40 Bar e diâmetros de bocal em 1,5 mm e 2,5 mm, respectivamente, a At. 2 conteve uma corrente de metal líquida mais grosseira, acarretando uma maior proporção entre garrafa principal e ciclone, quando comparada com a At. 1.

4.1.4.1 Distribuição granulométrica: espalhamento de LASER

Cada amostra global foi caracterizada pela técnica de espalhamento de LASER, respeitando a norma ASTM B822 [112].

Para isto foi utilizado etilenoglicol ($\rho_{ETG} = 1,11 \text{ g/cm}^3$; $n_{ETG} = 1,42$) como meio líquido, pois este era mais denso que o álcool isopropílico e,

consequentemente, as partículas teriam maior dificuldade em formar aglomerados e/ou decantar. Assim, $n_{rel} = \frac{n_{material}}{n_{meio}} = \frac{1,55}{1,42} = 1,09$.

A Figura 4.1 ilustra os resultados obtidos no espalhamento de LASER utilizando etilenoglicol como meio líquido. Partículas com diâmetro maior que 200 μm , praticamente, não foram encontradas. No entanto, exceções existem: (i) a At. 3 apresentou partículas com diâmetro de $\approx 550 \mu\text{m}$, o qual pertence aos *splats* formados, uma vez que o maior bocal (2,5 mm) e menor pressão (20 Bar), foram utilizadas neste processo, favorecendo a formação dos *splats*; (ii) as At. 5 e At. 6 também apresentaram partículas com diâmetros maiores do que 200 μm , isto se deve a formação de aglomerados, uma vez que essas duas atomizações foram as que mais formaram partículas depositadas no ciclone, ou seja, àquelas mais refinadas.

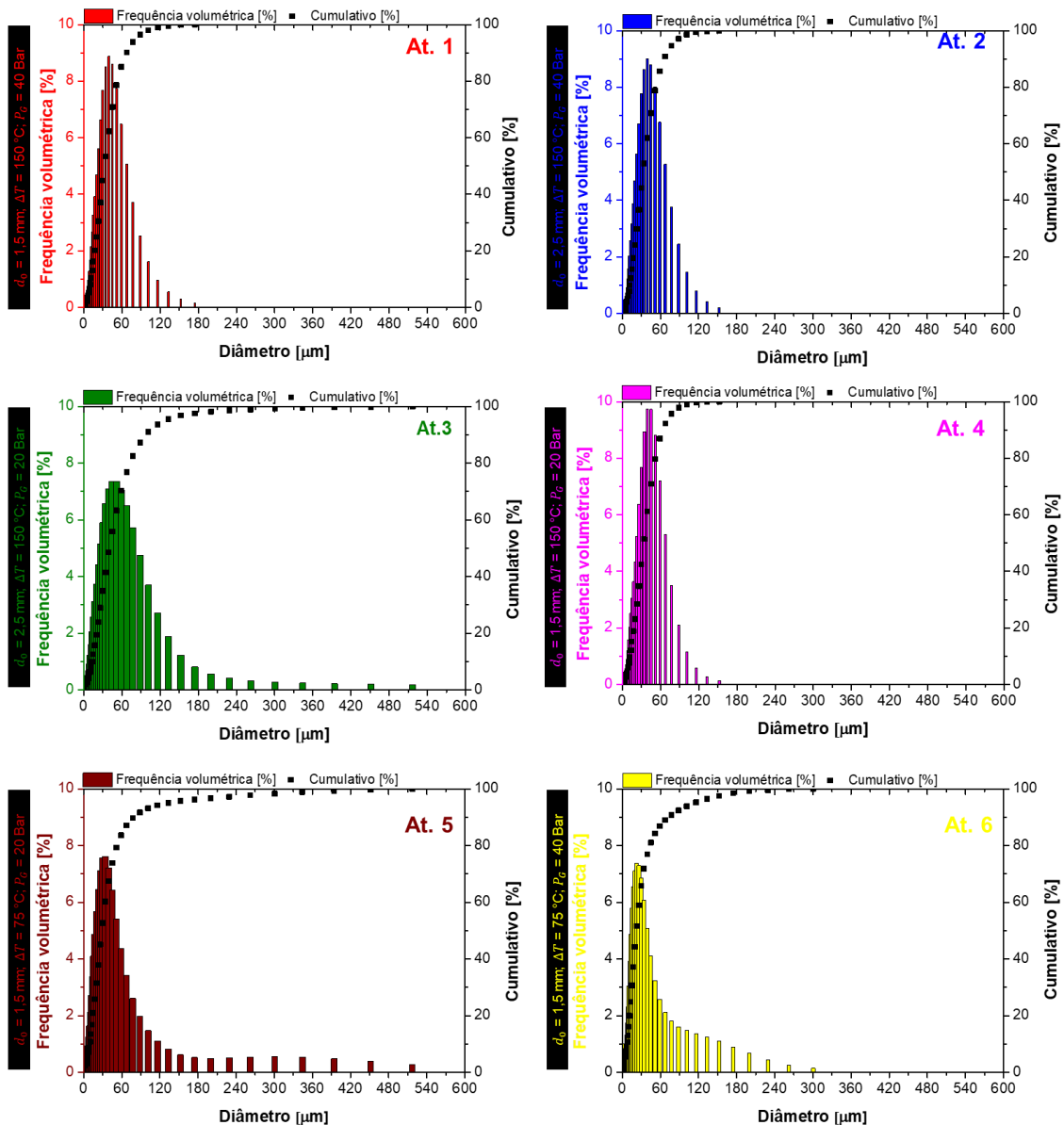


Figura 4.1 – Distribuições granulométricas obtidas por espalhamento de LASER das amostras globais referentes as At. 1, At. 2, At. 3, At. 4, At. 5 e At. 6 (meio líquido: etilenoglicol).

A Tabela 4.3 mostra os dados numéricos dos percentis das atomizações a gás demonstradas na Figura 4.1, possibilitando uma melhor visualização destes e, conseqüente comparação entre os parâmetros de processo envolvidos. Além disso, um fator chamado de “faixa inter decis” (do inglês, *inter decil range*, IDR) foi utilizado; ele mede a largura da curva de distribuição granulométrica, a partir da diferença entre d_{10} e d_{90} , ou seja, $\text{IDR} = d_{90} - d_{10}$ [65].

Tabela 4.3 - Dados de distribuição granulométrica das atomizações a gás obtidos a partir de espalhamento de LASER.

At.	Parâmetros e níveis			Percentis				IDR [μm]
	d_0 [mm]	ΔT [$^{\circ}\text{C}$]	P_G [Bar]	d_{10} [μm]	d_{30} [μm]	d_{50} [μm]	d_{90} [μm]	
5	1,5	75	20	10,0	20,2	30,2	78,6	68,6
6	1,5	75	40	8,4	14,3	22,2	71,9	63,5
4	1,5	150	20	11,9	23,6	33,9	64,2	52,3
1	1,5	150	40	11,4	22,8	32,7	68,2	56,8
3	2,5	150	20	14,5	26,8	40,4	97,8	83,3
2	2,5	150	40	12,3	22,6	32,8	65,9	53,6

A Tabela 4.3 expõe os valores de d_{50} obtidos e através dela percebe-se que eles são semelhantes. Porém, a At. 3 ($d_{50} = 40,4 \mu\text{m}$) e At. 6 ($d_{50} = 22,2 \mu\text{m}$) são as que mais diferem das outras. Na At. 3 os parâmetros de processo utilizados favoreceram a formação de partículas grosseiras e *splats*, assim o tamanho médio de partícula foi elevado, sendo significativamente diferente das demais.

Por outro lado, a At. 6 apresentou o menor tamanho médio de partículas, uma vez que utilizou-se parâmetros de processo que buscavam o refino do pó ($d_0 = 1,5 \text{ mm}$ e $P_G = 40 \text{ Bar}$). Porém, esta atomização foi realizada em um menor superaquecimento ($\Delta T = 75 \text{ }^{\circ}\text{C}$); logo não era esperado que apresentasse o menor d_{50} , mas sim que a At. 1 ($d_0 = 1,5 \text{ mm}$, $\Delta T = 150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e $P_G = 40 \text{ Bar}$) produzisse a carga mais refinada, seguindo as tendências demonstradas na literatura [52]. Algumas hipóteses são sugeridas para explicar este fenômeno: (i) no caso de experimentos com $\Delta T = 150^{\circ}\text{C}$, um aquecimento em excesso do metal líquido pode ter ocorrido, ou seja, devido à dificuldade de controle da temperatura (como comentado anteriormente), o material foi aquecido até temperaturas muito elevadas, desencadeando reações químicas entre o metal e o cadinho. Essas reações podem ter causado alterações na composição química

do material a ser atomizado e, conseqüentemente, sua viscosidade foi alterada, influenciando a distribuição granulométrica obtida; (ii) ainda sobre os experimentos com $\Delta T = 150^\circ\text{C}$ e considerando um aumento excessivo da temperatura, o fluxo de metal líquido pode ter obtido viscosidade muito reduzida e, conseqüentemente, dificultou a formação de um filme contínuo e adequado para uma fragmentação regular.

Outra discussão a ser considerada é a respeito do IDR. Embora os tamanhos médios das partículas fossem semelhantes, (na maioria dos experimentos), a largura da curva de distribuição granulométrica obtida a partir do cálculo do IDR diferiu significativamente, mesmo que com d_{50} semelhantes. Sendo assim, a literatura indica o uso de uma distribuição granulométrica com largura balanceada, uma vez que esta reflete em efeito positivo na densidade aparente, ou seja, facilita o empacotamento das partículas, visto que as menores preenchem espaços vazios deixados pelas maiores [24].

A Figura 4.2a expõe uma correlação entre IDR e G/M e, então, percebe-se que um aumento na G/M causou um estreitamento da curva de distribuição granulométrica, ou seja, diminuiu o valor de IDR. Além disso, através da Figura 4.2b, fica nítido que os deciles d_{10} e d_{50} , praticamente não foram alterados com a variação de parâmetros imposta nos processos (como visto, a variação de G/M não alterou tais deciles). Por mais que d_{10} tenha permanecido quase que constante com a variação de G/M, ele indica a presença de partículas muito finas ($< 20 \mu\text{m}$) em todos os experimentos realizados.

Por outro lado, ao analisar a curva de tendência do d_{90} é possível observar uma variação, de modo que, maiores G/M diminuiriam o valor do decil d_{90} , o que elucidada a variação de IDR entre os diferentes experimentos de atomização a gás realizados, ou seja, a distribuição granulométrica é mais estreita quanto maior for G/M.

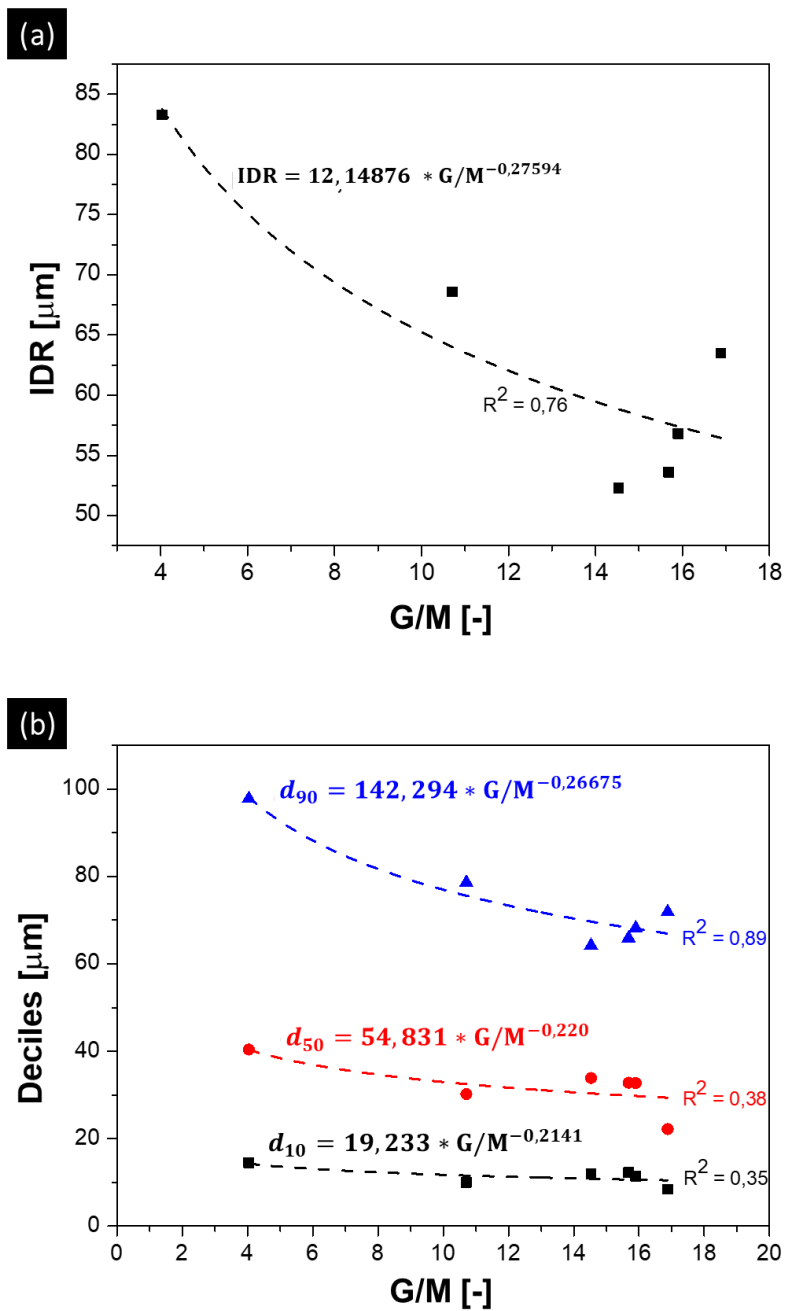


Figura 4.2 – Gráficos mostrando a influência da G/M imposta durante o processo de atomização a gás: (a) influência no IDR; (b) influência nos deciles.

Também é importante destacar na Figura 4.2 que utilizar o d_{50} como uma referência para análise da influência dos parâmetros não é adequado, uma vez que ele praticamente não variou. Em alguns casos, parâmetros de processo resultam em d_{50} semelhantes, porém d_{90} totalmente distintos, o que causa diferenciação na distribuição granulométrica. Embora na Figura 4.2b tenha sido

traçada uma linha de tendência para d_{90} e demonstrada sua respectiva equação, seria importante validar tal modelo para outros níveis de parâmetros (e, até mesmo, deixá-la mais refinada a partir da imposição de outros parâmetros de processo), o que possibilitaria a obtenção de um modelo para previsão de d_{90} , que seria muito útil em análises de efeitos dos parâmetros de processo na distribuição granulométrica.

Dessa forma, assim como foi sugerido por Silva et al. [65], tais efeitos (aumento de G/M e estreitamento da curva de distribuição granulométrica) se devem ao aumento da pressão de atomização, a qual causa um aumento na energia cinética do gás, realizando uma atomização secundária mais intensa. Esses autores também sugerem uma diminuição do fluxo de metal líquido (pressão de aspiração positiva) causada por altas pressões de atomização [65]. No entanto, no presente trabalho, a pressão de aspiração, provavelmente, foi negativa, de modo que um aumento em \dot{G} aumentava \dot{M} , mas em menores proporções (como evidenciado anteriormente).

Para facilitar a análise da influência dos parâmetros de processo impostos, construiu-se o esquema presente na Figura 4.3. Nele, as atomizações foram comparadas duas a duas, para análise do comportamento das curvas de distribuição granulométrica. É válido destacar que ali, apenas comparações considerando $\Delta T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$ foram realizadas.

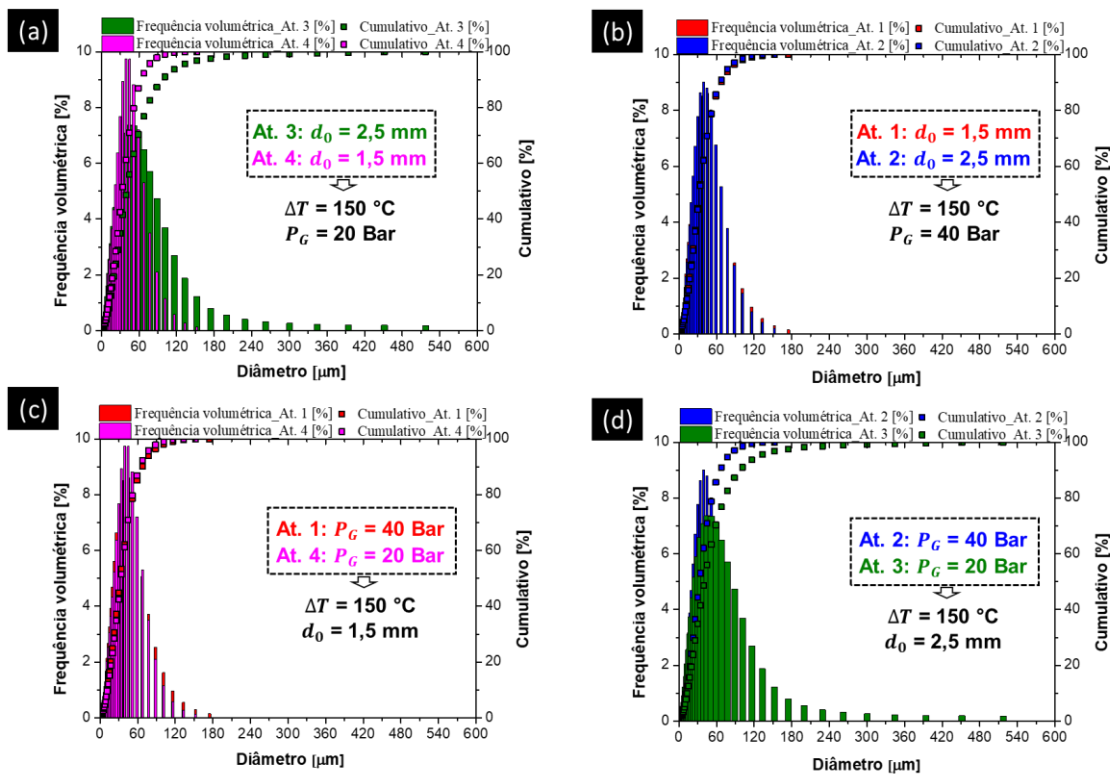


Figura 4.3 - Curvas granulométricas a partir do espalhamento de LASER (meio líquido: etilenoglicol) comparando atomizações: (a) At. 3 e At. 4; (b) At. 1 e At. 2; (c) At. 1 e At. 4; (d) At. 2 e At. 3.

Ao analisar a Figura 4.3a, a qual leva em consideração a At. 3 e At. 4, de modo que elas diferem no diâmetro de bocal utilizado, e ambas possuem $\Delta T = 150\text{ °C}$ e $P_G = 20\text{ Bar}$, percebe-se que o bocal tem influência significativa. Ou seja, quando o bocal de diâmetro 1,5 mm (At. 4) foi utilizado, a curva foi deslocada para a esquerda. Por outro lado, ao analisar a Figura 4.3b, a qual faz uma comparação similar entre as At. 1 e At. 2, no entanto, considerando $\Delta T = 150\text{ °C}$ e $P_G = 40\text{ Bar}$, identifica-se que o diâmetro do bocal quase não teve influência na distribuição granulométrica.

