



UNIVERSIDADE D
COIMBRA

Bernardo Lemos Domingues

**OTIMIZAÇÃO DE GRADIENTES
COMPOSICIONAIS PARA UTILIZAÇÃO EM
PROCESSOS ADITIVOS**

**Dissertação no âmbito do Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica, na
Especialidade de Produção e Projeto orientada pela Professora Doutora Maria Teresa
Freire Vieira e apresentada à unidade orgânica Dissertação de Mestrado no
Departamento de Engenharia Mecânica**

fevereiro de 2019



UNIVERSIDADE DE
COIMBRA

FACULDADE
DE CIÊNCIAS
E TECNOLOGIA

Otimização de Gradientes Composicionais para Utilização em Processos Aditivos

Dissertação apresentada para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia
Mecânica na Especialidade de Produção e Projeto

Compositional Gradient Optimization for Additive Processes

Autor

Bernardo Lemos Domingues

Orientadora

Professora Doutora Maria Teresa Freire Vieira

Júri

Presidente	Professor Doutor José Domingos Moreira da Costa Professor da Universidade de Coimbra
Orientador	Professora Doutora Maria Teresa Freire Vieira Professora da Universidade de Coimbra
Vogal	Mestre Daniel Alexandre Cruz Gatões Investigador Bolseiro da Universidade de Coimbra

Coimbra, fevereiro, 2019

Quem não sabe, é como quem não vê.

Ditado popular português.

Aos meus pais.

Agradecimentos

No decorrer do meu percurso universitário, tornou-se óbvio que não vamos a lado nenhum sozinhos. Há sempre alguém, que mesmo sem dar conta, nos ajuda, nos motiva, nos faz companhia, nos dá força para seguir em frente. Sem estas ajudas teria sido impossível concluir este trabalho, este percurso.

À Professora Doutora Teresa Vieira, pela oportunidade de trabalhar sob a sua orientação. Por tudo o que aprendi na sua presença, todas as horas de trabalho partilhadas, toda a paciência, simpatia e atenção que investiu em mim. Desde a apresentação do tema até à redação final desta dissertação. O mais sincero obrigado.

Aos meus colegas de laboratório, Daniel Gatões, Cristiano Azevedo, Nuno Miranda, Renata Ataíde e Hugo Marques pela calorosa receção ao laboratório, por tudo o que me ensinaram a fazer, por toda a disponibilidade para me esclarecer dúvidas, partilha de informação e claramente, pela criação constante do ambiente mais propício ao trabalho que foi necessário realizar no dia-a-dia. Sem eles, teria sido inimaginavelmente mais difícil chegar aqui.

Ao engenheiro Sérgio Lourenço, que desde os meus primeiros ensaios que realizei, me acompanhou e me apoiou e ajudou nas tarefas que tinha a realizar no IPN, deixando-me sempre à vontade para fazer perguntas e para pedir informações e esclarecimentos. Sempre bem-disposto, sempre disponível. Muito Obrigado.

Aos meus amigos e colegas, que de uma maneira ou outra me iam perguntando como iam as coisas, dando forças para continuar e mantendo-me honesto aos meus objetivos.

À minha namorada Dagmar Olaerts, que nunca parou de acreditar em mim, por ser a minha musa, minha inspiração, meu rumo, minha luz ao fundo do túnel. Por todo sofrimento e ansiedade que passou à minha custa durante a realização desta dissertação.

Por último queria agradecer às pessoas mais importantes da minha vida, os meus pais, sem dúvida os maiores responsáveis pela pessoa que sou hoje e por todas as minhas conquistas. O obrigado mais sincero possível do fundo do meu coração.

Resumo

Este estudo incide no fabrico, num só passo, de ferramentas de corte de carboneto de tungsténio e cobalto (8% pd) acopladas, a um suporte de um aço de ferramenta (H13 AISI). Com o aparecimento de novos processos de fabricação aditiva, surge a possibilidade de fabricar, num só passo, a ferramenta e o seu suporte, ou seja, numa peça multimaterial, não sendo necessário recorrer a processos de ligação. No entanto, há um problema a ultrapassar: incompatibilidades térmicas e mecânicas entre os dois materiais. O presente estudo visa ultrapassar este problema pela criação de um gradiente composicional; para tal os pós dos materiais selecionados (aço de ferramenta H13, WC8Co), foram sujeitos a um processo de vibração em leito pulsante. Tal foi inspirado na separação de minérios por jigagem. Este processo se aplicado a misturas de duas ou mais espécies de minérios metálicos diferentes (distribuição granulométrica, granulometria, fator de forma e densidade) permite a criação de um gradiente composicional. Assim, a separação dos dois materiais em estudo pode ser realizada em leito pulsátil, alternadamente expandido e contraído, capaz de criar um gradiente de concentração. Deste modo, o volume de material que constitui a zona de fronteira poderá ser aumentado, assim como a capacidade da peça de resistir às tensões residuais criadas pelas incompatibilidades físicas dos dois materiais. O estudo consistiu em evidenciar o papel da vibração na diferença de tamanho de partícula, para materiais de densidades similares (aço H13 e cobre) e de densidade muito diferente, como é o caso do par visado, aço H13 e WC.

Palavras-chave: Multimateriais, Interfaces, Gradiente Composicional, Vibração de Pó, Processos Aditivos, Carboneto de Tungsténio/Aço de Ferramenta, Ligação Metal-Cerâmico.

Abstract

This study is focussed on single step manufacturing of cutting tools systems composed of a tungsten carbide and cobalt (8% wt.) cutting tool and a support made from tool steel (H13 AISI). Along with the coming of new additive manufacturing processes, a possibility to manufacture in a single step the cutting tool and its support, arises. Meaning, in a single multimaterial piece. Not being necessary to resort to a bonding process. Meanwhile, there is a problem to overcome: Possible differences between the two materials. This study attempts to overcome this problem by the creation of a compositional gradient; to that end, powders of the two selected materials were subjected to a vibrating process in a pulsing bed. Such process was inspired in the separation of mineral substances by jigging. This process when applied to mixtures composed by 2 or more different metallic mineral elements (grain size, grain size distribution, shape factor and density) allows the creation of a compositional gradient. Therefore, the mixture of the two materials of the two materials under study can be performed by a pulsing bed that alternates between an expanded and a compacted state, capable of creating a compositional gradient. This way, the volume of material that constitutes the frontier zone between the materials may be increased and so is also the ability of the part to resist the physical incompatibilities of the two materials. The study states the role of vibration for different particle sized materials with similar densities (H13 and copper) and with different densities, such as in the pair of materials under study (H13 and WC).

Keywords Multimaterial, Interface, Compositional Gradient, Powder Vibration, Additive Manufacture, Tungsten Carbide/Tool Steel, Metal/Ceramic Bonding.

Índice

Índice de Figuras	ix
Índice de Tabelas	xi
Simbologia e Siglas	xiii
Siglas	xiii
1. INTRODUÇÃO	1
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1. Carboneto de tungstênio/aço ligado	3
2.2. Processos de criação de gradiente em pós	5
2.2.1. Vibração de pós de um só material	6
2.2.2. Vibração de dois pós por jigagem	9
3. Técnicas e Metodologia Experimental	15
3.1. Pós	16
3.2. Processo de vibração	18
3.3. Processo de manuseamento	21
3.4. Condições de caracterização após pré-sinterização	22
3.5. Análise de Imagem	23
4. Resultados e Discussão	27
4.1. Pós	27
4.1.1. Análise granulométrica	27
4.1.2. Análise da forma das partículas	29
4.1.3. Composição física	30
4.1.4. Densidade	31
4.1.5. Escoabilidade de pós	31
4.2. Efeito da vibração no gradiente composicional das misturas	33
5. Conclusões	41
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	43

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Densidade relativa função das condições enchimento (1,2,3,4) (adapt.[18]).	6
Figura 2.2 Movimento dinâmico de partículas granulares por ciclo de vibração (adapt. [19])	8
Figura 2.3 Esquema de uma jigagem com fluido água [20].	9
Figura 2.4 Separação operada na jigagem [6].	11
Figura 2.5 Movimento do leito de jigagem quando sujeito a uma pulsação vertical harmónica. A mudança de posição da partícula mais pesada no interior do leito está representada pela partícula a preto (adapt. [22]).	12
Figura 3.1 Esquema de funcionamento do equipamento Flodex (adapt. [24]).	18
Figura 3.2 Placa vibratória.	19
Figura 3.3 Cadinho e separador de alumínio fixado à taça.	19
Figura 3.4 Cadinho preenchido com pó.	19
Figura 3.5 Cadinho colocado na placa vibratória com tampa fechada.	19
Figura 3.6 Esquema da configuração dos pós no momento anterior ao início da vibração (a cor, tamanho e compactação dos pós são apenas ilustrativos para fins de facilitar a evidenciação visual de que são dois pós diferentes).	20
Figura 3.7 Esquema da configuração final pretendida para os pós na mistura tipo II, no momento posterior ao fim da vibração.	20
Figura 3.8 Esquema da configuração inicial dos pós no momento anterior ao início da vibração quando as duas seções são preenchidas com pó.	21
Figura 3.9 Esquema da configuração inicial dos pós no momento anterior ao início da vibração, utilizando o separador cilíndrico.	21
Figura 3.10 Forno de sinterização	22
Figura 3.11 Esquema do método de análise por via SEM da seção transversal da peça (a verde a designação da linha e a azul o número identificador de cada ponto de cada linha).	23
Figura 3.12 Micrografia da mistura aço H13 + Cobre (SEM).	24
Figura 3.13 Exemplo de distinção dos constituintes na mistura aço H13 + Cobre (SEM).	24
Figura 3.14 Metodologia de análise de imagem utilizando ImageJ.	25
Figura 4.1 Distribuição granulométrica do pó do aço de ferramenta H13.	27
Figura 4.2 Distribuição granulométrica do pó de cobre.	28
Figura 4.3 Distribuição granulométrica do pó de WC8Co.	28

Figura 4.4 Forma das partículas de aço H13.	29
Figura 4.5 Morfologia das partículas de pó de cobre.	29
Figura 4.6 Difratoograma do pó de WC8Co.	30
Figura 4.7 Pós utilizados nos ensaios de vibração (1) Cobre; (2) H13; (3) WC8Co.	31
Figura 4.8 Mistura aço H13 e cobre “pré-sinterizado” (SEM).	34
Figura 4.9 (a) posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13.	35
Figura 4.10 (a) Posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13 (X = a valores não considerados por deficiência de consolidação).	35
Figura 4.11 (a) Posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13. (X = a valores não considerados por mobilidade de pós; seção pouco representativa).	36
Figura 4.12 (a) Posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13.	36
Figura 4.13 (a) posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13. (X = valores não considerados por deficiência de consolidação)	37
Figura 4.14 (a) Posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13.	37
Figura 4.15 Micrografias (SEM) de misturas tipo II (a) T= 1100°C , t= 2 horas e tempo de vibração = 5 minutos; (b) T= 1100°C , t= 2 horas e tempo de vibração = 10 minutos; (c) (T= 1200°C , t= 2 horas e tempo de vibração = 5 minutos.	40

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 Parâmetros iniciais de enchimento, densidade inicial média e densidade relativa para diferentes tipos de enchimento [18].	7
Tabela 3.1 Fornecedores e tipo de atomização dos pós.....	16
Tabela 3.2 Composição química do pó de aço H13 (% pd).	16
Tabela 3.3 Composição química do pó de Cobre comercialmente puro (% pd).	16
Tabela 3.4 Composição química do pó de WC8Co (% pd).....	16
Tabela 3.5 Condições de pré-sinterização para as duas misturas utilizadas.....	22
Tabela 4.1 Densidades dos diferentes pós utilizados no estudo.	31
Tabela 4.2 Escoabilidade e atrito dos pós.....	32
Tabela 4.3 Condições de vibração durante das misturas tipo I e II.	33

SIMBOLOGIA E SIGLAS

Siglas

3D – Três Dimensões

AISI – American Iron and Steel Institute

DEM – Departamento de Engenharia Mecânica

FCTUC – Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade de Coimbra

1. INTRODUÇÃO

Corte por arranque de apara sempre foi parte integrante do quotidiano do mundo da engenharia e da produção industrial. A capacidade de maquirar materiais para alcançar a forma pretendida ou para aperfeiçoar uma forma final, sempre foi algo de muito valor e alvo de evolução constante. Neste contexto, a melhoria de ferramentas de corte pode consistir no incremento do seu desempenho, na diminuição de custo, e no aumento da sua versatilidade para operar em condições não convencionais.

Com o crescendo de novos materiais/revestimentos para operações de corte, as possibilidades e eficiência do corte aumentam, e com novos processos de fabrico, novas metodologias surgem para a fabricação das ferramentas que lhes permitem maior complexidade geométrica e custo mais reduzido. Por outro, simplificar a ligação ferramenta ao suporte, sem operações secundárias, poderá ser uma mais valia para a diminuição de tempo e custo. A fabricação aditiva poderá ser a solução para atingir este objetivo [1]. Este processo consiste na construção, com recurso a software de desenho 3D, da ferramenta e do seu suporte, sem necessidade de operações de maquinagem nem de processos de ligação [2] [3].

A presente dissertação incide num novo modo de fabricação expedita, como a fabricação aditiva, de uma ferramenta de corte composta por uma pastilha em carboneto de tungsténio acoplada a um suporte em aço de ferramenta. As incompatibilidades térmicas, em particular coeficientes de dilatação, e mecânicas, entre estes dois materiais, provocam tensões residuais na peça, que a tornam frágil na zona de ligação. Tal obriga à criação de uma interface amigável entre os dois materiais. Atualmente, ainda é comum a utilização de brasagem como processo de ligação entre a pastilha de corte e o suporte [4]. É pertinente pensar numa solução para ultrapassar este problema, evitar recorrer a um processo de ligação e fabricar a ferramenta num só passo. Para isso, a solução explorada nesta dissertação é a criação de uma mistura de pó de aço de ferramenta com carboneto de tungsténio, onde seja possível ocorrer gradientes composicionais entre os dois componentes. Estes gradientes possibilitam a transição suave das características diferenciadas entre os dois materiais,

atenuando a concentração das tensões residuais e aumentando a zona de fronteira entre os dois componentes.

