

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

**EFEITO DO TEMPO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA
NA OBTENÇÃO DA LIGA Al-2%Nb**

MICHAELLA SOCORRO BRUCE FIALHO

ORIENTADORA: PALLOMA VIEIRA MUTERLLE

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS

PUBLICAÇÃO: ENM.DM-304/2019

BRASÍLIA/DF: FEVEREIRO/2019

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

EFEITO DO TEMPO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA
NA OBTENÇÃO DA LIGA Al-2%Nb

MICHAELLA SOCORRO BRUCE FIALHO

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO 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 MECÂNICAS.

APROVADA POR:

Prof. Dr^a. Palloma Vieira Mutterle
(Orientadora)

Prof. Dr. Cosme Roberto Moreira da Silva
(Examinador Interno)

Prof. Dr. Emmanuel Pacheco Rocha Lima
(Examinador Externo)

Brasília, 28 de fevereiro de 2019.

FICHA CATALOGRÁFICA

FIALHO, MICHAELLA SOCORRO BRUCE FIALHO

EFEITO DO TEMPO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA NA OBTENÇÃO DA LIGA Al-2%Nb [Distrito Federal] 2019.

Nº. 92p. 210 x 297 mm (ENC/FT/UnB, Mestre, Ciências Mecânicas, 2019).

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

Departamento de Engenharia Mecânica.

1. METALURGIA DO PÓ

2. TEMPO DE MOAGEM

3. LIGAS DE ALUMÍNIO

4. NIÓBIO

I. ENC/FT/UnB

II. Mestre

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

FIALHO, M.S.B. (2019). EFEITO DO TEMPO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA NA OBTENÇÃO DA LIGA Al-2%Nb. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas. Publicação ENM.DM- 304/2019. Departamento de Engenharia Mecânica. Universidade de Brasília. Brasília DF, 90p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Michaella Socorro Bruce Fialho

TÍTULO: EFEITO DO TEMPO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA NA OBTENÇÃO DA LIGA Al-2%Nb

GRAU: Mestre ANO: 2019

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 deste por escrito.

MICHAELLA SOCORRO BRUCE FIALHO

michaella.socorro@gmail.com

DEDICATÓRIA

*Aos meus pais Edevaldo Albuquerque
Fialho e Eudes Bruce Fialho
com muito amor e gratidão por tudo o que
já fizeram a mim. Ao Thiago Pedrosa do
Nascimento pelo infinito apoio.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço a *Deus* pela oportunidade de conclusão deste curso de Mestrado.

À Professora *Palloma Vieira Muterlle* pela orientação, suporte durante as dificuldades e pelos conhecimentos passados para a realização deste trabalho.

A todos os *professores* do PCMEC e *técnicos* do SG-09 – UnB.

Ao Professor *José Antônio Coaquira* e ao aluno *Marco Martinez* pela ajuda e permissão na utilização do forno tubular no Instituto de Física-UnB.

Aos meus queridos pais *Edevaldo Albuquerque Fialho* e *Eudes Bruce Fialho* pelo apoio incondicional durante estes dois anos em Brasília. A minha irmã *Jéssica Bruce Fialho Collyer*, pelo apoio e ombro amigo e ao meu cunhado *Victor Lemos Collyer*. Ao meu irmão *Bruno Bruce Fialho*.

Ao meu noivo *Thiago Pedrosa do Nascimento* pelo incentivo, amor, paciência e companheirismo em toda esta trajetória e a minha sogra *Neire Lane Pedrosa do Nascimento* por sempre me apoiar e acreditar em meus estudos.

Aos engenheiros e amigos *Bruna Clarissa Guimarães, Divino Diogo Nascimento, Diego Carvalho, Emerson de Souza de Jesus, Gustavo Reinke, Layse Mendes Diniz, Maycol Moreira Coutinho, Natalia Torres* e *Thiago Primo* lembrarei de vocês eternamente dos cafés, das risadas e dos desesperos, estão guardados para sempre no meu coração.

À todos os meus *amigos* e *familiares*, e em especial a minha madrinha *Maria Eutides* (Tidinha) que sempre me encorajou a seguir meus sonhos e agora cuida de mim lá no céu.

À Paroquia Nossa Senhora do Carmo – Comunidade Cristo Rei por rezarem por mim e em especial a *Pastoral da Catequese* por compreenderem a minha ausência nestes dois anos.

À CAPES pela concessão da bolsa de mestrado e ao DPG pelo apoio financeiro.

“Always pass on what you have learned.”

Yoda.

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo avaliar a influência do tempo de moagem de alta energia nas características e propriedades da liga Alumínio-Nióbio na proporção de 2% em peso de Nb. Os pós elementares de Alumínio e Nióbio foram processados nos tempos de 2, 4, 8 e 16 horas em um moinho de bolas planetário sob uma atmosfera a vácuo. A razão bola-pó utilizada foi de 10:1 com esferas de 10mm de diâmetro de aço duro. As misturas foram compactadas em uma matriz uniaxial a frio e sinterizadas em um forno tubular com a taxa de aquecimento de 5° graus por minuto sob uma atmosfera de argônio a uma temperatura de 670° graus durante uma isoterma de duas horas. As misturas foram caracterizadas por MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) acoplado com EDS (Espectroscopia de Energia Dispersiva), observou-se que o aumento do tempo de moagem favorece a formação de agregados e partículas lamelares, assim como, foram encontradas partículas de Alumínio aderidas as partículas de Nióbio em todas as misturas. Observou-se que a mudança de morfologia das partículas conforme aumenta o tempo de moagem afeta diretamente nas densidades e nos processos subsequentes da Metalurgia do Pó. Os valores de densidade encontrados diminuíram conforme houve o aumento do tempo de moagem, a densidade aparente da mistura de 16 horas diminui em torno de 26% e a densidade a verde de aproximadamente 5% em relação ao tempo de 2 horas. Os sinterizados apresentaram porosidades e defeitos, o que influenciou diretamente nos resultados de densidade e dureza, a amostra que obteve a maior densidade foi a de 8 horas de moagem. A técnica de difração de raios-X apresentou o intermetálico Al_3Nb . A maior média de microdureza encontrada foi para o tempo de 4 horas de 56,94 HV/50gf \pm 2,62 e o menor valor médio encontrado foi de 40,10 HV/50gf \pm 3,10 para o tempo de 2 horas de moagem.

Palavras – Chave: Metalurgia do pó, Tempo de Moagem, Ligas de Alumínio, Nióbio.

ABSTRACT

This work aims to evaluate the influence of mechanical alloying of milling time on the properties and properties of the Niobium-Aluminum alloy in the proportion of 2% by weight of Nb. The aluminum and Niobium elementary powders were processed at the times of 2, 4, 8 and 16 hours in a planetary ball mill under a vacuum atmosphere. The ball-powder ratio used was 10: 1 with 10mm diameter spheres of hard steel. The mixtures were compacted into a cold uniaxial matrix and sintered in a tubular furnace at a heating rate of 5 degrees per minute under an argon atmosphere at a temperature of 670 degrees during a two hour isotherm. The mixtures were characterized by SEM (Scanning Electron Microscope) coupled with EDS (Dispersive Energy Spectroscopy), it was observed that the increase of the milling time favors the formation of lamellar aggregates and particles, as well as that of aluminum particles adhered to the Niobium particles in all the mixtures. It has been observed that the change in the morphology of the particles as the milling time increases directly affects the densities and subsequent Powder Metallurgy processes. The density values found decreased as the grinding time increased, the apparent density of the 16 hours blend decreased by about 26% and the green density was approximately 5% over the 2 hours time. The sintered samples presented porosities and defects, which directly influenced the results of density and hardness, the sample that obtained the highest density was the 8 hours of milling. The X-ray diffraction technique showed the intermetallic Al₃Nb. The highest microhardness average was found for the 4 hours time of 56.94 HV/50 gf ± 2.62 and the lowest average value found was 40.10 HV/50 gf ± 3.10 for the 2 hours milling time.

Keywords: Powder Metallurgy, Time Milling, Aluminum Alloys, Niobium.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	17
1.1 Objetivos	19
1.1.1. Objetivo Geral.....	19
1.1.2. Objetivos Específicos.....	19
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	20
2.1. Alumínio.....	20
2.2. Nióbio.....	24
2.3. Alumínio - Nióbio	26
2.4. Metalurgia do Pó	29
2.5. Fabricação de Pós Metálicos	32
2.5.1 Obtenção do Pó de Alumínio.....	33
2.5.2 Obtenção do Pó de Nióbio.....	34
2.6. Mistura dos pós e Moagem de Alta Energia	35
2.6.1 Variáveis de Processo	37
2.7 Compactação	40
2.7.1 Compactação Uniaxial.....	42
2.8 Sinterização	43
2.8.1 Sinterização no Estado Sólido	44
2.8.2 Sinterização no Estado Líquido	45
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	47
3.1 Caracterização da Matéria Prima	48
3.2 Moagem de Alta Energia.....	49
3.3. Compactação	50
3.4. Dilatometria.....	51

3.5. Sinterização	51
3.6. Metalografia	53
3.7. Medidas de densidade e porosidade	53
3.7.1 Densidade Aparente	53
3.7.2 Densidade a Verde.....	54
3.7.3 Densidade Teórica	55
3.7.4 Densidade do Sinterizado	55
3.7.5 Porosidade.....	56
3.8. Difração de raios-X	57
3.9. Microdureza	57
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	58
4.1 Pós metálicos como Matéria Prima e Misturas	58
4.1.1 Pó de Alumínio (Al).....	58
4.1.2 Pó de Nióbio (Nb).....	59
4.2. Análise morfológica das misturas	60
4.4. Análise Dilatométrica.....	67
4.5. Cálculo da densidade aparente dos pós após amoagem.....	67
4.6. Cálculo da densidade teórica.....	69
4.7. Cálculo das densidades a verde	69
4.8. Densidade dos sinterizados	70
4.9. Porosidade	72
4.10. Microscopia dos sinterizados	72
4.11. Análise DRX	76
4.12. Microdureza Vickers.....	77
5. Considerações Finais.....	79

6. Sugestão para Trabalhos Futuros	80
Referências Bibliográficas	81
ANEXOS	87

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Demanda global do Alumínio por segmento.	20
Figura 2 - Ciclo do Alumínio	21
Figura 3 - Produção de Nb e Reserva estimada.....	25
Figura 4 - Diagrama de fases Al-Nb.....	27
Figura 5 - Fluxograma MP ADAPTADO.	31
Figura 6 - Formato das partículas..	32
Figura 7 – Atomização a gás.	33
Figura 8 - Fluxograma HDH.	34
Figura 9 - Esboço esquemático do processo entre o pó metálico e as esferas.....	36
Figura 10 - Moinho Planetário.....	39
Figura 11 – Estágios da Compactação.....	41
Figura 12 - Estágios de Sinterização	45
Figura 13 - Mecanismo Sinterização fase líquida.	46
Figura 14 - Fluxograma do Procedimento Experimental.	47
Figura 15 – Microscópio Eletrônico de Varredura MEV.....	48
Figura 16 – (a) Esquema de fixação do Vaso de Moagem (b) Vaso de moagem.	50
Figura 17 - Dilatômetro Netzsch-DIL 420.	51
Figura 18 – Forno Tubular Carbolite MTF 12/25/250.	52
Figura 19 - Rampa de aquecimento de Sinterização.	52
Figura 20 - Pó de Alumínio.	59
Figura 21 - Pó de Nióbio.	59
Figura 22 - Moagem 2 horas.....	60
Figura 23 - 2 horas BSE.	61
Figura 24 - Moagem de 4 horas.....	62

Figura 25 – 4 horas BSE.....	63
Figura 26 - Moagem de 8 horas.....	64
Figura 27 - 8 horas BSE.	65
Figura 28 - Moagem 16 horas.....	66
Figura 29 - 16 horas BSE.	66
Figura 30 - Gráfico Dilatômetro.....	67
Figura 31 - Reaarranjo das partículas	68
Figura 32 – Compactação Uniaxial de partículas.....	69
Figura 33 - Gráfico Densidade a verde e sinterizado	71
Figura 34 – Sinterizado MEV 2 horas de MAE	73
Figura 35 – Sinterizado CONFOCAL 2 horas de MAE.....	73
Figura 36 – Sinterizado MEV 4 horas de MAE	73
Figura 37 – Sinterizado CONFOCAL 4 horas de MAE.....	74
Figura 38 – Sinterizado MEV 8 horas de MAE	74
Figura 39 – Sinterizado CONFOCAL 8 horas de MAE.....	74
Figura 40 - Sinterizado MEV 16 horas de MAE	75
Figura 41 - Sinterizado CONFOCAL 16 horas de MAE	75
Figura 42 - DRX das amostras sinterizadas.....	76
Figura 43 - Microdureza	78

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades Físicas e Químicas do Al	22
Tabela 2 - Propriedades Físicas e Químicas do Nb	25
Tabela 5 - Variáveis de processo	50
Tabela 4 - Composição química pó de Alumínio	58
Tabela 5 - Composição química pó de Nióbio	58
Tabela 6 - Densidade Aparente	68
Tabela 7 - Densidade a verde	70
Tabela 8 - Densidade do sinterizado.....	71
Tabela 9 - Porosidade	72
Tabela 10 – Microdureza Vickers	77

LISTA DE SÍMBOLOS

Al – Alumínio

Nb - Nióbio

ρ_{Al} – Densidade do alumínio

ρ_{ap} – Densidade aparente

ρ_{Nb} – Densidade do nióbio

ρ_t – Densidade teórica

ρ_v – Densidade a verde

ρ_{sint} – Densidade do sinterizado

LISTA DE ABREVIATURAS

ACP – Agente de Controle de Processo

ASTM – *American Society for Testing Materials*

BRP – Proporção bola-pó

BSE – *Backscattering Electrons*

DRX – Difração de raios-X

DSC – *Differential Scanning Calorimetry*

EDS – Espectroscopia de Energia dispersiva

EDX – Espectrofotometria de fluorescência de raios-x

HDH – Hidrogenação-Desidrogenação

HV – Dureza Vickers

IUPAC – *International Union of Pure and Applied Chemistry*

MAE – Moagem de Alta Energia

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

MWh – Mega Watt-hora

MP – Metalurgia do Pó

RPM – Rotações por minuto

t - toneladas

1. INTRODUÇÃO

O Alumínio é o metal não-ferroso mais consumido no mundo, apresenta um consumo anual de aproximadamente 24 milhões de toneladas, suas propriedades únicas, como o peso leve em comparação a outros metais, fazem dele um material ideal para diversas aplicações na produção de automóveis e caminhões, embalagens de alimentos e bebidas, construção de edifícios, transmissão de eletricidade, desenvolvimento de infraestruturas de transporte, produção de equipamentos de defesa e aeroespacial, fabricação de máquinas e ferramentas, etc., conforme a demanda por avanços em estudos e desenvolvimentos de novas tecnologias de materiais aumenta, o interesse pelo o alumínio tende a se expandir pelas próximas décadas, sobretudo por sua peculiaridade de reaproveitamento sem perder suas características e propriedades destacando a sustentabilidade ambiental e economia de energia (TOTTEN; MACKENZIE, 2003) (ABAL, 2018).

O Brasil possui uma das maiores reservas de bauxita do mundo, ficando atrás apenas da Austrália e Guiné, e o terceiro maior produtor de alumina do mercado mundial estando atrás da China e Austrália. A bauxita é o minério mais utilizado para a extração da alumina, e alumina é a principal fonte para a produção do alumínio primário. Os principais importadores da produção brasileira são os Estados Unidos e o Canadá (RUYS, 2018). Daí a importância da produção brasileira de alumínio para a economia nacional, pois indiretamente influencia na movimentação da economia, no crescimento do PIB e na geração de empregos (ABAL, 2018).

O Alumínio apesar de possuir propriedades e características mecânicas inferiores a outros metais existentes, quando combinado aos chamados elementos de liga e do teor utilizado proporciona melhores propriedades ao material. As ligas de Alumínio atualmente têm sido importante no desenvolvimento tecnológico do campo da engenharia, tornando-as altamente interessantes para obtenção de novos materiais e sobretudo por sua vasta aplicação.

O Brasil é detentor de 98% da reserva global de Nióbio disponível, e o maior produtor de Nb metálico para produção da manufatura mundial. O Nióbio é um metal promissor e de grande interesse tecnológico e científico. Pode ser utilizado em praticamente todas as áreas, como: automotiva, aeroespacial e área médica. No entanto,

apesar de possuir a maior reserva e ser o maior produtor mundial, o Brasil pouco se tem estudado a respeito do Nb (RODRIGUES; JÚNIOR, 2009).

Assim, o desenvolvimento por novos materiais e a melhoria de propriedades mecânicas, elétricas e térmicas existentes tem sido a preocupação dos cientistas e engenheiros de materiais há várias décadas. Por essa razão, novas rotas de processamento e fabricação de materiais estão em constante adaptação para obtenção de novos materiais, com estruturas pré-determinadas que afetam e melhoram as propriedades em aplicações de diversos setores da engenharia (ZHAO, 2013).

Diante do exposto, a *Mechanical Alloying* é relativamente uma técnica simples e eficiente, pois consiste na obtenção de ligas e compósitos que não podem ser fabricadas por nenhuma outra técnica de fabricação, é utilizada para sintetizar fases de equilíbrio, diminuição do tamanho de partícula, nanocompósitos e materiais avançados. Dessa forma, esta pesquisa propõe a produzir a liga Al-Nb pelo processo de moagem de alta energia, variando o tempo de processamento. Além disso, o controle e as caracterizações morfológicas e microscópicas (forma e tamanho) dos materiais leva a mudanças significativas em suas propriedades e comportamentos (EL-ESKANDARANY, 2015).

1.1 Objetivos

1.1.1. Objetivo Geral

O objetivo desta pesquisa é obtenção da liga Al-2%Nb, e analisar o efeito do tempo de moagem de alta energia nas características da liga obtida.

1.1.2. Objetivos Específicos

- Obter a liga Al-2%Nb por moagem de alta energia nos tempos de 2, 4, 8, 16 horas;
- Verificar a influência da morfologia do pó no processo;
- Identificar as fases obtidas durante a variação do tempo de moagem no sinterizado;
- Caracterizar as propriedades finais da liga.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. Alumínio

O Alumínio (Al) corresponde aproximadamente 30% da crosta terrestre, sendo o metal mais abundante disponível na natureza foi desenvolvido pela primeira vez em 1825 pelo cientista dinamarquês Hans Christian Oersted onde publicou um artigo relatando seus experimentos e descrevendo o metal como fosco e brilhante, porém, somente em 1886 o estudante Hall e engenheiro francês Heroult desenvolveram o processo eletrolítico utilizado na obtenção do alumínio atualmente (VENETSKY, 1981).