Agora, ao analisar a Figura 4.3c, a qual leva em consideração temperatura de superaquecimento ($\Delta T = 150\text{ °C}$) e diâmetro do bocal ($d_0 = 1,5\text{ mm}$) constantes e compara o comportamento de diferentes pressões impostas, percebe-se que a pressão de atomização não teve influência nas curvas obtidas pelo espalhamento de LASER. No entanto, se o diâmetro do bocal considerado foi de 2,5 mm, a pressão terá influência, assim como demonstrado pela Figura 4.3d.

Em suma, pode-se dizer que, ao considerar uma temperatura de superaquecimento constante (no caso, $\Delta T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$), se a pressão de atomização ou o diâmetro do bocal imposto no processo favorecer a formação de partículas refinadas, o outro fator pouco influenciará. Isso foi demonstrado nos gráficos da Figura 4.3. Por exemplo, a Figura 4.3a considerou pressão de atomização baixa (20 Bar), por isso o diâmetro do bocal influenciou no processo; por outro lado, na Figura 4.3b, a pressão imposta foi alta (40 Bar) e, então, o bocal pouco influenciou (o mesmo pode ser notado com as Figuras 4.3c e 4.3d).

Para analisar se a mudança de temperatura poderia causar uma variação no comportamento identificado na Figura 4.3, construiu-se a Figura 4.4, a qual compara a At. 5 com a At. 6, sendo que ambas possuem $\Delta T = 75 \text{ }^\circ\text{C}$ e $d_0 = 1,5 \text{ mm}$, e diferem na pressão imposta 20 Bar (At. 5) e 40 Bar (At. 6). Logo, percebe-se que, apesar do bocal utilizado ($d_0 = 1,5 \text{ mm}$) favorecer a formação de partículas mais refinadas, a pressão de atomização possui influência, de modo que, quando esta foi aumentada, a curva de distribuição granulométrica foi deslocada para esquerda.

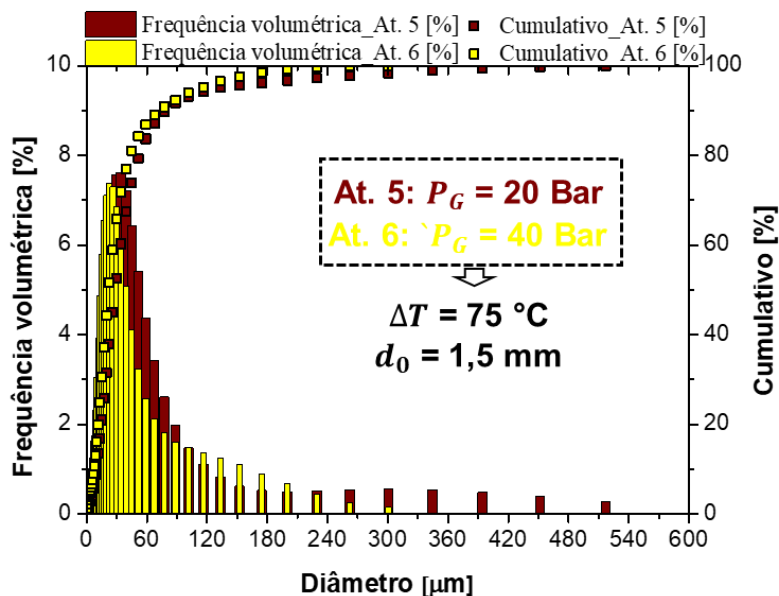


Figura 4.4 - Curvas granulométricas a partir do espalhamento de LASER (meio líquido: etilenoglicol) comparando atomizações At. 5 e At. 6.

Portanto, percebe-se que a redução da temperatura de superaquecimento fez com que ambos fatores (diâmetro do bocal e pressão de atomização) atuem em proporções iguais. Isto pode ser explicado de acordo que, quando o fluxo de metal está menos aquecido, quanto mais a pressão de atomização atuar, mas refinada serão as partículas (Figura 4.4). Porém, no caso da temperatura elevada e considerando as hipóteses sugeridas anteriormente, as partículas serão quebradas apenas até certo limite e com o menor bocal em uso (1,5 mm), elas já estariam quase em seus limites de quebra e, conseqüentemente, a pressão de atomização utilizada não afetaria o tamanho dos pós produzidos (Figura 4.3). A mesma discussão, provavelmente, poderia ser feita para o diâmetro do bocal utilizado.

Uma última discussão será proposta para elucidar a influência da temperatura de superaquecimento identificada na discussão da Tabela 4.3, ou seja, a diminuição da temperatura de superaquecimento causou um refinamento das partículas.

A Figura 4.5 compara a At. 4 ($\Delta T = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$) com At. 5 ($\Delta T = 75\text{ }^{\circ}\text{C}$) e At. 1 ($\Delta T = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$) com At.6 ($\Delta T = 75\text{ }^{\circ}\text{C}$). O diâmetro do bocal envolvido nessas quatro atomizações foi o mesmo (1,5 mm). A Figura 4.5a demonstra o refinamento a partir da diminuição da temperatura de superaquecimento quando $P_G = 20\text{ Bar}$. A Figura 4.5b ilustra a situação de quando $P_G = 40\text{ Bar}$. Como explicado anteriormente, isto ocorre pois as temperaturas alcançadas nos experimentos que levaram em consideração $\Delta T = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ foram muito elevadas, provocando possíveis reações entre metal líquido e cadinho, assim como a formação de um filme de metal líquido que não pôde ser fragmentado regularmente.

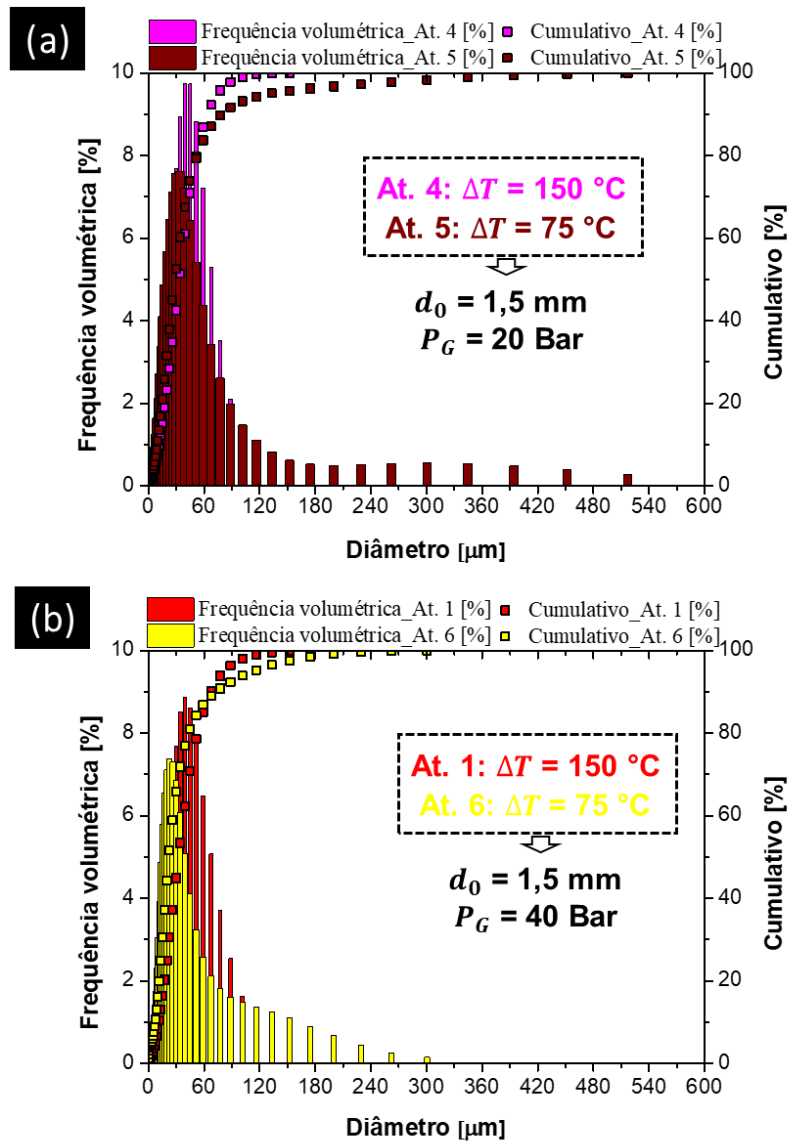


Figura 4.5 - Curvas granulométricas a partir do espalhamento de LASER (meio líquido: etilenoglicol) comparando atomizações: (a) At. 4 e At. 5; (b) At. 1 e At. 6.

4.1.4.2 Análise morfológica: Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Para análise da morfologia das atomizações realizadas, foi utilizada a técnica de MEV com detector de elétrons secundários, possibilitando a avaliação da superfície das partículas presentes nas respectivas amostras globais. Em cada uma destas amostras, quatro diferentes regiões foram analisadas e imagens foram obtidas de cada uma delas. Assim, permitindo uma análise completa do que era objetivado nesta seção.

Generalizando esta discussão, ao analisar as Figuras 4.6 e 4.7, é possível visualizar o aspecto das partículas produzidas nas amostras globais, em 500x e 1000x, respectivamente. Como esperado, em todos os experimentos, a maioria das partículas produzidas tiveram morfologia esférica, fato bem estabelecido na literatura científica [3, 22]. Ademais, é possível uma comparação qualitativa entre as amostras e perceber a diferença entre os tamanhos das partículas produzidas em cada uma delas (aspecto que foi bem detalhado na seção anterior sobre obtenção da distribuição granulométrica através do espalhamento de LASER, expondo correlações com cada conjunto de parâmetro utilizado).

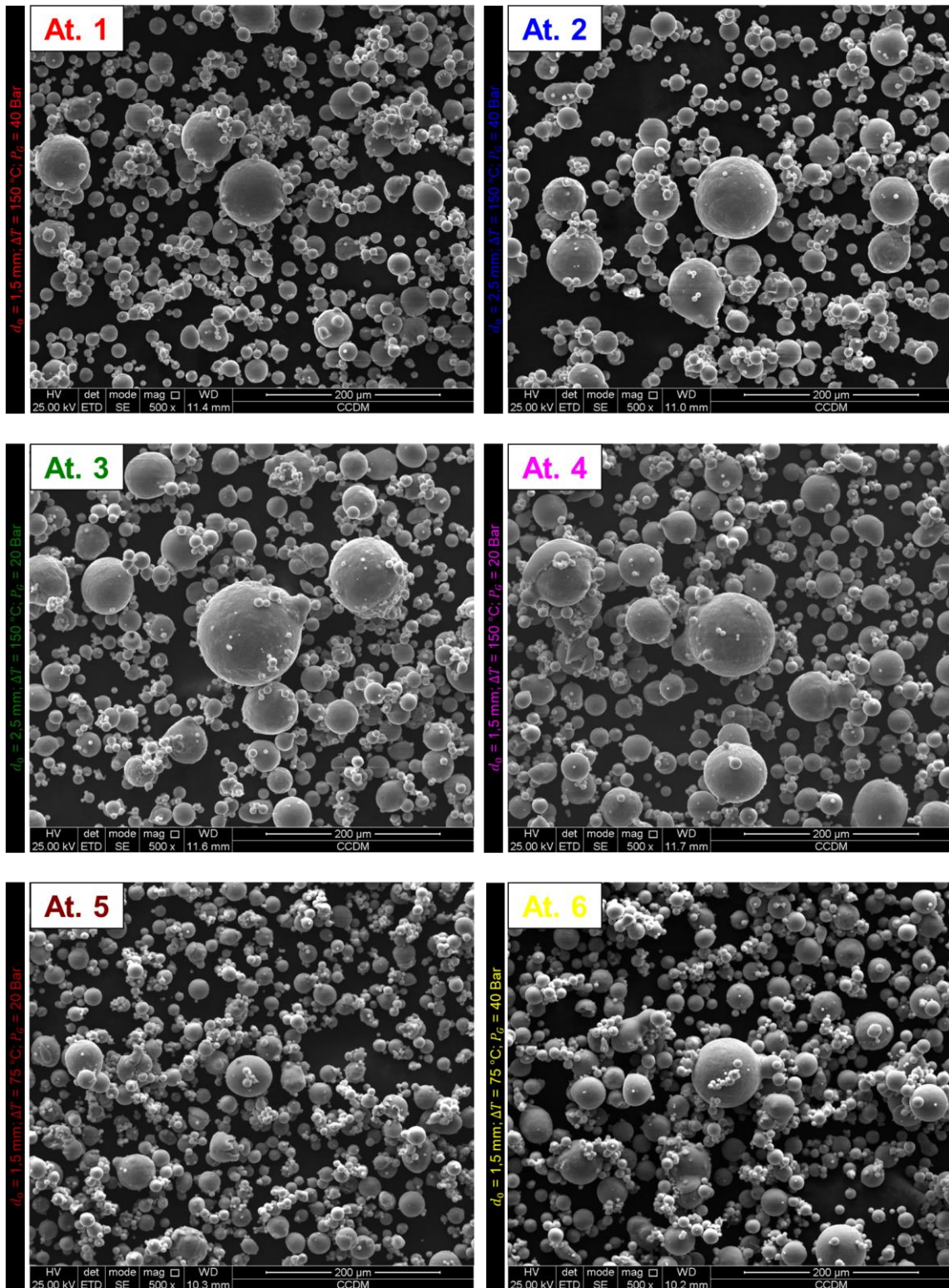


Figura 4.6 - Análise morfológica das amostras globais de cada uma das atomizações a gás realizadas (At. 1, At. 2, At. 3, At. 4, At. 5 e At. 6) (magnificação: 500x).

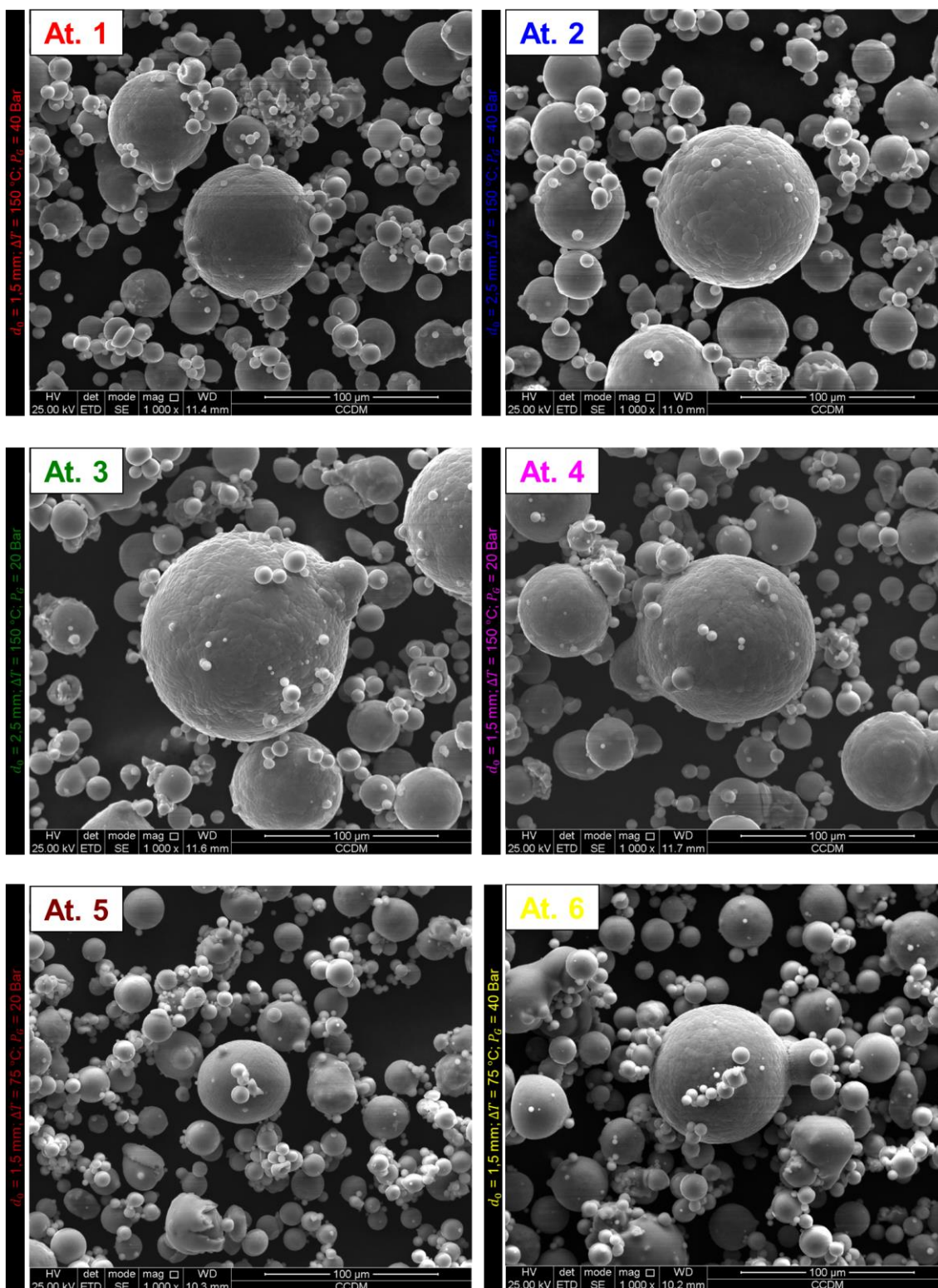


Figura 4.7 - Análise morfológica das amostras globais de cada uma das atomizações a gás realizadas (At. 1, At. 2, At. 3, At. 4, At. 5 e At. 6) (magnificação: 1000x).

Uma discussão mais detalhada será feita na sequência a respeito da presença de partículas satélites, aglomerados e partículas com formatos irregulares. Para esta análise, quatro regiões de cada amostra foram analisadas qualitativamente em imagens semelhantes às aquelas mostradas nas Figuras 4.6 e 4.7. Entende-se que uma maior quantidade de imagens e/ou regiões seria mais adequado, porém foi necessária uma quantidade viável de ser analisada manualmente.

Diferenças nas quantidades de aglomerados presentes nas amostras puderam ser identificadas através destas análises de imagens. A At. 6 foi a que apresentou a maior quantidade deste defeito, corroborando os resultados obtidos no espalhamento de LASER, ou seja, este experimento foi o que apresentou menor tamanho médio de partículas, o que favorece a formação de aglomerados, demonstrada pela análise de imagens, seguindo as tendências apresentadas na literatura [116]. Por outro lado, a At. 3 apresentou maior tamanho médio de partícula dentre as atomizações a gás realizadas e, conseqüentemente, foi a que teve a menor quantidade de aglomerados identificados. Em relação as outras atomizações, percebeu-se que as quantidades de aglomerados eram similares e, também, tais quantidades foram postas como intermediárias em relação às vistas na At. 3 e At. 6.

As partículas satélites puderam ser identificadas em todos os experimentos realizados, no entanto, a quantidade não variou com a alteração dos parâmetros de processo impostos.