Uma vez que a matéria-prima é pó, dever-se-á tentar estabelecer um gradiente nos pós de ambos os materiais antes da consolidação (fusão e sinterização), começando com composições próximas do material cerâmico (WC8Co) e aproximando sucessivamente da composição típica do suporte da ferramenta a que se pretende ligar por processo aditivo (aço H13 (AISI)). Esta solução poderá ser atingida por processos de separação gravítica como a jigagem, que consiste na acomodação das partículas, para configurações mais estáveis, por efeito de granulometria e densidade. Este tipo de comportamento, em particular para materiais de densidade diferente, foi estudado por Mayer [5] que propôs uma abordagem do leito de pós como sendo um sistema termodinâmico em busca do seu estado de menor energia, quando sujeito a pulsação. No presente, estudo será demonstrado, o papel da granulometria para dois pós de densidade similar (Cu e H13), e em seguida evidenciado o que ocorre para materiais com simultaneamente diferenças de granulometria e densidade (WC e H13).

No primeiro capítulo, de modo a contextualizar o problema em análise e a abordagem escolhida para a obtenção de uma solução eficaz para a criação de um gradiente composicional, são evidenciadas as dificuldades em ligar cerâmicos a metais, os processos de criação de gradientes composicionais, a fabricação aditiva e as características dos materiais utilizados e sua relação com a sinterização.

No capítulo seguinte os métodos experimentais e as diferentes técnicas utilizadas são esquematizadas e explicadas. Para que seja possível analisar corretamente os resultados desta dissertação, há necessidade de um esclarecimento no que concerne os ensaios realizados e as técnicas utilizadas no tratamento dos resultados. No capítulo 3, são apresentados e discutidos os resultados do estudo realizado no âmbito da presente dissertação.

Por fim, é feita uma última análise global a todo o trabalho experimental realizado e retiradas as respectivas conclusões. Também, será delineado o trabalho futuro a realizar para melhoramento dos objetivos propostos.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada uma descrição do contexto científico do problema que se pretende ultrapassar, relacionado com os desafios presentes no mundo da pulvometalurgia pós, em particular na criação de multimateriais conducentes à substituição de processos convencionais de ligação metal-cerâmico, quando o processo de fabrico é aditivo. A jigagem foi considerada a técnica *leitmotiv* nesta dissertação, para o estabelecimento eficaz de gradientes composicionais. Como tal, para além do estado da arte dos pós envolvidos no estudo será também apresentado o conhecimento existente sobre ligação metal/cerâmico e sobre o processo de jigagem usado noutras aplicações.

2.1. Carboneto de tungsténio/aço ligado

O carboneto de tungsténio (WC), normalmente, recorre a outros materiais (ligantes) com o intuito de facilitar o seu processo de fabrico. As primeiras peças produzidas com base neste material datam de 1923 [6]; desde então, a sua aplicabilidade não parou de aumentar quer para a indústria petrolífera, farmacêutica ou de minas, quer para ferramentas de corte [7]. O ligante pode ser constituído por um ou mais materiais (metais e cerâmicos). O cobalto, devido ao seu ponto de fusão, à sua molhabilidade, à sua limitada reatividade com o WC e às suas reduzidas variações dimensionais com a temperatura, tem sido uma das opções mais utilizada [8].

Normalmente, o carboneto de tungsténio é aplicado noutros materiais, que funcionam como suporte. Neste último caso, são de destacar os aços ligados, onde o aço H13 (AISI) tem um papel preponderante por apresentar excelente tenacidade e resistência ao choque [9].

No entanto, alcançar ligações com qualidade entre materiais cerâmicos e metálicos é sempre um desafio [10] [11] [12]. As propriedades que tornam um material cerâmico atrativo são as mesmas que dificultam os processos e ligação de cerâmicos a metais. Também devido à sua fragilidade, os cerâmicos são materiais muito difíceis de

maquinar, o que dificulta alcançar uma qualidade superficial que possa contribuir para melhorar a sua molhabilidade [11].

Os materiais cerâmicos e metálicos têm diferentes naturezas químicas e físicas, os primeiros têm baixa condutibilidade térmica e são sensíveis a choques térmicos. Do mesmo modo, os coeficientes de dilatação dos materiais cerâmicos são, em geral, inferiores aos dos metais. Estas diferenças de coeficientes vão criar zonas de tensões residuais ao longo da ligação, tensões estas que não se distribuem uniformemente ao longo da superfície de ligação, havendo assim zonas de concentração de tensões que propiciam a iniciação de defeitos.

Há três causas para a criação de tensões térmicas residuais:

- variação de volume por mudança de fase;
- diferentes coeficientes de dilatação;
- diferentes velocidades de arrefecimento.

Os principais métodos de ligação metal-cerâmico utilizados atualmente [12] são:

- brasagem;
- ligação em estado sólido;
 - soldadura por fricção;
 - difusão.

Destes métodos de ligação dos dois materiais metal-cerâmico dos processos mais comum é a brasagem. Este processo de ligação utiliza um metal de enchimento que possui ponto de fusão inferior ao dos materiais a ligar. Desta maneira a ligação é feita a menor temperatura do que a soldadura dita convencional e as tensões térmicas são reduzidas. A brasagem requer uma atmosfera inerte para evitar a contaminação do metal de brasagem e é utilizada para produção de grande escala [13].

A maior desvantagem da brasagem é a ausência de resistência mecânica da ligação, quando comparada com a resultante da soldadura, devido à utilização de um metal de adição mais macio. Esta resistência mecânica de ligação é inferior à resistência dos materiais de base. Outra desvantagem é a sensibilidade da ligação a temperaturas elevadas [14].

A soldadura por fricção, quando aplicada a ligações metal-cerâmica, consiste na utilização de uma ferramenta provida de rotação que segura a peça metálica e promove o contacto entre o metal e a peça cerâmica que está estacionária. Depois de criado calor suficiente por intermédio de fricção, a peça começa a fluir, a rotação é interrompida e uma força compressiva axial é aplicada ou incrementada a uma já existente, de modo a consolidar a ligação [14]. Não é necessária a utilização de metal de adição nem de atmosfera de proteção. É também um processo limpo e de pouco impacto ambiental. As desvantagens deste processo são a necessidade de a peça em metal ter um eixo de simetria, que permita a rotação, os custos de equipamento elevados; e nem todos os materiais poderem ser utilizados neste processo [15].

Por último, o processo de ligação por difusão, tal como o nome indica recorre principalmente ao fenómeno de difusão em estado sólido. Este fenómeno é dependente do coeficiente de difusão de cada material que constitui o par (pode ser utilizado ainda um outro material de adição que atue como catalisador difusivo) e da sua compatibilidade. Pode também ser facilitado com a ajuda de temperatura e pressão. Não há fusão e a deformação microscópica e o movimento relativo entre as duas partes são limitados [12]. A qualidade da ligação é considerável, no entanto, este processo é muito mais demorado e necessita de equipamento que consiga manter condições constantes de pressão e temperatura [14].

Os processos aditivos vieram abrir novas perspetivas para a ligação dos materiais em estudo, mas para tal como ficou demonstrado por Oliveira há necessidade de estabelecer gradientes composicionais, ou seja criar uma interface entre a ferramenta e o seu suporte [16].

2.2. Processos de criação de gradiente em pós

Para facilitar a criação de interfaces “amigáveis” há necessidade de criar misturas dos dois materiais em jogo. A jigagem/vibração poderá ser a solução, embora sejam processos de difícil controlo. Neste subcapítulo, será analisado em detalhe o tipo e parâmetros de criação de gradientes adequados aos objetivos enunciados.

2.2.1. Vibração de pós de um só material

Quando partículas de pó no interior de um tubo são sujeitas a um leito pulsante, com vibração constante, todas vibram à mesma frequência e, caso haja um orifício no fundo do tubo, escoam-se com a mesma frequência da vibração a que estão sujeitas.

Quando as partículas de pó são da ordem das dezenas de micrómetro, o efeito da rugosidade superficial do pó é menos importante, e a massa e o diâmetro das partículas são os fatores preponderantes. A vibração pode ser utilizada também para desagregação de pós, quanto maior a amplitude de vibração, maior é o seu efeito, mas maior é o erro [17].

No estudo de Nguyen et al [18], foram considerados diferentes processos de pré-consolidação, baseados em vibração, para preparar cápsulas cilíndricas enchidas com pó de aço 316L (AISI). As cápsulas eram feitas de aço inoxidável 304 (AISI), e possuíam diâmetro interno de 41,5 mm, espessura de 1,5 mm e altura de 180 mm.

No estudo em análise foram adotados quatro processos diferentes de pré-consolidação por vibração (Tabela 2.2 e Figura 2.1).

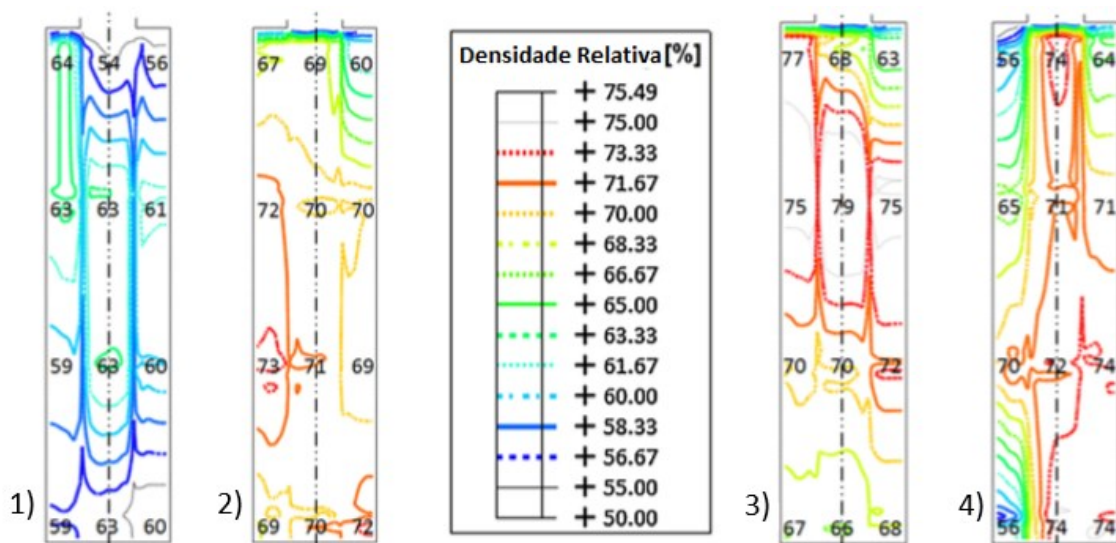


Figura 2.1 Densidade relativa função das condições enchimento (1,2,3,4) (adapt.[18]).

Tabela 2.1 Parâmetros iniciais de enchimento, densidade inicial média e densidade relativa para diferentes tipos de enchimento [18].

Número da cápsula	1	2	3	4
Processo de enchimento	Enchimento (2 vezes) + vibração (tempo total 10 min.; frequência de vibração 40 Hz, segundo a direção vertical)	Enchimento (2 vezes) + vibração (tempo total 10 min.; frequência de vibração 75 Hz, segundo a direção vertical)	Enchimento (5 vezes) + vibração (tempo total 10 min.; frequência de vibração 75 Hz, segundo a direção vertical)	Mesmo processo da cápsula 3 + 2 min. frequência 75 Hz com 6000 batidas segundo a direção horizontal
Densidade [kg/m ³]	4900	5500	5600	5600
Densidade relativa [%]	62	69	71	71

As densidades relativas foram medidas através da análise de 12 subáreas de cada secção transversal. A densidade relativa final foi determinada por interpolação linear.

A cápsula número 1 vibrada a baixa frequência (40 Hz) tem a densidade relativa média mais baixa e é a mais homogênea. Cápsulas 2 e 3 foram vibradas à mesma frequência (75 Hz), a diferença é que a cápsula 3 foi vibrada em 5 intervalos de tempo, a sua densidade relativa média é a mais alta. A cápsula 2 tem a maior densidade relativa no fundo da cápsula ao contrário da cápsula 3 que tem o máximo da densidade relativa a meio da metade superior da cápsula. A cápsula 4 foi vibrada pelo mesmo processo da cápsula 3 e depois vibrada também na direção horizontal. Esta cápsula mostra um gradiente na metade do seu lado direito que é a parte inferior quando a cápsula é vibrada horizontalmente. A parte da cápsula 4 em que o pó se encontra mais compactado é o canto inferior direito, resultado combinado das vibrações horizontal e vertical [18].

Devido a interações friccionais, colisões entre partículas de pó e com a parede do recipiente, a natureza do movimento das partículas é complexa.

Zhang et al [19] mostraram como os efeitos de vibração afetam e podem ser utilizados para o transporte de partículas ao longo de um tubo vertical. Um tubo é inserido no leito de pó e vibrado verticalmente. Com o decorrer do tempo as partículas vão incrementalmente subindo pelo tubo ao ritmo da frequência de vibração. As partículas dentro do tubo são expandidas e compactadas alternadamente. A fase de compactação do pó ocorre quando o tubo cessa o movimento descendente e inicia o movimento ascendente. Durante esta fase, o efeito de atrito interpartículas e as paredes do tubo, associado ao movimento

ascendente do tubo, criam uma rede compressiva interpartículas, que impõe uma força com o mesmo sentido ao pó, que é maior que o peso das suas partículas. Ocorrendo este fenómeno é criado um vazio no fundo do tubo, que depois é preenchido com partículas oriundas do leito.

