

**UnB - UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**  
**FACULDADE DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DE NIÓBIO E TEMPO DE MOAGEM NA  
OBTENÇÃO DA LIGA Al1,2%Nb VIA METALURGIA DO PÓ**

**EMERSON DE SOUZA DE JESUS**

**ORIENTADORA: Prof. Dra. PALLOMA VIEIRA MUTERLLE**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS**

**PUBLICAÇÃO: ENM-DM 292/2018**

**BRASÍLIA/DF: JULHO/2018**

**UnB - UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**FACULDADE DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DE NIÓBIO E TEMPO DE MOAGEM NA  
OBTENÇÃO DA LIGA Al<sub>1,2%</sub>Nb VIA METALURGIA DO PÓ**

**EMERSON DE SOUZA DE JESUS**

**DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA  
MECÂNICA DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE  
BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A  
OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS MECANICAS.**

**APROVADA POR:**

---

**Profa. Dra. Palloma Vieira Muterlle**  
**(Orientadora)**

---

**Prof. Dr. Jorge Luiz de Almeida Ferreira**  
**(Examinador Interno)**

---

**Prof. Dr. Rodrigo Arbey Muñoz Meneses**  
**(Examinador Externo)**

**Brasília, 26 de 07 de 2018.**

## FICHA CATALOGRÁFICA

DE JESUS, EMERSON SOUZA

INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DE NIÓBIO E TEMPO DE MOAGEM NA OBTENÇÃO DA LIGA Al1,2%Nb VIA METALURGIA DO PÓ. (Distrito Federal) 2018.

82.p., 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Mestre, Ciências Mecânicas, 2018).

Dissertação de Mestrado - Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Liga de Alumínio

2. Nióbio

3. Metalurgia do pó

4. Moagem de alta energia

I. ENM/FT/UnB.

II. Mestre

## REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

DE JESUS, E. S. (2018). INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DE NIÓBIO E TEMPO DE MOAGEM NA OBTENÇÃO DA LIGA Al1,2%Nb VIA METALURGIA DO PÓ. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM-DM 292/2018. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF. 82.p.

## CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Emerson de Souza de Jesus.

TÍTULO: INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DE NIÓBIO E TEMPO DE MOAGEM NA OBTENÇÃO DA LIGA Al1,2%Nb VIA METALURGIA DO PÓ.

GRAU: Mestre

ANO: 2018

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem a autorização por escrito do autor.

---

Emerson de Souza de Jesus

[j.souza.emerson@gmail.com](mailto:j.souza.emerson@gmail.com)

## DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho à minha filha Beatriz, um anjo que Deus encaminhou para iluminar meus dias.*

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus, pelo discernimento para concluir este trabalho.

Aos meus pais Maria e Moises, por todo seu cuidado e dedicação.

À minha esposa Rose, pela paciência e amor em todos os momentos.

À minha filha Beatriz, pelo sorriso diário.

À Profa. Dra. Palloma Vieira Muterlle, pela orientação e apoio durante todo o desenvolvimento deste trabalho.

Aos professores, Dr. Jorge Luiz de Almeida Ferreira, Dr. Pablo Josue da Silva, Dr. Ricardo Faustino Teles e Dr. Rodrigo Arbey Muñoz Meneses, pela orientação e apoio em algumas etapas deste trabalho.

Aos professores do PCMEC – UNB, pela eficaz instrução.

Aos amigos e técnicos do Instituto Federal de Brasília, M.a Ana Caroline Martins Vieira, Nestor Luciano dos Santos e M.e Saulo Marques da Cunha, pelo apoio disponibilizado em algumas etapas deste trabalho.

Aos técnicos e funcionários do SG9 – UNB.

Aos amigos de mestrado e engenheiros, Diego Carvalho, Diogo Nascimento, M.e Gustavo Reinke, Layse Diniz, M.e Maycol Coutinho, Michaela Socorro e Thiago Primo, pela cordialidade e ajuda no decorrer do projeto.

À Alcoa – Alumínio, CBMM, DPG-UNB e ao DEMAR-EEL-USP, pelo fomento financeiro e de materiais imprescindíveis para realização deste trabalho.

Ao Instituto Federal de Brasília Campus Taguatinga M Norte e a Universidade de Brasília Campus Gama, pela disponibilidade de equipamentos essenciais para o desenvolvimento deste trabalho.

A todos os amigos e familiares que não foram citados, mas que sempre estiveram ao meu lado.

## RESUMO

As exigências globais de materiais leves e com desempenho sustentável ampliaram a procura por inovação. Ligas e compostos à base de alumínio estão em concordância para solução dessa adversidade. O nióbio é um metal promissor para o desenvolvimento de novas tecnologias e é abundante no Brasil. O processo de metalurgia do pó foi escolhido para este trabalho, principalmente por oferecer a característica sustentável de minimizar as perdas de matéria prima na peça acabada. Estudou-se neste trabalho a influência da moagem de alta energia bem como a granulometria do nióbio, na obtenção da liga Al1,2%Nb. Os pós elementares foram caracterizados por sua morfologia e pureza, misturados nas proporções de 98,8% e 1,2%, respectivamente, em moinho planetário de bolas utilizando o parâmetro de tempo de moagem de 04, 08 e 16 horas. Verificou-se após mensuração da densidade aparente que o volume da mistura aumentou com relação ao tempo de moagem. A mistura foi compactada uniaxialmente a frio, após cálculo da densidade a verde verificou-se a diminuição do seu valor em relação ao tempo de moagem. As peças compactadas foram encaminhadas para o processo de sinterização, em atmosfera controlada de argônio por 05 horas com temperatura final de 640 °C. Após conformação, foi realizada a preparação metalográfica para posterior análises no MEV e Confocal, concluiu-se que a moagem de 04 horas proporcionou ao sinterizado maior densidade e menores irregularidades bem como o nióbio com menor granulometria. As amostras foram conduzidas para análise de DRX, averiguou-se a presença do intermetálico Al<sub>3</sub>Nb em todas as amostras sinterizadas. Através da investigação do resultado do DSC, comprovou-se aumento considerável da temperatura de fundição do sinterizado, corroborando com o entendimento de formação da liga. Considerando a técnica de microdureza Vickers comprovou-se a superioridade da técnica em produzir a liga com as mesmas características utilizando-se menor recurso em comparação com outros processos metalúrgicos.

Palavra – Chave: Metalurgia do pó, ligas de AlNb, moagem de alta energia, ligas de alumínio.

## ABSTRACT

The global requirements for lightweight materials with sustainable performance have broadened the search for innovation. Alloys and aluminum-based compounds are in agreement with this adversity. Niobium is a promising metal for the development of new technologies and is abundant in Brazil. The powder metallurgy process was chosen for this work, mainly because it offers the sustainable characteristic of minimizing the losses of raw material in the finished part. The influence of high-energy grinding as well as niobium granulometry was studied in this work to obtain the Al<sub>1,2</sub>% Nb alloy. The elementary powders were characterized by their morphology and purity, mixed in the proportions of 98.8% and 1.2%, respectively, in planetary ball mill using the milling time parameter of 04, 08 and 16 hours. It was found after measurement of the apparent density that the volume of the blend increased with respect to the milling time. The mixture was compacted uniaxially in the cold, after calculating the green density the value of the milling time was reduced. The compacted pieces were sent to the sintering process in controlled atmosphere of argon for 05 hours with final temperature of 640 ° C. After conformation, the metallographic preparation was carried out for further analysis in the MEV and Confocal, it was concluded that the grinding of 4 hours provided the sinter with higher density and smaller irregularities as well as the niobium with lower particle size. The samples were conducted for DRX analysis, the presence of the intermetallic Al<sub>3</sub>Nb was verified in all the sintered samples. Through the investigation of the results of the DSC, a considerable increase in the melting temperature of the sinter was verified, corroborating with the understanding of the formation of the alloy. Considering the Vickers microhardness technique, it was proved the superiority of the technique to produce the alloy with the same characteristics using a smaller feature in comparison with other metallurgical processes.

Keywords: Powder metallurgy, AlNb alloys, high energy grinding, aluminum alloys.

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. OBJETIVOS DO TRABALHO .....	4
2.1. Objetivo Geral .....	4
2.2. Objetivos específicos .....	4
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....	5
3.1. Alumínio .....	5
3.1.1. Alumínio no Brasil.....	6
3.1.2. Ligas de alumínio .....	6
3.2. Nióbio .....	8
3.2.1. Ligas de nióbio .....	9
3.3. Metalurgia do pó .....	10
3.3.1. Obtenção dos pós-elementares .....	12
3.3.2. Moagem de alta energia .....	15
3.3.3. Compactação .....	16
3.3.4. Sinterização .....	18
3.3.4.1. Sinterização em fase sólida .....	18
3.3.4.2. Sinterização em fase líquida .....	19
3.4. Porosidade na metalurgia do pó .....	19
3.5. Ligas de alumínio via metalurgia do pó .....	20
3.6. Ligas de alumínio e nióbio .....	21
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL .....	23
4.1. Preparação dos pós primários .....	24
4.1.1. Peneiramento do nióbio .....	24
4.1.2. Caracterização dos pós elementares .....	24
4.2. Moagem de alta energia .....	25
4.2.1. Densidade aparente .....	26
4.2.2. Densidade teórica .....	27
4.3. Compactação uniaxial .....	27
4.3.1. densidade a verde .....	29
4.4. Sinterização .....	29
4.4.1. densidade do sinterizado .....	30

4.5.	Caracterização do sinterizado .....	30
4.5.1.	Porosidade do sinterizado .....	30
4.5.2.	Análise metalográfica .....	31
4.5.3.	Difratometria de raios-X.....	31
4.5.4.	Microdureza Vickers .....	32
5.	ANÁLISES E DISCUSSÕES DOS RESULTADOS .....	33
5.1.	Caracterização dos pós-elementares empregados .....	33
5.1.1.	Pó elementar de Alumínio (Al).....	33
5.1.2.	Pó elementar de nióbio (Nb) com granulometria > 270 mesh.....	34
5.1.3.	Pó elementar de nióbio (Nb) com granulometria < 270 mesh.....	35
5.2.	Verificação da composição morfológica da mistura .....	35
5.2.1.	Mistura amostra 01 .....	35
5.2.2.	Mistura amostra 02 .....	36
5.2.3.	Mistura amostra 03 .....	37
5.2.4.	Mistura amostra 04 .....	38
5.2.5.	Mistura amostra 05 .....	39
5.2.6.	Mistura amostra 06 .....	40
5.3.	Análise DSC da mistura .....	41
5.4.	Determinação da densidade aparente da mistura após moagem .....	42
5.5.	Determinação da densidade teórica da mistura .....	42
5.6.	Determinação da densidade a verde .....	43
5.7.	Determinação da densidade e porosidade do sinterizado .....	43
5.8.	Microscopia do sinterizado análise no Confocal .....	45
5.8.1.	Confocal amostra com nióbio >270 mesh .....	45
5.8.2.	Confocal amostra com nióbio <270 mesh .....	46
5.9.	Microscopia do sinterizado análise no MEV .....	47
5.9.1.	MEV amostra com nióbio >270 mesh .....	47
5.9.2.	MEV amostra com nióbio <270 mesh .....	48
5.10.	Análise do sinterizado no DRX.....	49
5.10.1.	DRX amostra com nióbio >270 mesh.....	49
5.10.2.	DRX amostra com nióbio <270 mesh.....	51
5.11.	Análise do sinterizado no DSC.....	52
5.12.	Microdureza vickers.....	52

6. CONCLUSÃO .....	54
7. TRABALHOS FUTUROS .....	56
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	57
ANEXOS.....	63
Anexo I – Resultado da análise de DSC da mistura .....	63
Anexo ii – Resultados da análise de DSC do sinterizado .....	64

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Ilustração gráfica de diferentes tipos de aço com nióbio, utilizados em um veículo de passageiros, as cores refletem a resistência do aço em unidades de megapascal (CBMM, 2017). .....	10
Figura 2 – Peças obtidas via metalurgia do pó (METALPÓ, 2017). .....	11
Figura 3 – Vantagens da metalurgia do pó sobre outros processos (Grupo setorial de metalurgia do pó, 2017). .....	12
Figura 4 – Diagrama do processo de atomização (V. BEHRENS, P. BEISS, B. COMMANDEUR, 2003). .....	13
Figura 5 – Fluxograma do processo HDH. ....	15
Figura 6 - Esquema de moinho para mistura de pós (V. BEHRENS, P. BEISS, B. COMMANDEUR, 2003). .....	15
Figura 7 – Ciclo de compactação simples (V. BEHRENS, P. BEISS, B. COMMANDEUR, 2003). .....	17
Figura 8 - Morfologia do pescoço de sinterização de amostras de Cu com diferentes níveis de concentração de oxigênio (adaptado): (a) 0,029% em peso; (b) 0,034% em peso; (c) 0,042% em peso; (d) 0,052% em peso (HE et al., 2018). .....	18
Figura 9 - Buchas e mancais auto lubrificantes obtidas via MP (Grupo setorial de metalurgia do pó, 2018). .....	20
Figura 10 – Diagrama de fases Al – Nb (ASM, 2014). .....	22
Figura 11 – Fluxograma respeitado na obtenção da liga Al1,2%Nb. ....	23
Figura 12 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) JEOL. ....	24
Figura 13 - Representação do EDX-720 SHIMADZU. ....	25
Figura 14 - Moinho de bolas planetário RETSCH. ....	25
Figura 15 - DSC, TA Instruments Q 600. ....	29
Figura 16 – Forno mufla JUNG. ....	30
Figura 17 - Pó de Alumínio (A) aproximação 300x (B) aproximação de 5000x. ....	33
Figura 18 - Pó de Nióbio > 270 mesh (A) aproximação 300x (B) aproximação de 5000x. ....	34
Figura 19 - Pó de Nióbio < 270 mesh (A) aproximação 300x (B) aproximação de 1000x. ....	35
Figura 20 - Mistura amostra 01 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x. ....	36
Figura 21 – Mistura no Confocal amostra 01, aproximação 50x. ....	36
Figura 22 - Mistura amostra 02 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x. ....	37
Figura 23 - Mistura no Confocal amostra 02, aproximação 50x. ....	37
Figura 24 - Mistura amostra 03 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x. ....	38

Figura 25 - Mistura no Confocal amostra 03, aproximação 50x. ....	38
Figura 26 - Mistura amostra 04 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x. .....	39
Figura 27 - Mistura no Confocal amostra 04, aproximação 50x. ....	39
Figura 28 - Mistura amostra 05 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x. .....	40
Figura 29 - Mistura Confocal amostra 05, aproximação 50x. ....	40
Figura 30 - Mistura amostra 06 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x. .....	41
Figura 31 – Mistura no Confocal amostra 06, aproximação 50x. ....	41
Figura 32 – Densidades do processo de MP da liga Al1,2%Nb. ....	44
Figura 33 - Porosidade da liga Al1,2%Nb.....	44
Figura 34 – Imagens no Confocal dos sinterizados em diferentes tempos de moagem e granulometria >270 mesh (aproximação de 50x). (A) amostra 01 (B) amostra 02 (C) amostra 03. ....	45
Figura 35 – Imagens no Confocal dos sinterizados em diferentes tempos de moagem e granulometria <270 mesh (aproximação de 50x). (A) amostra 04 (B) amostra 05 (C) amostra 06. ....	46
Figura 36 – Imagens no MEV amostra 01 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.....	47
Figura 37 - Imagens no MEV amostra 02 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.....	47
Figura 38 - Imagens no MEV amostra 03 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.....	48
Figura 39 - Imagens no MEV amostra 04 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.....	48
Figura 40 - Imagens no MEV amostra 05 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.....	49
Figura 41 - Imagens no MEV amostra 06 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.....	49
Figura 42 - DRX amostra com nióbio >270 mesh. ....	50
Figura 43 - DRX amostra com nióbio <270 mesh. ....	51
Figura 44 - Análise do sinterizado no DSC.....	52
Figura 45 - Microdureza Vickers da liga Al1,2%Nb.....	53
Figura 46 - Análise DSC mistura com nióbio > 270 mesh .....	63
Figura 47 - Análise DSC mistura com nióbio < 270 mesh. ....	63
Figura 48 - Análise DSC do sinterizado CP 01. ....	64
Figura 49 - Análise DSC do sinterizado CP 02. ....	64
Figura 50 - Análise DSC do sinterizado CP 03.....	65
Figura 51 - Análise DSC do sinterizado CP 04. ....	65
Figura 52 - Análise DSC do sinterizado CP 05. ....	66
Figura 53 - Análise DSC do sinterizado CP 06. ....	66

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Especificações de ligas forjadas de alumínio (CALLISTER; RETHWISCH, 2007; KAUFMAN, 2000).....	7
Tabela 2 - Especificações de ligas fundidas de alumínio (CALLISTER; RETHWISCH, 2007; KAUFMAN, 2000).....	7
Tabela 3 – Especificações das amostras da liga Al1,2%Nb.....	28
Tabela 4 – Resultado da fluorescência de raio-X.....	34
Tabela 5 - Densidade aparente da mistura após moagem.....	42
Tabela 6 – Densidade a verde.....	43
Tabela 7 – Densidade e porosidade do sinterizado.....	43
Tabela 8 - Especificações da Microdureza Vickers (HV – 50 gf).....	52

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 – Equação da densidade aparente (ZHU; FUH; LU, 2007).....	26
Equação 2 – Equação da densidade teórica (ZHU; FUH; LU, 2007).....	27
Equação 3 – Equação da porosidade do sinterizado (JAROSLAV; VOJT, 2014).	31

## LISTA DE SÍMBOLOS

<i>Al</i>	<i>Alumínio</i>
$\rho$	<i>Densidade aparente (g/cm<sup>3</sup>)</i>
$\rho_{Al}$	<i>Densidade teórica do alumínio (g/cm<sup>3</sup>)</i>
$\rho_{Est}$	<i>Densidade teórica do estearato de zinco (g/cm<sup>3</sup>)</i>
$\rho_{Nb}$	<i>Densidade teórica do nióbio (g/cm<sup>3</sup>)</i>
$\rho_t$	<i>Densidade teórica (g/cm<sup>3</sup>)</i>
<i>m</i>	<i>Massa (g)</i>
$\%Al$	<i>Percentual em peso do alumínio</i>
$\%Est$	<i>Percentual em peso do estearato de zinco</i>
$\%Nb$	<i>Percentual em peso do nióbio</i>
<i>Nb</i>	<i>Nióbio</i>
<i>P</i>	<i>Porosidade (%)</i>
<i>V</i>	<i>Volume (cm<sup>3</sup>)</i>

## LISTA DE ABREVIações

<i>ABAL</i>	<i>Associação Brasileira do Alumínio</i>
<i>ABNT</i>	<i>Associação Brasileira de Normas Técnicas</i>
<i>ASTM</i>	<i>American Society for Testing and Materials</i>
<i>CBMM</i>	<i>Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração</i>
<i>DNPM</i>	<i>Departamento Nacional de Produção Mineral</i>
<i>DRX</i>	<i>Difratometria de Raio-x</i>
<i>DSC</i>	<i>Differential Scanning Calorimetry</i>
<i>EDS</i>	<i>Espectroscopia de Energia Dispersiva</i>
<i>HV</i>	<i>Dureza Vickers</i>
<i>MEV</i>	<i>Microscópio Eletrônico de Varredura</i>
<i>MP</i>	<i>Metalurgia do Pó</i>
<i>RPM</i>	<i>Rotações Por Minuto</i>
<i>TGA</i>	<i>Análise Termogravimétrica</i>
<i>UNB</i>	<i>Universidade de Brasília</i>

## 1. INTRODUÇÃO

A indústria do alumínio no Brasil vem crescendo exponencialmente no decorrer dos anos, são conhecidas obras a datar de 1917 que relatam os acontecimentos importantes para o desenvolvimento tecnológico na indústria brasileira de transformação do alumínio. Na busca por condições e processos que visam prover as necessidades atuais dos seres humanos, sem comprometer o futuro das próximas gerações, pesquisas para o desenvolvimento de novos materiais para aplicação do alumínio na indústria, estão continuamente em curso (ABAL, 2017).

O alumínio é um renomado material utilizado na engenharia, devido a suas peculiaridades químicas e físicas por décadas vem ocorrendo conduções de inovações e de pesquisas para encontrar soluções específicas para diferentes contextos e desafios. O alumínio é conhecido por sua força, baixo peso, resistência à oxidação e é difícil de inflamar, entretanto, possui alta densidade de energia. O pó do alumínio foi utilizado como combustível primário para os impulsionadores de foguetes sólidos dos ônibus espaciais e em inúmeras áreas da tecnologia existem citações na utilização em loções bronzeadoras, concreto, painéis solares, tintas e fogos de artifício. Na década de 1920, a EJ Hall (empresa americana) foi pioneira no processo de pulverização de alumínio fundido para produzir gotículas de pó. Atualmente o alumínio é pulverizado em alta pressão para produzir um pó granulado fino. Podem ser produzidos dois tipos de pós (nodular e esférico), dependendo do tipo de gás de atomização que é expelido no alumínio fundido (DNPM, 2017; LIU; MÜLLER, 2012).

Outra propriedade do alumínio é sua alta aceitação como matriz de liga, adquirindo melhora em seus atributos, a exemplo da maleabilidade quando adicionado magnésio e silício. Um dos métodos que vem progredindo na obtenção de ligas com matriz de alumínio é a metalurgia do pó. Os avanços das ligas de alumínio na metalurgia do pó, devem-se pelo fato do processo fornecer melhor controle das propriedades do material, como resistência à temperatura, à fratura e à corrosão (CARSON; PITTENGER; JENIKE & JOHANSON INC., 1998).

O nióbio é o mais leve metal refratário e pertence ao grupo dos metais com alto ponto de fusão, aproximadamente (2.468°C), é resistente à corrosão, possui boa ductilidade à temperatura ambiente, é cinza e adquire cor azul quando exposto ao ar por um longo período. Graças ao seu elevado ponto de fusão, as ligas de nióbio se apresentam como soluções estruturais para aplicações a altas temperaturas (DNPM, 2017).

