

ELCIO COSTA DOS SANTOS JUNIOR

DESEMPENHO EM SERVIÇO DE GRANALHAS DE AÇO ALTO CARBONO:
influência da microestrutura e parâmetros de processo

Dissertação de Mestrado apresentada ao Centro Universitário FEI como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, orientado pelo Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco.

São Bernardo do Campo

2020

Costa Jr, Elcio.

Desempenho em serviço de granalhas de aço alto carbono: Influência da microestrutura e parâmetros de processo / Elcio Costa Jr. São Bernardo do Campo, 2020.

98 p.

Dissertação - Centro Universitário FEI.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco.

1. Granalha. 2. Aço de alto carbono. 3. Estrutura martensítica. 4. Austenita retida. 5. Jateamento. I. Magnabosco, Rodrigo, orient. II. Título.

Elaborada pelo sistema de geração automática de ficha catalográfica da FEI com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Ao meu pai, minha mãe, minha irmã e minha
linda sobrinha que são minha inspiração.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelo dom da vida e por ter me guiado nessa trajetória.

Aos meus pais, Elcio e Lucia, à minha irmã Patrícia, e à minha sobrinha Isabela por estarem ao meu lado me apoiando incondicionalmente.

Ao meu notável orientador Rodrigo Magnabosco pela paciência e por contribuir não somente na produção deste trabalho, mas também por ter me ajudado a galgar a um novo patamar na minha vida. Muitíssimo obrigado.

À Sinto Brasil em especial ao presidente Sr. Julius Nascimento por acreditar nesse projeto.

Ao Sr. Alex Belarmino pela paciência e compreensão.

Ao meu time de qualidade da Sinto Brasil por toda prestatividade e contribuição.

Aos meus colegas e companheiros de Sinto Brasil que me apoiaram desde sempre.

Ao Centro Universitário FEI pela oportunidade de estudar e me desenvolver.

Ao meu amigo Herbert Nascimento por toda ajuda.

僕の人生の愛！さところ！

“Não sou como deveria ser
Nem o que eu queria ser
Ou o que virei a ser.
Mas estou grato por não ser
Mais quem costumava ser.”

John Wooden

RESUMO

Dentre as inúmeras aplicações do aço alto carbono, a granalha assume relevante protagonismo nos processos industriais de jateamento, *shot peening*, *peen forming* e corte de pedras ornamentais. O tratamento térmico tem grande influência na obtenção e refinamento da microestrutura e, conseqüentemente, nas suas propriedades mecânicas. Devido à inexistência de publicações científicas destinadas exclusivamente ao estudo da melhoria de desempenho da granalha, o presente projeto teve por objetivo comparar o desempenho da granalha com três diferentes teores de carbono, submetidas a cinco diferentes temperaturas de revenimento em ambiente de laboratório, buscando entender quais mecanismos microestruturais proporcionam maior durabilidade da granalha durante a operação de jateamento. Pôde-se concluir que a granalha com a concentração de carbono de 0,83% obteve desempenho até 18% maior sob temperatura de revenimento de 480 °C quando submetida ao teste de durabilidade em comparação com as demais condições. O melhor desempenho foi consequência das formações microestruturais apresentadas pela menor faixa de concentração de carbono, caracterizada por meio de metalografia e difração de raios-X. Esta condição apresentou microestruturas martensíticas finas e homogêneas, diferentemente das ligas com maiores concentrações de carbono, que apresentaram cementita não dissolvida, além de austenita retida após a têmpera, que resultou provavelmente em estrutura pós-revenimento mais heterogênea.

Palavras-chave: Granalha. Aço de alto carbono. Estrutura martensítica. Austenita retida. Jateamento.

ABSTRACT

Steel shots made from high-carbon steel have a prominent role in the industrial processes of blasting, shot peening and cutting of ornamental stones. Heat treatment greatly influences the microstructure, its refinement and, consequently, the mechanical properties of the steel shots. Due to the lack of scientific publications related to the performance of the high carbon cast steel shots, the present project aimed to compare the performance of high carbon cast steel shots in a laboratory environment at three different concentrations of carbon, subjected to five different tempering temperatures. It was studied the microstructural mechanisms that provide greater durability of the shot during its use in blasting operations. It can be concluded that the sample with 0.83%C tempered at 480 °C presented a performance 18% superior when submitted to the life test in comparison to other conditions. This may be related to the microstructural characteristics of the lower carbon concentration range, described by metallographic analysis and X-ray diffraction, which showed that this condition presents a fine and homogeneous martensitic microstructure, different to the alloys with higher carbon concentrations that presented grain boundary cementite, and retained austenite before tempering, resulting in more heterogeneous microstructures after the tempering process.

Keywords: Steel shot. High carbon cast steel. Martensitic structure. Retained austenite. Blasting.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- Atomização de granalha (início do processo).....	15
Figura 2 – Exemplos de granalhas - (a) Grit (angular) e	16
Figura 3- Comparação do crescimento da indústria de metais abrasivos.....	17
Figura 4 - Principais acontecimentos históricos da granalha.	18
Figura 5- Efeito da duração do revenimento de um aço com 0,82%C sobre a dureza a quatro temperaturas diferentes.....	22
Figura 6 - Dureza da estrutura martensítica em função da concentração de carbono.	23
Figura 7- Temperaturas de início e final da transformação	23
Figura 8 - Capacidade de amortecimento em função da temperatura	27
Figura 9 - Curva dilatométrica nos diferentes estágios de transformação martensítica	28
Figura 10 - Influência da granulometria na força de fratura dos abrasivos	30
Figura 11 - Microestrutura da granalha de alto carbono revenida.....	31
Figura 12 - Microestrutura de granalha de alto carbono (600x).....	32
Figura 13 - Histograma de cargas de rompimento de granalhas	34
Figura 14 - Forno Combustol utilizado	38
Figura 15 - Arranjo das peneiras	39
Figura 16 - Agitador eletromagnético para peneiramento.....	40
Figura 17 - Balão volumétrico.....	40
Figura 18 - Bureta graduada	41
Figura 19- Desenho do plano inclinado para separação de granalhas disformes	42
Figura 20 - Plano inclinado para separação de granalhas disformes	42
Figura 21 - Exemplos de granalhas disformes	43
Figura 22 - Molde de embutimento	43
Figura 23 - Disposição das granalhas nos moldes	44
Figura 24- (a) Disposição correta e (b) disposição errônea de embutimento da granalha	44
Figura 25 - Lixadeira e politriz.....	45
Figura 26 - Corpo de prova pronto	45
Figura 27 - Microscópio de análises.....	46
Figura 28 - Exemplo de granalha classificada como contendo "cavidade".....	47
Figura 29 - Exemplo de granalha com trinca	47
Figura 30 - Ampliação da região com trinca	48
Figura 31 - Exemplo de granalha com porosidade	48

Figura 32 - Ampliação da região com porosidade.....	49
Figura 33 - Microdurômetro	50
Figura 34- Indentação realizada no centro do raio da granalha.....	51
Figura 35 - Difratômetro executando a leitura de uma amostra	52
Figura 36 - Máquina Ervin	54
Figura 37 - Dados da Tabela 4 e extrapolação linear do número de ciclos.....	55
Figura 38 - Micrografia da amostra temperada com 0,83%C	59
Figura 39 - Micrografia da amostra de 0,91%C com cementita não dissolvida.....	60
Figura 40 - Micrografia da amostra de 1,10%C com cementita não dissolvida.....	60
Figura 41 - Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® para granalha com concentrações de carbono de 0,83% (“a”), 0,91% (“b”) e 1,10% (“c”).....	62
Figura 42- Resultados de microdureza em função das temperaturas de revenimento.....	64
Figura 43 - Microestrutura da amostra com 0,83% de carbono revenida a 480 °C	64
Figura 44- Microestrutura da amostra com 0,91% de carbono revenida a 480 °C com cementita não dissolvida na austenitização.....	65
Figura 45 - Microestrutura da amostra com 1,10% de carbono revenida a 480 °C	66
Figura 46 - Difração de raios-X para amostra apenas temperada com 0,83% de carbono.....	67
Figura 47 - Difração de raios-x para amostra austenitizada com 0,91% de carbono	68
Figura 48 - Difração de raios-x para amostra austenitizada com 1,10% de carbono	68
Figura 49 - Difração de raios-x para amostra revenida a 480 °C com 0,83% de carbono	69
Figura 50 - Difração de raios-x para amostra revenida a 480 °C com 0,91% de carbono	69
Figura 51 - Difração de raios-x para amostra revenida a 480 °C com 1,10% de carbono	70
Figura 52 - Difração de raios-X para amostra revenida a 550 °C com 0,83% de carbono	71
Figura 53 - Difração de raios-X para amostra revenida a 550 °C com 0,91% de carbono	71
Figura 54 - Difração de raios-X para amostra revenida a 550 °C com 1,10% de carbono	72
Figura 55- Resultados dos testes de vida médio em função da trinca	73
Figura 56 - Resultados dos testes de vida médio em função da cavidade.....	74
Figura 57 - Resultados dos testes de vida médio em função da porosidade.....	75
Figura 58 - Resultados dos testes de vida médio em relação a somatória dos defeitos.....	76
Figura 59 - Resultados das réplicas dos testes de durabilidade da granalha em função da dureza	77
Figura 60 - Resultados de teste de vida em função da temperatura de revenimento.....	78

Figura 61 - Resultados dos testes de vida médio em função das temperaturas de revenimento	79
Figura 62 - Resultados dos testes de vida médio com desvio padrão em função das temperaturas de revenimento.....	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Evolução de produção por tipos de granalha.....	17
Tabela 2 - Cargas necessárias para rompimento de granalha (kN).	32
Tabela 3 - Especificação de granulometria para granalhas S-550.....	39
Tabela 4 - Exemplo de medição de perda mássica.....	53
Tabela 5 - Composição química das amostras (%massa).....	56
Tabela 6 - Resultados da caracterização dos defeitos físicos	58
Tabela 7 - Fração volumétrica de cementita e austenita para diferentes ligas e temperaturas .	61

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	15
1.1	OBJETIVO.....	20
2	REVISÃO DA LITERATURA	21
2.1	ASPECTOS MICROESTRUTURAIS DE AÇOS ALTO CARBONO TEMPERADOS E REVENIDOS.....	21
2.2	TRANSFORMAÇÕES DE FASE NO REVENIMENTO.....	24
2.3	REVENIMENTO DE AÇOS ALTO CARBONO	26
2.4	GRANALHAS E SUAS PROPRIEDADES.....	29
3	MOTIVAÇÃO E CONTRIBUIÇÃO ESPERADA	35
4	MATERIAIS E MÉTODOS	37
4.1	OBTENÇÃO DO MATERIAL PARA ESTUDO	37
4.2	GRANULOMETRIA	38
4.3	DENSIDADE	40
4.4	PREPARAÇÃO DA AMOSTRA METALGRÁFICA	41
4.5	DEFEITOS FÍSICOS	46
4.6	DUREZA VICKERS.....	49
4.7	METALOGRAFIA	51
4.8	ENSAIO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	51
4.9	TESTE DE VIDA (DURABILIDADE).....	52
4.10	ANÁLISE DE VARIÂNCIA	55
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	56
5.1	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS GRANALHAS	56
5.2	CARACTERIZAÇÃO DOS DEFEITOS FÍSICOS.....	57
5.3	ANÁLISE DA ESTRUTURA TEMPERADA	58
5.4	ANÁLISE DA MICROESTRUTURA REVENIDA	63
5.5	TESTE DE DURABILIDADE	72
6	CONCLUSÕES	81
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	82
8	DESDOBRAMENTOS DESTA DISSERTAÇÃO	83
	REFERÊNCIAS	84
	ANEXO A - RELATÓRIO DE ENSAIO DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA	87

ANEXO B – CARTILHA COMPARATIVA PADRÃO PARA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	91
ANEXO C – MEMORIAL DE CÁLCULOS OBTIDOS ATRAVÉS DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA ANOVA	96

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Metais abrasivos são uma classe de produtos metálicos em formato esférico ou em formatos angulares, usados no processo de jateamento de peças na indústria metalmeccânica para acabamento de superfícies, *shot-peening*, *peen forming* e corte de pedras ornamentais. Devido à sua extensa utilização em jateamento, esses metais abrasivos assumem papel de grande relevância na fabricação de diversos itens utilizados no cotidiano.

Por serem produtos muito importantes em processos intermediários de fabricação e por serem consideradas *commodities*, por vezes acabam não recebendo os devidos créditos por sua relevância na obtenção de produtos finais. Grande parte dos metais abrasivos é oriunda do “Oceano Vermelho”: metal derretido e vazado sobre jatos d’água em alta pressão (Figura 1). Tecnicamente conhecidas como **granalhas**, são decorrentes do encontro do metal fundido em contato com água em temperatura ambiente, resultando no fenômeno de atomização, que pode ser comparado a uma chuva vermelha incandescente que gera bilhões de pequenas partículas que se solidificam por completo após contato com a piscina de resfriamento (HENRY, 2011, p 6).

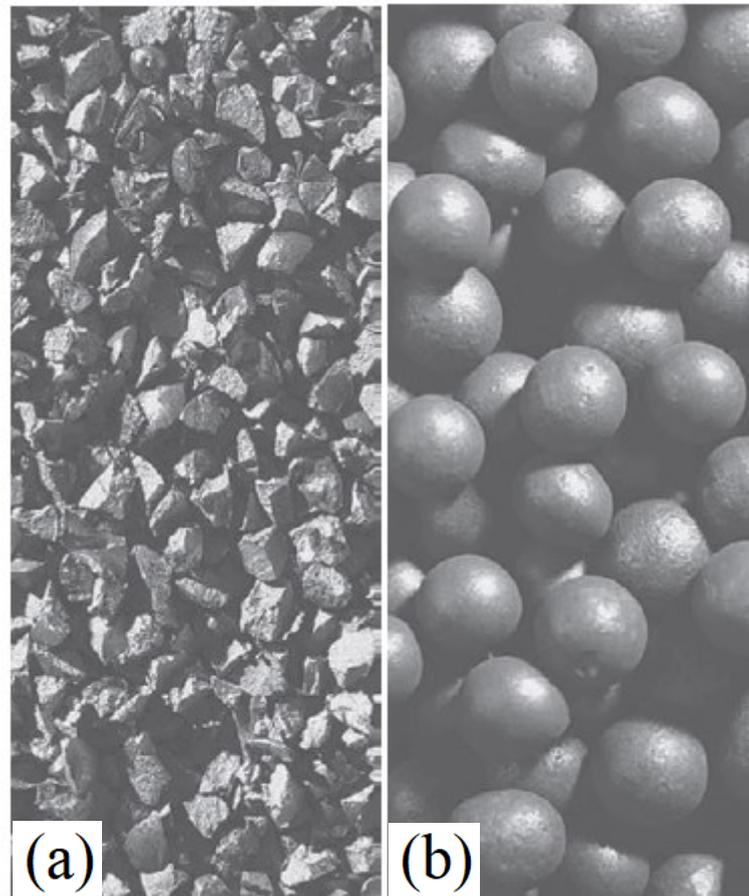
Esse produto, ilustrado na Figura 2, é utilizado em diversos setores da indústria metalomeccânica como o automobilístico, o aeronáutico e o naval, e está presente também no setor de corte de pedras ornamentais como granito e mármore.

Figura 1- Atomização de granalha (início do processo)



Fonte: Autor

Figura 2 – Exemplos de granalhas - (a) Grit (angular) e
(b) Shot (esférica)

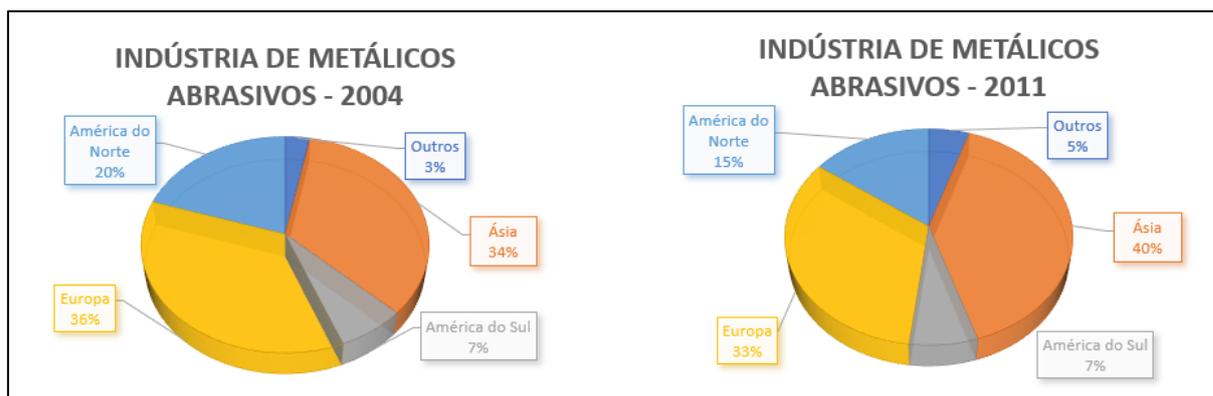


Fonte: Autor “adaptado de” Momber, 2008, p. 18

No ano de 2011 a indústria da granalha cresceu 5,2%, um incremento de aproximadamente 71.000 toneladas, totalizando 1.430.000 toneladas, enquanto o consumo de aço apresentou aumento de 14% e a produção de veículos cresceu 3,1%. O mercado de metais abrasivos acumulava, em 2011, um montante estimado em US\$ 1,6 bilhões (HENRY, 2011, p 8).

Ainda segundo Henry (2011), os grandes influenciadores do crescimento desse mercado foram o setor automobilístico da América do Norte, que contribuiu com uma participação de 15% do mercado em 2011, mostrando recuperação da crise econômica ocorrida em 2008. Conforme se observa na Figura 3, o crescimento econômico acelerado da China, dos emergentes Índia e Brasil (levando-se em consideração o contexto histórico de 2008 com a confirmação da descoberta do pré-sal), e de alguns países da Ásia (principalmente a Coreia do Sul), contribuíram para este crescimento.

Figura 3- Comparação do crescimento da indústria de metais abrasivos.



Fonte: Autor “adaptado de” Henry, 2011, p. 6

As “Três Grandes”, como são conhecidas as principais empresas produtoras de granalha no mundo, são Winoa (Antiga Wheelabrator Allevard) com produção de 411.000 toneladas anuais, das quais 407.000 toneladas são de granalhas de aço alto carbono, seguida da empresa Ervin, com 164.000 toneladas, sendo que quase a totalidade, 161.000 toneladas, é composta de abrasivos de alto carbono, e por fim temos o crescente grupo Sintokogio, com 143.000 toneladas produzidas anualmente que, juntamente com as outras duas empresas, detêm 50% de toda a produção mundial de granalha. Na Tabela 1, verifica-se a distribuição dos tipos de granalhas existentes e a evolução nos respectivos períodos. (HENRY, 2011, p 9).

Tabela 1 - Evolução de produção por tipos de granalha.

Tipo de Granalha	2004	2010	2011
Granalha Alto Carbono	1.087.000	1.078.000	1.144.000
Granalha Baixo Carbono	75.000	94.000	98.000
Granalha de Ferro Fundido	79.000	48.000	45.000
Granalha de Aço Inox	8.000	11.000	15.000
Granalha de Arame	81.000	128.000	128.000
Total	1.330.000	1.359.000	1.430.000

Fonte: Autor “adaptado de” Henry, 2011, p. 6

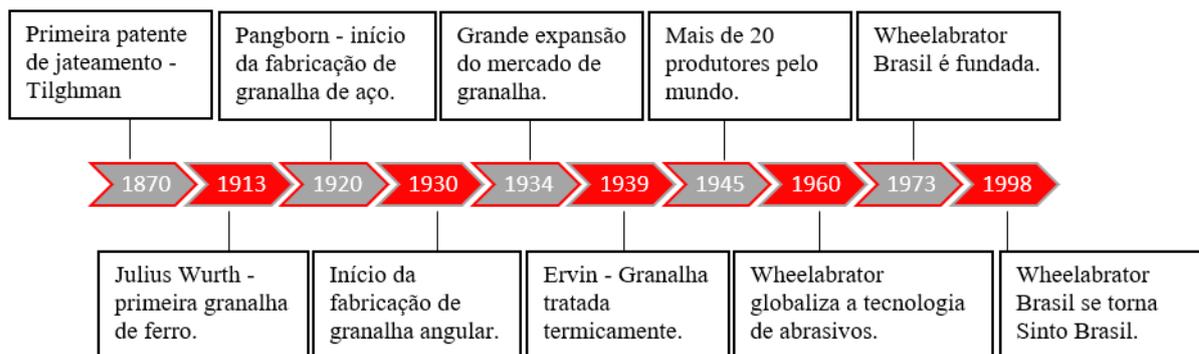
Apesar da granalha de aço de alto carbono ser utilizada corriqueiramente para jateamento nos dias de hoje, o início dessa prática se deu há aproximadamente 150 anos, por volta de 1870, quando Benjamin Chew Tilghman submeteu a primeira patente relacionada a jateamento utilizando areia. Como toda grande descoberta, o inventor observou um evento natural e o adaptou mecanicamente para as atividades industriais. Como exemplo, ele menciona

as “*Bad Lands*” no Nebraska, Estados Unidos da América, onde a paisagem das montanhas apresenta formatos peculiares devido à ação dos fortes ventos que arrastam partículas de areia, que colidem com as pedras, formando superfícies de aspecto arredondado sem igual. A patente foi registrada em 8 de outubro de 1870 em Boston (Tilghman’s, Sand Blast, 1870).

Quase 65 anos após a primeira patente, a indústria norte-americana de abrasivos Wheelabrator aprimorou o processo de produção da granalha e expandiu suas vendas internacionalmente. Um breve resumo dos principais acontecimentos históricos envolvendo a evolução cronológica da granalha pode ser observado na Figura 4.

Devido aos problemas de silicose, doença pulmonar causada pelo pó de areia, a prática de jateamento com areia foi abandonada nos processos fabris (THE NATIONAL INSTITUTE FOR OCCUPATIONAL SAFETY AND HEALTH, 1992), o que impulsionou a utilização de granalhas esféricas de ferro fundido nos jateamentos. Além das notórias vantagens econômicas oriundas da utilização desse material e do fim dos problemas causados pela silicose nos operários, também se notou significativa melhora no acabamento superficial das peças. Não demorou muito para o surgimento das primeiras granalhas de aço no mercado, muito mais eficientes do que as de ferro fundido empregadas anteriormente, e ainda muito mais vantajosas economicamente, tornando-se, assim, primordiais para os processos de jateamentos atuais (MOMBER, 2008).

Figura 4 - Principais acontecimentos históricos da granalha.



Fonte: Autor “adaptado de” Henry, 2011, p. 8

Segundo a NBR 15814:

“Granalha esférica é definida como partícula metálica, predominantemente esférica, produzida por um processo de fundição, onde o aço líquido com alto teor de carbono é vazado sobre um jato de água pressurizado, num processo conhecido por atomização.” (ABNT, 2010, p. 2)

A granalha abrasiva esférica de aço alto carbono é feita de um aço hipereutetóide tratado termicamente. Sua composição química apresenta de 0,80% a 1,20% de carbono, 0,35% a 1,20% de manganês, teor mínimo de 0,4% de silício e teores máximos de 0,05% de fósforo e enxofre. Uma estrutura martensítica revenida fina e bem distribuída provê ótima resistência mecânica e ductilidade, favorecendo a utilização dessa liga como abrasivo (HENRY, 2011, p 6).

As principais aplicações das esferas metálicas se encontram na remoção de carepas em peças fundidas, e preparação de superfícies para tratamentos superficiais, sejam eles de pintura, revestimentos ou soldagens. Outra importante aplicação se dá no processo de “*shot peening*”, que é uma técnica importante utilizada para aumentar a resistência à fadiga dos metais por meio da introdução de tensões residuais de compressão da superfície pelo jateamento, utilizando, em geral, granalha de aço de alto carbono. (KIM, CHEONG, NOGUCHI, 2013).

A chave para obtenção de um jateamento bom e economicamente vantajoso se encontra na qualidade da granalha que, essencialmente, deve atender aos requisitos de dureza, microestrutura, defeitos físicos, composição química, tamanho e transmissão de energia durante o serviço. As partículas de granalha abrasiva transmitem grande quantidade de energia para as peças que são submetidas ao processo de jateamento, e sua durabilidade pode ser medida por meio do uso de uma Máquina de Teste Ervin, processo também conhecido como teste de durabilidade.

O teste, usualmente conhecido como Teste Ervin, foi criado e desenvolvido pelas indústrias de fabricação de produtos abrasivos Ervin Industries Inc., e é um método que permite mensurar o desempenho da granalha de forma rápida e em ambiente de laboratório, tornando-se assim o teste padrão adotado por todas as grandes fabricantes de granalha.

O teste consiste em uma roda centrífuga com rotação de 7.000 rpm que arremessa as partículas a velocidade de aproximadamente 220 km/h, que se compara à velocidade de trabalho de uma máquina de jateamento ou *shot peening*. As partículas colidem em uma bigorna localizada no interior da máquina e, por gravidade, se direcionam para uma rampa onde são recicladas e arremessadas novamente até que tenham sua perda mássica devidamente mensurada e remetida aos devidos cálculos para avaliação de seu desempenho.

Sabe-se que fatores facilmente mensuráveis com os ensaios adequados, como tamanho das partículas e dureza do material são relevantes para o desempenho da granalha e são avaliados por meio do teste de durabilidade. Além disso, indústrias desse setor têm interesse na correlação do teor de carbono, microestrutura e respectivas influências no desempenho da granalha.

Em sua pesquisa, Henry relata que:

“Alguém de fora desse mercado poderia observar, perplexo, que a indústria de metais abrasivos nos seus últimos 25 anos pouco evoluiu! A União Soviética desapareceu do mapa, a população mundial aumentou em pouco mais de 2 bilhões de habitantes, a máquina de fax foi deixada de lado, a internet mudou bruscamente nosso cotidiano, não fazemos nada sem nossos computadores ou tablets e nos sentimos despidos sem nossos smartphones. Mesmo mediante tantas mudanças, nos últimos 30 anos a maioria dos metais abrasivos pouco mudaram. Esta indústria deveria ganhar o prêmio do Guinness Book por menor inovação.” (HENRY, 2011, p. 16, tradução do autor).

Muitos são os desafios encontrados na fabricação de granalhas. Isso acontece, entre outros fatores, por conta do alcance limitado da literatura específica e dos avanços científicos que, quando desenvolvidos, são restritos e guardados como “*know how*” nas empresas, visando sempre a obtenção de vantagem competitiva em relação aos concorrentes no mercado de abrasivos.

As peculiaridades na manufatura desse produto são o que o diferem da fabricação dos aços convencionais. Isso se deve ao seu tamanho, formato esférico e aplicação em campo. Diversos fatores influenciam no desempenho da granalha em serviço, como sua composição química, formação da fase austenítica, taxa de resfriamento na têmpera e parâmetros de revenimento, para citar alguns.

1.1 OBJETIVO

Tendo em vista os diversos parâmetros utilizados na fabricação de esferas abrasivas de aço alto carbono, o presente estudo busca evidenciar qual a influência da microestrutura e qual equalização de processo proporcionam maximização do desempenho em serviço de granalhas de aço de alto carbono. Para tanto, ensaios metalográficos, de dureza, e de difração de raios-X foram utilizados, de forma a caracterizar granalhas em três diferentes teores de carbono submetidas a processos de revenimento que variam entre 480, 500, 515, 530 e 550 °C. Para mensuração de tais influências as amostras de granalhas foram submetidas a Teste Ervin, ou teste de vida, avaliando o desempenho da granalha em serviço.

2 REVISÃO DA LITERATURA

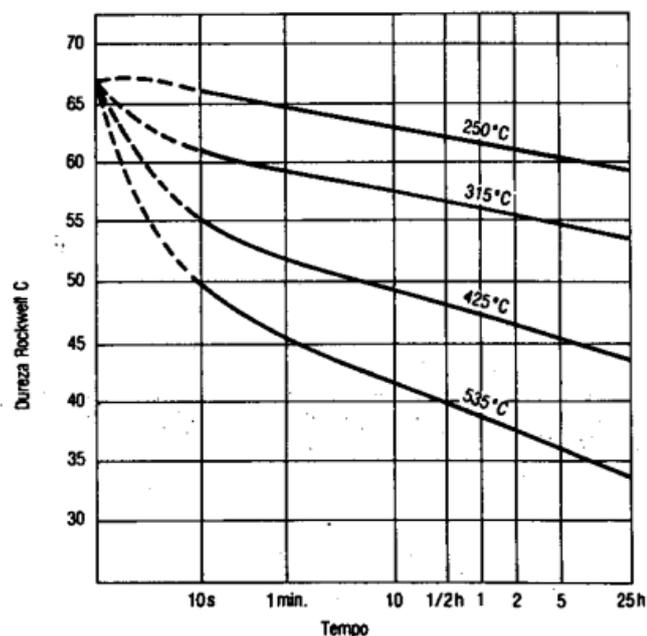
A revisão da literatura apresentada nesta pesquisa engloba os efeitos dos tratamentos térmicos de revenimento e da composição química na microestrutura de granalhas de alto carbono, além de como o desempenho em serviço é afetado por essas variáveis. Serão apresentadas, por exemplo, as curvas de revenimento de materiais similares à liga estudada, além de estudos já realizados em materiais que podem subsidiar entendimentos sólidos a respeito do efeito do teor de carbono e da temperatura de revenimento no desempenho das granalhas.