As principais características do Al são condutividade, impermeabilidade, leveza e maleabilidade que permitem diversas aplicações em diferentes segmentos como mostra a Figura 1, tornando um dos metais mais competitivos no mercado industrial. O principal interesse tecnológico é a alta reciclabilidade podendo ser reaproveitado mesmo após longos anos de uso. Estima-se que 30% da oferta mundial são provenientes da reciclagem, e cerca de 90% do processo de reciclagem é mais eficiente que a produção do alumínio primário, ocasionando em economia de energia, matéria-prima e a redução de resíduos ao meio ambiente (ABAL; CUPRUM 2018).

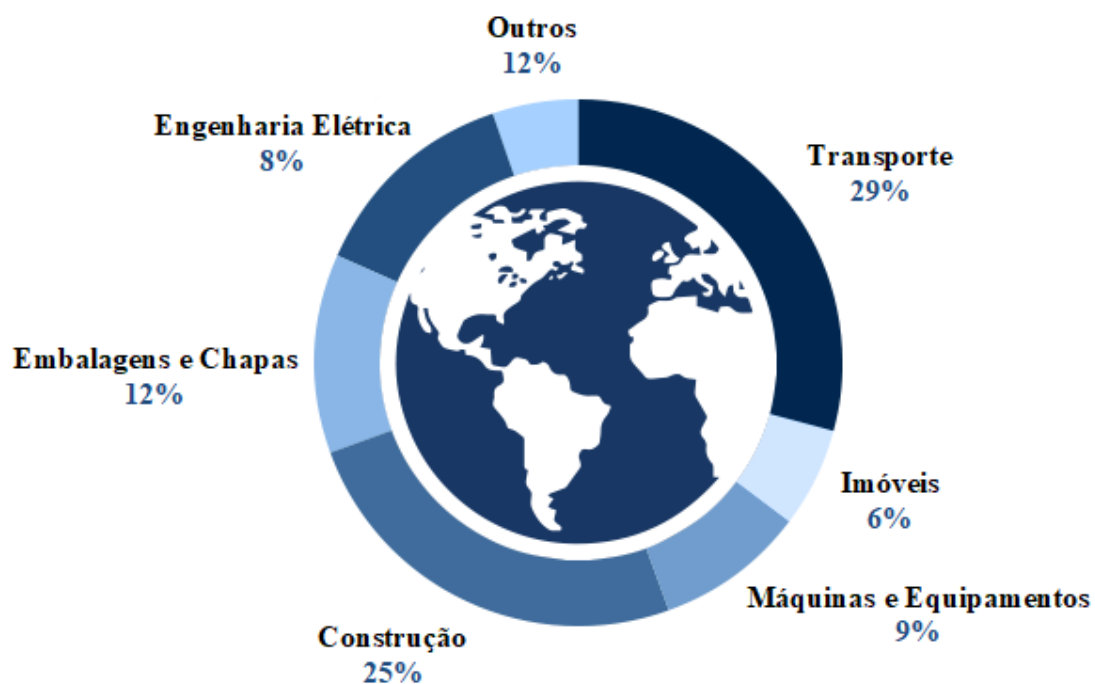


Figura 1 - Demanda global do Alumínio por segmento (CUPRUM, 2018).

A produção do alumínio primário envolve muitos processos industriais independentes e divide-se em cinco etapas principais (Figura 2): mineração da bauxita, produção da alumina, produção do alumínio primário, fabricação do alumínio e a manufatura.

A partir da extração do minério da bauxita que contém aproximadamente de 35 a 45% de óxidos de alumínio, é obtido a alumina pelo processo desenvolvido por Karl Josef Bayer em 1889, conhecido como processo Bayer, sendo necessárias entre duas a quatro toneladas de bauxita para a produção de uma tonelada de alumina. Posterior a isso, o alumínio primário é então produzido pelo processo eletrolítico de Hall-Héroult, em que a alumina se dissolve em um banho eletrolítico de criolita fundida resultando em alumínio líquido e em seguida moldado em lingotes para assim então encaminhado para a fabricação do produto final (SCHLESINGER, 2007) (HYDRO, 2012).



Figura 2 - Ciclo do Alumínio (HYDRO, 2012).

As empresas fabricantes de alumínio estão em constante inovação, e buscam cada vez mais desenvolver novas tecnologias inteligentes para redução de custos de produção e tornar o processo mais econômico, pois o principal insumo para a produção de alumínio é o consumo de energia elétrica. Em 2015, a indústria brasileira de alumínio consumiu

aproximadamente 14,95 MWh de energia elétrica, para produzir um milhão de toneladas de alumínio primário, concomitante a isso, a produção nacional de alumínio secundário (sucata reciclada) em 2008 foi de aproximadamente 325 mil t, somente em latas de alumínio, foram 161 mil t. Em 2017, cerca de 295,8 mil t de latas de alumínio foram recolhidas e recicladas de volta ao mercado industrial, categorizando o Brasil um dos países líderes na reciclagem, índice este que se mantém desde de 2004 (TOTTEN; MACKENZIE, 2003) (RODRIGUES; MÁRTIRES, 2009) (ABAL, 2018). Desta forma, o Al tende a ser um metal promissor na tecnologia moderna e ambiental, o que aumenta cada vez mais o interesse em pesquisas e investimentos.

As propriedades do Al puro podem ser observadas na Tabela 1. O Alumínio possui a especificidade que quando combinado aos chamados elementos de liga adquire inúmeras características vantajosas, como resistência mecânica, resistência à corrosão, ataque de substâncias químicas, condutibilidade elétrica, usinabilidade, ductibilidade e formabilidade. Seu principal atrativo para produção de ligas, é o seu peso leve, devido a isso, é o material dominante na aviação civil e militar, por exemplo, cerca de 66% do peso total vazio das aeronaves de passageiros mais recentes da *Airbus* são fabricados com ligas de alumínio (JÚNIOR, 2013) (STARKE; RASHED, 2017).

Tabela 1 - Propriedades Físicas e Químicas do Al (TOTTEN; MACKENZIE, 2003).

Propriedades Alumínio					
Densidade	Estrutura Cristalina	Número atômico	Peso atômico	Ponto de ebulição	Ponto de fusão
2,70g/cm ³	CFC	13	26,98g/mol	2480°C	660,2°C

As ligas de alumínio podem ser classificadas de duas formas: ligas forjadas e ligas fundidas. São normalmente designadas por um sistema numérico de quatro dígitos, onde o primeiro dígito está associado ao elemento de adição principal da liga e o segundo e terceiro dígito relacionado a identificação de uma composição particular da liga. Os dois últimos dígitos identificam a liga de alumínio específica.

As ligas da série 2XXX, 4XXX, 6XXX, 7XXX e algumas da série 8XXX são consideradas tratáveis termicamente (STARKE; RASHED, 2017).

- 1XXX contêm a porcentagem mínima de 99% de alumínio são usadas em aplicações elétricas por possuírem boa condutividade elétrica;
- 2XXX (Cu), são tratadas termicamente e possuem excelentes combinações de alta resistência e tenacidade, são usados principalmente para aplicações em aeronaves e caminhões;
- 3XXX (Mn), são amplamente utilizados em utensílios para cozinha, latas de bebidas, e equipamentos químicos por serem resistentes a corrosão;
- 4XXX (Si) e são tratadas termicamente com aplicações em aeronaves e fios de solda;
- 5XXX (Mg) são resistentes à deformação e a corrosão mesmo em água salgada com aplicação em pontes, tanques e vasos de pressão e aplicações marítimas;
- 6XXX (Mg-Si) são tratadas termicamente, têm alta resistência à corrosão, excelente capacidade de extrusão e resistência moderada. São usados na construção civil;
- 7XXX (Zn) são tratadas termicamente e podem fornecer as maiores resistências de todas as ligas de alumínio, são usadas principalmente para aplicações automotivas e aeroespaciais;
- 8XXX é usado para indicar outros elementos e estanho para as ligas fundidas. Alguns são usados para condutores elétricos e para as ligas contendo lítio com aplicação na indústria aeroespacial devido ao efeito do lítio na redução da densidade.

O Al é um metal extremamente dúctil, e cada vez mais pesquisas acerca do Al e suas combinações químicas para o melhor desempenho e propriedades tem aumentado, assim como também a otimização dos processos de fabricação, como descritos por (KWON et al., 2010) (OTHMAN; SARDARINEJAD; MASROM, 2014) (KUCERA; PRUSA; VOJTECH, 2017).

As ligas de Alumínio têm muitas aplicações em vários setores (como mencionado), devido sua baixa densidade e boa relação resistência/peso. A metalurgia do Pó é um processo de fabricação de grande interesse econômico (ver a seção 2.4) e ambiental, e ligas de Al desenvolvidas por este processo vem sendo amplamente aplicadas no campo da engenharia automotiva e aeroespacial por oferecer controle de porosidade, tolerâncias dimensionais e redução de peso.

2.2. Nióbio

O Nióbio (Nb) é um elemento químico metálico macio de coloração cinza classificado como metal refratário (alto ponto de fusão) que foi descoberto em 1801 pelo químico inglês Charles Hatchett. Durante muito tempo, o Nb foi confundido com o Tântalo (Ta) pela semelhança geoquímica e propriedades químicas equivalentes. Somente em 1845, quando Heinrich Rose, descobriu que os minérios ricos em Ta tinha um segundo elemento, que o intitulou Nióbio. Apesar da IUPAC em 1950, ter oficializado o nome Nb, em grande parte da América do Norte ainda é amplamente conhecido como Colúmbio. Os minérios mais importantes para a extração do nióbio são a columbita/tantalita [(Fe, Mn)(Nb, Ta)₂O₆] e o pirocloro [(Na, Ca)₂Nb₂O₆F] (VENETSKY, 1981) (RODRIGUES; JÚNIOR, 2009).

As principais reservas globais de Nb encontra-se no Brasil, Canadá e Austrália. O Brasil possui a maior reserva mundial e é o maior produtor de Nb atualmente. Produziu cerca de 57 mil t em 2016, seguido do Canadá com 6 mil t. As reservas de Nb podem ser consideradas inesgotáveis pelos próximos anos sendo suficiente para atender a demanda global. As reservas brasileiras estão concentradas nos Estados de Minas Gerais - MG, em Araxá e Tapira; Amazonas-AM, em São Gabriel da Cachoeira e Presidente Figueiredo e em Goiás-GO, em Catalão e Ouidor. As principais empresas mineradoras do país responsáveis das exportações são a Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) em Araxá, Minas Gerais e a Mineração Catalão de Goiás Ltda (RODRIGUES; JÚNIOR, 2009) (TKACZYK et al., 2018).

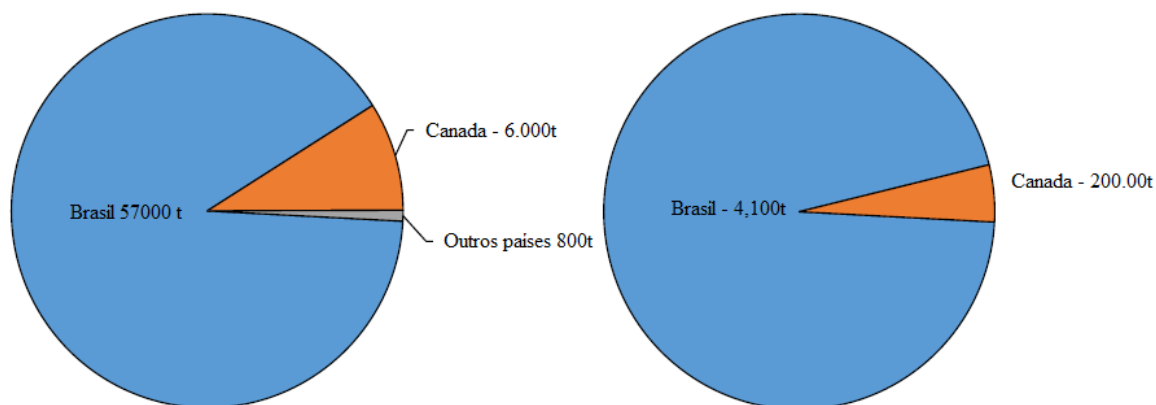


Figura 3 - Produção de Nb e Reserva estimada (TKACZYK et al., 2018).

O Nb possui várias propriedades interessantes e um excelente potencial do ponto de vista científico e tecnológico, como alto ponto de fusão, boa resistência a altas temperaturas, resistência à deformação, dentre outras. As propriedades químicas e físicas podem ser observadas na Tabela 2 abaixo. Além disso, o Nb é usado como elemento de liga em muitos aços e ligas metálicas e também atua como um refinador de grãos em aços estruturais, onde causa o efeito de melhorar as propriedades mecânicas, a resistência à tração, a ductilidade e a tenacidade do material. É resistente a praticamente todos os ácidos incluindo nitrogênio (água régia), HCl, H₂SO₄, HNO₃ e H₃-PO₄, exceto o ácido fluorídrico (NOWAK; ZIOLEK, 1999).

Tabela 2 - Propriedades Físicas e Químicas do Nb (HERBST, 2012).

Propriedades Nióbio					
Densidade	Estrutura Cristalina	Número atômico	Peso atômico	Ponto de ebulição	Ponto de fusão
8,60 g/cm ³	CCC	41	92,90 g/mol	4758°C	2468°C

O Nb é extremamente essencial para as aplicações tecnológicas atualmente, principalmente para indústria química, indústria do aço, energia nuclear e eletrônica devido suas características e propriedades (HERBST, 2012).

Cerca de 88% do Nb extraído (TKACZYK et al., 2018) é usado para produzir ferro-nióbio, utilizado como elemento de liga em aços de baixa liga e de alta resistência, aumentando a resistência e a tenacidade. Nos aços inoxidáveis de Cr, CrNi ou CrNiMo, é usado principalmente como elemento de liga em que eleva consideravelmente a resistência a corrosão e é adicionado na proporção de até 1% em peso de Nb (HERBST, 2012). Em torno de 4% do Nb é aplicado em ligas de grau a vácuo que são empregados na fabricação de superligas, projetadas para trabalhar em altas temperaturas, como pás de turbinas para motores aeroespaciais ou geração de energia (TKACZYK et al., 2018). Aproximadamente 3% do Nb é para produção de Nb metálico que possui o excelente efeito de resistência a corrosão sendo empregado em ligas supercondutoras, e em equipamentos da indústria química. A produção de ligas Nióbio-Titânio representa 1% da produção de Nb sendo utilizado para a maioria dos dispositivos supercondutores e campos magnéticos, como por exemplo em aparelhos de ressonância magnética (HERBST, 2012).

2.3. Alumínio - Nióbio

O Al possui inúmeras características para o desenvolvimento de novas ligas, no entanto sabe-se que sua resistência é bem inferior quando comparado ao aço por exemplo. Para lidar com este impasse, o Al é adicionado a outros elementos com o intuito de melhorar esta questão. O Nb (como visto na seção anterior) quando adicionado a outros elementos é um importante refinador de grão melhorando a resistência a altas temperaturas, dureza de muitas ligas, além de características elétricas e térmicas (IGNAT'EV; BODROVA; PASTUKHOV, 2015).

De acordo com (STARKE; RASHED, 2017) o alumínio quando combinado com os metais de transição, como: Titânio, Vanádio, Cromo, Manganês, Ferro, Cobalto, Níquel, Zircônio e Nióbio forma fases intermetálicas com pouca ou nenhuma solubilidade na matriz de alumínio. A formação dessas fases intermetálicas aumenta a resistência, dureza e refina a estrutura do grão.

Por essa razão o sistema Al-Nb apresenta interesse teórico e tecnológico, pois estudos acerca do composto ainda é limitado na literatura.

O entendimento do diagrama de fases é fundamental para uma melhor compreensão das fases formadas, composição e temperatura (COLINET et al., 1997). O diagrama de fases do sistema apresenta três fases intermetálicas Nb_3Al , Nb_2Al e Al_3Nb como ilustra a Figura 4.

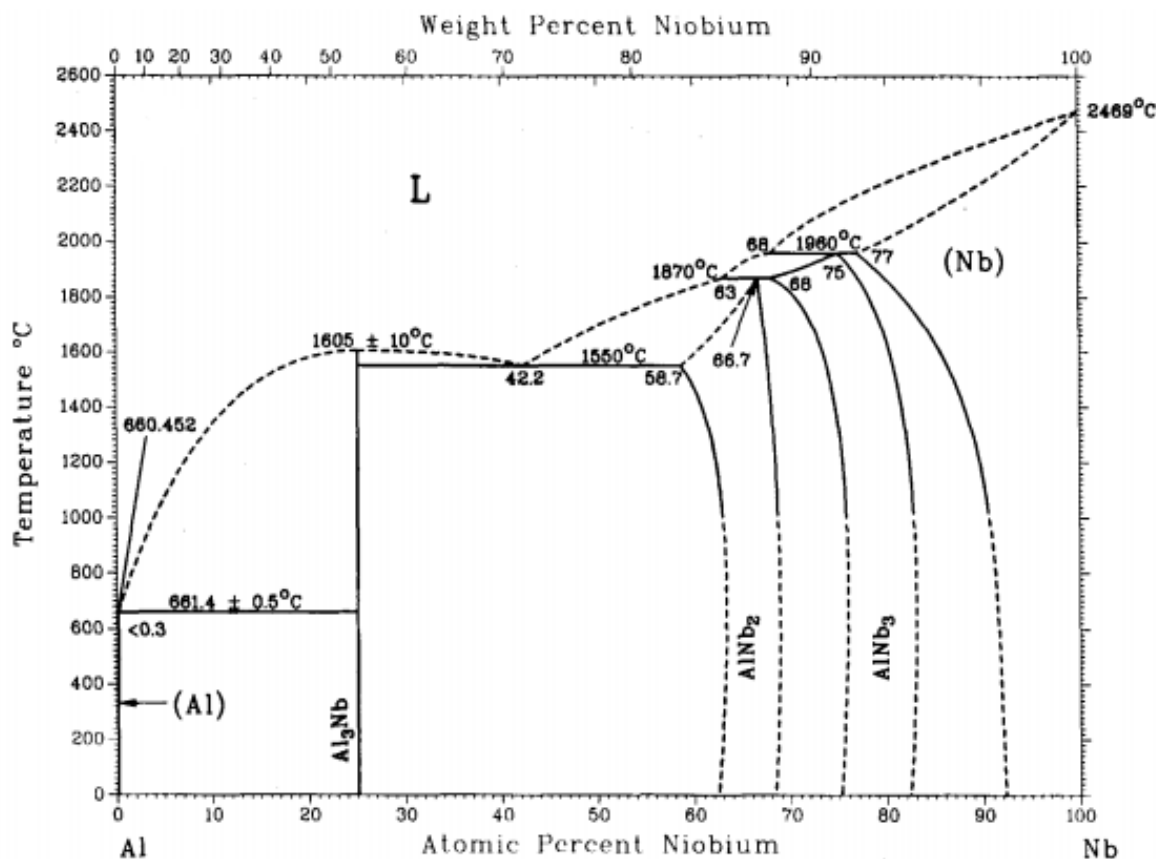


Figura 4 - Diagrama de fases Al-Nb (MASSALSKI, 1986).