O nióbio por possuir referidas propriedades, se torna altamente valioso na produção de uma classe de aço especial de alta qualidade, intituladas de ligas de alta resistência. Ao contrário do alumínio o nióbio tem alta aceitação como componente minoritário de liga, aperfeiçoando a matriz. É reconhecido o uso do nióbio em pequenas quantidades nas ligas de aço, proporcionando aumento na resistência das mesmas sem prejudicar suas particularidades de ductilidade importantes para a indústria automotiva (ALVES; COUTINHO, 2015; CBMM, 2017).

No que diz respeito a crescimento industrial, houve uma incrível ascendência da indústria do Nióbio no Brasil, que se destaca como o maior produtor do metal, representando aproximadamente 98% do total global. Nesse cenário, o Estado de Minas Gerais (MG) é o maior produtor, com participação de 83,6%, seguido pelo Estado de Goiás (GO) com 15,3% e o Estado do Amazonas (AM) com 1,1% (ALVES; COUTINHO, 2015; CBMM, 2017).

A Metalurgia do Pó é uma tecnologia em constante evolução que envolve a maioria dos materiais metálicos e de ligas e uma grande variedade de formas. MP é um método altamente desenvolvido de fabricação de peças ferrosas e não ferrosas confiáveis. Baseado na mistura de pós-elementares ou de liga e compactando a mistura em uma matriz, as formas resultantes são então aquecidas ou "sinterizadas" em um forno de atmosfera controlada para unir as partículas metalurgicamente (CHIAVERINI, 2001).

Ao produzir peças com uma estrutura homogênea, o processo de MP permite que os fabricantes criem produtos mais consistentes e previsíveis em seu comportamento em uma ampla gama de aplicações. Além disso, o processo de MP possui um alto grau de flexibilidade, permitindo a personalização das

características físicas de um produto para atender às suas necessidades específicas de propriedades e desempenho, como peças estruturais com formas complexas, porosidade controlada, desempenho controlado, grande precisão e bom acabamento superficial, grande produção em série de peças com pequenas tolerâncias (CARSON; PITTENGER; JENIKE & JOHANSON INC., 1998; Chiaverini, 2001).

As pesquisas de ligas e compostos à base de alumínio, por sua enorme reutilização, estão em concordância para solução de problemas relacionados à sustentabilidade. Pelo Brasil possuir o maior fragmento (98%) das reservas de nióbio conhecidas do mundo, e referido metal refratário possuir características únicas como elemento de liga atribuindo a sua base relevantes melhorias com adição de mínimas porcentagens, permitiu-se conjecturar a junção dos metais citados em aplicações no campo da engenharia.

Considerando referida importância das ligas à base de alumínio principalmente as obtidas através da metalurgia do pó, observando o desenvolvimento contínuo das pesquisas pertinentes ao nióbio e sua importância para o Brasil, em virtude da carência de informações relevantes ao efeito do percentual de adição de nióbio em ligas de alumínio adquiridas via metalurgia do pó, vislumbrou-se um estudo para obtenção da liga Al1,2%Nb a fim de coletar dados concretos de suas características microestruturais e mecânicas.

## 2. OBJETIVOS DO TRABALHO

### 2.1. Objetivo Geral

O presente trabalho tem como objetivo obter e caracterizar a liga Al1,2%Nb via metalurgia do pó.

### 2.2. Objetivos específicos

- Obter a liga Al1,2%Nb com moagem de alta energia de 4, 8 e 16 horas via metalurgia do pó, diversificando a granulometria do Nióbio entre as peneiras de 200 e 270 mesh;
- Caracterizar experimentalmente os parâmetros microestruturais por meio de técnicas metalográficas e microscopia óptica, analisando porosidade e densidade do sinterizado;
- Analisar o desempenho do sinterizado em função dos divergentes tempos de moagem de alta energia e granulometria do Nióbio.

### 3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1. Alumínio

Em 1886, Charles Martin Hall, nos Estados Unidos, e Paul Heroult, da França, inventaram simultaneamente o processo eletrolítico para produzir alumínio metálico a partir de seu óxido. Onze anos depois, o austríaco Carl Joseph Bayer inventou o processo químico que refina a alumina da bauxita. Juntas, essas invenções contribuíram para o nascimento da moderna indústria do alumínio e ainda hoje são utilizadas pelas refinarias de alumina e fundições de alumínio em todo o mundo (ABAL, 2017; DNPM, 2017).

Existem basicamente dois métodos para produzir alumínio. A produção primária envolve a mineração de depósitos de bauxita da terra e o processamento eletro-metalúrgico para finalmente formar o alumínio. A produção secundária produz alumínio novo a partir de sucata reciclada. Como um grande material sustentável, o impacto da reciclagem de alumínio no meio ambiente tem sido profundo, 75% de todo o alumínio produzido até hoje ainda está em uso. A produção de alumínio reciclado requer apenas 8% da energia e cria 8% das emissões em comparação com a produção primária. A partir daí, diferentes métodos de processamento e ligas são usados para formar o alumínio em sua forma, força e densidade desejadas (DNPM, 2017; FEARNSSIDE, 2016).

Durável, leve e altamente reciclável, o alumínio tornou-se um elemento essencial da vida diária. À medida que mais empresas buscam inovações que economizam energia em seus produtos e métodos de fabricação, a indústria do alumínio está pronta para um sucesso ainda maior. O alumínio é o metal da vida moderna, suas aplicações abrangem itens do cotidiano, como veículos eficientes em termos de combustível, embalagens de alumínio, cabos de rede elétrica e várias outras disponibilidades (DNPM, 2017).

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre. A matéria-prima necessária para produzir alumínio primário é o óxido de alumínio, também chamado de alumina. É um pó branco produzido pelo refino da bauxita. Cerca de duas toneladas de alumina são necessárias para produzir uma tonelada de alumínio através do processo eletrolítico. A alumina também é usada para várias outras finalidades, como purificação de água e como aditivo em várias aplicações (DNPM, 2017; LIU; MÜLLER, 2012).

### 3.1.1. Alumínio no Brasil

As primeiras referências sobre a bauxita no Brasil estão nos Anais de 1928 da Escola de Minas de Ouro Preto e nessa época ocorreram duas iniciativas concorrentes para implantar a produção de alumínio: a da Elquisa – Eletro Química Brasileira S/A, de Ouro Preto (MG) e a da CBA – Companhia Brasileira de Alumínio, em Alumínio (SP). Tais registros apontam que nesse período os primeiros quilos de alumínio primário foram produzidos no Brasil graças à perseverança de alguns empresários pioneiros, porém insuficientes para atender à demanda. O consumo doméstico de alumínio cresceu no Brasil desde 2004, aproximadamente dobrando até 2013, e a indústria estima um aumento adicional até 2020. As exportações continuam a ser dominadas por lingotes e outros produtos não transformados, 80,8% do peso exportado estão nesta forma, enquanto os outros 12,3% estão em produtos semimanufaturados e apenas 6,9% em produtos manufaturados (ABAL, 2017; FEARNSTIDE, 2016).

### 3.1.2. Ligas de alumínio

A liga de alumínio é uma mistura, onde outros elementos são adicionados ao alumínio puro, a fim de melhorar suas propriedades, principalmente para aumentar sua força. Esses outros elementos incluem o ferro, o silício, o cobre, o magnésio, o manganês e o zinco em níveis que, combinados, podem representar até 15% da liga em peso. As ligas recebem uma nomenclatura com uma série de quatro dígitos XXXX, no qual o primeiro dígito identifica uma classe geral, ou série, caracterizada pelos seus principais elementos de liga. As ligas de alumínio podem ser categorizadas em vários grupos com base nas características do material em particular, como a sua capacidade de responder ao tratamento térmico e mecânico e o elemento primário de liga adicionado à liga de alumínio. Quando consideramos o sistema de numeração / identificação usada para ligas de alumínio, as características acima são identificadas. Os alumínios forjados e fundidos possuem diferentes sistemas de identificação. O sistema forjado é um sistema de 04 dígitos e os fundidos têm um sistema de 03 dígitos e 01 casa decimal, representados respectivamente nas tabelas 01 e 02 (CALLISTER; RETHWISCH, 2007; KAUFMAN, 2000).

Tabela 1 – Especificações de ligas forjadas de alumínio (CALLISTER; RETHWISCH, 2007; KAUFMAN, 2000).

<b>Designação de ligas forjadas de alumínio</b>	
<b>Série de liga</b>	<b>Complemento de liga principal</b>
1xxx	99.000% de alumínio mínimo
2xxx	Cobre
3xxx	Manganês
4xxx	Silício
5xxx	Magnésio
6xxx	Magnésio e Silício
7xxx	Zinco
8xxx	Outros elementos

Tabela 2 - Especificações de ligas fundidas de alumínio (CALLISTER; RETHWISCH, 2007; KAUFMAN, 2000).

<b>Designação de ligas fundidas de alumínio</b>	
<b>Série de liga</b>	<b>Complemento de liga principal</b>
1xx.x	99.000% de alumínio mínimo
2xx.x	Cobre
3xx.x	Silício Plus Cobre e / ou Magnésio
4xx.x	Silício
5xx.x	Magnésio
6xx.x	Série não utilizada
7xx.x	Zinco
8xx.x	Outros elementos

A associação de Alumínio estabeleceu o sistema de designação de ligas através de seu Comitê Técnico de Padrões de Produto (TCPS), que foi adotado nos EUA em 1954. Três anos depois, o sistema foi aprovado como Padrão Nacional Americano H35.1. Este sistema de designação foi adotado oficialmente pelos Signatários Internacionais da Declaração de Acordo em 1970 e tornou-se um sistema internacional de designação. No mesmo ano, o Comitê de Padrões H35 sobre Ligas de Alumínio foi autorizado pelo Instituto Nacional Americano de Padrões (ANSI), com a Associação atuando como Secretariado. A Associação tem servido como a principal organização de definição padrão para a indústria global de alumínio desde então (KAUFMAN, 2000).

Hoje, existem mais de 530 composições ativas registradas e esse número continua em crescimento. Como um dos mais importantes materiais de engenharia, as ligas de alumínio têm sido extensamente aplicadas em muitos campos. No entanto, o requisito de melhorar suas propriedades mecânicas sem sacrificar a ductilidade é sempre um desafio no desenvolvimento de ligas de alumínio. Com vantagens significativas de baixa densidade, alta resistência e boas propriedades de ductilidade, as ligas de Al têm sido amplamente utilizadas em campos das indústrias aeronáutica, aeroespacial, automobilística e eletrônica. Contudo, exige-se muito esforço para obter uma melhora nos desempenhos mecânicos usando o processo convencional, como ajuste de componentes de liga, tratamento térmico e processo de deformação, etc (YAN et al., 2014).

### 3.2. Nióbio

O nióbio (Nb) puro foi produzido pela primeira vez em 1864 por Christian Blomstrand, que reduziu o cloreto de nióbio aquecendo-o com gás hidrogênio. Elemento de número 41 na tabela periódica, classificado como metal de transição, sua massa específica é de 8,57 g/cm<sup>3</sup>, pouco superior à do ferro, possui alto ponto de fusão, boa resistência à corrosão e boa condutividade elétrica (CBMM, 2017).

A versatilidade e as importantes aplicações em ligas metálicas para indústria faz do Nióbio um importante metal refratário e explica o crescimento de sua aplicação na engenharia contemporânea. As utilizações atuais incluem desde sua constituição na confecção de aços estruturais e aços para indústria automotiva e até equipamentos para motores a jato e turbinas a gás. Encontra ainda considerável relevância em ligas metálicas para indústrias químicas, em aços inoxidáveis e em uma variedade de equipamentos resistentes ao calor e à corrosão (AIMONE; YANG, 2018).

Devido à crescente importância do Nb na metalurgia, sua produção global quadruplicou desde 2000. Pois a demanda por referido material na China e outras economias vem crescendo. O consumo atual de Nb por tonelada de aço está projetado para subir, mas o mercado de suprimentos é essencialmente controlado pelo Brasil detentor de aproximadamente 98% das reservas conhecidas no mundo (ALVES; COUTINHO, 2015).

### 3.2.1. Ligas de nióbio

Os principais elementos de nióbio de conveniência industrial são atualmente, o ferronióbio, o pentóxido de nióbio, as ligas grau vácuo e o nióbio metálico.

O ferronióbio é usado principalmente na fabricação de aços microligados de alta resistência, aços inoxidáveis e aços resistentes a altas temperaturas. Entre os usos finais dos aços contendo nióbio incluem-se os dutos, carrocerias de automóveis e componentes estruturais (CHEN et al., 2017; CBMM, 2017).

O óxido de nióbio é usado basicamente na fabricação de ligas especiais de grau vácuo, nióbio metálico de alta pureza, carburetos de nióbio e niobatos de lítio e potássio. Entre os produtos finais que contêm óxido de nióbio, destacam-se as lentes ópticas, materiais eletrocerâmicos, baterias e catalisadores (CHAN et al., 2017; CBMM, 2017).

As ligas de nióbio de grau vácuo são usadas na fabricação de superligas que, por sua vez, são empregadas sobretudo na fabricação de motores de aeronaves e turbinas terrestres de geração de energia elétrica. Estas aplicações requerem significativa resistência mecânica sob temperaturas elevadas, além de resistência a corrosão (LONG et al., 2016; CBMM, 2017).

O nióbio metálico é utilizado na indústria química por ser um dos metais que apresentam maior resistência a corrosão. Sob a forma de metal puro, também é usado como material supercondutor. As ligas à base de nióbio também são importantes materiais estruturais, utilizados em aplicações com exposição a temperaturas elevadas, sem contar a sua resistência a corrosão e propriedades supercondutoras (AIMONE; YANG, 2018)

A engenharia do aço envolvendo nióbio viabiliza o conceito de carros leves que está por vir. Esta é a compreensão determinante do crescente uso do aço com nióbio na indústria automotiva.

Os aços ligados ao nióbio acrescentam conjuntamente a resistência e tenacidade do aço, convertendo as estruturas dos automóveis mais leves e mesmo assim aumentando a segurança no caso de impacto. Uma proporção mínima de 300 gramas de nióbio em um carro médio possui as qualidades necessárias de reduzir seu peso em 200 quilogramas, possibilitando economia de um litro de combustível a cada 200 quilômetros rodados, com muito menos emissões de gases. Novos aperfeiçoamentos no desenvolvimento de aço com o uso da tecnologia do nióbio podem trazer ainda nova eficácia à indústria automotiva (CBMM, 2017).



Figura 1 - Ilustração gráfica de diferentes tipos de aço com nióbio, utilizados em um veículo de passageiros, as cores refletem a resistência do aço em unidades de megapascal (CBMM, 2017).

### 3.3. Metalurgia do pó

A metalurgia do pó (MP) é um processo de formação de ligas ou compósitos, realizado pelo aquecimento de pós metálicos compactados até logo abaixo de seus pontos de fusão. Embora o processo tenha existido por mais de 100 anos, ao longo do último quarto de século, ele se tornou amplamente reconhecido como uma maneira superior de produzir peças de alta qualidade para uma variedade de aplicações importantes (CARSON; PITTENGER; JENIKE & JOHANSON INC., 1998a).

O crescimento da indústria da MP durante as últimas décadas é em grande parte atribuível à economia de custos em comparação com outros métodos metalúrgicos, como fundição ou forjamento. Em alguns casos, a conversão de um componente fundido ou forjado em metal em pó proporciona uma economia de

custo de 40% ou mais. A MP normalmente utiliza mais de 97% da matéria-prima inicial na peça acabada e é especialmente adequado para requisitos de produção de componentes de produção em larga escala. As principais razões para utilizar um produto obtido por MP é a redução de custos em comparação com processos alternativos, e propriedades únicas atingíveis apenas pela rota MP (AZEVEDO; SERRENHO; ALLWOOD, 2018).

Os componentes de MP são projetados para atender a critérios estruturais em muitas aplicações. É possível produzir peças estruturais ou mecânicas sinterizadas com propriedades iguais e até superiores às de peças feitas por rotas mais tradicionais. O desempenho estrutural de um componente de MP geralmente depende de várias propriedades mecânicas, isoladamente ou em combinação.



Figura 2 – Peças obtidas via metalurgia do pó (METALPÓ, 2017).

O processo de metalurgia do pó oferece uma série de vantagens sobre as tecnologias concorrentes de usinagem. Tudo isso se soma à uniformidade de peça a peça para melhorar a qualidade do produto, a flexibilidade da forma e do material, a versatilidade da aplicação e a relação custo-benefício (BOLZONI; GORDO, 2017).

Vantagens do processo de metalurgia do pó:

- Minimiza a usinagem produzindo peças exatas ou perto das dimensões finais;
- Minimiza as perdas de matéria prima normalmente usando mais de 97% da matéria-prima inicial na peça acabada;
- Permite uma ampla variedade de sistemas de liga;
- Produz um bom acabamento superficial;
- Fornece materiais que podem ser tratados termicamente para maior resistência ou maior resistência ao desgaste;

- Fornece porosidade controlada para autolubrificação ou filtragem;
- Facilita a fabricação de formas complexas ou exclusivas que seriam impraticáveis ou impossíveis com outros processos de usinagem;
- É adequado para requisitos de produção de componentes de volume moderado a alto;
- Oferece confiabilidade de desempenho em longo prazo para aplicações críticas;
- É rentável.



Figura 3 – Vantagens da metalurgia do pó sobre outros processos (Grupo setorial de metalurgia do pó, 2017).

O processo de metalurgia do pó, consiste em misturar pós elementares ou de ligas, compactar a mistura em uma matriz e então sinterizar, ou aquecer, as formas resultantes em uma matriz são levadas ao forno de atmosfera controlada para unir as partículas metalurgicamente.

### 3.3.1. Obtenção dos pós-elementares

O primeiro passo no processo geral da MP é confeccionar pós metálicos. Existem quatro processos principais utilizados na produção de pós: atomização, eletrólise, química e redução no estado sólido.

No processo de atomização, figura 04, o metal fundido é separado em pequenas gotículas e resfriados rapidamente antes que as gotas entrem em

contato umas com as outras ou com uma superfície sólida. Normalmente, uma fina corrente de metal fundido é desintegrada, submetendo-a ao impacto de jatos de gás ou líquido de alta energia. Em princípio, a técnica é aplicável a todos os metais que podem ser derretidos e é usada comercialmente para a produção de ferro, cobre, ligas de aço, latão, bronze, alumínio, estanho, chumbo e zinco (HAUSNEROVA; NAGARAJ; SANETRNIK, 2017).

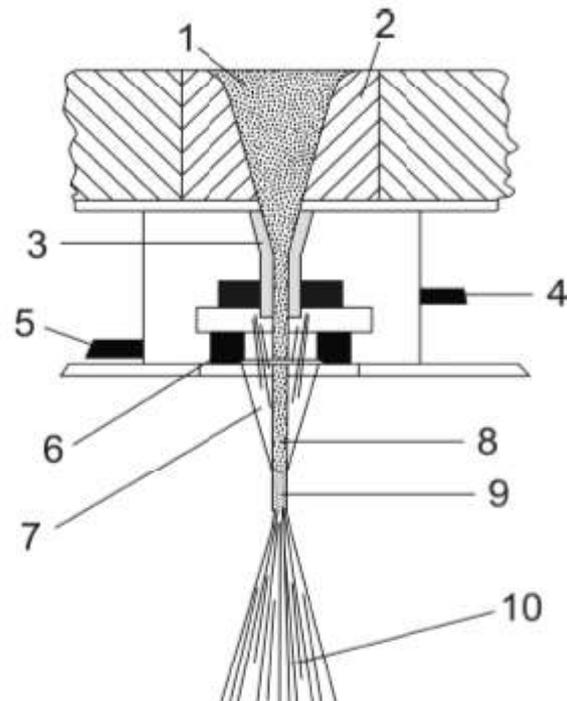


Figura 4 – Diagrama do processo de atomização (V. BEHRENS, P. BEISS, B. COMMANDEUR, 2003).

Onde:

- 1 – Elemento fundido;
- 2 – Equipamento de descarga;
- 3 – Bico de fundição;
- 4 – Gás primário;
- 5 – Gás secundário;
- 6 – Bico de atomização;
- 7 – Jato de gás de atomização;
- 8 – Jato de fusão;

9 – Foco de gás e jato de fusão;

10 – Cone de spray de gás / gotículas.

A eletrólise consiste em escolher as condições adequadas, tais como composição e concentração de eletrólitos, temperatura e densidade de corrente, muitos metais podem ser depositados em um estado esponjoso ou em pó. O processamento adicional - lavagem, secagem, redução, recozimento e esmagamento - geralmente é necessário, resultando em pós de alta pureza e alta densidade. O cobre é o metal primário produzido pela eletrólise, mas os pós de ferro, cromo e magnésio também são produzidos dessa maneira. Devido aos altos custos de energia associados, a eletrólise é geralmente limitada a pós de alto valor, como pós de cobre de alta condutividade (NEKOUIE; RASHCHI; JODA, 2013).

Os tratamentos químicos mais comuns em pó envolvem a redução de óxidos, a precipitação de soluções e a decomposição térmica. Os pós produzidos podem ter uma grande variação nas propriedades e, ainda assim, ter tamanho e forma de partículas controladas de perto. Pós com óxido reduzido são frequentemente caracterizados como "esponjosos", devido aos poros presentes nas partículas individuais. Os pós precipitados por solução podem fornecer distribuições de tamanho de partículas estreitas e alta pureza. A decomposição térmica é mais frequentemente usada para processar carbonilas. Estes pós, depois de moídos e recozidos, excedem 99,5% de pureza (COLOMBINI et al., 2018).

Na redução de estado sólido, o minério selecionado é triturado, tipicamente misturado com carbono, e passado através de um forno contínuo. No forno, ocorre uma reação, reduzindo o carbono e o oxigênio do pó, que deixa um bolo de metal esponjoso que é então triturado, separado de todo material não metálico e peneirado para produzir pó. Como não há operação de refino, a pureza do pó depende da pureza das matérias-primas. As partículas irregulares semelhantes a esponjas são moles, prontamente compressíveis e proporcionam compactos de boa resistência pré-sinterização ("verde").