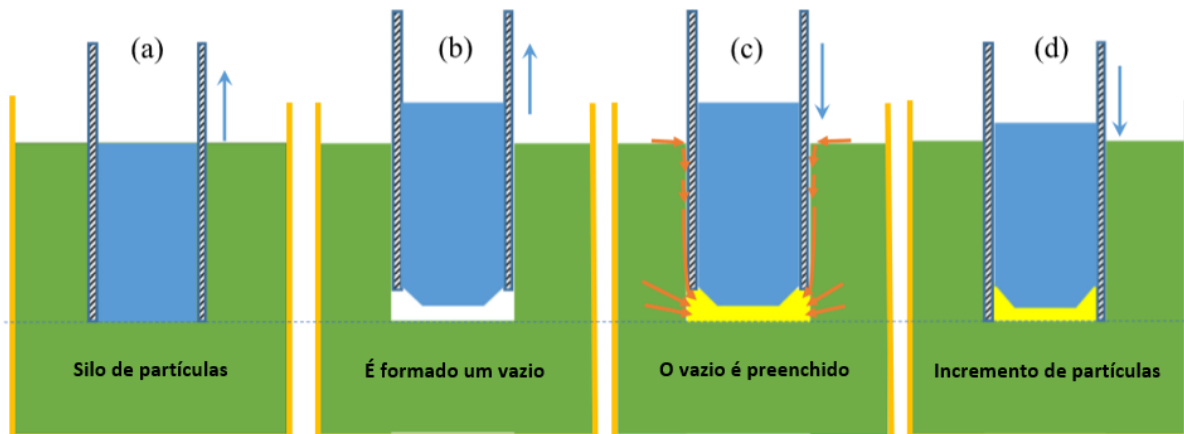


Figura 2.2 Movimento dinâmico de partículas granulares por ciclo de vibração (adapt. [19])

Os parâmetros que influenciam este processo são:

- frequência de vibração;
- amplitude de vibração;
- profundidade de inserção.

Para que haja movimento do pó é necessário vibração e frequência mínimas, assim como uma profundidade de inserção crítica, abaixo da qual não ocorre movimento ascendente de pó.

A frequências constantes e baixas, a altura alcançada pelas partículas aumenta com o incremento da amplitude da vibração. Com amplitude contante, o comportamento do pó varia com a frequência, havendo uma frequência mínima abaixo da qual não há movimento. À medida que a frequência aumenta a velocidade do pó é incrementada até se atingir o valor de frequência ótima. Acima desta frequência o movimento de partículas cessa porque o pó do leito, por questões inerciais, não consegue reagir a tempo à subida do tubo para ocupar o vazio criado e deixa de haver inserção de pó no tubo.

Com aumento da profundidade de inserção há incremento da velocidade de pó no tubo, mas existe uma profundidade mínima, abaixo da qual, não há movimento porque

não há partículas suficientes dentro do tubo para criar compressão interparticular que tem que ser suficientemente forte para elevar as partículas que estão afastadas das paredes do tubo. A partir de uma determinada profundidade é atingido também um ponto de saturação, onde o efeito positivo quase se mantém constante com o aumento da profundidade [19].

Ao longo deste subcapítulo foi possível, através da análise de outros estudos, estabelecer quais os fatores que influenciam o comportamento de um pó quando sujeito a vibração. Também é possível associar alterações no procedimento experimental, nos diferentes casos estudados, com os diferentes resultados que foram produzidos em cada caso.

2.2.2. Vibração de dois pós por jigagem

Embora a jigagem se deva aplicar a misturas de duas ou mais espécies com densidades diferentes e com tamanho de partícula, de 0,5 mm até 40 mm, usar-se-á esta técnica para evidenciar o comportamento de uma mistura composta por dois pós distintos com dimensões de partícula significativamente inferiores (valores de d_{50} desde 4 a 32 μm). Primeiro com densidades similares (aço H13 e Cobre) e em seguida com densidades distintas (aço H13 e WC8Co).

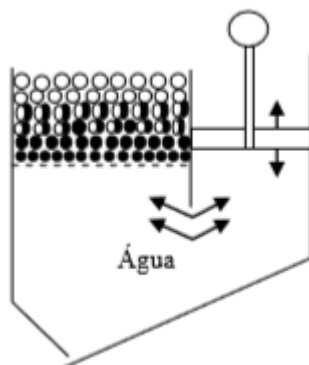


Figura 2.3 Esquema de uma jigagem com fluido água [20].

A separação de espécies de densidades diferentes é realizada em leito pulsátil, alternadamente expandido e compactado por uma corrente pulsante de água (figura 2.3) ou ar, estratificando as espécies da mistura. O processo de jigagem em água é o método de concentração gravítico mais complexo, por causa das suas contínuas variações hidrodinâmicas. Neste caso, os leitos pulsáteis são constituídos por uma mistura de sólidos-

água num vaso de fundo perfurado (crivo ou rede), através do qual se estabelecem correntes verticais de água, alternadamente ascendentes e descendentes.

A resistência à penetração das partículas no leito é diferente para estes dois estágios, sendo maior quando o leito está compactado, durante o movimento descendente do fluido.

Para além disso, a resistência à penetração depende:

- do grau de agitação da mistura;
- do calibre das partículas penetrantes relativamente ao da mistura;
- do calibre, forma e espaços intergranulares e densidade da fase sólida do leito;
- da forma e densidade das partículas penetrantes.

A jigagem realiza-se num vaso separador no qual as partículas mais densas afundam e as mais leves flutuam, sendo a resistência imposta pelo meio responsável pela separação. Sob este aspecto as partículas a separar num leito de jigagem classificam-se da forma seguinte:

- sub-intersticiais: quando o seu tamanho lhes permite fácil passagem entre os grãos do leito, não provocando outras ações que não sejam de contacto ou deslizamento;
- iso-intersticiais: quando penetram o leito sem deslocamento aparente das partículas existentes;
- super-intersticiais: quando o seu tamanho é demasiado grande para poderem penetrar no leito sem deslocamento das partículas existentes.

As partículas sub-intersticiais penetram o leito independentemente da sua densidade. As partículas iso- e super-intersticiais não penetram em leitos compactos. Partículas mais densas do que as que constituem o leito de separação, e do tipo de iso-intersticiais, atravessam os leitos quando expandidos sem sensível perturbação destes; as partículas super-intersticiais só penetram os leitos quando estes estão expandidos se o seu peso superar a resistência oposta.

Grande parte da estratificação das espécies de diferentes densidades ocorre durante o período em que o leito está expandido, pois os materiais mais densos depositam-se mais rapidamente. E, no momento, em que o fluido está em movimento descendente pois a aceleração causada pelo fluido é mais facilmente sentida nas partículas mais densas o que prenuncia ainda mais a estratificação das espécies por diferentes densidades. Estes mecanismos colocam as partículas finas/leves em cima e as partículas grossas/pesadas no fundo do leito.

Quando o leito está compacto, resultando maior resistência à penetração do leito para as partículas de maior tamanho, a sucção coloca as partículas finas/pesadas no fundo e as grossas/leves no topo do leito.

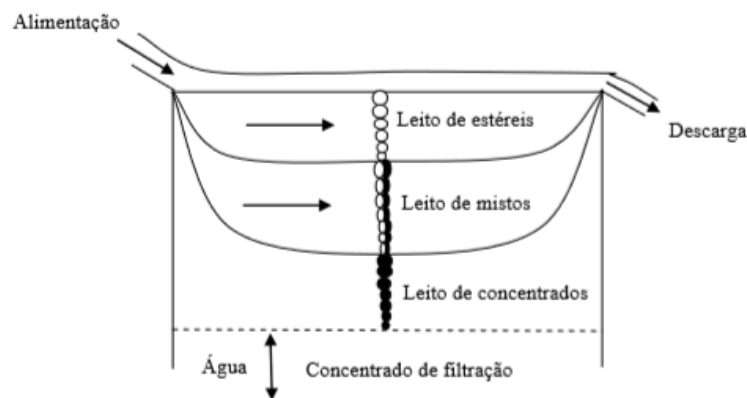


Figura 2.4 Separação operada na jigagem [6].

Na figura 2.4, um leito de jigagem possui duas espécies de densidades diferentes, formando um arranjo com as fases seguintes:

- leito de estéreis: constituído pelas partículas menos densas;
- leito de mistos: exclui todas as partículas de densidade inferior à sua e deixa passar as partículas de densidade superior;
- leito de concentrados: constituído pelas partículas mais densas [20].

Para além de água, a jigagem pode utilizar como fluido ar, aproximando - se duma vibração convencional. Devido à sua eficiência reduzida comparada às jigagens de fluido-água, inicialmente as de ar eram as utilizadas quando água não era abundante perto no local de processamento ou porque as espécies a estratificar não poderiam ser molhadas. Hoje em dia, com o aumento das restrições no consumo de água e cada vez mais

preocupações ambientais a jigagem fluido-ar ganha nova força, principalmente no processamento de carvões e reciclagem de detritos de demolição [21].

A jigagem com fluido-ar consiste em substituir a ação pulsante da água por ar. Tal como na jigagem fluido-água as partículas maiores, mais pesadas, tendem para o fundo do leito e as mais pequenas, mais leves, tendem para a sua parte superior.

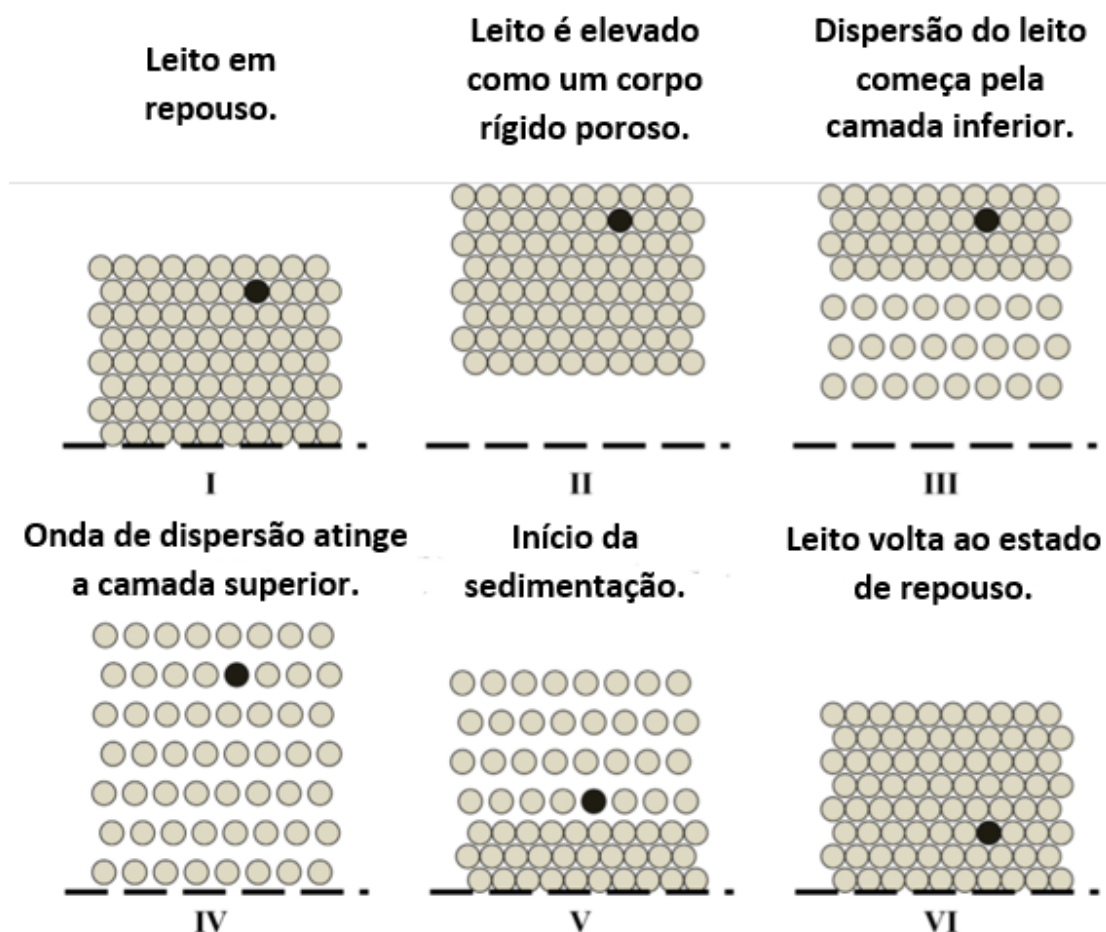


Figura 2.5 Movimento do leito de jigagem quando sujeito a uma pulsação vertical harmónica. A mudança de posição da partícula mais pesada no interior do leito está representada pela partícula a preto (adapt. [22]).

A redução de eficiência da jigagem fluido-ar em relação ao fluido-água deve-se ao facto de a água ser mais densa que o ar, logo ter maior capacidade de dispersão do leito. Para além disso, no fluido-água, quando a água atinge o ponto máximo de subida, inicia o seu movimento de recuo. Este movimento de recuo ajuda as partículas mais pesadas e maiores a deslocarem-se para o fundo do leito, o que não ocorre se a jigagem recorrer a ar [21].