O composto intermetálico Al_3Nb funde a 1680°C e possui baixa densidade ($4,54 \text{ g/cm}^3$), esta fase ganha notoriedade e potencial por ter excelente resistência a corrosão, e ser uma considerável substituição da fase Al_3Ni pois esta possui uma densidade relativamente mais alta ($7,6 \text{ g/cm}^3$) e são aplicadas em materiais que trabalham e resistem a altas temperaturas (YANG; LEE, 2000) (NONG et al., 2012).

Dentre os mais diversos tipos de métodos de fabricação para obtenção de ligas do sistema Al-Nb destacam-se, pelo processo de Solidificação (CLYNE et al., 1978) que investigou o efeito do Nb no refinamento do grão de Al. Estudos de (SILVA, 2017) e (COUTINHO, 2018) avaliaram a influência das variáveis térmicas na microestrutura por

solidificação unidirecional ascendente e obtiveram resultados satisfatórios com composições em peso a partir de 0,4% de Nb.

Estudos experimentais, teóricos e termodinâmicos também são encontrados na literatura por ser um composto relativamente novo. (ZHU et al., 2008) realizou uma modelagem termodinâmica do sistema Al-Nb somente com dados experimentais já relatados na literatura. (COLINET et al., 1997) fez em seu trabalho um estudo teórico acerca do diagrama de fases de composição e temperatura do sistema Al-Nb.

Pelo processo de Metalurgia do Pó, (IN SHUP AHN et al., 1999) avaliou em seu trabalho as características mecânicas e micro-estruturais em uma proporção em peso de 10% de Nb nos tempos de moagem de 5, 15 e 30 horas. (CHANDRAN et al., 2017) investigou a obtenção do composto por *Equal Channel Angular Pressing* que é um processo de deformação plástica severa, onde utilizou os tempos de 1, 45 e 90 horas de moagem. O autor (JESUS, 2018) investigou a influência da granulometria das partículas de Nb, nos tempos de 4, 8 e 16 horas de moagem numa proporção em peso de 1,2% de Nb. (UJAH et al., 2018) utilizou em seu trabalho o processo por *Spark Plasma Sintering* que é um processo que vem sendo muito utilizado em pesquisas recentes por atingir altas temperaturas em poucos minutos.

No entanto, os metais Al e Nb possuem muitas características distintas, como ponto de fusão (660 e 2064°C) e densidade (2,70 e 8,34 g/cm³), sendo então muito difíceis de serem fabricados por métodos convencionais, como pelo processo de fundição, por exemplo, devido à alta temperatura de fusão do Nb.

Nessa linha, a metalurgia do pó, de fato, permite que ligas sejam feitas a partir desses materiais imiscíveis que é o caso desses metais de diferentes pontos de fusão e densidade (TSUKERMAN, 1965). Dessa forma, uma alternativa viável e de grande interesse científico, é a Moagem de Alta Energia (MAE) que é uma técnica relativamente simples capaz de obter ligas metálicas através de deformação plástica em um equipamento de moinhos de bolas, onde atuam de forma que aja uma deformação mecânica entre um ou dois elementos a fim de obter uma estrutura homogênea.

Dessa forma, esta pesquisa visa a obtenção do composto Al-Nb pelo processo de moagem de alta energia.

2.4. Metalurgia do Pó

A Metalurgia do Pó (MP) é definida como um processo econômico de fabricação de materiais, componentes e ferramentas produzidas a partir de pós metálicos e/ou cerâmicos. É considerada uma técnica relativamente nova, mas de extrema importância na tecnologia moderna em diversas aplicações industriais atualmente (SUBRAMANIAN, 2009).

(GERMAN, 2014) relata que artefatos arqueológicos mostram que o uso inicial da MP provavelmente data de cerca de 24.000 a.C. onde foram encontrados potes de cerâmica na República Tcheca, porém eram frágeis e porosos. Aproximadamente 10.000 a.C. a técnica avançou e os potes sinterizados já não haviam mais porosidade e eram utilizados para o armazenamento de água. A partir de 6.000 a.C. já foram encontrados inúmeros objetos em todo o Oriente Médio, China e Egito. Porém só a partir do século XIX o desenvolvimento pela MP teve avanço significativo, quando o inglês William Wollaston, desenvolveu uma técnica para produzir peças a partir do pó esponjoso de platina (ponto de fusão 1.768 °C), compactando-os sob alta pressão, sendo este considerado o marco inicial da metalurgia do pó.

De acordo com (UPADHYAYA, 2002) a expansão da técnica da MP se deu partir da década de 1920 com a produção de filamentos de carbonetos de tungstênio para lâmpadas incandescentes desenvolvidos pelo alemão Karl Schröter. Durante a Segunda Guerra Mundial, houve uma crescente evolução na fabricação de uma grande variedade de materiais ferrosos e não-ferrosos, e um crescimento constante durante os anos do pós-guerra até o início dos anos 1960. Desde então, o avanço da técnica expandiu-se mais rapidamente, principalmente por ter processamento econômico e propriedades únicas, em comparação a outros processos existentes (SUBRAMANIAN, 2009).

As peças fabricadas por MP são utilizadas em vários segmentos da engenharia, nas áreas automotiva em: amortecedores, bielas do motor, engrenagens, guias e assentos de válvulas, injeção eletrônica, motores elétricos, polias, sistemas de freio, etc, aeroespacial: turbinas e na área médica: aparelhos cirúrgicos, aparelhos ortodônticos, próteses ortopédicas, etc. Portanto, uma ampla gama de materiais pode ser processada por metalurgia do pó, como ligas leves (Al, Mg, Ti), aços inoxidáveis, aços rápidos, superligas à base de Ni e Co, materiais ODS, etc. (SESHADRI SEETHARAMAN, 2005).

O processo de metalurgia do pó é a técnica ideal para o processo de produção de metais refratários (W, Mo, Ta, Nb), que agora se tornaram imprescindível para fabricação de materiais resistentes ao calor e ferramentas de corte de extrema dureza. É inviável, em escala industrial, fundir esses materiais e produzir peças/materiais pelos métodos convencionais, porque é extremamente caro revestir um forno que resista a altas temperaturas (por exemplo, o ponto de fusão do tungstênio é 3400 ° C), além da energia elétrica necessária, logo a MP torna-se o método ideal para este fim (TSUKERMAN, 1965).

Segundo (TALEGHANI, 2014) a MP representa apenas uma pequena fração da indústria metalúrgica mundial atualmente, desempenha um papel importante em muitos setores porque possui muitas vantagens em comparação com outros processos de fabricação e outras tecnologias convencionais, pois em relação a outros processos, há um aproveitamento de aproximadamente 97% da matéria prima utilizada, além de ser considerada uma técnica de processo não poluente. As principais vantagens da MP são:

- Capacidade de produção de peças *near-net-shape* que requerem pouca ou nenhuma etapa de pós-processamento antes de ser colocada em utilização;
- Ao contrário do processo de fundição, os componentes por MP podem produzir peças com geometrias complexas;
- A MP tem um alto volume de produção e uma maior economia de energia em relação a outros processos;
- A MP oferece capacidades únicas em composições de liga e desenvolvimento microestrutural e controle de porosidade que são extremamente difíceis (se não for impossível) e dispendiosas de obter por qualquer outra técnica de processamento tradicional.

Apesar de ter inúmeras vantagens, no entanto o processo de MP possui limitações e algumas desvantagens (MIKELL P. GROOVER, 2014):

- Os custos do ferramental e equipamentos são relativamente altos;

- Os pós metálicos são caros, e existem dificuldades de armazenamento e manuseio (como a degradação/oxidação do metal ao longo do tempo e riscos de incêndio com metais específicos);
- Há limitações na geometria da peça, e variações na densidade do material em toda a peça podem ser um problema na MP, especialmente para geometrias de peças complexas.

O processo tradicional da Metalurgia do Pó possui basicamente 5 etapas principais que consiste em: produção de pós, misturas, compactação, sinterização e operações complementares. Um fluxograma do processo de MP pode ser observado na Figura 5. Cada uma dessas etapas principais contém algumas particularidades e introduz fatores físicos, químicos e tecnológicos específicos que afetam o processamento e as propriedades finais do material produzido e também de cada componente estrutural (DANNINGER, 2005).

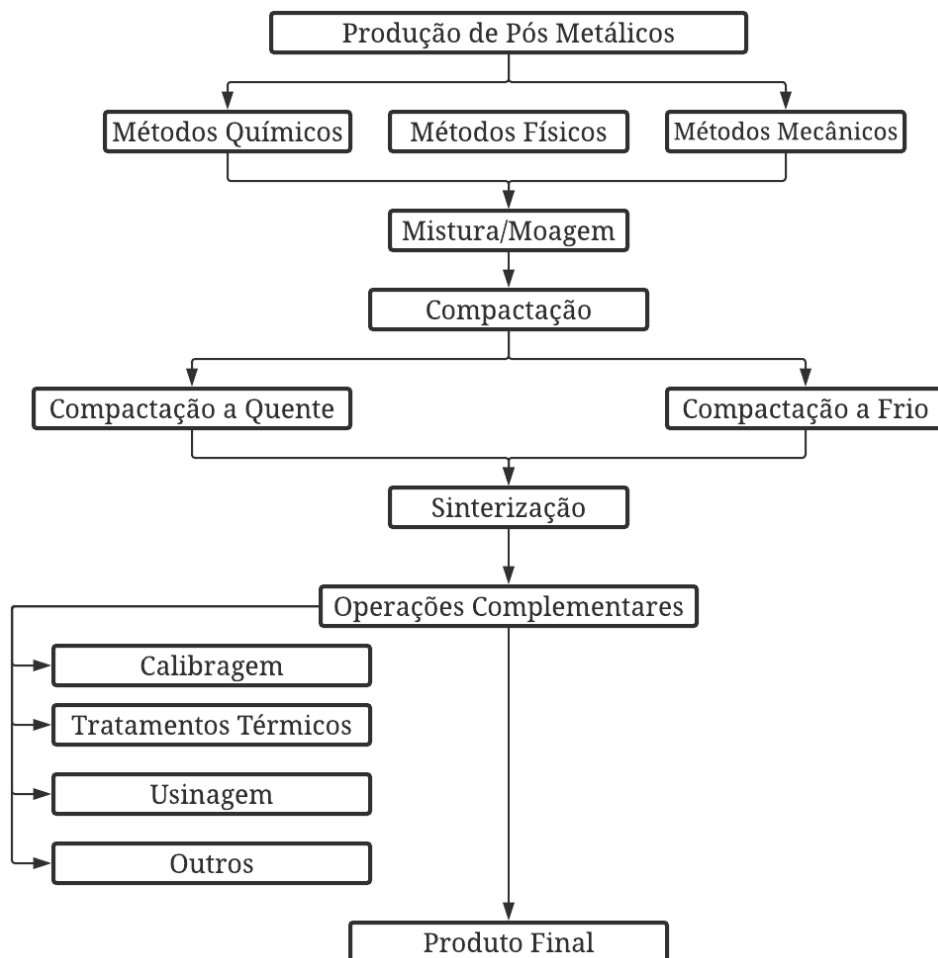


Figura 5 - Fluxograma MP ADAPTADO (DANNINGER, 2005).

2.5. Fabricação de Pós Metálicos

A etapa da produção de pós metálicos, é uma das etapas mais importantes no processo da MP pois as características físicas e químicas (composição, tamanho, microestrutura, pureza) do pó interferem diretamente na qualidade e na aplicação do produto final. Os métodos mais comuns para obtenção de pós metálicos, são descritos a seguir (UPADHYAYA, 2002):

- Métodos Químicos: redução química; decomposição térmica, eletrólise;
- Métodos Físicos: atomização, eletrolítico;
- Métodos Mecânicos: moagem de material metálico em pó.

De acordo com (GERMAN, 2016), o método escolhido deve está diretamente relacionado ao tipo de aplicação, propriedades desejadas e a estrutura final do produto. Em cada processo de obtenção dos pós são geradas de tamanhos e formatos de partículas diferentes, que interferem diretamente nos processos subsequentes de compactação e sinterização. Podem apresentar diferentes morfologias, como pode ser observado na Figura 6.

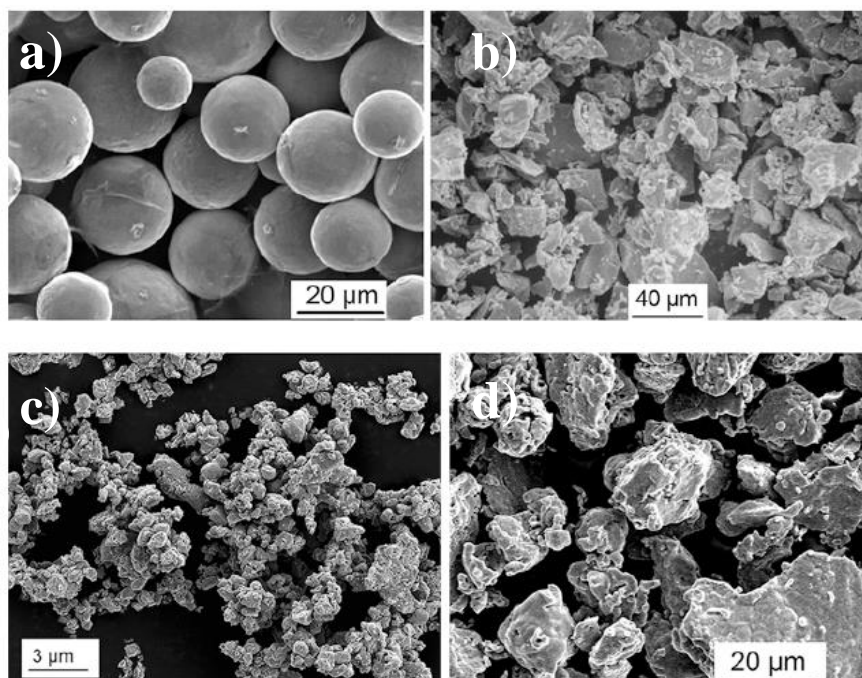


Figura 6 - Formato das partículas. (a) esférica, (b) angular, (c) poligonal, (d) arredondado (GERMAN, 2016).

2.5.1 Obtenção do Pó de Alumínio

O método físico do processo de Atomização é amplamente utilizado em escala industrial, por ser um processo facilmente controlado, pois antes que a atomização fosse desenvolvida, era impossível controlar as características, como formato e tamanho de partículas dos pós fabricados. A partir desse método é possível a produção de pós elementares e pós pré-ligados de: Al, Fe, Cu, Sn, Co, Ti e Ni. O princípio básico da atomização envolve três etapas básicas: pulverização do material inicial para formar uma corrente de metal fundido, desintegração do metal fundido em gotículas através de água e/ou ar e solidificação de gotículas para partículas sólidas, como ilustrado na Figura 7 (CHUA, 2014; TALEGHANI, 2014).

A produção industrial de pós de alumínio puro e ligas de alumínio, desde da década de 60/70 é obtida através de atomização a ar ou a atomização por gás inerte (FLUMERFELT, 1999). A atomização com água não é usada comercialmente para produzir pós de alumínio e ligas contendo alumínio, pois há risco de explosão do hidrogênio, à medida que o pó e a água reagem. O alumínio, sendo altamente reativo, também tende a formar oxidação superficial quando atomizado por água, o que é altamente indesejável no processo de MP (CHUA, 2014).

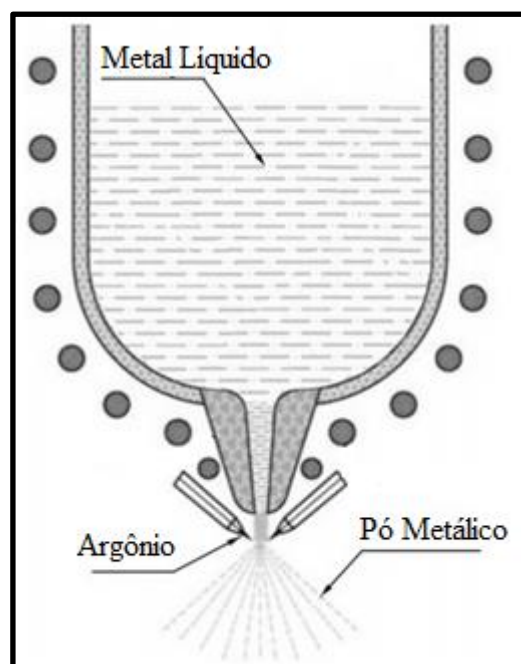


Figura 7 – Atomização a gás (GOPIENKO; NEIKOV, 2009).

O gás inerte como o nitrogênio, o hélio, e o argônio são usados comumente para a produção de aços inoxidáveis, aços ferramenta, superligas à base de níquel ou cobalto, ligas especiais, metais oxidáveis ou pós de alta pureza química e principalmente com o intuito de reduzir a contaminação do pó fabricado (THUMMLER; OBERACKER, 1993). O tamanho e a distribuição das partículas estão diretamente relacionadas a direção (horizontal e/ou vertical) do bocal de atomização do metal fundido e a posição depende da taxa de produção desejada (CHUA, 2014; FLUMERFELT, 1999).

2.5.2 Obtenção do Pó de Nióbio

O processo de Hidrogenação-Desidrogenação (HDH), é empregado geralmente para obtenção de pós dos elementos de transição, como o tântalo, nióbio e o titânio, dentre outros. É um processo reversível que consiste em duas etapas, de hidrogenação e desidrogenação (GOPIENKO; NEIKOV, 2009).

O intuito de hidrogenar o metal desejado permite que o processo de quebra/moagem e peneiramento seja facilitado, pois a absorção do hidrogênio nos metais é alta e quando o hidrogênio é difundido no interior do metal causa a formação de hidretos que são extremamente frágeis e assim então, favorece a moagem até o tamanho da partícula de pó desejado (SIQUEIRA, 2010).