Um processo químico que é bastante utilizado para obtenção de pós de titânio e outros materiais de alta complexidade, pureza e granulometria minimiza é o Hidratação-Dehidratação HDH, que consiste em como o nome já indica, um processo reversível de duas etapas onde o hidrogênio é usado como elemento de liga temporário, conforme fluxograma ilustrado na figura 05. No processo HDH, a matéria-prima é inicialmente carregada em uma unidade de hidreto e o material é aquecido sob atmosfera de hidrogênio. A reação resulta na formação de hidreto frágil, assim logo após, são esmagados em partículas mais finas. As partículas finas são devolvidas na unidade de hidreto para o processo de desidratação. As

partículas são colocadas sob alto vácuo e aquecidas para liberar o hidrogênio das partículas durante uma reação reversível. A morfologia do pó é afetada pela matéria-prima neste processo (BOLZONI; GORDO, 2014).

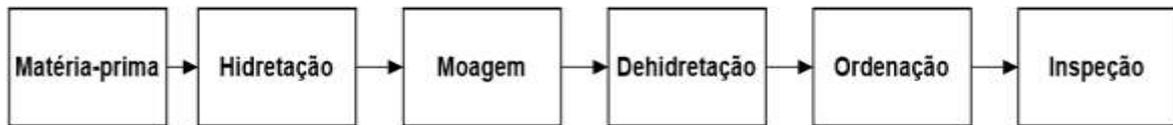


Figura 5 – Fluxograma do processo HDH.

### 3.3.2. Moagem de alta energia

O objetivo da moagem é fornecer uma mistura homogênea e em determinados casos incorporar o material lubrificante. Os lubrificantes populares são os, ácido esteárico, a estearina, os estearatos metálicos, especialmente o estearato de zinco, e, cada vez mais, outros compostos orgânicos de natureza cerosa (BAILON-POUJOL; BAILON; L'ESPÉRANCE, 2011).

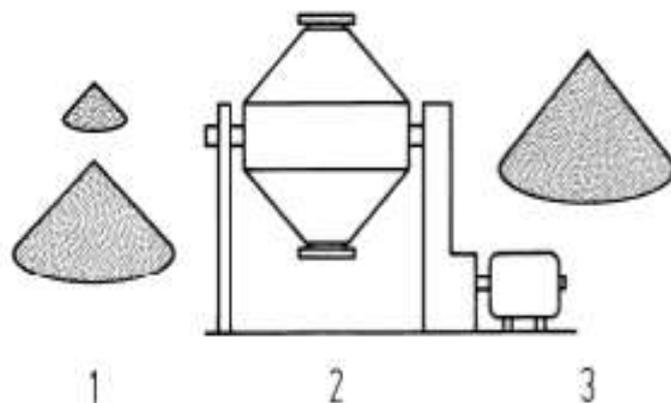


Figura 6 - Esquema de moinho para mistura de pós (V. BEHRENS, P. BEISS, B. COMMANDEUR, 2003).

Onde:

- 1 – Pós elementares e lubrificante;
- 2 – Moinho adequado para o projeto;

### 3 – Mistura após moagem.

A principal função do lubrificante é reduzir o atrito entre a massa do pó e as superfícies das ferramentas, paredes da matriz, hastes do núcleo, etc. Ao longo do qual o pó deve deslizar durante a compactação, auxiliando assim a uniformidade desejada da densidade, de cima para baixo do compactado. De igual importância é o fato de que a redução do atrito também facilita a ejeção do compactado e minimiza a tendência de formação de rachaduras (BADGER, 2007).

Foi sugerido que uma função adicional do lubrificante é ajudar as partículas a deslizar umas sobre as outras, mas parece duvidoso se este fator é de grande importância, pois compactados podem ser obtidos sem qualquer lubrificante misturado, por exemplo, pressão isostática (BAJPAI; PUROHIT; RANA, 2015).

O cuidado na seleção do lubrificante é necessário, uma vez que pode afetar adversamente as forças verdes e sinterizadas, especialmente se qualquer resíduo for deixado após a parte orgânica ter sido decomposta (DI ILIO; LAMBIASE; PAOLETTI, 2018).

A mistura excessiva deve ser evitada, pois isso aumenta a densidade aparente da mistura. Além disso, a sobre mistura geralmente reduz ainda mais a força verde dos compactos subsequentes, provavelmente cobrindo completamente toda a superfície das partículas, reduzindo assim a área de contato metal com metal da qual depende a força verde (BAILON-POUJOL; BAILON; L'ESPÉRANCE, 2011).

#### 3.3.3. Compactação

A compactação consiste em prensar os pós misturados, para moldar em uma matriz rígida de aço ou metal duro sob pressões de 150 a 900 MPa. Nesta fase, os compactos mantêm sua forma em virtude da soldagem a frio dos grãos de pó dentro da massa. Os compactos devem ser suficientemente fortes para suportar a ejeção do molde e o manuseio subsequente antes da sinterização (YIM et al., 2018).

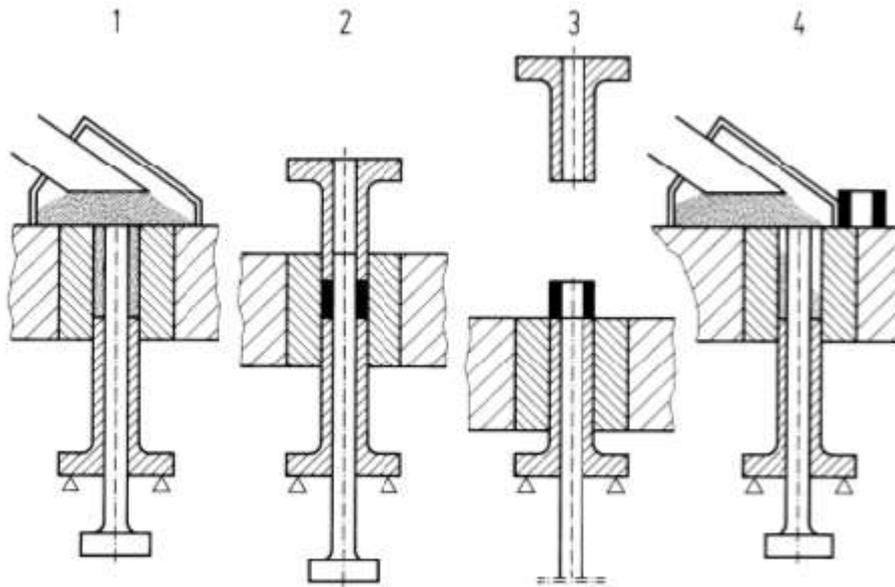


Figura 7 – Ciclo de compactação simples (V. BEHRENS, P. BEISS, B. COMMANDEUR, 2003).

Onde:

1 – Enchimento da cavidade;

2 – Compactação;

3 – Ejeção para retirada do molde;

4 – Elevação do punção para a posição de enchimento com início do preenchimento de pó enquanto o compactado é empurrado para fora da área de impressão.

A compactação é considerada uma operação crítica no processo, uma vez que a forma final e as propriedades mecânicas são essencialmente determinadas pelo nível e uniformidade da densidade prensada. Pós sob pressão não se comportam como líquidos, a pressão não é uniformemente transmitida e ocorre muito pouco fluxo lateral dentro da matriz. A obtenção de densidades satisfatórias depende, portanto, em grande parte, do projeto da ferramenta de compactação (BAJPAI; PUROHIT; RANA, 2015).

### 3.3.4. Sinterização

A sinterização é um tratamento térmico aplicado a um pó compactado para transmitir força e integridade ao mesmo. A temperatura utilizada para a sinterização está abaixo do ponto de fusão do principal constituinte do material utilizado para Metalurgia do Pó (GERMAN, 1985).

#### 3.3.4.1. Sinterização em fase sólida

Após a compactação, as partículas de pó vizinhas são mantidas juntas por solda a frio, o que confere ao compactado “força verde” suficiente para ser manuseado. Na temperatura de sinterização, os processos de difusão fazem com que os pescoços se formem e cresçam nesses pontos de contato conforme figura 08. Durante o processo ocorre redução da energia livre do sistema através da diminuição da superfície específica do material (HE et al., 2018).

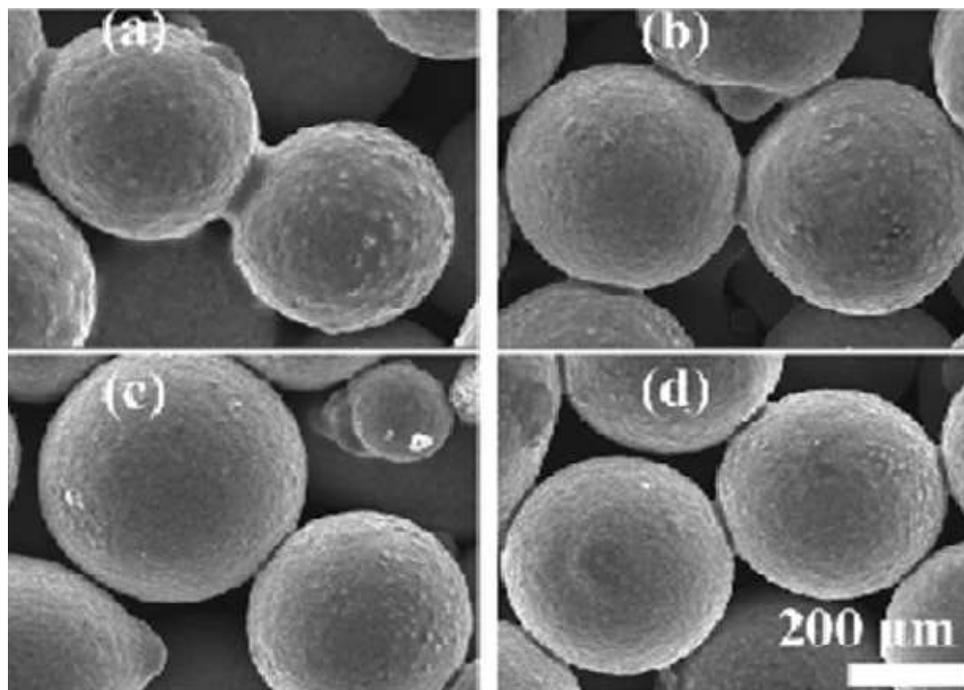


Figura 8 - Morfologia do pescoço de sinterização de amostras de Cu com diferentes níveis de concentração de oxigênio (adaptado): (a) 0,029% em peso; (b) 0,034% em peso; (c) 0,042% em peso; (d) 0,052% em peso (HE et al., 2018).

Existem dois precursores necessários antes que esse mecanismo de “sinterização de estado sólido” possa ocorrer. Remoção do lubrificante por evaporação e queima dos vapores e redução dos óxidos da superfície das partículas de pó no compactado.

Estas etapas e o próprio processo de sinterização são geralmente realizados em um único forno contínuo, por meio de uma escolha criteriosa e controle da atmosfera do forno e utilizando um perfil de temperatura adequado em todo o forno (CHIAVERINI, 2001).

#### 3.3.4.2. Sinterização em fase líquida

A sinterização por fase líquida é um processo para a formação de componentes multifásicos de alto desempenho a partir de pós. Envolve sinterização sob condições onde os grãos sólidos coexistem com um líquido. Muitos materiais obtidos via sinterização por fase líquida são aplicadas a uma ampla gama de materiais da engenharia. Exemplos de aplicações para esta tecnologia são encontrados em bielas de motores de automóveis (GERMAN, 1985).

Comumente utilizada para acelerar a densificação e alterar propriedades no contorno de grão a sinterização em fase líquida estará presente em pequenas quantidades do material sinterizado, o líquido nem sempre é identificado, muitas vezes só pode ser identificado por análises específicas (BENAVIDES; SOTO; PALMA, 2017).

O processo é dividido em estágios:

- Formação da fase líquida e distribuição do líquido;
- Rearranjo das partículas sólidas;
- Sinterização por solubilização condensação;
- Densificação final pela remoção de porosidade na fase líquida.

#### 3.4. Porosidade na metalurgia do pó

As propriedades mecânicas dos componentes estruturais obtidos via MP são influenciadas principalmente pela porosidade residual. A porosidade reduz a quantidade de metal presente em uma determinada seção da peça e, quando ela

é carregada, os próprios poros podem atuar como levantadores de estresse, entretanto, metais porosos ou espumas metálicas são materiais de engenharia com uma combinação única de propriedades físicas e mecânicas. Eles foram desenvolvidos nos últimos anos em vários campos da indústria e são reconhecidos, como novos materiais de engenharia devido às suas propriedades superiores, as propriedades incluem a alta resistência específica, condutividade de calor, condutividade elétrica, e excelentes propriedades acústicas (SABZEVARI; SAJJADI; MOLOODI, 2016).

Uma das mais antigas aplicações industriais de peças metálicas porosas obtidas pela metalurgia do pó são as buchas ou mancais auto lubrificantes, figura 09. São aplicadas principalmente na indústria automobilística, de eletrodoméstico, motores elétricos e ferramentas elétricas.



Figura 9 - Buchas e mancais auto lubrificantes obtidas via MP (Grupo setorial de metalurgia do pó, 2018).

A porosidade também afeta as propriedades magnéticas dos materiais da MP, portanto, deve ser minimizado quando for necessária alta indução, pois são capazes de aumentar as faixas de frequência e a eficiência de dispositivos eletromagnéticos (SUNDAY; TAHERI, 2018).

### 3.5. Ligas de alumínio via metalurgia do pó

As peças de alumínio obtidas via MP são utilizadas em inúmeras aplicações. O mercado de máquinas é o maior consumidor dessa variedade de peças de alumínio fabricadas por metalurgia do pó. Outros mercados que adquiriram grande potencial de crescimento foram o automotivo, aeroespacial, ferramentas especiais e peças estruturais. Devido a suas propriedades mecânicas e físicas, as

ligas de alumínio adquiridas por MP fornecem aos engenheiros flexibilidade na seleção de materiais e design (CARSON; PITTENGER; JENIKE & JOHANSON INC., 1998). Uma das variedades de peças de alumínio sinterizadas, que foram comercialmente disponibilizadas por muitos anos, referidos materiais são interessantes, pois a combinação de propriedades únicas torna o alumínio atraente para as peças formadas pela MP, como:

- Peso leve;
- Resistência à corrosão;
- Força elevada;
- Boa ductilidade;
- Propriedades não magnéticas;
- Condutividade;
- Variedade de acabamentos.

A atomização é o processo mais utilizado para produzir pó de alumínio para a metalurgia do pó. O alumínio é fundido, ligado e pulverizado através de um bocal para formar um fluxo de partículas muito finas que são rapidamente resfriadas, na maioria das vezes por um gás em expansão. Peças de alumínio obtidas por MP são compactadas a baixas pressões e são adaptáveis a todos os tipos de equipamento de compactação. A pressão curva de densidade, que compara a compactação características do alumínio com outros pós de metais, indica que o alumínio é mais simples de compactar (CARSON; PITTENGER; JENIKE & JOHANSON INC., 1998).

### 3.6. Ligas de alumínio e nióbio

As ligas Al – Nb apresentam considerável resistência e dureza, sendo materiais promissores para aplicações estruturais e para revestimentos. Existem estudos que comprovam a melhora considerável da corrosão, desgaste, resistência e dureza superficial (PETROV, 2008). Alguns processos conseguem conduzir a formação de uma quantidade considerável de Al<sub>3</sub>Nb, que é um composto intermetálico duro. Nestas obras é relatado que o Nb é um elemento de liga muito promissor para melhorar a resistência ao desgaste e a tenacidade de ligas de alumínio (MUNITZ; GOKHALE; ABBASCHIAN, 2000).

Referidos estudos comprovam somente a coleta de dados das características microestruturais e mecânicas das ligas com no mínimo 15% de adição de Nb, confirmando a importância do presente trabalho em adicionar mínima porcentagem de Nb a base do Alumínio.

Podem ser encontradas três fases intermetálicas no sistema alumínio – nióbio,  $Nb_2Al$ ,  $Al_3Nb$  e  $Nb_3Al$ , Conforme diagrama de fases representado na figura 10.

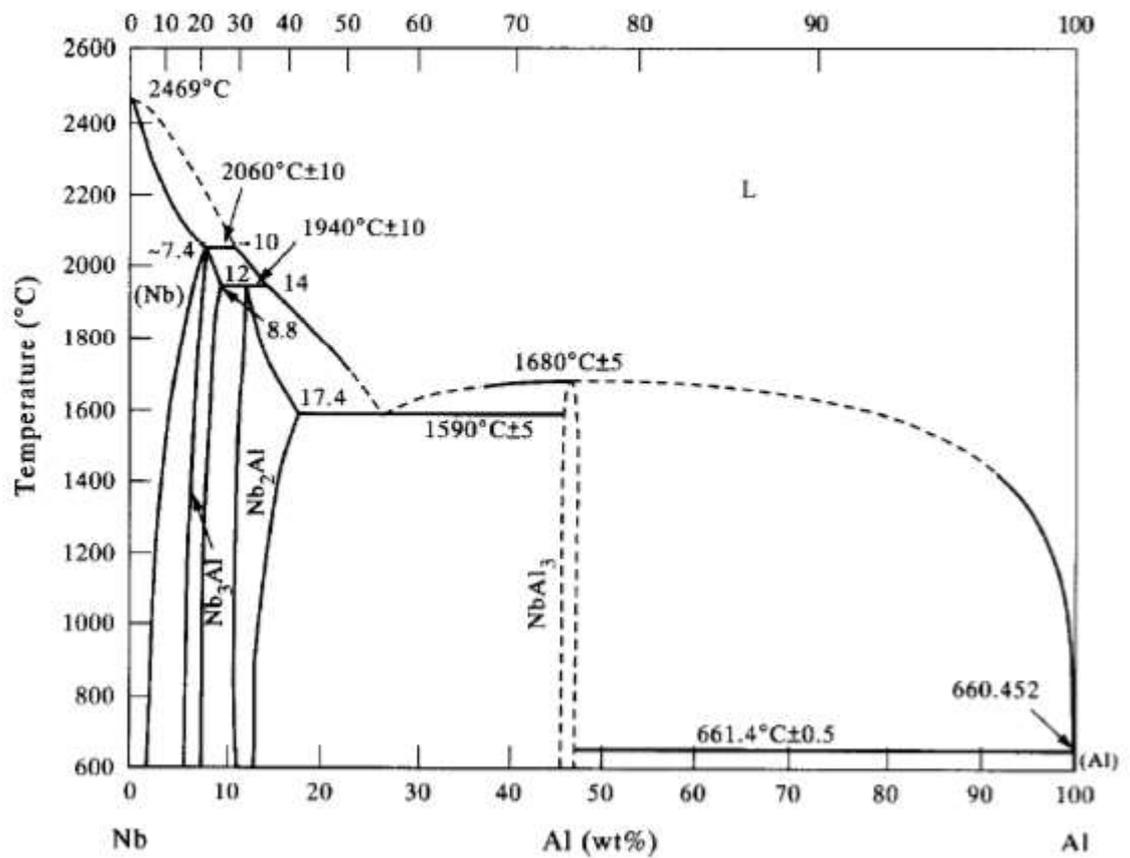


Figura 10 – Diagrama de fases Al – Nb (Kattner, 1990).

#### 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A diligência para obtenção da liga Al1,2%Nb iniciou-se com a confecção das amostras. Para atingir mencionado objetivo foram utilizados os pós-elementares, de alumínio fornecido pela empresa Alcoa-alumínio e de nióbio fornecido pela empresa CBMM e pelo Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena – DEMAR-EEL-USP. A figura 11 apresenta sucintamente o fluxograma respeitado na obtenção e caracterização da liga em questão.

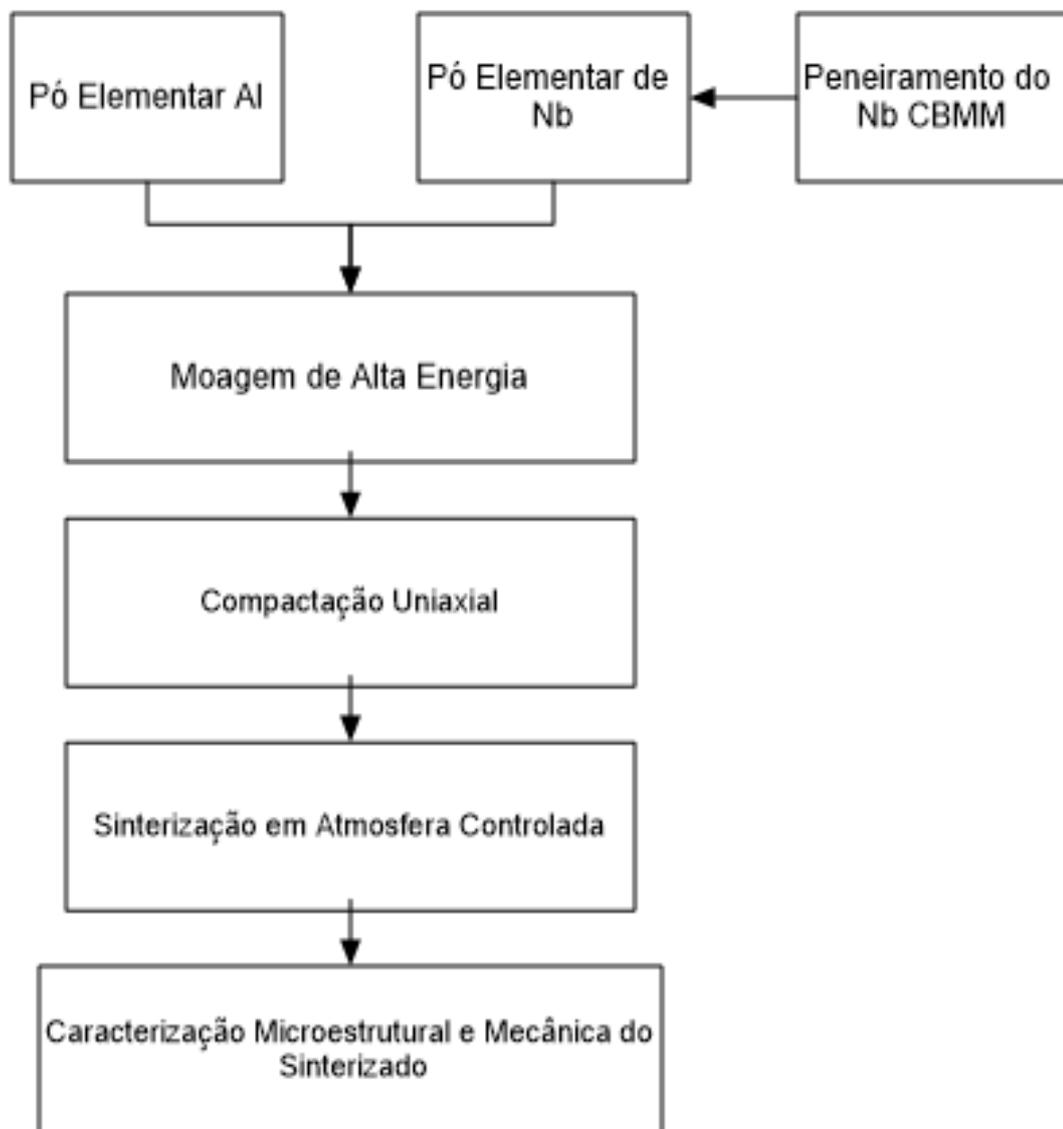


Figura 11 – Fluxograma respeitado na obtenção da liga Al1,2%Nb.