2.1 ASPECTOS MICROESTRUTURAIS DE AÇOS ALTO CARBONO TEMPERADOS E REVENIDOS

O processo de revenimento é amplamente discutido na literatura do setor metalúrgico. Há relevante congruência com relação a esse tema quanto à definição e importância desse tratamento térmico. Para Costa Silva e Mei (2006), Chiaverini (1988) e Colpaert (2008), devido a características próprias da martensita temperada (alta dureza e baixa ductilidade), emprega-se o revenimento com intuito de atingir valores adequados de resistência mecânica e tenacidade. Costa Silva e Mei (2006) afirmam que esse tratamento térmico consiste no aquecimento do material até uma determinada temperatura abaixo da temperatura A_1 , que representa o patamar eutetóide (ou a máxima temperatura sem a presença de austenita na estrutura do aço), permanecendo por certo tempo até ser possível obter as propriedades mecânicas aplicáveis ao processo desejado. É sabido que diversas transformações ocorrem durante esse tratamento térmico, tais como segregação do carbono, precipitação de carbonetos e decomposição de austenita retida, que influenciam de maneira relevante as propriedades mecânicas dos aços temperados e revenidos.

Um aço com 0,82%C submetido a têmpera e revenimento por uma determinada fração de tempo tem sua curva de revenimento descrita na Figura 5. É possível observar que logo a partir dos dois minutos de revenimento, independentemente da temperatura, ocorre a queda da dureza de maneira expressiva com o aumento da temperatura. Da mesma forma, a dureza continua a cair em função do tempo em qualquer temperatura, o que corrobora a afirmação de que tempo e temperatura são os dois principais fatores que motivam as transformações durante esse processo.

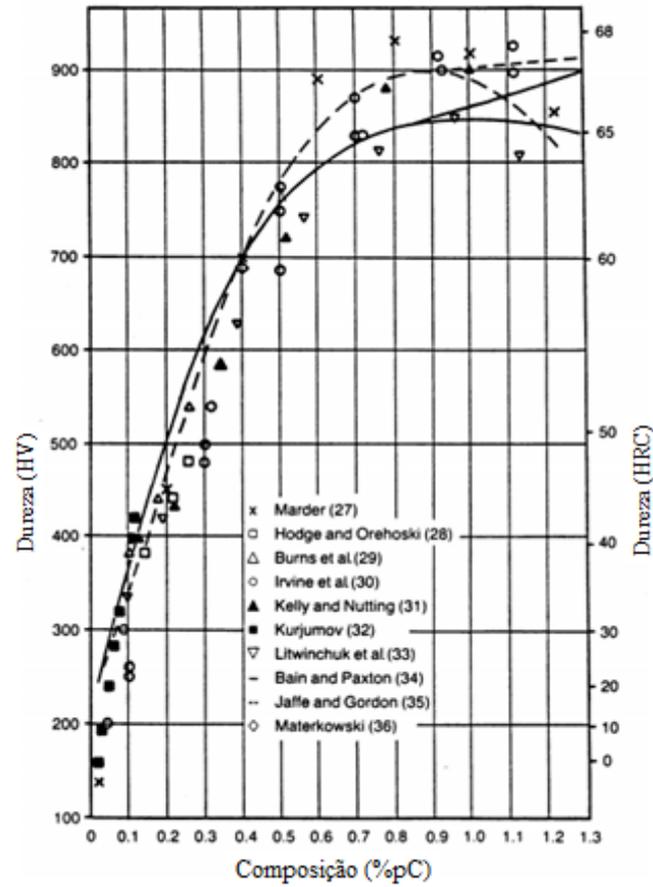
Figura 5- Efeito da duração do revenimento de um aço com 0,82%C sobre a dureza a quatro temperaturas diferentes.



Fonte: Costa e Silva e Mei, 2006

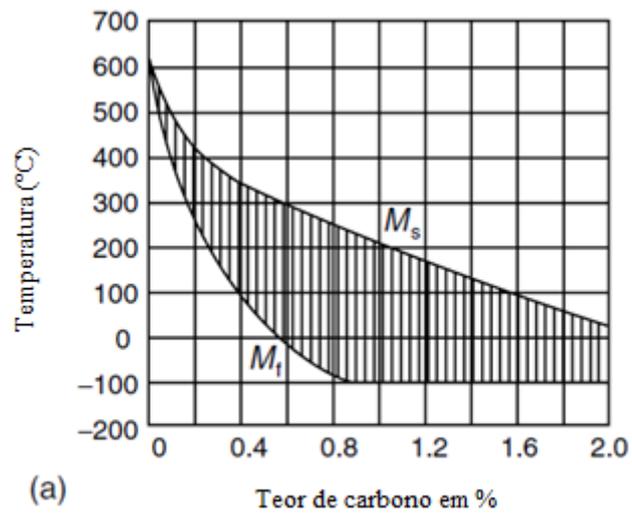
Como se pode observar na Figura 6, Krauss (1999) exhibe graficamente diversas medições de dureza em função da concentração de carbono em amostras temperadas. Existe uma razoável concordância entre os resultados encontrados por diferentes estudos até a concentração expressa por 0,60%, ao passo que acima de 0,70% se nota que há dispersão entre os pontos. Uma explicação aceitável para este evento está associada à temperatura de finalização da transformação martensítica para esses aços (M_f) estar abaixo de 0 °C, como ilustrado na Figura 7, fato que contribui para a ocorrência de austenita retida e, conseqüentemente, causa alterações na dureza do material. A diferença das dispersões no alto carbono pode ser atribuída às diferenças de fração de austenita retida resultante das diferentes formas de resfriamento usadas por cada autor. É notável contudo que a dureza tende a aumentar em função da concentração de carbono. Portanto, apesar de que quanto maior seja a porcentagem de carbono, maior será a dureza, maior é também a probabilidade de ocorrência de austenita retida, ocorrência que afetaria negativamente a dureza.

Figura 6 - Dureza da estrutura martensítica em função da concentração de carbono.



Fonte: G. Krauss, 1999

Figura 7- Temperaturas de início e final da transformação martensítica em função do teor de C



Fonte: Totten, 2007

2.2 TRANSFORMAÇÕES DE FASE NO REVENIMENTO

Durante o revenimento, observam-se mudanças sequenciais em função das temperaturas de tratamento térmico. De acordo com Abbaschian et al. (2008), as mudanças se iniciam a 200 °C, provocando alterações na matriz martensítica, que muda de TCC para CCC e, ainda, provoca a formação de carbonetos de transição. Segundo Totten (2007), a formação de carbonetos de transição pode envolver três estágios principais: pré-precipitação, precipitação do carboneto metaestável intermediário e a precipitação de cementita. Posteriormente, entre as temperaturas entre 200 °C e 350 °C, observa-se a decomposição de austenita retida em ferrita e cementita, além da substituição dos carbonetos de transição por cementita. Nas temperaturas acima de 350 °C as partículas de cementita coalescem e há favorecimento da recristalização da ferrita.

Os aspectos microestruturais da martensita revenida estão diretamente associados ao tempo de exposição e às temperaturas de tratamento térmico. O mecanismo de transformação em cada estágio é predominantemente reconstrutivo e se dá por meio da movimentação atômica entre as estruturas formadas. A decomposição espinodal de algumas ligas de aço martensítico ocorre durante o revenimento sob temperatura de, aproximadamente, 100 °C. Esse evento conduzirá a formação de carbonetos de transição como, por exemplo, o Fe_4C e Fe_{16}C_2 . Os átomos de carbono tendem a se segregar nas regiões onde há discordâncias oriundas do processo de têmpera ou, por meio da difusão, para as interfaces entre martensita e austenita retida, se esta houver. (TOTTEN, 2007).

A segregação do carbono representa a primeira mudança estrutural que ocorre durante o revenimento de aços. O carbono segregado pode nuclear heterogeneamente entre placas de martensita ou defeitos microestruturais, ou ainda de maneira homogênea na matriz (TOTTEN, 2007).

Na primeira etapa de revenimento, entre 100 °C a 200 °C, carbonetos- ϵ são formados a partir da martensita. A composição desse carboneto é $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$. Além disso, para Abbaschian et al. (2008), outra forma de ocorrência desses carbonetos se dá por meio de um agrupamento de átomos de carbono, envolvendo decomposição espinodal ordenada, como já mencionado anteriormente. Para os casos de aços com diferentes ligas, os átomos de ferro podem ser substituídos por outros elementos químicos (TOTTEN, 2007).

Os efeitos do revenimento nos aços martensíticos de alto carbono foram registrados em outras pesquisas. Em um estudo realizado em 2004, Tkalcec et al. (2004), por exemplo, evidenciaram a formação do carboneto- ϵ em um aço de 1,23% carbono revenido sob

temperaturas que variavam de 77 °C a 157 °C e de 197 °C e 277 °C por diferentes períodos.

A nucleação do carboneto- ϵ de transição está relacionada à estrutura modulada que é formada a baixas temperaturas ou ao agrupamento do carbono ao longo das discordâncias presentes na microestrutura. Após a precipitação dos carbonetos- ϵ na primeira etapa, a martensita continua supersaturada com carbono e deve sofrer nova decomposição com o aumento relativo das temperaturas durante o processo de revenimento (TOTTEN, 2007).

Em uma segunda etapa, entre as temperaturas de 200 °C a 350 °C, a martensita e a austenita retida presentes no aço se decompõem em ferrita e cementita. Dois mecanismos de formação de cementita são conhecidos, e em um deles a cementita (Fe_3C) é precipitada diretamente da solução sólida supersaturada α . O crescimento da cementita se dá às custas da dissolução dos carbonetos menos estáveis. O segundo mecanismo de formação é resultado da transformação dos carbonetos intermediários similares ao arranjo estrutural da cementita Fe_3C . Essa cinética de decomposição está associada à difusão do carbono na matriz. A austenita não transformada sofre processos que alteram as condições de tensões que afetam diretamente a dureza do aço (TOTTEN, 2007).

Aquecendo aços entre 200 e 300 °C tem-se a transformação da austenita retida para uma mistura heterogênea composta por uma solução α supersaturada e carbonetos Fe_3C . Isso significa que a austenita retida se transforma numa estrutura equivalente à da martensita revenida aproximadamente a 300 °C. Ainda por volta de 300 °C se observa a precipitação de carbono e alívio das tensões internas proveniente das transformações anteriores e a precipitação completa do carbono pode ser observada a 400 °C. (TOTTEN, 2007).

Em uma terceira situação, que pode ocorrer entre 250 °C e 750 °C, encontra-se a precipitação de cementita (Fe_3C) dentro da martensita. Nos aços baixa liga, a composição da cementita assume a forma genérica M_3C , na qual o M está associado ao Fe ou elementos de liga, como Mn e Cr. A cementita tem uma estrutura cristalina do tipo ortorrômbica. Nessa etapa, a nucleação da cementita deve ocorrer heterogeneamente sobre os carbonetos- ϵ e seu crescimento se dá por dissolução desses carbonetos- ϵ . Com a formação de cementita, a maior parte do carbono é removido da solução sólida. Como resultado, a tetragonalidade da estrutura TCC se perde. Permanecendo por grandes períodos durante o revenimento, pode-se notar a esferoidização dos carbonetos. Neste ponto ocorre a recuperação e recristalização da matriz, agora ferrítica (CCC), devido à perda da tetragonalidade (TOTTEN, 2007).

Wu, Hu e Han (2012) em seu estudo de um aço revenido a 200 °C, 400 °C e 600 °C por 1 hora, detalham que pequenas precipitações de carbonetos ocorrem mesmo quando estes não são captados por ensaio de difração de raios-X. O raio desses carbonetos mede 28,5 nm em

média e eles aparecem distribuídos de maneira uniforme. Segundo Totten (2007), o crescimento desses carbonetos está diretamente atrelado à quantidade de elementos de liga constituinte da matriz.

A influência dos elementos de liga na transformação durante o revenimento depende da sua dissolução na ferrita e cementita, ou da formação especial de carbonetos. A mobilidade da difusão dos átomos dos elementos de liga dissolvidos no α -Fe pelo mecanismo substitucional é muitas ordens de grandeza menor do que a mobilidade dos átomos intersticiais. Dessa forma, em temperaturas abaixo de 400 °C não há difusão e, conseqüentemente, redistribuição, dos elementos de liga na matriz do aço. (TOTTEN, 2007).

Os parâmetros do tratamento térmico podem influenciar o desempenho do aço. Fatores como temperatura de revenimento, tempo de revenimento, composição química e microestrutura formada pós-tempera, além da decomposição da austenita retida, interferem na microestrutura final e, subseqüentemente, no desempenho do aço durante sua utilização. O equilíbrio entre todos esses parâmetros pode ser obtido por meio de um processo de revenimento adequado e da otimização do produto final. (CANALE et al., 2008).

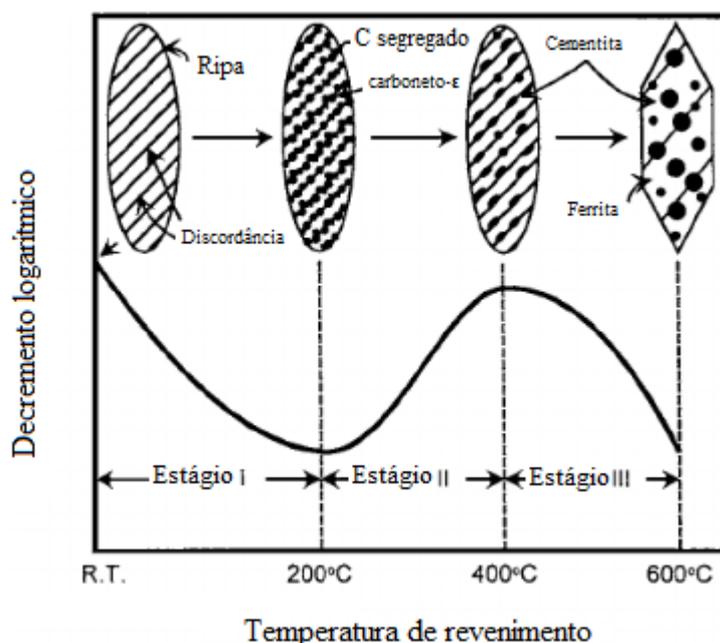
2.3 REVENIMENTO DE AÇOS ALTO CARBONO

Uma propriedade mecânica relevante para a granalha é a capacidade de amortecimento, característica que está diretamente associada ao impacto que as granalhas sofrem durante o jateamento. Su Jun et al. (2001) estudaram a capacidade de amortecimento de um aço alto carbono revenido em diferentes temperaturas. A Figura 8 correlaciona três estágios de revenimento e formações microestruturais com as respectivas capacidades de amortecimento. Seu ápice é observado aos 400 °C, quando há precipitação de cementita e redução das linhas de discordância, o que proporciona melhor deformação quando requerida a propriedade de amortecimento.

No estágio dois, próximo à faixa de temperatura de 200 °C, observa-se prejuízo da deformação plástica e, conseqüentemente, da capacidade de amortecimento. Isso se deve à grande densidade de discordâncias que ocorre ao mesmo tempo em que carboneto muito fino é formado. A congruência desses dois fatores gera grande dificuldade de deslocamento das discordâncias, o que dificulta a deformação plástica. Uma vez que a deformação plástica é um fator muito importante no processo de amortecimento da granalha em operação, heterogeneidades microestruturais que alteram essa propriedade mecânica podem prejudicar a capacidade de amortecimento, conforme pode ser observado no início desse estágio.

Na faixa de temperatura de 400 °C, início do estágio três, o material apresenta o maior nível de amortecimento. Nesse estágio, evidencia-se o início da formação de cementita e, paralelamente, a densidade de discordâncias tem redução expressiva. Essas mudanças, juntamente com a ocorrência mais espaçada de carbonetos, proporcionam uma área de deformação microestrutural maior, que resulta em uma deformação plástica superior. A partir da faixa de 600 °C, nota-se o início do coalescimento da cementita, fator que resulta em um comportamento de amortecimento heterogêneo, já que esta fase atua como concentrador de tensões propenso à formação de trinca, o que fragilizaria o material durante a operação.

Figura 8 - Capacidade de amortecimento em função da temperatura



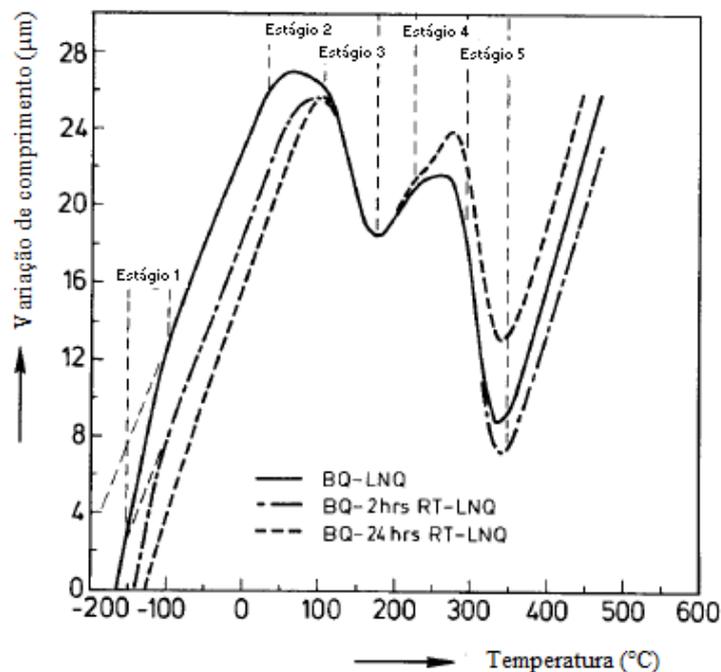
Fonte: Autor "adaptado de" Jun et al., 2001, p. 3

Em seu estudo, Jun et al. (2001) demonstram a evolução da capacidade de amortecimento em função da temperatura. No primeiro estágio, da temperatura ambiente até 200 °C, ocorre a precipitação do carboneto- ϵ . No segundo estágio, quanto maior a temperatura, maior a capacidade de amortecimento, devido à decomposição da austenita retida em ferrita e cementita e à conversão dos carbonetos de transição em cementita. Finalmente, no terceiro estágio, que ocorre entre 400 °C e 600 °C, a capacidade de amortecimento decresce devido à abrupta redução da densidade de discordâncias que é causada pela recristalização durante o revenimento.

Cheng et al. (1988) fazem referência a um aço com 1,13%C revenido utilizando metodologia de análise dilatométrica e calorimétrica para analisar as diferentes fases de

transformação martensítica, e ilustram na Figura 9 os estágios de transformação que ocorrem nesse aço. O grande aumento da dilatação nos estágios iniciais de temperatura de revenimento (estágios 1 e 2) é oriundo da transformação da austenita retida em martensita, pois há um aumento de volume durante a transformação. Uma vez que o aumento de volume é um importante indicativo de transformação de fase, seu aparecimento demonstra que não há austenita nas temperaturas acima de 300 °C (estágio 4), fato também evidenciado por Totten (2007).

Figura 9 - Curva dilatométrica nos diferentes estágios de transformação martensítica



Fonte: Cheng et al., 1988, p. 4

Nagakura et al. (1983) por meio da difração de raios-X evidenciaram a formação de carbonetos e cementita variando as temperaturas entre 200 e 600 °C, os mesmos carbonetos já evidenciados por Totten (2007). Assim, há evidências que convergem para afirmação de que as transformações de decomposição da austenita retida, redução de defeitos da estrutura martensítica e a conversão dos carbonetos em cementita são os principais efeitos relacionados a melhor capacidade de amortecimento. Para aços alto carbono, tratando-se de capacidade de amortecimento, pode-se atrelar uma faixa entre 350 até 450 °C onde as linhas de discordância têm um alinhamento contínuo e estão desprovidas de impurezas ou átomos de carbono nelas segregados de tal forma que provém os melhores parâmetros para obtenção do melhor desempenho.

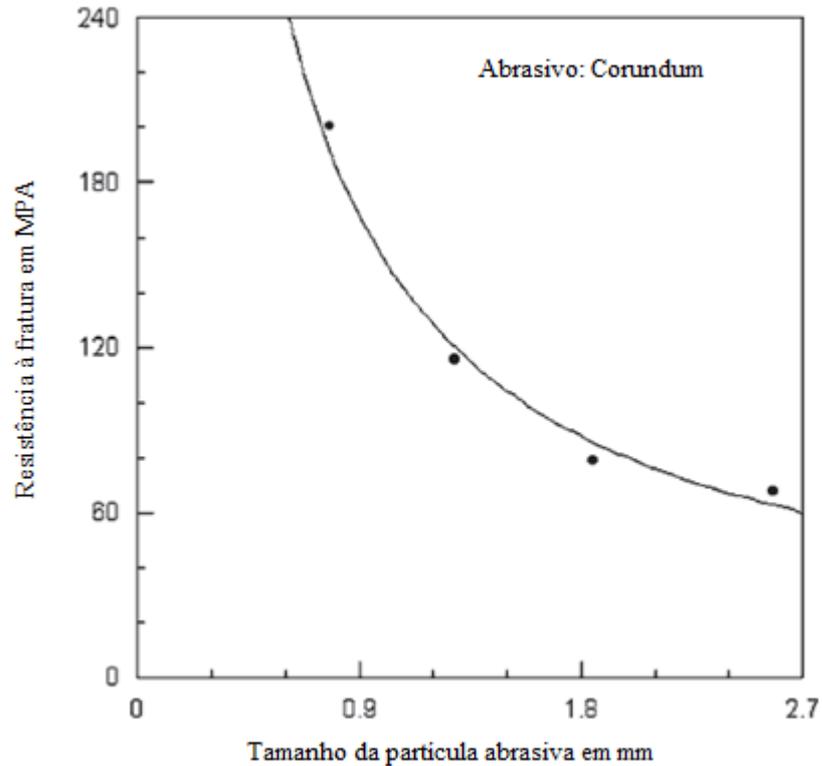
2.4 GRANALHAS E SUAS PROPRIEDADES

A granalha de aço possui diversas características peculiares que podem ser mensuradas. A granalha de aço é um importante material utilizado para aplicações de jateamento e, por ser um abrasivo metálico, pode ser caracterizada por algumas propriedades, como dureza, formato da partícula e distribuição granulométrica. Granalhas contêm defeitos estruturais, como microtrincas, inclusões e vazios, e podem ainda ser disformes quando comparadas a uma esfera perfeita. Na maioria das vezes, esses defeitos são decorrentes do processo de fabricação. (MOMBER, 2008).

Em seu estudo, Huang et al. (1995) usaram a distribuição de Weibull para correlacionar os parâmetros de fratura e de força em materiais abrasivos: a resistência à fratura diminui conforme o tamanho da partícula abrasiva aumenta. Essa mesma equalização é aceita no que se refere à granalha. Segundo os autores, a relação entre probabilidade de ocorrência de fratura, resistência da partícula e seu volume é sintetizada de modo que é possível observar que existe uma notável tendência em ambos os valores de força de fratura e módulo de Weibull diminuírem em função do aumento do tamanho das partículas. Esse fenômeno é exemplificado na Figura 10, onde se observa que a força para fratura das partículas diminui conforme o tamanho das partículas aumenta. O exemplo da Figura 10 é de um material não metálico, mas sua relação de tamanho da partícula pela força de fratura está diretamente correlacionada com a influência da distribuição granulométrica na resistência da granalha.

O fenômeno atrelado à correspondência entre o tamanho da partícula, a força de fratura e a influência da distribuição granulométrica na resistência da granalha pode ser explicado pelo aumento de concentradores de tensão absolutos contidos nas partículas com o aumento de seu tamanho. A presença de defeitos, como por exemplo trincas e vazios, afeta diretamente o desempenho dos materiais abrasivos. Granalhas esféricas de alto carbono, por exemplo, não devem conter mais do que 15% de partículas trincadas, ao passo que granalhas de alto carbono angulares não devem conter mais do que 40% de partículas trincadas.

Figura 10 - Influência da granulometria na força de fratura dos abrasivos



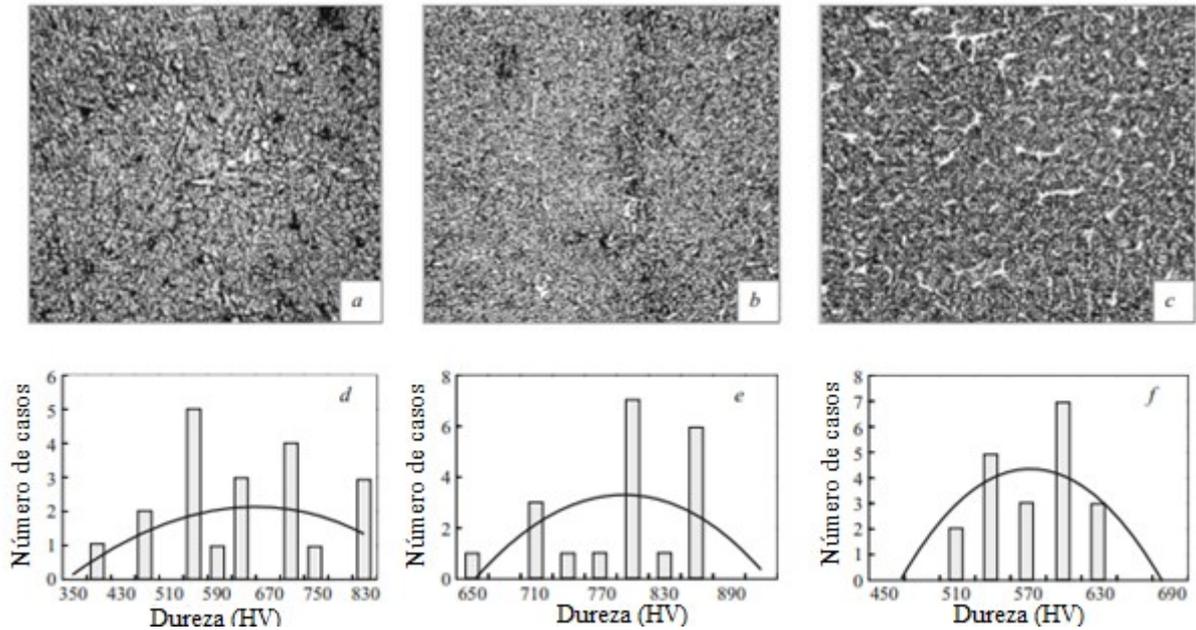
Fonte: Huang et al., 1995

Outra propriedade importante relacionada ao tratamento térmico estudada por Grachev et al. (2011) é a concentração de carbono. Os autores afirmam que tipicamente a concentração de carbono para granalhas de aço é maior ou igual a 0,80%, com o aço sendo temperado e revenido para melhorar suas propriedades mecânicas.

Segundo Speach et al. (1972) o revenimento consiste no processo de aquecimento de um aço martensítico até uma temperatura que o torne mais dúctil. Esse processo envolve a segregação do carbono e a precipitação além da decomposição da austenita retida e a recuperação e recristalização da estrutura martensítica, desta forma diminuindo a fragilidade; no uso das granalhas, resulta em aumento dos níveis de compressão necessários para rompimento da granalha.

Em sua pesquisa, Grachev et al. (2011), foram realizadas a caracterização metalográfica e medições de dureza com força de 0,5 N. A Figura 11 ilustra as microestruturas encontradas e os histogramas das medições de microdureza associadas. As imagens “a” e “d” indicam o material austenitizado a 850 °C e a sua medição de microdureza, nas imagens “b” e “e” da Figura 11, tem-se o material revenido a 200 °C, e em “c”, e “f” a amostra foi austenitizada a 850 °C e revenida a 500 °C.