Após o processo de moagem mecânica, a desidrogenação ocorre quando o hidrogênio se difunde para fora do metal, em um processo à vácuo em altas temperaturas, ou seja, ao eliminar o hidrogênio o metal volta a ter suas características de ductilidade, resistência e propriedades mecânicas. As partículas obtidas através do processo HDH normalmente apresentam morfologias no formato irregulares e angulares (GOPIENKO; NEIKOV, 2009).

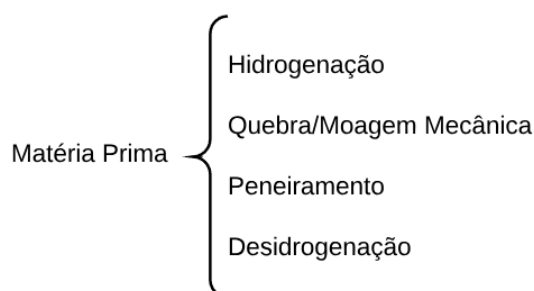


Figura 8 - Fluxograma HDH.

2.6. Mistura dos pós e Moagem de Alta Energia

Após a etapa de obtenção dos pós metálicos puros e/ou pré-ligados, inicia-se a etapa de misturas de dois ou mais elementos, geralmente em misturadores industriais ou moinhos de bolas. O termo “homogeneização” refere-se quando pós são misturados com a mesma composição química, porém de tamanhos de partículas diferentes, ou obtidos por processos diferentes, que são misturados a fim de obter a uniformidade e as mesmas características. O termo “mistura” é empregado para mistura de elementos com diferentes composições químicas com o intuito de obtenção de ligas (MIKELL P. GROOVER, 2014).

Antes de iniciar o processo de misturas, e com o intuito de evitar a deformação plástica e não favorecer a formação de partículas frágeis, geralmente adiciona-se lubrificantes e aditivos ao processo de mistura. De acordo com (KIMINAMI, 2013) lubrificantes como o estearato de zinco são utilizados em pequenas quantidades para reduzir o atrito entre as partículas e a parede da matriz de compactação. Os ligantes são empregados para alcançar a resistência mecânica “a verde” necessária para a manipulação das peças compactadas. E os defloculantes, os quais inibem a aglomeração dos pós para manter as boas características de escoamento durante o preenchimento da matriz no processo de compactação.

O processo de Moagem de Alta Energia (MAE) ou *Mechanical Alloying* é uma técnica de processamento que permite a produção de materiais homogêneos a partir das misturas de pós elementares em moinhos de alta energia. Esta técnica foi desenvolvida por volta de 1966 pelo cientista John Benjamin juntamente com os seus colaboradores no Laboratório de Pesquisa da *International Nickel Company* (INCO) onde a técnica foi o resultado de uma longa pesquisa para produzir uma superliga à base de níquel, para aplicações em turbinas a gás (SURYANARAYANA, 2001).

Segundo (EL-ESKANDARANY, 2015) ao longo das últimas cinco décadas, o processo de moagem de alta energia evoluiu, e é uma técnica que vem sendo utilizada por ser de baixo custo. Atualmente, é um método importante para a preparação de materiais avançados, ligas nano-estruturados e super-ligas com a finalidade de alcançar melhores propriedades mecânicas, obtenção de novas fases, e desenvolvimento de novos materiais de engenharia.

A MAE pode ser definida como um processo de moagem pelo qual dois (ou mais) pós elementares são misturados, em um processo de deformação plástica, em que as partículas de pós colidem com as esferas (Figura 9), ocorrendo a soldagem, fratura e re-soldagem a frio repetidamente, resultando em pós com distribuição uniforme ou em uma microestrutura mais fina (SURYANARAYANA, 2001).

Durante o processo, a morfologia dos pós pode ser modificada de diferentes maneiras, pois depende do material a ser utilizado. Podem ser do tipo dúctil-dúctil e dúctil-frágil. Se os pós de partida forem de metal dúctil, a morfologia tende a ser modificada pelo formato achatado e lamelar e se sobrepõem umas as outras pelo processo de soldagem a frio das partículas, o que deve ser evitado no processo, devido ao aumento no tamanho das partículas. As partículas frágeis tendem a se tornar ocluídas pelas partículas dúcteis e aprisionadas no processo da MAE, estas partículas de pós elementares ou compósitos tendem a ficar mais endurecidas durante o processo e conseqüentemente ficam mais frágeis podendo levar a fraturas excessivas (SURYANARAYANA, 2001).

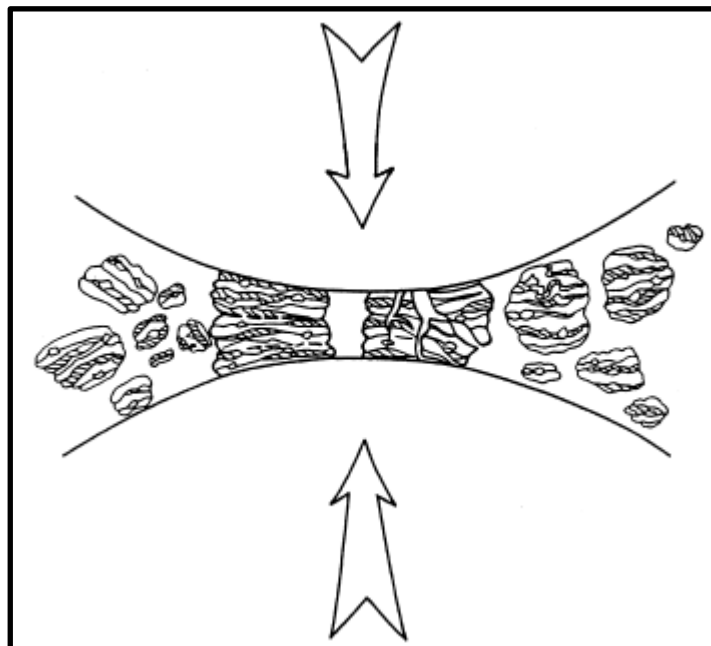


Figura 9 - Esboço esquemático do processo entre o pó metálico e as esferas (SURYANARAYANA, 2001).

2.6.1 Variáveis de Processo

(SURYANARAYANA, 2001) afirma que o processo MAE é um processo complexo que envolve a otimização da combinação de vários parâmetros, como a mistura dos pós na proporção certa, as esferas utilizadas, o tempo de moagem necessário para obtenção de fases e as propriedades desejadas, etc. Assim, para o processamento da técnica de MAE, há um grande número de variáveis que serão descritos a seguir:

- Agente de Controle de Processo (ACP)

Durante o processo de moagem, os pós elementares ou pré-ligados durante a mistura sofrem sucessivas deformações mecânicas, como já discutido anteriormente. Esses processos de soldagem a frio e fratura, dependem principalmente das características e propriedades dos pós a serem utilizados. Normalmente, é adicionado cerca de 1 a 2% em peso de um ACP para o processo de misturas dos pós durante a moagem. O ACP atua de forma a minimizar o efeito do excesso de soldagem e fratura das partículas entre si, do recipiente e as partículas e ao meio da qual a moagem ocorre, inibindo a aglomeração das partículas umas a outras. Entre os vários ACPs utilizados, o ácido esteárico é o mais comum, e comumente adicionado sempre que os materiais dúcteis são moídos (ZHAO, 2013).

- Atmosfera de Moagem

A contaminação do pó é o principal efeito que deve ser evitado, por isso, os pós são moídos em recipientes em meio a vácuo ou geralmente preenchidos com um gás inerte, como argônio ou hélio. O nitrogênio tem reagido com pós metálicos e, conseqüentemente, não pode ser usado para evitar contaminação durante a moagem, a menos que haja interesse em produzir nitretos. O argônio de alta pureza é o ambiente mais comum para evitar oxidação e/ou contaminação do pó (SURYANARAYANA, 2001).

- Proporção bola-pó (BRP)

A proporção bola-pó (BRP) influencia diretamente na eficiência da moagem, pois depende do contato entre os corpos moedores (esferas) e as partículas de pó. Quanto maior

a proporção na relação bola-pó (BRP) menor será a área útil para as colisões, no entanto, uma menor proporção BRP minimiza a frequência das colisões (P.R. SONI, 2001). Segundo (EL-ESKANDARANY, 2015) o uso de diferentes diâmetros de esferas pode causar uma maior energia de colisão que ajudará na eficiência do processo de moagem. Assim, a proporção BRP deve ser classificada de tal forma que esferas de diâmetros maiores sejam utilizadas para moer partículas maiores e mais duras, enquanto as esferas menores são responsáveis por proporcionar o refinamento das misturas. Normalmente, as esferas utilizadas no processo MAE podem ser dos seguintes materiais: ágata, nitreto de silício, zircônia, aço inoxidáveis, aço cromado, aço cromo-níquel, carbonetos de tungstênio e poliamida plástica (NEIKOV et al., 2009).

- Tempo de moagem

(SURYANARAYANA, 2001) relata que o tempo de moagem é a variável mais importante durante o processo da MAE. Para determinar o tempo ideal a serem utilizados, alguns fatores são levados em consideração, como o tipo de moinho a ser utilizado, a velocidade da moagem e a relação entre esfera e pó. Estes tempos têm que ser decididos para cada combinação dos parâmetros citados e para cada característica do pó a ser utilizado. Deve-se salientar, que o nível de contaminação pode favorecer a formação de algumas fases se a moagem ocorrer por tempos mais longos do que o necessário. Portanto, é desejável que seja investigado o tempo necessário para a escolha dos tempos de moagem para cada material desejado.

- Tipos de Moinho

Há diversos tipos de equipamentos de moagem de alta energia, que se diferem por sua capacidade volumétrica, eficiência e pelo meio o qual ocorre a moagem. Os moinhos mais comuns utilizados são os moinhos vibratórios, planetários e os atritores (SURYANARAYANA, 2001). Para a escolha do moinho de bolas a ser utilizado depende dos objetivos do processo e do tipo de material (duro, dúctil, etc.) que estará sujeito ao processo de moagem. Por exemplo, as características e propriedades do equipamento, a maioria dos moinhos de bolas no mercado pode ser utilizada para diferentes propósitos e para a preparação de uma ampla gama de novos materiais (EL-ESKANDARANY, 2015).

O moinho de bolas planetário recebe este nome por causa do seu movimento rotacional característico. O mecanismo deste moinho consiste em um disco de base

giratória onde o recipiente gira em torno do seu eixo, reproduzindo o movimento dos planetas. Os pós juntamente com os corpos moedores são moídos pela força centrífuga gerada durante o processo. Assim, o recipiente contendo o meio de moagem gira em torno de dois eixos paralelos separados. Como pode ser observado na Figura 10 (NEIKOV et al., 2009).

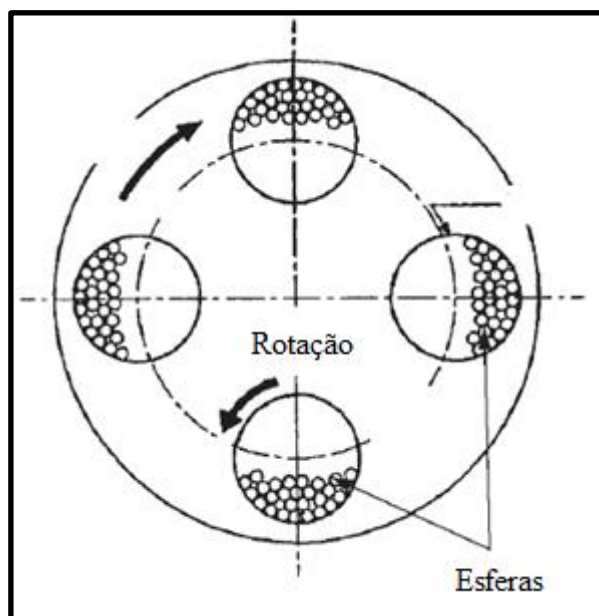


Figura 10 - Moinho Planetário (NEIKOV et al., 2009).

- Velocidade da Moagem

A velocidade de moagem é também uma das variáveis mais importantes a serem consideradas. Velocidades de rotação muito baixas levam a períodos muito longos de moagem e pode não favorecer a homogeneidade dos pós utilizados, devido à baixa energia cinética no processo, não ocorrendo a deformação mecânica necessária para a formação da liga. Entretanto, velocidades de rotação muito altas, pode ocorrer em que as partículas fiquem aderidas na parede do recipiente e que as esferas não exerçam mais impacto entre elas e o pó. Velocidades muito altas também pode ser uma desvantagem, pois podem levar a um aquecimento excessivo, resultando em formação de fases indesejáveis, alto desgaste das esferas, causando contaminação dos pós elementares e menores rendimentos durante o processo de moagem (P.R. SONI, 2001).

2.7 Compactação

A etapa de conformação ocorre logo após o processo de obtenção dos pós e das misturas metálicas, com o intuito de conformar o componente e/ou a peça no formato final desejado aplicando uma determinada pressão. Os pós são preenchidos e prensados em matrizes rígidas de compactação com geometria e dimensões pré-estabelecidas (THUMMLER; OBERACKER, 1993).

A qualidade durante o processo de compactação, como densidade e trincas tem grande influência na pressão utilizada, na geometria da peça e no processo subsequente de sinterização. Os principais objetivos da compactação são (KIMINAMI, 2013):

- Conformar o pó na forma projetada com dimensões que levam em conta as alterações dimensionais que ocorrem na sinterização;
- Conferir densidade “a verde” proporcionando máximo contato entre as partículas para que a sinterização ocorra de forma adequada;
- Conferir resistência mecânica necessária para o manuseio.

O processo de compactação consiste nas seguintes etapas, enchimento do molde com o pó, aplicação da pressão do pó e a retirada do pó compactado “a verde” do molde. O enchimento do molde e sua compactação controlam a uniformidade da densidade verde no pó compacto, tornando-o um parâmetro crucial. Os gradientes da densidade verde devem ser minimizados na ordem de reduzir o encolhimento diferencial durante a sinterização e a distorção do corpo, assim como evitar defeitos induzidos que limitarão as propriedades e a confiabilidade da peça. A ejeção do compactado também é uma etapa crítica, pois defeitos macroscópicos (como trincas) podem ser observados neste processo (SESHADRI SEETHARAMAN, 2005).

Durante o processo de compactação ocorrem 3 estágios diferentes, como ilustrado na Figura 11. O primeiro estágio consiste no preenchimento do molde levando ao rearranjo das partículas de pó durante a prensagem, a densificação é auxiliada pela presença de lubrificantes e pela compressibilidade das partículas. No estágio seguinte, a deformação elástica das partículas contribui para o processo de densificação, à medida que ocorre o rearranjo e o movimento das partículas, e conforme a pressão aplicada é

aumentada, a deformação plástica aumenta à área de contato entre as partículas, levando a um endurecimento e a um intertravamento entre as superfícies das mesmas (KLAR; PRASAN K. SAMAL, 2007).

No último estágio, a deformação plástica torna-se generalizada pela soldagem a frio das superfícies de contato tornando a amostra mais densa, e ocorrendo mudanças no formato das partículas e a redução da porosidade interna (KLAR; PRASAN K. SAMAL, 2007).

Dependendo da composição química, propriedades, tamanho da partícula, formato da partícula e do tipo de lubrificante utilizado, cada mistura tem uma tendência inerente de aumentar sua densidade quando sujeita a uma pressão de compactação crescente (MOLINARI et al., 2018).

Embora as partículas de pó de formatos irregulares sejam desejáveis do ponto de vista da resistência a verde, elas requerem uma quantidade relativamente maior de deformação para preencher os vazios entre as partículas, porém isto implica em um maior grau de endurecimento por tensão. Portanto, estes pós requerem maiores pressões de compactação. Partículas de pó lisas e arredondadas, por outro lado, densificam mais rapidamente, começando pelos estágios iniciais da compactação (KLAR; PRASAN K. SAMAL, 2007).

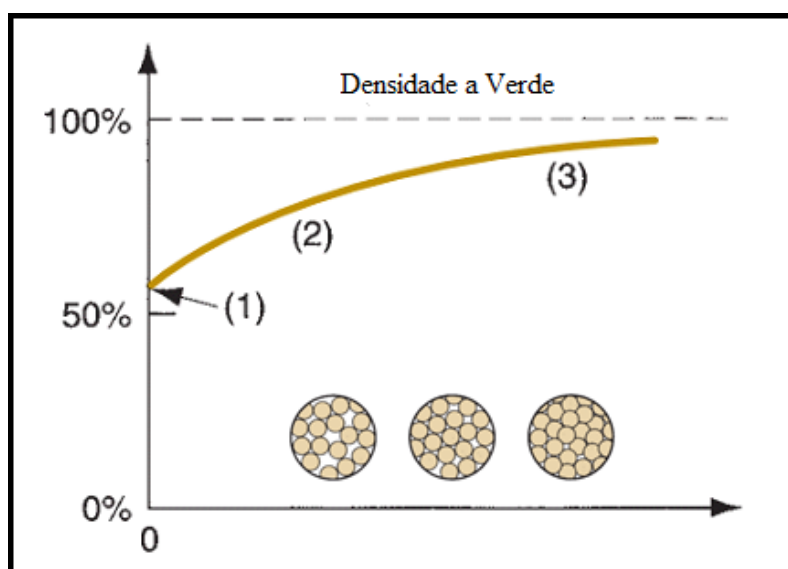


Figura 11 – Estágios da Compactação (1) Pós soltos (2) Rearranjo das partículas (3) Deformação plástica das partículas (MIKELL P. GROOVER, 2014).

No processo da MP em si, em cada etapa há diversos tipos de métodos (modalidades) utilizados, no processo de compactação também. Para a escolha do tipo ideal de compactação há critérios para a escolha, como a porosidade, densidade do material, geometria da peça desejada e dos recursos disponíveis. Os tipos mais comuns são a compactação uniaxial a frio e a quente.

2.7.1 Compactação Uniaxial

A compactação uniaxial é o método mais comum de compactação para conformar componentes em metalurgia do pó. Esse processo de baixo custo é adaptado para um alto volume de produção de peças com geometrias relativamente simples. O processo consiste em compactar o pó em um molde a uma pressão entre 20 a 700 Mpa pela operação de um ou mais punções (grandes números de punções são necessários para aumentar a complexidade de um componente) (SESHADRI SEETHARAMAN, 2005).