#### 4.1. Preparação dos pós primários

##### 4.1.1. Peneiramento do nióbio

O nióbio fornecido pela CBMM com granulometria irregular foi submetido ao processo de peneiramento de acordo com a norma *Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal Powders* (ASTM B214-07), com as peneiras de 40 a 270 mesh, sendo selecionado o material passante na peneira de 200 e retido na de 270 mesh. O nióbio disponibilizado pelo DEMAR ficou passante na peneira de 270 mesh, para alcançar mencionado material, utilizou-se o agitador de peneiras da marca SOLOTESTE, modelo 8X2 R0-TAP.

##### 4.1.2. Caracterização dos pós elementares

Para averiguar a qualidade dos pós primários fornecidos, e consequentemente assegurar as propriedades do produto final do projeto em questão, os componentes da liga Al1,2%Nb foram analisados verificando-se a morfologia no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca JEOL, modelo JSM-7100F ilustrado na figura 12.



Figura 12 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) JEOL.

Para determinar os elementos presentes no volume micrométrico analisado utilizou-se à microanálise química por energia dispersiva (EDX), após verificação no MEV os pós foram encaminhados para mencionada análise, o equipamento utilizado foi da marca SHIMADZU, modelo 720 ilustrado na figura 13.



Figura 13 - Representação do EDX-720 SHIMADZU

#### 4.2. Moagem de alta energia

Como mencionado, uma das qualidades do nióbio é possuir alta aceitação como componente minoritário de liga, aperfeiçoando a matriz, assim definiu-se o teor de 1,2% de Nióbio para obtenção da liga Al1,2%Nb. Acrescentou-se também o lubrificante sólido, estearato de zinco, a proporção em peso adicionado na mistura foi de 1%. Com o intuito de realizar homogeneização da mistura e ligação mecânica dos pós de partida, realizou-se moagem de alta energia no moinho de bolas planetário, da marca RETSCH modelo PM 100, representado na figura 14.



Figura 14 - Moinho de bolas planetário RETSCH.

Os critérios utilizados nas moagens de 04, 08 e 16 horas foram de razão bola-pó (10:1) e a rotação de (250 rpm), utilizando paradas de cinco minutos a cada dez minutos garantiu-se que não houvesse o superaquecimento na câmara de moagem. Pretendendo evitar oxidação da mistura controlou-se a atmosfera da câmara de moagem aplicando-se vácuo na mesma.

Com a finalização da moagem, foram iniciados os encaminhamentos para determinar se houve homogeneização e ligação mecânica dos pós elementares, para concretização do referido fim, analisou-se a mistura no MEV e no EDS – Energia Dispersiva.

#### 4.2.1. Densidade aparente

Foi realizada a medição da densidade aparente da mistura, levando em consideração que a densidade aparente de um pó metálico é definida através da relação entre massa e volume ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ), de uma unidade de volume de pó solto, sem nenhuma forma de aplicação de pressão.

Pesou-se uma proveta graduada de 50mL vazia e foi anotada sua tara. Introduziu-se na proveta cerca de 05mL da mistura perfeitamente nivelada. Foi realizada a leitura do volume obtido após nivelção, pesou-se a proveta para determinar a massa da amostra, descontando a tara da proveta. Então para determinar a densidade aparente, calculou-se com a Eq. (1).

Equação 1 – Equação da densidade aparente (ZHU; FUH; LU, 2007).

$$\rho = \left( \frac{m}{V} \right)$$

Onde:

$\rho$  – Densidade aparente da mistura em ( $\text{g}/\text{cm}^3$ );

m – Massa (g);

V – Volume ( $\text{cm}^3$ ).

#### 4.2.2. Densidade teórica

Realizou-se o cálculo da densidade teórica da liga Al1,2%Nb, aplicando a Eq. (2). Mencionada densidade, foi um dos parâmetros utilizados para determinar a porosidade da peça fabricada via metalurgia do pó.

Equação 2 – Equação da densidade teórica (ZHU; FUH; LU, 2007).

$$\rho_t = \frac{[(\rho_{Al} \times \%Al) + (\rho_{Nb} \times \%Nb) + (\rho_{Est} \times \%Est)]}{100}$$

Onde:

$\rho_t$  – Densidade teórica da mistura;

$\%Al$  – Percentual em peso do alumínio;

$\%Nb$  – Percentual em peso do nióbio;

$\%Est$  – Percentual em peso do estearato de zinco;

$\rho_{Al}$  – Densidade teórica do alumínio;

$\rho_{Nb}$  – Densidade teórica do nióbio;

$\rho_{Est}$  – Densidade teórica do estearato de zinco.

Para este cálculo considerou-se  $\rho_{Al} = 2,70 \text{ g/cm}^3$ ,  $\rho_{Nb} = 8,57 \text{ g/cm}^3$  e  $\rho_{Est} = 1,05 \text{ g/cm}^3$ .

#### 4.3. Compactação uniaxial

A mistura foi compactada seguindo a norma *Standard Test Method for Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction* (ASTM B331-16), em uma matriz uniaxial de simples ação no formato cilíndrico com as seguintes dimensões: altura da matriz: 30 mm, diâmetro externo: 25 mm, diâmetro interno: 14,50 mm, utilizando a prensa hidráulica da marca MARCON modelo MPH – 10, com capacidade máxima de 10 toneladas.

O uso do lubrificante sólido foi importante para o processo de compactação, a fim de reduzir a resistência ao deslizamento das partículas de pó com as paredes da matriz. Foram confeccionadas 03 corpos de prova (CPs), para cada granulometria variando-se a moagem de alta energia em 04, 08, e 16 horas, totalizando um quantitativo de 06 CPs para o estudo, ficando estabelecidas na tabela 03 as especificações de cada amostra.

Tabela 3 – Especificações das amostras da liga Al1,2%Nb.

<b>Especificações das amostras verde confeccionadas</b>					
	<b>Granulometria do Nb (mesh)</b>	<b>Tempo de moagem (h)</b>	<b>Massa (g)</b>	<b>Diâmetro (mm)</b>	<b>Espessura (mm)</b>
<b>CP 01</b>	>270	04	2,99	14,50	8,40
<b>CP 02</b>	>270	08	2,00	14,50	5,73
<b>CP 03</b>	>270	16	2,05	14,50	6,38
<b>CP 04</b>	<270	04	2,02	14,50	5,90
<b>CP 05</b>	<270	08	1,98	14,50	7,20
<b>CP 06</b>	<270	16	1,95	14,50	6,90

Com o intuito de verificar o ponto de fusão da mistura para utilizar os parâmetros na sinterização, após moagem, levou-se a mistura para análise no DSC, da marca TA Instruments modelo Q 600. A faixa de temperatura utilizada na análise foi de 0 a 1100 °C com taxa de 20°C / minuto, em atmosfera de nitrogênio, referido equipamento segue representado na figura 15.

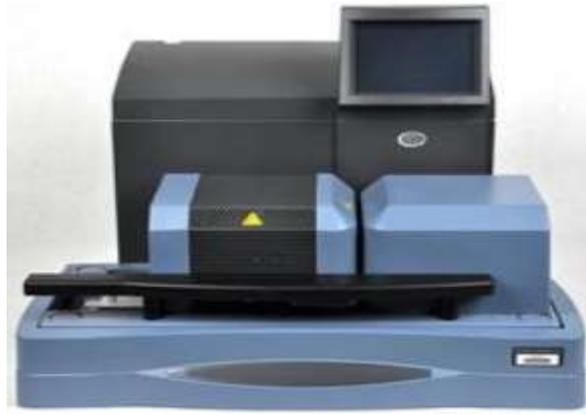


Figura 15 - DSC, TA Instruments Q 600.

#### 4.3.1. Densidade a verde

Utilizou-se o método geométrico para determinar a densidade a verde, que consiste na aplicação da Eq. (1) nos dados obtidos na mensuração dos CPs. Mencionada mensuração foi realizada com paquímetro digital, analisando as medidas das alturas e diâmetros dos CPs. O valor da massa foi gerado utilizando uma balança analítica de precisão.

#### 4.4. Sinterização

Utilizando como parâmetro os dados obtidos na análise de DSC, a sinterização foi realizada em um forno do tipo mufla, da marca JUNG, modelo LF2313, onde as amostras sob atmosfera controlada de argônio, sofreram os efeitos da irradiação térmica proveniente das resistências elétricas no interior do forno. Utilizaram-se duas rampas de aquecimento. O processo foi realizado a temperatura de 450 °C, com isoterma de 120 min na primeira etapa para eliminação do lubrificante sólido. Posteriormente na segunda etapa realizou-se a elevação da temperatura até 640 °C, com isoterma de 60 min. Durante todo processo de sinterização foi utilizada a taxa de aquecimento de 5°C/min e o resfriamento realizou-se na atmosfera do forno até a temperatura ambiente. O referido forno está representado na figura 16.



Figura 16 – Forno mufla JUNG.

#### 4.4.1. Densidade do sinterizado

Utilizou-se o método de Arquimedes para estabelecer a densidade do sinterizado, foi verificado o empuxo exercido sobre a amostra durante a imersão em um recipiente com água destilada, acoplado a uma balança. Referida metodologia tem como base considerar a massa seca e a úmida do sinterizado, pois é sabido que existem poros não determinados na peça que não podem ser negligenciados na densidade final (CHIAVERINI, 2001).

#### 4.5. Caracterização do sinterizado

##### 4.5.1. Porosidade do sinterizado

A presença de poros e suas características, como tamanho, formato e posição, concedem propriedades diferenciadas aos materiais sinterizados pela metalurgia do pó, possibilitando inúmeras aplicações nas mais diversas áreas. Seguindo o referido raciocínio é imprescindível a mensuração da porosidade do material. Para tanto, aplicou-se a Eq. (03).

Equação 3 – Equação da porosidade do sinterizado (JAROSLAV; VOJT, 2014).

$$P = \left[ 1 - \left( \frac{\rho_{sint}}{\rho_t} \right) \right] \times 100$$

Onde:

P – Porosidade do sinterizado;

$\rho_t$  – Densidade teórica;

$\rho_{sint}$  – Densidade do sinterizado.

#### 4.5.2. Análise metalográfica

Os CPs da liga Al1,2%Nb foram embutidos em resina acrílica para facilitar o manuseio e as etapas metalográficas. Após o embutimento, os CPs foram lixados, progressivamente, em lixas com granulometria de 220, 400, 600, 800, 1200 e 2500 mesh. O polimento mecânico dos CPs foi realizado com alumina dispersa de 0,01  $\mu\text{m}$ , 0,03 $\mu\text{m}$  e 0,05 $\mu\text{m}$ , referida etapa de polimento se faz necessária para retirar riscos mais severos oriundos da etapa de lixamento, além de eliminar possíveis resíduos sobre a superfície do CP. Os CPs passaram por uma etapa de limpeza em recipientes com acetona para purificação em ultrassom por 30 minutos.

#### 4.5.3. Difratometria de raios-X

Para identificação das fases nos materiais obtidos neste estudo utilizou-se a técnica de difração de raios-X, o equipamento empregado foi o difratômetro de raios-X (DRX), marca Bruker modelo Smart Apex II. Os parâmetros adotados foram para uma ampla gama de ângulos de difração ( $2\theta$ ) que variam de  $20^\circ$  a  $120^\circ$  com passo angular de  $0,05^\circ$  e com tempo de contagem por ponto igual a 2,4s (Coutinho, 2018).

#### 4.5.4. Microdureza Vickers

Com o objetivo de verificar os efeitos da porosidade e da densificação, bem como as respostas mecânicas dos CPs após sinterização, foi escolhida a técnica de microdureza Vickers, que se baseia na resistência que o material oferece à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo entre faces de  $136^\circ$ , sob uma determinada carga (CASAS; GÁLVEZ; CAMPOS, 2018).

A técnica de microdureza foi realizada com microdurômetro da EmcoTest modelo DuraScan 20, para os ensaios foram realizadas 5 endentações em pontos divergentes da extensão do CP, aplicando uma carga de 50 gf. A dureza e seus respectivos desvios padrão foram calculados em cada amostra.

## 5. ANÁLISES E DISCUSSÕES DOS RESULTADOS

Neste segmento os dados obtidos no estudo selecionado são apresentados para cada período do processo e interpretados, com o auxílio de gráficos, imagens e tabelas.

### 5.1. Caracterização dos pós-elementares empregados

#### 5.1.1. Pó elementar de Alumínio (Al)

O alumínio fornecido pela Alcoa demonstrou sua morfologia esférica e nodular, caracterizando processo de fabricação por atomização a ar (HAUSNEROVA; NAGARAJ; SANETRNİK, 2017), como ilustrado pela figura 17, sua alta pureza de 99,7% de percentual em massa, ideal para metalurgia do pó evidenciou-se na análise de fluorescência de raio-x (CHIAVERINI, 2001), conforme tabela 04.

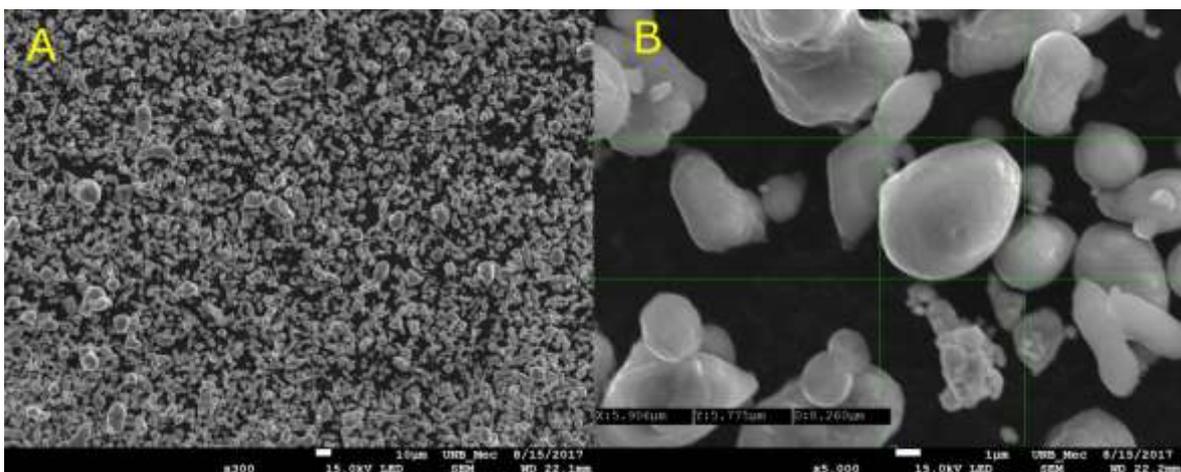


Figura 17 - Pó de Alumínio (A) aproximação 300x (B) aproximação de 5000x.

Tabela 4 – Resultado da fluorescência de raio-X.

Especificações da fluorescência de raio-X	
Material	Percentual em massa (%)
Alumínio	99,7
Nióbio >270 mesh	99,5
Nióbio <270 mesh	99,8

#### 5.1.2. Pó elementar de nióbio (Nb) com granulometria > 270 mesh

Material disponibilizado pelo Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena – DEMAR-EEL-USP, com percentual em massa de Nb de 99,5% determinado pela fluorescência de raio-X, por sua morfologia irregular e granulometria mínima, conforme figura 18, identificou-se sua produção pelo processo HDH (BOLZONI; GORDO, 2014).

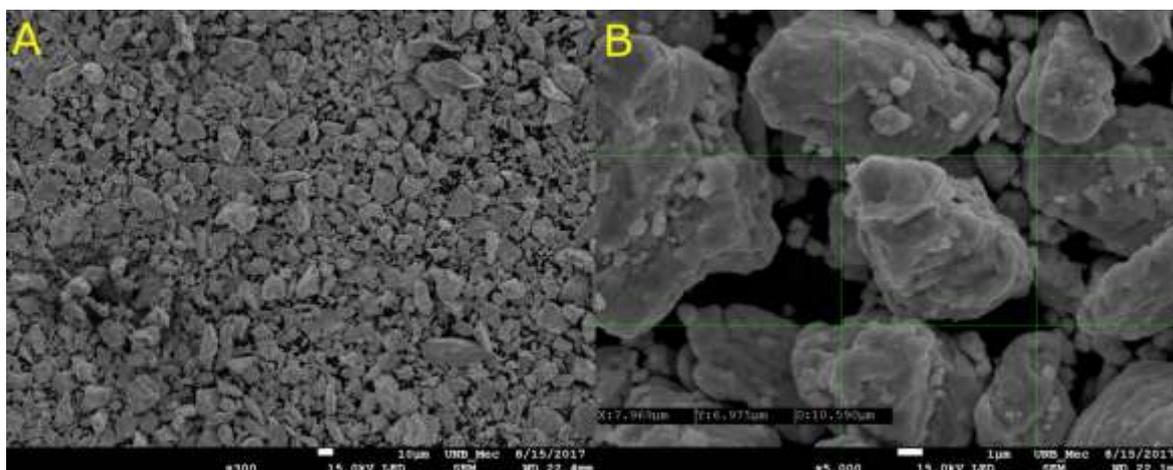


Figura 18 - Pó de Nióbio > 270 mesh (A) aproximação 300x (B) aproximação de 5000x.

### 5.1.3. Pó elementar de nióbio (Nb) com granulometria < 270 mesh

Segundo a figura 19, identificou-se que o nióbio disponibilizado pela CBMM apresenta morfologia angular e alta granulometria, evidenciando-se que o material foi fornecido comercialmente e somente foi encaminhado para o processo de peneiramento. Com a técnica de fluorescência de raios-X comprovou-se seu percentual em massa de 99,8% de Nb.

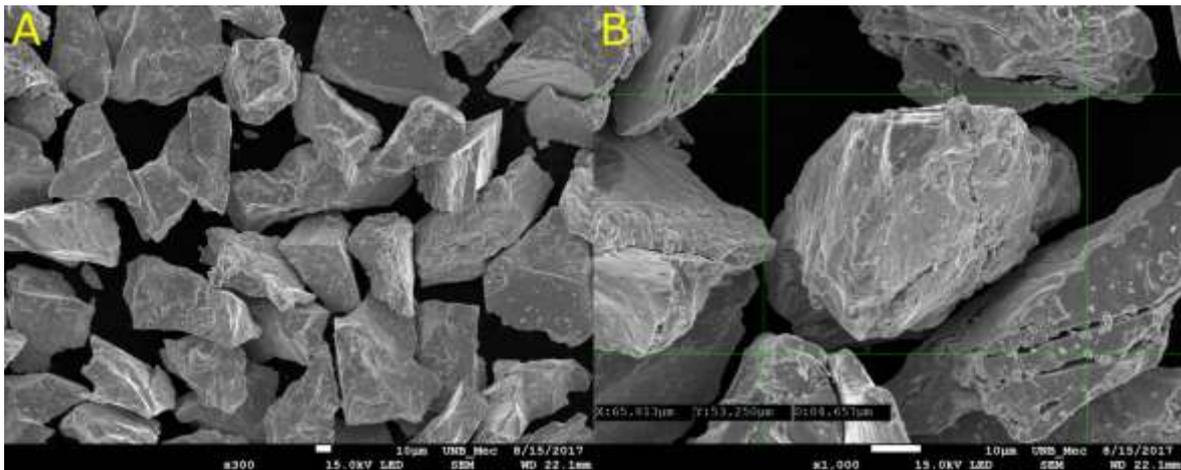


Figura 19 - Pó de Nióbio < 270 mesh (A) aproximação 300x (B) aproximação de 1000x.

## 5.2. Verificação da composição morfológica da mistura

Com o intuito de verificar se houve ligação mecânica entre os pós após moagem de alta energia, executou-se análise no MEV e Confocal.

### 5.2.1. Mistura amostra 01

Pode-se verificar na figura 20, a mudança da morfologia da mistura comparada com o pó elementar, comprovando-se ligação mecânica entre as partículas na moagem de alta energia (LAPIERRE-BOIRE et al., 2016).