Em relação às partículas com morfologias não esféricas identificadas nas imagens, percebe-se que não houve uma variação tão significativa quanto a identificada na quantidade de aglomerados. Os experimentos que mais apresentaram partículas irregulares foram At. 1 e At. 3. A At. 1 envolvia um diâmetro de bocal pequeno e uma pressão de atomização muito elevada e, conseqüentemente, o tempo de solidificação foi menor que o de esferoidização, fazendo com que algumas partículas se solidificassem antes de se tornarem totalmente esféricas, causando irregularidades; além disso, é válido citar que as possíveis reações com o cadinho e formação de filme líquido adequado não

favoreceram a formação de partículas regulares. [70]. Já a At. 3 contém partículas de grandes diâmetros e também *splats*.

4.1.5 Caracterização da amostra faixa 20-75 μm

A partir da massa peneirada de cada experimento realizado e separação da faixa granulométrica 20-75 μm , pôde-se identificar o rendimento de produção total baseado na faixa de 20-75 μm . Em outras palavras, a porcentagem mássica da faixa 20-75 μm obtida no peneiramento foi considerada como representativa da garrafa principal envolvida no processo e, conseqüentemente, pôde-se relacionar com a massa do lingote utilizado. A Tabela 4.4 mostra estes dados.

Tabela 4.4 - Rendimentos mássicos de produção da faixa 20-75 μm levando em consideração a massa da garrafa principal e a massa do lingote no início do processo.

At.	Parâmetros e níveis			Rendimento de produção da faixa 20-75 μm baseando-se em	
	d_0 [mm]	ΔT [°C]	P_G [Bar]	Massa garrafa principal [%]	Massa lingote [%]
5	1,5	75	20	75	48
6	1,5	75	40	57	40
4	1,5	150	20	60	43
1	1,5	150	40	48	34
3	2,5	150	20	38	35
2	2,5	150	40	40	31

É de conhecimento geral que o rendimento de produção seja principalmente baseado na massa do lingote utilizado, uma vez que a massa da carga inicial pode ser controlada pelos operadores do equipamento e, então, obtém-se uma previsão da quantidade a ser produzida de partículas na faixa 20-75 μm . Percebe-se que os maiores rendimentos obtidos foram de atomizações que: (i) utilizaram o menor bocal ($d_0 = 1,5$ mm) (comparando At.3/At.4 e At.1/At.2); ou (ii) ocorreram com menor temperatura de superaquecimento ($\Delta T =$

75 °C) (comparando At.1/At.6 e At.4/At.5); ou (iii) foram submetidas a menor pressão de atomização ($P_G = 20$ Bar) (comparando At.1/At.4, At.2/At.3 e At.5/At.6).

É válido destacar que, para o cálculo do rendimento, considerou-se apenas a massa da faixa granulométrica 20-75 μm presente na garrafa principal. Isto foi feito, pois, por mais que no ciclone possam estar presentes partículas contempladas em tal faixa, o presente trabalho não considera adequado misturar os pós das diferentes garrafas, uma vez que no ciclone estão presentes partículas muito finas, as quais podem prejudicar o desempenho de um conjunto granulométrico específico; e, mesmo com o método de peneiramento, as partículas muito finas ainda não seriam separadas daquelas na faixa de 20-75 μm

4.1.5.1 Fluidiez: funil de Carney

O ensaio de fluidez foi realizado utilizando funil de Carney de acordo com a norma ASTM B964-16 [88]. Para cada experimento, cinco amostras (50 g cada) foram separadas e cada uma delas testadas dez vezes nas condições: antes do aquecimento e após aquecimento (80 °C / 24 horas sob vácuo).

Sem aquecimento, nenhum pó fluiu no funil de Carney. Assim, o material foi encaminhando para o tratamento térmico. A secagem remove a umidade residual adsorvida nas porosidades da camada de alumina, a qual ocorre espontaneamente na superfície devido ao contato com o ar [86]. Dessa forma, a magnitude das forças capilares existentes entre as partículas será reduzida, melhorando a fluidez do material [86].

Dentre as atomizações a gás realizadas, apenas o pó na faixa granulométrica 20-75 μm proveniente da At. 4 fluiu após secagem. O comportamento favorável ocorreu devido à uma combinação ótima de distribuição granulométrica, além de uma quantidade não prejudicial de aglomerados, partículas satélites e partículas com morfologia irregular, fatores que podem atrapalhar a fluidez do material [86, 116]. A Tabela 4.5 ilustra o tempo médio e respectivo desvio de cada amostra da At. 4 (optou-se por colocar apenas dados da At. 4, uma vez que foi o único experimento com pós em fluxo).

Tabela 4.5 – Tempo de fluidez das respectivas amostras da At.4 na faixa granulométrica 20-75 μm .

Amostra	Tempo [s]
1	13,23 \pm 0,51
2	14,75 \pm 0,31
3	14,54 \pm 0,91
4	14,23 \pm 0,94
5	14,32 \pm 0,45

No caso das At. 1 e At. 2, mesmo com distribuições granulométricas semelhantes à At. 4 segundo os ensaios do espalhamento de LASER (Figuras 4.1 e 4.3), os pós não fluíram. Analisando as imagens de MEV (Figuras 4.6 e 4.7) e, também, as imagens retiradas das outras regiões, percebeu-se que a At. 4 tinha menor quantidade de aglomerados e partículas irregulares do que as At. 1 e At. 2, favorecendo sua fluidez.

É importante destacar que o equipamento de medição das curvas granulométricas (espalhamento de LASER) considerou todas as partículas esféricas, camuflando a morfologia irregular das partículas das At. 1 e At. 2. Além disso, sugere-se que a maior quantidade de aglomerados observados em MEV pode ter sido formada devido à uma ancoragem de partículas a partir do pó seco e irregular. Porém ao realizar o espalhamento de LASER, o material foi colocado em meio líquido, o que destruiu estes aglomerados e, conseqüentemente, eles não foram identificados nas curvas granulométricas.

As At. 5 e At. 6 também não fluíram, e supõe-se que as principais causas tenham sido as mesmas das At. 1 e At. 2, ou seja, quantidade elevada de aglomerados e presença de partículas irregulares.

Por fim, discute-se a At. 3, que fluiu parcialmente, com a formação de *rathole* durante o ensaio (Figuras 4.8a e 4.8b). *Rathole* é uma cavidade vertical formada na direção de saída do funil, ou seja, enquanto as partículas localizadas logo acima da saída escoam, a outra parte do material fica “presa” em zonas estagnadas (ao redor do funil), devido às forças de coesão e, geralmente, permanecem no local até que uma força externa seja aplicada e faça com que o fluxo continue (Figura 4.8c) [118].

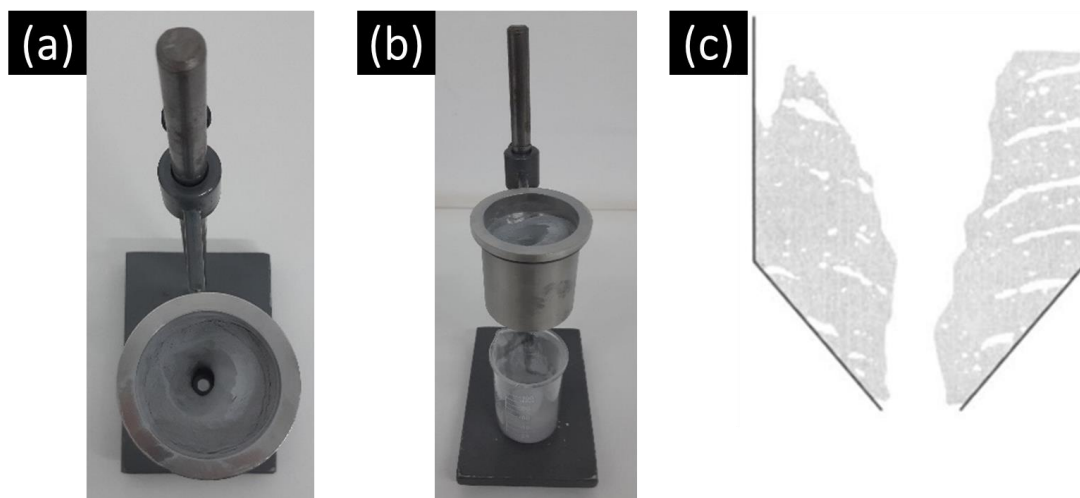


Figura 4.8 - Formação de *rathole*: (a) e (b) demonstram a formação durante a realização do ensaio de fluidez nas partículas contempladas na faixa granulométrica 20-75 μm da At. 3; (c) esquema demonstrando o perfil do *rathole* visto frontalmente [118].

Sugere-se que este comportamento de escoabilidade do pó tenha ocorrido devido ao perfil granulométrico das amostras pertencentes a At. 3. Em outras palavras, através dos ensaios de espalhamento de LASER ficou nítido que a distribuição granulométrica desta atomização foi muito mais grosseira do que dos outros experimentos. Portanto, supõe-se que, mesmo em uma faixa granulométrica idêntica (20-75 μm), a At. 3 ainda terá maior quantidade de partículas próximas ao extremo superior da faixa do que as outras atomizações, favorecendo a fluidez do pó. No entanto, partículas irregulares foram encontradas na At. 3, prejudicando sua fluidez e, não a deixando fluir normalmente.

Antes de encerrar a discussão sobre fluidez dos pós obtidos, é válido considerar uma questão relacionada ao peneiramento. Por mais que foi selecionada uma faixa granulométrica específica (20-75 μm) a partir de peneiramento, possivelmente, partículas menores do que o limite inferior da faixa (< 20 μm) ainda estão presentes e influenciam significativamente nas propriedades físicas das amostras, por exemplo, na fluidez. Portanto, além das discussões sugeridas sobre os respectivos comportamentos de fluidez dos pós, deve-se considerar o efeito de partículas muito finas ainda presentes nas amostras separadas.

4.1.5.2 Densidade aparente: funil de Carney

O funil de Carney também foi utilizado para determinação da densidade aparente, seguindo a norma B417-18 [82]. Para este ensaio, cada atomização tinha duas amostras de, aproximadamente, 125 g. Assim, cada uma delas foi ensaiada cinco vezes após secagem em forno à vácuo em 80 °C por 24 horas, com intuito de retirada da umidade residual.

A Tabela 4.6 mostra os resultados obtidos a partir dos ensaios, considerando a média e desvio padrão envolvido para cada atomização.

Tabela 4.6 - Densidade aparente obtida para cada uma das atomizações a gás realizadas na faixa granulométrica 20-75 μm .

At.	Parâmetros e níveis			Densidade aparente [g/cm ³]
	d_0 [mm]	ΔT [°C]	P_G [Bar]	
5	1,5	75	20	1,45 ± 0,02
6	1,5	75	40	1,27 ± 0,09
4	1,5	150	20	1,51 ± 0,02
1	1,5	150	40	1,29 ± 0,05
3	2,5	150	20	1,43 ± 0,03
2	2,5	150	40	1,22 ± 0,02

A At. 1, assim como a At. 2 resultaram nas menores densidades aparentes. Provavelmente, a ancoragem entre as partículas ocorreu novamente, uma vez que este ensaio é realizado com o pó seco, ou seja, semelhante as condições de fluidez. Portanto, pode-se dizer que a facilidade com que os pós provenientes da At. 1 e At. 2 se aglomeram, mesmo que na faixa granulométrica 20-75 μm , prejudicou o empacotamento do pó metálico. A At. 6 também resultou em baixa densidade aparente e sugere-se que isso foi devido à formação de aglomerados, porém estes sendo formados devido ao baixo valor de tamanho médio das partículas provenientes dessa atomização; que, mesmo na faixa

granulométrica 20-75 μm , provavelmente, possua grande quantidade de partículas próximas à 20 μm de diâmetro, favorecendo a formação de aglomerados.

A At. 3 apresentou valor intermediário de densidade aparente. Isto é uma evidência de que a At. 3 produz maior quantidade de partículas grosseiras e, conseqüentemente, menor quantidade de aglomerados irá formar, mesmo em sua faixa granulométrica 20-75 μm , uma vez que a maioria das partículas terá diâmetro próximos a 75 μm . Logo, mesmo com a presença de partículas irregulares, a baixa quantidade de aglomerados faz com que as partículas se acomodem de maneira satisfatória e eleva-se a densidade relativa.

A At. 5 também apresentou densidade aparente intermediária, porém baseando-se nas análises morfológicas, esta atomização deveria ter resultados semelhantes àqueles apresentados pelas At. 1 e At. 2. No entanto, sugere-se que, quando foi selecionada a faixa granulométrica 20-75 μm , a curva de distribuição granulométrica desta atomização pode ter sido alterada para uma condição favorável ao empacotamento das partículas, embora não tenha favorecido sua fluidez.

Por fim, a At. 4 foi a que apresentou melhor desempenho, ou seja, as partículas ficaram melhores acomodadas, devido à uma combinação ótima entre distribuição granulométrica e aspectos morfológicos, assim como discutido na seção sobre o ensaio de fluidez.

4.1.5.3 Densidade esquelética: picnometria por gás hélio

A densidade esquelética foi obtida a partir da técnica de picnometria de gás hélio, seguindo a norma B923-22 [85]. A Tabela 4.7 mostra os dados obtidos e percebe-se que os valores obtidos foram todos bem próximos entre si, ou seja, diferentes combinações de parâmetros de processo não influenciaram na densidade esquelética das partículas.

Tabela 4.7 - Densidade esquelética obtida para cada uma das atomizações a gás realizadas na faixa granulométrica 20-75 μm .

At.	Parâmetros e níveis			Densidade esquelética [g/cm ³]
	d_0 [mm]	ΔT [°C]	P_G [Bar]	
5	1,5	75	20	2,8307 \pm 0,0029
6	1,5	75	40	2,8216 \pm 0,0033
4	1,5	150	20	2,8009 \pm 0,0025
1	1,5	150	40	2,8087 \pm 0,0029
3	2,5	150	20	2,8133 \pm 0,0039
2	2,5	150	40	2,7481 \pm 0,0093

Para ilustrar estes resultados demonstrados na Tabela 4.7, a Figura 4.9 mostra seções transversais de cada uma das amostras submetidas à análise por picnometria por gás hélio e é possível comprovar tal semelhança em relação a densidade esquelética, uma vez que a porosidade interna é similar entre as partículas dos diferentes experimentos.

A Figura 4.9 também pode ser utilizada para elucidar o aspecto de partículas menores do que 20 μm ainda presentes após o peneiramento e separação da faixa granulométrica 20-75 μm (principalmente, nas At. 5 e At. 6). E, como comentado, estas partículas muito finas, podem prejudicar o desempenho do conjunto de partículas selecionado.

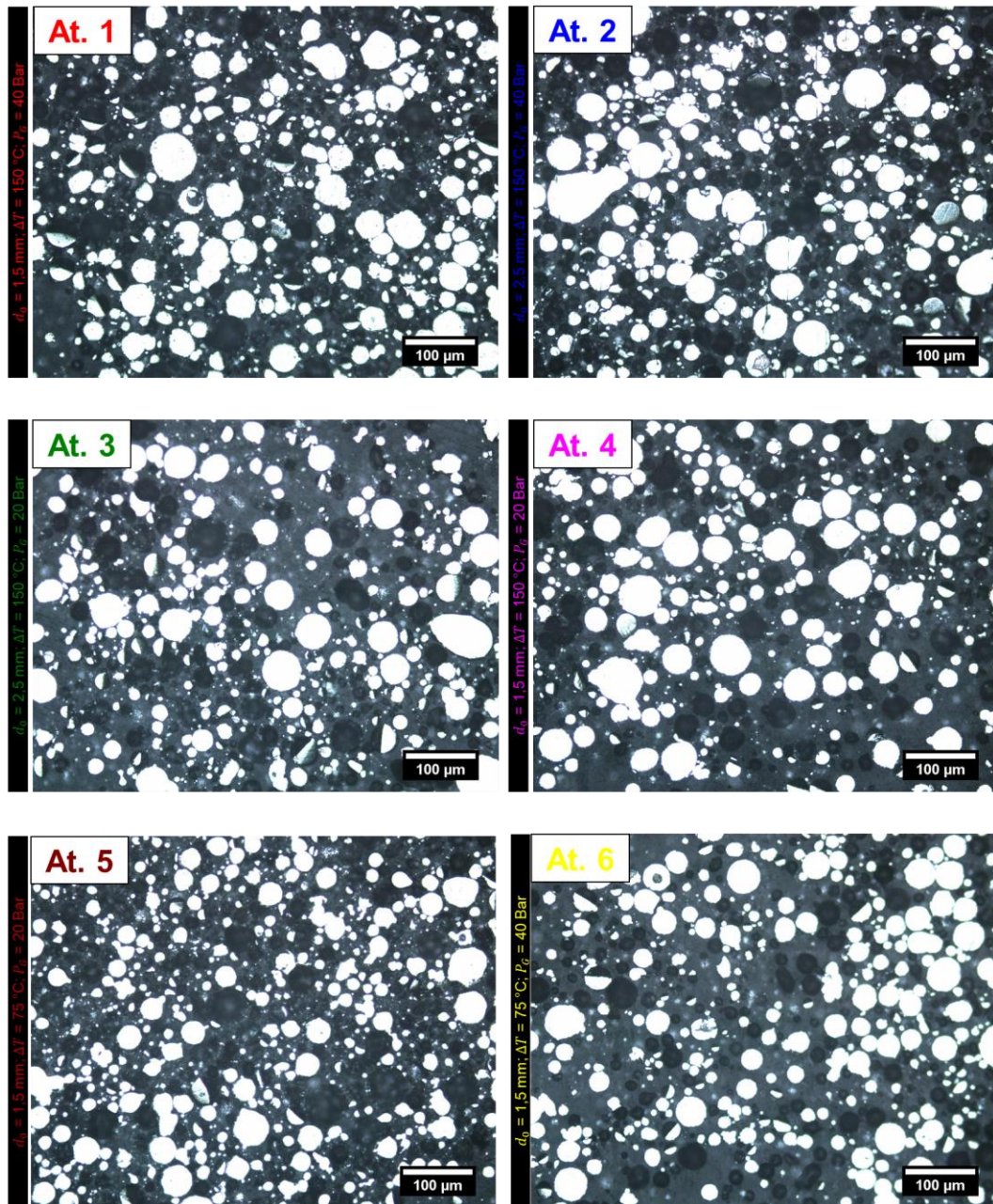


Figura 4.9 - Seções transversais de partículas na faixa granulométrica 20-75 μm obtidas através de MO para cada uma das atomizações a gás.

4.1.6 Caracterização do conjunto atomizado mais adequado para MA

Através das técnicas de caracterização aplicadas nos experimentos desta pesquisa, pode-se dizer que a At. 4 ($d_0 = 1,5 \text{ mm}$; $\Delta T = 150 \text{ }^\circ\text{C}$; $P_G = 20 \text{ Bar}$) foi a que se demonstrou mais adequada para ser aplicada no processo de LPB-F. A distribuição granulométrica ($d_{10} = 11,9 \text{ } \mu\text{m}$; $d_{30} = 23,6 \text{ } \mu\text{m}$; $d_{50} = 33,9 \text{ } \mu\text{m}$; d_{90}

= 64,2 μm) e morfologia alcançadas (quantidade intermediária de aglomerado e partículas irregulares) permitiram que o pó fluísse sem entupimento no funil de Carney (com a conversão, tem-se $\approx 0,28$ s/g) e, além disso, alcançou valores satisfatórios nos ensaios de densidade aparente ($1,51 \pm 0,02$ g/cm³) e picnometria por gás hélio ($2,8009 \pm 0,0025$ g/cm³). Embora, a At. 5 apresente o maior rendimento de produção na faixa granulométrica 20-75 μm , os pós obtidos não apresentaram um conjunto de características físicas adequado para serem aplicados em L-PBF, por isso essa atomização não foi considerada a melhor dentre as realizadas neste trabalho.