Na compactação uniaxial a compactação do pó é realizada em uma matriz, por aplicação de carga em um único eixo através de punções. A aplicação da carga pode ser unidirecional (quando somente um dos punções é movimentado no interior da matriz) ou bidirecional (quando ambos os punções se movimentam aplicando a carga). A prensagem bidirecional é indicada para a compactação de peças de maior altura, pois minimizam o gradiente de pressão que se forma durante a compactação, garantindo peças finais mais homogêneas.

Segundo (GERMAN, 2016) a compactação uniaxial isostática a quente é um método de conformação amplamente utilizada no processo de MP, consiste em consolidar os pós soltos em uma forma pré-definida aplicando uma pressão isostática em altas temperaturas simultaneamente na peça a ser obtida. Este processo permite a fabricação de peças mais densas e quase livre de poros, devido a pressão exercida diretamente no pó. Os pós são colocados em um recipiente projetado que ao aquecer, o recipiente aquece a peça ocorrendo um processo de “pré-sinterização”. Este tipo de compactação é mais empregado em componentes de titânio, aços inoxidáveis, ferros e vidros.

2.8 Sinterização

O processo de sinterização tem uma importância vasta para várias aplicações técnicas e industriais, principalmente para Metalurgia do Pó, desempenha um papel importante também em processos naturais, como a formação de arenitos, geleiras etc. (TSUKERMAN, 1965). (GERMAN, 2016) define a sinterização como um tratamento térmico que faz com que as partículas que estão em contato durante o processo de compactação se consolidem por difusão atômica em altas temperaturas, normalmente próxima à temperatura de fusão dos elementos. As ligações se formam por movimento atômico em um determinado tempo, as ligações geradas durante o processo geralmente são observadas por meio da microscopia.

Durante a sinterização, as características de porosidade e microestrutura mudam irreversivelmente devido a área de contato das partículas durante a compactação. Isso induz a melhoria de muitas propriedades, tais como força, ductilidade, condutividade, permeabilidade magnética e resistência à corrosão (SESHADRI SEETHARAMAN, 2005).

A sinterização é extremamente dependente da temperatura, porque todos os mecanismos que operam durante o processo são termicamente ativados. Os principais parâmetros da sinterização são (KIMINAMI, 2013):

- O tamanho de partícula (a redução do tamanho de partícula aumenta a energia superficial por unidade de volume do pó);
- Temperatura (influência na sinterização por estar envolvida na energia de ativação dos mecanismos de sinterização (por exemplo, processos de difusão));
- Tempo (influencia a difusão);
- Densidade verde (os gradientes de densidade que ocorrem durante a compactação induzem a retração diferencial durante a sinterização e talvez distorção da parte porque a maior densidade verde induz menor encolhimento).

(FANG, 2010) descreve diferentes tipos de mecanismos de transporte de massa durante a sinterização dos materiais que ocorrem a nível atômico são por:

- Evaporação/Condensação;
- Fluxo Viscoso;
- Difusão Superficial;
- Difusão Volumétrica;
- Difusão pelo contorno de grão.

Segundo (FANG, 2010) o emprego de uma atmosfera controlada de sinterização é de suma importância durante a etapa de sinterização. Tem como objetivo principal evitar interações de alta temperatura do material a ser sinterizado com o ambiente. No caso de metais e ligas, o uso da atmosfera é geralmente realizado para evitar a oxidação e promover a redução de óxidos, a transferência de calor, o controle de elementos químicos intersticiais, etc. Todos esses aspectos influenciam na microestrutura e propriedades mecânicas finais dos componentes sinterizados. Há diversos tipos de atmosfera para sinterização de materiais, os mais comuns são os gases de alta pureza, como nitrogênio (N₂), hidrogênio (H₂) e argônio (Ar).

2.8.1 Sinterização no Estado Sólido

A sinterização pode ser dividida em: Sinterização no Estado Sólido e Sinterização em Fase Líquida. No estado Sólido de Sinterização, os mecanismos de alterações da microestrutura são divididos em três estágios diferentes: inicial, intermediário e final. O estágio inicial corresponde ao crescimento da ligação, denominada “pescoço”, entre duas partículas, independentemente do crescimento dos pescoços vizinhos. O estágio intermediário ocorre quando os pescoços formados durante o estágio inicial, encolhem os poros para formar poros interconectados com uma forma mais lisa, geralmente cilíndrica. A etapa final corresponde ao fechamento dos poros, onde os poros se tornam esféricos e isolados, como pode ser observado na Figura 12 (FANG, 2010).

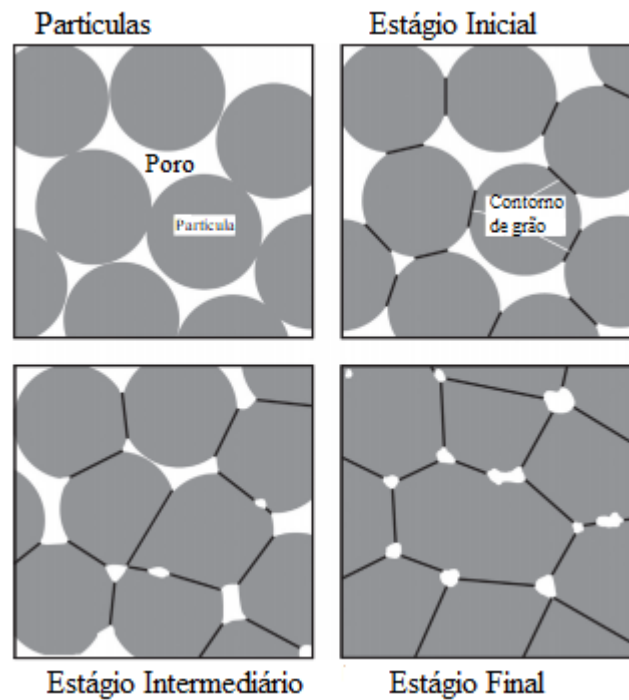


Figura 12 - Estágios de Sinterização (FANG, 2010).

2.8.2 Sinterização no Estado Líquido

O processo de Sinterização em fase líquida ocorre quando um compactado a verde de uma mistura em pó é sinterizado acima da temperatura da fase sólida, a sinterização ocorre na presença de uma fase líquida. O sistema de sinterização em fase líquida ocorre quando em um sistema onde os grãos sólidos e um líquido estão em equilíbrio químico. Em sistemas reais, no entanto, a sinterização em estado sólido geralmente ocorre durante o aquecimento até a temperatura de sinterização da fase líquida e as reações entre os diferentes pós também ocorrem durante o aquecimento e no início da sinterização por fase líquida. A sinterização de estado sólido e as reações no sistema governam o estado inicial de fase líquida em sistemas reais (FANG, 2010).

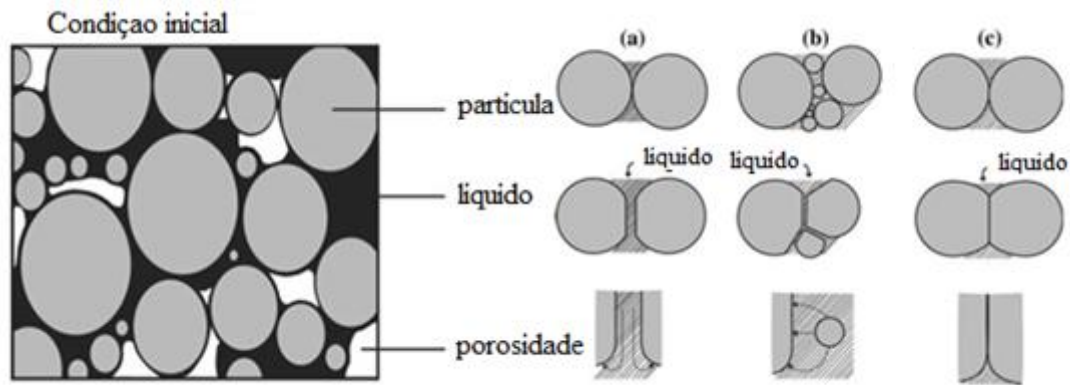


Figura 13 - Mecanismo Sinterização fase líquida (GERMAN, 2014).

O parâmetro usual para seguir a sinterização é a taxa de densificação. Os dois mecanismos de sinterização envolvidos na densificação são o limite de grão e a difusão de volume. São necessários tempos de sinterização longos (em comparação com a primeira fase) para se conseguir alterações significativas de propriedades ou densidade. A temperatura tem um efeito complexo sobre a sinterização porque a difusão, o crescimento do grão e o movimento dos poros são todos ativados termicamente. O terceiro estágio é caracterizado pela presença de poros esféricos isolados. E se os poros fechados são móveis o suficiente para ficarem acoplados ao limite de grão, então é esperado o encolhimento continuado. Isto é favorecido por um tamanho de grão homogêneo, que diminui a curvatura do limite de grão e assim diminui sua taxa de movimento. Se não, após a separação do limite de grão, o poro deve emitir vagas que se movem por difusão de volume, que é um processo lento, em direção ao limite de grão distante. Isto conduz a uma queda da taxa de densificação. Com a sinterização prolongada, os poros maiores crescem à custa dos menores (que emitem mais vagas no grão por causa de maior curvatura). A taxa de densificação depende da quantidade de poros, do raio do poro, da difusão de volume, da distribuição do tamanho do grão (GERMAN, 2016) (FANG, 2010).

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Este capítulo descreve o procedimento experimental empregado nesta pesquisa que consistiu na obtenção e caracterização do composto Al-2%Nb seguindo as etapas da metalurgia do pó por meio da moagem de alta energia, sendo realizados os processos de mistura dos pós, compactação e sinterização e por fim a caracterização dos materiais produzidos. A principal variável de estudo foi o tempo de moagem em quatro condições distintas de 2, 4, 8 e 16 horas. Os materiais utilizados e a metodologia são descritas a seguir e o fluxograma da Figura 14 detalha cada etapa executada.

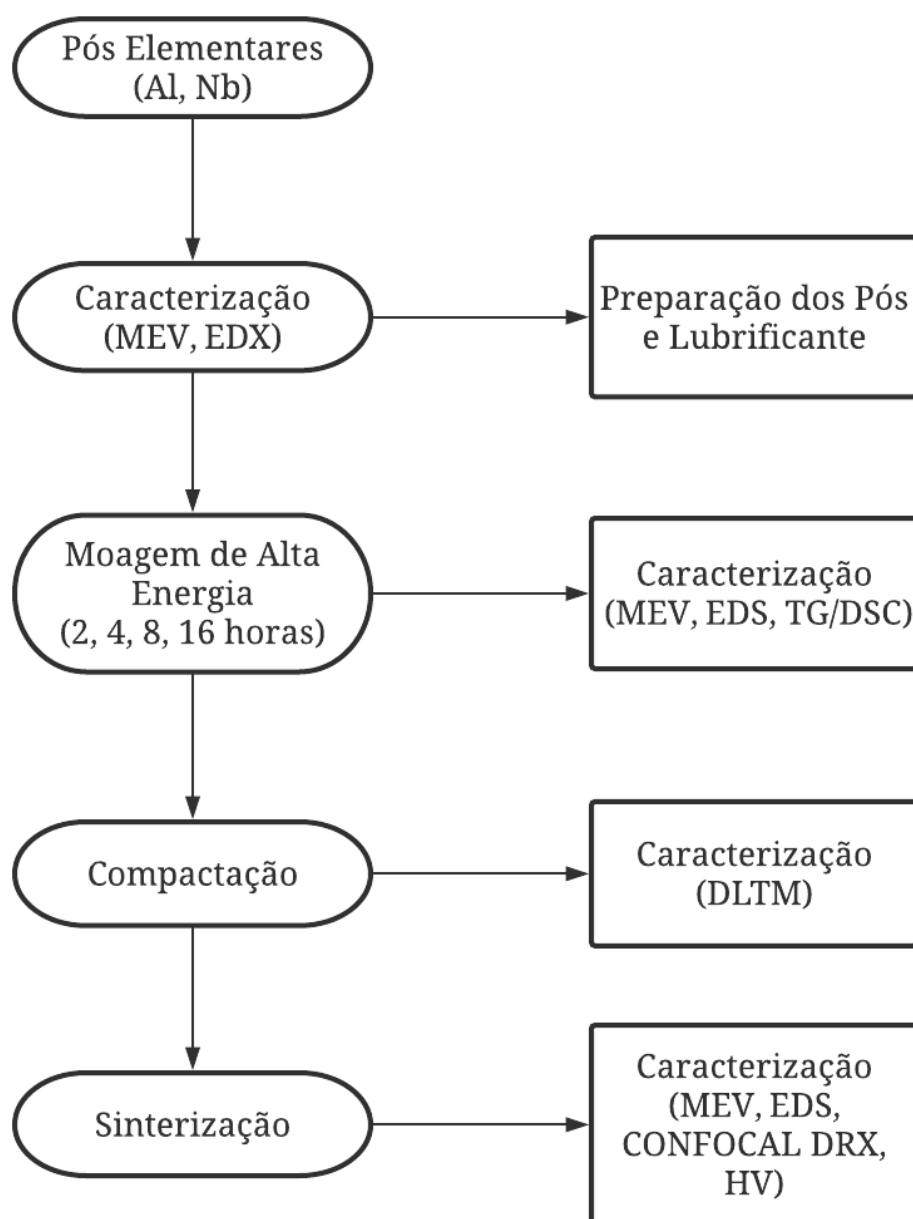


Figura 14 - Fluxograma do Procedimento Experimental.

3.1 Caracterização da Matéria Prima

Os pós elementares de Alumínio e Nióbio utilizados neste trabalho foram fornecidos pela empresa Alcoa e pelo Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena – DEMAR-EEL-USP.

A morfologia dos pós elementares e das misturas obtidas foram analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca JEOL, modelo JSM-7100F (Figura 15).



Figura 15 – Microscópio Eletrônico de Varredura MEV.

O MEV é um equipamento de alta resolução e de elevadas ampliações podendo chegar em aumentos de até um milhão de vezes que fornece informações de morfologia e microestrutura. Possui equipamentos adicionais acoplados com capacidade micro-analíticas, como por exemplo, a Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) que analisa a superfície do material através do feixe de elétrons que se move em um padrão x-y mediante a condutividade do material, obtendo informações de composição química qualitativas da amostra, aliado a isso, o MEV também possui a interação de elétrons

retroespalhados (*BSE - Backscattering electrons*) que gera uma imagem em relação a composição da amostra em função do número atômico dos elementos exibindo a imagem em contrastes distintos (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007) (REINKE, 2017).

A composição química dos pós utilizados foram analisados pela técnica de espectrofotometria de fluorescência de raios-x por energia dispersiva, do equipamento EDX-XDF 720 da marca Shimadzu, que é uma técnica não destrutiva que consiste em determinar elementos químicos baseada na medição das intensidades de raios-X característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra a partir de excitação por meio de um feixe de raios-X (SANTOS et al., 2013).

3.2 Moagem de Alta Energia

Para a realização das moagens, os pós foram pesados em uma balança analítica de precisão e misturados na proporção de 98% de Al (> 99% puro) e 2% de Nb (> 99% puro) obtendo-se um total de 20g em massa, juntamente foi adicionado 1% de estearato de zinco como agente de controle de processo com intuito de evitar a soldagem a frio das partículas e também como lubrificante para facilitar na ejeção do corpo de prova da matriz de compactação. O preenchimento do vaso de moagem foi com os pós de alumínio, nióbio, estearato de zinco e adicionado as esferas de aço duro de 10mm de diâmetro sob uma atmosfera a vácuo. O equipamento utilizado para as misturas foi o moinho de bolas planetário da marca *Retsch PM 100*. A Figura 16 (a) mostra o esquema de fixação do vaso de moagem no equipamento onde durante o processo as forças centrífugas agem de forma que os pós colidem com a parede do recipiente e com as esferas em um processo de rotação constante (OTHMAN; SARDARINEJAD; MASROM, 2014), e Figura 16 (b) o vaso de moagem de aço INOX com a capacidade de 250ml. Durante o procedimento das moagens, programou-se uma interrupção do processo de 5 minutos a cada 10 minutos de moagem a fim de evitar geração de calor e conseqüentemente um superaquecimento do vaso de moagem. Finalizadas as moagens, foram analisadas e medidas a densidade aparente das misturas (seção 3.7.1) e observadas a morfologia no MEV onde as partículas foram depositadas em uma fita condutora dupla face de carbono. Para cada tempo de moagem, o vaso e as esferas eram limpas com álcool etílico em um banho de ultrassom por 10 minutos para evitar contaminação das partículas entre o intervalo das moagens. As variáveis de processo utilizadas nesta etapa do trabalho estão especificadas na Tabela 5.

Tabela 3 - Variáveis de processo

Variáveis de Processo	
Atmosfera de Moagem	Vácuo
BRP	10:1 (10mm ϕ)
Lubrificante	Estearato de Zinco
Tempo (horas)	2, 4, 8 e 16
Tipo de Moinho	Planetário
Velocidade (RPM)	250

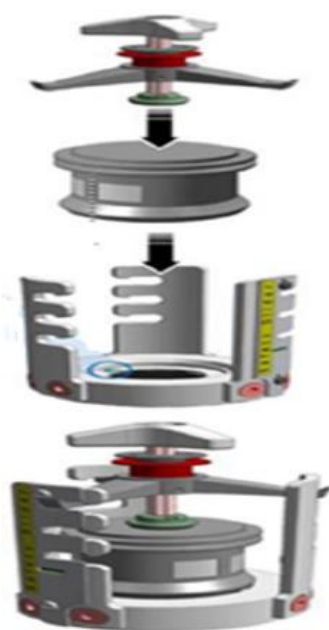


Figura 16 – (a) Esquema de fixação do Vaso de Moagem (OTHMAN; SARDARINEJAD; MASROM, 2014). (b) Vaso de moagem.

3.3. Compactação

Para a realização da compactação foram confeccionadas duas matrizes cilíndricas de aço com os diâmetros de 11mm para o ensaio de dilatometria (dimensão do cadinho no equipamento) e de 14,50mm para a etapa de sinterização. As amostras foram compactadas em uma máquina de prensagem isostática a frio uniaxial de capacidade de 10 toneladas da marca MARCON modelo MPH – 10.

Cada mistura foi cuidadosamente preenchida na matriz e realizada 3 prensagens com intervalos de 60 segundos de até 3 toneladas. Em seguida, as densidades a verde dos compactados foram calculadas pelo método geométrico onde foram mensuradas o peso (g) em uma balança analítica de precisão e o volume por meio das dimensões de altura e diâmetro (mm) utilizando um paquímetro digital para a cada corpo de prova compactado.