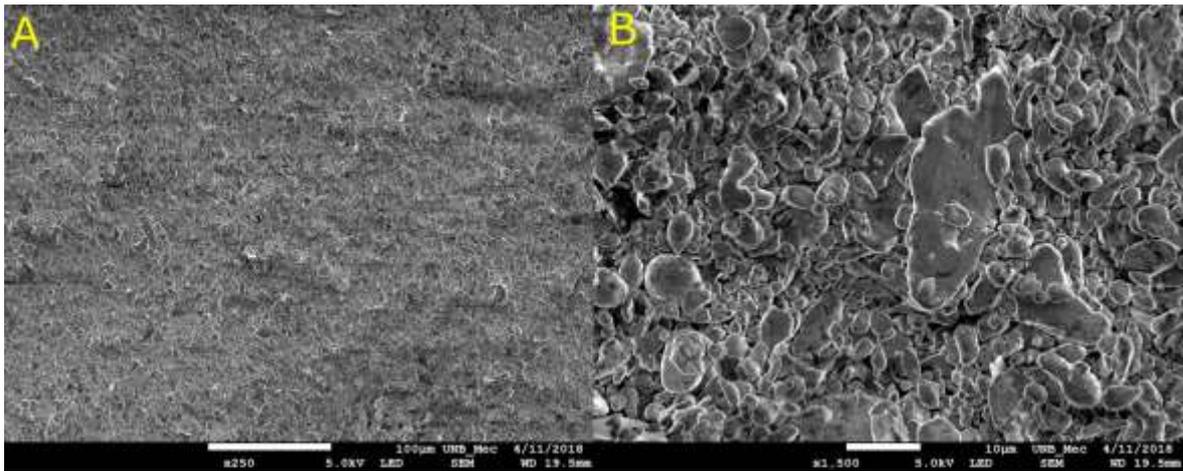


Figura 20 - Mistura amostra 01 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x.

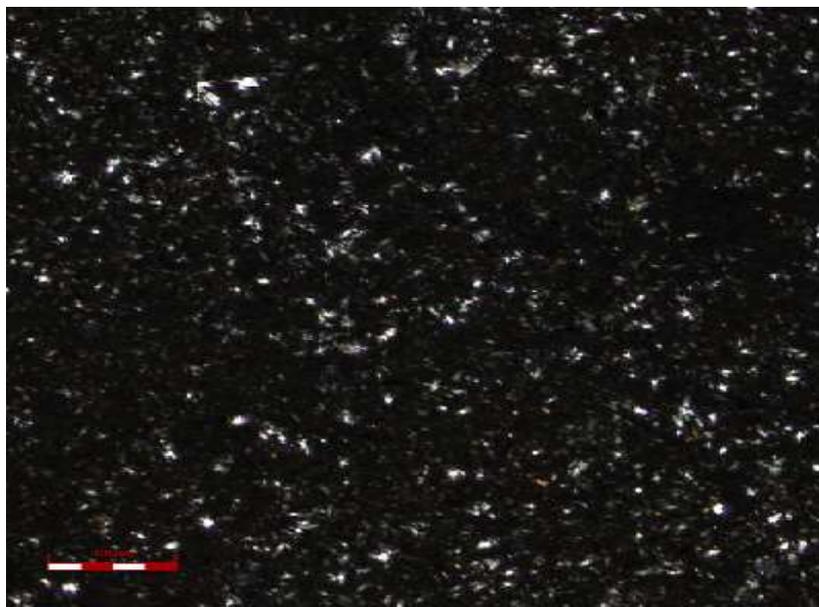


Figura 21 – Mistura no Confocal amostra 01, aproximação 50x.

### 5.2.2. Mistura amostra 02

A moagem de alta energia tem a característica de tornar a partícula metálica lamelar após moagem (LIU et al., 2018), citada característica fica clara observando a figura 22.

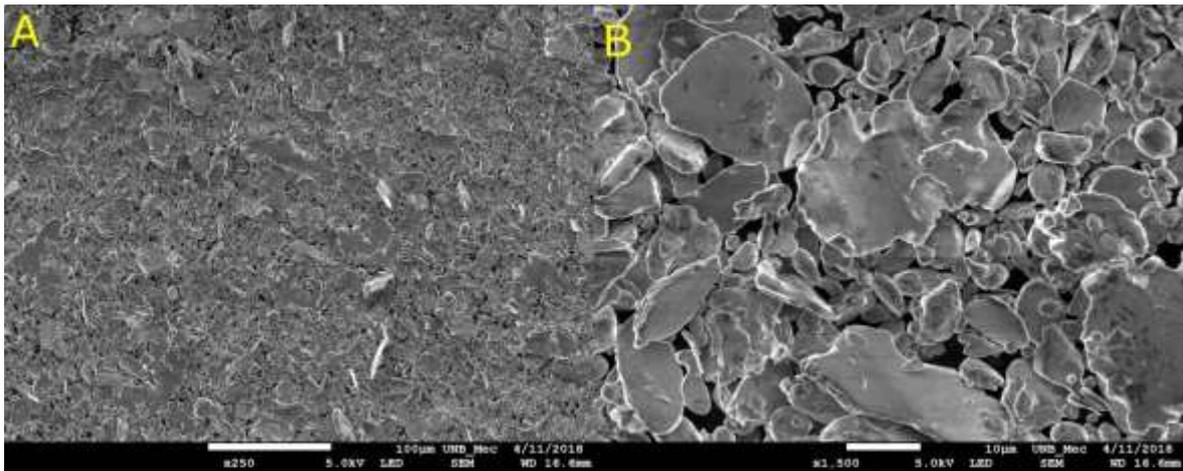


Figura 22 - Mistura amostra 02 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x.

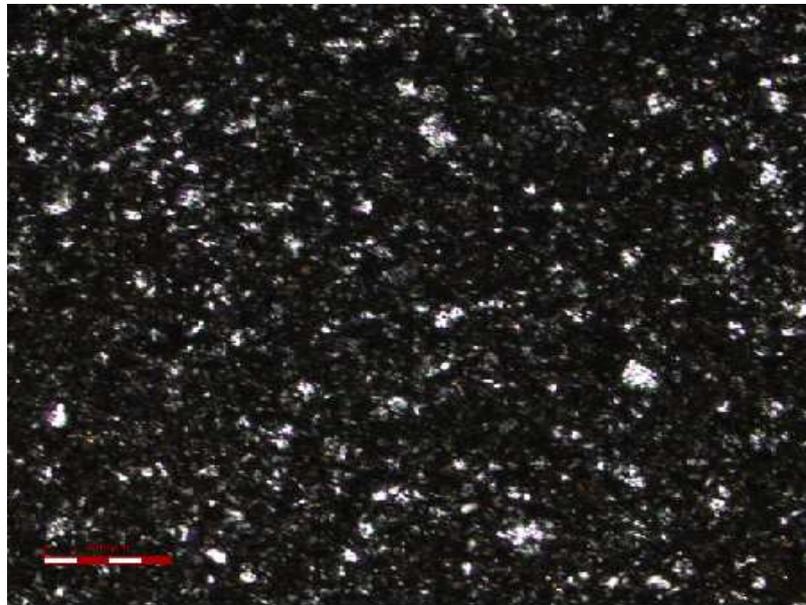


Figura 23 - Mistura no Confocal amostra 02, aproximação 50x.

### 5.2.3. Mistura amostra 03

O aparecimento de lamelas nas partículas metálicas atribui aumento do volume da mistura, prejudicando a compactação e impactando diretamente na densidade (LIU et al., 2018), o aumento no tamanho das partículas com formato lamelar em relação ao tempo de moagem de 16 horas é evidenciado pela figura 24.

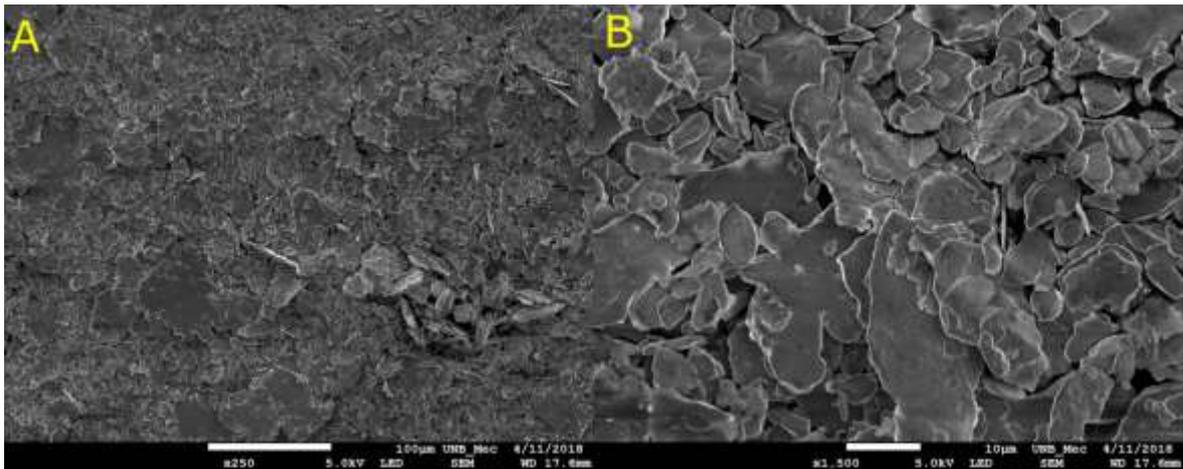


Figura 24 - Mistura amostra 03 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x.

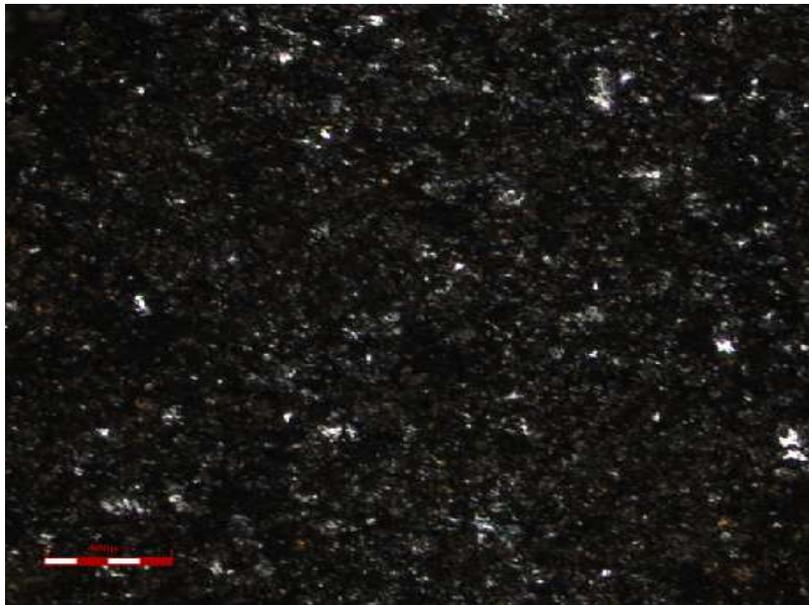


Figura 25 - Mistura no Confocal amostra 03, aproximação 50x.

#### 5.2.4. Mistura amostra 04

De modo geral, quanto maior a homogeneidade de tamanho de partículas do material misturado, maior a probabilidade de resultados consistentes e homogêneos (LAPIERRE-BOIRE et al., 2016). Na figura 26, conseguimos obter uma diferença visível em relação a granulometria do nióbio relacionando todas as imagens, comprovando que houve ligação mecânica entre as partículas na moagem de alta energia.

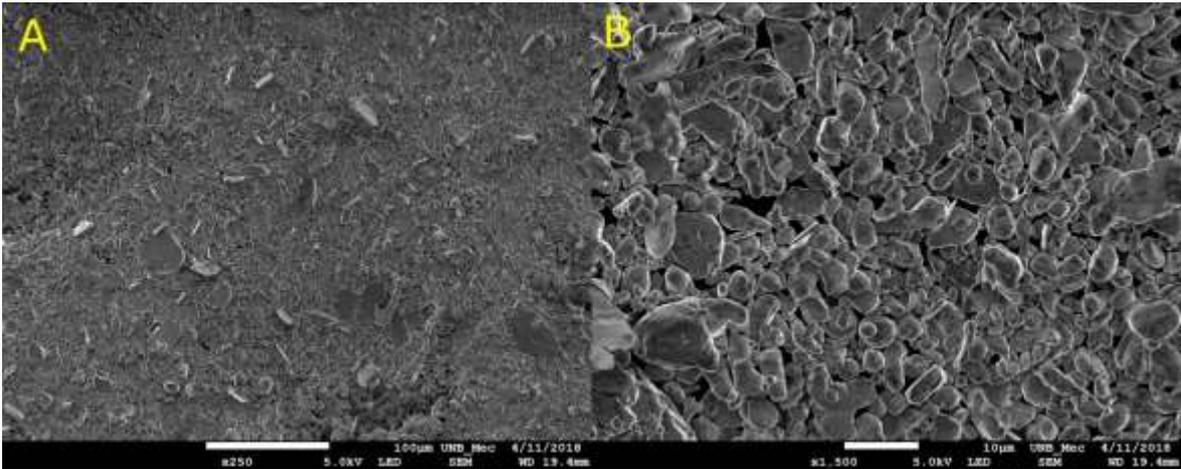


Figura 26 - Mistura amostra 04 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x.

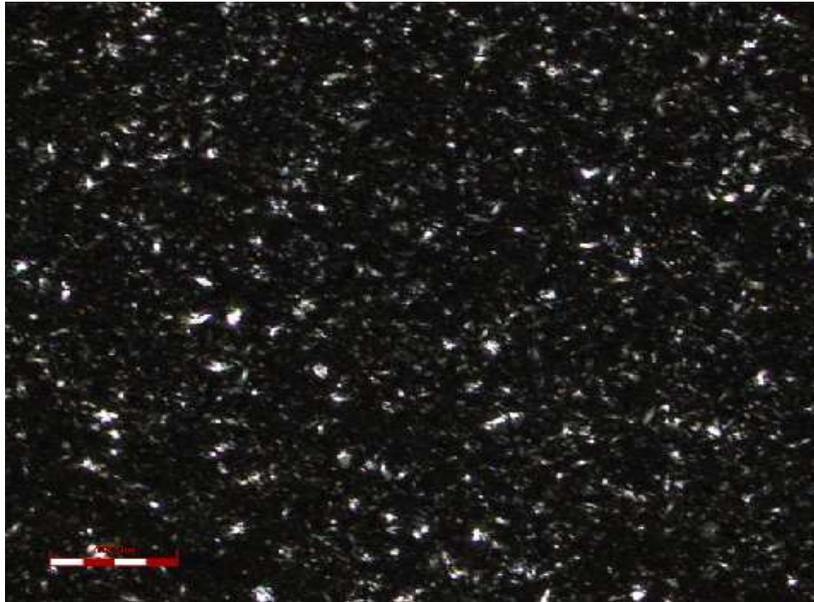


Figura 27 - Mistura no Confocal amostra 04, aproximação 50x.

#### 5.2.5. Mistura amostra 05

Com o aumento do tempo de moagem de alta energia, podemos observar maior uniformidade do material, entretanto, como as partículas de alumínio são esféricas, citada uniformidade acontece rapidamente e o tempo maior resulta em segregação do material representado na figura 28.

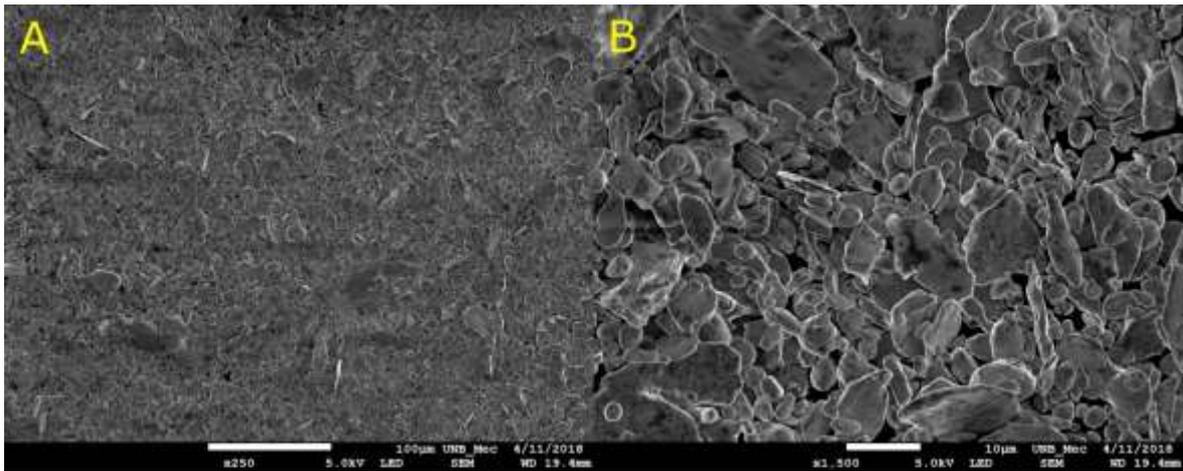


Figura 28 - Mistura amostra 05 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x.

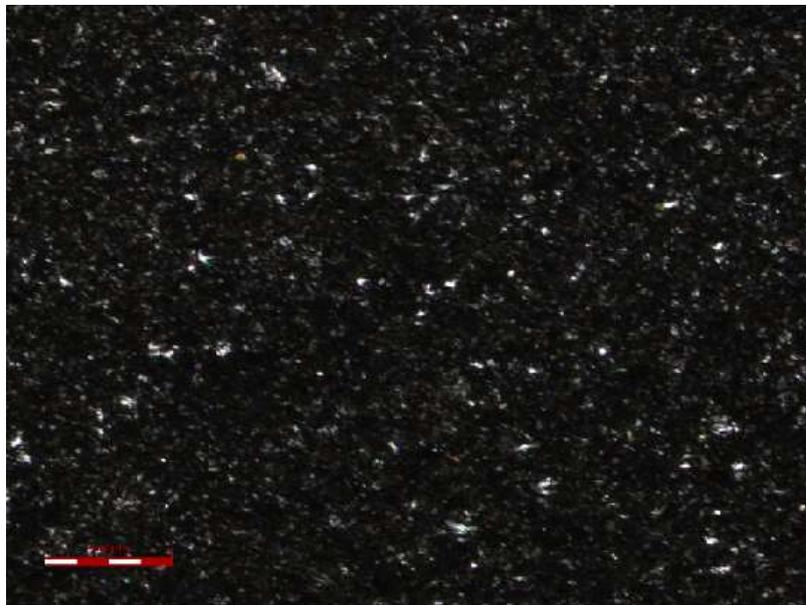


Figura 29 - Mistura Confocal amostra 05, aproximação 50x.

#### 5.2.6. Mistura amostra 06

Novamente podemos observar a grande formação de lamelas na moagem de 16 horas na figura 30, evidenciando-se que citado tempo de moagem não é a ideal para uma liga Al<sub>1,2</sub>Nb uniformemente densificada.

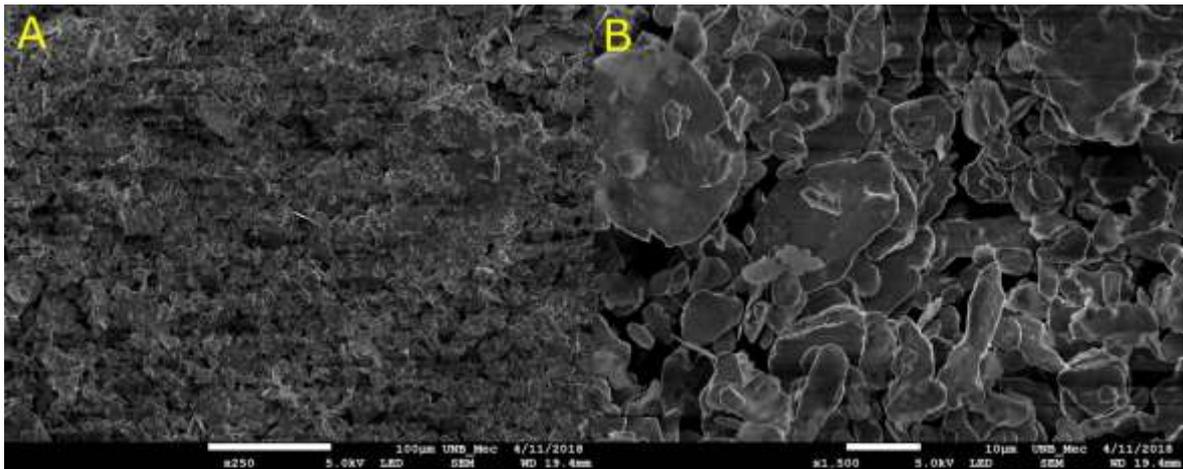


Figura 30 - Mistura amostra 06 (A) aproximação 250x (B) aproximação de 1500x.

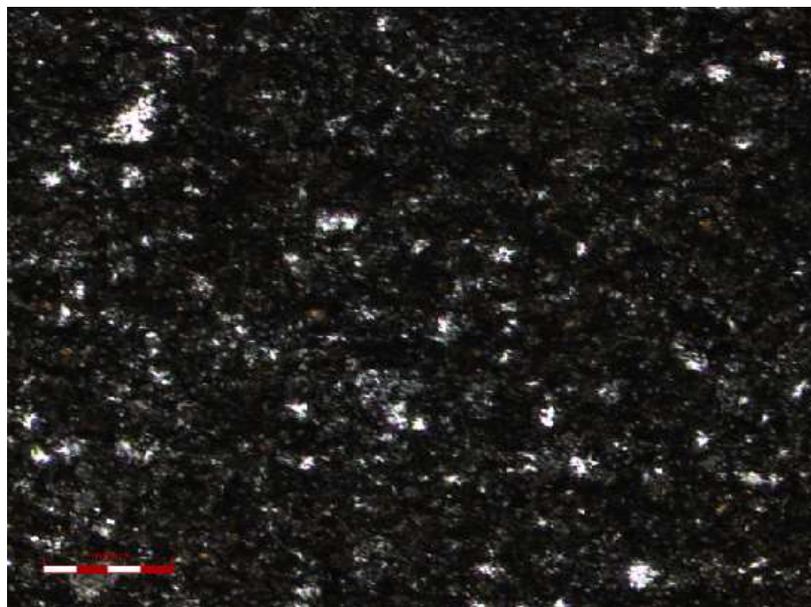


Figura 31 – Mistura no Confocal amostra 06, aproximação 50x.

### 5.3. Análise DSC da mistura

Comprovou-se pela análise de DSC da mistura (anexo I), o ponto de fusão das misturas com granulometria divergente entre 662 e 665 °C, considerando que a sinterização deve ser realizada abaixo do ponto de fusão (CHO; KIM; SOHN, 2018), optou-se pela temperatura final no processo de sinterização deste trabalho em 640 °C.

#### 5.4. Determinação da densidade aparente da mistura após moagem

Tabela 5 - Densidade aparente da mistura após moagem.