Na tentativa de aumentar a eficiência da jigagem fluido-ar o processo de otimização tem sido alvo de inúmeros estudos. Novas características têm sido estudadas, tal como a influência da distribuição do tamanho de partículas no processo de jigagem. Embora este processo tenha como objetivo principal a estratificação por densidade, as utilizações de partículas mais pequenas, com pouca dispersão de tamanho reforçam a ação de estratificação, enquanto que partículas com maior dispersão de tamanhos levam à contaminação da estratificação e à redução da compactação final do leito [22]. O efeito das paredes da câmara onde o leito se encontra também influencia o processo. É possível detetar heterogeneidade entre a zona central e as zonas mais próximas das paredes. Um gradiente horizontal de estratificação ocorre rapidamente logo no início da jigagem e mantém-se aproximadamente contante à medida que a estratificação vertical ocorre, de tal modo que as partículas mais pesadas tendem a vir para a zona central do leito. Este efeito, pode ser explicado pela ligeira variação da fração de vazios junto das paredes da câmara. Quanto mais longo o processo de jigagem mais consistente e previsível se torna o efeito de parede [23].

3. TÉCNICAS E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

A estratégia que foi adotada para estudar a viabilidade da vibração, como processo facilitador à realização gradientes composicionais em misturas de pós de aço de ferramenta H13 (material do suporte de ferramenta) e WC8Co (material da ferramenta de corte), consistiu em evidenciar, por um lado a diferença de densidades dos pós em estudo e por outro a diferença de granulometrias. De notar que estes dois pós possuem, em geral, tamanho de partícula e densidades diferentes (cf. 4.1).

Como a maior parte dos estudos sobre jgagem incidem sobre granulometrias muito diferentes das dos materiais em estudo, houve necessidade de previamente evidenciar o papel de granulometrias micrométricas em materiais com densidades análogas. Assim, foi estudada uma mistura de pó de aço H13 + Cobre (mistura tipo I), diferente da selecionada no presente estudo. De notar que o cobre tem uma vantagem em relação a outros possíveis materiais, devido à sua coloração que permite inspeção visual e sua massa atômica. Após este estudo preliminar o alvo foi a mistura WC8Co com o aço H13 (mistura tipo II).

Neste capítulo, após apresentação dos pós e das técnicas a utilizar para a sua caracterização, antes e após consolidação para manuseamento, necessário à avaliação das características da mistura dos pós após vibração, são apresentados os parâmetros de vibração e de pré-sinterização usados nas diferentes etapas.

A microscopia eletrônica de varrimento (Scanning Electron Microscopy – SEM) foi a técnica selecionada para suporte do trabalho experimental realizado.

3.1. Pós

Neste trabalho foram utilizados três pós diferentes. Pó de aço de ferramenta H13 da SLM Solutions, pó de cobre da ECKA Granules e WC8Co fornecido pela Palbit.

Tabela 3.1 Fornecedores e tipo de atomização dos pós

Pó	Fornecedor	Tipo de Atomização
Carboneto de Tungstênio (WC8Co)	Palbit	-
Aço Ferramenta H13	SLM Solutions GmbH	Atomização a gás
Cobre	ECKA Granules	Atomização a gás

Tabela 3.2 Composição química do pó de aço H13 (% pd).

	C	Cr	V	Mo	Mn	Si	Fe
H13	0,41	5,00	0,99	1,34	0,42	1,06	restante

Tabela 3.3 Composição química do pó de Cobre comercialmente puro (% pd).

	Pb	Sn	Zn	Fe	Al	Ni	Cu
Cobre	0,01	0,01	0,01	0,01	0,005	0,01	restante

Tabela 3.4 Composição química do pó de WC8Co (% pd).

	C	Co	W
WC8Co	6,15	8,00	restante

Os pós foram caracterizados pelos denominados 4Ss: granulometria, distribuição granulométrica, fator de forma e composição física (do inglês particle Size, Size distribution, Shape and Structure).

Na análise do tamanho e distribuição das partículas de pó, recorreu-se à análise granulométrica por espectrometria de difração laser. Esta técnica é baseada na dispersão de radiação eletromagnética incidente nas partículas de pó e que varia consoante o tamanho de cada partícula. Nesta dissertação, foi utilizado um analisador Mastersizer 3000, da marca Malvern, e o dispersante líquido (água).

A caracterização da forma das partículas foi realizada por recurso à microscopia eletrónica de varrimento (JEOL GSM - 5310). Este processo disponibiliza uma resolução de imagem bastante elevada, que permite visualizar a morfologia da superfície das partículas.

A difração de raios X (DRX) foi usada para determinar a composição física dos pós. Por meio da difração de raios X, com um determinado comprimento de onda, e utilizando a Lei de Bragg (3.1), é possível relacionar o comprimento de onda da radiação eletromagnética com o ângulo de difração que varia com os diferentes planos cristalográficos do material.

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (\text{Eq. 3.1})$$

em que n é um número inteiro, λ o comprimento de onda do raio incidente, d a distância entre planos cristalinos (hkl) e θ o ângulo de incidência.

Neste estudo foi utilizado o equipamento X'Pert Pro da PANalytical, com goniómetro PW 3020/00, com uma intensidade corrente de 35 mA e uma tensão de aceleração de 40 kV. O anticátodo era de cobalto, comprimento de onda $K\alpha_1 = 0.17810$ nm e $K\alpha_2 = 0.17928$ nm. Como condições de aquisição, usou-se um passo de 0,04°/s e um tempo de aquisição de 1 segundo. A montagem era a de Bragg-Brentano ($\theta - 2\theta$).

No que concerne a escoabilidade dos pós, apesar da sua importância não existe uma unidade universal para a sua descrição, nem um método normalizado para a sua determinação. O método convencional mais utilizado é o denominado Flodex. Este método consiste no escoamento de pó, por meio de um funil, para um recipiente cilíndrico com um disco desmontável na sua base inferior e que possui uma abertura (figura 3.1). É necessário que o funil esteja alinhado com esta abertura de modo a que o pó seja introduzido corretamente. O pó depois de depositado no cilindro e em repouso, é acionado o sistema de obturação, e o pó passa naturalmente pela abertura inferior, em toda a sua altura; é possível observar a abertura inferior olhando de topo o recipiente cilíndrico.

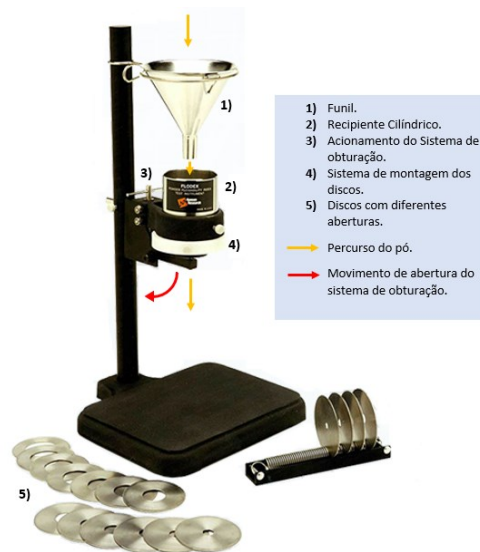


Figura 3.1 Esquema de funcionamento do equipamento Flodex (adapt. [24]).

O diâmetro da abertura dos discos montados na base do recipiente cilíndrico vai sendo alterado para diâmetros cada vez menores até as partículas de pó não conseguirem escoar. O pó tem que ser capaz de realizar o ensaio três vezes consecutivas com sucesso, para que se possa montar um disco com uma abertura de diâmetro inferior, e assim sucessivamente. Quando o pó é incapaz de passar um determinado diâmetro de abertura, o diâmetro mínimo considerado é o imediatamente anterior [25].

3.2. Processo de vibração

Os pós foram sujeitos a diferentes tempos de vibração para que fosse possível estudar a sua influência na sua distribuição final na mistura. Os restantes parâmetros – proporção mássica dos pós na mistura de 50 % (pd), a amplitude e a frequência de vibração, assim como a ordem de colocação dos pós no recipiente e as características do local onde ocorre a vibração, foram mantidos constantes.

Antes da vibração os pós foram sujeitos a um processo de desumidificação em estufa durante doze horas, à temperatura de 90°C.

O equipamento utilizado para a vibração foi a placa vibratória marca RETSCH AS 200. Esta placa realiza vibração uniaxial de amplitude máxima de 3 mm e com uma frequência de 50 a 60 Hz.



Figura 3.2 Placa vibratória.

O cadinho é fixado na taça da placa de vibratória. E, em seguida o pó é depositado no recipiente e por último é fixada a tampa da placa de vibração.



Figura 3.3 Cadinho e separador de alumínio fixado à taça.



Figura 3.4 Cadinho preenchido com pó.

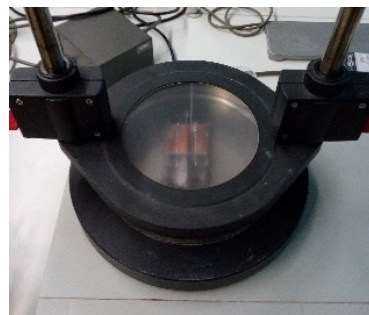


Figura 3.5 Cadinho colocado na placa vibratória com tampa fechada.

Na vibração de pós das misturas tipo I ou II, os pós com maior densidade são a última camada (figura 3.7). Esta preparação é realizada com a expectativa de ambos os pós se misturarem no seio da matriz de pós de aço H13 de modo atingir uma configuração estável e em gradiente (figura 3.8).

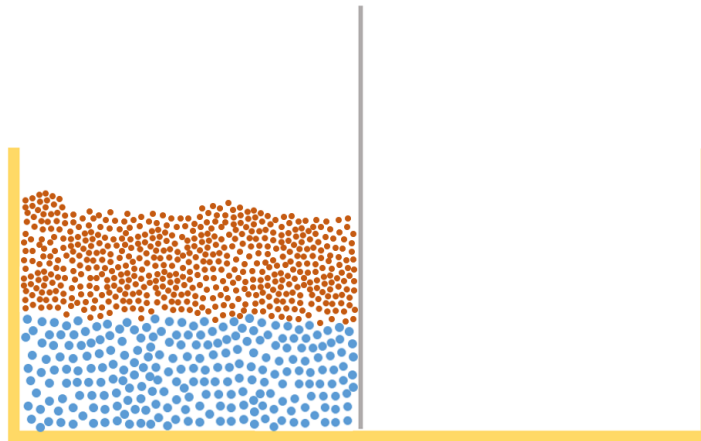


Figura 3.6 Esquema da configuração dos pós no momento anterior ao início da vibração (a cor, tamanho e compactação dos pós são apenas ilustrativos para fins de facilitar a evidência visual de que são dois pós diferentes).

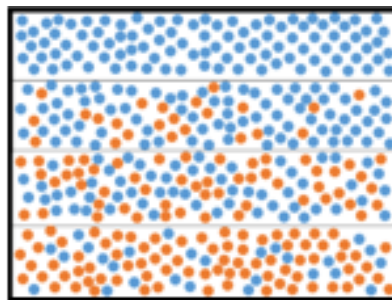


Figura 3.7 Esquema da configuração final pretendida para os pós na mistura tipo II, no momento posterior ao fim da vibração.

Na verdade, o objetivo principal deste estudo é análise dos gradientes composicionais ao longo da altura da mistura a partir de um material maciço. Como tal, é fundamental conseguir aumentar a altura das nossas misturas. Com esse fim, foi incorporado um separador de alumínio que secciona o cadinho cerâmico, permitindo que, com menos pó, se consiga obter uma mistura com maior altura, para que a análise, seja mais completa. Outras modalidades de separadores, assim como de deposição de pós, foram também utilizadas (figura 3.9 e figura 3.11).

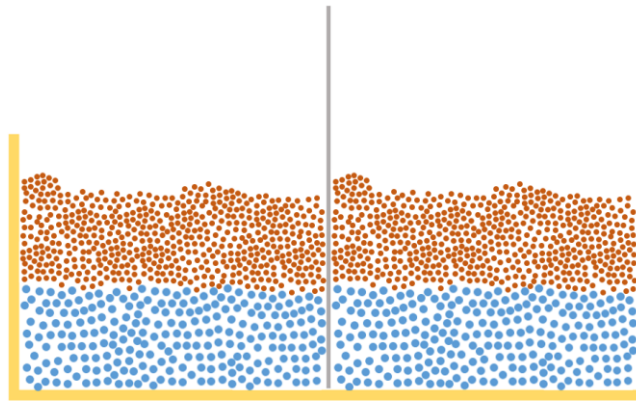


Figura 3.8 Esquema da configuração inicial dos pós no momento anterior ao início da vibração quando as duas seções são preenchidas com pó.

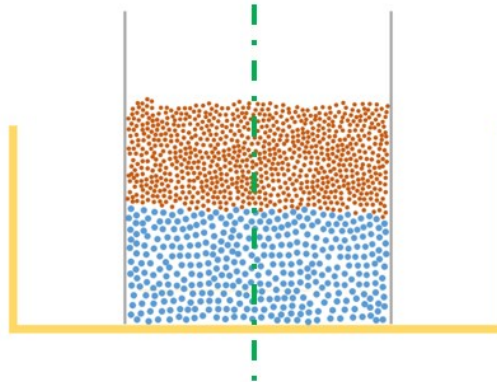


Figura 3.9 Esquema da configuração inicial dos pós no momento anterior ao início da vibração, utilizando o separador cilíndrico.

3.3. Processo de manuseamento

Para que fosse possível a realização de análise de imagem as misturas, logo a seguir à operação de vibração, elas foram tratadas termicamente de modo a pré-sinterizarem, ou seja, a aumentarem a resistência interparticular por difusão ou formação de fase líquida. Durante o processo de transporte do cadinho até ao forno, para que fosse minimizada uma possível alteração significativa da distribuição das diferentes partículas na mistura vibrada, a operação de vibração foi efetuada perto do forno onde se realiza a pré-sinterização. As misturas, após pré-consolidação, foram analisadas por SEM diferentes seções transversais dos pré-consolidados para permitir determinar a variação das concentrações de cada espécie da mistura em altura.