3.4. Dilatometria

Após a realização das moagens, foi realizado o ensaio de dilatometria do corpo de prova a verde da mistura de 4 horas de moagem. O equipamento utilizado foi o dilatômetro da marca *Netzsch -DIL 402* da série *Expedis* (Figura 17). O aquecimento foi de 5°C/min até a temperatura de 700°C, sob uma atmosfera de nitrogênio com o objetivo de identificar a temperatura ideal de sinterização para todas as misturas.

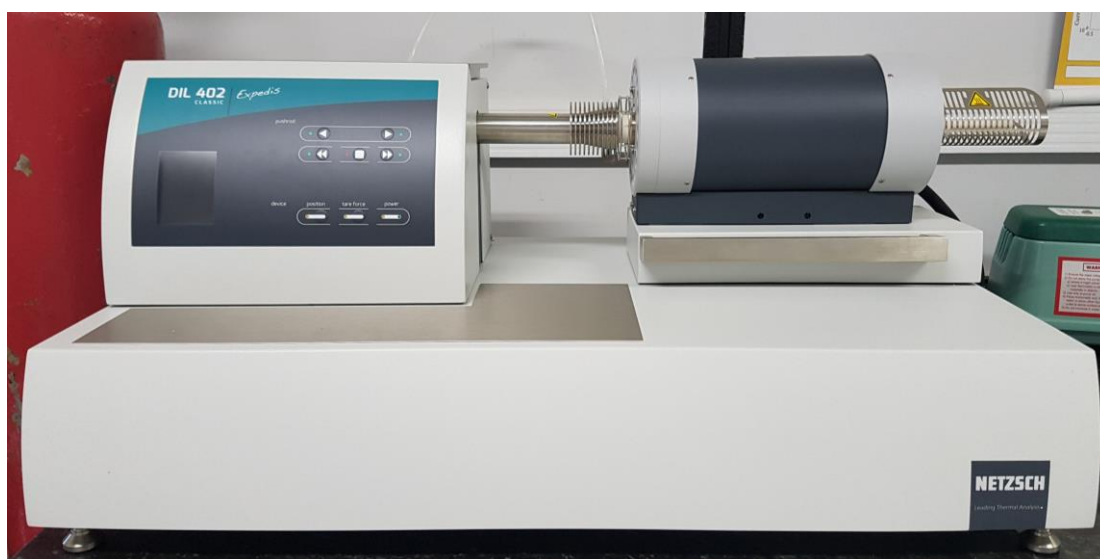


Figura 17 - Dilatômetro Netzsch-DIL 420.

3.5. Sinterização

Nesta etapa, os corpos de prova compactados a verde foram depositados em um cadinho de alumina e sinterizados em um forno tubular da marca *Carbolite* modelo *MTF 12/25/250* (Figura 18).



Figura 18 – Forno Tubular Carbolite MTF 12/25/250.

No decorrer da etapa de sinterização, foi utilizada uma atmosfera inerte de Argônio durante todo o processo a fim de evitar o processo de oxidação das amostras. A rampa de aquecimento (Figura 19) foi de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ até atingir a temperatura de 670°C , esta escolhida conforme o ensaio de dilatométrica permanecendo neste patamar por 2 horas, e resfriadas no forno até a temperatura ambiente. Durante a taxa de aquecimento até a isoterma, ocorreu também a eliminação do lubrificante utilizado, estearato de zinco, onde o mesmo evapora em torno de 400°C .

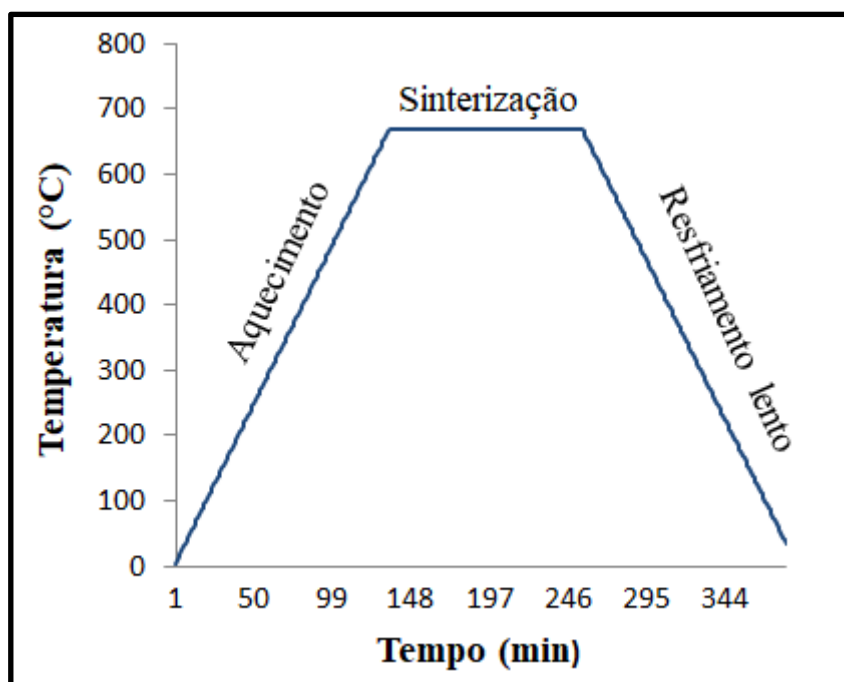


Figura 19 - Rampa de aquecimento de Sinterização.

3.6. Metalografia

As microscopias das amostras sinterizadas foram observadas no microscópio Confocal da marca Olympus modelo LEXT-OLS 4100 e no Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV, para isto a preparação metalográfica das amostras foram segundo a norma ASTM E3-01 - *Standard Guide for Preparation of Metallographic*. As amostras foram primeiro embutidas à frio com resina acrílica poliéster. Logo após, o lixamento em uma máquina politriz com água corrente utilizando lixas d'água de granulometria variando de 220 a 2500mesh. Para a realização do polimento, as amostras lixadas foram colocadas em um banho de ultrassom de 10 minutos para remover excessos da superfície das amostras.

O processo de polimento foi com alumina em suspensão de 0,03 e 0,05 μm até um acabamento fino, e novamente colocadas em banho de ultrassom por 10 minutos para remover qualquer resíduo de alumina da superfície da amostra, e assim então encaminhadas para os ensaios de difratometria de raio-X, microdureza e microscopias.

3.7. Medidas de densidade e porosidade

No processo de Metalurgia do Pó, a medição da densidade do material fabricado é fundamental dado que a porosidade afeta diretamente nas propriedades mecânicas finais do material pois depende do tamanho e da distribuição dos poros na peça (ANGELO; SUBRAMANIAN, 2008). Em todas as etapas do procedimento experimental, foram calculadas de todas as amostras obtidas as medidas de densidade aparente, densidade a verde e a densidade do sinterizado.

3.7.1 Densidade Aparente

A metodologia comumente usada para determinar a densidade aparente de pós metálicos é pelo o método geométrico. Esta é definida como "a massa por unidade de volume do pó solto" expressa em g/cm^3 . A medição é realizada através do preenchimento do pó (cuidados devem ser tomados para evitar a densificação física do pó quando nivelado) em um recipiente de volume (ANGELO; SUBRAMANIAN, 2008). Depois que

o recipiente é preenchido, a densidade aparente é então medida pelo peso do pó no recipiente em gramas e dividindo-se pelo volume do copo. Utilizando a seguinte equação:

Equação 1 - Cálculo da densidade aparente (ANGELO; SUBRAMANIAN, 2008).

$$\rho_{ap} = \frac{m \text{ (g)}}{V \text{ (cm}^3\text{)}}.$$

Onde:

ρ_{ap} – Densidade aparente da mistura em (g/cm³);

m – Massa (g);

V – Volume (cm³).

3.7.2 Densidade a Verde

A peça “a verde” refere-se a amostra obtida após a compactação da mistura. A densidade verde (ρ_v) dos compactados foram calculadas medindo-se o peso e o volume dos mesmos, utilizou-se uma balança analítica de precisão para o peso (g) e um paquímetro para as respectivas alturas e diâmetros (mm). Para o valor final da densidade a verde, fora utilizada a equação 1 e as seguintes equações:

Equação 2 – Cálculo da densidade a verde (FOGAGNOLO, 2000).

$$V = \frac{\tau d^2 h}{4}; \rho_v = \frac{m \text{ (g)}}{V \text{ (cm}^3\text{)}}.$$

Onde:

ρ_v – Densidade a verde em (g/cm³);

m – Massa do compactado (g);

d – Diâmetro do compactado (mm);

h – Espessura do compactado;

V – Volume (cm³).

3.7.3 Densidade Teórica

A densidades de misturas de pós metálicos, depende do peso específico e da quantidade de lubrificantes adicionados na mistura. Dessa forma, o cálculo da densidade teórica, é de suma importância para o valor de densidade do sinterizado e da porosidade. O valor da densidade teórica considera-se a peça/amostra livre de poros, pode ser calculada pela seguinte equação (TIWARI; RAJPUT; SRIVASTAVA, 2012):

Equação 3 – Cálculo da densidade teórica (TIWARI; RAJPUT; SRIVASTAVA, 2012).

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

Onde:

ρ_t – Densidade teórica da mistura;

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

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

ρ_{Al} – Densidade teórica do alumínio;

ρ_{Nb} – Densidade teórica do nióbio;

Os valores de densidade utilizados foram: $\rho_{Al} = 2,70 \text{ g/cm}^3$, $\rho_{Nb} = 8,57 \text{ g/cm}^3$.

3.7.4 Densidade do Sinterizado

Para o cálculo da densidade das amostras sinterizadas, foi adotado o método de Arquimedes. Em uma balança analítica de precisão, foram mensuradas 3 medidas de peso da amostra. Primeiro pesou-se a massa da amostra seca, esta amostra então foi imersa em água destilada, permanecendo durante algum tempo até a água preencher os poros das amostras. O peso da amostra foi então novamente medido, como peso imerso. Em seguida, o componente é imerso em água para deslocar seu volume e a massa imersa é medida.

A densidade do ρ_{sint} em g/cm^3 é calculada então a partir das determinações de massa, através da seguinte equação:

Equação 3 – Cálculo da densidade do sinterizado (GERMAN, 2016).

$$\rho_{\text{sint}} = \frac{M1}{M2-M3} (g) \times \rho_{\text{H2O}}.$$

Onde:

ρ_{sint} – Densidade do sinterizado;

ρ_{H2O} – Densidade da água;

M1 – Massa seca;

M2 – Massa úmida;

M3 – Massa imersa.

3.7.5 Porosidade

Para determinação do percentual de porosidade das amostras produzidas, considera-se o valor da densidade teórica (seção 3.7.3) e da densidade do sinterizado (seção 3.7.4). O valor em percentual da porosidade das amostras produzidas, pode ser calculada pela seguinte equação (TIWARI; RAJPUT; SRIVASTAVA, 2012):

Equação 4 – Cálculo da Porosidade (TIWARI; RAJPUT; SRIVASTAVA, 2012).

$$\text{Porosidade} = \left(\frac{\rho_t - \rho_{\text{sint}}}{\rho_t} \right) \times 100 .$$

Onde:

ρ_t – Densidade teórica da mistura;

ρ_{sint} – Densidade do sinterizado.

3.8. Difração de raios-X

A técnica de difração de raios-X é amplamente utilizada e difundida para caracterizar e estudar as estruturas cristalinas da maioria dos materiais, como metais, ligas e semicondutores. A análise de DRX baseia-se na interação dos raios-X com a estrutura cristalina do material, o que resulta em um padrão de difratograma que fornece informações sobre as direções cristalográficas, parâmetros de rede e composição de fase (KOVÁLEV et al., 2017).

A identificação das fases presentes nos quatro diferentes tempos de moagem das amostras sinterizadas, foi realizada pelo método de difração de raios-X. O equipamento utilizado foi o difratômetro de raios-X, da marca Bruker modelo Smart Apex II utilizando a radiação Cu-K α (comprimento de onda de 0,1789 nm). O ensaio foi realizado utilizando os parâmetros para uma ampla gama de ângulos de difração (2θ) que variam de 20° a 120° com passo angular de 0,05° e com tempo de contagem por ponto igual a 2,4s (JESUS, 2018).

3.9. Microdureza

O teste de dureza é o teste de propriedade mecânica mais utilizado para caracterizar rapidamente um material com o menor dano destrutivo na amostra e menor tempo de ensaio, por isso é uma ferramenta de controle de qualidade amplamente utilizada. A dureza reflete a resistência à penetração superficial por um penetrador carregado (GERMAN, 2016).

O teste de microdureza Vickers foi utilizado para caracterizar o efeito do tempo de moagem nas propriedades das amostras sinterizadas obtidas. Para a realização da medição, as amostras foram preparadas por metalografia, seguindo as etapas de lixamento e polimento descrito na (seção 3.6).

O teste de microdureza foi realizado em um microdurômetro da marca EMCOTEST, modelo DURASCAN 20 usando um indentedor de microdureza Vickers com carga de 50gf e tempo de permanência por 10 segundos. Foram efetuadas cinco medições para cada corpo de prova sinterizado. Os comprimentos das diagonais do quadrado foram medidos através do software acoplado ao equipamento por meio de um microscópio ótico, onde o mesmo fornece o valor de dureza em Vickers (HV) encontrado.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos descritos no procedimento experimental.

4.1 Pós metálicos como Matéria Prima e Misturas

Nesta seção serão apresentadas as imagens obtidas pelo Microscópio Eletrônico de Varredura dos pós de Al e Nb utilizados como pós de partidas para o processo de obtenção do composto, assim como também as imagens das moagens realizadas nos tempos de 2, 4, 8 e 16 horas, as imagens obtidas utilizando a técnica por BSE-elétrons espalhados e a composição química qualitativa por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).

As tabelas 4 e 5 mostram respectivamente as porcentagens químicas dos elementos encontrados dos pós de Al e Nb utilizado para o processo.

Tabela 4 - Composição química pó de Alumínio.

Composição Química Al utilizado							
Elementos	Al	Fe	Cr	Zn	Yb	Ga	V
(%)	99,7	0,17	0,049	0,016	0,013	0,012	0,012

Tabela 5 - Composição química pó de Nióbio.

Composição Química Nb utilizado			
Elementos	Nb	Fe	Ni
(%)	99,4	0,205	0,069

4.1.1 Pó de Alumínio (Al)

O pó metálico de alumínio foi observado no MEV como mostrado na Figura 20, onde pode ser visualizado que os formatos das partículas apresentaram partículas esféricas e nodulares, caracterizando o processo de obtenção de atomização a gás/ar, que fora discutido na (seção 1.4). É possível estimar através das imagens que o tamanho médio das

partículas de Al são entre 5-10 μ . A composição química apresentou o percentual de 99,7% de Al através da análise de EDX, que foi apresentado na Tabela 4.

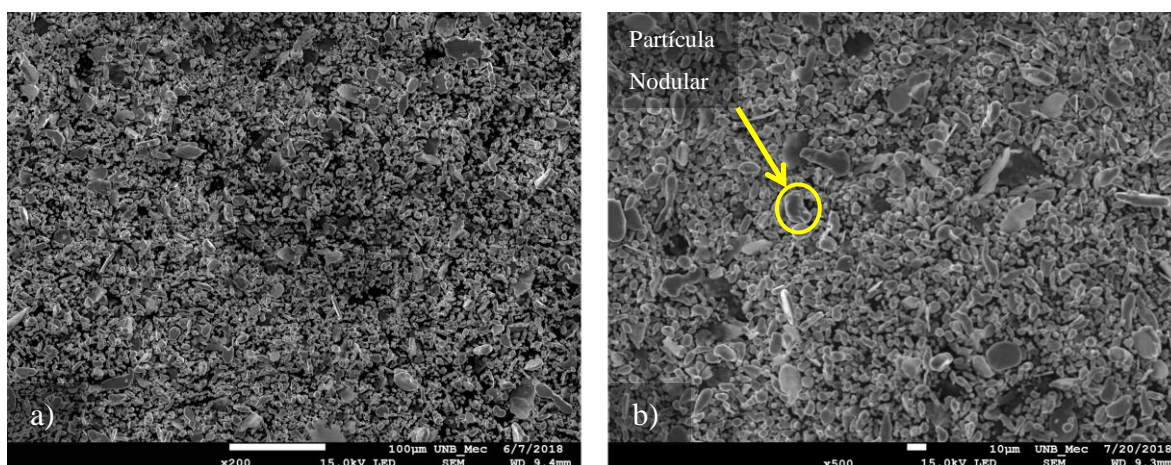


Figura 20 - Pó de Alumínio (a) aumento de 200x (b) 500x.

4.1.2 Pó de Nióbio (Nb)

O pó metálico de nióbio pode ser observado na Figura 21, é possível notar que apresenta formato de partículas irregulares e angulares, caracterizando o processo de obtenção por HDH como relatado na literatura e discutido na (seção 1.5), que é o processo mais utilizado para obtenção dos metais refratários. Percebe-se que o tamanho médio das partículas de Nb são de 15-20 μ e que se diferem em morfologia e tamanho quando comparadas as partículas de Al. A composição química de como recebido foi de 99,8% de Nb e pode ser observado na Tabela 5.

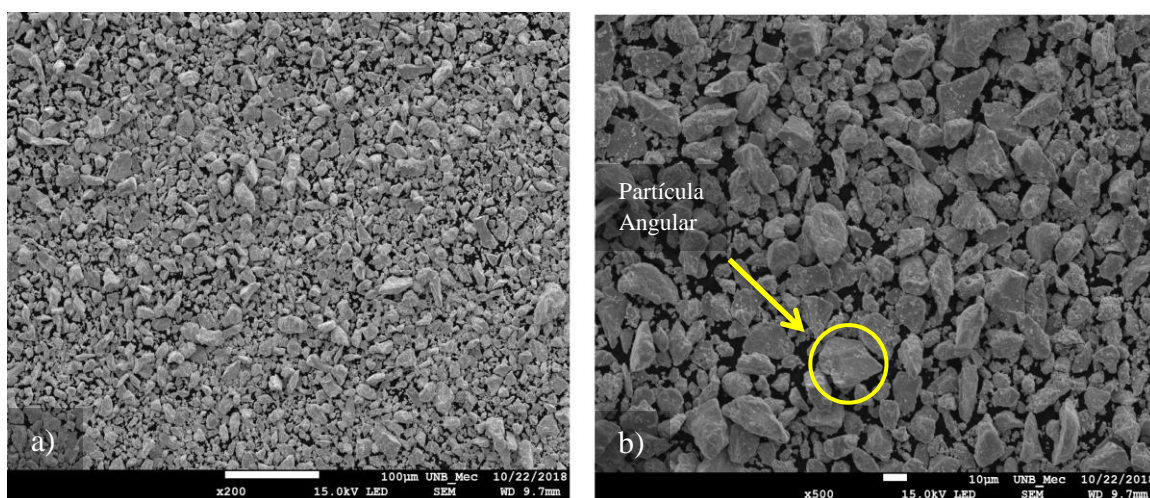


Figura 21 - Pó de Nióbio (a) aumento de 200x (b) 500x.