Assim sendo, uma comparação entre os valores das propriedades obtidas para as partículas da At. 4 com valores da literatura é importante para poder avaliar se de fato esses pós estão adequados a L-PBF. Estudo foi realizado para a liga Al-Cu-Mg com seu processamento via L-PBF [17, 119]. Através de diferentes caracterizações os autores identificaram que algumas peças impressas alcançaram densidades relativas maiores que 99,5%, ou seja, uma densidade adequada foi obtida [17, 119]. Destaca-se o uso de matéria prima com $d_{50} = 36$ μm , o qual se aproxima da amostra global referente a At. 4 ($d_{50} = 33,9$ μm) [17, 119]. Ademais, os autores destacam o perfil esférico com satélites nas partículas utilizadas, fator que, também se assemelha com as partículas obtidas na At. 4 [17, 119].

Aboulkhair et al. [26] realizaram um estudo das propriedades de pós de ligas de alumínio que seriam aplicados no processo de L-PBF. Os autores estudaram dois lotes distintos da liga AlSi10Mg, utilizando diferentes técnicas de caracterização e por fim concluíram qual delas resultava em um componente mais adequado [26]. Entre as caracterizações realizadas, a densidade aparente de um dos lotes foi 1,456 g/cm³ e, considerando a densidade real desta liga em 2,6 g/cm³, a camada alcançou 56% de densidade [26, 120]. Por fim, os componentes processados com este lote de pó obtiveram densidades relativas de até 99,6% [26]. Assim, utilizando o mesmo raciocínio para os resultados demonstrados pela At. 4, a qual demonstrou uma densidade aparente de, aproximadamente, 1,51 g/cm³, o que equivale a 56% da densidade real da liga

AA2017 (densidade real de $2,71\text{g/cm}^3$ obtida pelo método de Arquimedes), pode-se dizer que é mais uma característica que está de acordo com a literatura.

A fluidez apresentada pelas partículas produzidas na At. 4 também foi satisfatória, pois em um estudo realizado pelo grupo de pesquisa do DEMa/UFSCar, pós da liga AA2017 modificados com inoculantes apresentaram fluidez de $0,21\text{ s/g}$ e $0,19\text{ s/g}$, sendo que esses pós mostraram um bom comportamento durante L-PBF. Portanto, por mais que o material da At. 4 tenha mostrado um comportamento com fluidez inferior aos do referido estudo, espera-se que o pó tenha fluxo satisfatório no equipamento de L-PBF.

Em relação aos resultados de picnometria por gás hélio apresentados pelas partículas da At. 4, se considerarmos a densidade do lingote da liga AA2017 obtida por Arquimedes ($2,71\text{ g/cm}^3$), percebe-se que ficou abaixo da densidade medida por picnometria ($2,80\text{ g/cm}^3$). Sugere-se que a diferença tenha ocorrido pelo fato de que a amostra do lingote provavelmente possuía poros. No caso da picnometria, o resultado foi mais elevado, uma vez que as partículas quase não apresentaram porosidades, o que foi comprovado pelas imagens de MO (Figura 4.9). Assim, considera-se uma densidade esquelética satisfatória obtida pelas partículas provindas da At. 4.

Devido ao melhor desempenho do pó da At. 4, ele foi selecionado para ter sua microestrutura e formação de fases analisados, como será mostrado na sequência.

4.1.6.1 Análise da microestrutura e formação de fases nos pós

O padrão de difração de raios-X completo obtido para as partículas na faixa granulométrica $20\text{-}75\ \mu\text{m}$ da At. 4 pode ser visto na Figura 4.10.

Analisando o difratograma obtido, percebe-se que os picos mais intensos são pertencentes a solução sólida $\alpha\text{-Al}$, assim como já esperado. Também, vários picos do intermetálico Al_2Cu foram identificados, o que era previsto, uma vez que este é o principal intermetálico formado nas ligas AA2017.

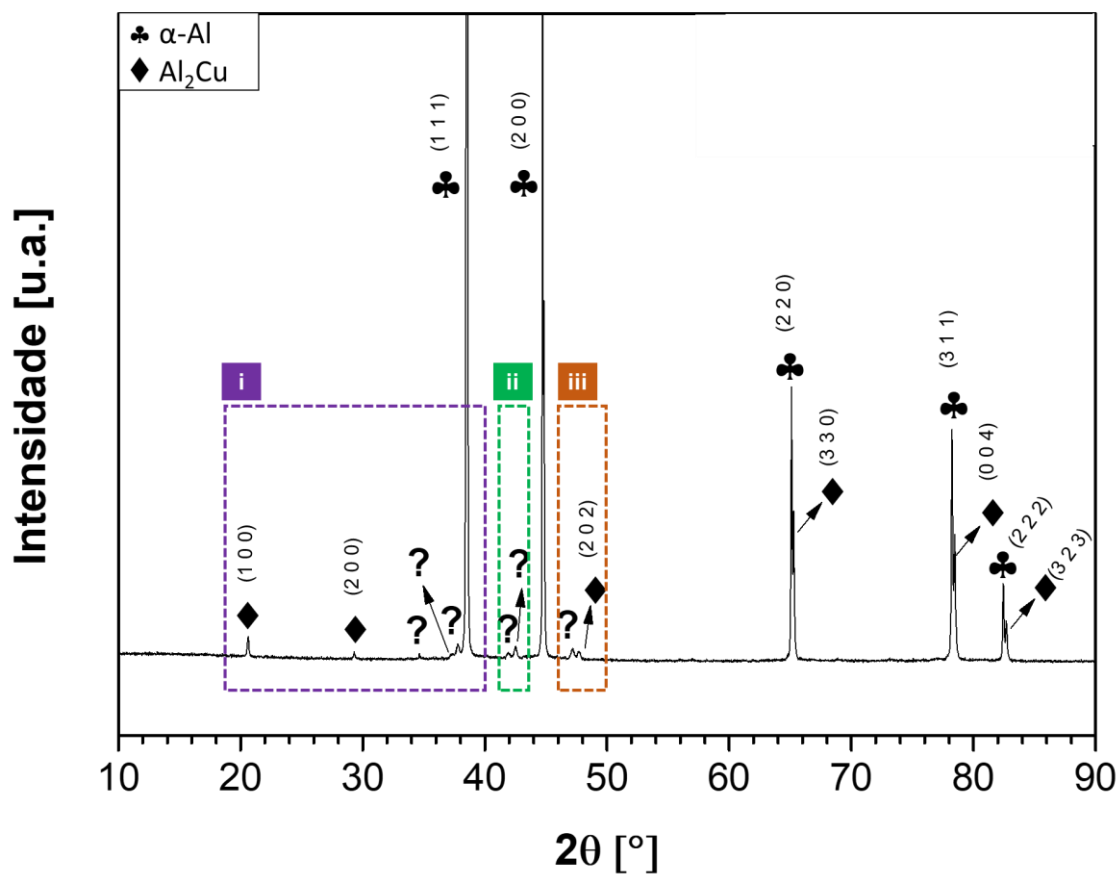


Figura 4.10 - Difratoograma de raios-X das partículas na faixa granulométrica 20-75 μm pertencentes a At. 4.

No entanto, foram identificados alguns picos com menores intensidades. A Figura 4.11 mostra uma ampliação das regiões demarcadas (i, ii e iii) na figura 4.10 para possibilitar melhor análise de tais picos.

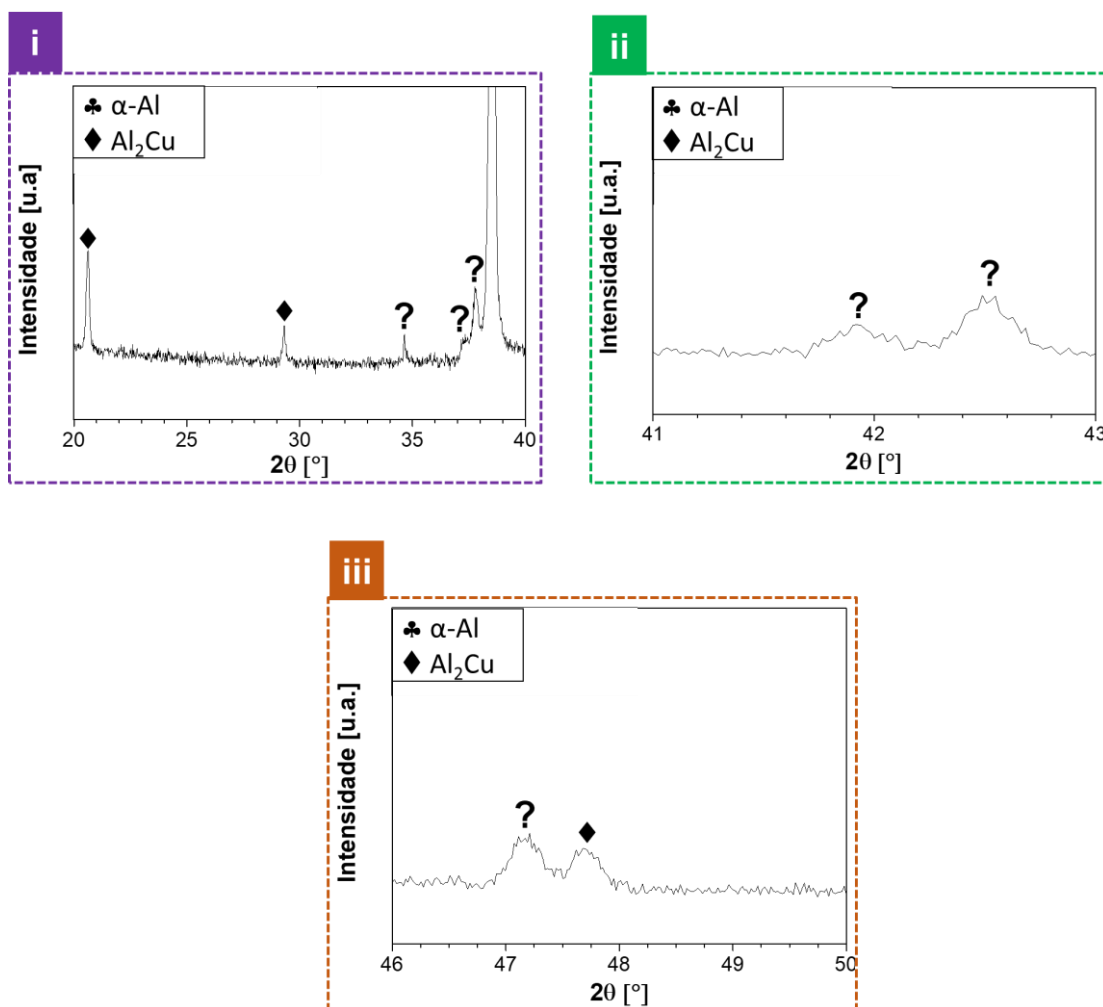


Figura 4.11 - Regiões i, ii e iii do difratograma de raios-X das partículas da At. 4 pertencentes a faixa granulométrica 20-75 μm .

Na região i (Figura 4.11), é possível observar dois picos nítidos de Al_2Cu . Porém, outros três picos localizados do lado direito da região não foram identificados. O primeiro pico não identificado ($2\theta \approx 35^\circ$) se aproxima da fase AlCuMgSi (Q), mas foi constatada uma grande diferença de intensidade entre ele e o valor registrado na respectiva ficha cristalográfica e, então, não foi possível comprovar que tal pico realmente pertença a fase AlCuMgSi (Q); logo, análises mais detalhadas deveriam ser realizadas para a confirmação. Já os outros dois picos ($2\theta \approx 37^\circ$) seriam identificados ambos como Al_2Cu ou, então, como AlCuMgSi (Q), porém, também, não foi possível ter certeza da fase ali presente.

Na região ii (Figura 4.11) não foi possível identificar os picos com total clareza, pelo mesmo motivo dos que estavam localizados em $2\theta \approx 37^\circ$.

Já na região iii (Figura 4.11), um dos picos foi identificado como fase Al_2Cu , o outro não foi possível identificar com total certeza, pois poderia ser relacionado a fase Al_2Cu ou fase Mg_2Si . No entanto, como existe um pico próximo de Al_2Cu e esta fase forma muito mais do que Mg_2Si nesta liga, espera-se que ele seja um pico Al_2Cu também.

Para melhor determinação dos picos e respectivas fases, sugere-se análises mais detalhadas, por exemplo, refinamento de Rietveld. Também é válido destacar que a técnica de DRX possui suas limitações de detecção, ou seja, fases em pequenas quantidades (< 5% em volume) podem não ter sido identificadas na análise.

Em suma, pode-se dizer que as principais fases a serem formadas na liga de alumínio AA2017 foram identificadas, que seriam $\alpha\text{-Al}$ e Al_2Cu , também observadas em estudos da literatura [18, 20, 21]. Por outro lado, esperava-se que as outras fases se formassem em uma proporção muito baixa (ou que fossem suprimidas), uma vez que o processo de atomização a gás envolve taxas de resfriamento muito elevadas ($\approx 10^3\text{--}10^4$ K/s) [33–35].

Estudos na literatura demonstraram a influência da taxa de resfriamento na microestrutura da liga de alumínio AA2017, de modo que maiores taxas de resfriamento alteraram a quantidade de intermetálicos formados e promoveram refinamento da microestrutura [20, 21]. Portanto, como a atomização a gás envolve taxas de resfriamento ainda maiores, esperava-se uma menor quantidade de intermetálicos formados.

Para complementar a caracterização das fases formadas na microestrutura das partículas, um mapeamento dos elementos químicos foi feito a partir da técnica de EDS (Figura 4.12). Para a realização, optou-se pela faixa granulométrica 106-150 μm , uma vez que a microestrutura não era tão refinada, possibilitando uma melhor visualização da distribuição dos elementos.

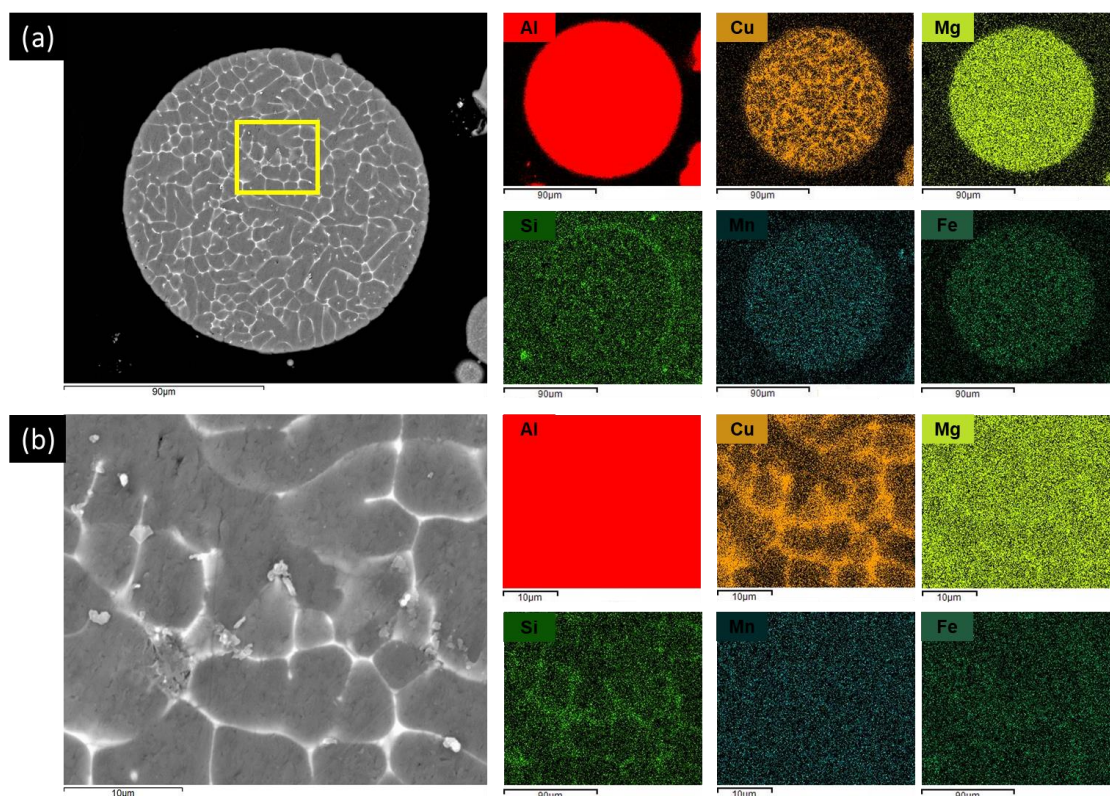


Figura 4.12 – Mapeamento dos principais elementos químicos presentes na partícula da liga de alumínio 2017: (a) menor magnificação e; (b) maior magnificação. O quadrado em amarelo em (a) refere-se a região ampliada em (b).

A partir da Figura 4.12a percebe-se que alguns elementos químicos ficaram homoganeamente distribuídos na partícula metálica (alumínio, manganês e ferro). Todavia, a Figura 4.12b demonstra que o cobre, silício e parte do magnésio ficaram concentrados nos contornos das células. Assim, a fase presente no contorno das células poderia corresponder as fases Mg_2Si e/ou $AlCuMgSi$ (Q) ou a Al_2Cu com esses elementos em solução sólida, o que estaria de acordo com o difratograma de raios-X (Figura 4.10 e 4.11).

A Figura 4.13 mostra as partículas de uma mesma faixa granulométrica ($< 20 \mu m$), porém diferentes tipos de microestruturas foram identificadas: enquanto nas Figuras 4.13a e 4.13c a microestrutura não é tão homogênea, na Figura 4.13b as fases formadas são mais bem distribuídas pela matriz $\alpha-Al$.