Figura 11 - Microestrutura da granalha de alto carbono revenida



Fonte: Grachev et al., 2011

Os mesmos autores, Grachev et al. (2006), realizaram um estudo onde avaliaram os efeitos dos tratamentos térmicos nas estruturas e propriedades da granalha de alto carbono e a sua respectiva resistência a compressão. Na figura 12 são apresentados exemplos de estruturas de granalhas de alto carbono distribuídos em composições químicas de 1,87%C, 0,69% Mn e 0,82% Si, em tamanhos que variam entre 2,00 – 2,20 mm, sendo de “a” até “c” exemplos encontrados na granalha na sua forma bruta de fusão. Em “d”, após passar por revenimento de 400 °C durante 30 minutos e “e” após austenitização a 900 °C e revenimento a 400 °C por 30 minutos.

Grachev et al. (2006) realizaram a medição da carga de compressão necessária para rompimento da granalha. Pode-se observar na Tabela 2 que em praticamente em todos os ensaios as granalhas temperadas e revenidas tiveram uma resistência à compressão maior do que as granalhas bruta de fusão, entretanto, a granalha revenida por mais tempo na maior temperatura mostrou a mesma capacidade de suportar compressões do que as granalhas temperadas e revenidas nas demais condições.

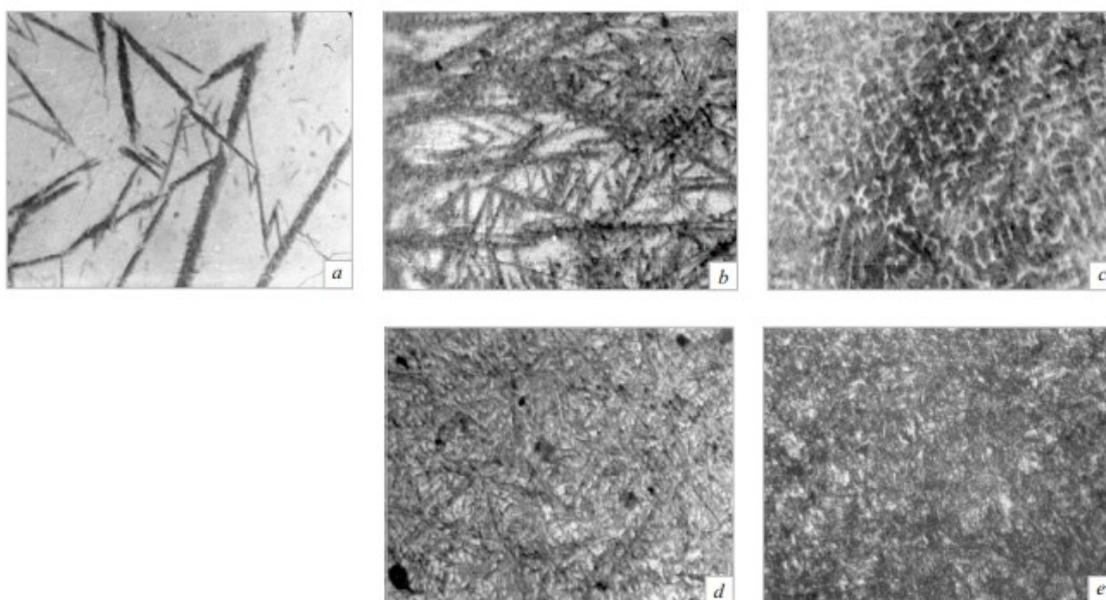
Tabela 2 - Cargas necessárias para rompimento de granalha (kN).

	Revenida a 150 °C, 30 min.	Revenida a 350 °C, 60 min.	Revenida a 400 °C, 30 min.	Revenida a 400 °C, 60 min.
Bruta de fusão	35,0	62,5	62,5	75,0
Temperada e Revenida	67,5	75,0	70,5	75,0

Fonte: Grachev et al., 2006

Nas microestruturas apresentadas na Figura 12 têm-se exemplos das microestruturas dos materiais da Tabela 2 de amostras bruta de fusão e austenitizadas seguidas de revenimento. Na imagem “a” verifica-se uma grande quantidade de austenita retida, na Figura “b” a proporção de austenita retida e martensita apresenta equivalência entre suas proporções e em “c” uma microestrutura diferente das indicadas em “a” e “b”. A imagem “d” foi austenitizada a 900 °C e revenida a 400 °C por 30 minutos. Na imagem “e” observa-se duplo revenimento por 30 minutos a 400 °C.

Figura 12 - Microestrutura de granalha de alto carbono (600x)



Fonte: Grachev et al., 2006

Segundo Grachev et al. (2006), as microestruturas “a”, “b” e “c” da Figura 12 apresentam padrões de agulhas grosseiras e não homogêneas. Os principais componentes dessa microestrutura são martensita grosseira e austenita retida. Ainda segundo os autores, regiões

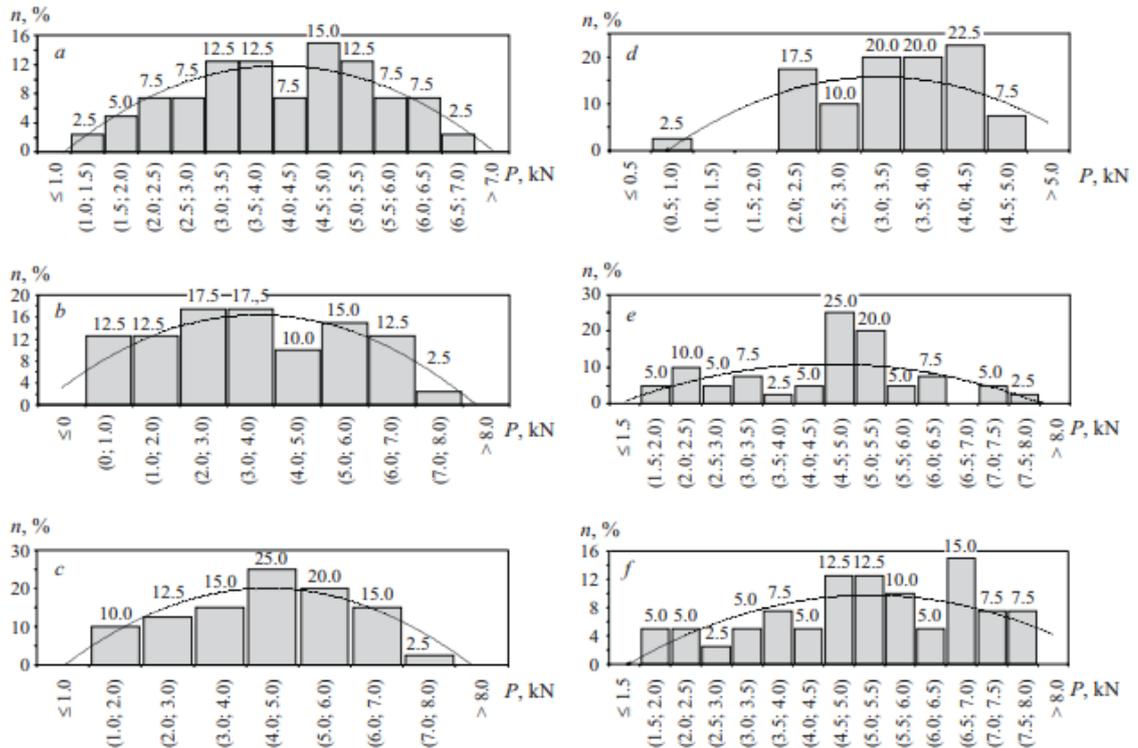
com bainita superior foram encontradas na imagem “c”. Uma microestrutura como essa seria justificável se o componente apresentasse grandes dimensões e, portanto, seria ocorrência de seu resfriamento com diferentes taxas e em diferentes tempos, fato que não se aplica à esfera de 2,00 milímetros estudada. Desta forma, entende-se que a microestrutura da Figura “c” esteja indicando cementita não dissolvida.

Conforme observa-se na imagem “d” a austenitização e o simples revenimento não removeram o aspecto grosseiro da microestrutura, somente sendo possível observar melhor homogeneidade na imagem “e”, que passou pela austenitização e pelo duplo revenimento.

Por meio do ensaio de compressão, Grachev et al. (2006), elaboraram um histograma, mostrado na Figura 13, onde a indicação “a” na imagem apresenta os resultados para a granalha na sua condição bruta de fusão, “b” depois de ser revenida por 30 minutos a 150 °C, “c” com revenimento a 400 °C por 30 minutos, “d” depois da austenitização a 900 °C e, finalmente, “e” e “f” também austenitizada a 900 °C e revenida a 150 °C e 30 minutos e 400 °C e 30 minutos, respectivamente.

Os efeitos da austenitização e do revenimento na resistência ao rompimento da granalha são observados nos histogramas e comprovados através das medições de dureza. Observa-se menor variabilidade das durezas e maior resistência à compressão. Após a austenitização e revenimento entre 350 °C e 400 °C, uma microestrutura mais fina e homogênea pôde ser constatada. Por fim, o tratamento térmico adicional na granalha melhorou suas propriedades mecânicas consideravelmente (GRACHEV et al., 2006).

Figura 13 - Histograma de cargas de rompimento de granalhas



Fonte: Grachev et al., 2006

Neste caso tem-se evidência contundente de que a microestrutura tem relevante protagonismo no desempenho da granalha. Os diferentes arranjos microestruturais obtidos por meio da submissão à austenitização e ao revenimento por diferentes períodos proporcionaram comportamentos de resistência à compressão melhores conforme a homogeneidade microestrutural.

3 MOTIVAÇÃO E CONTRIBUIÇÃO ESPERADA

A principal motivação para elaboração deste estudo se encontra além das barreiras científicas. Habita na inquietude oriunda da mesmice, de um nicho de mercado que perdura sem avanços tecnológicos, conforme parafraseado de Henry (2011). Na disrupção de uma metodologia que foi implementada e seguida cegamente sem se render à dádiva da dúvida. A carência de material científico específico que proporcione desenvolvimento para o setor, atrelada a ineficaz redução de custos e a falta de otimização de recursos tende fadar o insucesso de competidores, o que, infelizmente, já vem acontecendo.

A longevidade de um setor tão estagnado se encontra ameaçada pela impressionante e imparável revolução tecnológica que a sociedade moderna vive diariamente. Dessa forma, espera-se que este trabalho possa inspirar muitos outros que venham contribuir para a constante evolução e progresso da granalha abrasiva.

Além disso, a contribuição esperada para a Sinto está em conformidade com sua política de qualidade: “Buscar a melhoria contínua de todas as atividades e processos, industriais e administrativos, e atendimentos aos requisitos aplicáveis” (SINTO BRASIL PRODUTOS LIMITADA, 2019).

A busca pelos melhores parâmetros de processamento da granalha que otimizem seu desempenho durante aplicação atrelados à redução de custos e recursos naturais para manter a organização com margens financeiras sadias e que este legado de evolução permaneça pelas próximas gerações que assumirem a gestão da empresa.

Deste modo, o objetivo deste trabalho soma esforços neste sentido, uma vez que o processo de fabricação da Sinto permite, de maneira simples, a variação das concentrações de carbono na fabricação da granalha. A concentração ideal de carbono, no entanto, não é claramente conhecida. O processo atual tem por objetivo o centro da norma internacional de granalha por conveniência, e por meio de erros e acertos de uma longa e respeitável trajetória de produção e não por comprovação científica.

Atrelada à concentração de carbono na liga de granalha temos neste mesmo processo uma relativa facilidade de manipulação da temperatura de revenimento que impacta diretamente no desempenho do material e também em seu custo que, inclusive, foi alvo de estudo nesta pesquisa.

Por fim, outra grande variável que foi de grande relevância para esta pesquisa, mas não se encontra no escopo do estudo, é a temperatura de austenitização. É sabido que quanto maior a concentração de carbono, maior deve ser essa temperatura para austenitização completa. No

entanto, existem limitações técnicas no equipamento que realiza esse processo e que já trabalha no limite de projeto. Além disso, a temperatura atual visa evitar a oxidação em demasia da granalha que pode ser um fator prejudicial para seu desempenho, além de ser rejeitado comercialmente.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A forma de obtenção da granalha a ser utilizada no estudo, bem como a metodologia de trabalho implementada para caracterizar granulometria, densidade, dureza, microestruturas, composições químicas e a durabilidade do material serão apresentadas de maneira sequencial neste item.

4.1 OBTENÇÃO DO MATERIAL PARA ESTUDO

Inicialmente obteve-se granalhas oriundas da atomização de aço líquido a uma temperatura de 1.610 °C com diferentes teores de carbono, submetido a resfriamento em um jato d'água a temperatura de 50 °C para a formação de esferas no trajeto de atomização. Após a obtenção das granalhas, as amostras foram encaminhadas para o processo de austenitização a temperatura de 810 °C por aproximadamente 25 minutos em forno com fluxo contínuo, sequencialmente passando pelo processo de têmpera em água a temperatura de 42 °C. As amostras para análises químicas e demais análises iniciais foram obtidas após esta etapa.

O processo de revenimento foi realizado no forno Combustol-Grion da FEI (Figura 14) e o desempenho das granalhas foi avaliado em função das temperaturas de revenimento por 20 minutos de 480 °C, 500 °C, 515 °C, 530 °C e 550 °C. O resfriamento após o revenimento foi ao ar calmo sob temperatura ambiente de aproximadamente 23 °C.

Os teores de carbono das granalhas de aço de alto carbono aplicados nesta pesquisa foram baseados na norma ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010), que determina teor mínimo de carbono de 0,80% e máximo de 1,20%. Assim, adotou-se três porcentagens diferentes de composição do carbono, sendo elas 0,80%, 0,95% e 1,10% para detectar a influência do teor de carbono na formação de microestrutura e no desempenho das granalhas. Os valores do teor de carbono foram escolhidos uma vez que a faixa de 0,80% é a menor porcentagem estabelecida pela ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010), 0,95% é a faixa média utilizada pela empresa Sinto e 1,1% é a faixa superior da mesma norma. O material foi fundido nos fornos de indução da empresa Sinto Brasil Produtos Limitada, e os relatórios de análise química são apresentados no Anexo A. Esse resultado se mostrou satisfatório tendo em vista a dificuldade de acerto da quantidade exata de carbono pretendida devido à possibilidade de descarbonetação durante o vazamento e o processo de atomização. A composição dos demais elementos está em conformidade com a norma citada e é equivalente às composições médias desses elementos obtidas em corridas regulares de produção.

Figura 14 - Forno Combustol utilizado
no revenimento



Fonte: Autor

4.2 GRANULOMETRIA

Adotou-se materiais com tamanho nominal esférico de 1,40 mm, também conhecido como *Shot S-550*. Essa escolha foi baseada em dois critérios, sendo o primeiro o fato desse material se encontrar proporcionalmente na média das granulometrias estabelecidas pela norma ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010) e por esse material ser um dos mais utilizados em âmbito industrial para processo de jateamento. A Tabela 3 extraída da especificação de granulometria para granalhas esféricas em porcentagem acumulativa, apresenta a distribuição granulométrica do material S-550.

Tabela 3 - Especificação de granulometria para granalhas S-550

Designação das Peneiras		Fração acumulada
mm	Nº	
2,00	10	0% Máx.
1,70	12	-
1,40	14	Mín. 85%
1,18	16	Mín. 97%

Fonte: Autor “adaptado de” ABNT 15814, 2010, p. 4

Para o procedimento de separação granulométrica, utilizou-se peneiras com as aberturas indicadas na Tabela 3 de acordo com a ASTM E 11 com diâmetro de 208 mm e altura de 25 mm juntamente com uma balança semianalítica com resolução de 0,01g e um agitador de peneiras eletromagnético.

Todo o procedimento foi realizado em concordância com a ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010), que tem como premissa a pesagem de uma amostra de 100 g de granalha esférica devidamente homogeneizada. Posteriormente, posiciona-se o conjunto de malhas em ordem decrescente, deposita-se as 100 g no topo do arranjo de malhas, conforme Figura 15 e inicia-se o agitação no agitador eletromagnético com frequência de 5 Hz por 5 min, conforme ilustrado na Figura 16. Ao fim dos 5 min, remove-se a amostra e pesa-se a quantidade de material que ficou retida em cada uma das peneiras até que se complete o montante inicial de 100 g, e o resultado é registrado de maneira acumulativa em porcentagens correspondentes a cada pesagem.

Figura 15 - Arranjo das peneiras



Fonte: Autor

Figura 16 - Agitador eletromagnético para peneiramento.

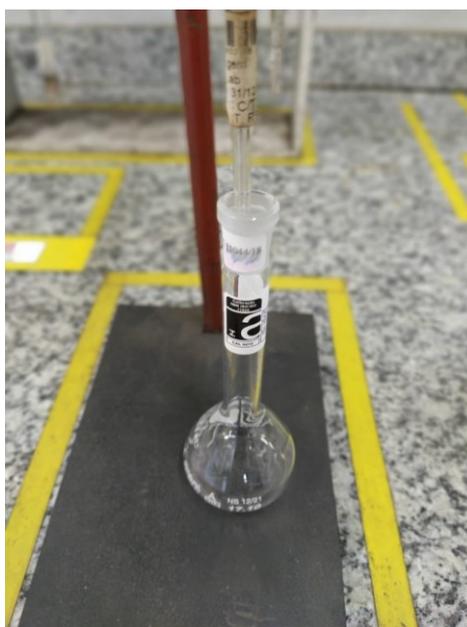


Fonte: Autor

4.3 DENSIDADE

Para medir a densidade da granalha selecionada utilizou-se um balão volumétrico de 50 ml (Figura 17) juntamente com uma bureta graduada também de 50 ml de capacidade (Figura 18). Nesta etapa mede-se a massa de 100 g de granalha e insere-se dentro do balão volumétrico. Utilizando álcool industrial com pureza de 96%, completa-se o volume do balão.

Figura 17 - Balão volumétrico



Fonte: Autor

Após atingir o menisco do balão, efetua-se a leitura na bureta graduada da quantidade de álcool que foi depositado no interior do balão volumétrico. Utilizando a equação 1, efetuam-se os cálculos da massa inicialmente depositada no balão volumétrico dividido pela diferença de volumes medidos pela bureta graduada no início e no final da inserção de álcool para obtenção da densidade.

$$Densidade = \frac{Massa\ depositada\ no\ interior\ do\ balão\ volumétrico}{Valor\ inicial\ da\ bureta - Valor\ final\ da\ bureta} \quad (1)$$

Figura 18 - Bureta graduada



Fonte: Autor

4.4 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA METALOGRAFICA

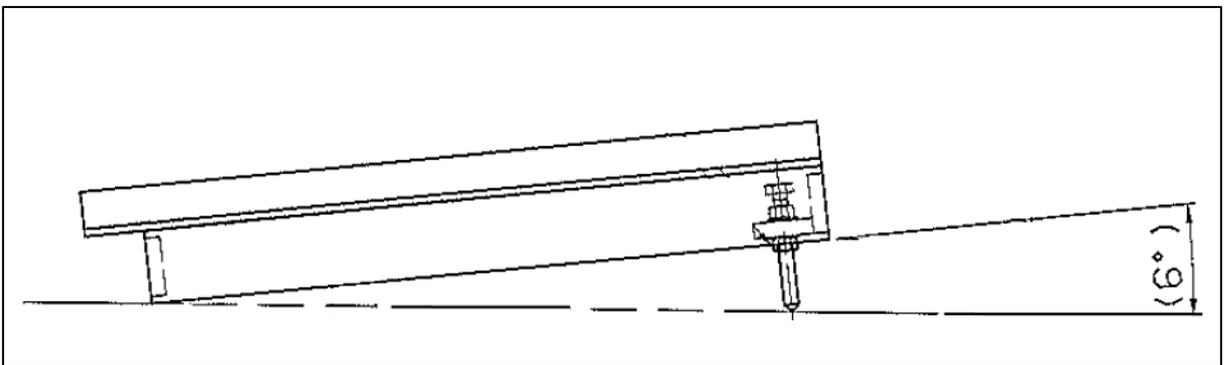
Para realização das análises metalográficas, incluindo dureza Vickers, e caracterização de macrodefeitos como porosidades, trincas e cavidades (oco), primeiramente se faz necessário realizar o embutimento da amostra. O embutimento consiste na utilização de resina acrílica e catalisador para endurecimento que são depositados em um molde com dimensões de 30 mm de diâmetro por 20 mm de altura, como mostrado na Figura 22.

As granalhas selecionadas para o embutimento foram devidamente submetidas a um plano inclinado a 6 ° indicado nas Figuras 19 e 20 para remoção de todas as granalhas disformes que eventualmente sejam encontradas após atomização, caracterizadas pelo formato irregular com comprimento igual ou maior que duas vezes o diâmetro da granalha.

Pequenas porções de aproximadamente 10 g de granalha são despejadas no topo do plano inclinado. As granalhas esféricas rolam pelo plano polido da rampa até atingirem uma bandeja de captação. As partículas com formatos disformes (vide exemplo da Figura 21) não se movimentam pelo plano inclinado e são removidas com auxílio de uma escova de cerdas macias para a bandeja oposta à bandeja de captação.

Dessa forma procura-se garantir a homogeneidade das granalhas esféricas e a eliminação de possíveis interferências oriundas de granalhas amorfas.

Figura 19- Desenho do plano inclinado para separação de granalhas disformes



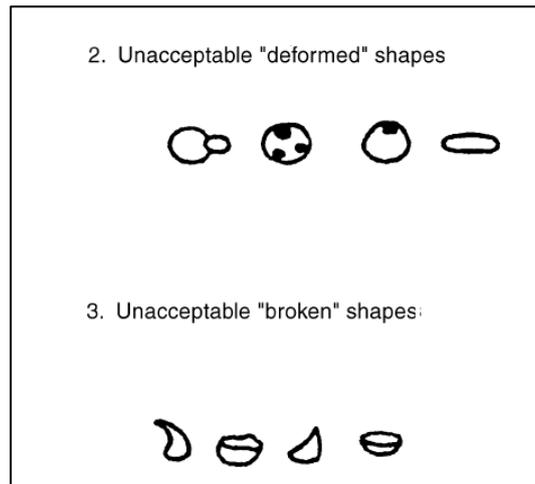
Fonte: Autor

Figura 20 - Plano inclinado para separação de granalhas disformes



Fonte: Autor

Figura 21 - Exemplos de granalhas disformes



Fonte: Autor "adaptado de" AMS-S-13165, 1997, p. 8

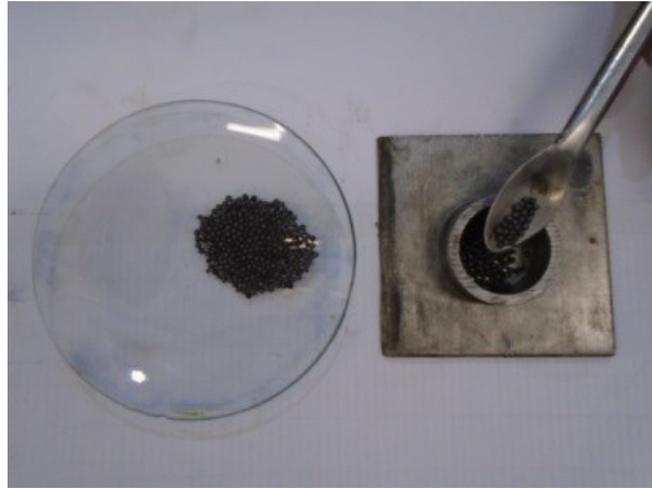
A granalha deve ser colocada na parte inferior do molde (ver Figura 22) de modo que preencha toda a superfície, tomando cuidado para que não se sobreponham, como mostrado na Figura 24. Após a seleção da amostra, são pesados 10 g de resina de poliéster e acrescentadas 10 gotas de catalisador do tipo MEK. A mistura é, então, vazada no molde, como mostrado na Figura 23. Após preencher toda a área do molde, espera-se entre 15 e 20 min até que o endurecimento da resina esteja completo para posteriores processos de lixamento e polimento.

Figura 22 - Molde de embutimento



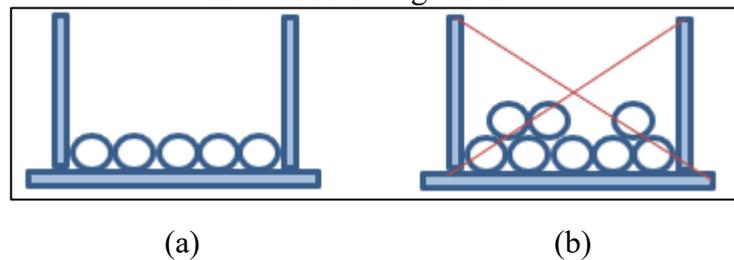
Fonte: Autor

Figura 23 - Disposição das granalhas nos moldes



Fonte: Autor

Figura 24- (a) Disposição correta e (b) disposição errônea de embutimento da granalha



(a)

(b)

Fonte: Autor

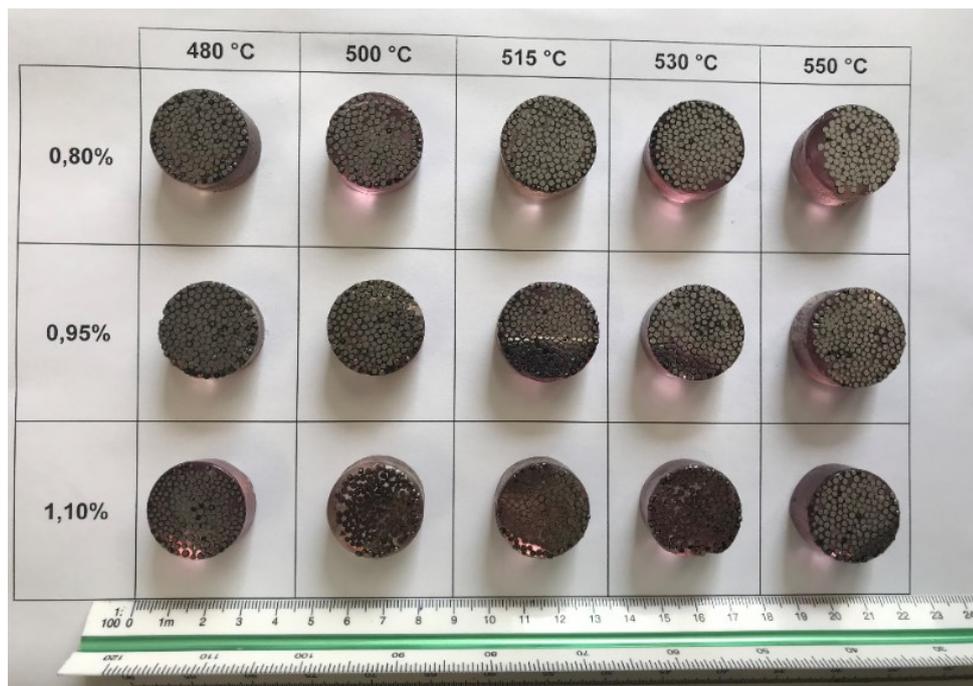
Com o endurecimento da resina, inicia-se o processo de lixamento e posteriormente polimento da amostra nas lixadeiras mostradas da Figura 25. A primeira lixa de carbeto de silício a ser utilizada é a de #120, desbaste inicial, seguindo para a lixa de #320, #400, #600, #1.000 e, para finalizar, o lixamento com lixa de #1.200. É importante atentar para o fato de que as granalhas devem ser lixadas até o seu centro para então iniciar o processo de polimento com alumina líquida de $1\ \mu\text{m}$, obtendo como resultado o corpo de prova ilustrado na Figura 26. Esses corpos de provas serão submetidos às análises de dureza, macroestrutura e microestrutura.

Figura 25 - Lixadeira e politriz



Fonte: Autor

Figura 26 - Corpo de prova pronto



Fonte: Autor

Dos moldes obtém-se corpos de provas contendo aproximadamente 150 esferas em sua área superficial, facilitando as análises posteriores, como contagem de defeitos físicos micro e macroestruturais.