O equipamento utilizado foi um forno com resistências de tungsténio que permite atingir temperaturas de 1600°C (figura 3.12). O equipamento da Thermolab foi

modificado para que seja possível operar em vácuo e em atmosfera controlada, no caso em estudo era constituída por argon hidrogenado.



Figura 3.10 Forno de sinterização

Tabela 3.5 Condições de pré-sinterização para as duas misturas utilizadas.

Tipo de mistura	Temperatura de Tratamento [°C]	Duração [horas]	Velocidade de Aquecimento [°C/min.]	Tipo de Atmosfera [Ar/H ₂]	Pressão [Pa]
Aço H13 + Cobre	1050	2,5	10	90 - 95% / 10 - 5%	7,5
Aço H13 + WC8Co	1100 ou 1200	2,0	10	90 - 95% / 10 - 5%	7,5

3.4. Condições de caracterização após pré-sinterização

Após a pré-sinterização, o cadinho era recolhido do interior do forno e depois de arrefecido o pré-consolidado era removido do cadinho e avaliado. A seguir era selecionada a seção transversal a estudar. Os fatores mais importantes tidos em consideração para a determinação da melhor zona da peça para se efetuar o corte foram:

- a robustez e a facilidade ou possibilidade de realizar o corte com sucesso;
- a altura.

3.5. Análise de Imagem

As seções transversais foram polidas com diamante a 6 e 3 μm . A seção transversal, depois de corretamente tratada é analisada utilizando SEM para que se possa avaliar a evolução da distribuição dos pós ao longo da seção transversal da peça.

A análise SEM foi feita tirando várias fotografias ao longo da face transversal da peça.

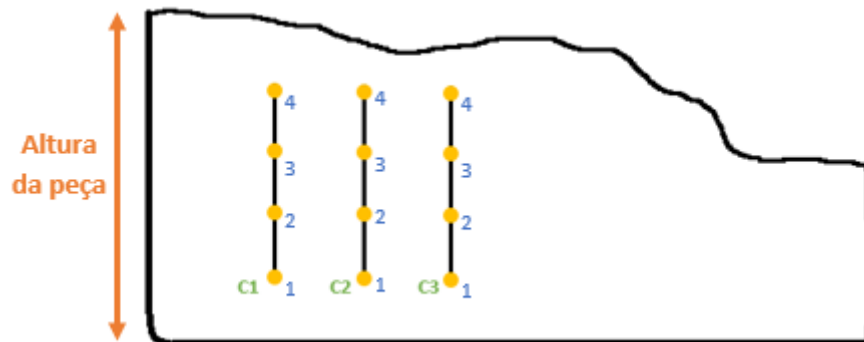


Figura 3.11 Esquema do método de análise por via SEM da seção transversal da peça (a verde a designação da linha e a azul o número identificador de cada ponto de cada linha).

Todas as peças eram analisadas nas linhas ao longo da altura da seção transversal da peça: C1, C2, C3, ... e recolhidas imagens (figura 3.12). O número de imagens por linha variou de 2 a 9 imagens. Este número depende da quantidade de boas imagens que se conseguem obter numa linha. Linhas situadas em zonas com menor altura, tiveram menos imagens associadas. As imagens da mesma linha distam 2 mm umas das outras. As distâncias entre linhas (C1, C2 e C3...) podiam variar entre 1 a 5 mm.

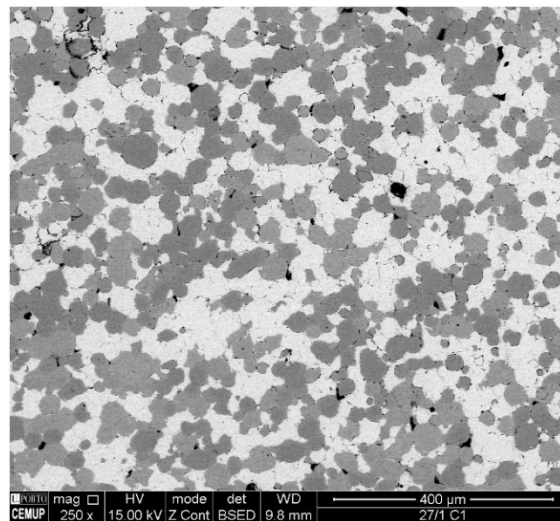


Figura 3.12 Micrografia da mistura aço H13 + Cobre (SEM).

O ImageJ foi a ferramenta de *software* usada para a análise de imagem. A utilização deste programa vem da necessidade de distinguir, nas imagens captadas na superfície da seção transversal dos pré-consolidados analisados o aço H13, o cobre ou o carboneto de tungstênio.

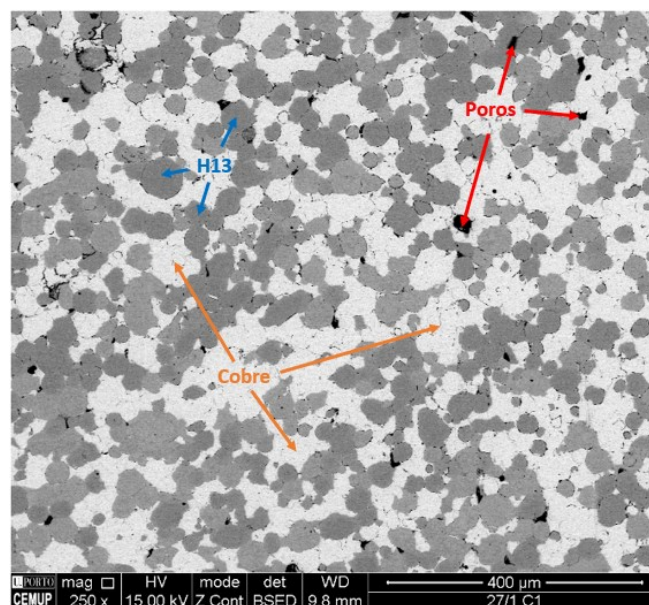


Figura 3.13 Exemplo de distinção dos constituintes na mistura aço H13 + Cobre (SEM).

Difração de Eletrões Retrodifundidos (BSED, do inglês Backscatter Electron Diffraction). Esta técnica atribui uma tonalidade de cor diferente a elementos com massa atômica diferente. As zonas negras da imagem correspondem a poros, pois não havendo

material nos poros nada reflete o feixe de elétrons do equipamento ficando essas zonas a preto. Como as misturas de H13 + Cobre foram sinterizadas a uma temperatura de 1150°C, perto da temperatura de fusão do Cobre ($T_f = 1100^\circ\text{C}$), é espectável que o cobre forme uma fase líquida e que atue como um “ligante” dos pó do aço H13. Este, por sua vez, dada uma temperatura de fusão ser mais elevada ($T_f = 1400^\circ\text{C}$), ficará com um fator de forma característico do pó. Assim, é possível concluir que na figura 3.14, as zonas mais cinzentas correspondem a aço H13 e as zonas mais claras a cobre.

Através do ImageJ é possível calcular qual a percentagem da imagem que é ocupada por cada tipo de pó.

O primeiro passo é a conversão da nossa imagem para uma de 8-bit, ou seja, uma imagem composta por uma escala de tons de cinzento, depois através da opção Threshold, os pixels da imagem são divididos em 255 diferentes tons de cinzento. Nesta fase, pode ser definida a gama de tons correspondente a cada elemento.

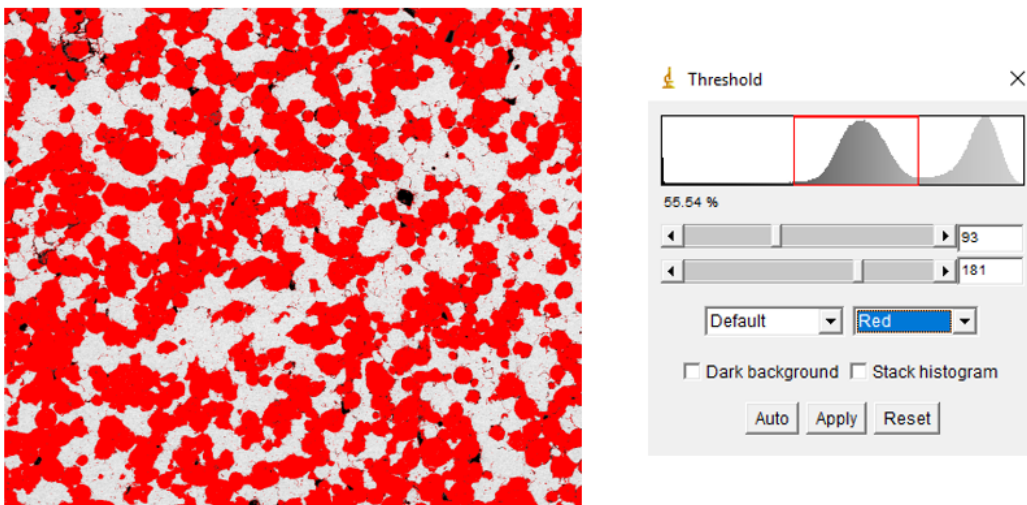


Figura 3.14 Metodologia de análise de imagem utilizando ImageJ.

Como é possível observar na figura 3.15, é selecionada a gama de pixels correspondente ao aço H13, todos os pixels à esquerda desta gama correspondem a poros e todos à direita desta gama, a cobre. A gama de pixels selecionada pode ser realçada utilizando a cor vermelha, a fim de determinar visualmente se esta foi ou não bem, quando comparada à imagem original, para que se possa garantir que tudo quanto é pretendido é selecionado. A opção Threshold calcula automaticamente a percentagem da área da imagem a que, a gama selecionada, corresponde.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O presente capítulo iniciar-se-á com a caracterização dos pós utilizados (aço (H13), Cu e carboneto de tungstênio (WC8Co) no presente estudo. Em seguida, serão apresentadas e discutidas as variações da distribuição para cada um dos pós nas misturas selecionadas, pela adoção de diferentes variáveis da técnica de vibração enunciada.

4.1. Pós

A caracterização dos pós utilizados foi realizada tendo em consideração a avaliação dos 4Ss de cada pó estudado.

4.1.1. Análise granulométrica

A análise granulométrica permite descobrir qual o tamanho médio das partículas de pó, distribuição granulométrica.

A figura 4.1 evidencia a análise granulométrica dos pós de aço H13, em que o d_{50} é da ordem de 32,1 μm , e dispersão do tamanho das partículas é reduzido.

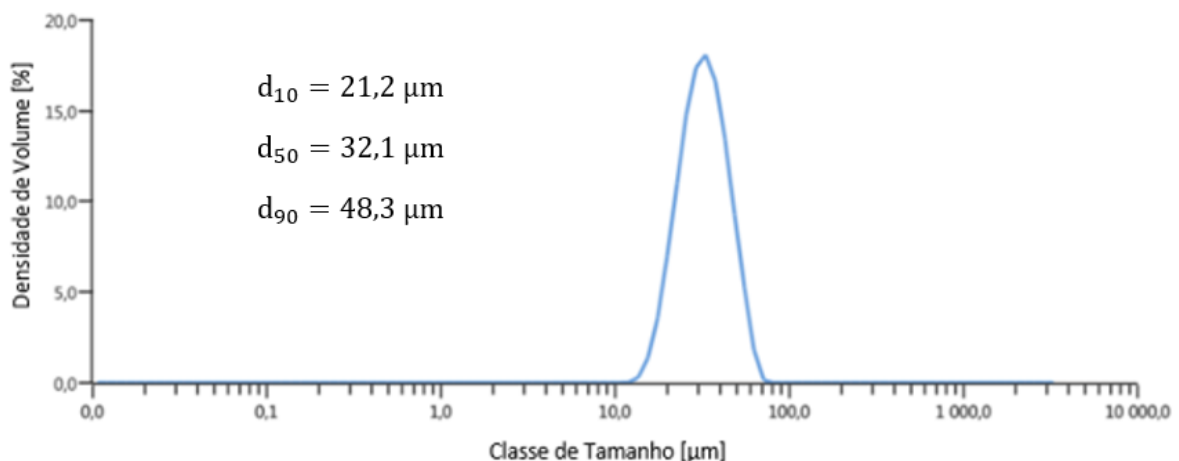


Figura 4.1 Distribuição granulométrica do pó do aço de ferramenta H13.

A análise granulométrica dos pós utilizado para o caso do cobre é apresentada na figura 4.2. É evidente, que comparativamente com o pó do aço H13, o pó de cobre possui

menor d_{50} (13,8), mas uma distribuição bimodal e mais alargada do que a observada para o aço H13. Em concordância com os conteúdos estudados, um aumento da dispersão do tamanho de partícula é conducente à redução da eficiência do processo de estratificação dos elementos na mistura.

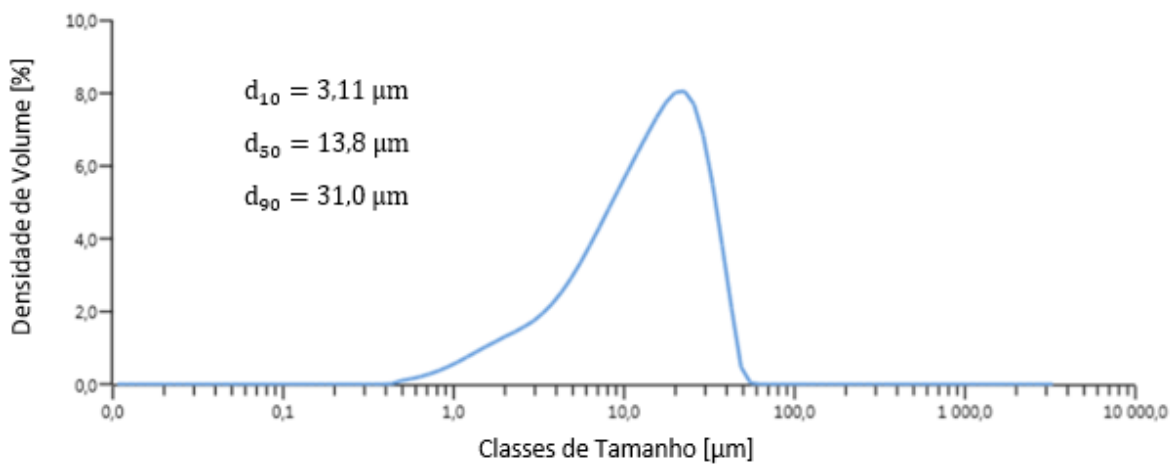


Figura 4.2 Distribuição granulométrica do pó de cobre.