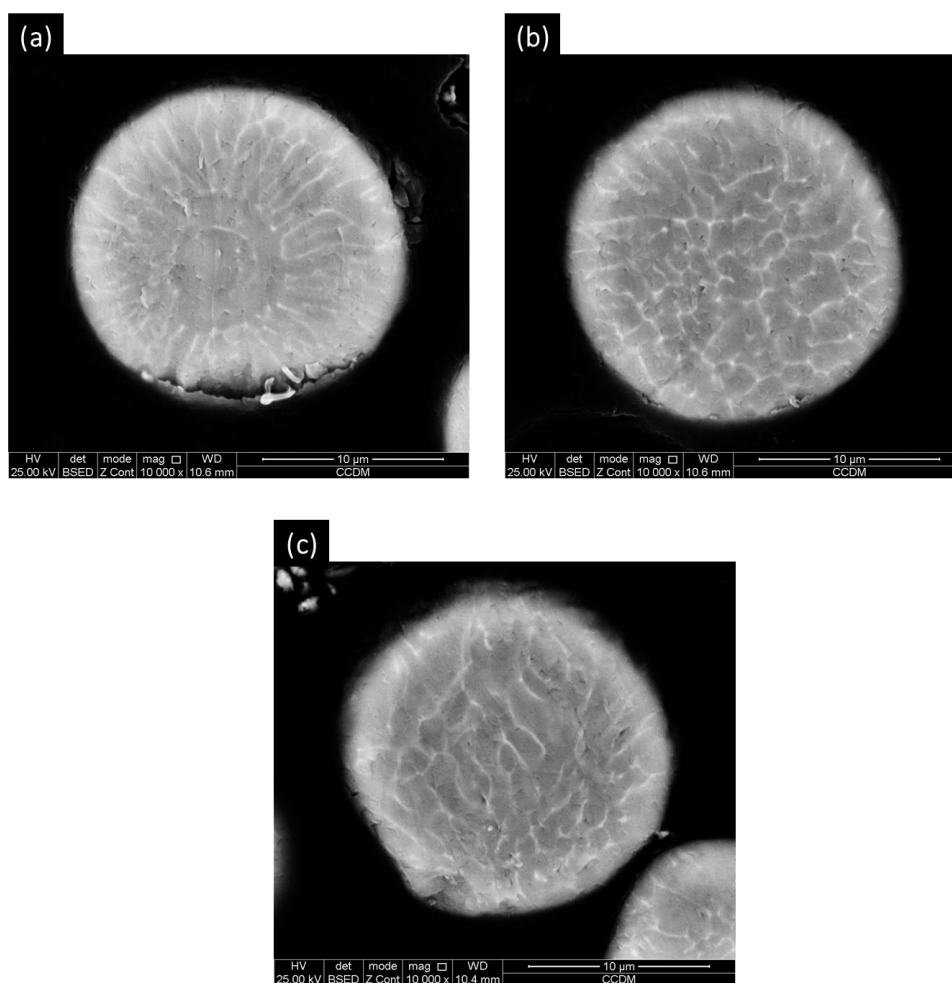


Figura 4.13 - Partículas pertencentes a faixa granulométrica $< 20 \mu\text{m}$, demonstrando diferentes microestruturas formadas devido às condições de solidificação impostas durante o processo de atomização a gás.

A literatura destaca que a formação de fases e a microestrutura são estritamente relacionadas com a taxa de resfriamento e com as respectivas condições locais de solidificação [121]. Também, ressaltam que partículas menores tendem a resfriar mais rapidamente antes da solidificação e, conseqüentemente, sofrem as maiores taxas de resfriamento [121–123]. No entanto, partículas com tamanhos e morfologias similares podem ser submetidas à diferentes condições de solidificação, gerando diferentes microestruturas, efeito que pode ser observado na Figura 4.13 [121, 124].

Com a análise da Figura 4.13, é possível identificar uma estrutura celular formada na microestrutura, o que é característico de uma combinação da taxa de solidificação e gradientes térmicos envolvidos no processo. Obviamente, tais

fatores são influenciados pelo diâmetro da partícula, ocorrendo diferenças microestruturais entre elas.

Então, baseando-se em diferentes faixas granulométricas, foi realizada uma análise do refinamento microestrutural em função do tamanho da partícula. A Figura 4.14 expõe um conjunto de imagens com microestrutura semelhante, porém com diferenças no refinamento, os quais variaram de acordo com o diâmetro do pó analisado. Na Figura 4.14, ao lado de cada uma das micrografias, está a quantidade de interseções por unidade de comprimento. Esses valores foram obtidos a partir de retas traçadas em cada uma das imagens (três retas por imagem). Dessa forma, a quantidade de interseções com paredes celulares foi contada e, por fim, era obtido a quantidade total de interseções em função do comprimento total das retas traçadas e, conseqüentemente, foi possível uma caracterização qualitativa/quantitativa em relação ao refinamento da microestrutura.

Portanto, quanto maior o valor “interseções/ μm ”, mais refinada a microestrutura, uma vez que mais paredes celulares estavam próximas. Em outras palavras, a Figura 4.14a, referente à uma partícula menor do que $20\ \mu\text{m}$, foi a que apresentou um refinamento celular mais acentuado, o que é condizente com aquilo dito na literatura, isto é, quanto menor a partícula, maiores as taxas de resfriamento envolvidas, causando o refinamento microestrutural [121–123].

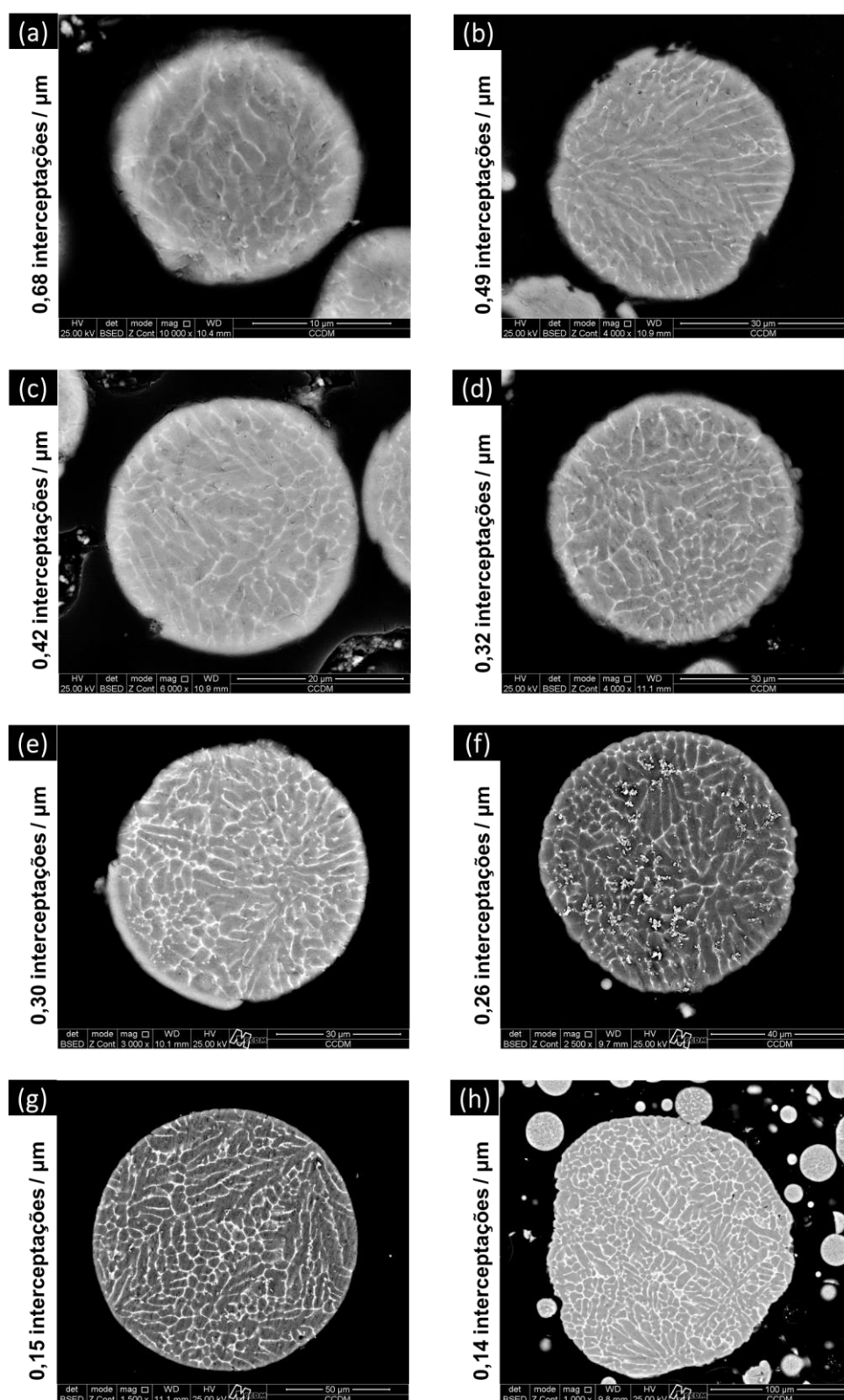


Figura 4.14 – Imagens de MEV da seção transversal das partículas de diferentes faixas granulométricas para análise do refinamento microestrutural: (a) < 20 μm ; (b) 20-32 μm ; (c) 32-45 μm ; (d) 45-53 μm ; (e) 53-75 μm ; (f) 75-106 μm ; (g) 106-150 μm ; (g) > 150 μm .

Ainda no aspecto da avaliação microestrutural, é válido destacar que, devido ao fato da microestrutura formada ser do tipo celular, não foi possível a determinação de uma taxa de resfriamento a partir da medição de braços dendríticos, assim como realizado por [34, 48].

Como exposto na seção “2.2.1.1.3 Características do pó”, Zheng et al. [34, 48] comprovaram que partículas com diâmetros menores eram submetidas à maiores taxas de resfriamento e, conseqüentemente, suas microestruturas eram mais refinadas. Eles concluíram isto através de medições realizadas em braços dendríticos de partículas pertencentes à diferentes faixas granulométricas e, posteriormente, aplicando na relação empírica $E_D = 50 * \dot{T}^{0,333}$. Provavelmente, este mesmo efeito ocorreu nesta pesquisa de Mestrado, uma vez que as partículas com menores diâmetros apresentaram as microestruturas mais refinadas, o que pode ser explicado pelas maiores taxas de resfriamento.

4.2 Modelamento Matemático Através da Equação. de Lubanska

4.2.1 Análise da viabilidade do uso da Equação de Lubanska

Para esta seção, iremos considerar uma comparação entre os valores de tamanho médio das partículas (d_{50}) obtidas experimentalmente (medidos por espalhamento de LASER, $d_{50,EXP}$) e aqueles obtidos a partir da Equação de Lubanska (2.3, $d_{50,LUB}$).

Antes de efetivamente iniciar a comparação, é importante elucidar alguns parâmetros de processo que foram considerados fixos e/ou estimados. Como já foi explicito, o processo de atomização a gás é muito complexo, visto que uma gama muito grande de parâmetros de processo está presente e, conseqüentemente, muitas interações também ocorrem, o que pode dificultar cada vez mais a obtenção/identificação dos valores exatamente envolvidos durante o processamento. Assim, as Tabelas 4.8 e 4.9 expõem cada um dos parâmetros envolvidos em conjunto com suas siglas (ou abreviações), o valor utilizado (fixo/estimado ou calculado) e, no caso do uso de uma alguma equação, esta também será apresentada, para o gás e metal utilizados, respectivamente.

Tabela 4.8 - Dados e equações utilizadas para determinação teórica de características do gás.

Parâmetro	Fixo / Variável	Equação / Valor
Gás	Fixo	Argônio
$k = \frac{C_p}{C_v}$	Fixo	$k = \frac{C_p}{C_v} = 1,667$ (4.1)
Massa molar do gás (M)	Fixo	0,0339
Pressão de atomização (P_G)	Variável	20 Bar ou 40 Bar ($20 * 10^6 Pa$ ou $40 * 10^6 Pa$)
Área da seção transversal de saída de gás (A_G)	Fixo	$1,27 * 10^{-5} m$ (estimada)
Pressão atmosférica (P_2)	Fixo	$1,01 * 10^5 Pa$
Temperatura do gás (T_2)	Fixo	298 K
Constante dos gases (R)	Fixo	$8,314 L * kPa * K^{-1} * mol^{-1}$ (4.2)
Densidade do gás (ρ_G)	Variável	$\rho_G = 4,5 * (1,6317 * 10^{-6} * P_G + 1,0585) kg/m^3$ (4.3) [65]
Velocidade do gás (V_G)	Variável	$V_G = \sqrt{\frac{R * T_2}{M} * \frac{2 * k}{k - 1} * \left[1 - \left(\frac{P_a}{P_G}\right)^{\frac{k - 1}{k}}\right]}$ m/s (4.4) [65]
Taxa de vazão de gás (teórica) (\dot{G})	Variável	$\dot{G} = A_G \sqrt{(k * \rho_G * P_G) * \left[\frac{2}{k + 1}\right]^{k + \frac{1}{k} - 1}}$ kg/s (4.5) [65]
Viscosidade dinâmica do gás (μ_G)	Fixo	$1,74 * 10^{-5} N * s * m^{-2}$ [125]
Viscosidade cinemática do gás (ν_G)	Fixo	$2,12 * 10^5 m^2/s$ [125]

Tabela 4.9 - Dados e equações utilizadas para determinação teórica de características do material.

Parâmetro	Fixo / Variável	Equação / Valor
Temperatura de fusão do material (T_M)	Fixo	916 K
Temperatura de superaquecimento (ΔT)	Variável	991 K ou 1066 K
Densidade do metal (ρ_M)	Fixo	2800 kg/m ³ (resultado picnometria)
Tensão superficial do metal (σ_M)	Variável	$\sigma_M = 0,866 - 1,5 * 10^{-4} * (T_M - 660)$ (2.5) [52]
Viscosidade dinâmica do metal (μ_M)	Variável	$\mu_M = 0,1492 * 10^{-3} * \exp\left(\frac{16500}{R * T_M}\right)$ (2.6) [52]
Viscosidade cinemática do metal (ν_M)	Variável	$\nu_M = \frac{\mu_M}{\rho_M}$ (4.6)
Número de Reynolds (Re)	Fixo	$Re = \frac{\rho_M * V_M * d_0}{\mu_M}$ (2.11) [65] (considerou-se valor em 2000; fluxo laminar)
Coefficiente de fricção (φ)	Fixo	$\varphi = 1 - \frac{7,96}{\sqrt{Re}}$ (2.10) [65]
Taxa de vazão de metal (teórica) (\dot{M})	Variável	$\dot{M} = \varphi * A_0 * \rho_M \sqrt{2 \left[\frac{P_M}{\rho_M} + g h_M \right]}$ (2.9) [65]
Diâmetro do bocal (d_0)	Variável	0,0015 m ou 0,0025 m
Pressão metalostática (P_m)	Fixo	30000 Pa
Altura da coluna de metal (h_m)	Fixo	0,12 m (estimado)
Aceleração da gravidade (g)	Fixo	9,8 m * s ⁻²

Dessa maneira, através dos parâmetros (fixos ou variados) e equações expostas nas Tabelas 4.8 e 4.9, pôde-se calcular o $d_{50,LUB}$ através da Equação de Lubanska (Equação 2.3) utilizando cada uma das combinações utilizadas nos experimentos de atomização a gás.

No entanto, para a utilização da Equação de Lubanska, é necessário obter o valor da constante empírica K, a qual é obtida através de uma regressão linear. Em outras palavras, os dados das Tabelas 4.8 e 4.9 foram aplicados na Equação de Lubanska para cada um dos experimentos realizados, sem levar em consideração o valor da constante K $\left(\sqrt{\frac{\nu_m * \sigma_m * d_0}{\nu_g * U_g^2 * \rho_m} * \left(1 + \frac{\dot{M}}{G}\right)} \right)$. Dessa forma, assim

como demonstrado no gráfico da Figura 4.15, os valores de $d_{50,EXP}$ foram plotados no “eixo y”, enquanto aqueles obtidos através da Equação de Lubanska (sem a constante K) no “eixo x”. Por fim, através de uma regressão linear o valor da constante empírica K foi determinado como sendo 164.

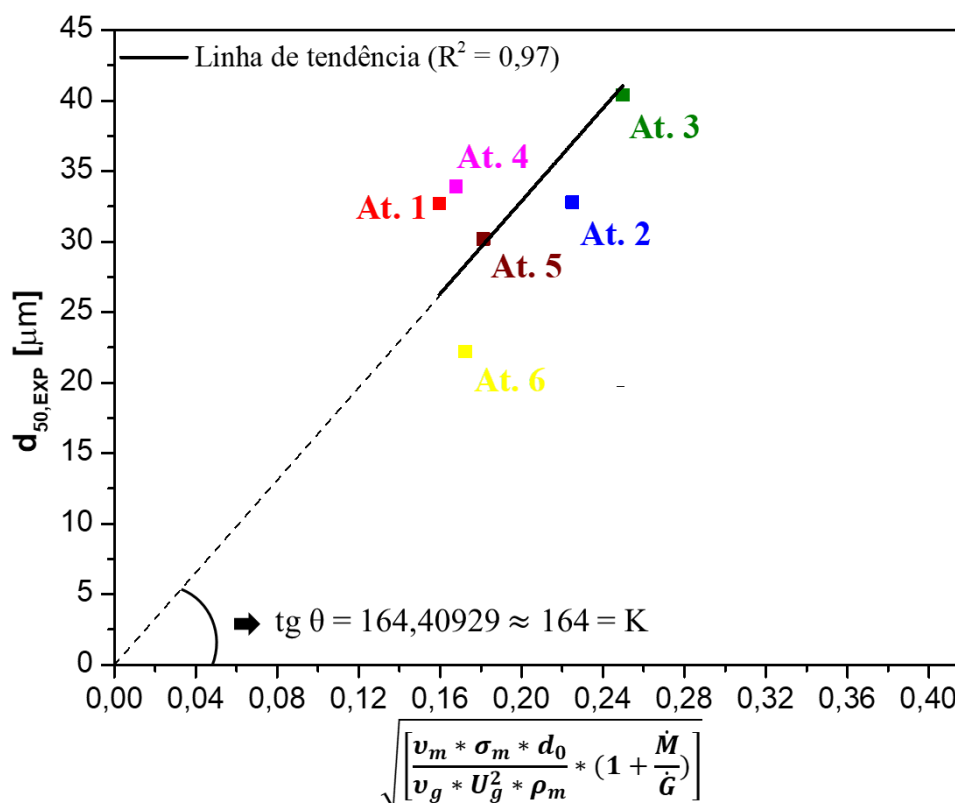


Figura 4.15 - Regressão linear realizada a partir de dados dos tamanhos médios de partículas medidos e uso da Equação de Lubanska (2.1).

Como reportado anteriormente, o valor da constante K encontrada neste estudo foi 164, o qual é diferente daquele encontrado nos estudos de Lubanska ($K = 40-50$) [60]. Tais valores não são próximos pois este parâmetro depende do tipo de atomizador utilizado e Lubanska trabalhou com um atomizador queda-livre em seus estudos [60]. Ademais é importante destacar que Lubanska não levou em consideração o efeito da pressão de aspiração em sua equação (Equação 2.3); porém, é bem estabelecido na literatura a ocorrência deste fenômeno em equipamentos do tipo acoplado, que foi o caso do atomizador utilizado neste estudo [65, 126, 127]. Portanto, como a pressão de aspiração não foi contabilizada ao aplicar a Equação de Lubanska para os experimentos feitos

nesta pesquisa, desvios nos cálculos podem ter ocorrido e, conseqüentemente, erros associados na determinação da constante K.

Outros trabalhos relataram que valores maiores de K seriam necessários ($K = 123\text{--}162$), em relação ao encontrado por Lubanska, uma vez que deveriam se adaptar aos modelos modernos de atomizadores, além de considerar que a constante K incorporaria, além de características do equipamento em si, propriedades do metal líquido e pressão do gás aplicada [65, 117, 126]. Silva et al. [65] demonstraram um valor de $K = 180$, o qual é similar ao encontrado no presente estudo ($K = 164$). Isto se deve às semelhanças dos equipamentos utilizados, porém os materiais não foram os mesmos, causando essa pequena diferença na constante K encontrada.