4.5 DEFEITOS FÍSICOS

As normas ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010) e a SAE J827 determinam os principais defeitos físicos da granalha que devem ser mensurados por meio do uso de microscópio ótico, como o mostrado na Figura 27, em aumento de 250 vezes. As classificações de defeitos são:

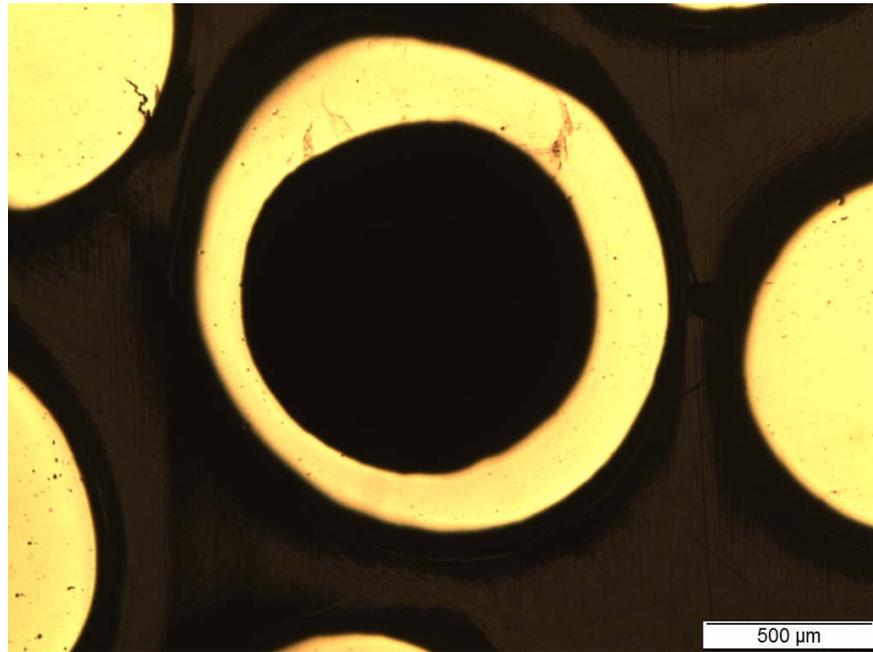
- a) cavidade: cavidade interna com formato arredondado, com área maior que 10% da área total da granalha (Figura 28);
- b) trinca: descontinuidade linear que possua relação comprimento-altura igual ou maior que 3:1 ou que possua comprimento maior que 20% do diâmetro ou menor dimensão da granalha (Figura 29);
- c) porosidade: cavidade interna com superfície descontinuada, cuja soma das áreas seja maior que 40% da área total da granalha (Figura 31);

Figura 27 - Microscópio de análises



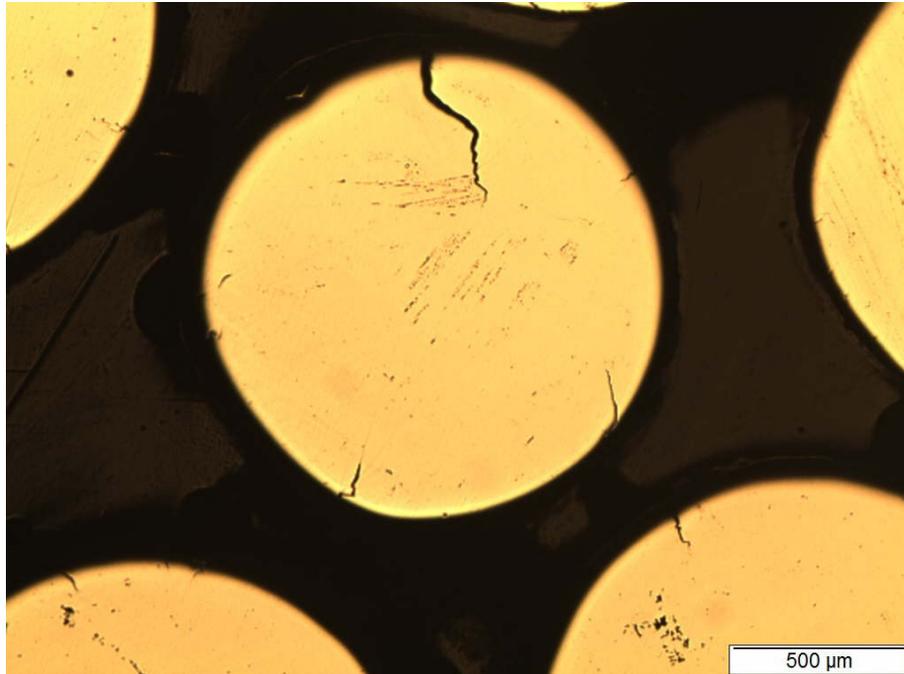
Fonte: Autor

Figura 28 - Exemplo de granalha classificada como contendo "cavidade"



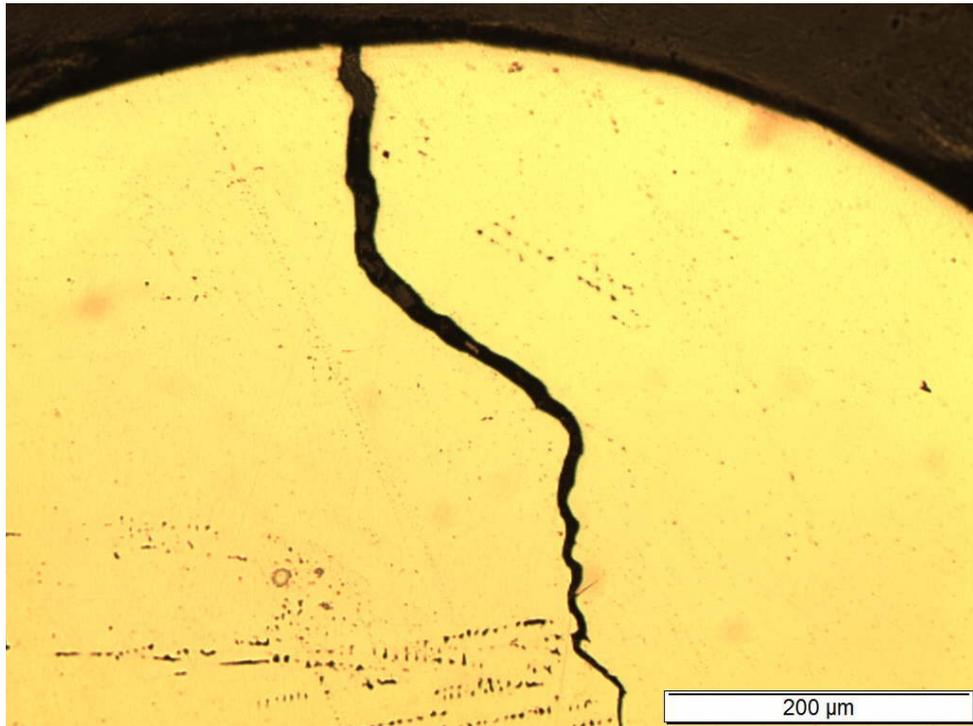
Fonte: Autor

Figura 29 - Exemplo de granalha com trinca



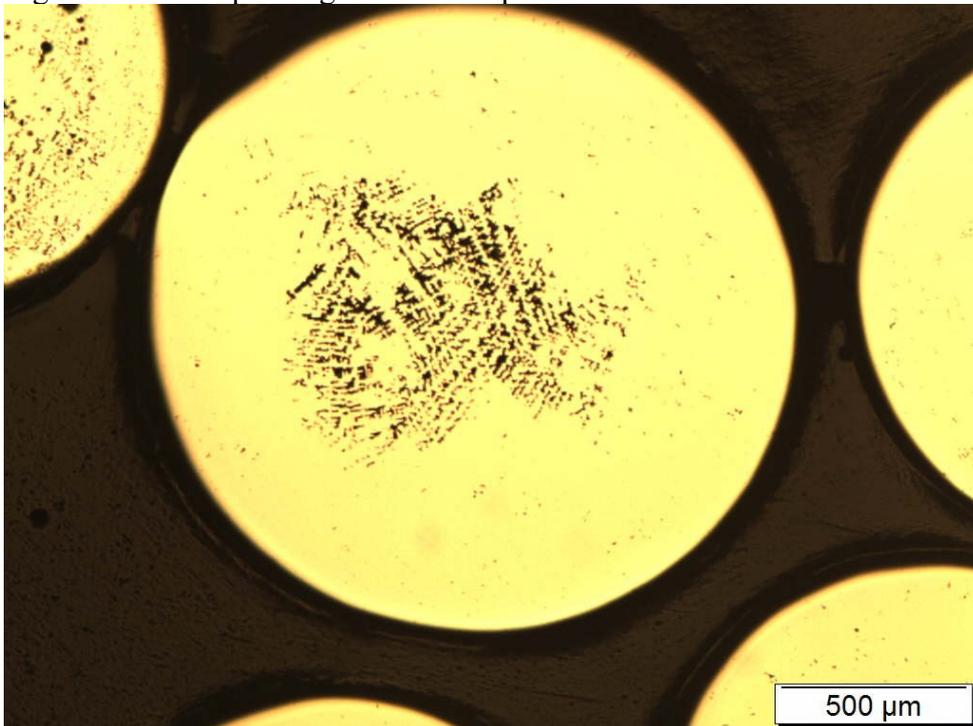
Fonte: Autor

Figura 30 - Ampliação da região com trinca



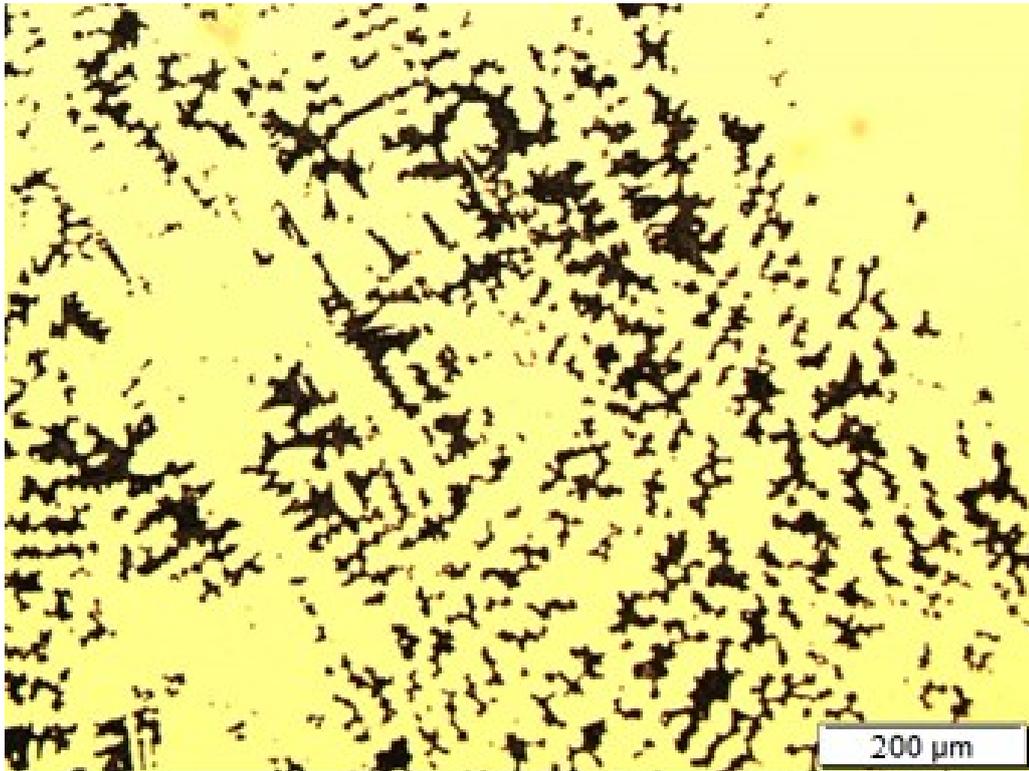
Fonte: Autor

Figura 31 - Exemplo de granalha com porosidade



Fonte: Autor

Figura 32 - Ampliação da região com porosidade



Fonte: Autor

Cada um dos defeitos físicos é medido individualmente e, nos casos de granalhas que contenham um ou mais defeitos físicos, considera-se o de maior significância.

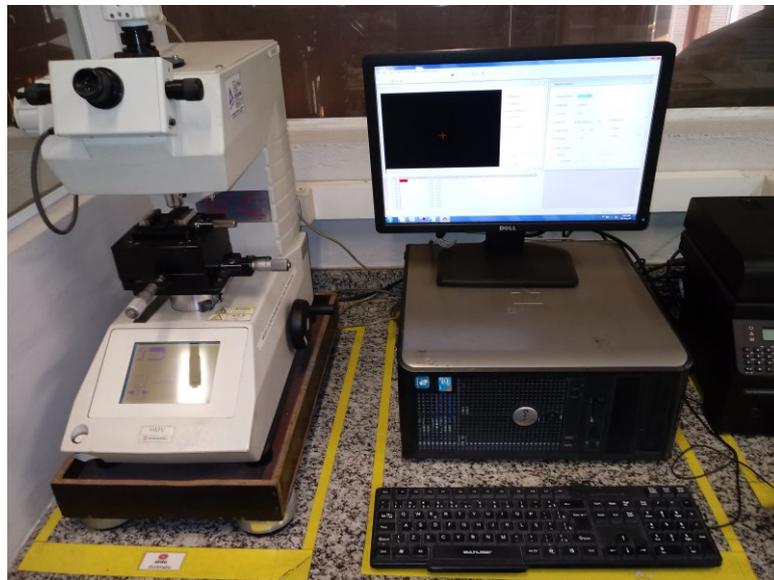
Para mensurar a porcentagem de defeitos em uma determinada amostra é necessário realizar a contagem de todas as partículas observadas no microscópio com uma lente objetiva de aumento de no mínimo 50 vezes e não menos do que 100 partículas devem ser avaliadas, usando os parâmetros já descritos de trinca, cavidade e porosidade como critério para caracterização. Ao final da contagem, divide-se o número de partículas contadas pela quantidade de esferas embutidas na amostra e, após multiplicar-se o valor encontrado por 100 obtém-se o resultado de defeitos.

4.6 DUREZA VICKERS

Após preparação das amostras realizaram-se as medições de dureza dos materiais. As normas ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010) e SAE J827 estabelecem o número mínimo de 10 indentações e convencionam que 90% das medições devem estar de acordo com a dureza pré-estabelecida. Como este trabalho tem granalhas esféricas padrão como objeto de estudo, a dureza esperada deve estar entre 392 e

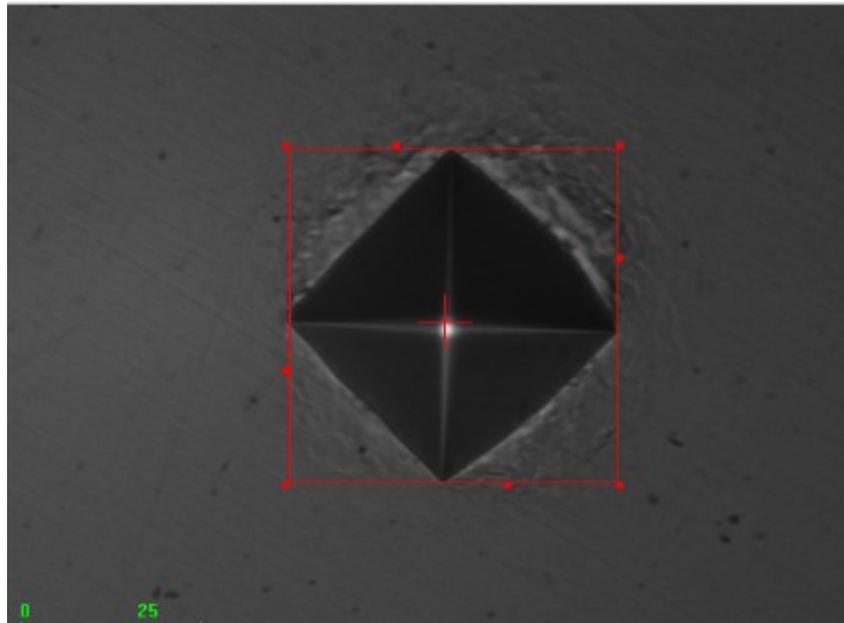
513 HV. Sendo assim, padronizou-se a realização de 10 medições de dureza no microdurômetro HMV-2T Shimadzu ilustrado na Figura 33, com carga de indentação de 0,5 N por 10 s também determinados pela norma, com medição no centro do raio de cada granalha analisada. Foram medidas as durezas tanto no material pós têmpera quanto do material pós revenimento. A Figura 34 um exemplo da imagem formada após indentação realizada no centro da granalha com a utilização de uma lente objetiva de aumento de 400 vezes para medição das diagonais do polígono equilátero formado. As linhas vermelhas ao redor da imagem fazem a medição automática, sendo necessários apenas ajustes finos para que o resultado possa ser obtido.

Figura 33 - Microdurômetro



Fonte: Autor

Figura 34- Indentação realizada no centro do raio da granalha



Fonte: Autor

4.7 METALOGRAFIA

O ataque da superfície polida das amostras foi realizado com ataque químico de reagente Nital em concentração de 2%, aplicado por 6s (COSTA, 1984). A amostra foi seca após o ataque utilizando ar quente. A seguir, a análise metalográfica foi realizada por microscopia óptica, com lente objetiva com 500 vezes de ampliação.

4.8 ENSAIO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A difração de raios-X foi realizada no difratômetro Shimadzu XRD – 7000 do Centro Universitário FEI utilizando tubo de radiação Cu-K α com tensão de aceleração de 30 kV e corrente de filamento de 30 mA, gerando 0,9 kW de potência na fonte de raios-X. A varredura foi feita entre a faixa $40^\circ < 2\theta < 100^\circ$ a velocidade de $1^\circ/\text{min}$ com leituras a cada $0,02^\circ$.

A amostra embutida e devidamente polida foi nivelada e inserida no suporte localizado no centro do equipamento conforme ilustrado na Figura 35. A análise por difração de raios-X foi realizada para cada amostra austenitizada, além de uma análise para as cada uma das amostras revenidas a 480°C e para 550°C , extremos das condições de revenimento. O objetivo foi caracterizar as fases presentes, particularmente avaliando a presença de austenita retida ou cementita nas amostras.

Figura 35 - Difratorômetro executando a leitura de uma amostra



Fonte: Autor

4.9 TESTE DE VIDA (DURABILIDADE)

Utilizou-se a máquina Ervin de propriedade da Sinto Brasil para o teste de durabilidade do material, ou seja, para avaliar seu desempenho num ambiente controlado de laboratório. Essa máquina foi desenvolvida pela Ervin Industries Inc., para prover um método quantitativo de avaliação do desempenho das granalhas abrasivas. Esse método de análise tornou-se uma ferramenta padrão em todo mercado de metais abrasivos e é aceito internacionalmente como medição de durabilidade e consistência do produto.

A máquina Ervin simula o jateamento em ação por meio de uma roda que arremessa as partículas em uma bigorna em rotação de 7.000 RPM e velocidade de aproximadamente 60 m/s (220 km/h) comparando-se à velocidade de jateamento em uma máquina industrial convencional.

Depois do impacto, as partículas vão para o fundo de um compartimento onde são coletadas por uma aleta e arremessadas novamente. As partículas são submetidas a este ciclo a uma taxa de 25 vezes por minuto, o que acelera a simulação e economiza tempo nas análises.

A máquina é recalibrada a cada 20 testes realizados. Uma granalha do tipo S-550 assegurada pela própria empresa Ervin é utilizada para a calibração do equipamento. A calibração se dá por meio da mensuração da perda mássica dessa granalha padrão, onde se espera que os resultados encontrados após a calibração sejam de 2.900 ciclos com tolerância de mais ou menos 50 ciclos, como regulamenta a norma SAE J445.

Pela portinhola de entrada de materiais localizada na parte superior do dispositivo rotatório inicia-se o procedimento depositando uma amostra de 100 g. Posteriormente é necessário configurar os parâmetros de trabalho da máquina que se distinguem para cada material e para cada dureza. Após a configuração dos parâmetros de máquina, ou quantidade de ciclos por tomada de testes, a máquina inicia o ciclo de trabalho.

Finalizada a primeira bateria de ciclos, retira-se o material pela mesma portinhola pela qual o material foi inserido inicialmente, que é então peneirado em uma peneira de malha de 0,41 mm de abertura, removendo da pesagem todo material que estiver com tamanho menor do que o indicado pela malha. Mensura-se a perda mássica que a amostra teve durante o ensaio e, após essa medição, completa-se a amostra com granalha nova e ativa na mesma quantidade perdida até ter-se novamente 100 g de granalha. Assim, antes de voltar para a máquina (ver Figura 36) e repetir o ensaio, a amostra terá novamente 100 g. A Tabela 4 mostra um exemplo de perda mássica durante um ensaio. Esse procedimento é repetido até que a perda mássica acumule mais de 100% de perda e, por meio de interpolação, obtém-se o resultado de quantidade de ciclos que aquele material pode suportar.

Tabela 4 - Exemplo de medição de perda mássica

Passes acumulados	% de perda	% de perda acumulada
500	7,0	7,0
1000	16,9	23,9
1500	21,5	45,4
2000	21,9	67,3
2500	19,6	86,9
3000	17,6	104,5

Fonte: Autor “Adaptado de” Ervin manual, 1977, p. 11

Após atingir a perda mássica de 100% usando o método de interpolação nos dados como os da Tabela 4, por meio de gráfico como o da Figura 37 pode-se concluir que este material teve uma durabilidade de 2.872 ciclos e, como se trata de um material padrão, este resultado pode ser considerado normal.

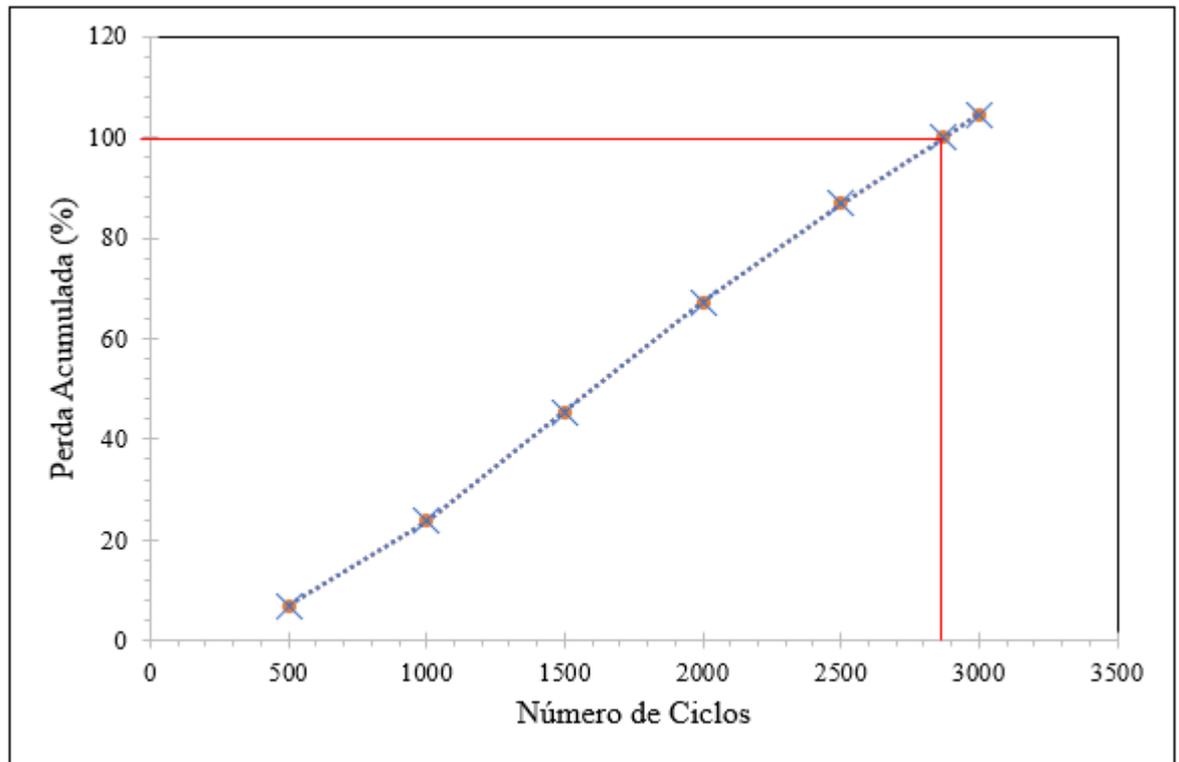
Com intuito de garantir a repetibilidade do procedimento, foram realizados dois ensaios contemplando operadores diferentes para ensaio inicial, réplica e tréplica. O ensaio inicial e a réplica foram feitos em sequência a fim de mitigar o fator máquina das variações de resultados. Para tréplica utilizou-se uma combinação de máquina e operador diferente.

Figura 36 - Máquina Ervin



Fonte: Autor

Figura 37 - Dados da Tabela 4 e extrapolação linear do número de ciclos



Fonte: Autor

4.10 ANÁLISE DE VARIÂNCIA

Utiliza-se a ANOVA, análise estatística de variância, para que seja possível realizar o teste da hipótese nula contraposta à hipótese alternativa. Neste caso, se a hipótese nula tem todas as suas condições estatisticamente atendidas, ela é validada, ao passo que, quando as condições não são estatisticamente atendidas, tem-se sua invalidação.

Para compor a análise estatística dos resultados deste trabalho, utilizou-se a análise de variância (ANOVA) por meio do uso do software Microsoft Excel[®] Versão 2015. A utilização dessa ferramenta estatística possibilitou a comparação entre os resultados obtidos dos números de ciclos em relação a cada composição de carbono pelas temperaturas de revenimento.

A parametrização foi de tal forma que se utilizou ANOVA de fator duplo com repetição. Desses, foi utilizado alfa de 0,05, além de três elementos de verificação da hipótese nula por teste. A descrição das hipóteses adotadas está detalhada no decorrer do delineamento e o memorial de cálculos pode ser acessado no Anexo C.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos são apresentados e discutidos seguindo a ordem: obtenção das composições químicas das granalhas, caracterização dos defeitos físicos, análise de microdureza, ensaios metalográficos, difração por raios-X e ensaios de teste de durabilidade.

5.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS GRANALHAS

A obtenção da composição química das granalhas é um ponto essencial para o delineamento desta pesquisa, pois afeta de maneira contundente a formação microestrutural que foi estudada. Os resultados obtidos na Tabela 5 foram analisados por uma instituição independente e mostram-se satisfatórios para o estudo realizado.

Conforme Totten (2007) já observou, o principal elemento químico relacionado à transformação martensítica é o carbono. Subsídios científicos desse mesmo autor obtidos da Figura 7 correlacionam as temperaturas de transformação inicial e final da martensita justamente em função da concentração de carbono. Paralelamente, tendo em vista a norma ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010) que estabelece parâmetros na faixa de 0,80% até 1,20% de carbono na liga da granalha, buscou-se pautar o estudo entre as faixas mínimas e máximas, além da faixa média que é atualmente utilizada para processamento dos materiais. Sendo assim, granalhas com composições químicas de 0,80%, 0,95% e 1,10% de carbono foram estabelecidas como alvos.

Tabela 5 - Composição química das amostras (%massa).

Liga	Aço 0,83%C	Aço 0,91%C	Aço 1,10%C
Carbono	0,83	0,91	1,09
Manganês	0,65	0,71	0,70
Silício	0,54	0,49	0,37
Cromo	0,22	0,18	0,24
Molibdênio	0,02	0,01	0,02
Alumínio	0,08	0,07	0,12
Enxofre	0,03	0,03	0,03
Fósforo	0,02	0,02	0,03
Ferro	Balanço		

Fonte: Autor

5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS DEFEITOS FÍSICOS

Por meio da caracterização dos defeitos físicos das granalhas é possível determinar concentradores de tensão, tais como trincas, cavidades e porosidades, que as fragilizam durante aplicação. Além disso, busca-se que o material estudado esteja dentro de uma relativa homogeneidade que permita estudar a influência da microestrutura no desempenho do material.

Em posse das amostras já austenitizadas e temperadas, e com a comprovação das composições químicas mostrada no item anterior, foi realizada a preparação metalográfica para execução das análises microestruturais.

Com base na norma ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010), realizou-se a caracterização dos defeitos físicos. Foram analisadas no total 2.437 partículas de granalha para obter as porcentagens indicadas na Tabela 6. A granalha com teor de carbono de 1,10% apresentou o menor índice médio de trincas, ao passo que a amostra com 0,83%C apresentou a menor média para cavidades. Além disso, observa-se que as médias dos defeitos físicos estão relativamente próximas, o que indica que esses concentradores de tensão se encontram em níveis aceitáveis e coerentes com materiais utilizados na prática de jateamento nos três lotes de composição química aqui estudados.

A norma ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010) especifica para defeitos físicos níveis máximos de trinca de 15%, cavidade de 10% e porosidade 10%. Paralelamente, o histórico dos níveis destes mesmos defeitos físicos da empresa Sinto Brasil Produtos Limitada se encontra nos patamares médios de trinca, cavidade e porosidade que variam entre 1,50% até 5,00%. Desta forma, os valores encontrados nas amostras e apresentados na Tabela 6 são típicos de granalhas de produção, sem ocorrências que afetem o desempenho.

Tratando-se da somatória dos defeitos macroestruturais, a mesma norma ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010) determina que esse resultado não deve ser maior do que 20%. Nesse quesito, observa-se que a granalha com 1,10%C apresenta menor valor de somatória de defeitos físicos ao passo que as concentrações de carbono de 0,83% e 0,91% se mostram praticamente iguais, e todas com somatória de defeitos bastante inferior ao máximo permitido pela norma.