A figura 4.3 mostra a distribuição granulométrica do pó WC8Co. De todos os pós este é o que possui menor d_{50} (4,04 μm). A comparação com o pó de H13 mostra que a dispersão do tamanho de partículas de pó é igualmente simétrica.

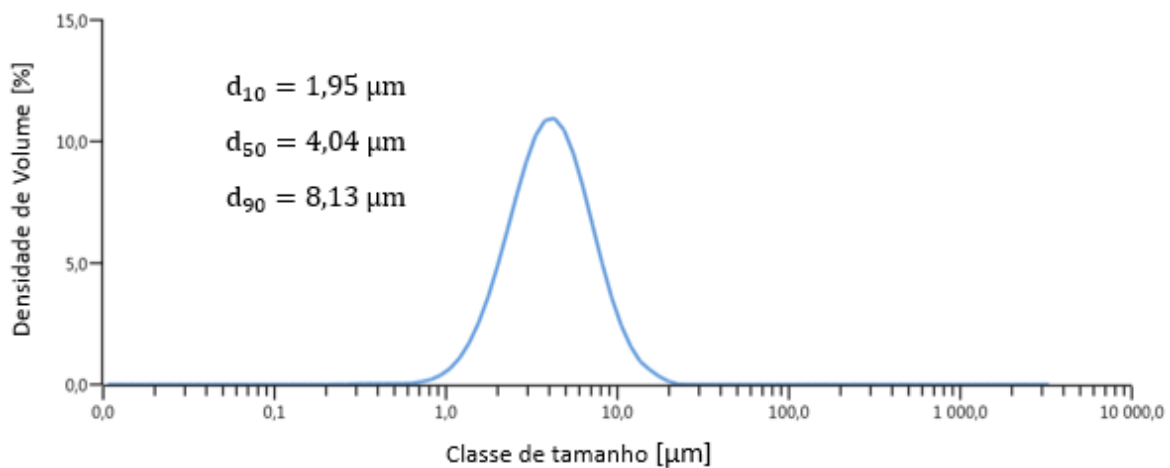


Figura 4.3 Distribuição granulométrica do pó de WC8Co.

4.1.2. Análise da forma das partículas

Na figura 4.4 é possível, para o pó de aço H13, mostrar que este possui essencialmente um fator de forma próximo de 1.

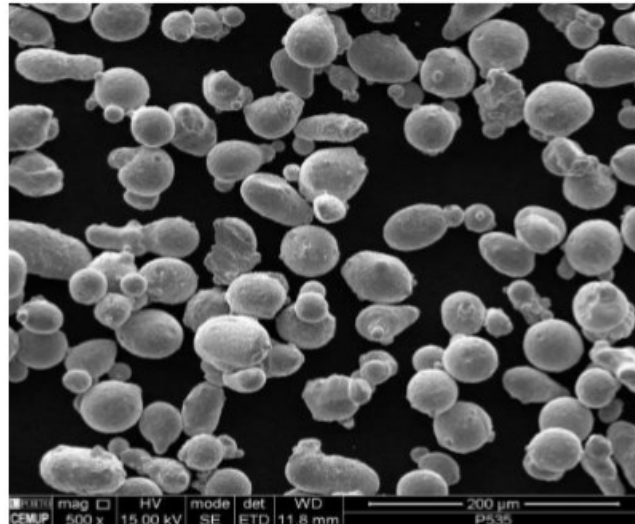


Figura 4.4 Forma das partículas de aço H13.

Na figura 4.5 está patente que a forma assumida pelas partículas de pó de cobre é similar à das partículas de pó de aço, ou seja, têm um fator de forma próximo de 1. É também evidente que o tamanho de partícula de pó de cobre tem maior dispersão de tamanhos do que a do pó de aço H13. Quando mais próximo de 1 for o fator de forma, melhor será o comportamento do pó durante a vibração.

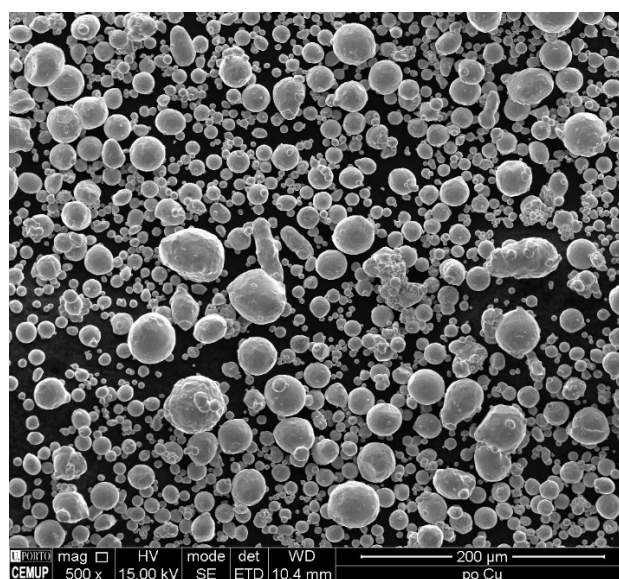


Figura 4.5 Morfologia das partículas de pó de cobre.

4.1.3. Composição física

No caso do pó de aço H13, ele é constituído essencialmente por uma fase martensítica.

O difratograma de raios X realizado ao pó de cobre não revela a presença de óxidos de cobre. Na verdade, não há nenhum pico que confirme a presença de óxidos, bem como a de outros elementos contaminantes.

No concerne a constituição física dos pós de WC8Co (Figura 4.5), há, como esperado, duas fases WC e Co, no entanto ocorrer algum W₂C residual.

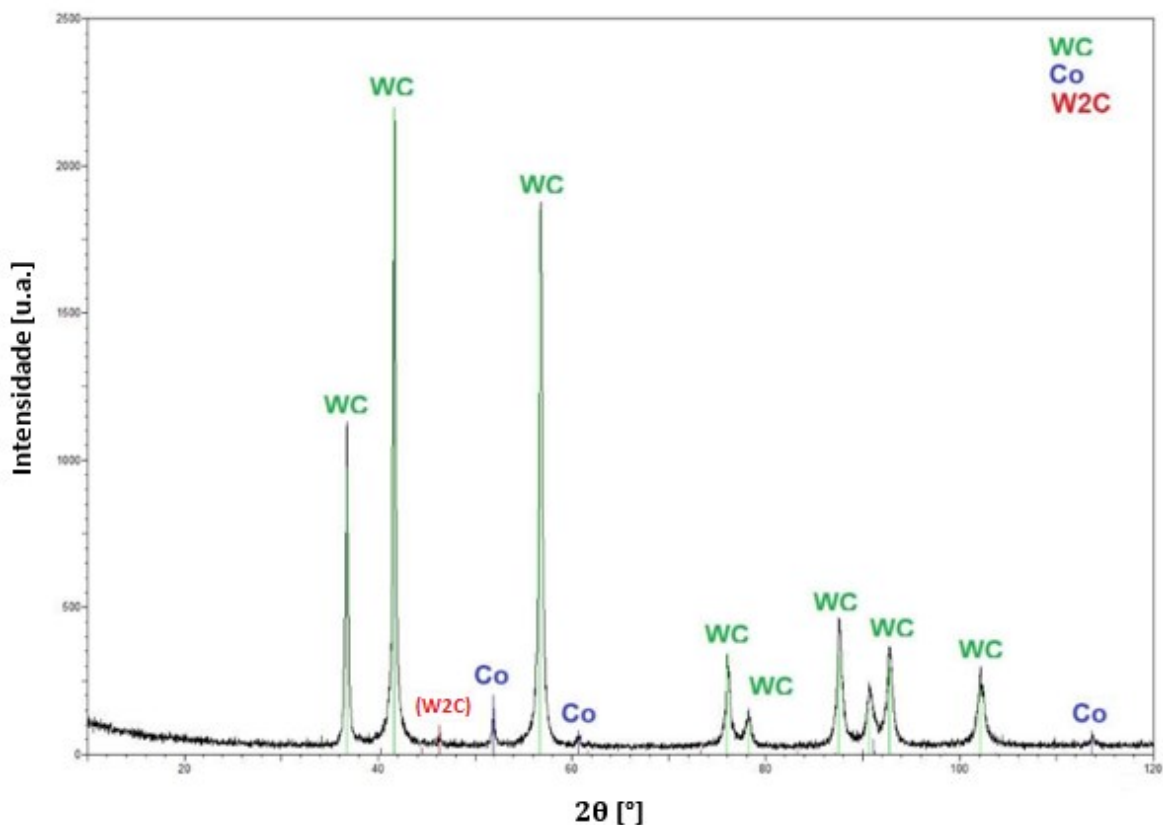


Figura 4.6 Difratograma do pó de WC8Co.

4.1.4. Densidade

Na tabela 4.1 é evidente a diferença de densidades entre os diversos pós selecionados. Se o aço H13 e o cobre (mistura tipo I) apresentam densidades pouco diferenciadas, permitindo maximizar o efeito do tamanho da partícula na distribuição dos pós após vibração. O carboneto de tungstênio tem uma densidade muito diferente do aço H13, permitindo evidenciar o seu papel na criação de gradientes composicionais.

Tabela 4.1 Densidades dos diferentes pós utilizados no estudo.

Pó	Carboneto de Tungstênio (WC8Co)	Aço Ferramenta H13	Cobre
Densidade [Kg/m ³]	13649	7360	8800

4.1.5. escoabilidade de pós

A escoabilidade, como referido, é um factor que influencia a mobilidade dos pós no interior do leito quando sujeito a vibração.

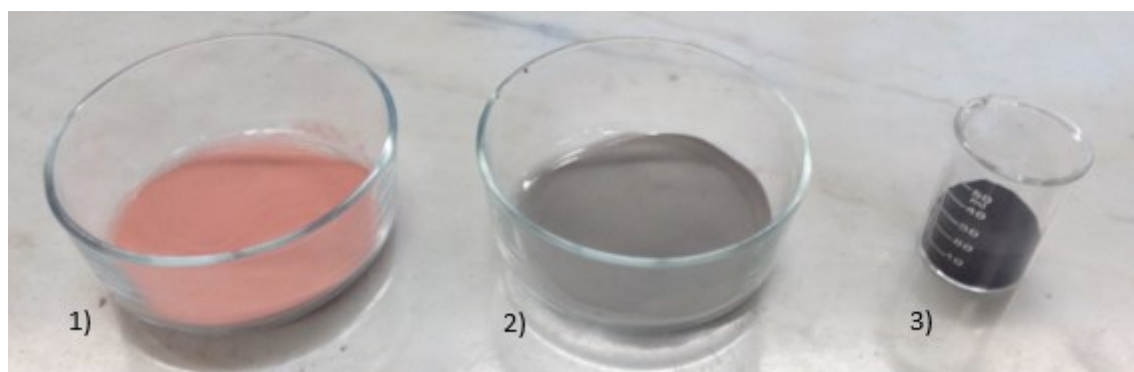


Figura 4.7 Pós utilizados nos ensaios de vibração (1) Cobre; (2) H13; (3) WC8Co.

A avaliação pelo método Flodex permitiu avaliar a escoabilidade e quantificar o coeficiente de atrito dos três tipos de pó estudados (tabela 4.1). O coeficiente de atrito é calculado utilizando a equação 4.1.

$$k_{poise} = \frac{\rho_{aparente} \times r \times g}{2} \quad (\text{Eq. 4.1})$$

em que k é o coeficiente de atrito, $\rho_{aparente}$ é a densidade aparente do pó, r é o raio mínimo correspondente a metade do diâmetro determinado pelo método Flodex e g é a aceleração gravítica.

Tabela 4.2 escoabilidade e atrito dos pós.

Pós	Raio Mínimo do disco [mm]	Coefficiente de Atrito, k [g/cm. s ²] (Poise)
H13	1,0	208,7
Cobre	2,5	596,2
WC8Co	10,0	2097,2

Da tabela 4.1 é constatável que o pó de aço H13 tem a melhor escoabilidade quando aplicável o método Flodex, onde a abertura de 1 milímetro de raio é a menor possível. Este resultado está conformidade com o expectável para um pó comercial de qualidade. O WC8Co apresenta o pior resultado dos três pós, o seu valor de coeficiente de atrito muito elevado. Assim, é possível assumir que em comparação com o pó de WC8Co, os pós de aço H13 e de cobre têm valores de coeficientes de atrito da mesma ordem.

4.2. Efeito da vibração no gradiente composicional das misturas

Nesta seção, serão apresentados e discutidos os resultados dos dois tipos de misturas (aço H13 + Cobre, e aço H13 + WC8Co) quando sujeitas a vibração. As condições operatórias de vibração estão compiladas na tabela 4.3.

Tabela 4.3 Condições de vibração durante das misturas tipo I e II.