<b>Especificações das densidades aparente</b>			
	<b>Massa (g)</b>	<b>Volume (cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>
<b>CP 01</b>	3,967	5,000	0,793
<b>CP 02</b>	3,393	5,000	0,679
<b>CP 03</b>	2,894	5,000	0,579
<b>CP 04</b>	3,865	5,000	0,773
<b>CP 05</b>	3,117	5,000	0,623
<b>CP 06</b>	2,882	5,000	0,576

#### 5.5. Determinação da densidade teórica da mistura

Determinou-se a densidade teórica da mistura Al1,2%NB utilizando a Eq. (2), obtendo assim o valor para  $\rho_t = 2,780 \text{ g/cm}^3$ . Mencionada densidade, foi um dos parâmetros utilizados para determinar a porosidade da peça sinterizada.

## 5.6. Determinação da densidade a verde

Tabela 6 – Densidade a verde

<b>Especificações das densidades a verde</b>			
	<b>Massa (g)</b>	<b>Volume (cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Densidade a verde (g/cm<sup>3</sup>)</b>
<b>CP 01</b>	2,913	1,377	2,115
<b>CP 02</b>	2,826	1,396	2,024
<b>CP 03</b>	2,435	1,205	2,020
<b>CP 04</b>	2,842	1,327	2,141
<b>CP 05</b>	2,913	1,338	2,177
<b>CP 06</b>	2,475	1,355	1,911

## 5.7. Determinação da densidade e porosidade do sinterizado

Tabela 7 – Densidade e porosidade do sinterizado

<b>Especificações da densidade e porosidade do sinterizado</b>				
	<b>Massa seca (g)</b>	<b>Massa úmida (g)</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Porosidade (%)</b>
<b>CP 01</b>	3,092	1,863	2,502	10,000
<b>CP 02</b>	2,796	1,694	2,528	09,064
<b>CP 03</b>	2,51	1,505	2,477	10,899
<b>CP 04</b>	3,142	1,846	2,407	13,417
<b>CP 05</b>	2,654	1,503	2,296	17,410
<b>CP 06</b>	2,004	1,205	2,493	10,323

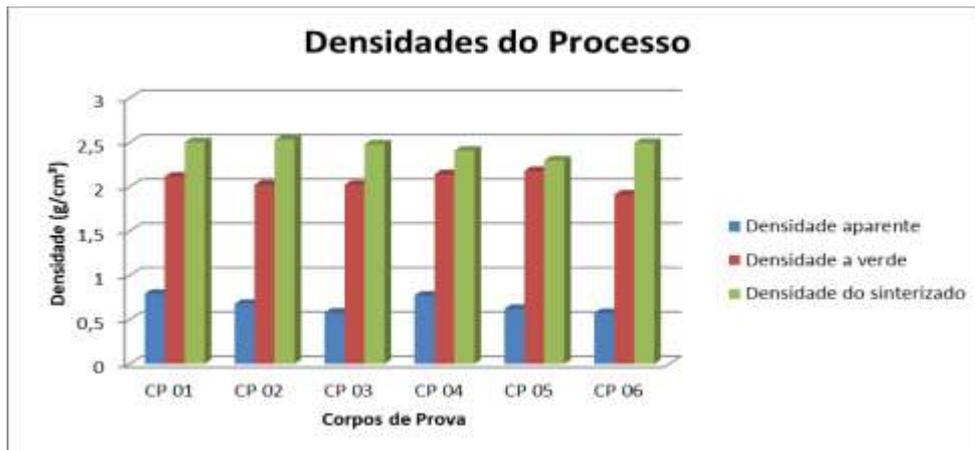


Figura 32 – Densidades do processo de MP da liga Al1,2%Nb.

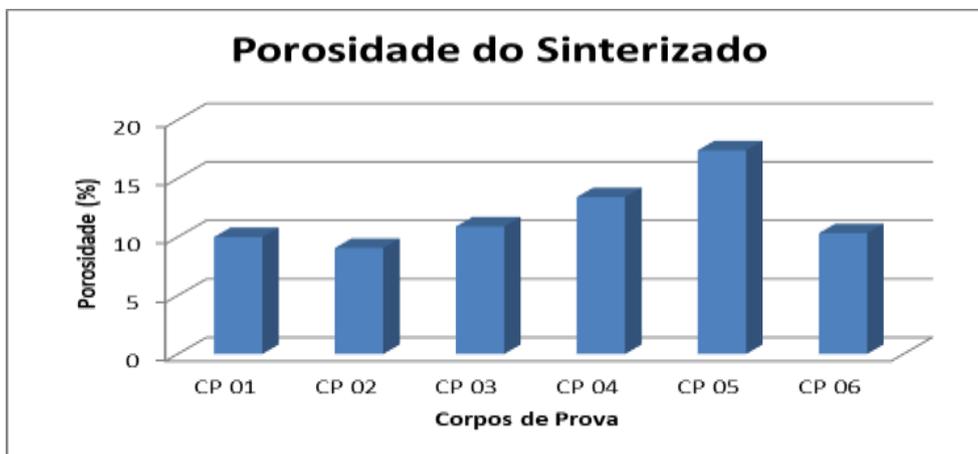


Figura 33 - Porosidade da liga Al1,2%Nb.

Considerando que o formato e o tamanho da partícula influenciam diretamente no sinterizado, em razão da mistura do pó ser composta de elementos cujas características físicas diferem entre si, causando movimentação excessiva do pó (FAN et al., 2010). Na figura 32 evidencia-se o aumento da porosidade nas amostras com nióbio com granulometria maior, citada característica ocorre por a partícula de nióbio ser irregular e com tamanho superior em relação ao alumínio ocorrendo segregação do material.

## 5.8. Microscopia do sinterizado análise no Confocal

### 5.8.1. Confocal amostra com nióbio >270 mesh

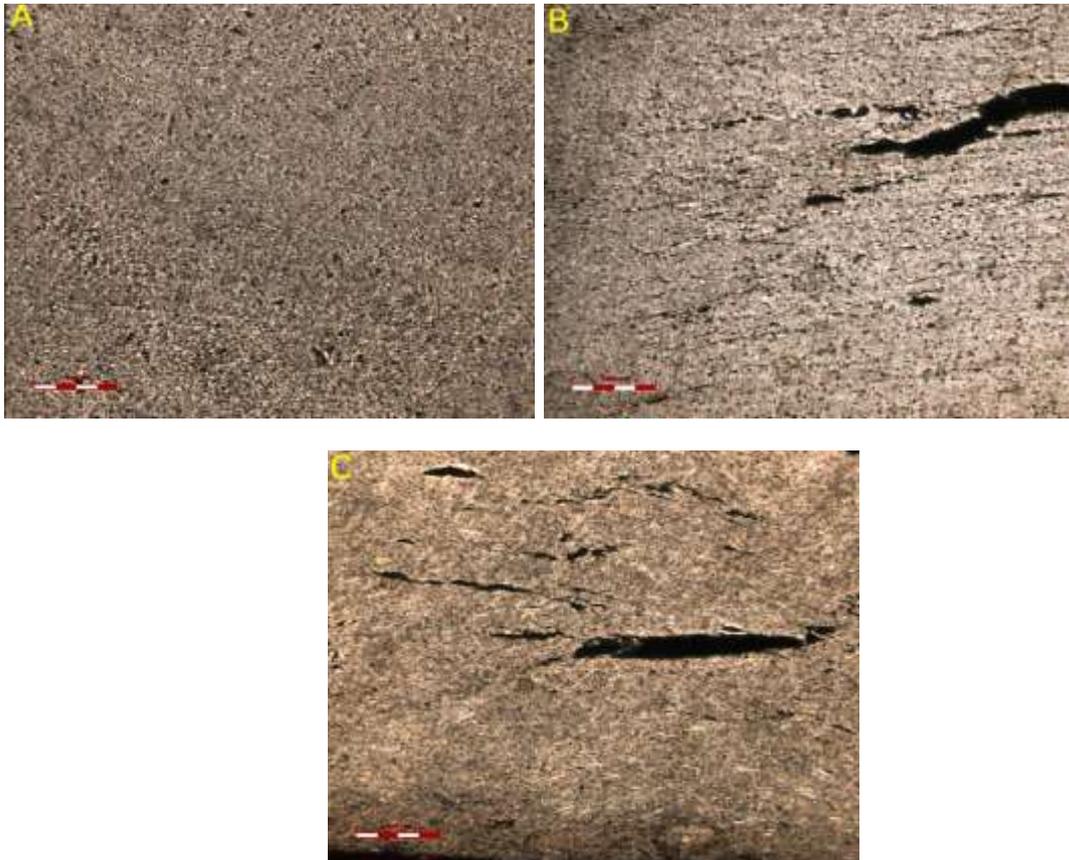


Figura 34 – Imagens no Confocal dos sinterizados em diferentes tempos de moagem e granulometria >270 mesh (aproximação de 50x). (A) amostra 01 (B) amostra 02 (C) amostra 03.

Na sinterização o tamanho de partículas dos pós utilizados no compactado influenciam na quantidade de transporte de material, em principio quanto menor o tamanho da partícula, maior a sua área superficial, diminuindo a distancia que o átomo precisa percorrer na difusão causando assim maior densidade no sinterizado (GÓMEZ; HOTZA, 2018). Citada característica comprova-se na figura 31 e observa-se claramente na figura 33, onde os CPs sinterizados com granulometria de nióbio inferior obtiveram maiores densidades. Podemos inferir também da imagem 33 o impacto do tempo de moagem no sinterizado, comprove-se que o tempo de moagem de 04 horas é o ideal para obtenção de uma liga homogênea e com menores defeitos.

### 5.8.2. Confocal amostra com nióbio <270 mesh

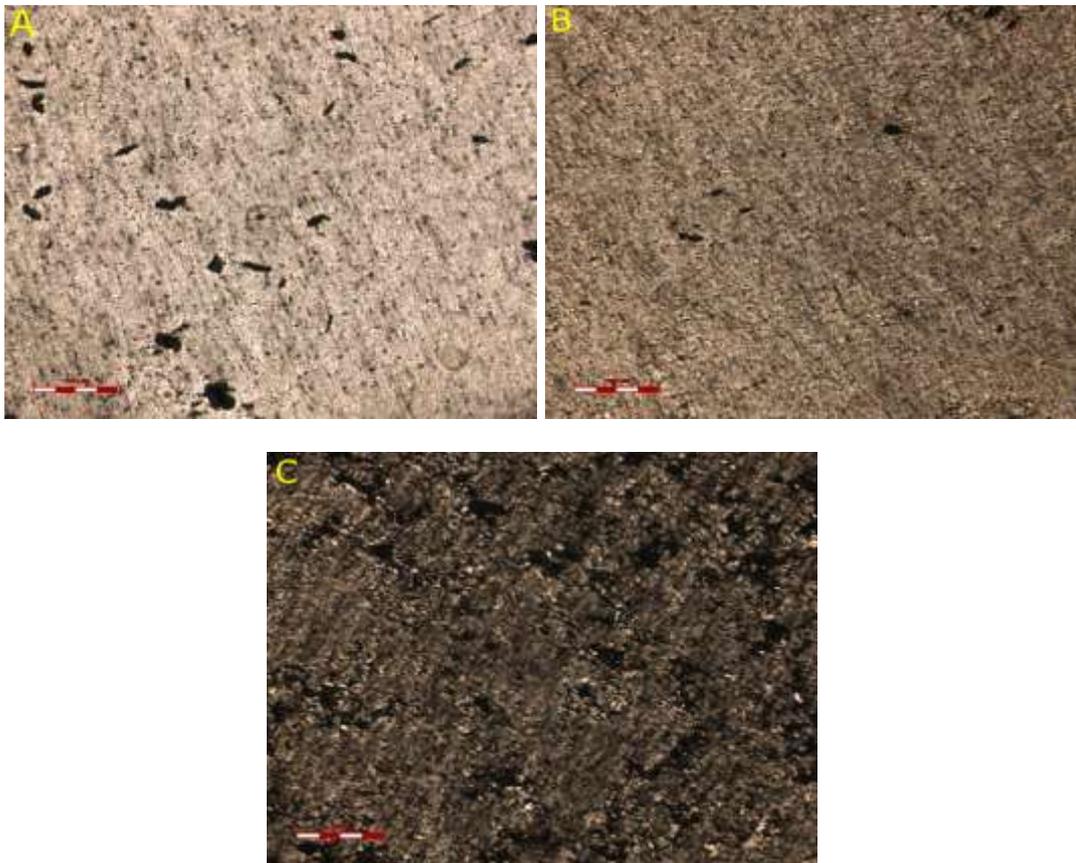


Figura 35 – Imagens no Confocal dos sinterizados em diferentes tempos de moagem e granulometria <270 mesh (aproximação de 50x). (A) amostra 04 (B) amostra 05 (C) amostra 06.

Pode-se constatar na figura 34 que o nióbio com granulometria superior proporcionou ao sinterizado a característica de porosidade maior que os CPs produzidos com nióbio com granulometria inferior, corroborando com o entendimento que o tamanho da partícula influencia diretamente no sinterizado através da difusão das partículas irregulares (GÓMEZ; HOTZA, 2018).

## 5.9. Microscopia do sinterizado análise no MEV

### 5.9.1. MEV amostra com nióbio >270 mesh

Nas imagens obtidas no MEV foi possível observar mais uma vez o impacto da moagem de alta energia no sinterizado com nióbio de >270 mesh, analisando as figuras 36, 37 e 38 em sequência, fica claro que a moagem de 4 horas proporciona mais homogeneidade para liga e com o aumento do tempo de moagem possibilita ao sinterizado surgimento de irregularidades e acréscimo de porosidade.

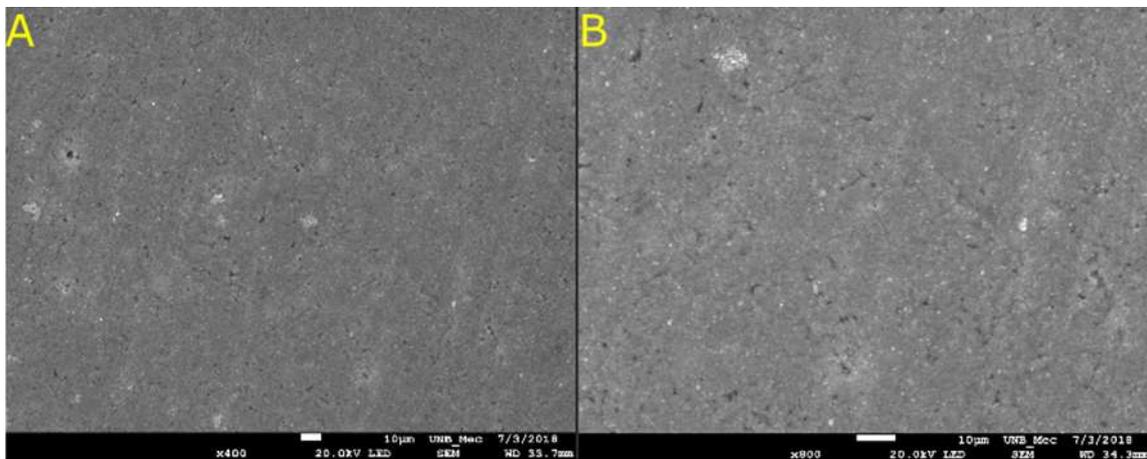


Figura 36 – Imagens no MEV amostra 01 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.

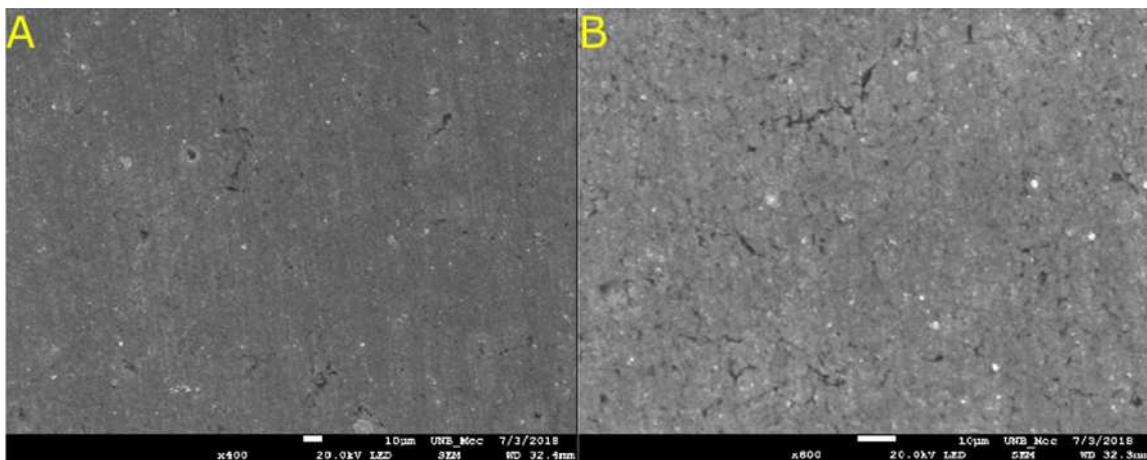


Figura 37 - Imagens no MEV amostra 02 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.

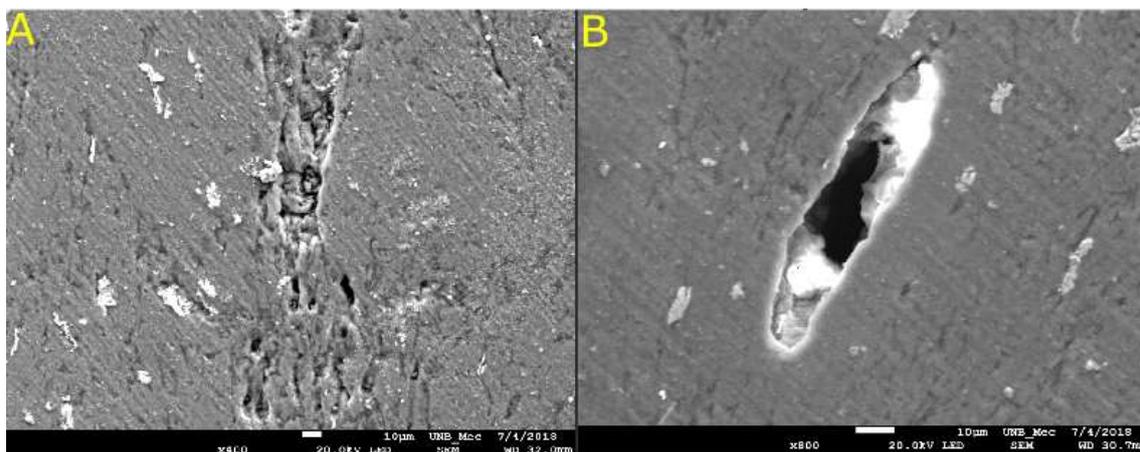


Figura 38 - Imagens no MEV amostra 03 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.

#### 5.9.2. MEV amostra com nióbio <270 mesh

O resultado obtido nas análises das imagens no MEV da liga com nióbio <270 mesh, corroboram com o entendimento dos efeitos da moagem de alta energia e do tamanho das partículas constituintes na mistura afetarem na densidade, porosidade e características mecânicas do sinterizado. Observa-se nas figuras 39, 40 e 41 em sequência, o aumento de irregulares e da porosidade com a moagem de alta energia, e comparando mencionadas imagens com as figuras 36, 37 e 38, podemos inferir que a partícula de nióbio irregular e com granulometria superior proporcionou ao sinterizado maior porosidade e maior irregularidades.

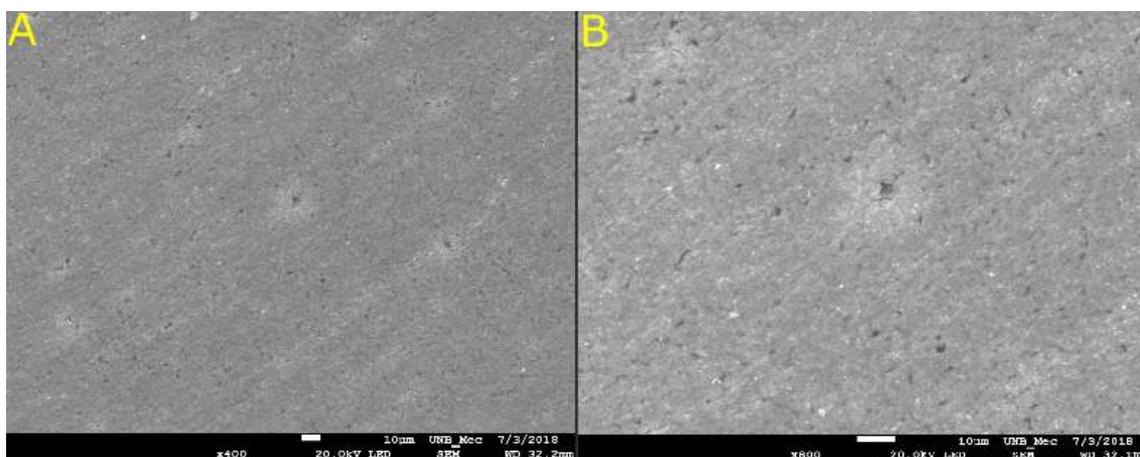


Figura 39 - Imagens no MEV amostra 04 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.