Tabela 6 - Resultados da caracterização dos defeitos físicos

Amostra	% Trinca	% Cavidade	% Porosidade	% Somatória
0,83%C - 480 °C	0,0	4,7	7,9	12,6
0,83%C - 500 °C	4,7	2,4	6,3	13,4
0,83%C - 515 °C	3,9	7,1	1,6	12,6
0,83%C - 530 °C	8,7	2,4	2,4	13,5
0,83%C - 550 °C	7,1	0,0	4,7	11,8
Média – 0,83%C	4,9	3,3	4,6	12,8
0,91%C - 480 °C	5,5	4,7	2,4	12,6
0,91%C - 500 °C	3,1	7,1	2,4	12,6
0,91%C - 515 °C	7,9	3,1	1,6	12,6
0,91%C - 530 °C	8,7	6,3	3,1	18,1
0,91%C - 550 °C	6,3	2,4	1,6	10,3
Média – 0,91%C	6,3	4,7	2,2	13,2
1,10%C - 480 °C	0,8	3,1	3,9	7,8
1,10%C - 500 °C	1,6	3,9	0,8	6,3
1,10%C - 515 °C	0,8	4,7	0,8	6,3
1,10%C - 530 °C	4,7	2,4	4,7	11,8
1,10%C - 550 °C	1,6	7,1	3,1	11,8
Média – 1,10%C	1,9	4,3	2,7	8,8
Média Total	4,3	4,1	3,1	11,6

Fonte: Autor

5.3 ANÁLISE DA ESTRUTURA TEMPERADA

As médias dos resultados das medições de microdureza das amostras após austenitização e têmpera apresentam diferenças relevantes. Nota-se que para a amostra com composição química de 1,10% de carbono, a média da dureza encontrada foi de 902 HV com desvio padrão de 9 HV; a amostra com 0,91%C teve resultado de médio de 862 HV com desvio padrão de 8 HV; e, finalmente, na de 0,83%C detectou-se 842 HV com desvio padrão de 7 HV.

Conforme Krauss (1999) já havia indicado na Figura 6, a dureza das granalhas com maior teor de carbono foi superior quando comparada com as de menores concentrações do

mesmo elemento. Quanto maior a concentração de carbono, maior a dureza da fase martensítica, fato que justifica essa diferença de durezas.

Nas Figuras 38, 39 e 40, são apresentadas as micrografias das amostras temperadas com concentração de carbono 0,83%, 0,91% e 1,10% respectivamente. Para a Figura 38, evidencia-se a formação de martensita e não é encontrada cementita não dissolvida na austenitização.

Para a Figura 39, não foi obtida uma formação tão homogênea quanto da Figura 38. Cementita não dissolvida pode ser observada nesta amostra austenitizada e temperada. Da mesma forma que também é evidenciado uma maior concentração de cementita não dissolvida na amostra com 1,10% de carbono da Figura 40, caracterizando austenitização parcial.

Figura 38 - Micrografia da amostra temperada com 0,83%C



Fonte: Autor

Figura 39 - Micrografia da amostra de 0,91%C com cementita não dissolvida



Fonte: Autor

Figura 40 - Micrografia da amostra de 1,10%C com cementita não dissolvida



Fonte: Autor

Como era esperado a granalha com teor de carbono de 1,10% apresentou durezas maiores do que seus pares. Muito em função da maior quantidade de carbono que proporciona maior dureza para a martensita além da presença de cementita não dissolvida, que colabora para a maior dureza. O gráfico da Figura 41 obtido pelo Thermo-Calc[®], usando a base de dados TCFE9 e as composições químicas da Tabela 5, indica que a austenitização pode não ter ocorrido completamente para a concentração de 0,91%C na temperatura de 810 °C, o que proporciona uma microestrutura heterogênea e com possibilidade de cementita não dissolvida, como pode ser verificado na Figura 39.

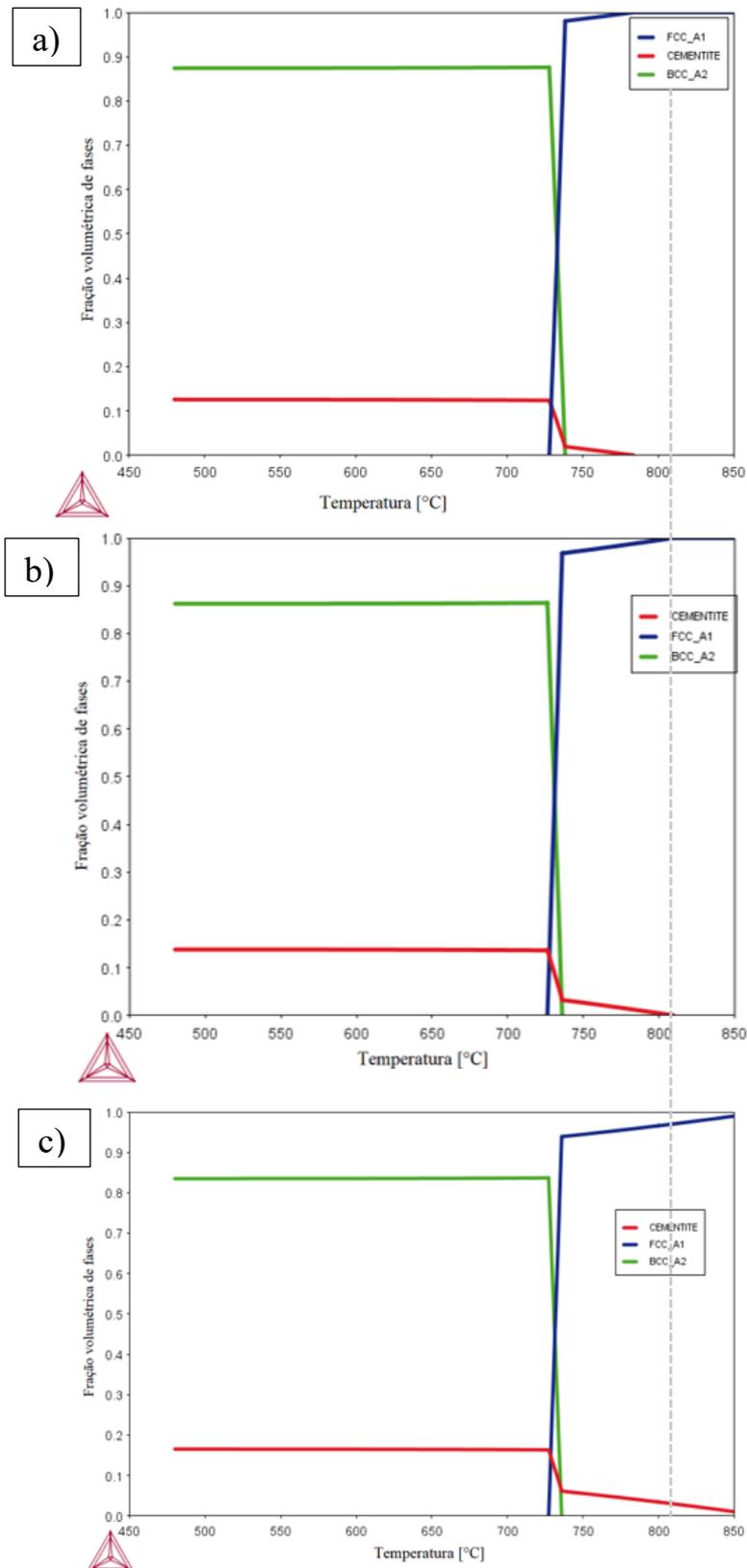
Na Figura 41 observa-se em “a” (composição com 0,83%C) diagrama obtido através do Thermo-Calc[®], mostrando que a austenitização na temperatura de 810 °C se deu completamente. Apenas para efeito comparativo, uma linha tracejada foi traçada na temperatura de 810 °C cruzando os três diagramas. Desta forma, é possível notar que a austenitização ocorrida em “a” é completa ao passo que em “b” (0,91%C) ocorre no limite da referida temperatura e em “c” (1,10%C) não ocorre de maneira completa, explicando o aumento da fração de cementita com o aumento do teor de C observado nas Figuras 39 e 40. Também através do Thermo-Calc[®] foi possível determinar as frações volumétricas de cementita bem como a porcentagem de austenita realizada em diferentes temperaturas, como mostra a Tabela 7. Nota-se que o aumento do teor de C leva a aumento da temperatura mínima necessária para a obtenção de austenitização total.

Tabela 7 - Fração volumétrica de cementita e austenita para diferentes ligas e temperaturas

Temp. (°C)	0,83%		0,91%		1,10%	
	Austenitização	Fração vol. de cementita	Austenitização	Fração vol. de cementita	Austenitização	Fração vol. de cementita
770	99,4%	0,6%	98,2%	1,8%	95,3%	4,7%
778	99,7%	0,3%	98,5%	1,5%	95,6%	4,4%
785	100,0%	0,0%	98,9%	1,1%	95,9%	4,1%
793			99,2%	0,8%	96,3%	3,7%
800			99,6%	0,4%	96,6%	3,4%
807			99,9%	0,4%	96,9%	3,1%
809			100,0%	0,0%	-	-
815					97,3%	2,7%
822					97,6%	2,4%
830					97,9%	2,0%
837					98,3%	1,7%
844					98,7%	1,3%
850					98,97%	1,03%

Fonte: Autor

Figura 41 - Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® para granalha com concentrações de carbono de 0,83% (“a”), 0,91% (“b”) e 1,10% (“c”).



Fonte: Autor

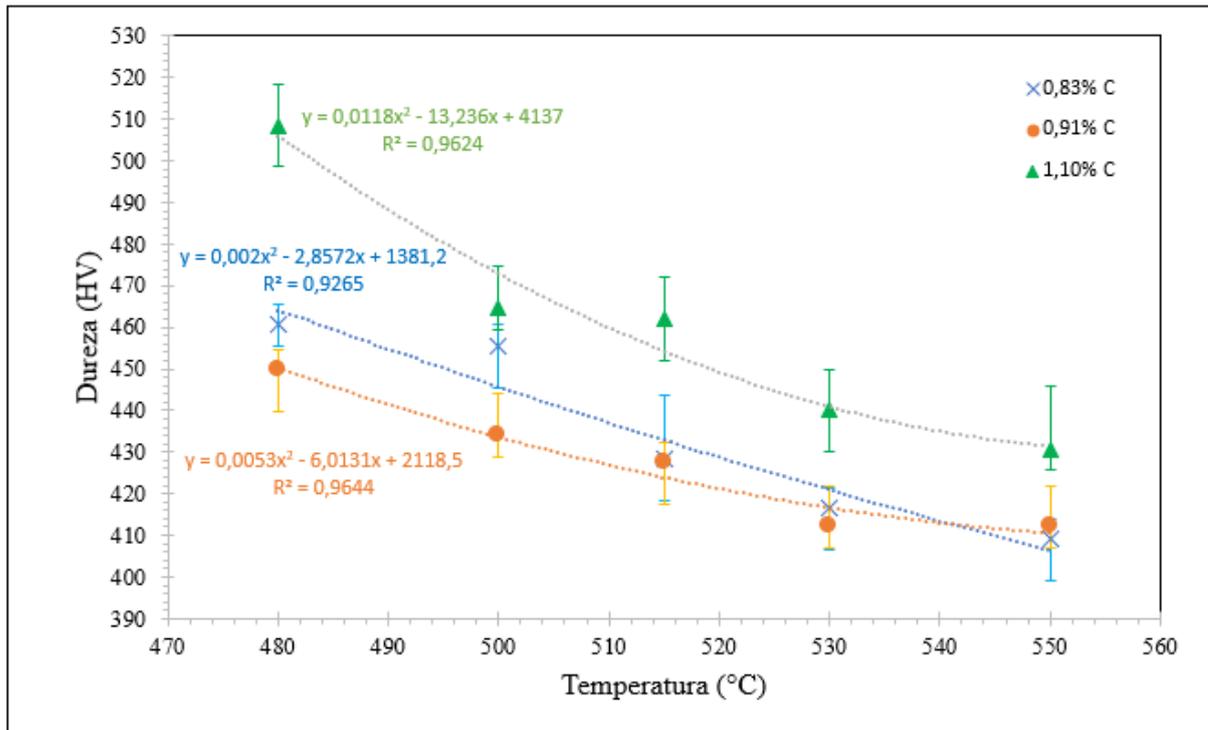
5.4 ANÁLISE DA MICROESTRUTURA REVENIDA

Analisando a microdureza dos materiais com diferentes teores de carbono em função das diferentes temperaturas de revenimento, obtém-se a Figura 42. Comparando a dureza resultante do teor de carbono de 0,83% com o revenimento de Costa e Silva e Mei (2006), mostrado na Figura 5, há uma importante e considerável congruência nos valores obtidos na temperatura de 530 °C, já que os autores Costa e Silva e Mei (2006) encontraram uma dureza próxima de 407 HV e o presente estudo 416 HV.

Outro aspecto importante a ser levado em consideração é que a norma ABNT 15814 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010) determina que a dureza da granalha esteja com no mínimo 90% das medições realizadas dentro da faixa de 392 HV e 544 HV, e todas as medições realizadas, para todas as condições de teor de C e temperaturas de revenimento, encontram-se dentro do especificado.

É apresentada na Figura 43 uma microestrutura martensítica revenida bem distribuída e homogênea, típica da amostra de concentração de carbono de 0,83%C, que teve uma completa austenitização e não há evidência de cementita não dissolvida. Essa microestrutura tem uma certa semelhança com a Figura 12 de Grachev et al. (2006) que foi obtida somente depois do duplo revenimento. Na Figura 43 obteve-se essa microestrutura após revenimento a 480 °C por 20 minutos. Isto permite afirmar que um arranjo microestrutural com grau satisfatório de homogeneidade pode ser obtido com o processamento empregado no presente estudo.

Figura 42- Resultados de microdureza em função das temperaturas de revenimento.



Fonte: Autor

Figura 43 - Microestrutura da amostra com 0,83% de carbono revenida a 480 °C

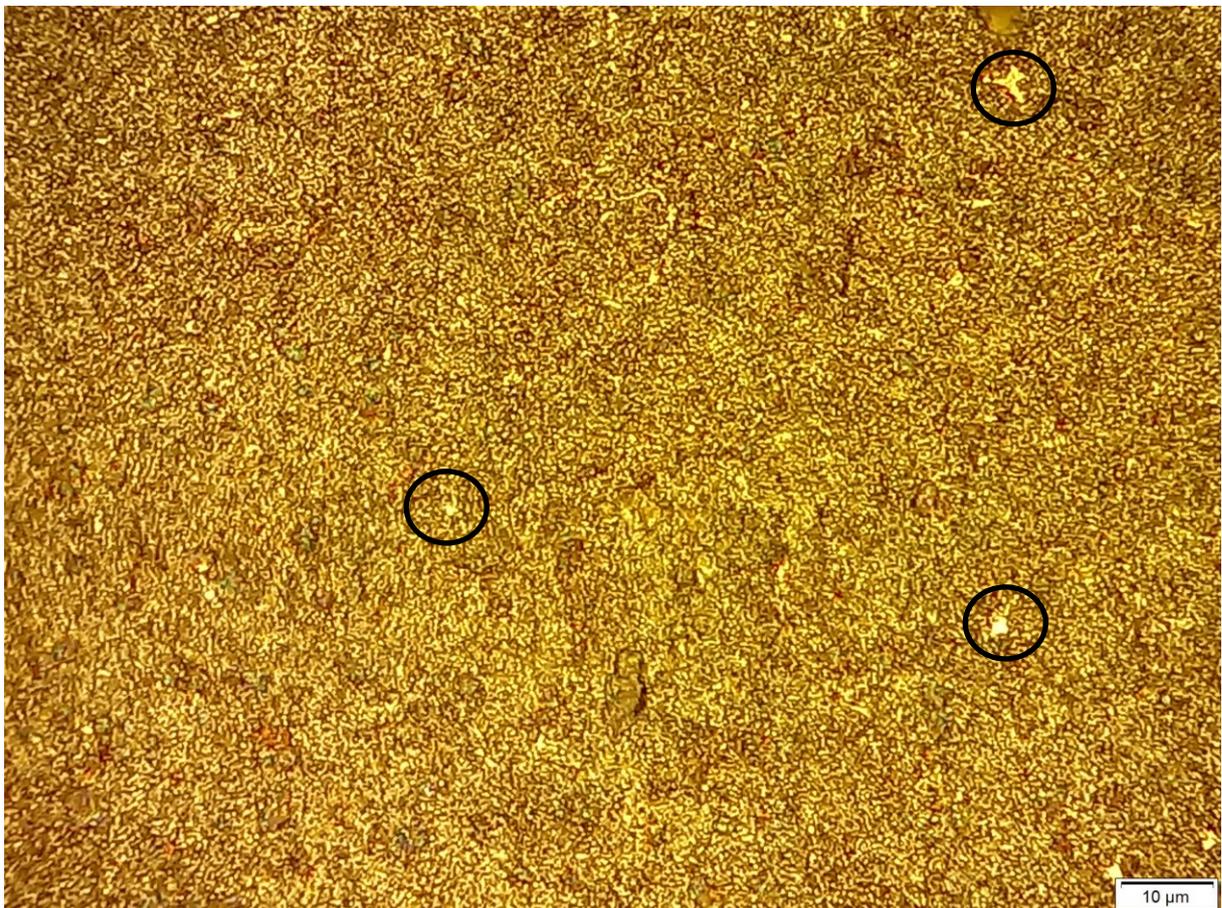


Fonte: Autor

Na Figura 44 é apresentada a micrografia obtida após revenimento da amostra com teor de carbono de 0,91% revenida por 20 minutos sob uma temperatura de 480 °C. É possível observar que há uma certa heterogeneidade microestrutural proveniente da presença de cementita não dissolvida na etapa anterior de austenitização, indicando uma microestrutura propensa a concentradores de tensão muito mais preponderante do que indicado na concentração de 0,83%C.

Outro subsídio que sustenta a presença cementita se encontra na Figura 41 “b” onde, de acordo com o Thermo-Calc[®] a dissolução da cementita na austenitização não ocorre totalmente, podendo esta fase ser evidenciada através das marcações de círculos pretos na Figura 44.

Figura 44- Microestrutura da amostra com 0,91% de carbono revenida a 480 °C com cementita não dissolvida na austenitização



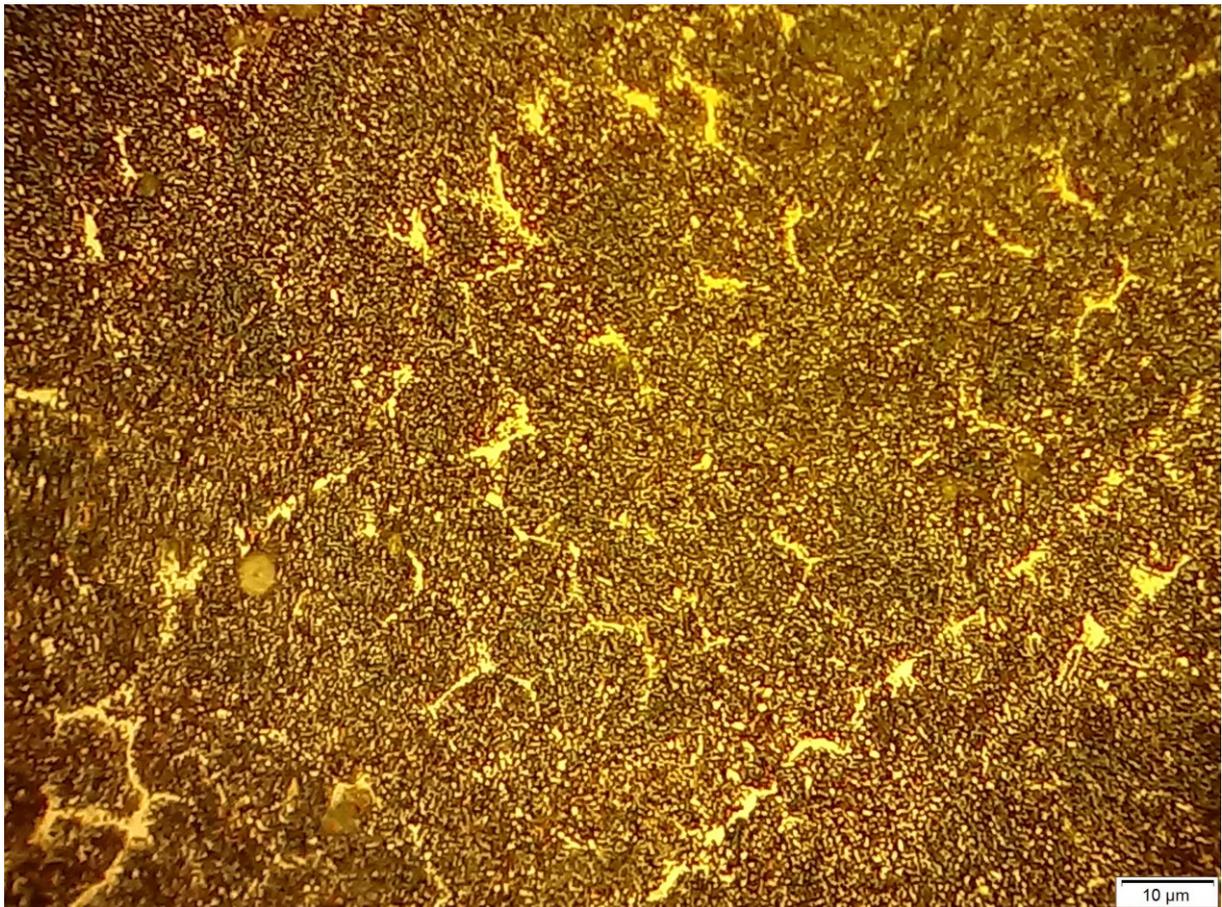
Fonte: Autor

Quando a microestrutura da concentração de carbono de 0,83%C, Figura 43 é comparada com a de 1,10%C na Figura 45, fica evidente a disparidade entre ambas. A grande quantidade de cementita encontrada nos espaços interdendríticos é novamente confirmada pelo Thermo-Calc[®] da Figura 41 “c”, onde a linha vermelha que representa a quantidade de

cementita se mostra muito além da temperatura de austenitização empregada no estudo de 810 °C.

Além disso, em seu estudo, Grachev et al. (2011) na Figura 11 e Grachev et al. (2006) na Figura 12 indicação “c” para ambas ilustrações, já demonstram uma microestrutura com excesso de cementita não dissolvida. No estudo de Grachev et al. (2011), a granalha estudada tinha teor de 1,80% de carbono.

Figura 45 - Microestrutura da amostra com 1,10% de carbono revenida a 480 °C



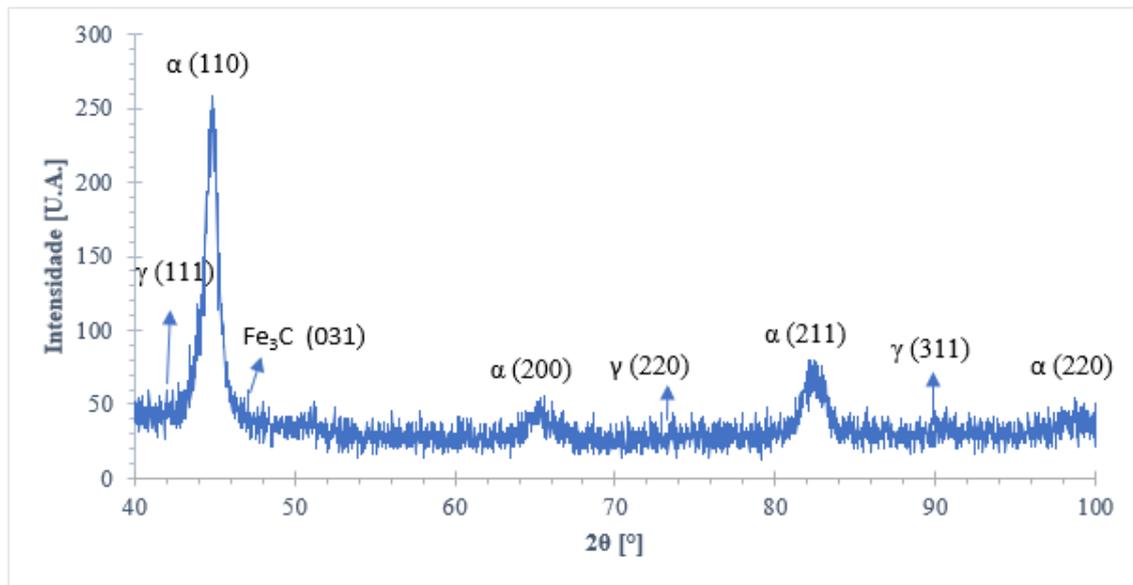
Fonte: Autor

Com base nestas evidências, e também nos estudos de Jun et al. (2001), na Figura 8, que relatam que o excesso de cementita não dissolvida é prejudicial para capacidade de amortecimento, busca-se subsidiar a afirmação de que a cementita não dissolvida é prejudicial para o desempenho da granalha em serviço.

Buscando subsídios científicos às amostras austenitizadas com teor de carbono de 0,83, 0,91 e 1,10%, elas foram submetidas a ensaios de difração de raios-X obtendo a Figura 46, Figura 47 e Figura 48. Nota-se que há uma faixa de ruídos acentuada que pode ser associada ao tamanho das partículas analisadas (1,70 mm) e a impurezas oriundas do embutimento.

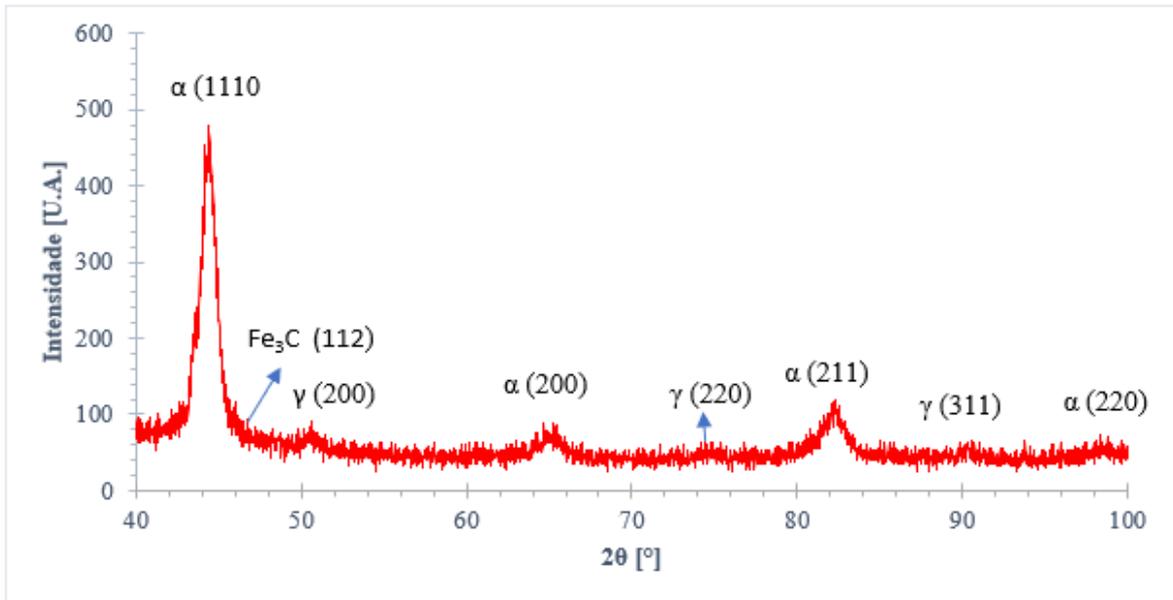
Não foi possível calcular a quantidade precisa das proporções volumétricas de cada fase nas amostras austenitizadas. O principal fator para tal impossibilidade se deve à presença de três fases presentes nas amostras e com o agravante da quantidade de ruídos oriundos dos resultados de difração de raios-x, o que torna a quantificação imprecisa.