Posteriormente, com a constante K empírica identificada ($K = 164$), foi possível a obtenção dos respectivos valores de $d_{50,LUB}$ para cada uma das atomizações realizadas. Assim, a Tabela 4.10 mostra cada um dos pares de $d_{50,EXP}$ e $d_{50,LUB}$ obtidos. Através da análise da Tabela 4.10, é possível mais uma vez evidenciar as diferenças entre os valores medidos através do espalhamento de LASER ($d_{50,EXP}$) e aqueles previstos pela Equação de Lubanska (Equação 2.3) ($d_{50,LUB}$).

Tabela 4.10 - Valores medidos e calculados de tamanhos médios das partículas para as respectivas atomizações a gás realizadas.

At.	Parâmetros e níveis			$d_{50,EXP}$ [μm]	$d_{50,LUB}$ [μm]
	d_0 [mm]	ΔT [$^{\circ}\text{C}$]	P_G [Bar]		
5	1,5	75	20	30,2	29,7
6	1,5	75	40	22,2	28,3
4	1,5	150	20	33,9	27,6
1	1,5	150	40	32,7	26,2
3	2,5	150	20	40,4	41,0
2	2,5	150	40	32,8	36,9

A partir dos dados expostos na Tabela 4.10, construiu-se um gráfico para a comparação entre os valores de tamanhos médios de partículas. Assim, a Figura 4.16 demonstra o gráfico com tais dados e, fica nítida a semelhança entre os dados medidos e aqueles calculados a partir da Equação de Lubanska (Equação 2.3). Isso é comprovado a partir da reta de tendência traçada no gráfico, a qual possui uma inclinação muito próxima de 45° , o que reflete em um comportamento $x \approx y$, ou seja, $d_{50,LUB} \approx d_{50,EXP}$. Portanto, pode-se dizer que, embora tais diferenças entre as condições de experimentos existam e algumas considerações tiveram que ser realizadas, a Equação de Lubanska apresentou uma aplicabilidade viável neste estudo, o que também pode ser evidenciado pelo elevado valor de $R^2 = 0,97$. No entanto, antes da aplicação do método de previsão do tamanho médio de partículas, é necessária cautela e, não apenas aplicar diretamente a equação.

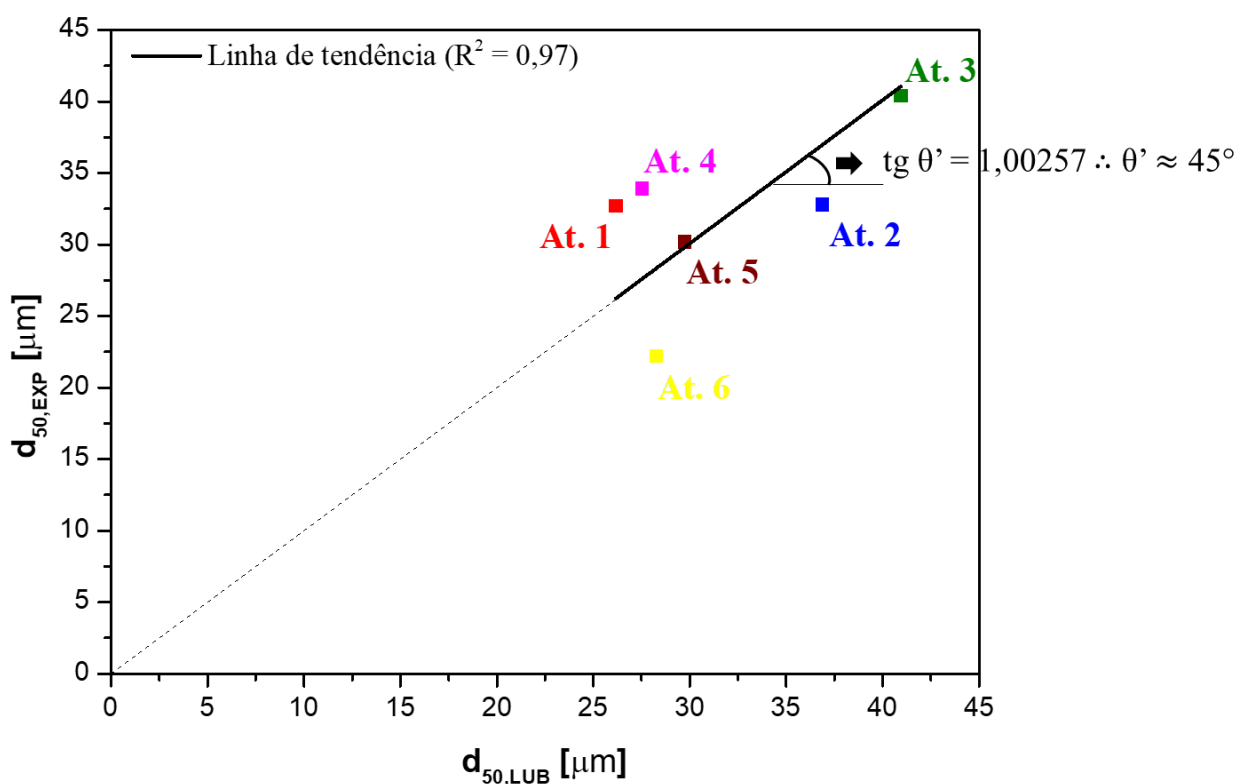


Figura 4.16 - Gráfico comparando tamanhos médios de partículas calculados ($d_{50,LUB}$) e medidos ($d_{50,EXP}$).

4.2.2 Análise da influência dos parâmetros de processo

A partir deste momento, será realizada uma comparação entre a influência dos parâmetros de processo em estudo (diâmetro do bocal, temperatura de superaquecimento e pressão de atomização) no tamanho médio de partícula, quando este é obtido através da equação de Lubanska (Equação 2.3) ($d_{50,LUB}$) ou a partir de medições/experimentalmente ($d_{50,EXP}$). Para tais análises, em ambas condições, foi utilizado o *software* estatístico Minitab 19 e aplicou-se um nível de significância (α) em 0,05 para todas elas. Logo, gráficos como de Pareto, de efeitos principais e de interação foram traçados e, por fim, as influências dos parâmetros de processo detalhadas.

De início, serão analisados dados obtidos pela Equação de Lubanska (Equação 2.3). A Figura 4.17 ilustra o gráfico de Pareto considerando os resultados obtidos com essa equação. Observa-se que o diâmetro do bocal é o parâmetro mais importante, ou seja, tem influência significativa no tamanho médio de partícula segundo a análise realizada pelo Minitab 19, o qual considerou um valor de efeito padronizado em 5,38 e o tamanho do bocal foi o único parâmetro que ultrapassou tal limite.

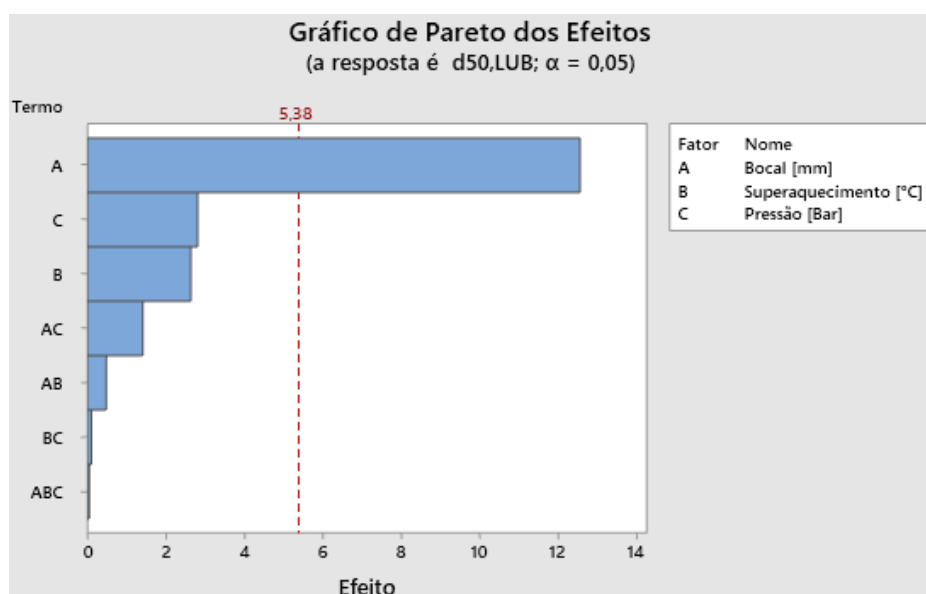


Figura 4.17 - Gráfico de Pareto levando em consideração os parâmetros de processo em estudo sendo aplicados na Equação de Lubanska (Equação 2.3).

A grande influência do bocal presente na Equação de Lubanska também foi identificada nos estudos de Silva et al. [65], no qual os autores justificam o comportamento, de modo que, como Lubanska não considerou a pressão de aspiração em seus estudos, o tamanho do bocal irá afetar diretamente (e em grande escala) o fluxo de metal líquido (\dot{M}) e, conseqüentemente, o tamanho das partículas geradas no processo [60]. Os outros parâmetros de processo (temperatura de superaquecimento e pressão de atomização) também possuíram certo grau de importância no tamanho médio das partículas obtidas, porém seguindo a análise realizada pelo Minitab 19, tais parâmetros não são considerados como potencialmente influentes no processo.

Ainda, na Figura 4.17, percebe-se que a interação entre os fatores quase não influenciou no valor final da Equação de Lubanska, portanto, optou-se por não incluir os gráficos de interação, e mostrar apenas gráficos de efeitos principais (Figura 4.18), ou seja, eles demonstram as influências individuais de cada um dos parâmetros de processo em análise.

O potencial efeito do diâmetro de bocal é evidenciado na Figura 4.18. Além disso, percebem-se semelhanças entre as influências da temperatura de superaquecimento e pressão de atomização, de modo que atuam de maneira similares tanto na parte qualitativa quanto quantitativa.

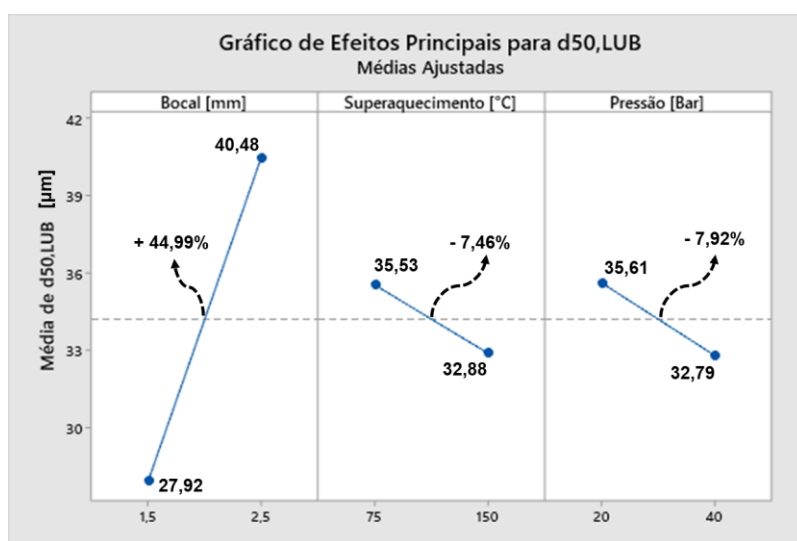


Figura 4.18 - Gráfico de efeitos principais levando em consideração os parâmetros de processo em estudo sendo aplicados na Equação de Lubanska (Equação 2.3).

Através das análises estatísticas realizadas pelo Minitab 19, o *software* também sugeriu uma possível equação para previsão de $d_{50,LUB}$ (para a janela de processamento testada), a qual está exposta a seguir (Equação 4.7):

$$d_{50,LUB} = (5,355) + (18,77 * d_0) - (0,004733 * \Delta T) + (0,1575 * P_G) - (0,01747 * d_0 * \Delta T) - (0,1580 * d_0 * P_G) - (0,000147 * \Delta T * P_G) + (0,000147 * d_0 * \Delta T * P_G) \quad (4.7)$$

Vale destacar que, a análise da influência dos parâmetros de processo na Equação de Lubanska (2.3) foi realizada aplicando os oito experimentos previamente planejados, uma vez que bastou apenas a aplicação dos dados na equação. Porém, a partir de agora, será analisada a influência de tais parâmetros de forma experimental, ou seja, para os resultados medidos através do espalhamento de LASER, e, como apenas seis atomizações a gás foram possíveis de serem realizadas, apenas seis experimentos/pontos experimentais serão considerados na análise estatística a seguir.

A Figura 4.19 ilustra o gráfico de Pareto para os pontos experimentais. O que mais chama atenção é que nenhum dos parâmetros (ou interação entre eles) ultrapassa a linha de fronteira (26,74) para ser considerado um fator significativamente influente no processo de atomização a gás. Levantam-se algumas hipóteses para tal ocorrência: (i) uma vez que foi utilizado um *software* estatístico e apenas seis experimentos foram apresentados, pode ser considerado uma baixa quantidade de valores e os resultados sofram muitos desvios, ficando inconsistentes com a realidade; (ii) nenhum fator (ou interação) se sobressai, mas uma atuação conjunta em (quase) mesma proporção de influência. Também, é importante citar que a interação entre diâmetro de bocal e temperatura de superaquecimento não está contemplada na Figura 4.19, pois não haviam dados suficientes (experimentos faltantes) para que o *software* pudesse obter um resultado para esta análise.

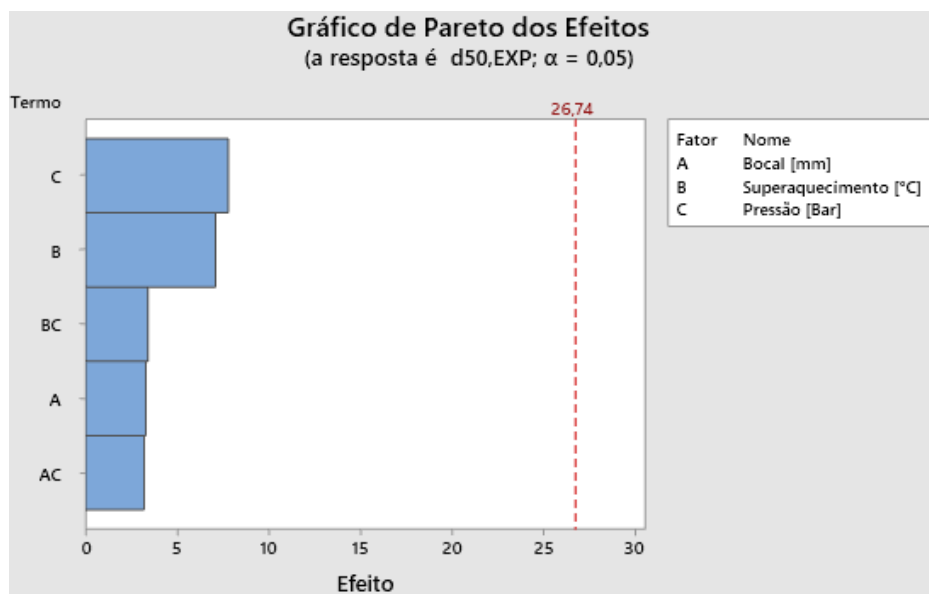


Figura 4.19 - Gráfico de Pareto levando em consideração os parâmetros de processo em estudo e medidas obtidas experimentalmente (medidos através do espalhamento de LASER).

Considerando que a linha de fronteira (26,74) foi muito elevada em relação às respectivas influências dos fatores e interações, será realizada uma análise qualitativa, ou seja, consideraremos apenas a questão do tamanho das barras no gráfico de Pareto (Figura 4.19). Observa-se que, quando é levado em consideração os dados experimentais, a pressão de atomização é o fator que mais influencia no processo seguida da temperatura de superaquecimento. Por outro lado, o tamanho do bocal (parâmetro mais influente na Equação de Lubanska) teve sua influência reduzida. E, mais uma vez, pode ser dito que, provavelmente, esta inversão na classificação dos parâmetros mais influentes na produção dos pós foi causada devido à presença da pressão de aspiração.

Além disso, na Equação de Lubanska não são contabilizadas as influências de interações de parâmetros. Isso foi evidenciado na análise realizada anteriormente (Figura 4.17), na qual demonstrou-se que as maiores influências se devem a atuação individual de cada um dos parâmetros, enquanto que as interações entre eles possuíam baixas influências. Por outro lado, quando se analisa o contexto experimental, leva-se em consideração tais interações entre fatores, por exemplo, a que ocorre com a temperatura de superaquecimento e a pressão de atomização, sendo até mesmo mais influente

que o bocal atuando sozinho. Portanto, este seria mais um motivo pelo qual o ordenamento das maiores e menores influências foi alterado ao trocar a condição analisada (de Equação de Lubanska para dados experimentais).

A Figura 4.20 evidencia gráficos de efeitos principais, possibilitando a identificação das maiores influências da pressão de atomização e da temperatura de superaquecimento. Em módulo, percebe-se que a influência da temperatura de superaquecimento está maior do que a de pressão de atomização, porém ao considerar um mesmo “sentido” de influência, ou seja, ambos parâmetros de processo buscando aumentar (ou diminuir) o tamanho médio de partícula, a pressão de atomização irá sobressair sobre a temperatura de superaquecimento, por isso ela é considerada como o parâmetro de maior influência, assim como demonstrado no gráfico de Pareto (Figura 4.19). Também, fica explícita a menor influência do diâmetro do bocal.

O que também chama atenção na Figura 4.20 é a influência da temperatura de superaquecimento. Na Equação de Lubanska, quanto maior a temperatura de superaquecimento, menores serão as partículas produzidas (e vice-versa), porém na prática o resultado foi o inverso, ou seja, temperaturas menores produziram partículas mais refinadas, assim como demonstrado anteriormente pelos ensaios de determinação das respectivas curvas granulométricas das atomizações a gás (Figura 4.1).

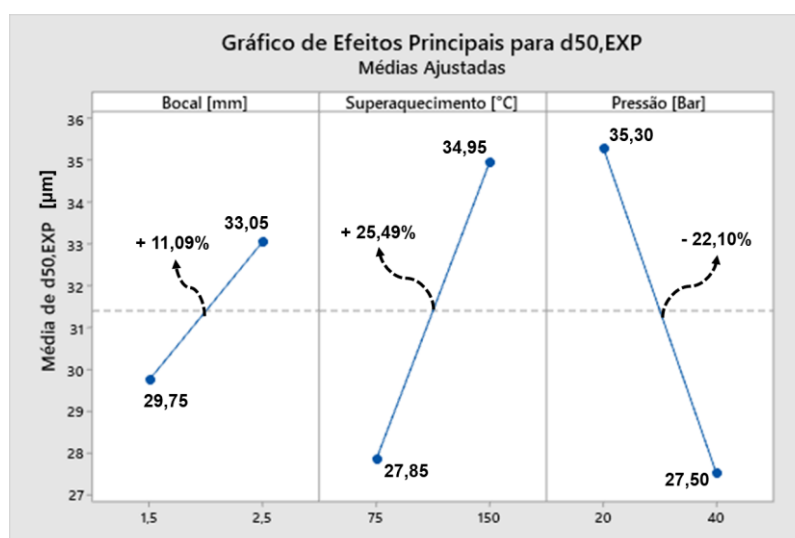


Figura 4.20 - Gráfico de Efeitos Principais levando em consideração os parâmetros de processo em estudo e medidas obtidas experimentalmente (medidos através do espalhamento de LASER).