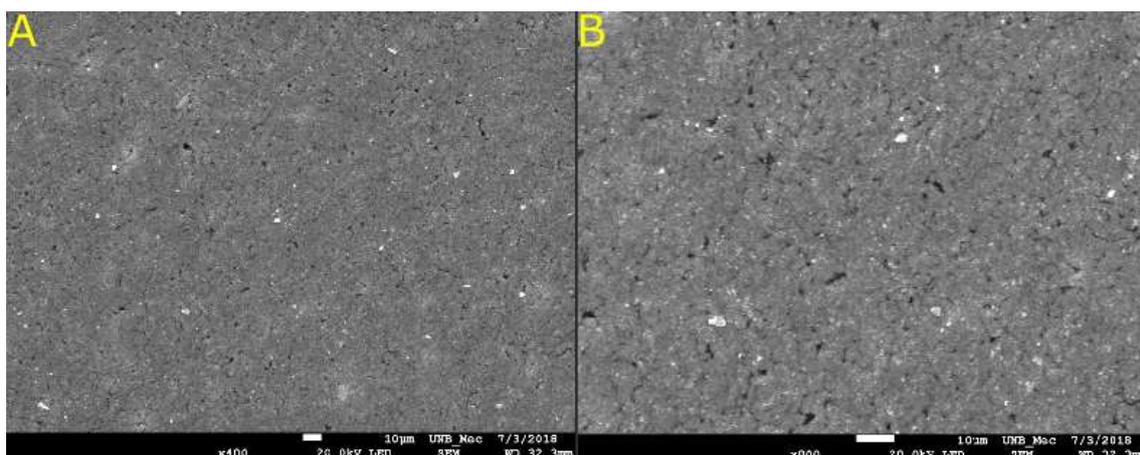


Figura 40 - Imagens no MEV amostra 05 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.

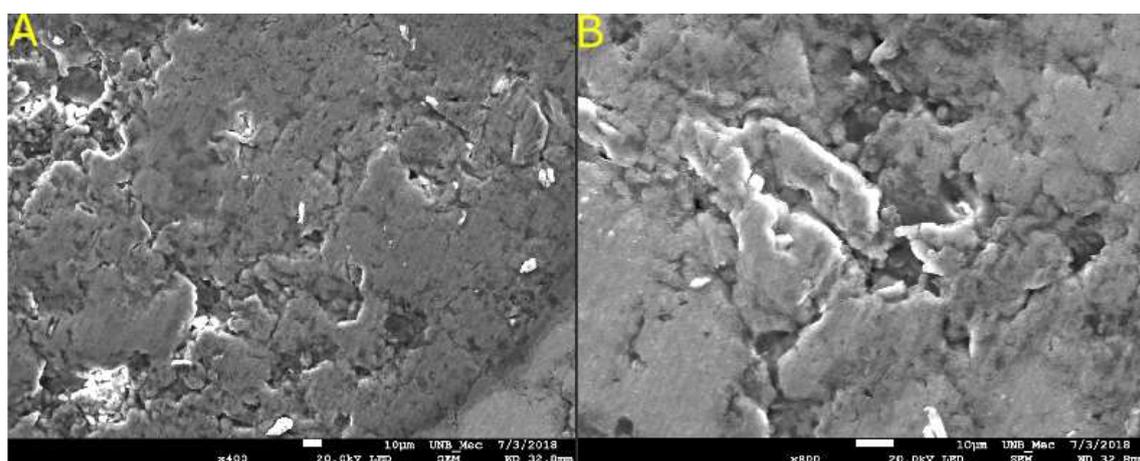


Figura 41 - Imagens no MEV amostra 06 sinterizado. (A) aproximação de 400x. (B) aproximação de 800x.

## 5.10. Análise do sinterizado no DRX.

### 5.10.1. DRX amostra com nióbio >270 mesh

Após utilização da técnica de difração de raios-X foram adquiridos os difratogramas pertencentes a cada CP, para identificação das fases nos CPs obtidos neste estudo foi utilizado o software Crystallographica Search Math, empregando as cartas de difração condidas em seu banco de dados referentes

aos elementos pretendidos. Foram utilizadas as cartas com numerações 65-2869, 89-5291 e 65-2666 pertinentes respectivamente aos elementos alumínio, nióbio e ao intermetálico  $\text{Al}_3\text{Nb}$ . As figuras 42 e 43 apresentam os espectros de difração correspondente aos CPs sinterizados.

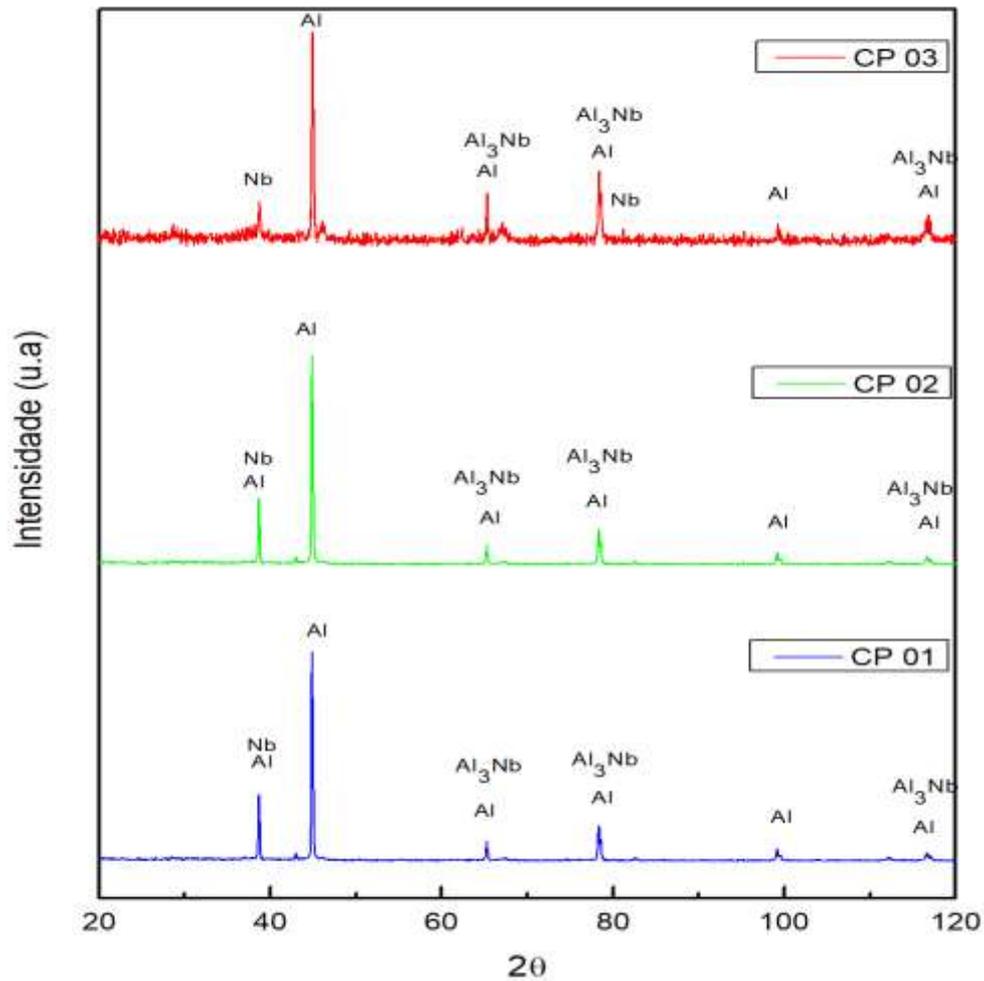


Figura 42 - DRX amostra com nióbio >270 mesh.

### 5.10.2. DRX amostra com nióbio <270 mesh

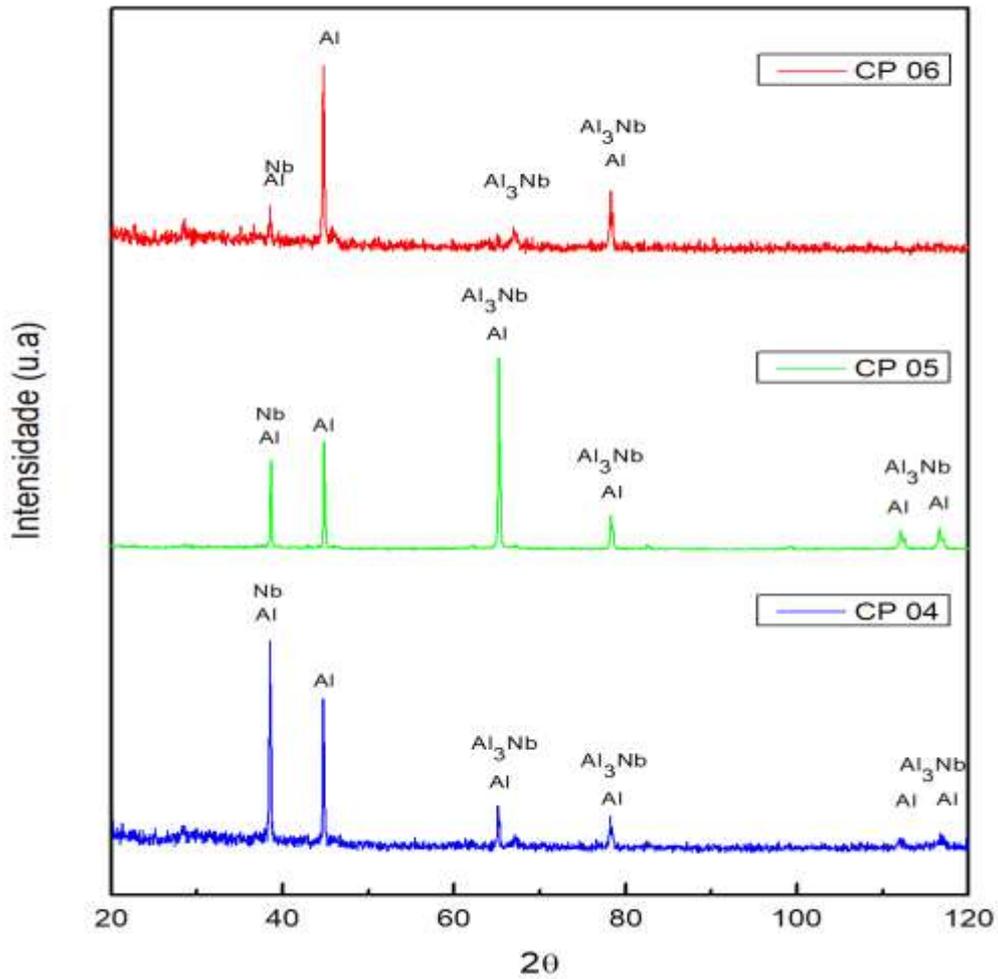


Figura 43 - DRX amostra com nióbio <270 mesh.

Considerando a sobreposição de picos em alguns ângulos de difração, foi necessária a utilização da técnica de deconvolução dos picos conflitantes, para identificação correta de cada pico (BENAVIDES, 2013), mencionado fim foi alcançado com êxito com o auxílio do programa Fityk empregando um ajuste Gaussiano.

Realizando a deconvolução dos picos nos difratogramas foi comprovado a presença do intermetálico Al<sub>3</sub>Nb em todos os CPs sinterizados, assim corroborando com a efetividade da técnica da metalurgia do pó em obter a liga Al1,2%Nb.

### 5.11. Análise do sinterizado no DSC.

Considerando o anexo II e analisando a figura 44, observamos que o resultado da análise de DSC do sinterizado, demonstra o aumento da temperatura de fundição nos CPs, referido aumento caracteriza difusão entre as partículas da mistura qualificando o sinterizado em uma liga metálica (CHIAVERINI, 2001).

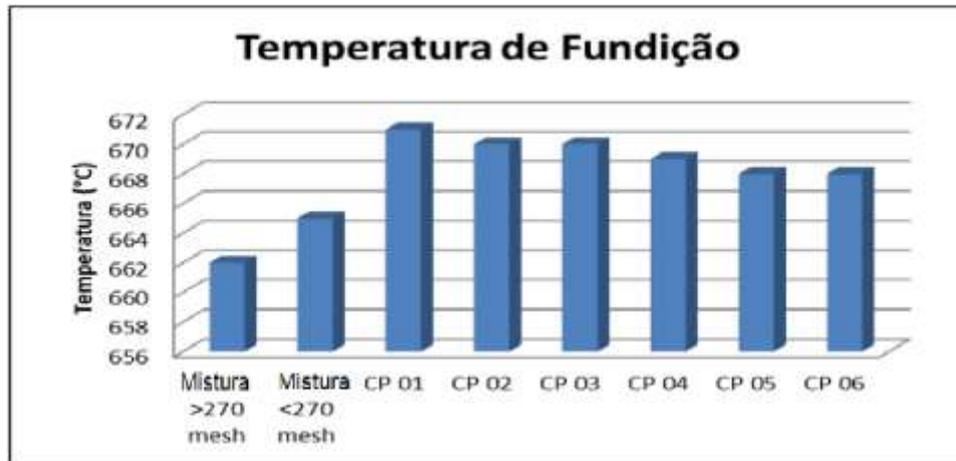


Figura 44 - Análise do sinterizado no DSC

### 5.12. Microdureza vickers

Tabela 8 - Especificações da Microdureza Vickers (HV – 50 gf)

Especificações da Microdureza Vickers	
Corpo de Prova (CP)	Microdureza (HV - 50 gf)
01	48,96 ± 6,06
02	53,46 ± 1,96
03	57,52 ± 7,05
04	54,10 ± 3,10
05	55,24 ± 2,29
06	33,28 ± 14,71

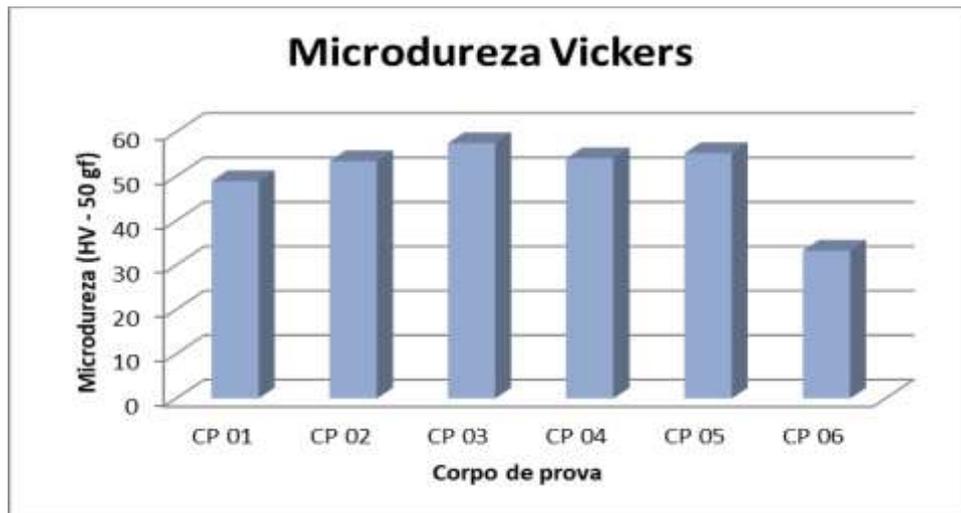


Figura 45 - Microdureza Vickers da liga Al1,2%Nb.

Ao analisar os resultados obtidos na microdureza Vickers e seus respectivos desvios padrão, podemos entender que não houve variação significativa entre as amostras da liga Al1,2%Nb obtida via metalurgia do pó.

Considerando que o maior resultado obtido nos CPs foi de 57,52HV e o menor 33,28HV. Tendo em vista pesquisas relacionadas a obtenção da mesma liga Al1,2%Nb (SILVA, 2017) pelo processo de fundição, onde obteve-se parâmetros semelhantes com relação a microdureza Vickers. Considerando que o processo de metalurgia do pó possui características de sustentabilidade superiores ao processo de fundição, como no maior aproveitamento da matéria prima e menor consumo de energia na produção. Comprova-se a superioridade da metalurgia do pó em produzir a liga com as mesmas características utilizando-se menor recurso.

## 6. CONCLUSÃO

Através deste estudo foram realizadas investigações envolvendo a influência da granulometria de nióbio e tempo de moagem na obtenção da liga Al1,2%Nb via metalurgia do pó, para determinada investigação foram obtidas as seguintes conclusões:

- A metalurgia do pó é uma técnica viável para obtenção da liga Al1,2%Nb;
- A moagem de alta energia proporciona as partículas da mistura formato lamelar, impactando diretamente na densidade e porosidade do sinterizado, concluiu-se que a moagem de 04 horas é mais apropriada em relação aos tempos estudados, por tornar o material menos poroso e com menores irregularidades;
- A granulometria do nióbio de <270 mesh proporciona ao sinterizado maior porosidade e irregularidades;
- A temperatura final de sinterização de 640 °C foi ideal para obtenção da liga Al1,2%Nb;
- Foi comprovado a presença do intermetálico Al<sub>3</sub>Nb em todos os CPs sinterizados, realizando a deconvolução dos picos nos difratogramas obtidos nas análises de DRX, assim corroborando com a efetividade da técnica da metalurgia do pó em obter a liga Al1,2%Nb;
- A temperatura de fundição do material foi alterada pelo processo de sinterização, caracterizando difusão entre as partículas da mistura, e corroborando com o entendimento do sinterizado ser uma liga metálica e não um compósito;
- Através da técnica de microdureza Vickers, podemos entender que não houve variação significativa entre as amostras da liga Al1,2%Nb

obtida via metalurgia do pó, entretanto, conclui-se a superioridade da MP em produzir a liga com as mesmas características utilizando-se menor recurso em comparação com outros processos metalúrgicos.

## 7. TRABALHOS FUTUROS

Em função da necessidade de se obter mais dados experimentais sobre o comportamento da adição de mínimas porcentagens de nióbio às ligas de alumínio, sugerem-se as seguintes pesquisas para trabalhos futuros:

- Pesquisar sobre a influência da variação da granulometria do nióbio na porosidade da liga Al1,2%Nb;
- Pesquisar a influência do tempo de sinterização na liga Al1,2%Nb;
- Encaminhar a liga Al1,2%Nb para divergentes níveis de corrosão e estudar a influência da adição de nióbio na liga em relação a corrosão;
- Alterar porcentagem de nióbio no sistema Al-Nb, e estudar interferências no material obtido;
- Realizar ensaios mecânicos de tração e fadiga bem como tratamentos térmicos, para uma melhor caracterização do material.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL. **Associação Brasileira do Alumínio**. Disponível em: <<http://abal.org.br/estatisticas/nacionais/perfil-da-industria/>>.

ALVES, A. R.; COUTINHO, A. DOS R. The Evolution of the Niobium Production in Brazil. **Materials Research**, v. 18, n. 1, p. 106–112, 2015.

American Society for Testing and Materials. ASTM E3-11: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. West Conshohocken: Copyright, 2011.

American Society for Testing and Materials. ASTM B331-16: Standard Test Method of Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction. West Conshohocken: Copyright, 2016.

American Society for Testing and Materials. ASTM B214-07: Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal Powders. West Conshohocken: Copyright, 2007.

ASM International the Materials Information Society. Binary phase diagram, Al (Aluminum), Nb (Niobium). Unique ID No.107022. (2014).

AZEVEDO, J. M. C.; SERRENHO, A. C.; ALLWOOD, J. M. Energy and material efficiency of steel powder metallurgy. v. 328, p. 329–336, 2018.

BADGER, J. Grindability of conventionally produced and powder-metallurgy high-speed steel. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, v. 56, n. 1, p. 353–356, 2007.

BAILON-POUJOL, I.; BAILON, J. P.; L'ESPÉRANCE, G. Ball-mill grinding kinetics of master alloys for steel powder metallurgy applications. **Powder Technology**, v. 210, n. 3, p. 267–272, 2011.

BAJPAI, G.; PUROHIT, R.; RANA, R. S. Development of Al-Nano Composites through Powder Metallurgy Process Using a Newly Designed Cold Isostatic Compaction Chamber. **Materials Today: Proceedings**, v. 2, n. 4–5, p. 2737–

2746, 2015.

BENAVIDES, V.,E (2013). Estudo das variações microestruturais de uma liga pseudoelástica de Ni-Ti tratada termicamente. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM.DM-49A/13. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 83p.

BENAVIDES, P. A.; SOTO, B.; PALMA, R. H. Liquid phase sintering of mechanically alloyed Mo-Cu powders. **Materials Science and Engineering A**, v. 701, n. June, p. 237–244, 2017.

BOLZONI, L.; GORDO, E. Powder metallurgy CP-Ti performances: Hydride – dehydride vs . sponge. **JOURNAL OF MATERIALS&DESIGN**, v. 60, p. 226–232, 2014.

BOLZONI, L.; GORDO, E. Materials Science & Engineering A Quantifying the properties of low-cost powder metallurgy titanium alloys. **Materials Science & Engineering A**, v. 687, n. January, p. 47–53, 2017.

CALLISTER, W.; RETHWISCH, D. **Materials science and engineering: an introduction**. [s.l: s.n.]. v. 94

CARSON, J. W.; PITTENGER, B. H.; JENIKE & JOHANSON INC. Bulk Properties of Powders. **ASM Handbook**, v. 7, p. 97–101, 1998a.

CARSON, J. W.; PITTENGER, B. H.; JENIKE & JOHANSON INC. Bulk Properties of Powders. **ASM Handbook**, v. 7, p. 287–301, 1998b.

CASAS, R.; GÁLVEZ, F.; CAMPOS, M. Microstructural development of powder metallurgy cobalt-based superalloys processed by field assisted sintering techniques (FAST). **Materials Science and Engineering A**, v. 724, n. April, p. 461–468, 2018.

CBMM - Companhia Brasileira de Mineração e Metalurgia. Disponível em: <<http://www.cbmmtech.ch/Paginas/biblioteca-tecnica-do-niobio.aspx>>.

CHIAVERINI, VICENTE. Metalurgia do pó: técnica e produtos / Vicente Chiaverini, 4º ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001. 326 pag.

CHAN, X. et al. Effect of niobium oxide phase on the furfuryl alcohol dehydration. **Catalysis Communications**, v. 97, n. November 2016, p. 65–69, 2017.

CHEN, X. et al. Materials Science & Engineering A Effects of niobium addition on microstructure and tensile behavior of as-cast ductile iron. **Materials Science & Engineering A**, v. 688, n. July 2016, p. 416–428, 2017.

CHO, T. W.; KIM, Y. S.; SOHN, D. S. Thermophysical properties of sintered aluminum-silicon. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 749, p. 1028–1035, 2018.

COLOMBINI, E. et al. High entropy alloys obtained by field assisted powder metallurgy route: SPS and microwave heating. **Materials Chemistry and Physics**, v. 210, p. 78–86, 2018.