Figura 46 - Difração de raios-X para amostra apenas temperada com 0,83% de carbono



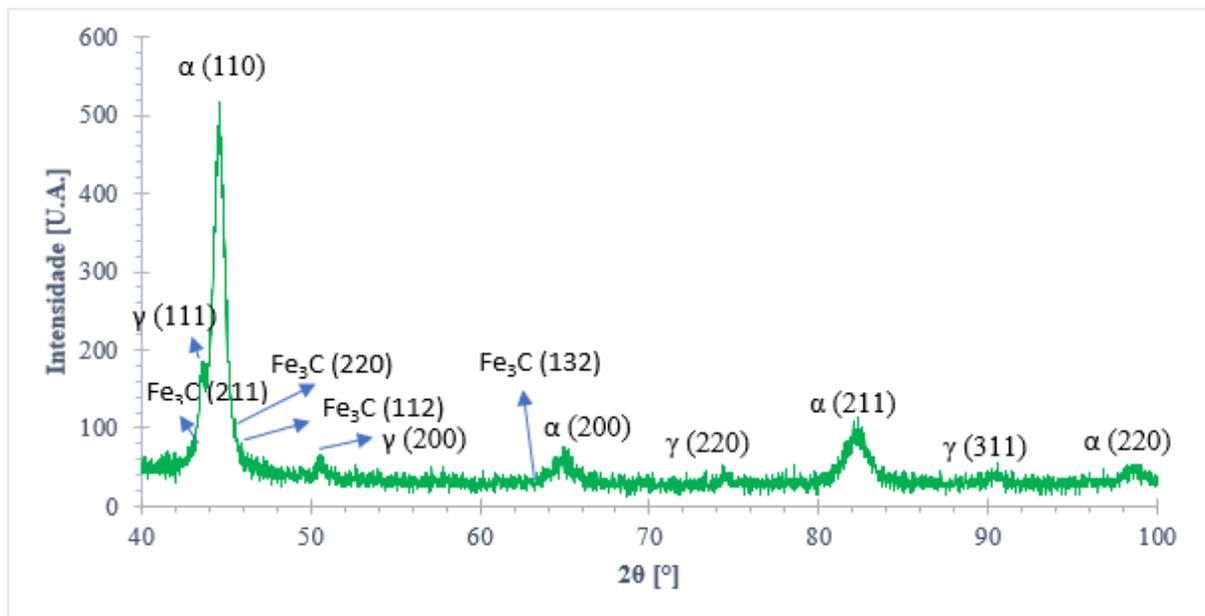
Fonte: Autor

Figura 47 - Difração de raios-x para amostra austenitizada com 0,91% de carbono



Fonte: Autor

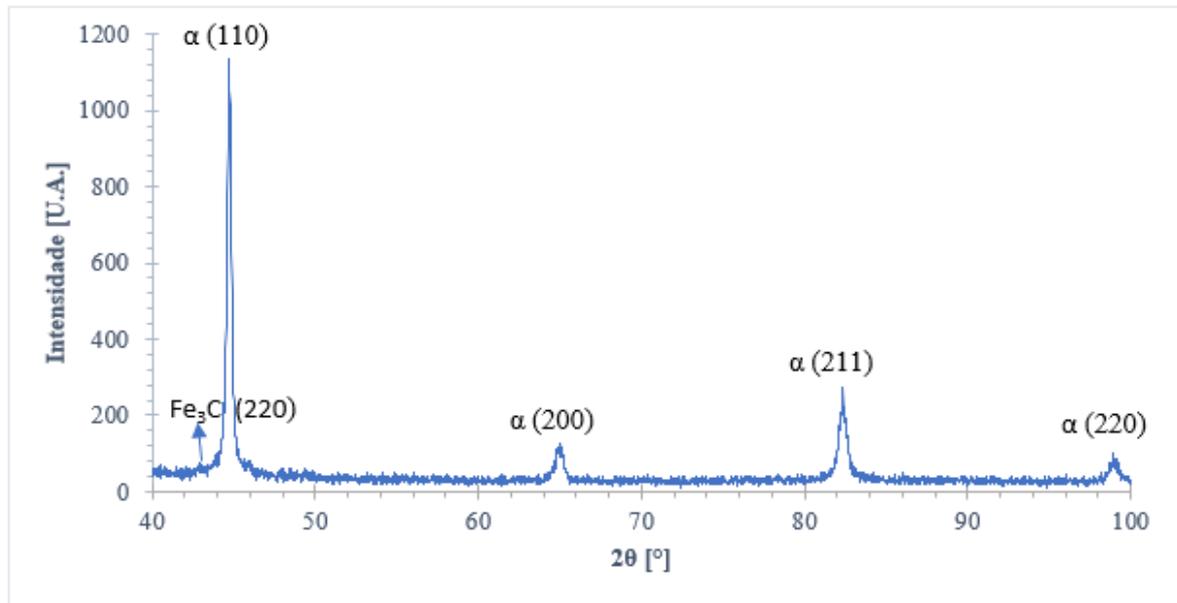
Figura 48 - Difração de raios-x para amostra austenitizada com 1,10% de carbono



Fonte: Autor

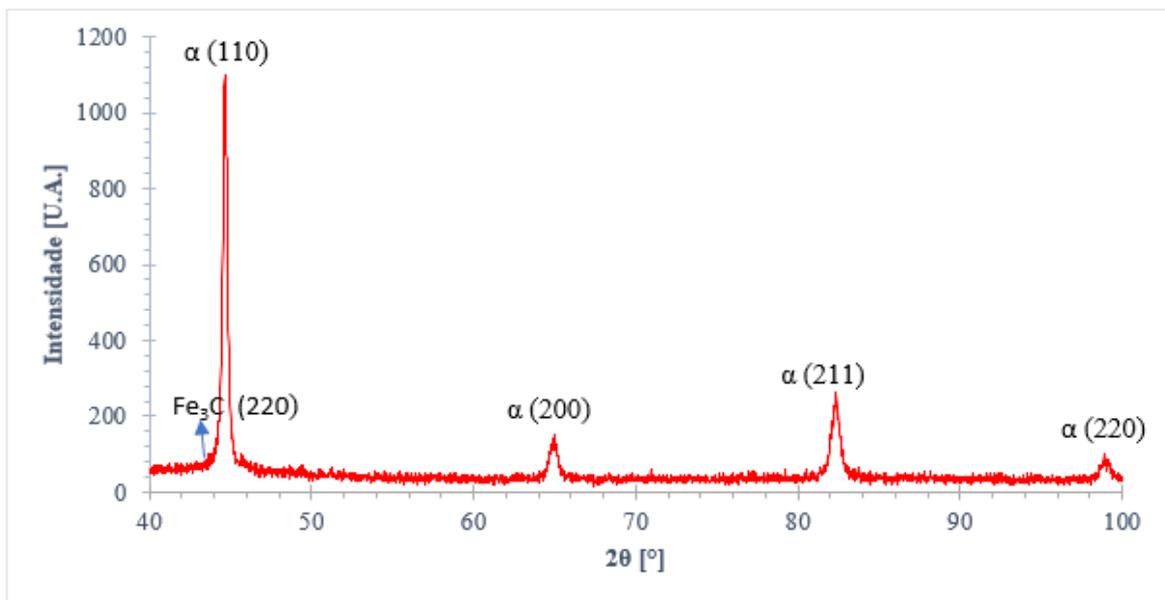
Conforme é possível observar nos resultados de difração de raios-X das amostras revenidas a 480 °C por 20 minutos das Figuras 49, 50 e 51, não existe a fase austenita, fato que já era esperado e subsidiado por Totten (2007), que afirma que a transformação da austenita retida ocorre a 350 °C. Desta forma, os resultados indicam a presença de martensita revenida, que foi associada a partir da ferrita (cúbica de corpo centrado) e cementita.

Figura 49 - Difração de raios-x para amostra revenida a 480 °C com 0,83% de carbono



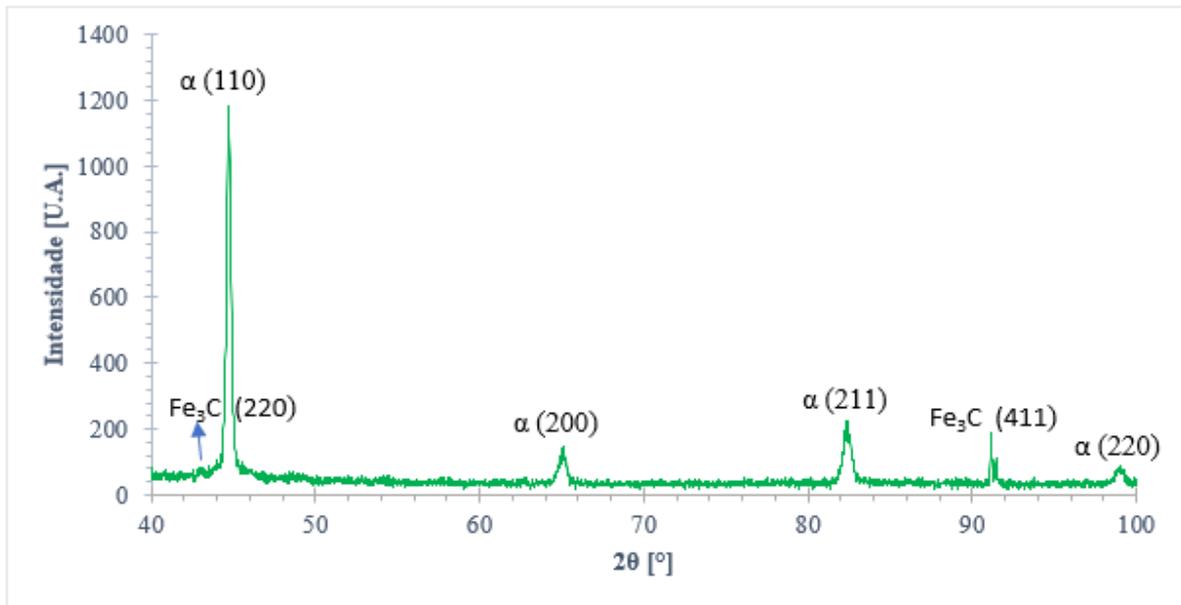
Fonte: Autor

Figura 50 - Difração de raios-x para amostra revenida a 480 °C com 0,91% de carbono



Fonte: Autor

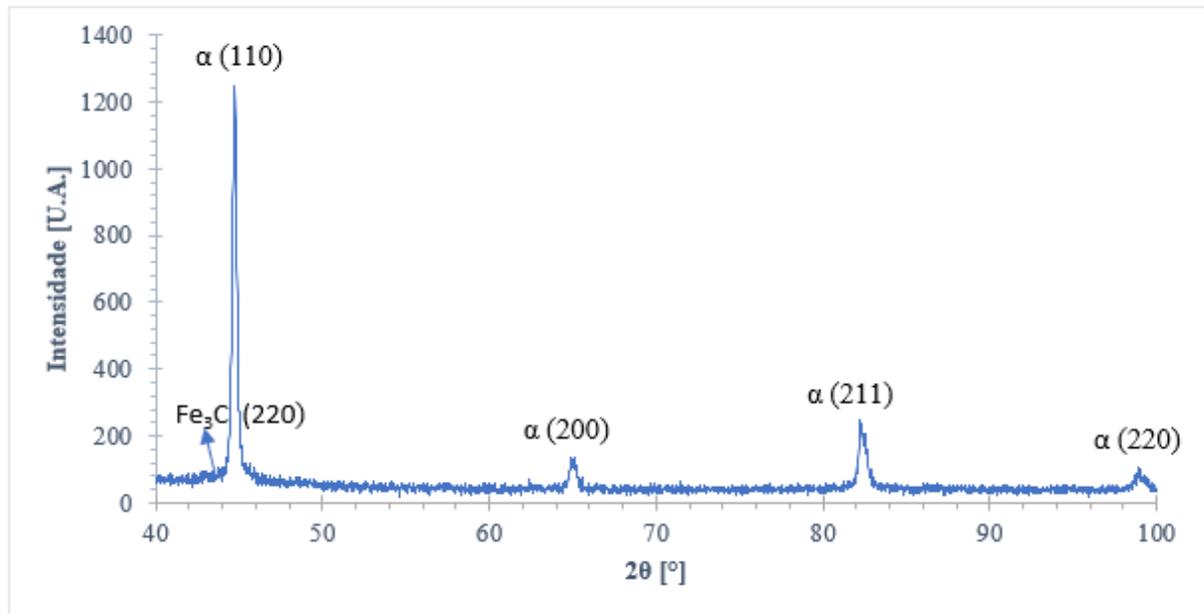
Figura 51 - Difração de raios-x para amostra revenida a 480 °C com 1,10% de carbono



Fonte: Autor

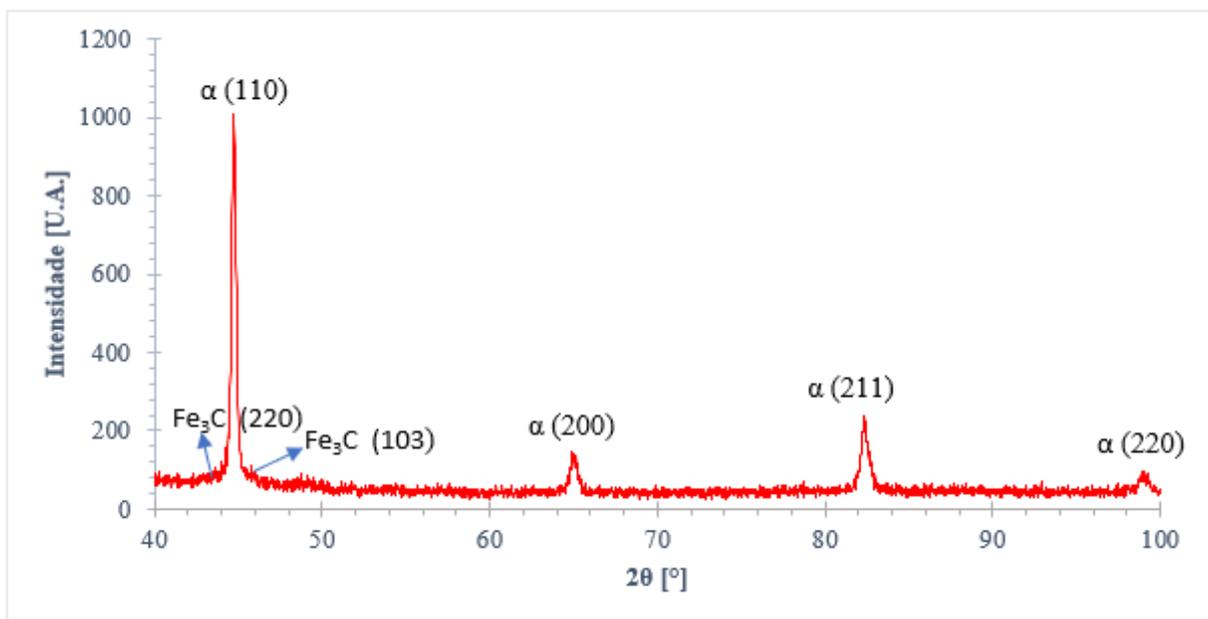
A evidência de cementita que está presente nas amostras com teor de carbono de 0,93% e 1,10% revenidas a 480 °C e a 550 °C somente se fazem presentes nas micrografias. Quando analisadas as Figuras 52, 53 e 54 resultantes da difração de raios-X das amostras revenidas a 550 °C, também não se evidencia de maneira contundente a presença de cementita. Isso pode ser resultado da fração de Fe_3C presente ser insuficiente para ser detectada pela difração de raios-X, considerada ainda sua diminuta dimensão e volume. Essa dificuldade também já foi demonstrada por Wu, Hu e Han (2012) em seu estudo onde não obtiveram êxito por conta da estimativa dos raios desses carbonetos, no caso obtidos pelo revenimento, medirem em média 28,50 nm.

Figura 52 - Difração de raios-X para amostra revenida a 550 °C com 0,83% de carbono



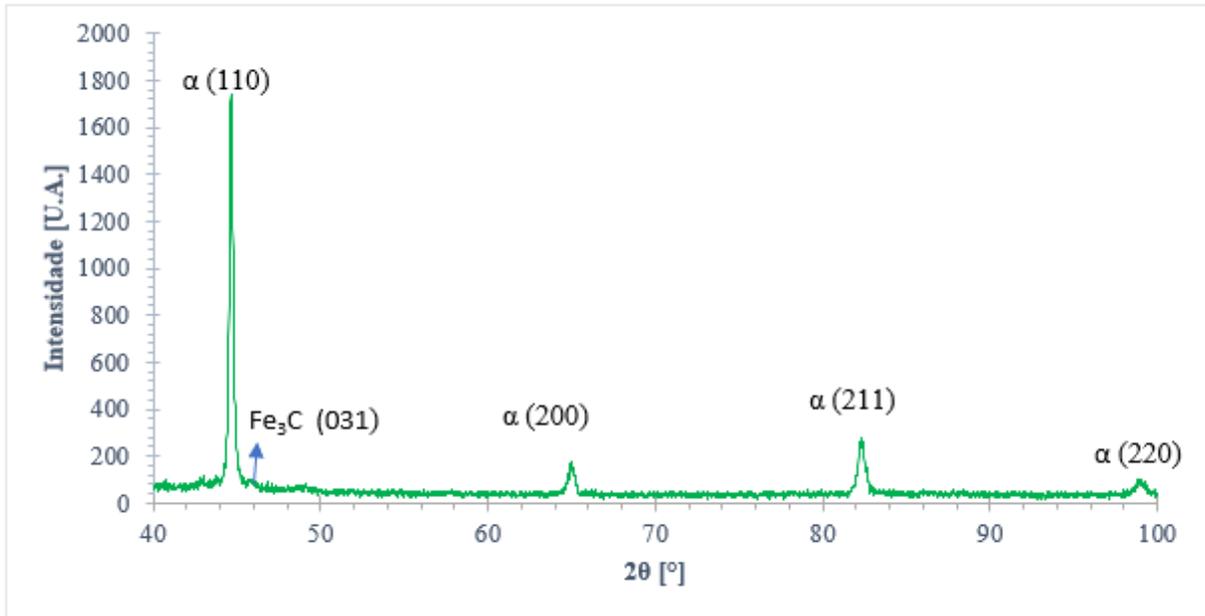
Fonte: Autor

Figura 53 - Difração de raios-X para amostra revenida a 550 °C com 0,91% de carbono



Fonte: Autor

Figura 54 - Difração de raios-X para amostra revenida a 550 °C com 1,10% de carbono

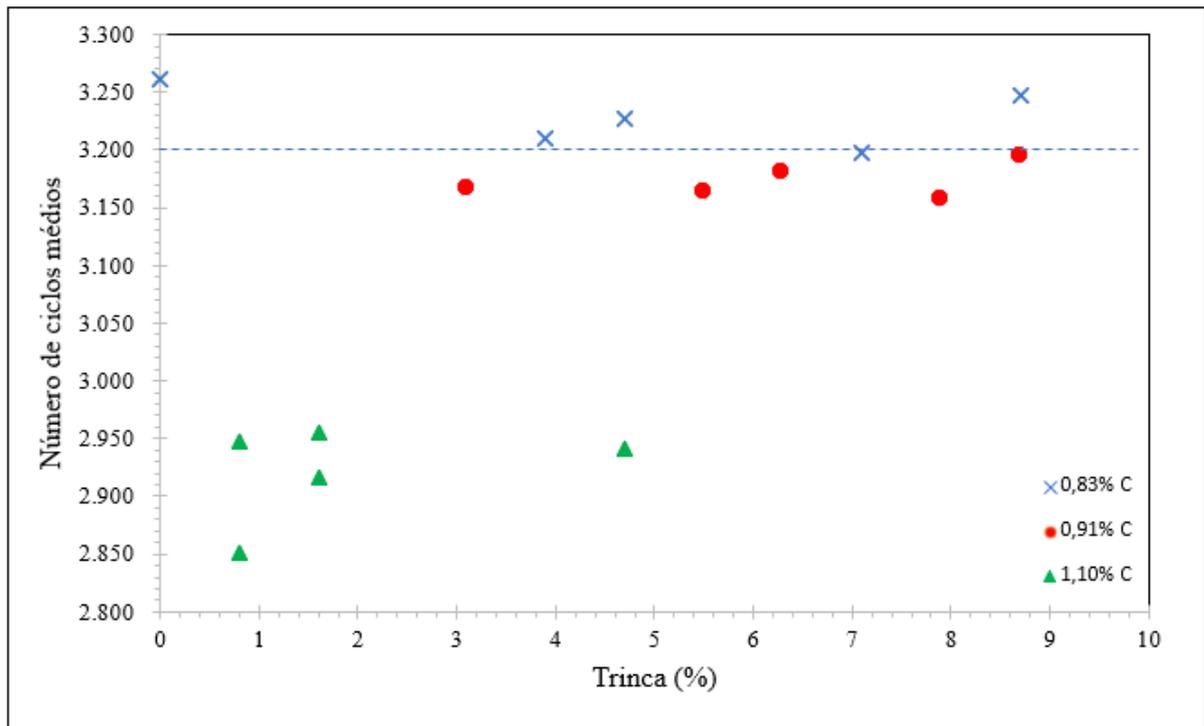


Fonte: Autor

5.5 TESTE DE DURABILIDADE

Os resultados de durabilidade (teste de vida) em função da fração de granalhas com trinca apresentados na Figura 55 mostram que esse defeito não é um fator relevante para o desempenho da granalha. O exemplo mais evidente se encontra na amostra com teor de carbono de 0,83%, que tem o pico e o vale de porcentagem de trinca e também os melhores índices de desempenho de durabilidade apresentados nos ensaios de laboratório.

Figura 55- Resultados dos testes de vida médio em função da trinca

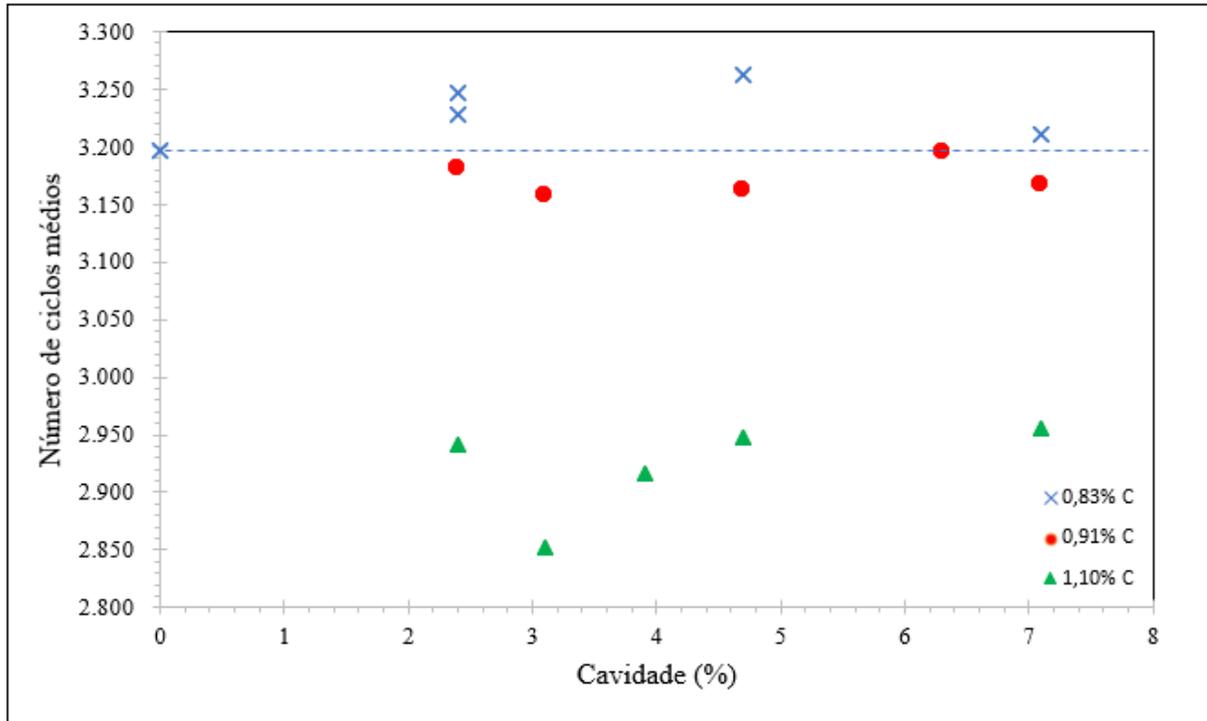


Fonte: Autor

Na comparação da Figura 55, os resultados dos testes de durabilidade se mostram melhores para as granalhas com composição química de 0,83%C em praticamente todas as proporções de trinca, sendo o melhor desempenho encontrado na granalha com menor incidência deste defeito macroestrutural.

Para os resultados de teste de durabilidade em função dos resultados de cavidade apresentados na Figura 56, a faixa de concentração de 0,83% de carbono se mostra com os melhores resultados independentemente da fração deste defeito. Mesmo com uma considerável dispersão entre os dados, ainda na pior condição de cavidade, a durabilidade para as granalhas de menor concentração de carbono se mostra maior do que para todas as demais faixas, sendo subsídio para que a porcentagem de cavidade não seja um fator que afete o número de ciclos da granalha.

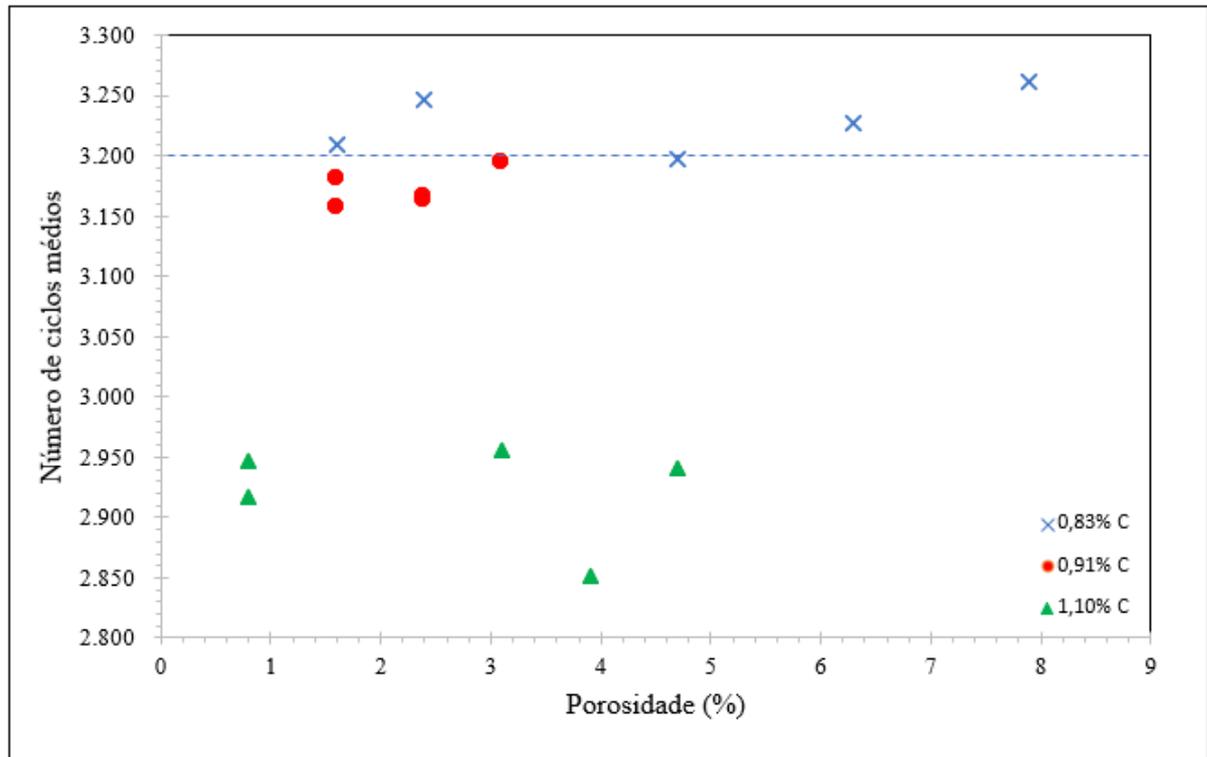
Figura 56 - Resultados dos testes de vida médio em função da cavidade



Fonte: Autor

Com relação ao número médio de ciclos que a granalha suportou durante ensaio em laboratório em função da porosidade, a composição química de 0,83%C, Figura 57, novamente apresenta melhores resultados de durabilidade, mesmo considerando a pequena dispersão entre os resultados e com os valores médios de porosidade da composição de 0,91%C menores, quando comparados com a 0,83%C. O pico de porosidade de 7,9% foi obtido no melhor desempenho no teste de durabilidade na faixa de concentração de carbono de 0,83%, e é mais um indicador de que nenhum dos defeitos macroestruturais se mostraram protagonistas na influência de desempenho da granalha em serviço.