Além de uma análise individual dos parâmetros de processo, as interações entre eles também foram investigadas, de modo que, conforme demonstrado pelo gráfico de Pareto (Figura 4.19), elas tiveram uma influência maior do que quando foi aplicada a Equação de Lubanska (Figura 4.17).

Assim, a Figura 4.21 ilustra as interações entre os parâmetros de processo em estudo. Como na Figura 4.19, a interação entre o diâmetro do bocal e a temperatura de superaquecimento não pôde ser investigada pelo Minitab 19, devido à falta de dados experimentais para estas atomizações a gás.

Logo, a partir da Figura 4.21 será analisada as interações entre pressão de atomização/diâmetro do bocal e pressão de atomização/temperatura de superaquecimento. Para a interação pressão de atomização/diâmetro do bocal, quando a pressão imposta é 40 Bar, o diâmetro do bocal quase não influencia, porém caso este valor seja diminuído para 20 Bar, o tamanho do bocal passa ter maior atuação (a análise inversa também é válida, ou seja, caso o diâmetro do bocal seja pequeno, a pressão de atomização terá uma influência menor do que se o diâmetro do bocal for maior) (esta análise foi evidenciada na discussão da Figura 4.3).

No caso do outro gráfico (interação pressão de atomização/temperatura de superaquecimento), quando a pressão é maior (40 Bar), a temperatura de superaquecimento terá maior influência no tamanho médio de partícula (a análise inversa também é válida, como realizada na discussão da interação anterior).

Portanto, pode-se dizer que, tamanho de bocal e temperatura de superaquecimento atuam de formas diferentes ao serem relacionadas com a pressão de atomização.

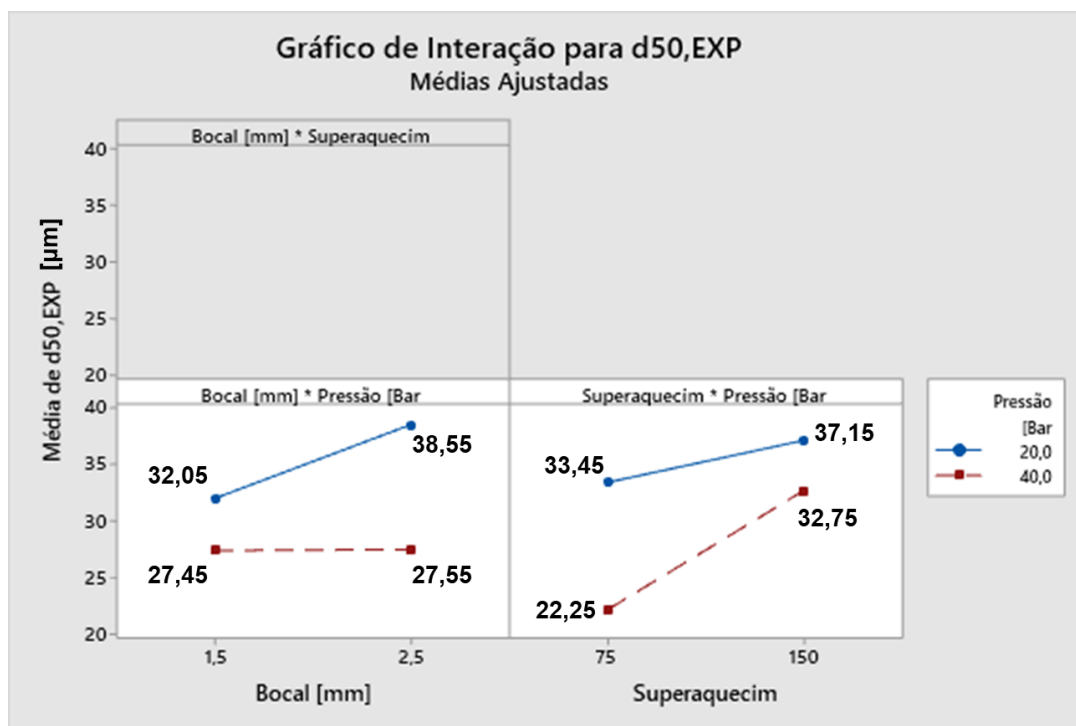


Figura 4.21 – Gráfico de interação levando em consideração os parâmetros de processo em estudo e medidas obtidas experimentalmente (medidos através do espalhamento de LASER).

Através das análises estatísticas realizadas pelo Minitab 19, o *software* também sugeriu uma possível equação para previsão de $d_{50,EXP}$ (para a janela de processamento testada), a qual está exposta a seguir (Equação 4.8):

$$d_{50,EXP} = (21,95) + (12,90 * d_0) - (0,04133 * \Delta T) - (0,26 * P_G) - (0,32 * d_0 * P_G) + (0,004533 * \Delta T * P_G) \quad (4.8)$$

Em suma, foi identificado que os parâmetros de processo em estudo atuam em proporções diferentes dependendo do contexto que se analisa: por cálculos de previsões utilizando a Equação de Lubanska ou através de dados experimentais.

Prováveis motivos foram explicitados, mas, em especial, tais diferenças se devem a ocorrência da pressão de aspiração e interações entre fatores, ambos pontos não são levados em consideração na Equação de Lubanska e,

consequentemente, impacta na significância de atuação de cada um dos parâmetros de processo em estudo.

4.3 Discussão geral dos resultados

A partir dos resultados e discussões demonstrados anteriormente, a influência dos parâmetros de processo pôde ser identificada. Obviamente, que se o número de experimentos e técnicas de caracterização fossem maiores, as influências poderiam ser melhores compreendidas e, até mesmo, identificar novas interações ou fatores que impactam no processo de atomização a gás.

No entanto, ao considerar os experimentos realizados durante esta pesquisa e os ensaios à que as partículas produzidas foram submetidas, com certeza uma avaliação satisfatória foi atingida e, também, o estudo sistemático ao qual se buscava, foi realizado.

Através das análises, foi identificado que a variação nos parâmetros de processo em estudo praticamente não influenciou no tamanho médio das partículas obtidas, enquanto que a largura da curva de distribuição granulométrica foi significativamente impactada, o que gerou diferenças no comportamento dos pós obtidos. Além disso, ao considerar a morfologia dos pós produzidos, foram observadas grandes diferenças entre os experimentos realizados, principalmente na quantidade de aglomerados; a quantidade de partículas satélites foi similar para todas as atomizações a gás. Por fim, a At. 4 ($d_0=1,5\text{mm}$; $\Delta T=150\text{ }^\circ\text{C}$; $P_G=20\text{ Bar}$) foi o experimento que resultou em partículas mais adequadas a serem processadas através de MA/L-PBF por conta principalmente de sua melhor fluidez.

Em relação a análise teórica sugerida baseada na Equação de Lubanska, diferenças entre $d_{50,EXP}$ e $d_{50,LUB}$ foram identificadas, uma vez que a equação utilizada não leva em consideração fatores que ocorrem na prática, por exemplo, a pressão de aspiração e interação entre fatores. Porém, identificou-se certa concordância entre os resultados obtidos entre $d_{50,EXP}$ e $d_{50,LUB}$ e, então, esta equação pode ser validada para a previsão do tamanho médio das partículas de ligas de alumínio a serem obtidas no mesmo atomizador desta pesquisa. Ressalta-se ainda que, a equação deve ser utilizada com certa cautela, uma vez

que diferenças de resultados podem ser encontradas e, também, desvios podem ocorrer ao alterar a composição da liga. Todavia, por mais que o resultado da previsão não seja exatamente o que será produzido, será possível estimá-lo.

5 CONCLUSÕES

Na presente dissertação, foi estudada a influência dos principais parâmetros de processo na atomização a gás (diâmetro do bocal, temperatura de superaquecimento e pressão de atomização) e, para isso, foi utilizada a liga de alumínio 2017. Dessa forma, diferentes combinações destes parâmetros foram obtidas através do planejamento de experimentos, o qual visava a obtenção de maior rendimento do processo, ou seja, buscava-se um aumento na quantidade de partículas obtidas que obedeceriam aos requisitos de L-PBF através de uma combinação específica de tais parâmetros. Os pós obtidos foram investigados por diversas técnicas de caracterização e as conclusões do trabalho foram:

1. Considerando os três parâmetros estudados neste trabalho, dada uma temperatura constante, o diâmetro do bocal e a pressão de atomização é que vão atuar diretamente em G/M;
2. Considerando diâmetro do bocal e temperatura de superaquecimento constantes, o aumento da pressão de atomização causou um aumento na velocidade do metal líquido, ou seja, a pressão de aspiração envolvida foi negativa. Assim, tanto a taxa mássica de gás, quanto a taxa mássica de metal líquido aumentaram quando maiores pressões de atomização foram impostas no processo, o que gerou maiores valores da proporção garrafa principal/ciclone e de G/M;
3. Os maiores rendimentos de produção de pó na faixa granulométrica adequada para MA/L-PBF (20-75 μm) foram obtidos nos experimentos que ocorreram com: (i) combinações de parâmetros que envolveram o menor bocal ($d_0 = 1,5 \text{ mm}$); ou (ii) combinações de parâmetros que envolveram a menor temperatura de superaquecimento ($\Delta T = 75 \text{ }^\circ\text{C}$); ou (iii) combinações de parâmetros que envolveram a menor pressão de atomização ($P_G = 20 \text{ Bar}$). Isso foi comprovado através da At.5 ($d_0 = 1,5\text{mm}$; $\Delta T = 75 \text{ }^\circ\text{C}$; $P_G = 20 \text{ Bar}$), que foi submetida ao menor diâmetro de bocal, menor temperatura de superaquecimento e menor pressão de atomização e, conseqüentemente, obteve-se o maior

rendimento de produção de pó na faixa granulométrica adequada para MA/L-PBF (20-75 μm) dentre os experimentos realizados (48%);

4. Através dos ensaios de espalhamento de LASER foi demonstrado que a variação dos parâmetros em estudo quase não alterou os tamanhos médios de partículas das respectivas atomizações a gás (com exceção das At.3 e At.6). Por outro lado, a largura da curva de distribuição granulométrica (medida com o IDR), se demonstrou bem impactada pela alteração dos parâmetros de processo.;
5. Quanto mais elevado o valor de G/M envolvido na atomização, menor foi o d_{90} obtido, conseqüentemente alterando a largura da curva de distribuição granulométrica. Em outras palavras, quando maiores pressões de atomização foram impostas no processo, a energia cinética do gás era maior e, conseqüentemente, gerava quebras secundárias mais efetivas das partículas;
6. Para $\Delta T = 150\text{ }^\circ\text{C}$, um maior efeito no refino do pó foi identificado individualmente para os outros parâmetros (diâmetro do bocal e pressão de atomização). Ou seja, quando a pressão de atomização era elevada (40 Bar) ou, então, o menor bocal utilizado (1,5 mm), as partículas foram refinadas independente do outro fator. Por outro lado, para $\Delta T = 75\text{ }^\circ\text{C}$, a influência conjunta dos parâmetros ficou mais evidente, com ambos (diâmetro do bocal e pressão de atomização) atuando em uma mesma proporção;
7. Em geral, a morfologia das partículas obtidas foi esférica. No entanto, a quantidade de aglomerados sofreu influência dos parâmetros de processo impostos. Já no caso das partículas satélites, não houve variação.
8. Nenhum conjunto de partículas das respectivas atomizações a gás fluiu sem estar aquecido. Após o tratamento térmico em forno à vácuo sob $80\text{ }^\circ\text{C}$ durante 24 horas, a At.4 foi o único experimento que proporcionou partículas que fluíram pelo funil de Carney, devido à uma combinação ótima de distribuição granulométrica e aspectos morfológicos. Possivelmente, devido aos mesmos motivos, esta

atomização apresentou a densidade aparente mais elevada dentre as realizadas;

9. A densidade esquelética obtida pela picnometria por gás hélio não foi impactada pelas variações nos parâmetros de processo em estudo. E destaca-se o fato de as densidades esqueléticas das partículas terem sido elevadas, ou seja, quase não houve a formação de porosidades internas;
10. As análises metalúrgicas identificaram as principais fases formadas na liga de alumínio AA2017 (α -Al e Al_2Cu). Além disso, observou-se uma estrutura celular nas seções transversais das partículas. Também, a configuração microestrutural variou para partículas de mesmos diâmetros, o que pode ser explicado pelo efeito das condições locais em que estas partículas foram solidificadas, ou seja, não apenas o diâmetro, mas também as condições impactam na microestrutura do material. Ademais, foi identificado um refinamento da microestrutura em função do diâmetro da partícula, ou seja, menores partículas são submetidas a taxas de solidificação mais severas e, conseqüentemente, possuem microestrutura mais refinada;
11. A análise matemática demonstrou uma similaridade entre os valores de tamanhos médios de partículas obtidos experimentalmente e através da Equação de Lubanska. No entanto, desvios ainda estão presentes, possivelmente por aspectos que não são levados em consideração no cálculo, por exemplo, a interação entre parâmetros de processo e, principalmente, a pressão de aspiração;
12. Também, com a análise matemática pôde-se identificar o grau de influência de cada um dos parâmetros de processo em estudo. Isto é, ao considerar o cálculo de previsão do tamanho médio de partícula, o diâmetro do bocal teve a maior influência, seguido pela pressão de atomização e temperatura de superaquecimento (as interações tiveram baixas influências). Por outro lado, ao observar os resultados experimentais, percebeu-se que a pressão de atomização

é o fator que mais influenciou seguido da temperatura de superaquecimento e da interação temperatura de superaquecimento/pressão de atomização.

6 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

O estudo da presente dissertação foi conduzido dentro do proposto em seus objetivos, com exceção das duas atomizações faltantes, as quais foram impossibilitadas de serem realizadas. No entanto, contribuições significativas foram obtidas, principalmente, no que se refere ao atomizador a gás propriamente dito que foi utilizado ao longo da pesquisa. Todavia, alguns pontos necessitam ser melhor explorados, por exemplo, no que se refere à melhor compreensão dos parâmetros estudados nesta pesquisa e, também, determinação de outros que podem interferir significativamente nas partículas obtidas. Lista-se algumas sugestões:

1. Finalização dos dois experimentos faltantes que foram propostos nesta pesquisa. Além da possibilidade de poder explorar outros fatores e níveis, o que aumentaria cada vez mais a compreensão dos parâmetros e interações que atuam no processo de atomização a gás;
2. Como demonstrado, o tamanho médio de partículas praticamente não foi influenciado com os diferentes conjuntos de parâmetros utilizados. No entanto, um impacto significativo no valor de d_{90} foi determinado e, então, sugere-se o desenvolvimento de um novo modelo de previsão, porém focado em d_{90} . Na discussão da Figura 4.2b, foi dada uma possível equação para cálculo de d_{90} em função de G/M, porém uma validação ainda é necessária com uso de outros níveis, assim como um refinamento da mesma. Por fim, uma vez que a equação de Lubanska foi validada para este estudo e em conjunto com uma equação adequada para previsão de d_{90} , seria possível a obtenção de uma prévia da distribuição granulométrica a ser obtida experimentalmente, o que reduziria a quantidade de experimentos a ser realizada, uma vez que o operador poderia antes de produzir o pó, realizar testes através de tais equações, e assim ajustar os parâmetros e seus respectivos níveis;

3. Caracterização microestrutural mais detalhada, possibilitando um melhor entendimento do refinamento e/ou supressão de fases formadas.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] OLAKANMI, E.O.; COCHRANE, R.F.; DALGARN, K.W. A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties. **Progress in Materials Science**, 74, 401–477, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.03.002>>.
- [2] VISIONGAIN LTD. **Global Steel Market is projected to grow at a CAGR of 3.9% By 2031: Visiongain Research Inc.** Disponível em: <<https://www.globenewswire.com/news-release/2022/02/03/2378598/0/en/Global-Steel-Market-is-projected-to-grow-at-a-CAGR-of-3-9-By-2031-Visiongain-Research-Inc.html#:~:text=The global steel market was,the forecast period 2021-2031.>>>. Acesso em: Apr. 11, 2022.
- [3] MATSAGOPANE, G. et al. Conceptual Design Framework for Setting Up Aluminum Alloy Powder Production System for Selective Laser Melting (SLM) Process. **JOM**, 71, 5, 1843–1860, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11837-019-03431-w>>.
- [4] MROCZKA, K.; WÓJCICKA, A.; KURTYKA, P. 2017A Aluminum alloy in different heat treatment conditions. **Acta Metallurgica Slovaca**, 18, 2–3, 82–91, 2012.
- [5] STATISTA RESEARCH DEPARTMENT. **Global aluminum consumption from 2016 to 2023.** Disponível em: <<https://www.statista.com/statistics/863681/global-aluminum-consumption/>>. Acesso em: Jan. 5, 2021.
- [6] 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>>.
- [7] AVERSA, A. et al. Effect of process and post-process conditions on the mechanical properties of an A357 alloy produced via laser powder bed fusion. **Metals**, 7, 2, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3390/met7020068>>.
- [8] SERCOMBE, T.B.; LI, X. Selective laser melting of aluminium and aluminium metal matrix composites: Review. **Materials Technology**, 31, 2, 77–85, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1179/1753555715Y.0000000078>>.
- [9] BATALHA, R.L. et al. Processing a biocompatible Ti-35Nb-7Zr-5Ta alloy by selective laser melting. **Journal of Materials Research**, 2010, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2020.90>>.

- [10] FRAZIER, W.E. Metal additive manufacturing: A review. **Journal of Materials Engineering and Performance**, 23, 6, 1917–1928, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11665-014-0958-z>>.
- [11] BOURELL, D. et al. Materials for additive manufacturing. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, 66, 659–681, 2017.
- [12] TREVISAN, F. et al. On the selective laser melting (SLM) of the AlSi10Mg alloy: Process, microstructure, and mechanical properties. **Materials**, 10, 1, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3390/ma10010076>>.
- [13] AVERSA, A. et al. New aluminum alloys specifically designed for laser powder bed fusion: A review. **Materials**, 12, 7, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3390/ma12071007>>.
- [14] RAO, J.H. et al. Multiple precipitation pathways in an Al-7Si-0.6Mg alloy fabricated by selective laser melting. **Scripta Materialia**, 160, 66–69, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.09.045>>.
- [15] KEMPEN, K. et al. Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting. **Physics Procedia**, 39, May 2014, 439–446, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.phpro.2012.10.059>>.
- [16] **ASM Handbook - Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. ASM International, 1990. v. 2.
- [17] ZHANG, H. et al. Fabrication and heat treatment of high strength Al-Cu-Mg alloy processed using selective laser melting. **Laser 3D Manufacturing III**, 9738, 97380X, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1117/12.2211362>>.
- [18] WANG, P. **Al-3.5Cu-1.5Mg-1Si alloy and related materials produced by selective laser melting**. 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1002/latj.201290018>>.
- [19] OUISSI, T. et al. Comparison of Aluminum Alloys from Aircraft of Four Nations Involved in the WWII Conflict Using Multiscale Analyses and Archival Study. **Heritage**, 2, 4, 2784–2801, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3390/heritage2040172>>.
- [20] KWOLEK, P.; MRÓWKA-NOWOTNIK, G.; WYTRWAL-SARNA, M. Corrosion of structural constituents of 2017 aluminium alloy in acidic solutions containing inhibitors. **Materials and Corrosion**, September, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1002/maco.202012046>>.
- [21] SZKLARZ, Z.; KRAWIEC, H.; ROGAL, Ł. The effect of vacuum suction casting on the microstructure and corrosion behavior of aluminium alloy 2017. **Materials Science and Engineering B**, 240, 23–32, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mseb.2019.01.006>>.