4.2. Análise morfológica das misturas

O processo de Moagem de Alta Energia ocorre em um processo de deformação plástica das partículas em sucessivas colisões de soldagem, fratura e re-soldagem dos pós moídos com os corpos moedores (esferas). Cada variável de processo pode ser determinante para as características finais do material requerido. Dessa forma, as imagens obtidas apresentam diferenças morfológicas significativas para cada tempo de moagem proposto. Conforme aumenta o tempo de moagem, o processo de deformação plástica tende a favorecer a formação de lamelas, agregados e partículas achatadas.

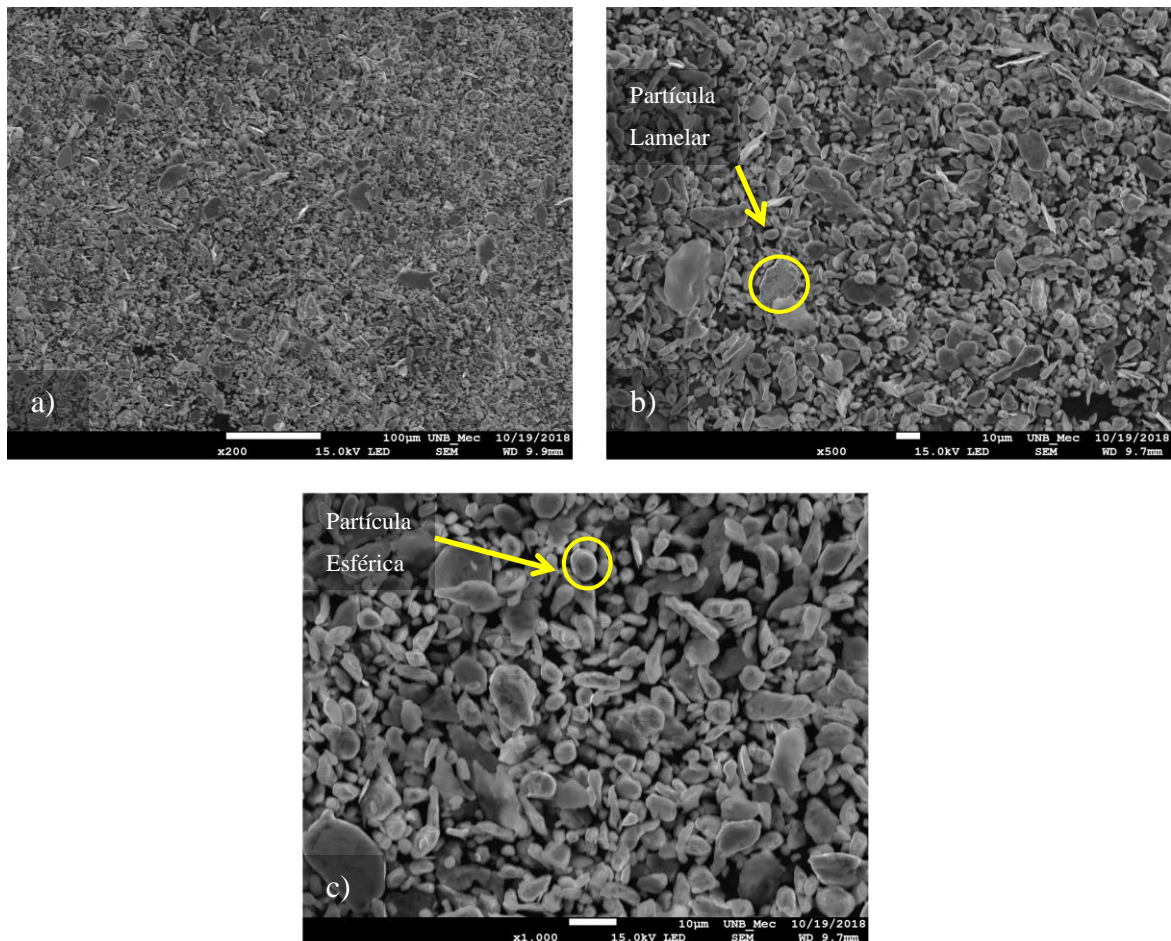
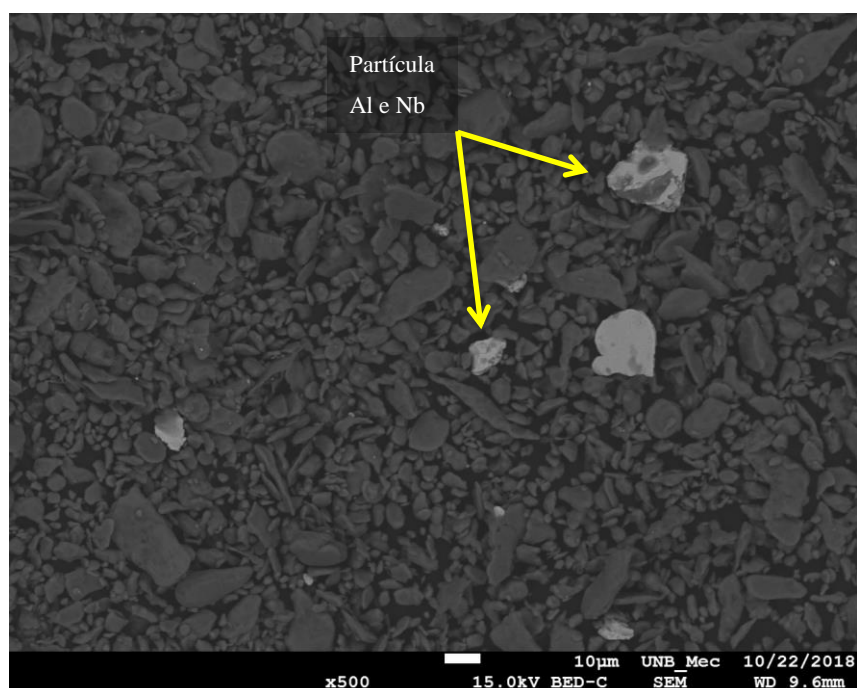


Figura 22 - Moagem 2 horas (a) aumento de 200x
(b) 500x (c)1000x.

A Figura 22 apresenta a moagem mecânica no tempo de 2 horas nos aumentos de x200, x500 e 1000x, observa-se o formato das partículas mais esféricas (formato característico das partículas de Al), isto deve-se ao fato de que o tempo de 2 horas não foi suficiente para a deformação mecânica da mistura, porém já é possível observar o início da formação de morfologia de algumas partículas típicas do processo de MAE como indicados nas setas e nos círculos amarelos.

Através da técnica *Backscattering Electrons* (BSE) - MEV foi possível identificar as partículas de Al e Nb separadamente, pois a mesma gera a imagem em contrastes distintos. A Figura 23 no aumento de x500 indica que o tempo de moagem por 2 horas já há formação mecânica dos elementos de Al e Nb, este fato se confirma pela composição química feita por EDS onde mostra o teor de Al e Nb na área varrida correspondente, o relatório completo de EDS está no anexo I.



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.0490

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Al K	1.486	94.73	0.27	98.41				96.9090
Nb L	2.166	5.27	0.13	1.59				3.0910
Total		100.00		100.00				

Figura 23 - 2 horas BSE aumento de 500x.

A Figura 24 observa-se a mistura no tempo de 4 horas, onde é possível verificar que o formato característico do pó de Al não é mais predominante, em comparação a Figura 22 do tempo de 2 horas, ou seja, a deformação mecânica das partículas já foi mais eficiente a partir de 4 horas de moagem, onde destaca-se nas indicações dos círculos amarelos, partículas predominantemente achatadas e lamelares visivelmente maiores que a mistura do tempo de 2 horas.

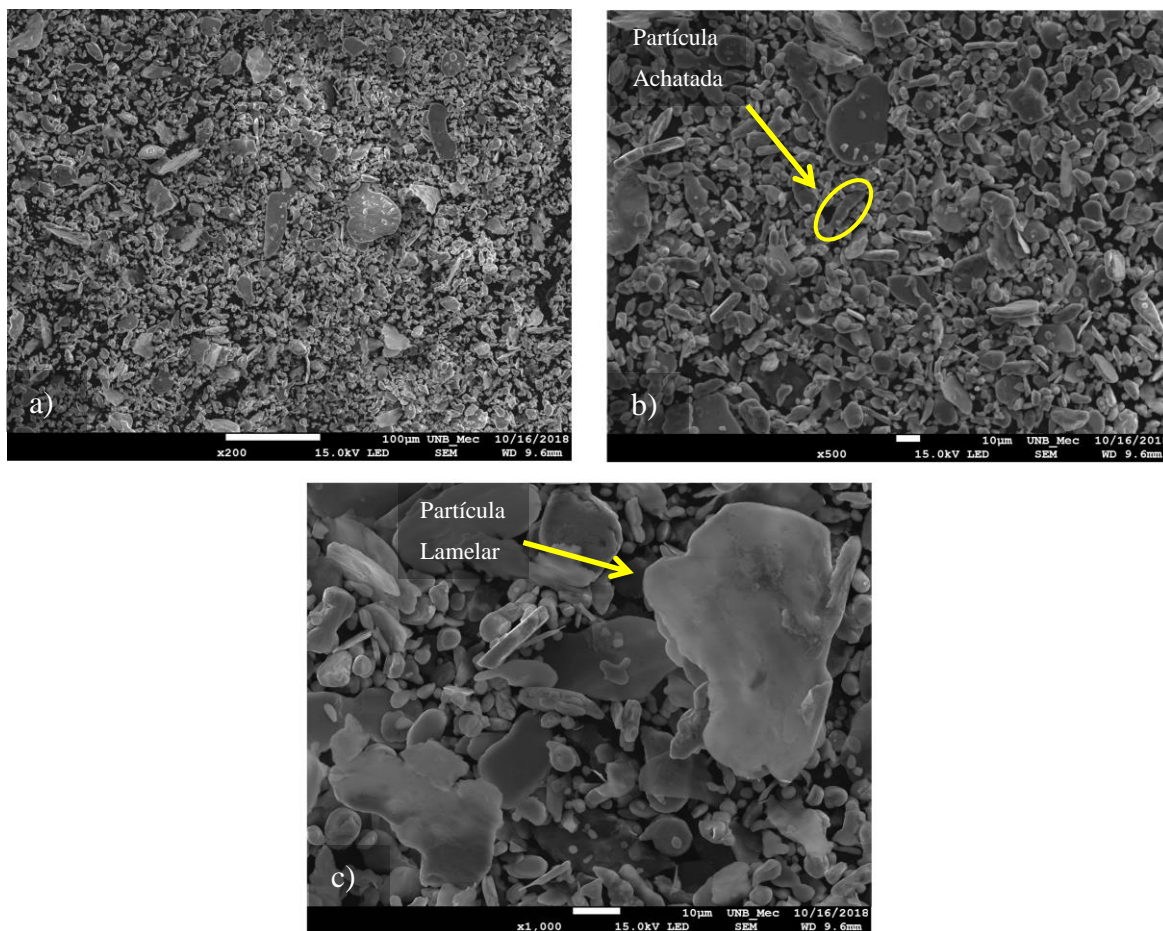


Figura 24 - Moagem de 4 horas (a) aumento de 200x
(b) 500x (c)1000x.

A Figura 25 observa-se a micrografia BSE-MEV no tempo de 4 horas de moagem, onde evidencia-se a ligação da partícula de Nb (área mais clara) nas partículas de Al indicados pelas setas amarelas, onde apresenta o percentual de Nb na área varrida correspondente obtidas no EDS.

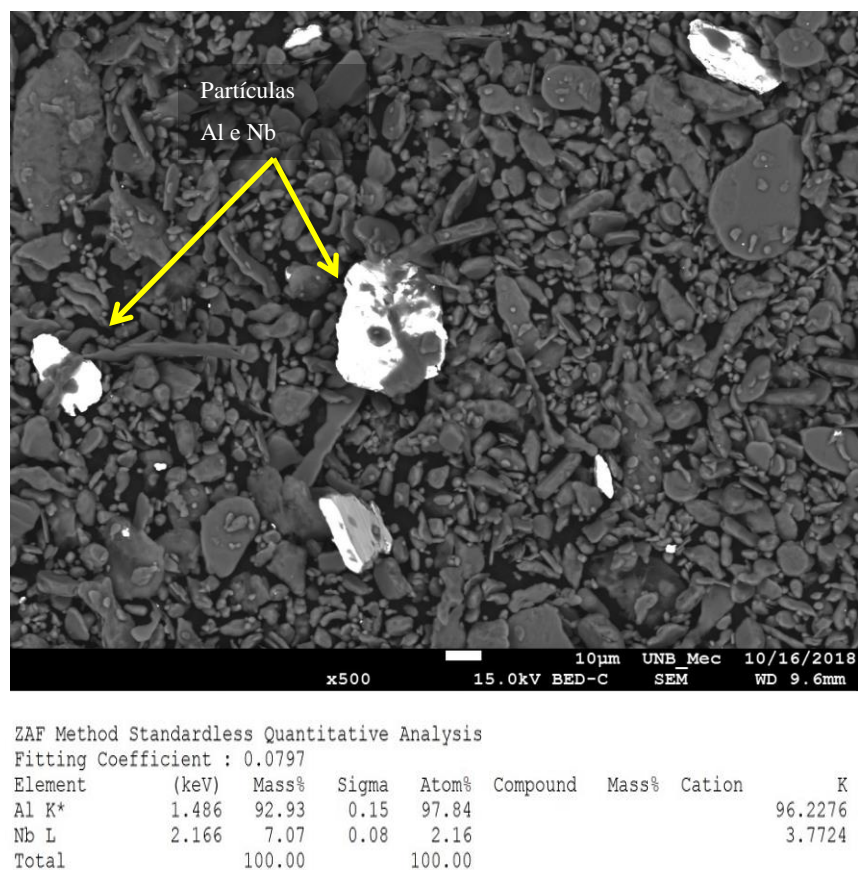


Figura 25 – 4 horas BSE aumento de 500x.

O Alumínio é um metal extremamente dúctil, sendo possível afirmar que a partir do tempo de 4 horas, o processo de MAE já é eficiente para mudança de suas características, como a morfologia (esférica e nodular), que sofreram alterações devido a deformação plástica e o encruamento das partículas.

Analisando a Figura 26 correspondente ao tempo de moagem de 8 horas verifica-se uma quantidade significativa de partículas aglomeradas formadas devido ao processo de fratura e soldagem a frio das partículas e os formatos esféricos e angulares já não são mais possíveis de serem observadas, quando comparadas as Figuras 22 e 24.

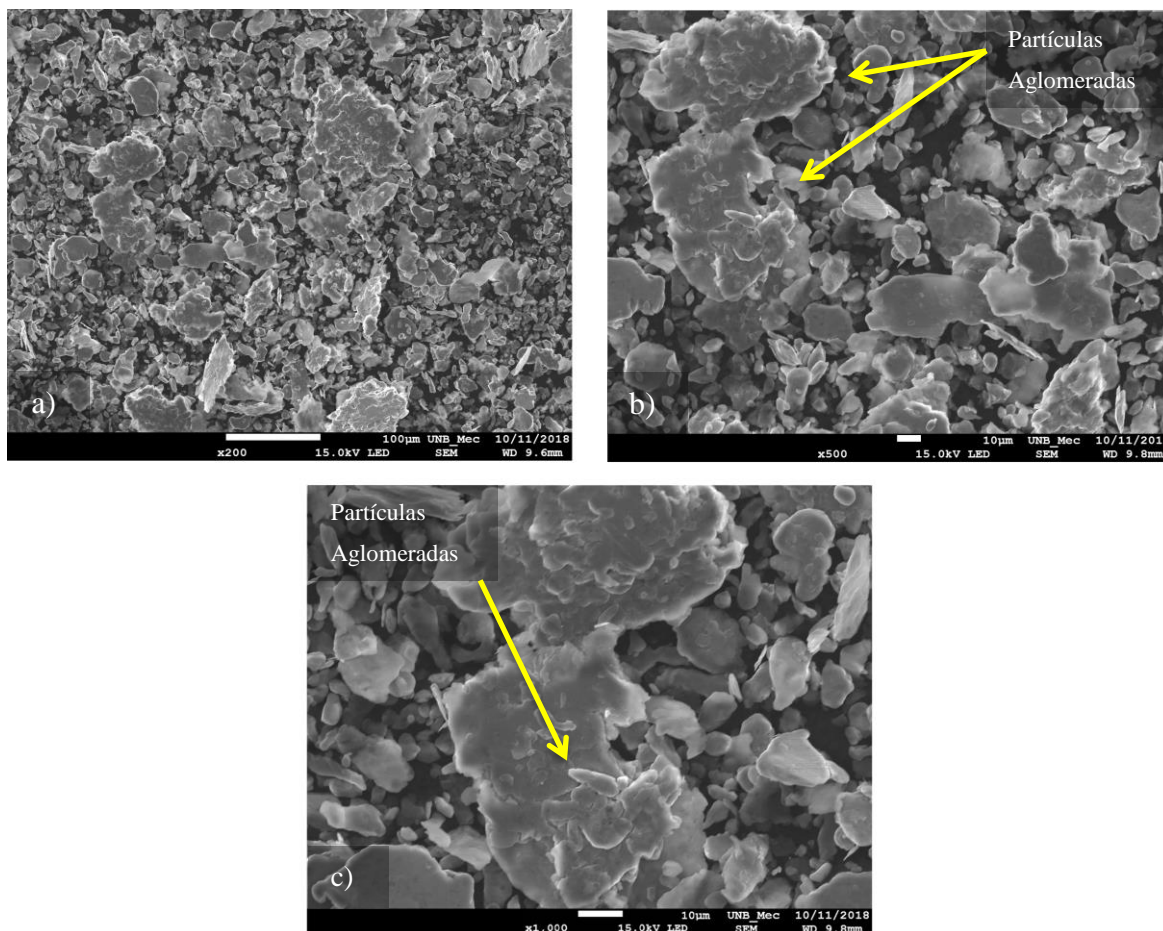
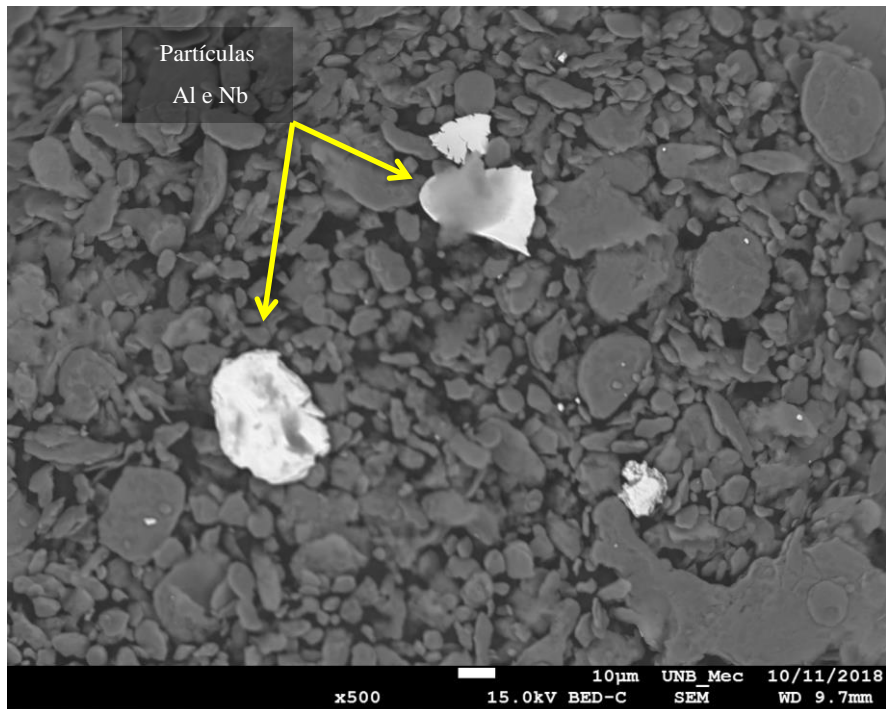


Figura 26 - Moagem de 8 horas (a) aumento de 200x
(b) 500x (c)1000x.