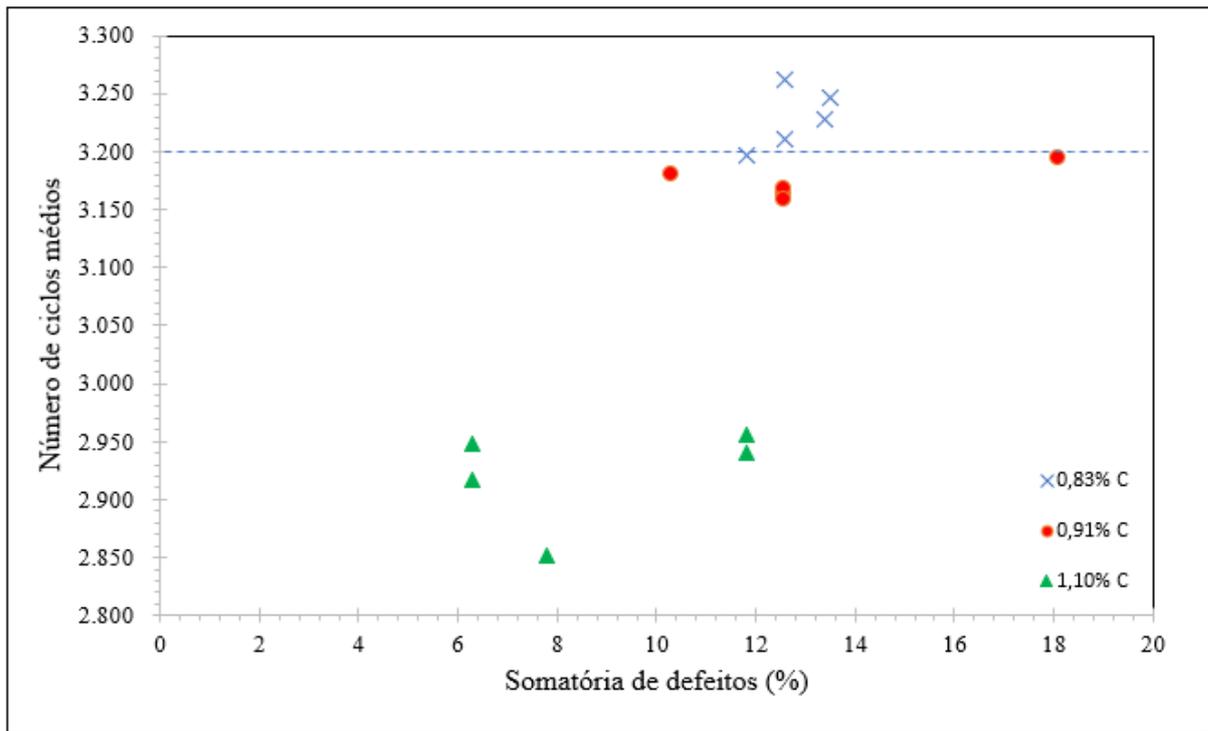
Figura 57 - Resultados dos testes de vida médio em função da porosidade



Fonte: Autor

O número médio de ciclos pela somatória dos defeitos físicos é apresentada na Figura 58. Neste quesito é possível verificar que tanto para a concentração de 0,83%C quanto para 0,91%C os níveis de somatória de defeitos físicos são altos, no entanto, mesmo com tais níveis de defeitos, ambas apresentam desempenho satisfatório de durabilidade quando o esperado seria o oposto. Mais uma vez ressalta-se o resultado superior de vida em serviço das granalhas com concentração de 0,83%C.

Figura 58 - Resultados dos testes de vida médio em relação a somatória dos defeitos



Fonte: Autor

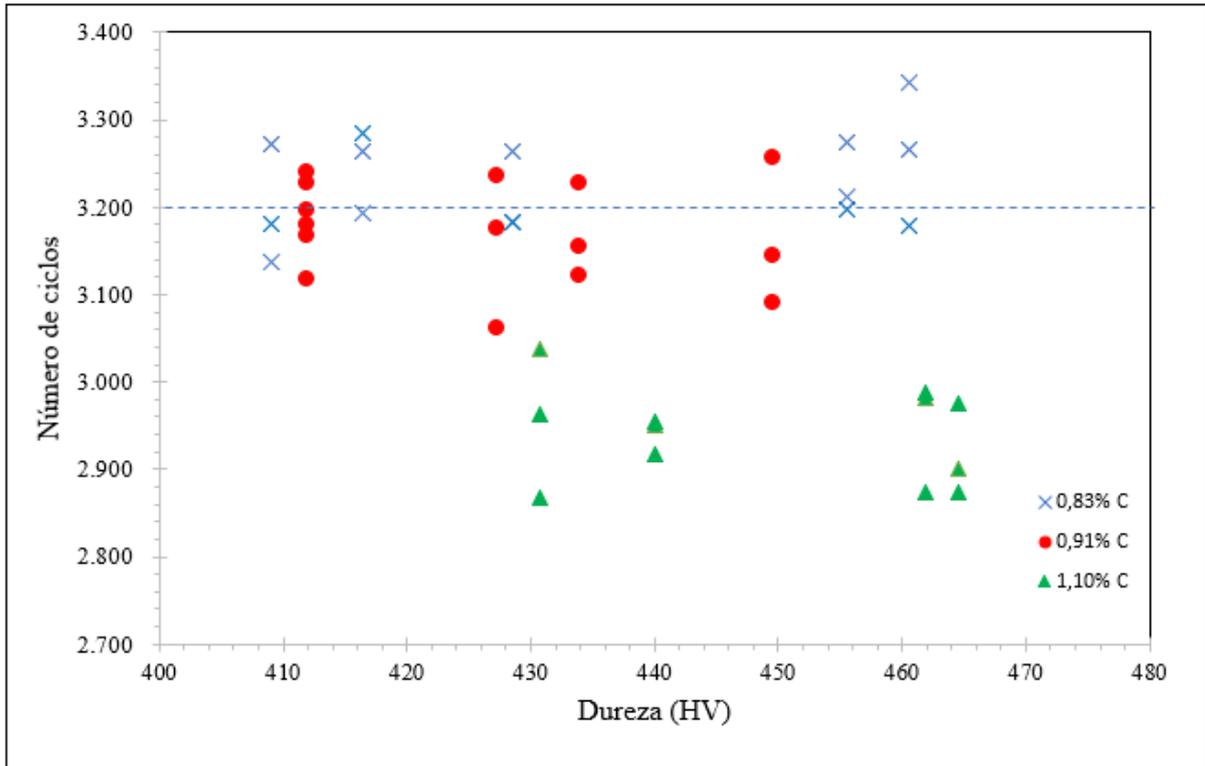
Os resultados macroestruturais da granalha revelam que, dentro do escopo estudado, não há influência direta desses defeitos no desempenho da granalha. Pode-se observar que a granalha com teor de carbono de 1,10% obteve os menores índices de defeitos, mas apresentou os piores resultados de durabilidade.

Já o lote com teor de carbono de 0,83%, mesmo tendo disparidades relevantes nos resultados de defeitos, apresenta melhor desempenho de durabilidade.

A Figura 59 apresenta resultados dos testes realizados de desempenho da granalha em função da dureza. Há uma evidente tendência de a granalha com teor de carbono de 0,83% apresentar melhor desempenho ao passo que a composição de 1,10% se mostra com desempenho inferior quando comparados os números de ciclos obtidos através do ensaio de durabilidade. Constata-se que o material de 0,91% está em uma faixa próxima de desempenho do material com teor de 0,83% de carbono.

De acordo com o banco de dados de desempenho de granalhas da Sinto, um resultado superior a 3.200 ciclos é considerado apropriado para este produto, mostrando que a concentração de 0,83%C maximiza a vida, levando o produto a melhor desempenho.

Figura 59 - Resultados das réplicas dos testes de durabilidade da granalha em função da dureza

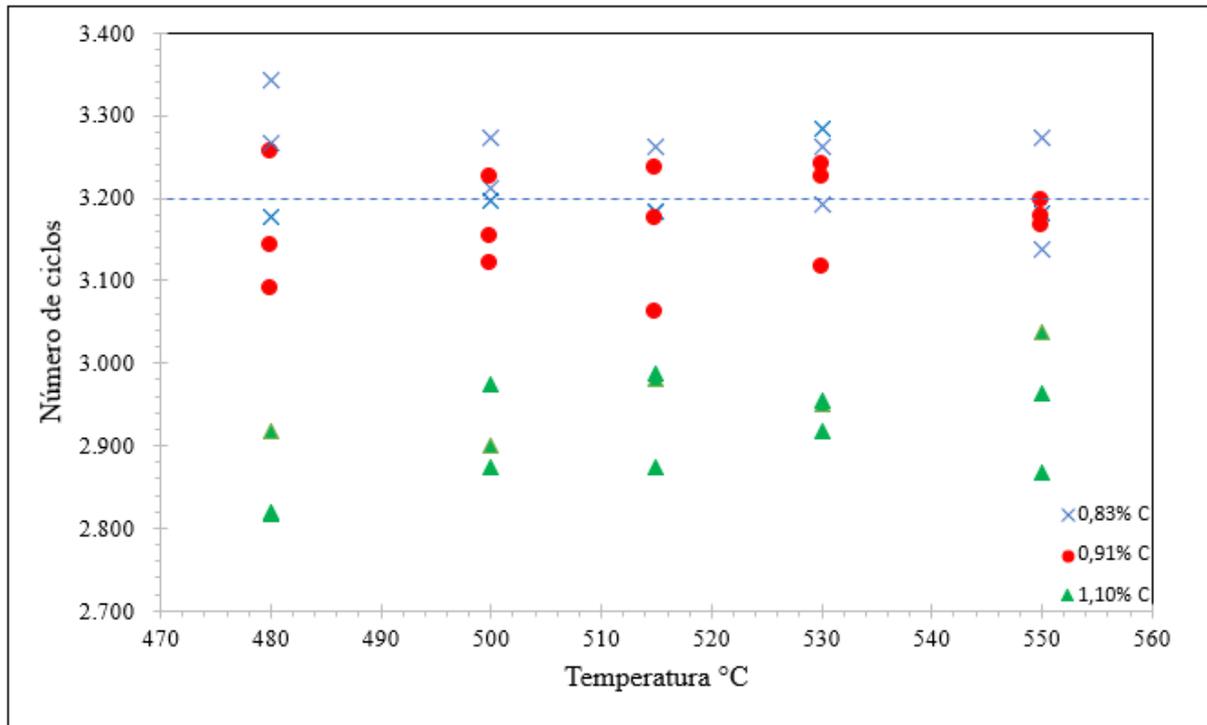


Fonte: Autor

Evidencia-se que, independentemente da dureza, o desempenho da granalha com teor de carbono de 0,83% se mostra superior. Este é um importante indicativo de que a microestrutura é o principal fator de influência nos resultados de durabilidade da granalha dentro do escopo estudado, haja visto que independentemente dos resultados de dureza e das concentrações de defeitos macroestruturais, o desempenho das amostras com esta concentração de carbono se mostrou superior em todas as comparações.

Observa-se na Figura 60 que o desempenho da granalha com composição química contendo 0,83% de carbono, em função da temperatura de revenimento, apresenta-se superior a 3.200 ciclos na maioria dos resultados. Essa mesma composição química apresenta resultados satisfatórios em todas as temperaturas de revenimento estudadas.

Figura 60 - Resultados de teste de vida em função da temperatura de revenimento



Fonte: Autor

Também se observa que a granalha com teor de carbono de 0,91% apresenta resultados próximos da faixa ótima de 3.200 ciclos.

Na Figura 61, a média das réplicas dos resultados de teste de vida foi adotada como referência. Essa simplificação contribui para a análise no âmbito de que a composição química com 0,83% de carbono se mostra superior às demais variações químicas em todas as temperaturas. Da mesma forma que é possível verificar que a concentração de 0,91%C apresenta relativamente resultados próximos aos de 0,83%C.

Desta forma, visando um embasamento estatístico, aplicou-se a análise de variância (ANOVA). Inicialmente foi analisado como hipótese nula se o parâmetro associado a cada tratamento é igual: $\tau_1 = \tau_2 = \tau_3$.

Como resultado, o p-valor entre as amostras foi menor do que o nível de significância adotado de 5%, indicando que existe pelo menos uma diferença significativa entre os três grupos.

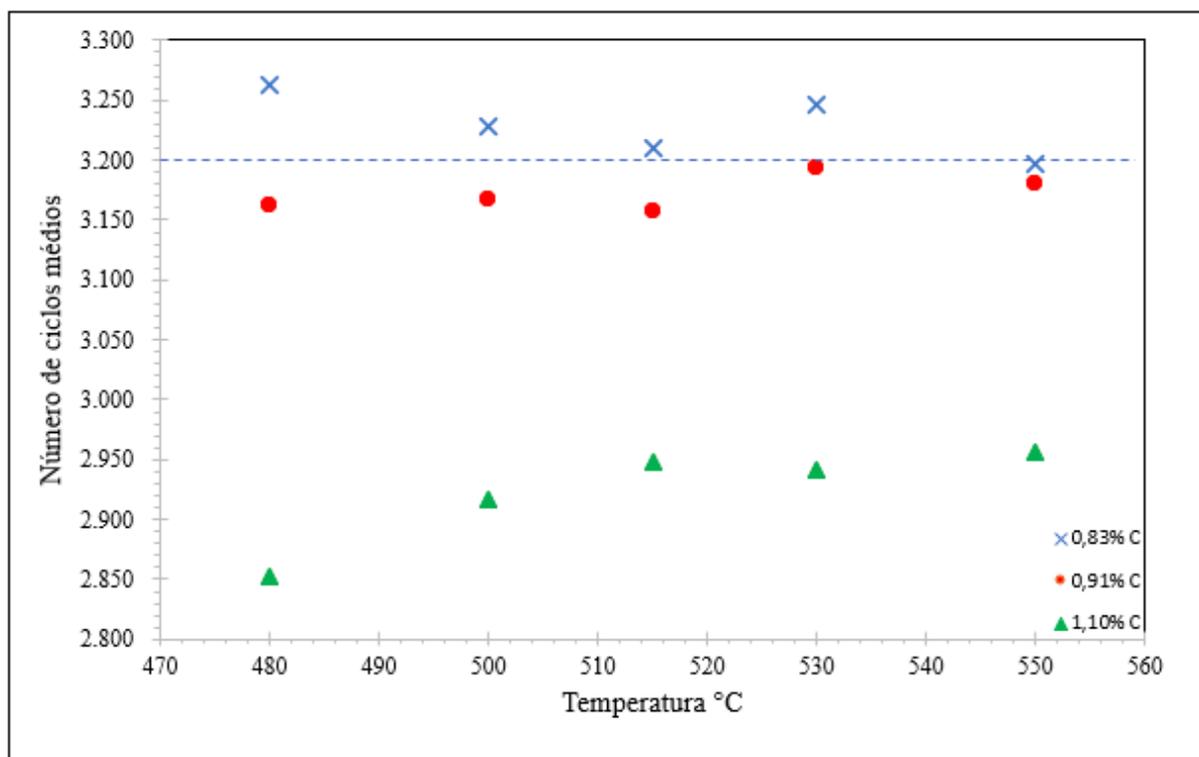
A partir de então, foi realizada uma nova análise entre as amostras com menor discrepância, 0,83%C e 0,91%C.

O resultado encontrado para essa análise indicou que a hipótese nula de $\tau_1 = \tau_2$ não é verdadeira, pois o p-valor também ficou abaixo do nível de significância adotado de 5%. Sendo

assim, tem-se subsídios de que dentro de um intervalo de confiança de 95% a amostra de 0,83%C tem um desempenho superior a amostra de 0,91%C.

Tratando-se da faixa de composição química de 0,83%C e a temperatura de 480 °C, onde foi possível observar melhor desempenho dos ensaios de teste de durabilidade, pode-se associar a melhor capacidade de amortecimento atrelada a uma dureza de 461 HV, o que remete a uma provável faixa de combinação ótima entre composição química, que foi austenitizada a 810 °C dissolvendo a cementita, e dureza.

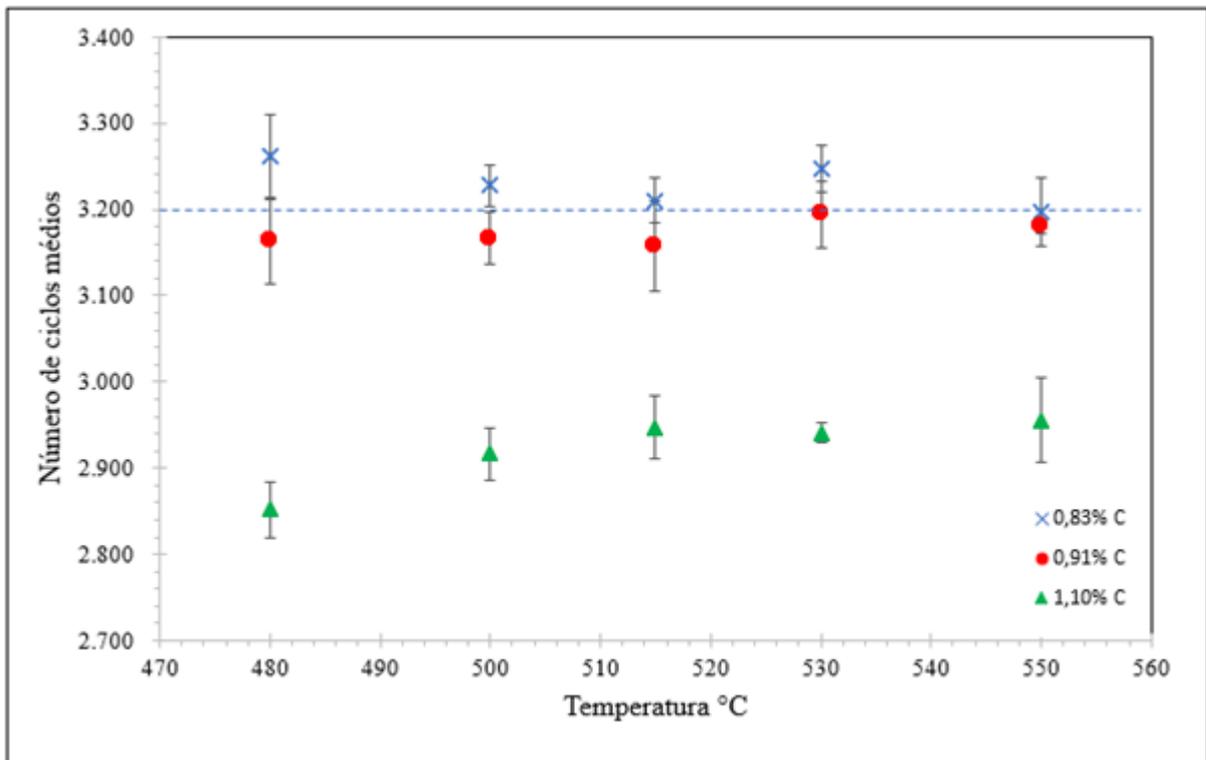
Figura 61 - Resultados dos testes de vida médio em função das temperaturas de revenimento



Fonte: Autor

Considerando o desvio padrão dos ensaios de durabilidade das amostras, conforme Figura 62, pode-se afirmar que o desempenho da granalha com teor de carbono de 0,83% é superior quando comparado às composições químicas dos pares. No entanto, a granalha com teor de carbono de 0,91% teve desempenho satisfatório.

Figura 62 - Resultados dos testes de vida médio com desvio padrão em função das temperaturas de revenimento



Fonte: Autor

6 CONCLUSÕES

Dos ensaios de durabilidade realizados nas granalhas com diferentes concentrações de carbono, pode-se concluir que a granalha com teor de carbono de 0,83% apresenta uma formação microestrutural homogênea, fato que proporciona melhor desempenho em serviço. Os parâmetros de trabalho que proporcionam melhor desempenho para a granalha, dentro do escopo estudado, é concentração de carbono em 0,83% para austenitização a 810 °C e revenimento a 480 °C por 20 minutos.

Com base na análise de variância, a amostra com 0,83%C apresenta melhor desempenho do que as demais composições de carbono. As amostras revenidas de 0,91%C e 1,10%C apresentaram cementita não dissolvida na austenitização, sendo este o fator que mais provavelmente justifica o pior desempenho dessas granalhas submetidas aos testes de durabilidade.

O material com 1,10%C apresentou os menores resultados de durabilidade muito em função da presença de cementita não dissolvida na austenitização parcial a 810 °C, o que provavelmente fragiliza a microestrutura.

Os defeitos físicos, tais como trinca, cavidade e porosidade, nas quantidades aqui encontradas, não se mostraram relevantes para o desempenho da granalha submetida aos testes de durabilidade. O material com 0,83%C apresentou o nível mais elevado de porosidade, mesmo assim se mostrou com melhor desempenho dentre as condições estudadas.

A austenita retida não se mostra como um fator importante no quesito desempenho da granalha nos testes de durabilidade, haja visto que esta fase é eliminada pelas temperaturas de revenimento maiores do que 350 °C.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Aumentar as temperaturas de austenitização para as concentrações maiores de carbono como 0,91% e 1,10% visando eliminar a cementita e avaliar seu desempenho.
- b) Buscar, dentro deste escopo, a menor temperatura de revenimento que proporciona melhor desempenho para a granalha de 0,83%C.

8 DESDOBRAMENTOS DESTA DISSERTAÇÃO

Com base nos resultados de desempenho para a granalha com teor de carbono de 0,83% apresentados nessa dissertação, a empresa Sinto implementou mudança em sua linha de produção, adotando esta composição como a meta esperada na fusão, sendo possível comprovar que o material obteve uma significativa e consistente melhora de 15% de durabilidade em relação aos dados históricos da empresa. Isto se deve pois a cementita não dissolvida se mostra quase inexistente, ao contrário do que ocorria anteriormente quando valor mais alto de teor de carbono era objetivado.

Juntamente com a melhoria de desempenho foi possível constatar a redução do uso da matéria prima “coque calcinado”, utilizado para correção de concentração de carbono na liga, o que apresenta perspectiva de redução de custos estimada em R\$ 120.000,00 até o final do ano vigente.

Arelado a isso, conforme obtido através do software ThermoCalc[®] há o potencial de redução da temperatura de austenitização de 20°C, que pode proporcionar uma economia na utilização do recurso natural de GLP estimada de R\$ 300.000,00 por ano. Além disso, também há oportunidade de redução da temperatura de revenimento em 40°C que, da mesma forma proposta na temperatura de austenitização, pode resultar numa redução de aproximadamente R\$ 200.000,00 por ano.

Estas propostas de reduções de consumo proporcionam ganhos para sociedade e são fundamentais para a sustentabilidade ambiental, econômica e social, tanto em termos de menor despendimento de recursos naturais, quanto de vantagem financeira para a empresa, que pode manter suas margens sadias num mercado tão competitivo quanto o de abrasivos de aço.

REFERÊNCIAS

- ABBASCHIAN, Reza.; ABBASCHIAN, Lara; REED-HILL, Robert E. **Physical metallurgy principles**, 4th ed. Stanford: CL-Engineering, 2008
- AEROSPACE MATERIAL SPECIFICATION. **AMS 13165**: Shot Peening of Metal Parts. Pensilvânia, 1997.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15814**: Granalha de aço fundido de alto carbono para jateamento. Rio de Janeiro, 1 p - 8 p. 2010.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E11 – 17**: Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves, Pennsylvania, 2017. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E11-17>. Acessado em: 24 mai. 2019.
- CANALE, Lauralice C. F. et al. A historical overview of steel tempering parameters. **Microstructure and Materials Properties**, v. 3, n. 4–5, p.474–525, 2008. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/240749243_A_historical_overview_of_steel_tempering_parameters. Acesso em: 20 jan. 2019.
- CHENG, Liu et al. The Tempering of Iron- Carbon Martensite; Dilatometric and Calorimetric Analysis. **Metallurgical and Materials Transactions A-physical Metallurgy and Materials Science**, 1988. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/BF02645469>. Acesso em 20 abr. 2019.
- CHIAVERINI, Vicente. **Aços e ferros fundidos**. 6. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metais (ABM), 1988.
- COLPAERT, Hubertus; COSTA E SILVA, André Luiz V. da. **Metalografia do produtos siderurgicos comuns**. 4. ed. rev. e amp. São Paulo: Blucher, 2008.
- COSTA, Elcio. **Manual de análise química da granalha**. 1. ed. São Paulo: 1984.
- COSTA E SILVA, André Luiz V. da; MEI, Paulo Roberto. **Aços e ligas especiais**, 1. ed. São Paulo: 2006.
- ERVIN INDUSTRIES,INC. **Effective use of steel shot and grit for blasting cleaning**; E.A. Borch, 1975.
- G.R. Speich and W.C.Leslie, **Tempering of steel**. Metall. Trans., 3, 1972.
- GRACHEV, Sergei V. et al. Structure and properties of high-carbon steel cast pellets. **Metal Science and Heat Treatment**. Nova Iorque, v. 53, n. 1-2, p. 57-60, mai. 2011. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/225485467_Structure_and_properties_of_high-carbon_steel_cast_pellets. Acesso em: 17 jul. 2019.

GRACHEV et al. Effect of heat treatment on the structure and properties of cast steel shot. **Metal Science and Heat Treatment**. Nova Iorque v. 48, n. 3-4, p. 166-169 mar. 2006. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11041-006-0063-5>. Acesso em: 15 jul. 2019.

HENRY, Erwan. **The metallic abrasives industry: Global Study 2011 and Strategic Perspective 2015**, 3. ed. Ya-Go Corp., 2011

HUANG, Han et al. Weibull strength distributions and fracture characteristics of abrasive materials. **Engineering Fracture Mechanics**. Inglaterra, v. 52, n. 1 p. 15-24, set. 1995. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/001379449500010S#!>. Acesso em: 17 mar. 2019.

JUN, Joong-Hwan et al. Influence of tempering temperature on damping capacity in a high carbon steel. **Journal of Materials Science Letters**, v. 20, p. 1025-1027, jun. 2001. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/251296767_Influence_of_tempering_temperature_on_damping_capacity_in_a_high_carbon_steel. Acesso em: 20 abr. 2019.

KIM, Jong-Cheon.; CHEONG, Seong-Kyun; NOGUHI, Hiroshi. Residual stress relaxation and low- and high-cycle fatigue behavior of shot-peened medium-carbon steel. **International Journal of Fatigue**, v. 56, p. 114–122, nov. 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2013.07.001>. Acesso em: 12 set. 2018.

Krauss, George. Martensite in steel: Strength and structure . **Materials Science and Engineering: A**, v. 273–275, p. 40-57, Dec. 1999. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509399002889>. Acessado em: 27 jan. 2019.

MOMBER, Andreas. **Blast cleaning technology**. 1. ed. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008

NAGAKURA, Sigemaro et al. Crystallographic study of tempering of martensitic carbon steel by eletron microscopy and diffraction. **Metallurgical transactions A**, v. 24-25, n. 6, p. 1025-1031, Jun. 1983.

PORTER, David A.; EASTERLING, Kenneth E. **Phase transformations in metals and alloys**. 3rd. ed. Flórida, 2004.

SAE international J445, Metallic Shot and Grit Mechanical Testing, 2013

SAE international J827, High-Carbon Cast Steel Shot, 2013.

TAVARES, Sérgio Souto Maior et al. X-ray diffraction and magnetic characterization of the retained austenite in a chromium alloyed high carbon steel. **Journal of Material Sciences**, v. 41, n. 15, p. 4732-4736, Aug. 2006.

THE NATIONAL INSTITUTE FOR OCCUPATIONAL SAFETY AND HEALTH.
Preventing Silicosis and Deaths from Sandblasting. DHHS (NIOSH). Washington D.C.,
1992 n. 92-102. Aug. 1992

TILGHMAN, Benjamin Chew. **Improvement in cutting and engraving stone, metal, glass,
&c,** United States Patent Office, Specification of Letters Patent N. 108,408. 18 out. 1870

TKALCEC, Iva et al. Tempering effects on a martensitic high carbon steel. **Materials
Science and Engineering**, v. 387-389, p. 352-356, Dez. 2004. Disponível em: https://ac-els-cdn.ez328.periodicos.capes.gov.br/S0921509304004629/1-s2.0-S0921509304004629-main.pdf?_tid=9ef9c79f-b1f3-4a3c-94ce-0455b64e1246&acdnat=1545175045_5ca9d5303e1c3503188a15caab64acf1. Acesso em: 10 dez. 2018.

TOTTEN, George E., **Steel heat treatment: Metallurgy and technologies.** 2nd. ed. Boca Raton, FL, EUA: CRC, 2007.

WOODEN, John; JAMISON, Steve. **Jogando para vencer.** Tradução Marcia Oliveira. 1. ed. Rio de Janeiro: Sextante. 2010.

WU, Sujun; HU, Bin; HAN, Bo. Microstructure evolution of an ultra-high strength metal alloy with tempering temperature. **Rare Metals**, v. 31, n. 5, p. 442-445, 2012. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s12598-012-0536-1>. Acesso em: 26 mar. 2019.