- [22] KASSYM, K.; PERVEEN, A. Atomization processes of metal powders for 3D printing. **Materials Today: Proceedings**, 26, xxxx, 1727–1733, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.364>>.
- [23] BAUMERS, M. et al. The cost of additive manufacturing: Machine productivity, economies of scale and technology-push. **Technological Forecasting and Social Change**, 102, 193–201, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.techfore.2015.02.015>>.
- [24] 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>>.
- [25] BAITIMEROV, R. et al. Influence of powder characteristics on processability of AlSi12 alloy fabricated by selective laser melting. **Materials**, 11, 5, 1–14, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3390/ma11050742>>.
- [26] ABOULKHAIR, N.T. et al. The role of powder properties on the processability of Aluminium alloys in selective laser melting. **Lasers in Manufacturing Conference 2015**, JUNE, 2015.
- [27] RIENER, K. et al. Influence of storage conditions and reconditioning of AlSi10Mg powder on the quality of parts produced by laser powder bed fusion (LPBF). **Additive Manufacturing**, 39, February, 101896, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2021.101896>>.
- [28] STRONDL, A. et al. Characterization and Control of Powder Properties for Additive Manufacturing. **JOM**, 67, 3, 549–554, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11837-015-1304-0>>.
- [29] SLOTWINSKI, J.A.; GARBOCZI, E.J. Metrology Needs for Metal Additive Manufacturing Powders. **JOM**, 67, 3, 538–543, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11837-014-1290-7>>.
- [30] ASTM B211 / B211M-19 - Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Rolled or Cold Finished Bar, Rod, and Wire, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2019, www.astm.org.
- [31] PRASAD, E.P.; WANHILL, R.J.H. **Aerospace Materials and Material Technologies**. Springer, 2017. v. 1. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-08-099925-8.00037-5>>.
- [32] ZENG, Y. et al. Influences of alloying elements on the microstructure and properties of Mg-Li alloys. **Zhuzao/Foundry**, 61, 3, 275–279, 2012.
- [33] BOETTINGER, W.J.; BENDERSKY, L.; EARLY, J.G. An Analysis of the Microstructure of Rapidly Solidified Al-8 Wt Pct Fe Powder W.J. **Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science**, 17, 5, 781–790, 1986. Disponível em:

<<http://dx.doi.org/10.1007/BF02643853>>.

- [34] 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>>.
- [35] CAVA, R.D. et al. Spray forming of Cu-11.85Al-3.2Ni-3Mn (wt%) shape memory alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 615, S1, S602–S606, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.11.166>>.
- [36] UPADHYAYA, G.S. **Powder Metallurgy Technology**. 1ª ed. Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 2002.
- [37] 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>>.
- [38] DUNKLEY, J.J. **Atomization of Metals - Metals Handbook**.
- [39] CHANG, I.; ZHAO, Y. **Advances in Powder Metallurgy: Properties, Processing and Applications**: Adv. Powder Metall. Prop. Process. Appl. 1ª ed. Cambridge: Woodhead, 2013.
- [40] PASUPATHY, M. *et al.* Characteristics of water atomized particles produced using a broad range of atomization pressured and water-to-melt mass ratios. In: WORLD CONGRESS ON POWDER METALLURGY AND PARTICULATE MATERIALS. Orlando: 2014.
- [41] LAVERNIA, E.J.; SRIVATSAN, T.S.; RANGEL, R.H. Atomization of Alloy Powders. **Atomization and Sprays**, 253–274, 1992.
- [42] ENTEZARIAN, M. et al. Plasma atomization: A new process for the production of fine, spherical powders. **JOM**, 48, 6, 53–55, 1996. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/BF03222969>>.
- [43] ALAGHEBAND, A.; BROWN, C. Plasma Atomization goes commercial. **Metal Powder Report**, 53, 11, 26–28, 1998. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S0026-0657\(99\)80007-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0026-0657(99)80007-1)>.
- [44] **Additive Manufacturing Market to Reach USD 26.68 Billion By 2027 | CAGR of 14.4%: Reports and Data**. Disponível em: <<https://www.prnewswire.com/news-releases/additive-manufacturing-market-to-reach-usd-26-68-billion-by-2027--cagr-of-14-4-reports-and-data-301163846.html>>. Acesso em: Jan. 27, 2021.
- [45] DUNKLEY, J.J. **Advances in atomisation techniques for the formation of metal powders**. Woodhead Publishing Limited, 2013. Disponível em:

<<http://dx.doi.org/10.1533/9780857098900.1.3>>.

- [46] 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, 291–295, 2006. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.06.018>>.
- [47] 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>>.
- [48] ZHENG, B. et al. Gas atomization of amorphous aluminum: Part I. thermal behavior calculations. **Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science**, 40, 5, 768–778, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11663-009-9276-5>>.
- [49] NEIKOV, O.D.; NABOYCHENKO, S.S.; DOWSON, G. **Handbook of Non-Ferrous Metal Powders Technologies and Applications**. 1^a ed. Elsevier, 2009.
- [50] 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)>.
- [51] ANTIPAS, G.S.E. Modelling of the break up mechanism in gas atomization of liquid metals. Part I: The surface wave formation model. **Computational Materials Science**, 35, 4, 416–422, 2006. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.commatsci.2005.03.009>>.
- [52] ÜNAL, A. Effect of processing variables on particle size in gas atomization of rapidly solidified aluminium powders. **Materials Science and Technology**, 3, 1029–1039, 1987. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1179/mst.1987.3.12.1029>>.
- [53] SEE, J.B.; RUNKLE, J.C.; KING, T.B. The disintegration of liquid lead streams by nitrogen jets. **Metallurgical Transactions**, 4, 11, 2669–2673, 1973. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/BF02644278>>.
- [54] TING, J.; ANDERSON, I.E. A computational fluid dynamics (CFD) investigation of the wake closure phenomenon. **Materials Science and Engineering A**, 379, 264–276, 2004. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2004.02.065>>.
- [55] ZHAO, X. et al. Effect of atomization gas pressure variation on gas flow field in supersonic gas atomization. **Science in China, Series E: Technological Sciences**, 52, 10, 3046–3053, 2009. Disponível em:

- <<http://dx.doi.org/10.1007/s11431-009-0158-5>>.
- [56] 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>>.
- [57] 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>>.
- [58] LAWLEY, A. Atomization of Specialty Alloy Powders. **Journal of Metals**, 33, 1, 13–18, 1981. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/bf03354395>>.
- [59] LAWLEY, A. **Atomization: The Production of Metal Powders**. 1^a ed. Metal Powder Industries Federation, 1992.
- [60] LUBANSKA, H. Correlation of Spray Ring Data for Gas Atomization of Liquid Metals. **Journal of Metals**, 22, 2, 45–49, 1970.
- [61] LAVERNIA, E.J.; SRIVATSAN, T.S. The rapid solidification processing of materials: Science, principles, technology, advances, and applications. **Journal of Materials Science**, 45, 287–325, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s10853-009-3995-5>>.
- [62] 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)>.
- [63] 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>>.
- [64] 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.
- [65] SILVA, F.C. da; LIMA, M.L. de; COLOMBO, G.F. Evaluation of a Mathematical Model Based on Lubanska Equation to Predict Particle Size for Close-Coupled Gas Atomization of 316L Stainless Steel. **Materials Research**, 25, 2022. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2021-0364>>.
- [66] GAO, C. feng et al. Characterization of spherical AlSi10Mg powder produced by double-nozzle gas atomization using different parameters. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)**, 29, 2, 374–384, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/S1003->

6326(19)64947-2>.

- [67] KIM, M.H.; JONES, H. Formation and Structure of Thick Sections of Rapidly-Solidified Material by Incremental Deposition. In: PROCEEDINGS OF THE 4TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON RAPIDLY QUENCHED METALS. 1981. p. 1085.
- [68] BRUCE SEE, J.; JOHNSTON, G.H. Interactions between nitrogen jets and liquid lead and tin streams. **Powder Technology**, 21, 1, 119–133, 1978. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/0032-5910\(78\)80115-6](http://dx.doi.org/10.1016/0032-5910(78)80115-6)>.
- [69] PARIONA, M.M.; BOLFARINI, C.; KIMINAMI, C.S. Atomization Stage Analysis of Liquid Dynamic Compaction Process by Fractional Factorial Design. **International Journal of Materials Research**, 7, 494–497, 1998. Disponível em: <<http://dx.doi.org/https://doi.org/10.3139/ijmr-1998-0090>>.
- [70] 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>>.
- [71] 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>>.
- [72] 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>>.
- [73] MATES, S.P.; SETTLES, G.S. A study of liquid metal atomization using close-coupled nozzles, part 2: atomization behavior. **Atomization and Sprays**, 15, 1, 41–60, 2005. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1615/AtomizSpr.v15.i1.30>>.
- [74] ÜNAL, A. Production of rapidly solidified aluminium alloy powders by gas atomisation and their applications. **Powder Metallurgy**, 33, 1, 53–64, 1990. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1179/pom.1990.33.1.53>>.
- [75] CAI, Z. et al. Characterization of Rapidly Solidified Al-27 Si Hypereutectic Alloy: Effect of Solidification Condition. **Journal of Materials Engineering and Performance**, 24, 3, 1226–1236, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11665-015-1386-4>>.
- [76] 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>>.
- [77] ASTM B214-16 - Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal

- Powders, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2016, www.astm.org.
- [78] WIGG, L.D. Drop-Size Prediction for Twin-Fluid Atomizers. **Journal of Institute of Fuel**, 500–505, 1964.
- [79] CLARE, H.; RADCLIFFE, A. An air blast atomiser for use with viscous fuels. **Journal of Institute of Fuel**, 27, 510, 1954.
- [80] POPOVICH, A.; SUFIIAROV, V. Metal Powder Additive Manufacturing. In: SHISHKOVSKY, I. V. (Org.). **New Trends in 3D Printing**. InTech, 2016. p. 227. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11837-015-1321-z>>.
- [81] ASTM B855-17 - Standard Test Method for Volumetric Flow Rate of Metal Powders Using the Arnold Meter and Hall Flowmeter Funnel, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org.
- [82] ASTM B417-18 - Standard Test Method for Apparent Density of Non-Free-Flowing Metal Powders Using the Carney Funnel, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2018, www.astm.org.
- [83] ASTM B527-20 - Standard Test Method for Tap Density of Metal Powders and Compounds, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2020, www.astm.org.
- [84] SEMEL, F.J.; LADOS, D.A. Porosity analysis of PM materials by helium pycnometry. **Powder Metallurgy**, 49, 2, 173–182, 2006. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1179/174329006X95347>>.
- [85] ASTM B923-22 - Standard Test Method for Metal Powder Skeletal Density by Helium or Nitrogen Pycnometry, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2022, www.astm.org.
- [86] TOUZÉ, S.; RAUCH, M.; HASCOËT, J.Y. Flowability characterization and enhancement of aluminium powders for additive manufacturing. **Additive Manufacturing**, 36, April, 101462, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2020.101462>>.
- [87] ASTM B213-20, Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2020, www.astm.org.
- [88] ASTM B964-16 - Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Carney Funnel, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2016, www.astm.org.
- [89] BERETA, L.A. et al. Microstructural characterization of gas atomized Al-10%Si-4%Fe alloy powder. **Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials**, 22, 115–119, 2004. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/jnm.22.115>>.

- [90] 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>>.
- [91] REICH, W. **Die Ultraschall-Stehwellen-Zerstäubung als kontinuierliches Disintegrationsverfahren für die Feinstpulvererzeugung aus Glasschmelzen**. Aachen: Shaker, 1995.
- [92] **ASM Handbook, Volume 7: Powder Metallurgy**. ASM International, 2015.
- [93] ACHELIS, L.; UHLENWINKEL, V. Characterisation of metal powders generated by a pressure-gas-atomiser. **Materials Science and Engineering A**, 477, 15–20, 2008. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2007.07.095>>.
- [94] FLUMERFELT, J.F. **Aluminum powder metallurgy processing**. Iowa State University, 1998.
- [95] GROMOV, A.A. et al. Effect of the passivating coating type, particle size, and storage time on oxidation and nitridation of aluminum powders. **Combustion, Explosion and Shock Waves**, 42, 2, 177–184, 2006. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s10573-006-0036-4>>.
- [96] SILVA, B.L. et al. Assessing microstructures and mechanical resistances of as-atomized and as-extruded samples of Al-1wt%Fe-1wt%Ni alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 691, 952–960, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.08.243>>.
- [97] TRIVEÑO RIOS, C. et al. Characterization of atomized powders and extruded samples of an Al-Si-Cu alloy. **Materials Science Forum**, 899 MSF, 442–447, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.899.442>>.
- [98] WALDE, C. et al. The Microstructural Evolution of Rapidly Solidified Powder Aluminum 2024 During Thermal Processing. **Metallography, Microstructure, and Analysis**, 8, 3, 415–425, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s13632-019-00535-2>>.
- [99] FAYAZFAR, H. et al. A critical review of powder-based additive manufacturing of ferrous alloys: Process parameters, microstructure and mechanical properties. **Materials and Design**, 144, 98–128, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2018.02.018>>.
- [100] PRASHANTH, K.G. et al. Is the energy density a reliable parameter for materials synthesis by selective laser melting? **Materials Research Letters**, 5, 6, 386–390, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1080/21663831.2017.1299808>>.

- [101] ASHKENAZI, D. How aluminum changed the world: A metallurgical revolution through technological and cultural perspectives. **Technological Forecasting and Social Change**, 143, June 2018, 101–113, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.techfore.2019.03.011>>.
- [102] SANTOS, M.C. et al. Machining of aluminum alloys: a review. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, 86, 9–12, 3067–3080, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s00170-016-8431-9>>.
- [103] CUNHA, R.P. da. **Caracterização mecânica e metalográfica de uma liga de alumínio empregada para cabeçote de motor flex**. . Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2012.
- [104] SWEET, G.A.W. et al. Microstructural evolution of a forged 2XXX series aluminum powder metallurgy alloy. **Materials Characterization**, 151, February, 342–350, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2019.03.033>>.
- [105] 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>>.
- [106] ANTONY, J. **Design of Experiments for Engineers and Scientists**. First^a ed. Butterworth-Heinemann, 2003.
- [107] DOUGLAS C . MONTGOMERY E GEORGE C . RUNGER. **Probabilidade e Estatística I Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros**. 4^a ed. LTC, 2009.
- [108] MINITAB. **O que é ANOVA?**. Disponível em: <<https://support.minitab.com/pt-br/minitab/20/help-and-how-to/statistical-modeling/anova/supporting-topics/basics/what-is-anova/>>. Acesso em: Apr. 18, 2022.
- [109] MINITAB. **Exemplo de obtenção e interpretação de um valor-p**. Disponível em: <<https://support.minitab.com/pt-br/minitab/20/help-and-how-to/statistics/basic-statistics/supporting-topics/basics/example-of-getting-and-interpreting-a-p-value/>>. Acesso em: Apr. 18, 2022.
- [110] MINITAB. **Tipos de testes t**. Disponível em: <<https://support.minitab.com/pt-br/minitab/20/help-and-how-to/statistics/basic-statistics/supporting-topics/tests-of-means/types-of-t-tests/>>. Acesso em: Apr. 18, 2022.
- [111] ASTM E1251-17 - Standard Test Method for Analysis of Aluminum and Aluminum Alloys by Spark Atomic Emission Spectrometry, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org.
- [112] ASTM B822-20 - Standard Test Method for Particle Size Distribution of

- Metal Powders and Related Compounds by Light Scattering, **ASTM International**, West Conshohocken, PA, 2020, www.astm.org.
- [113] ALVES, H.P. **Modelagem da Dinâmica de Rugosidade de Superfície Metálica Devido à Corrosão em Sensor Óptico**. . Universidade Federal de Pernambuco, 2016.
- [114] CHU, K.-Y.; THOMPSON, A.R. Densities and Refractive Indices of Alcohol-Water Solutions of n-Propyl, Isopropyl, and Methyl Alcohols. **J. Chem. Eng. Data**, 7, 3, 358–360, 1962. Disponível em: <<http://dx.doi.org/https://doi.org/10.1021/je60014a011>>.
- [115] MACBETH, G.; RALPH THOMPSON, A. Densities and Refractive Indexes for Propylene Glycol-Water Solutions. **Analytical Chemistry**, 23, 4, 618–619, 1951. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1021/ac60052a019>>.
- [116] CHU, F. et al. Influence of satellite and agglomeration of powder on the processability of AlSi10Mg powder in Laser Powder Bed Fusion. **Journal of Materials Research and Technology**, 11, 2059–2073, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.02.015>>.
- [117] 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>>.
- [118] CARSON, J.W.; PITTENGER, B.H. Bulk Properties of Powders. **ASM Handbook, Vol 7: Powder Metal Technologies and Application**, 7, 287–301, 1998. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1361/asmhba0001530>>.
- [119] ZHANG, H. et al. Selective laser melting of high strength Al-Cu-Mg alloys: Processing, microstructure and mechanical properties. **Materials Science and Engineering A**, 656, 47–54, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.12.101>>.
- [120] MATERIALISE. **Aluminum (AlSi10Mg)**. Disponível em: <<https://www.materialise.com/en/manufacturing/materials/aluminum>>. Acesso em: Apr. 28, 2022.
- [121] DE ARAÚJO, A. et al. Morphological and microstructural characterization of Al95Fe2Cr2Ti1 powders produced by two different gas atomizers. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, 18, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/https://doi.org/10.4322/2176-1523.20212316>>.
- [122] CIFTCI, N. et al. Novel Cooling Rate Correlations in Molten Metal Gas Atomization. **Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science**, 50, 2, 666–677, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11663-019-01508-0>>.

- [123] GARCÍA-ESCORIAL, A.; LIEBLICH, M. Atomization of Al-rich alloys: Three paradigmatic case studies. **Journal of Alloys and Compounds**, 762, 203–208, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.05.200>>.
- [124] SURYANARAYANA, C. **Non-equilibrium Processing of Materials**. 1ª ed. Amsterdam: Elsevier, 1999.
- [125] JÚNIOR, A.G. da S. **Cinemática dos Fluidos**. 2016.
- [126] 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>>.
- [127] MI, J.; FIGLIOLA, R.S.; ANDERSON, I.E. A numerical investigation of gas flow effects on high-pressure gas atomization due to melt tip geometry variation. **Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science**, 28, 5, 935–941, 1997. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11663-997-0021-7>>.