Coutinho, M. M (2018). Correlação entre as propriedades mecânicas e microestruturais da liga Al0,4%Nb em diferentes condições de solidificação. Dissertação de Mestrado em Integridade de materiais da engenharia, Publicação 055A/2018, Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília, DF, 89.p.

DI ILIO, A.; LAMBIASE, F.; PAOLETTI, A. Grindability Assessment of Metal Matrix Composites. **Procedia CIRP**, v. 67, p. 313–318, 2018.

DNPM - Departamento Nacional de Produção Mineral. Disponível em: <<http://www.anm.gov.br/dnpm/sumarios/aluminio-sumario-mineral-2014/view>>.

FAN, K. C. et al. Development of auto defect classification system on porosity powder metallurgy products. **NDT and E International**, v. 43, n. 6, p. 451–460, 2010.

FEARNSIDE, P. M. Environmental and Social Impacts of Hydroelectric Dams in Brazilian Amazonia: Implications for the Aluminum Industry. **World Development**, v. 77, p. 48–65, 2016.

GEOLOGIA, S. D. E. MINERAÇÃO E TRANSFORMAÇÃO MINERAL MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA - MME. v. 2010, 2010.

GERMAN, R. M. **LIQUID PHASE SINTERING**. New York: Springer Science

Business Media, LLC, 1985.

Grupo setorial de metalurgia do pó. Disponível em: <<http://www.metalurgiadopo.com.br/Paginas/detalhes.asp?iType=1&iPic=4>>.

GÓMEZ, S. Y.; HOTZA, D. Predicting powder densification during sintering. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 38, n. 4, p. 1736–1741, 2018.

HAUSNEROVA, B.; NAGARAJ, B.; SANETRNÍK, D. Rheological properties of gas and water atomized 17-4PH stainless steel MIM feedstocks: Effect of powder shape and size. **Powder Technology**, v. 312, p. 152–158, 2017.

HE, H. et al. Effects of oxygen contents on sintering mechanism and sintering-neck growth behaviour of Fe–Cr powder. **Powder Technology**, v. 329, p. 12–18, 2018.

SILVA, J. I. S. (2017). Caracterização Microestrutural e Mecânica de Ligas Diluídas de Alumínio-Nióbio (Al-Nb). Dissertação de Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia, Publicação 52A/2017, Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília,DF, 89p.

JAROSLAV, Č.; VOJT, D. Microstructural and mechanical characteristics of porous iron prepared by powder metallurgy. v. 43, p. 494–501, 2014.

Kattner, U. R. Binary Alloy Phase Diagrams, 2nd edition (edited by T. B. Massalski) p. 180 ASM International, Materials Park (1990)

KAUFMAN, J. G. **Introduction to Aluminium Alloys and Tempers**. [s.l.: s.n.].

LAPIERRE-BOIRE, L. P. et al. Improvement of flow of an iron-copper-graphite powder mix through additions of nanoparticles. **Powder Technology**, v. 299, p. 156–167, 2016.

LIU, G.; MÜLLER, D. B. Addressing sustainability in the aluminum industry: A critical review of life cycle assessments. **Journal of Cleaner Production**, v. 35, p. 108–117, 2012.

LIU, Y. et al. Retraction Note to: Ultra-High Strength and Ductile Lamellar-Structured Powder Metallurgy Binary Ti-Ta Alloys. **Jom**, v. 68, n. 3, p. 1, 2018.

LONG, Y. et al. Segregation of niobium in laser cladding Inconel 718 superalloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 26, n. 2, p. 431–436, 2016.

MATERIALS, H.; AIMONE, P.; YANG, M. International Journal of Refractory Metals Niobium alloys for the chemical process industry. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, v. 71, n. November 2017, p. 335–339, 2018.

METALPÓ. Pós metálicos e peças sinterizadas. Disponível em: <<http://www.combustol.com.br/metalpo.php?cod=55>>.

MUNITZ, A.; GOKHALE, A. B.; ABBASCHIAN, R. Effect of supercooling on the microstructure of Al-Nb alloys. **Journal of Materials Science**, v. 35, n. 9, p. 2263–2271, 2000.

NEKOUIE, R. K.; RASHCHI, F.; JODA, N. N. Effect of organic additives on synthesis of copper nano powders by pulsing electrolysis. **Powder Technology**, v. 237, p. 554–561, 2013.

PETROV, P. Laser beam induced surface alloying of aluminum with niobium. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 113, n. 1, 2008.

SABZEVARI, M.; SAJJADI, S. A.; MOLOODI, A. Physical and mechanical properties of porous copper nanocomposite produced by powder metallurgy. **Advanced Powder Technology**, v. 27, n. 1, p. 105–111, 2016.

SUNDAY, K. J.; TAHERI, M. L. NiZnCu-ferrite coated iron powder for soft magnetic composite applications. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 463, n. May, p. 1–6, 2018.

V. BEHRENS, P. BEISS, B. COMMANDEUR, ET AL. **Advanced Materials and Technologies Volume 2**. New York Library: ISBN 3-540-42942-5 Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2003. v. 2

YAN, S. J. et al. Investigating aluminum alloy reinforced by graphene nanoflakes. **Materials Science and Engineering A**, v. 612, p. 440–444, 2014.

YIM, D. et al. Compaction behavior of water-atomized CoCrFeMnNi high-entropy alloy powders. **Materials Chemistry and Physics**, v. 210, p. 95–102, 2018.

ZHU, H. H.; FUH, J. Y. H.; LU, L. The influence of powder apparent density on the density in direct laser-sintered metallic parts. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v. 47, n. 2, p. 294–298, 2007.

TAA – **The Aluminum Association**. Disponível em:  
<[Http://www.aluminum.org/aluminum-advantage/student-educational-resources](http://www.aluminum.org/aluminum-advantage/student-educational-resources)>.

## ANEXOS

### Anexo I – Resultado da análise de DSC da mistura

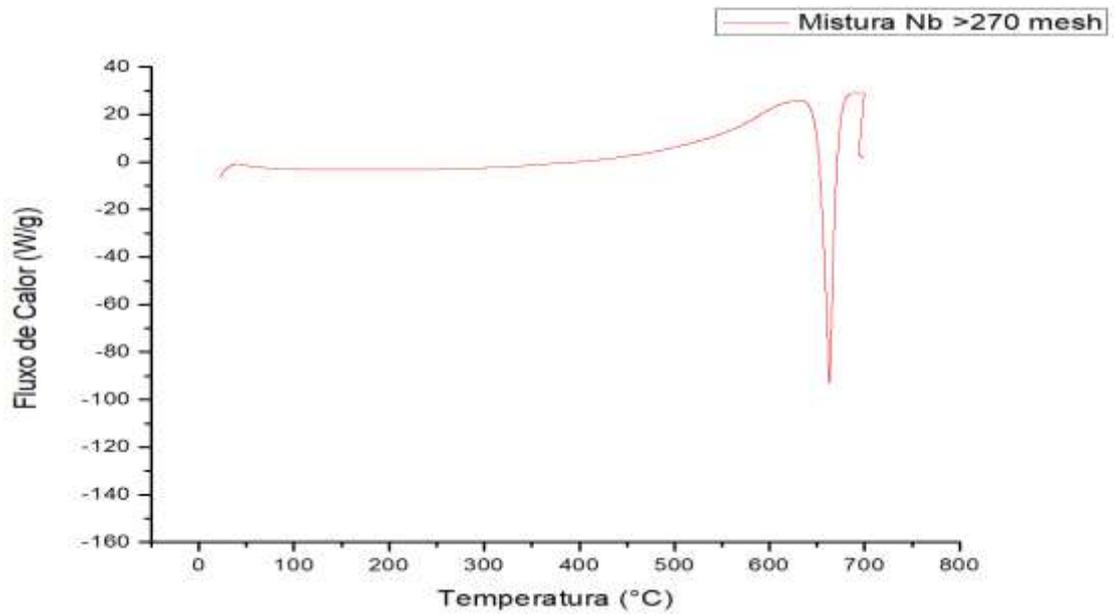


Figura 46 - Análise DSC mistura com nióbio > 270 mesh

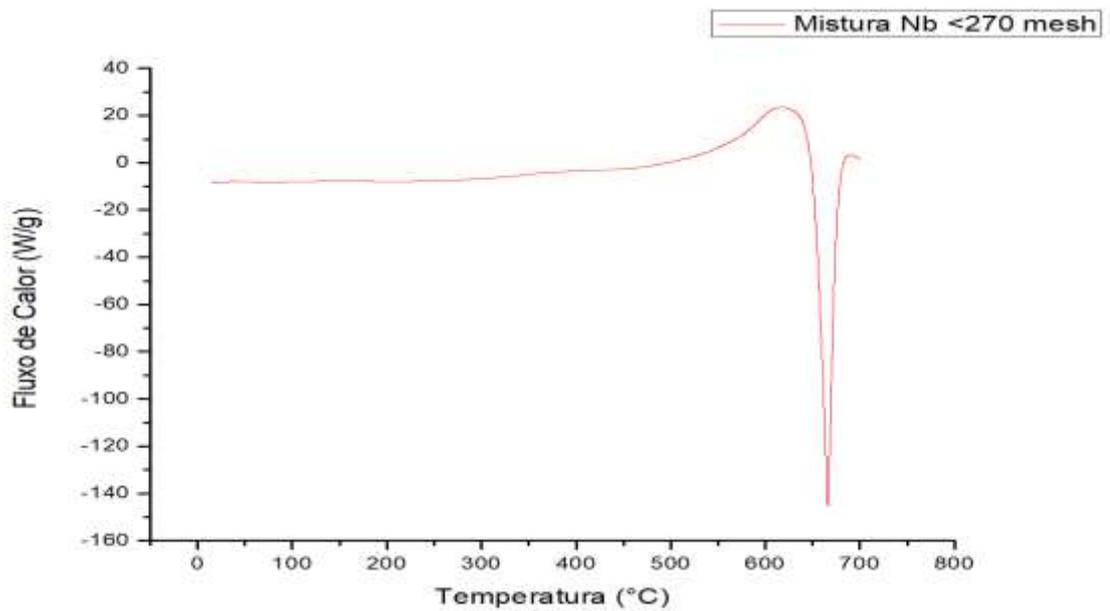


Figura 47 - Análise DSC mistura com nióbio < 270 mesh.

Anexo II – Resultados da análise de DSC do sinterizado

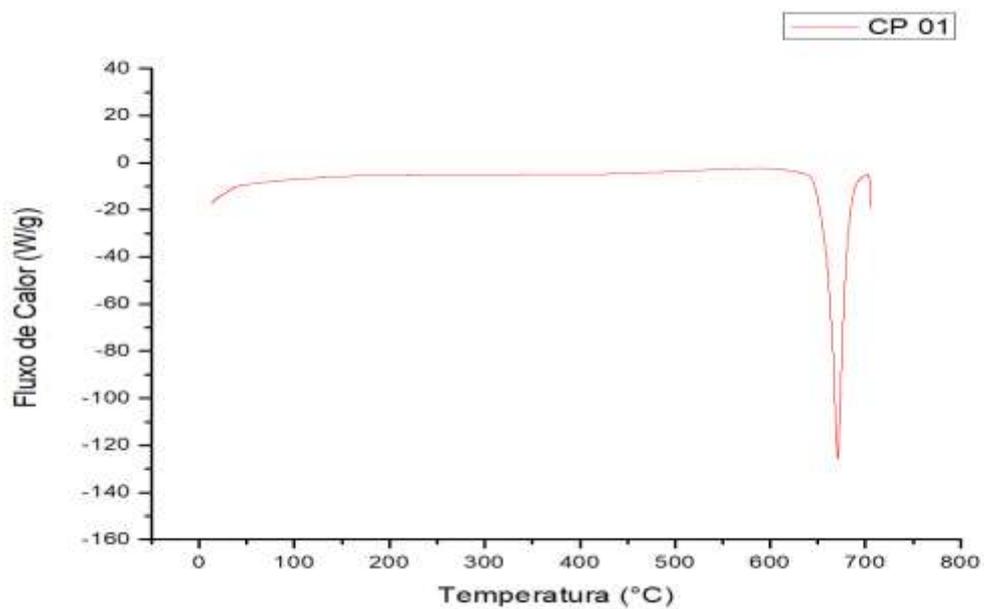


Figura 48 - Análise DSC do sinterizado CP 01.

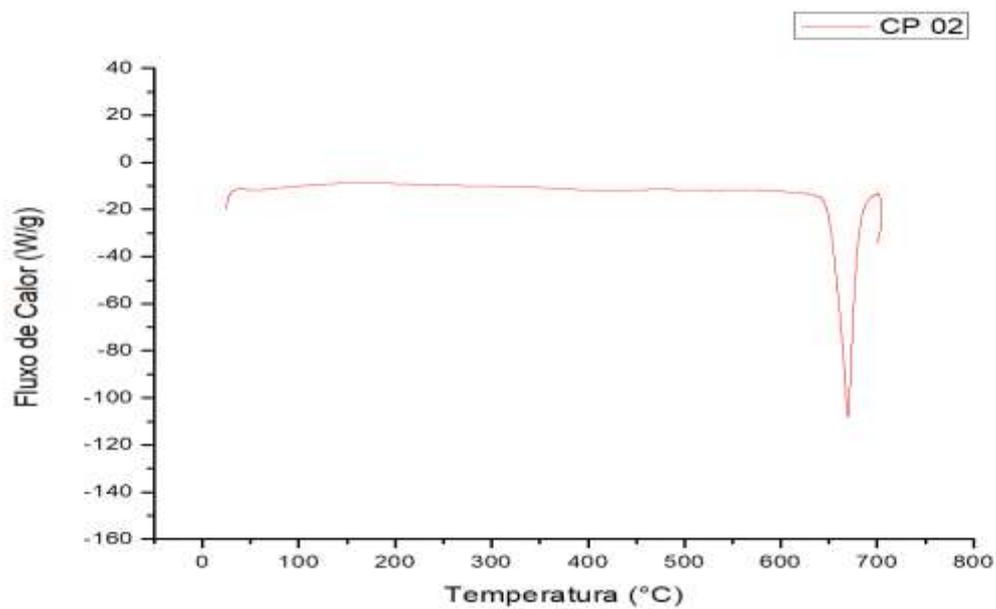


Figura 49 - Análise DSC do sinterizado CP 02.

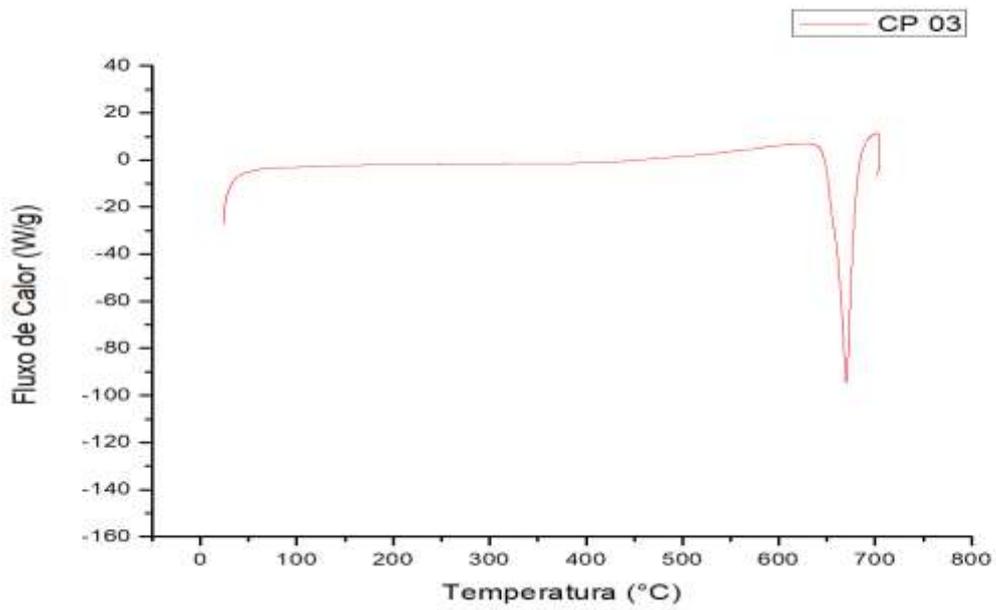


Figura 50 - Análise DSC do sinterizado CP 03.

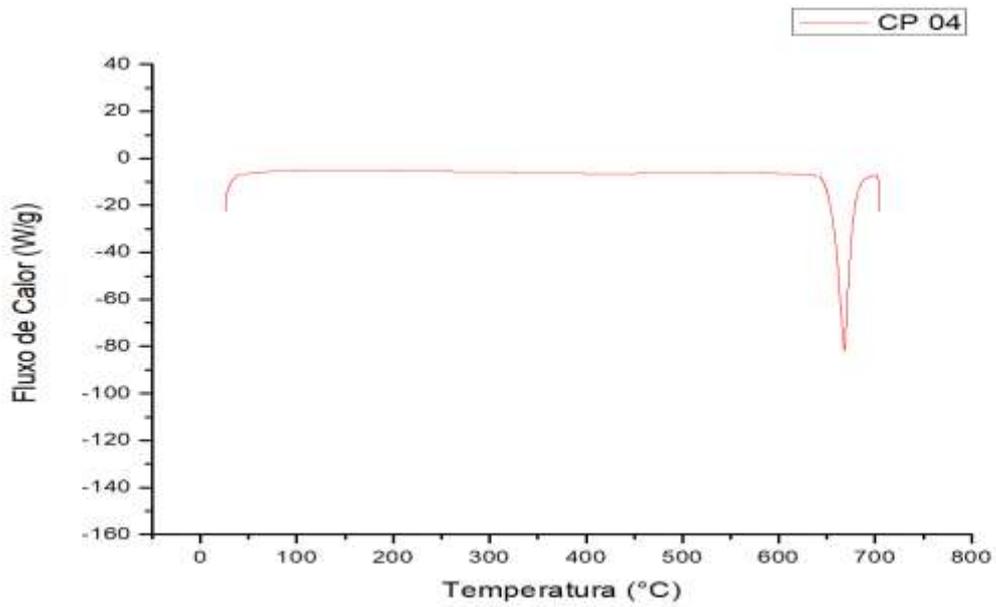


Figura 51 - Análise DSC do sinterizado CP 04.

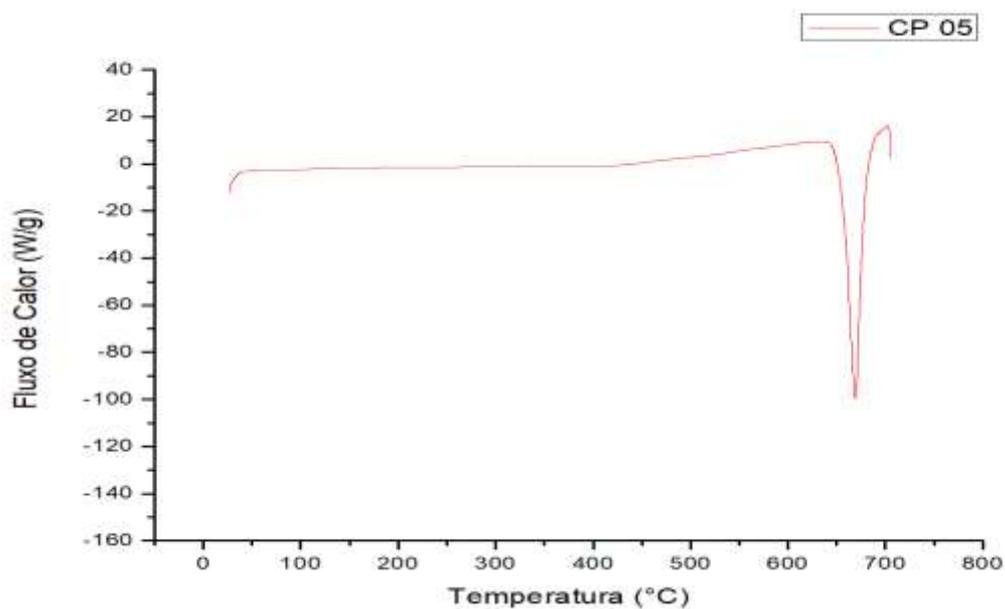


Figura 52 - Análise DSC do sinterizado CP 05.

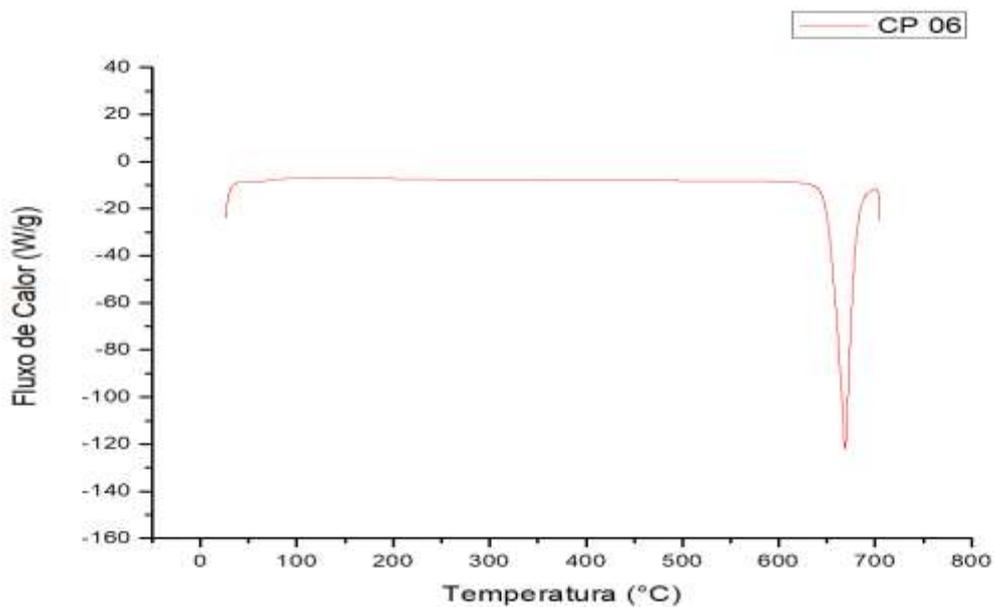


Figura 53 - Análise DSC do sinterizado CP 06.