Ensaio	Tipo de Mistura	Duração da Vibração [minutos]	Amplitude de Vibração A [mm]	Frequência de Vibração f [Hz]
1	Aço H13 + Cu	5	0.5	50-60
2	Aço H13 + Cu	5		
3	Aço H13 + Cu	5		
4	Aço H13 + Cu	10		
5	Aço H13 + Cu	30		
6	Aço H13 + Cu	30		
7	Aço H13 + WC8Co	1		
8	Aço H13 + WC8Co	5		
9	Aço H13 + WC8Co	5		
10	Aço H13 + WC8Co*	10		

* temperatura de pré-sinterização 1200°C

Com objetivo de manipular as misturas processadas, sem qualquer possibilidade de novos rearranjos das partículas de pó, houve necessidade de proceder à sua pré-sinterização, em condições já definidas, para cada tipo de mistura descrita no capítulo 3.

As misturas pré-sinterizadas tipo I - aço H13 + Cu (ensaio 1, 2, 3, 4, 5 e 6) apresentaram todas, integridade necessária à sua manipulação, em particular para a preparação da seção transversal necessária a uma análise eficaz. A figura 4.6 mostra que há mesmo sinterização em fase líquida e, para todas as diferentes condições selecionadas, homogeneidade.

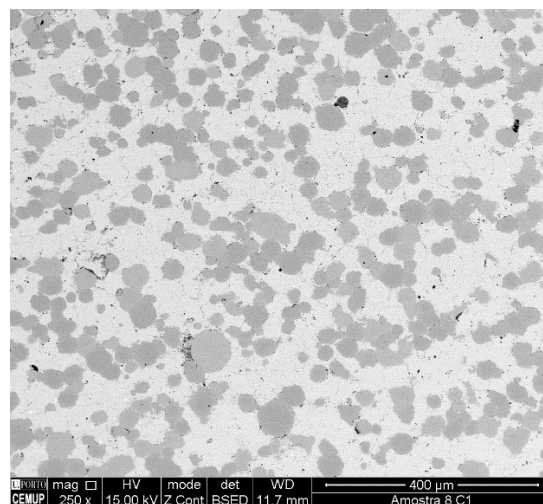


Figura 4.8 Mistura aço H13 e cobre “pré-sinterizado” (SEM).

As misturas Aço H13 + Cu, por apresentarem um bom nível de homogeneidade das suas 2 espécies, é possível realizar um estudo do gradiente composicional através da análise de imagem. Depois de analisadas as imagens SEM e calculadas as percentagens de área de superfície ocupadas pelas diferentes espécies, foi estabelecido um mapa para cada amostra.

Para cada uma das condições analisadas (1, 2, 3, 4, 5 e 6), diferentes planos da seção transversal foram investigados, e determinada a distribuição volumétrica de pó de aço H13 na mistura em análise, da base para o topo (figura 3.14). De notar que % ponderal dos pós era similar, mas em relação a % volúmica era 58:42 (aço H13:Cu).

Ensaio 1 (5 min. de vibração)

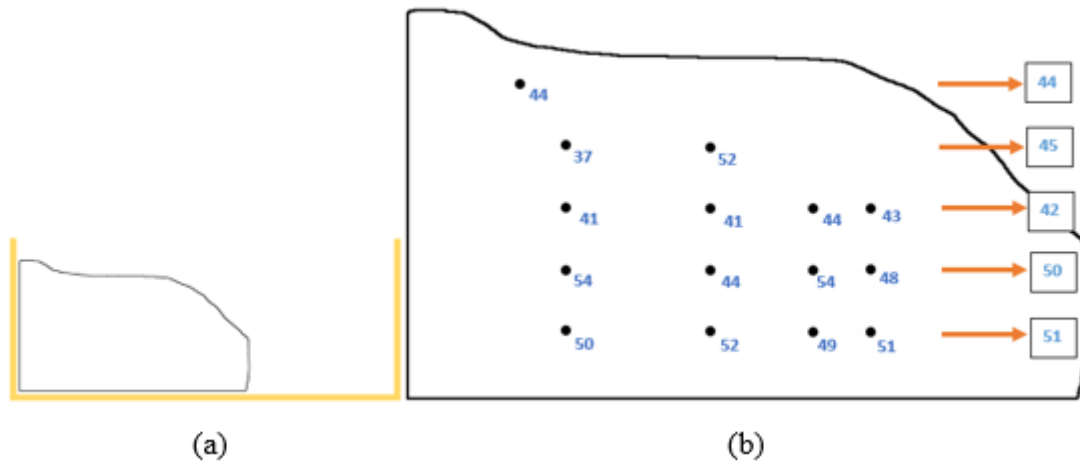


Figura 4.9 (a) posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13.

- **Ensaio 2 (5 min. de vibração, separador cilíndrico)**

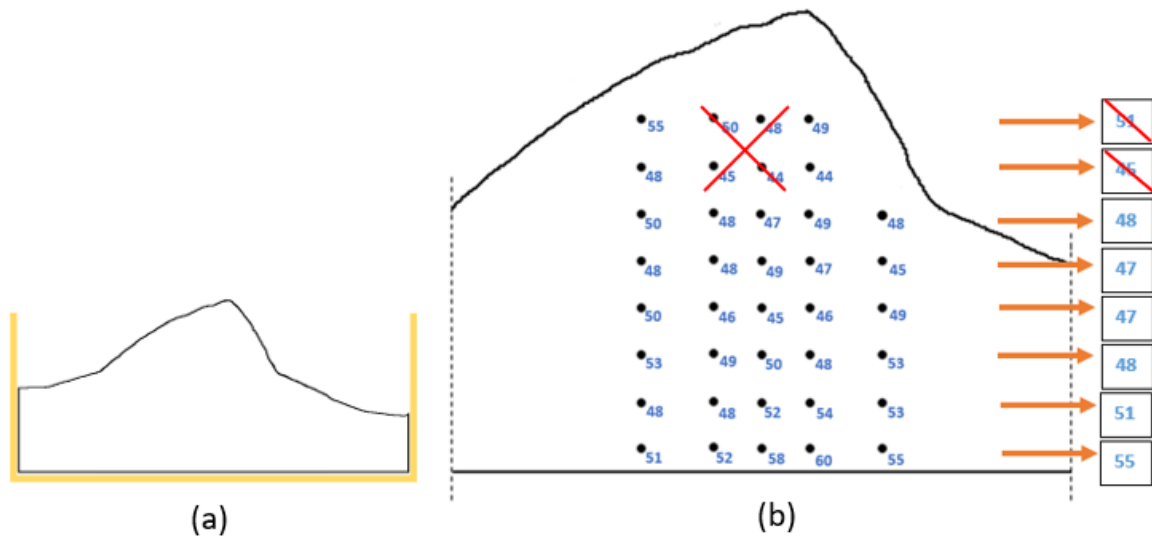


Figura 4.10 (a) Posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13
(X = a valores não considerados por deficiência de consolidação).

- **Ensaio 3** (5 min. de vibração, pó depositado dos dois lados do separador)

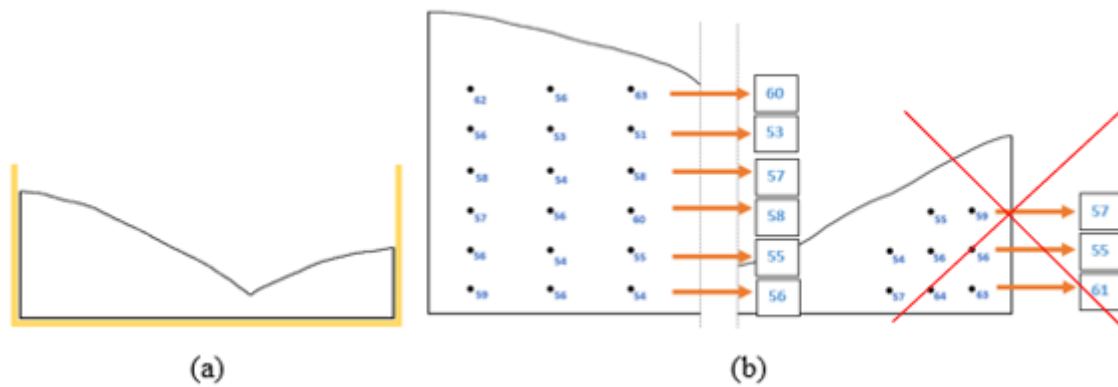


Figura 4.11 (a) Posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13. (X = a valores não considerados por mobilidade de pós; seção pouco representativa).

- **Ensaio 4** (10 min. de vibração)

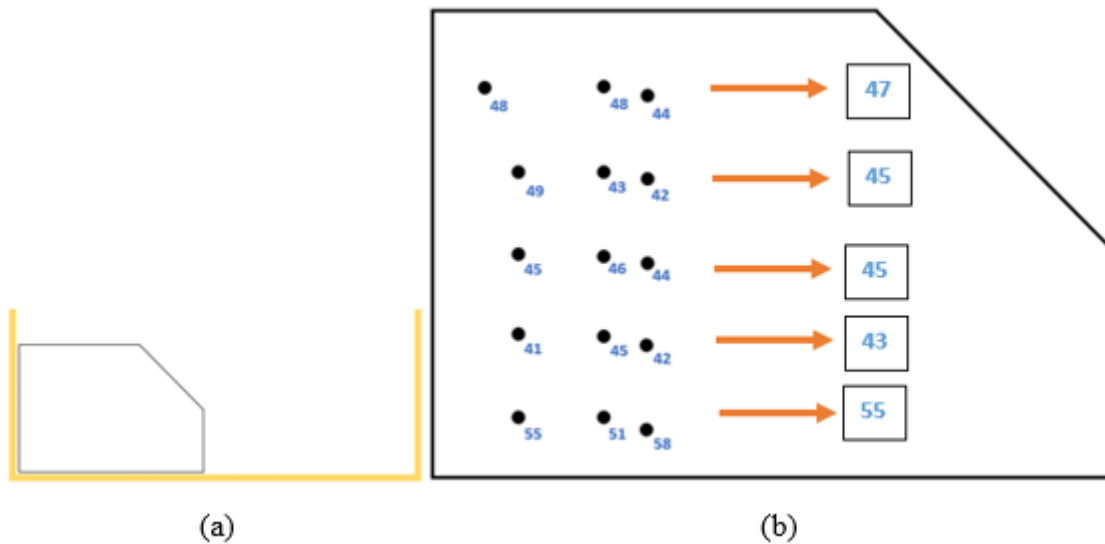


Figura 4.12 (a) Posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13.

Ensaio 5 (30 min. de vibração)

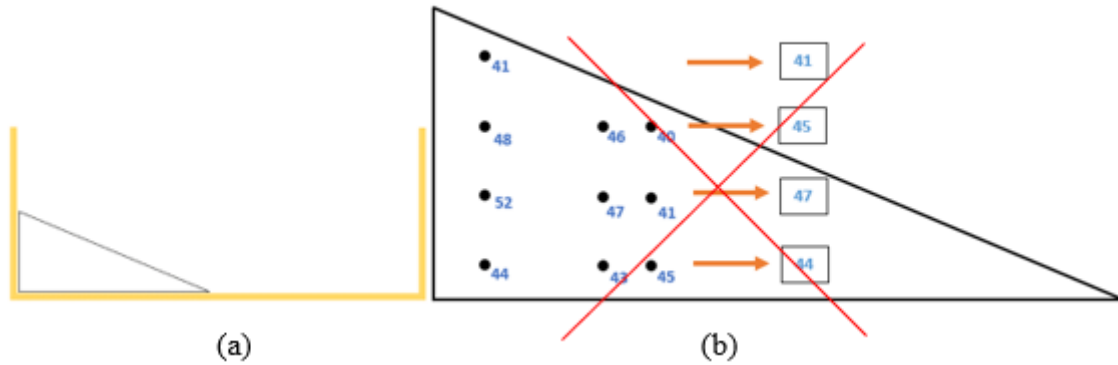


Figura 4.13 (a) posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13. (X = valores não considerados por deficiência de consolidação)

- **Ensaio 6** (30 min. vibração)

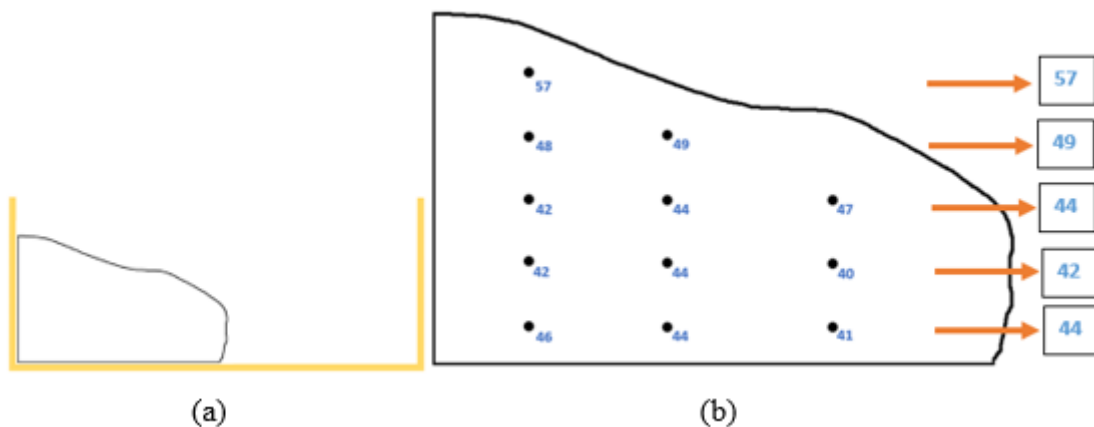


Figura 4.14 (a) Posição relativa do plano de corte ao cadinho; (b) concentração de aço H13.