ANEXO A - RELATÓRIO DE ENSAIO DE COMPOSIÇÃO QUÍMICA

RELATÓRIO DE ENSAIO Nº QUI/L-301384/1/18

INTERESSADO **SINTO BRASIL PRODUTOS LTDA**
 RUA COSTA BARROS, 3021, - VILA PRUDENTE
 CEP: 03210-001 - SAO PAULO - SP
 Ref.: (99022)

1. IDENTIFICAÇÃO DA(S) AMOSTRA(S)

01 (Uma) Amostra de Aço Carbono em Granalha identificada pelo interessado como: 0,8% e recebida pelo laboratório em 16/05/2018.

Identificação Interna: L-0256374

2. METODOLOGIA(S) UTILIZADA(S)

ASTM E 1019 : 2011 - Standard Test Methods for Determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, And Oxygen in Steel, Iron, Nickel, and Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Techniques

ASTM E 350 : 2012 Standard Test Methods for Chemical Analysis of Carbon Steel, Low-Alloy Steel, Silicon Electrical Steel, Ingot Iron, and Wrought Iron.

C-001-MTA / 8 - Análises químicas de ligas ferrosas

C-028-MTA / 8- Analisador de carbono e enxofre Leco CS 200- Análise química do carbono e enxofre em aço carbono, aço inoxidável, ferro fundido e pós metálicos

D-004-MTA / 03 - Procedimento para Operação do Espectrômetro de Plasma Varian Modelo ICP/OES VISTA MPX

3. EQUIPAMENTO(S) UTILIZADO(S)

ICP - Espectrometro de Emissão em Plasma - Marca Varian - Modelo Vista-MPX

LECO - Analisador de Carbono e Enxofre - Marca Leco - Modelo CS 200

4. RESULTADOS OBTIDOS

PARÂMETROS	UNIDADE	RESULTADOS
Carbono	%	0,8257
Enxofre	%	0,0287
Silício	%	0,5362
Manganês	%	0,6530
Fósforo	%	0,0212
Alumínio	%	0,0824
Molibdênio	%	0,0186
Cromo	%	0,2176

Os resultados apresentados no presente documento referem-se exclusivamente à(s) amostra(s) ensaiada(s).
 A reprodução deste documento somente poderá ser feita na íntegra e sua utilização para fins promocionais depende de aprovação prévia.

SÃO PAULO: Rua Aquinos, 111 - S.P. - CEP 05036-070 - FONE (11) 3611-0833
 SP: Bauru - Campinas - Santos - São José dos Campos • RJ: Macaé - Rio de Janeiro • MG: Belo Horizonte
 www.falcaobauer.com.br - bauer@falcaobauer.com.br

RELATÓRIO DE ENSAIO Nº QUI/L-301384/2/18**INTERESSADO****SINTO BRASIL PRODUTOS LTDA**

RUA COSTA BARROS, 3021, - VILA PRUDENTE

CEP: 03210-001 - SAO PAULO - SP

Ref.: (99022)

1. IDENTIFICAÇÃO DA(S) AMOSTRA(S)

01 (Uma) Amostra de Aço Carbono em Granalha identificada pelo interessado como: 0,95% e recebida pelo laboratório em 16/05/2018.

Identificação Interna: L-0256375**2. METODOLOGIA(S) UTILIZADA(S)**

ASTM E 1019 : 2011 - Standard Test Methods for Determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, And Oxygen in Steel, Iron, Nickel, and Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Techniques

ASTM E 350 : 2012 Standard Test Methods for Chemical Analysis of Carbon Steel, Low-Alloy Steel, Silicon Electrical Steel, Ingot Iron, and Wrought Iron.

C-001-MTA / 8 - Análises químicas de ligas ferrosas

C-028-MTA / 8- Analisador de carbono e enxofre Leco CS 200- Análise química do carbono e enxofre em aço carbono, aço inoxidável, ferro fundido e pós metálicos

D-004-MTA / 03 - Procedimento para Operação do Espectrômetro de Plasma Varian Modelo ICP/OES VISTA MPX

3. EQUIPAMENTO(S) UTILIZADO(S)

ICP - Espectrometro de Emissão em Plasma - Marca Varian - Modelo Vista-MPX

LECO - Analisador de Carbono e Enxofre - Marca Leco - Modelo CS 200

4. RESULTADOS OBTIDOS

PARÂMETROS	UNIDADE	RESULTADOS
Carbono	%	0,9075
Enxofre	%	0,0281
Manganês	%	0,7054
Silício	%	0,4936
Fósforo	%	0,0212
Alumínio	%	0,0696
Molibdênio	%	0,0127
Cromo	%	0,1834

Os resultados apresentados no presente documento referem-se exclusivamente à(s) amostra(s) ensaiada(s).

A reprodução deste documento somente poderá ser feita na íntegra e sua utilização para fins promocionais depende de aprovação prévia.

SÃO PAULO: Rua Aquino, 111 - S.P. - CEP 05036-070 - FONE (11) 3611-0833

SP: Bauru - Campinas - Santos - São José dos Campos • RJ: Macaé - Rio de Janeiro • MG: Belo Horizonte

www.falcaobauer.com.br - bauer@falcaobauer.com.br

RELATÓRIO DE ENSAIO Nº QUI/L-301384/3/18

INTERESSADO **SINTO BRASIL PRODUTOS LTDA**
 RUA COSTA BARROS, 3021, - VILA PRUDENTE
 CEP: 03210-001 - SAO PAULO - SP
 Ref.: (99022)

1. IDENTIFICAÇÃO DA(S) AMOSTRA(S)

01 (Uma) Amostra de Aço Carbono em Granalha identificada pelo interessado como: 1,1% e recebida pelo laboratório em 16/05/2018.

Identificação Interna: L-0256376

2. METODOLOGIA(S) UTILIZADA(S)

ASTM E 1019 : 2011 - Standard Test Methods for Determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, And Oxygen in Steel, Iron, Nickel, and Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Techniques

ASTM E 350 : 2012 Standard Test Methods for Chemical Analysis of Carbon Steel, Low-Alloy Steel, Silicon Electrical Steel, Ingot Iron, and Wrought Iron.

C-001-MTA / 8 - Análises químicas de ligas ferrosas

C-028-MTA / 8- Analisador de carbono e enxofre Leco CS 200- Análise química do carbono e enxofre em aço carbono, aço inoxidável, ferro fundido e pós metálicos

D-004-MTA / 03 - Procedimento para Operação do Espectrômetro de Plasma Varian Modelo ICP/OES VISTA MPX

3. EQUIPAMENTO(S) UTILIZADO(S)

ICP - Espectrometro de Emissão em Plasma - Marca Varian - Modelo Vista-MPX

LECO - Analisador de Carbono e Enxofre - Marca Leco - Modelo CS 200

4. RESULTADOS OBTIDOS

PARÂMETROS	UNIDADE	RESULTADOS
Carbono	%	1,0910
Enxofre	%	0,0343
Silício	%	0,3685
Manganês	%	0,6999
Fósforo	%	0,0258
Alumínio	%	0,1190
Molibdênio	%	0,0199
Cromo	%	0,2381

Os resultados apresentados no presente documento referem-se exclusivamente à(s) amostra(s) ensaiada(s).

A reprodução deste documento somente poderá ser feita na íntegra e sua utilização para fins promocionais depende de aprovação prévia.

SÃO PAULO: Rua Aquinos, 111 - S.P. - CEP 05036-070 - FONE (11) 3611-0833

SP: Bauru - Campinas - Santos - São José dos Campos - RJ: Macaé - Rio de Janeiro - MG: Belo Horizonte

www.falcaobauer.com.br - bauer@falcaobauer.com.br

**ANEXO B – CARTILHA COMPARATIVA PADRÃO PARA DIFRAÇÃO DE RAIOS-
X**

00-044-1293

Sep 18, 2019 8:47 AM (XRD-7000)

Status Primary QM: Calculated (C) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: C0.12 Fe1.88
 Weight %: C1.35 Fe98.65 Atomic %: C6.00 Fe94.00 Compound Name: Carbon Iron
 Common Name: martensite

Radiation: CuKα1 λ: 1.5406Å d-Spacing: Calculated Intensity: Calculated I/Ic: 7.39
 Reference: Calvert, L., Lakes Entrance, Victoria, Australia. Private Communication (1993).

SYS: Tetragonal SPGR: I4/mmm (139) AuthCellVol: 24.46 Z: 1.00
 Author's Cell [AuthCell-a: 2.847Å AuthCell-b: 2.847Å AuthCell-c: 3.018Å AuthCellVol: 24.46Å³] Dcalc: 7.225g/cm³
 SS/FOM: F(13) = 95.6(0.0105, 13) Reference: Roberts, C. J. Met. 5, 203 1953).

Space Group: I4/mmm (139) Z: 1.00 Molecular Weight: 106.43
 Crystal Data [XtlCell-a: 2.847Å XtlCell-b: 2.847Å XtlCell-c: 3.018Å XtlCell.α: 90.00° XtlCell.β: 90.00°
 XtlCell.γ: 90.00° XtlCellVol: 24.46Å³] Crystal Data Axial Ratio [c/a: 1.0601]
 Reduced Cell [RedCell-a: 2.516Å RedCell-b: 2.516Å RedCell-c: 2.516Å RedCell.α: 106.29°
 RedCell.β: 111.08° RedCell.γ: 111.08° RedCellVol: 12.23Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: tI2.00 Prototype Structure: In Prototype Structure (Alpha Order): In
 Subfile(s): Inorganic, Metals & Alloys, Primary Pattern Entry Date: 07/26/1993
 Last Modification Date: 01/29/2008

Database Comments: General Comments: Unit cell reference also gives variations of lattice parameter of austenite as a function of carbon content.

00-044-1293 (Fixed Slit Intensity) - Cu Kα1 1.54056Å

2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*
43.6813	2.070500	100	1	0	1		82.0848	1.173100	19	2	1	1		117.6690	0.900200	5	3	1	0	
45.0009	2.012800	45	1	1	0		96.1372	1.035400	6	2	0	2		133.8070	0.837400	4	2	2	2	
61.4022	1.508700	7	0	0	2		99.8683	1.006500	3	2	2	0		154.7930	0.789300	9	2	1	3	
65.5194	1.423500	11	2	0	0		108.6040	0.948500	5	1	0	3								
79.2807	1.207400	11	1	1	2		116.6300	0.905200	5	3	0	1								

00-033-0397

Sep 18, 2019 8:45 AM (XRD-7000)

Status Primary QM: Star (S) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Fe Cr0.29 Ni0.16 C0.06
 Weight %: C0.89 Cr18.61 Fe68.92 Ni11.59 Atomic %: C3.97 Cr19.21 Fe66.23 Ni10.60
 Compound Name: Chromium Iron Nickel Carbon Common Name: 304-stainless steel, austenite

Radiation: CuK α λ : 1.5419Å d-Spacing: Diff. Intensity: Diffractometer
 Reference: Pfoertsch, Ruud, Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA. ICDD Grant-in-Aid (1982).

SYS: Cubic SPGR: Fm-3m (225) AuthCellVol: 46.31 Z: 4.00
 Author's Cell [AuthCell-a: 3.5911(1)Å AuthCellVol: 46.31Å³] Dcalc: 11.623g/cm³
 SS/FOM: F(6) = 56.1(0.0178, 6) Reference: Ibid.

Space Group: Fm-3m (225) Z: 4.00 Molecular Weight: 81.04
 Crystal Data [XtlCell-a: 3.591Å XtlCell-b: 3.591Å XtlCell-c: 3.591Å XtlCell. α : 90.00° XtlCell. β : 90.00°
 XtlCell. γ : 90.00° XtlCellVol: 46.31Å³]
 Reduced Cell [RedCell-a: 2.539Å RedCell-b: 2.539Å RedCell-c: 2.539Å RedCell. α : 60.00°
 RedCell. β : 60.00° RedCell. γ : 60.00° RedCellVol: 11.58Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: cF6.04 Prototype Structure: Cu Prototype Structure (Alpha Order): Cu
 Subfile(s): Inorganic, Metals & Alloys, Primary Pattern Entry Date: 12/08/1982
 Last Modification Date: 01/29/2008

Database Comments: Analysis: Quantitative analysis by Atomic Absorption Spectroscopy: chromium 17.9%, nickel 11.4%,
 molybdenum <0.01%, silicon 0.88%, analysis incomplete. Color: Black. General Comments: Austenitic
 steel. Synthetic taenite is "Ni"-Fe rich analog.

00-033-0397 (Fixed Slit Intensity) - Cu K α 1.54056Å

2 θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2 θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2 θ	d(Å)	I	h	k	l	*
43.5817	2.075000	100	1	1	1		74.6971	1.269700	26	2	2	0		95.9647	1.036800	12	2	2	2	
50.7908	1.796100	45	2	0	0		90.6941	1.082800	30	3	1	1		118.1560	0.897900	3	4	0	0	

00-006-0696

Sep 18, 2019 8:46 AM (XRD-7000)

Status Primary QM: Star (S) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Fe
 Weight %: Fe100.00 Atomic %: Fe100.00 Compound Name: Iron Mineral Name: Iron, syn
 Common Name: bainite, ferrite, ledkunita

Radiation: CuK α 1 λ : 1.5405Å Intensity: Diffractometer
 Reference: Swanson et al. Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539 IV, 3 (1955).

SYS: Cubic SPGR: Im-3m (229) AuthCellVol: 23.55 Z: 2.00
 Author's Cell [AuthCell-a: 2.8664Å AuthCellVol: 23.55Å³] Dcalc: 7.875g/cm³
 SS/FOM: F(6) = 222.2(0.0045, 6) Reference: Ibid.

Space Group: Im-3m (229) Z: 2.00 Molecular Weight: 55.85
 Crystal Data [XtlCell-a: 2.866Å XtlCell-b: 2.866Å XtlCell-c: 2.866Å XtlCell.a: 90.00° XtlCell.b: 90.00°
 XtlCell.y: 90.00° XtlCellVol: 23.55Å³]
 Reduced Cell [RedCell-a: 2.482Å RedCell-b: 2.482Å RedCell-c: 2.482Å RedCell.a: 109.47°
 RedCell.b: 109.47° RedCell.y: 109.47° RedCellVol: 11.78Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

CAS: 7439-89-6 Pearson: cI2.00 Prototype Structure: W Prototype Structure (Alpha Order): W
 Mineral Classification: Iron (Supergroup), 1C-disordered (Group)

Subfile(s): Common Phase, Educational Pattern, Forensic, Inorganic, Metals & Alloys, Mineral Related (Mineral ,Synthetic),
 NBS Pattern, Primary Pattern

Last Modification Date: 01/29/2008

Cross-Ref PDF #'s: 00-001-1262 (Deleted), 01-085-1410 (Alternate), 04-003-1451, 04-003-5611, 04-004-2475, 04-004-4297,

Database Comments: Additional Patterns: To replace 00-001-1262. See PDF 01-085-1410. Analysis: Total impurities of
 sample <0.0013% each metals and non-metals. Color: Gray, light gray metallic. General Comments:
 γ -Fe (fcc)=(1390 C) δ -Fe (bcc). Opaque Optical Data: Opaque mineral optical data on specimen from
 Meteorite: RR2Re= 57.7, Disp.=16, VHN=158 (mean at 100, 200, 300), Color values= .311, .316, 57.9,
 Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy QDF. Sample Preparation: The iron used was an
 exceptionally pure rolled sheet prepared at the NBS, Gaithersburg, Maryland, USA., (Moore, G., J.
 Met., 5 1443 (1953)). It was annealed in an "H₂" atmosphere for 3 days at 1100 C and slowly cooled
 in a He atmosphere. Temperature of Data Collection: Pattern taken at 298 K. Unit Cell Data Source:
 Powder Diffraction.

00-006-0696 (Fixed Slit Intensity) - Cu K α 1 1.54056Å

2 θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2 θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2 θ	d(Å)	I	h	k	l	*
44.6732	2.026800	100	1	1	0		82.3323	1.170200	30	2	1	1		116.3850	0.906400	12	3	1	0	
65.0210	1.433200	20	2	0	0		98.9452	1.013400	10	2	2	0		137.1360	0.827500	6	2	2	2	

01-074-6457

Sep 18, 2019 3:46 PM (XRD-7000)

Status Alternate QM: Indexed (I) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Fe3 C
 Weight %: C6.69 Fe93.31 Atomic %: C25.00 Fe75.00 ANX: NO3 Compound Name: Iron Carbide
 Mineral Name: Cohenite Common Name: Cementite

Radiation: CuKα1 λ: 1.5406Å d-Spacing: Calculated Intensity: Calculated I/Ic: 2.14

Reference: "Determination of the position of carbon in cementite by the neutron diffraction method". Lyashchenko, B.G., Sorokin, L.M. Kristallografiya 8, 382 (1963). Calculated from ICSD using POWD-12++.

SYS: Orthorhombic SPGR: Pbnm (62) AuthCellVol: 155.18 Z: 4.00

Author's Cell [AuthCell-a: 4.525Å AuthCell-b: 5.088Å AuthCell-c: 6.74Å AuthCellVol: 155.18Å³]

Dcalc: 7.685g/cm³ Dstruc: 7.68g/cm³ SS/FOM: F(30) = 829.6(0.0011, 32) Reference: Ibid.

Space Group: Pnma (62) Z: 4.00 Molecular Weight: 179.55

Crystal Data [XtlCell-a: 5.088Å XtlCell-b: 6.740Å XtlCell-c: 4.525Å XtlCell-α: 90.00° XtlCell-β: 90.00°

XtlCell-γ: 90.00° XtlCellVol: 155.18Å³] Crystal Data Axial Ratio [a/b: 0.7549 c/b: 0.6714]

Reduced Cell [RedCell-a: 4.525Å RedCell-b: 5.088Å RedCell-c: 6.740Å RedCell-α: 90.00°

RedCell-β: 90.00° RedCell-γ: 90.00° RedCellVol: 155.18Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: oP16.00 Prototype Structure: Fe3 C Prototype Structure (Alpha Order): C Fe3

Subfile(s): Alternate Pattern, Common Phase, ICSD Pattern, Inorganic, Mineral Related (Mineral ,Synthetic)

Entry Date: 12/13/2007 Last Modification Date: 01/17/2008

Database Comments: ANX: NO3. ICSD Collection Code: 109100. Minor Warning: No e.s.d reported/abstracted on the cell dimension. No R factors reported/abstracted. Wyckoff Sequence: d c2(PBNM). Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

01-074-6457 (Fixed Slit Intensity) - Cu Kα1 1.54056Å

2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*
23.6629	3.756860	10	1	0	1		80.5842	1.191120	59m	0	2	5		111.0700	0.934273	3m	3	2	5	
26.4258	3.370000	13	0	0	2		80.5842	1.191120	m	0	4	2		111.0700	0.934273	m	3	4	2	
29.5315	3.022270	12	1	1	1		83.0772	1.161590	152	2	3	3		111.4660	0.932065	1	4	3	1	
35.2497	2.544000	48	0	2	0		83.5957	1.155700	11	1	3	4		112.5680	0.926042	6m	2	4	4	
37.6536	2.368920	289	1	1	2		83.9360	1.151880	114m	1	2	5		112.5680	0.926042	m	7	1	7	
37.7656	2.389100	385	0	2	1		83.9360	1.151880	20	2	4	2		112.7360	0.925141	7	0	4	5	
39.8092	2.262500	251	2	0	0		85.8297	1.131250	23	4	0	0		113.0210	0.923611	4	4	1	4	
40.6512	2.217560	155	1	2	0		86.0267	1.129160	83	2	1	5		113.8230	0.919377	12	2	5	1	
42.8979	2.106480	615	1	2	1		86.2233	1.127090	122	3	3	0		114.2620	0.917098	30	1	3	6	
43.7519	2.067320	535	2	1	0		86.5831	1.123330	69m	3	2	3		116.3800	0.906426	24m	4	3	2	
44.5893	2.030420	545	0	2	2		86.5831	1.123330	m	0	0	6		116.3800	0.906426	m	1	4	5	
45.0129	2.012290	959	1	0	3		87.7227	1.116550	26	3	3	1		117.6020	0.900516	1	0	2	7	
45.8755	1.976440	456	2	1	1		88.0080	1.108780	20	2	4	0		118.3590	0.896950	1	5	0	1	
48.4180	1.878430	24	2	0	2		88.1965	1.106900	115	0	4	3		118.8340	0.894744	37	2	5	2	
48.6157	1.871250	315	1	1	3		88.4601	1.104280	110	4	1	0		119.3480	0.892389	19	3	4	3	
49.1410	1.852470	469	1	2	2		89.1625	1.097390	31	3	1	4		120.5190	0.887131	2	3	1	6	
51.8405	1.762170	190	2	1	2		89.5046	1.094080	16	2	4	1		121.4190	0.883197	5m	1	2	7	
54.2093	1.690630	8	2	2	0		89.9561	1.089760	29	4	1	1		121.4190	0.883197	m	5	1	1	
54.4407	1.683990	129m	0	2	3		91.5174	1.075200	3	1	4	3		121.9100	0.881087	6	4	2	4	
54.4407	1.683990	m	0	0	4		91.8205	1.072440	2	4	0	2		123.8930	0.872831	8	2	1	7	
56.0337	1.639830	63	2	2	1		92.2141	1.068890	9	3	3	2		125.0940	0.868028	79	4	3	3	
58.0286	1.588120	141	1	3	0		92.5327	1.066040	5	1	1	6		125.7870	0.865329	41	2	3	6	
58.4268	1.578240	15	1	2	3		93.5737	1.056900	9	2	3	4		125.9680	0.864666	23	3	3	5	
59.7767	1.545780	32	1	3	1		93.9118	1.053980	28m	2	2	5		126.8130	0.861415	11	5	1	2	
60.8401	1.521280	8	2	1	3		93.9118	1.053980	m	2	4	2		127.7980	0.857752	19	2	5	3	
61.2927	1.511130	95	2	2	2		94.4509	1.049380	14	4	1	2		128.1910	0.856318	6	2	4	5	
61.4285	1.508110	64	1	1	4		96.3520	1.033660	1	4	2	0		128.4530	0.855371	12	1	5	4	
63.1096	1.471930	1	3	0	1		97.0974	1.027700	10m	0	2	6		128.7880	0.854242	30	4	1	5	
64.3695	1.446130	1	3	1	0		97.0974	1.027700	m	1	3	5		129.2150	0.852655	16	5	2	0	
64.8491	1.436590	2	1	3	2		97.8595	1.021720	6	4	2	1		130.1910	0.849250	1	3	2	6	
66.0179	1.413950	22	3	1	1		98.7063	1.015210	2	0	4	4		130.5660	0.848000	12	0	6	0	
66.5038	1.404800	34	0	2	4		99.9170	1.006140	14	2	0	6		131.1740	0.845913	26	5	2	1	
69.5290	1.350880	13m	2	0	4		100.4690	1.002100	6	1	2	6		131.8790	0.843672	21	3	5	0	
69.5290	1.350880	m	2	2	3		101.5570	0.994287	34	2	4	3		132.2070	0.842500	5m	0	0	8	
70.0785	1.341630	21	1	2	4		101.7660	0.992805	9	1	5	0		132.2070	0.842500	m	3	4	4	
70.8474	1.328940	152m	2	3	1		102.0180	0.991041	19	4	1	3		132.5570	0.841367	25	0	6	1	
70.8474	1.328940	m	3	1	2		102.0830	0.990584	11	1	4	4		133.1550	0.839453	55	5	0	3	
72.2786	1.306110	1	2	1	4		102.4230	0.988220	22	4	2	2		133.9230	0.837042	39m	3	5	1	
72.8785	1.296830	1m	1	3	3		102.5940	0.987031	41	2	1	6		133.9230	0.837042	m	2	2	7	
72.8785	1.296830	m	3	2	0		102.7380	0.986047	48	3	1	5		137.0350	0.827787	61m	5	1	3	
73.2028	1.291090	15	1	0	5		103.3000	0.984207	8	1	5	1		137.0350	0.827787	m	1	4	6	
74.5389	1.272000	1	0	4	0		104.7750	0.972387	1	3	4	0		137.4530	0.826607	25	5	2	2	
75.4551	1.258820	41	2	3	2		106.3280	0.962423	1	3	4	1		138.6320	0.823350	3	1	3	7	
75.9272	1.252160	18m	3	0	3		107.3030	0.956364	16	2	3	5		138.9980	0.822364	8	0	6	2	
75.9272	1.252160	m	1	1	5		107.9640	0.952338	10	1	5	2		139.2690	0.821640	8	4	3	4	
76.0859	1.249940	9	0	4	1		109.7510	0.941772	14m	1	0	7		139.7900	0.820263	15m	4	2	5	
77.9584	1.224540	130	1	4	0		109.7510	0.941772	m	4	3	0		139.7900	0.820263	m	4	4	2	
78.6110	1.216000	161	3	1	3		110.2260	0.939041	11m	4	2	3		140.5390	0.818324	36	3	5	2	
79.4841	1.204820	16	1	4	1		110.2260	0.939041	m	4	0	4		140.8600	0.817505	12	1	1	8	
80.3940	1.193460	13	2	2	4		110.6160	0.936828	8	3	3	4		142.7260	0.812908	14	2	5	4	

© 2019 International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

Page 1 / 2

01-074-6457

Sep 18, 2019 3:46 PM (XRD-7000)

2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	
144.3540	0.809111	31	1	6	2		148.7780	0.799783	36m	0	2	8		149.4770	0.798438	14	5	3	0		
147.9310	0.801459	8	3	1	7		148.7780	0.799783	m	1	5	5									

**ANEXO C – MEMORIAL DE CÁLCULOS OBTIDOS ATRAVÉS DA ANÁLISE DE
VARIÂNCIA ANOVA**

RESUMO	Temperatura 480° C	Temperatura 500° C	Temperatura 515° C	temperatura 530° C	Temperatura 550° C	Total
<i>Concentração de carbono 0,83 %</i>						
Contagem	3	3	3	3	3	15
Soma	9786,0	9683,0	9630,0	9741,0	9594,0	48434,0
Média	3262,0	3227,7	3210,0	3247,0	3198,0	3228,9
Variância	6736,0	1666,3	2107,0	2308,0	4953,0	3125,1
<i>Concentração de carbono 0,91%</i>						
Contagem	3	3	3	3	3	15
Soma	9488,0	9500,0	9472,0	9583,0	9541,0	47584,0
Média	3162,7	3166,7	3157,3	3194,3	3180,3	3172,3
Variância	7262,3	2896,3	7890,3	4534,3	214,3	3449,4
<i>Concentração de carbono 1,10%</i>						
Contagem	3	3	3	3	3	15
Soma	8555,0	8749,0	8842,0	8822,0	8867,0	43835,0
Média	2851,7	2916,3	2947,3	2940,7	2955,7	2922,3
Variância	3300,3	2777,3	4156,3	389,3	7265,3	4077,4
<i>Total</i>						
Contagem	9	9	9	9	9	
Soma	27829,0	27932,0	27944,0	28146,0	28002,0	
Média	3092,1	3103,6	3104,9	3127,3	3111,3	
Variância	38694,9	22249,5	18021,9	21928,0	16797,3	
ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Amostra	798406,7	2	399203,356	102,436	0,000	3,316
Colunas	5999,9	4	1499,978	0,385	0,818	2,690
Interações	26212,0	8	3276,494	0,841	0,575	2,266
Dentro	116913,3	30	3897,111111			
Total	947531,9	44				

Anova: fator duplo com repetição

RESUMO	Temperatura 480° C	Temperatura 500° C	Temperatura 515° C	temperatura 530° C	Temperatura 550° C	Total
<i>Concentração de carbono 0,83 %</i>						
Contagem	3	3	3	3	3	15
Soma	9786	9683	9630	9741	9594	48434
Média	3262,0	3227,7	3210,0	3247,0	3198,0	3228,9
Variância	6736,0	1666,3	2107,0	2308,0	4953,0	3125,1
<i>Concentração de carbono 0,91%</i>						
Contagem	3	3	3	3	3	15
Soma	9488	9500	9472	9583	9541	47584
Média	3162,7	3166,7	3157,3	3194,3	3180,3	3172,3
Variância	7262,3	2896,3	7890,3	4534,3	214,3	3449,4
<i>Total</i>						
Contagem	6	6	6	6	6	
Soma	19274	19183	19102	19324	19135	
Média	3212,3	3197,2	3183,7	3220,7	3189,2	
Variância	8559,5	2941,4	4831,1	3569,1	2160,6	
ANOVA						
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Amostra	24083,3	1	24083,3	5,9	0,0	4,4
Colunas	5817,5	4	1454,4	0,4	0,8	2,9
Interações	5088,3	4	1272,1	0,3	0,9	2,9
Dentro	81136,0	20	4056,8			
Total	116125,2	29				