Embora se considere que há necessidade de aumentar o número de imagens a analisar, ou seja, o tamanho da seção transversal da mistura de pós, algumas ilações podem ser retiradas do estudo efetuado. Quando dois materiais com densidades ligeiramente diferentes (7360 e 8800 [Kg/m³]), em que o de maior densidade e menor granulometria, é a camada superior do material a vibrar, pode ser evidenciado que para tempos de vibração

pouco significativos (5 ou 10 min), qualquer que seja a montagem, há formação de cima para baixo (do topo para a base do cadinho) de um gradiente positivo em pó de aço H13, quase atingindo, nas camadas mais próximas da base do cadinho, a composição média da mistura (58:42).

De notar que no ensaio 2 foram excluídos os valores da composição do aço H13 nas camadas superiores devido a irregularidades geométricas do pré-sinterizado. Por outro lado, a simples presença de um separador vertical no meio dos pós, inverte o gradiente (ensaio 3), em similitude com o aumento do tempo de vibração.

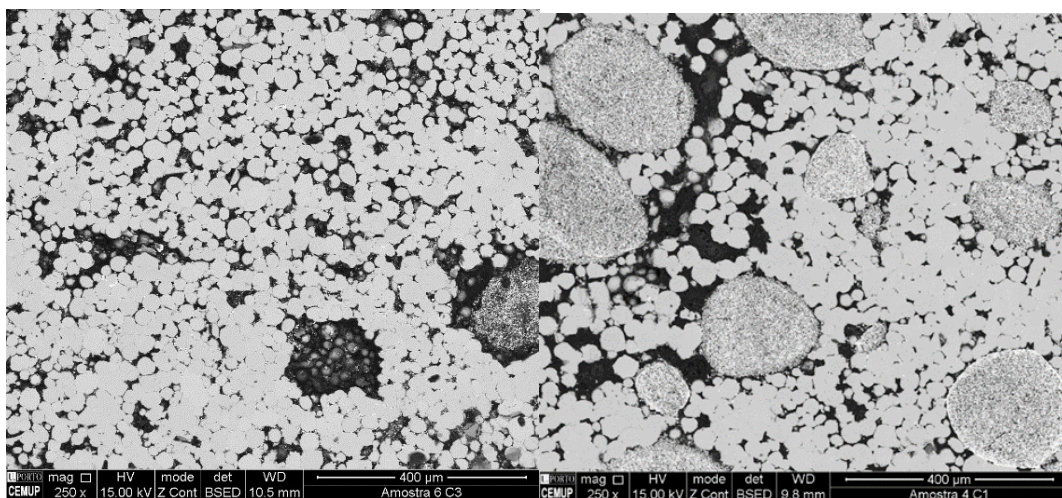
As misturas tipo II de aço H13 + WC8Co (ensaios 7, 8, 9 e 10), após pré-sinterização, apresentaram defeitos significativos, em particular se comparados com o resultante da mistura aço H13 + Cu. Os pré-consolidados, qualquer fosse a temperatura de sinterização (1100 ou 1200°C), tinham defeitos que puseram em causa a sua integridade, em particular durante as operações de corte e acabamento; no ensaio, denominado por 7, houve mesmo desagregação total. Para sustentar este comportamento, é preciso ter em consideração as características intrínsecas do pó, parâmetros de vibração e mesmo condições de pré-sinterização. O colapso que foi detetado, no ensaio designado por 7, resultou de os pós terem sofrido vibração apenas durante 1 minuto, e este tempo de vibração ter-se revelado insuficiente. Os pós também não tiveram tempo de se misturar convenientemente, logo ocorreram zonas de grande concentração de pó de WC8Co, que não pré-sinterizou, nem aderiu ao aço H13, resultando no colapso do pré-consolidado. Um maior tempo de vibração -10 minutos (ensaio 10) permitiu uma boa mistura dos dois pós. No entanto, dadas as características do recipiente em que a vibração ocorreu, o tempo de vibração induziu na mistura alguns fluxos indesejados, resultando num compacto de baixa espessura, dificultando a sua posterior análise. Por fim, vibrações com tempos intermédios (5 minutos) conduziram a uma consistência razoável (ensaio 8), mas que não permitiu usar o ImageJ.

As análises macrográficas dos pré-sinterizados, função das condições de vibração, estão compiladas na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 Robustez do pré-sinterizado função das condições de vibração (mistura tipo II).

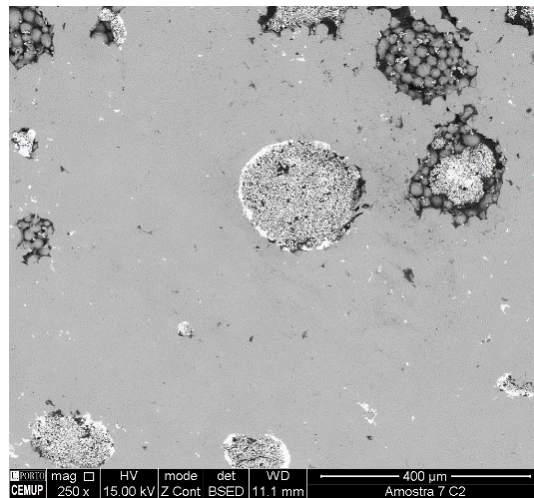
Nº ensaio	Estado da peça final
7	Colapso total
8	Boa consolidação
10	Boa consolidação (espessura reduzida)

Através de análise do pó (SEM) (figura 4.5) constatou-se que há significativa agregação dos pós de carboneto de tungstênio. Estes pós por não estarem parafinados têm tendência a agregar por vibração. Dado este facto, não foi possível realizar uma análise do gradiente composicional da mesma forma que se realizou para os pré-consolidados de mistura tipo I (Aço H13 + Cu). No entanto, algumas micrografias a baixa ampliação (SEM), revelaram a baixa robustez do compósito, não pó devido ao excesso de poros como a ocorrência de agregados (figura 4.15 (a), (b) e (c)).



(a)

(b)



(c)

Figura 4.15 Micrografias (SEM) de misturas tipo II (a) $T= 1100^{\circ}\text{C}$, $t= 2$ horas e tempo de vibração = 5 minutos; (b) $T= 1100^{\circ}\text{C}$, $t= 2$ horas e tempo de vibração = 10 minutos; (c) $(T= 1200^{\circ}\text{C}$, $t= 2$ horas e tempo de vibração = 5 minutos.

5. CONCLUSÕES

O foco deste trabalho incidiu sobre o estudo da produção de componentes multimaterial por fabricação aditiva. Foi estudada a viabilidade da utilização de processos de vibração para induzir um gradiente composicional numa mistura de duas espécies diferentes de pó, com o objetivo de atenuar as incompatibilidades térmicas e mecânicas das diferentes espécies e conferir maior robustez à zona de fronteira entre estas. H13 foi misturado com cobre e WC8Co de modo a melhor perceber quais os mecanismos que regulam o processo de mistura de pós de modo a criar conceitos preditivos para o processo de vibração.

As principais conclusões que podem extrair do trabalho levado a cabo resumem-se em seguida.

O uso de pós de WC de forma irregular e pequeno tamanho de partícula e muito má escoabilidade não é conducente a uma boa mistura. As suas particulares características para se aglomerar e formar grandes aglomerados localizados também não é conducente a concretização de um pré-consolidado íntegro e de qualidade. A melhoria da escoabilidade, da rugosidade superficial do pó e a diminuição da sua tendência para agregar são cuidados promotores de uma melhor mistura e criação de gradientes entre os pós.

A duração de vibração é um fator importante do processo, tempos reduzidos próximos de 1 minuto são insuficiente para que haja uma boa mistura de pós, períodos demasiado elevados da ordem dos 30 minutos revelam-se desnecessários pois a essa altura já ocorreu a inversão da posição das espécies na estratificação da mistura.

Densidade é o fator mais preponderante na definição dos movimentos das partículas de pó dentro da mistura, seguido do tamanho de partícula. Mesmo diferenças pequenas de densidade (aço H13:Cobre, 1:1,2) podem transmitir o estímulo necessário para que duas partículas de materiais diferentes e do mesmo tamanho tenham o movimento relativo pretendido.

A utilização do tipo de recipiente correto para a realização da vibração é fundamental para que se possa analisar com clareza a formação tanto do gradiente horizontal como vertical. Um recipiente de forma cilíndrica potencia a característica uniaxial

pretendida na vibração, atenuando todas as outras que tendem a aumentar o erro da nossa vibração e promovendo deslocamentos noutras direções.

Frequência e Amplitude são características de importância reduzida para o nosso processo específico de vibração. Estando as limitações associadas à frequência, inseridas num intervalo, desde uma frequência mínima necessária para que a estratificação se inicie, a uma frequência máxima, a partir da qual, o pó já não vibra harmonicamente e começa a ocorrer turbulência que aumenta o erro de vibração. No estudo a frequência de vibração contante, portanto não foi possível estabelecer valores para se associar a estes dois limites. Quanto à amplitude, também há uma amplitude mínima necessária ao início da estratificação e a amplitude máxima será limitada pela capacidade do nosso recipiente conter as partículas estimuladas pela amplitude de vibração no seu interior. Foi determinada uma amplitude máxima de vibração de 0,5 mm pois pouco acima dessa amplitude o pó começava a saltar fora do recipiente cerâmico.

Foi possível observar a formação consistente de gradientes composicionais ao longos dos ensaios realizados com misturas de H13 + Cobre. Este estudo pode ser inserido como um passo rumo à definição cada vez mais precisa dos parâmetros que influenciam a vibração de pós, e na criação de um modelo preditivo de gradientes composicionais em processos de vibração de pós.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] N. Meisel and C. Williams, “An Investigation of Key Design for Additive Manufacturing Constraints in Multimaterial Three-Dimensional Printing,” *J. Mech. Des.*, vol. 137, no. 11, p. 111406, 2015.
- [2] “<https://www.ge.com/additive/additive-manufacturing>,” 2018. .
- [3] “ISO / ASTM52900-15, Standard Terminology for Additive Manufacturing – General Principles – Terminology, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015,” .
- [4] by IoT NORTHROP, “The joining of tungsten carbide hardmetal to steel,” *J. S. At. Inst. Min. Met.*, vol. 87, no. 5, pp. 125–135, 1987.
- [5] F. W. Mayer, “Fundamentals of a potential theory of jiggling process,” in *Proc. 7th Int. Miner. Proc. Cong.*, 1964, pp. 75–86.
- [6] R. G. Cornwall and R. M. German, “WC-Co enjoys proud history and bright future,” *Metall Powder Report J-A*, pp. 32–33, 1998.
- [7] A. T. Santhanam, P. Tierney, and J. L. Hunt, “Cemented Carbides,” in *Metals Handbook, ASM Int.*, 10th ed., 1990, pp. 950–977.
- [8] L. Prakash, *Fundamentals and General Applications of Hardmetals*, vol. 1. Elsevier Ltd, 2014.
- [9] P. M. Novotny and M. K. Banerjee, “Tool and Die Steels,” *Ref. Modul. Mater. Sci. Mater. Eng.*, no. July 2015, pp. 1–8, 2016.
- [10] M. K. K. Sukanuma, Y. Miyamoto, “Joining of Ceramics and metals,” *Annu. Rev. Mater. Sci.*, pp. 47–73, 1988.
- [11] T. Mizuhara, H. Huebel, E., Oyama, “High-reliability joining of ceramic to metal,” *American Ceramic Society Bulletin*, pp. 1591–1599, 1989.
- [12] A. M. N. and S. R. Uday M.B., Ahmad-Fauzi M.N., “Current Issues and Problems in the Joining of Ceramic to Metal,” in *Intech*, 2016, pp. 159–160.
- [13] D. N. Grozdanov and N. L. Hinov, “Industrial application of induction brazing systems,” *2016 25th Int. Sci. Conf. Electron. 2016*, 2016.

- [14] C. Selcuk Dr, “Joining processes for powder metallurgy parts,” *Adv. Powder Metall. Prop. Process. Appl.*, pp. 380–398, 2013.
- [15] R. S. Mishra, M. W. Mahoney, Y. Sato, and Y. Hovanski, “Friction stir welding and processing VIII,” *Frict. Stir Weld. Process. VIII*, vol. 50, pp. 1–300, 2016.
- [16] G. Oliveira, “Fusão Selectiva por Laser (SLM) como processo de eleição para a produção de componentes multimaterial,” 2017.
- [17] M. I. Zainuddin, M. Yasuda, Y. Liu, H. Maruyama, and S. Matsusaka, “Development of vibration shear tube method for powder flowability evaluation,” *Powder Technol.*, vol. 217, pp. 548–553, 2012.
- [18] C. Van Nguyen, A. Bezold, and C. Broeckmann, “Anisotropic shrinkage during hip of encapsulated powder,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 226, pp. 134–145, 2015.
- [19] F. Zhang, K. Cronin, Y. Lin, C. Liu, and L. Wang, “Effects of vibration parameters and pipe insertion depth on the motion of particles induced by vertical vibration
Vertical pipe High definition camera Vertical Acceleration Electromagnetic
Vibrator,” *Powder Technol.*, vol. 333, pp. 421–428, 2018.
- [20] F. A. G. Pita, “Tratamento de Minérios II,” 2015.
- [21] C. Hoffmann *et al.*, “Stratification in air jigs of concrete / brick / gypsum particles,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 109, pp. 63–72, 2016.
- [22] W. M. Ambrós, C. H. Sampaio, B. G. Cazacliu, P. N. Conceição, and S. Glaydson, “Some observations on the influence of particle size and size distribution on stratification in pneumatic jigs,” vol. 342, pp. 594–606, 2019.
- [23] W. Monteiro, B. Grigore, and C. Hoffmann, “Wall effects on particle separation in air jigs,” *Powder Technol.*, vol. 301, pp. 369–378, 2016.
- [24] “www.hansonresearch.com,” 2018. .
- [25] “Flodex Operation Manual,” no. 800, 2010.