A Figura 27 pode ser observado pela técnica BSE-MEV que as partículas do Al também foram aderidas as partículas de Nb (tom mais claro) pelo processo de moagem, assim como confirmado pelo EDS.



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.1235

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Al K	1.486	83.54	0.12	94.59				90.1536
Nb L	2.166	16.46	0.10	5.41				9.8464
Total		100.00		100.00				

Figura 27 - 8 horas BSE aumento de 500x.

Os pós moídos no tempo de 16 horas de MAE podem ser observados na Figura 28, percebe-se que a partir do tempo de 16 horas de moagem, houve a formação de partículas aglomeradas umas às outras e conforme aumenta o tempo de MAE favorece o formato das partículas lamelares. Devido a tempos mais longos de MAE, a deformação mecânica do material atinge um certo limite, tornando as partículas mais fragmentas e achatadas, confirmando o processo dúctil da moagem de alta energia, pois quanto mais as partículas sofrem colisões mecânicas repetidas, as partículas tendem a ficar aglomeradas. Para a formação de partículas equiaxiais é necessário um maior tempo de moagem para observar a estabilização na morfologia das partículas (FOGAGNOLO, 2000).

A imagem 29 observa-se a imagem BSE-MEV, onde podemos verificar que as partículas de Nb (mais clara) na área varrida correspondente obtidas por EDS.

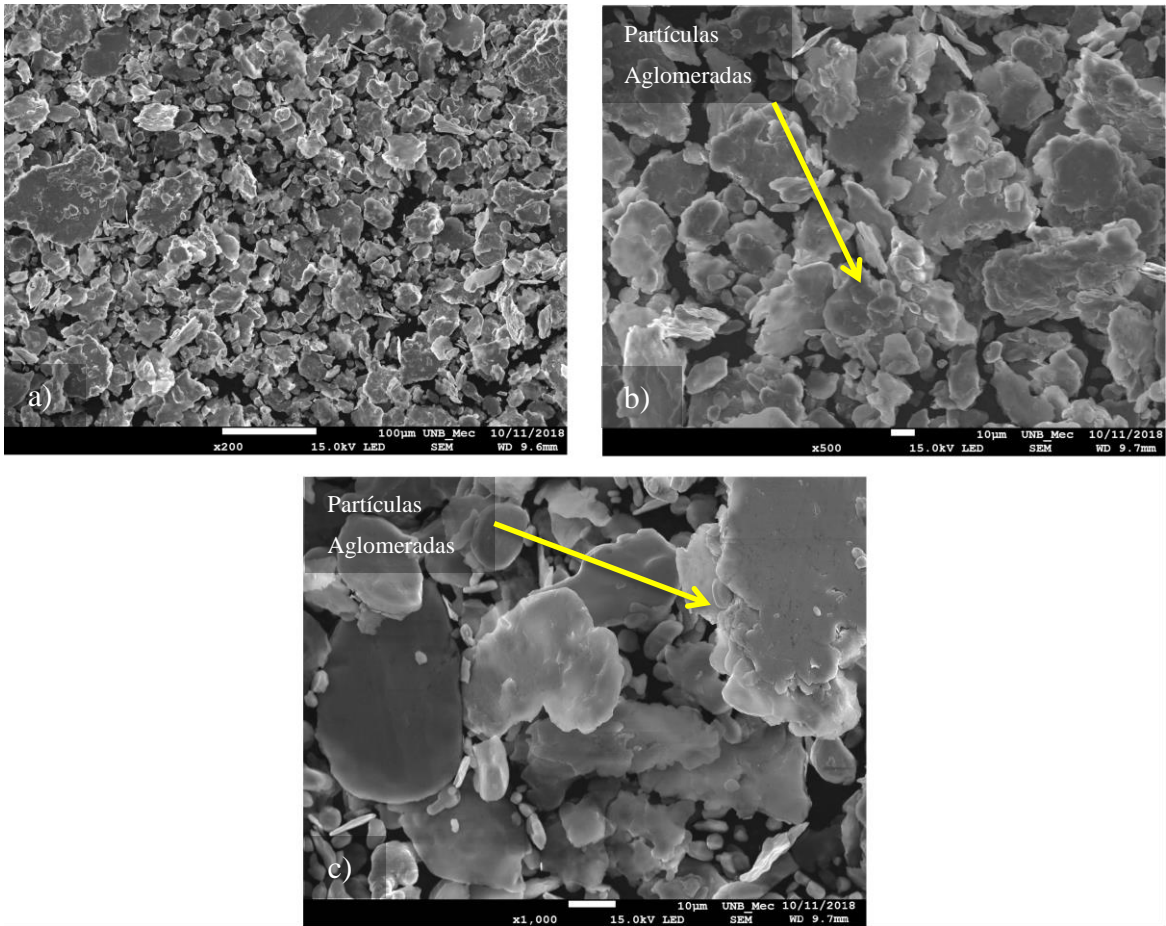
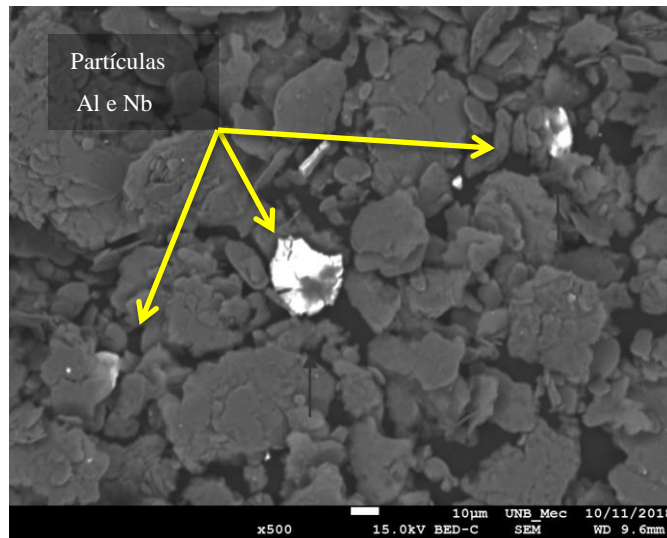


Figura 28 - Moagem 16 horas (a) aumento de 200x (b) 500x (c)1000x.



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.0828

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Al K*	1.486	90.56	0.11	97.06				94.8122
Nb L	2.166	9.44	0.07	2.94				5.1878
Total		100.00		100.00				

Figura 29 - 16 horas BSE.

4.3. Análise Dilatométrica

A Figura 30 apresenta a curva dilatométrica do corpo de prova a verde com o tempo de 4 horas de moagem, vale ressaltar, que este tempo foi escolhido para a temperatura ideal de sinterização para todas as amostras visto que esta pesquisa alterou somente o tempo de moagem como parâmetro de estudo. O gráfico mostra que a contração da amostra se inicia em torno de 640 até 695°C. Para a temperatura ideal de sinterização para todos os tempos de moagem, foi escolhida a temperatura de 670°C.

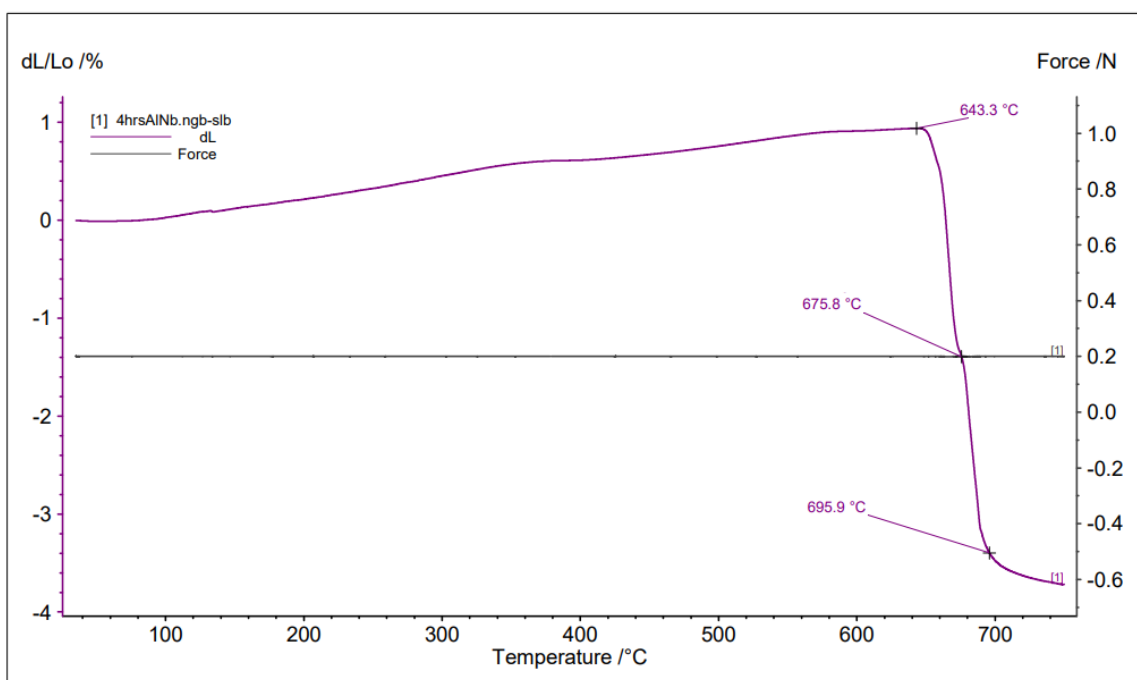


Figura 30 - Gráfico Dilatômetro.

4.4. Cálculo da densidade aparente dos pós após a moagem

Os valores de densidade aparente são primordiais na etapa do processo de metalurgia do pó. Pois, de acordo com (FOGAGNOLO, 2000) esta influencia, desde do projeto das matrizes e moldes de compactação, como no processo subsequente de compactação das misturas que dependem da morfologia, do tamanho e da distribuição do tamanho das partículas.

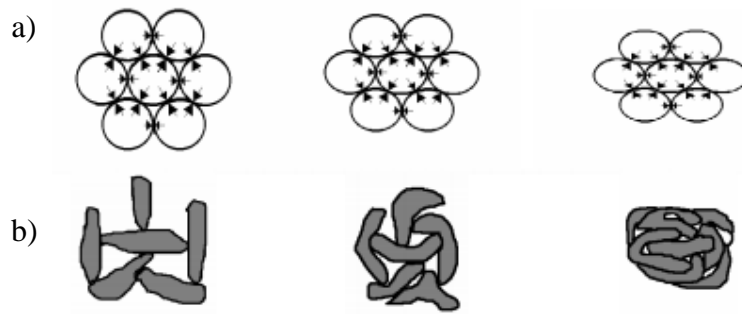


Figura 31 - Rearranjo das partículas (a) Partículas esféricas (b) Partículas alongadas (FOGAGNOLO, 2000).

A Tabela 6 mostra os valores das densidades aparentes obtidos como descrito na (seção 3.7.1) para as misturas Al2-%Nb em cada tempo de moagem.

Tabela 6 - Densidade Aparente.

Densidade Aparente		
Tempo de MAE	Volume (cm³)	ρ_{ap} (g/cm³)
2 horas	5,0	0,804
4 horas	5,0	0,721
8 horas	5,0	0,619
16 horas	5,0	0,591

A Figura 22 mostra a mistura obtida por 2 horas onde observa-se o formato das partículas mais esféricas e arredondadas, sendo possível afirmar que o tempo de 2 horas obteve o maior valor de densidade aparente devido ao formato das partículas, como demonstrado na Figura 31. As partículas esféricas têm menor capacidade de deformação plástica do que as partículas alongadas. A partir do tempo de 4 horas de moagem, percebe-se um decréscimo nas densidades aparentes até o tempo de 16 horas. De acordo com (FOGAGNOLO, 2000) em decorrência do aumento do tempo de moagem, as partículas sofrem um processo constante de deformação o que resulta no crescimento e endurecimento das partículas e a mudança de morfologia esférica para lamelar prejudica o empacotamento resultando em um maior volume ocupado. É necessário um aumento do tempo de moagem, a fim de observar a estabilização da densidade aparente e a formação de partículas equiaxiais.

4.5. Cálculo da densidade teórica

A densidade teórica foi calculada através da Equação (3) e obteve-se o valor de $2,817 \text{ g/cm}^3$ para a densidade teórica do composto Al_2Nb . Este resultado é importante para a comparação dos valores de densidade do sinterizado com o esperado (densidade teórica). Além disso, utilizou-se este valor para o cálculo da porosidade das amostras obtidas.

4.6. Cálculo das densidades a verde

As densidades a verdes das misturas compactadas foram medidas pelo método geométrico utilizando a Equação 3 detalhado na (seção 3.7.2). A densidade das misturas (pó elementares, lubrificante e etc.) na cavidade do molde aumenta por rearranjo e deformação elástica e plástica das partículas metálicas, e o uso do lubrificante reduz as forças de atrito entre as partículas e a matriz, e o resultado da densidade a verde pela compactação uniaxial a frio também pode ser influenciado devido a pressão de compactação empregada. Como observado na Figura 32, a compactação depende de vários fatores, como: tamanho da partícula, formato da partícula e do lubrificante (MOLINARI et al., 2018).

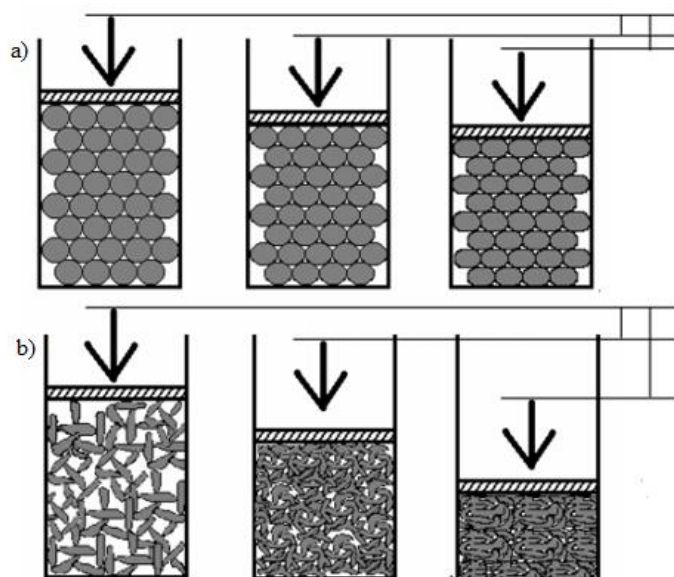


Figura 32 – Compactação Uniaxial de partículas (a) Esféricas (b) Equiaxiais (FOGAGNOLO, 2000).

Tabela 7 - Densidade a verde

Densidade a verde	
Tempo de MAE	ρ_v (g/cm³)
2 horas	2,113
4 horas	2,078
8 horas	2,046
16 horas	2,040

A Tabela 7 mostra os valores de densidade a verde obtidas. Percebe-se que a densidade a verde das misturas de Al-2%Nb compactadas diminuiu conforme houve o aumento do tempo de moagem, porém nota-se que há uma certa estabilidade nos valores encontrados, isto pode está relacionado as diferenças de morfologia entre as partículas, pois partículas predominantemente lamelares apresentam menor capacidade de deformação, além da diferença considerável do tamanho das partículas de Al e Nb, pois mesmo no decorrer do aumento do tempo de moagem percebe-se que as algumas partículas de Nb ainda permaneceram bem maiores quando comparadas as partículas de Al, o que influenciou diretamente no processo de prensagens e nos valores de densidade a verde (FOGAGNOLO, 2000). Esta diminuição na densidade a verde em relação ao tempo de moagem também pode ser devido ao trabalho de endurecimento das partículas que sofreram maiores deformações plásticas, que de acordo com (MOLINARI, 2018), a pressão utilizada influencia diretamente também na densidade a verde, ou seja, aglomerados encruados tendem a ser mais incompreensíveis.

4.7. Densidade dos sinterizados

As medidas de densidade das amostras sinterizadas foram calculadas utilizando o método de Arquimedes, da Equação 5 e podem ser observadas na Tabela 8.

Tabela 8 - Densidade do sinterizado

Densidade Sinterizado	
Tempo de MAE	ρ_{sint} (g/cm ³)
2 horas	2,125
4 horas	2,110
8 horas	2,161
16 horas	2,060

De acordo com (GERMAN, 2014) os parâmetros utilizados para o processo de sinterização, como tempo e temperatura, afetam diretamente nas propriedades de densidade e dureza. O tempo de isoterma a uma temperatura de 670°C durante 2 horas foi suficiente para ocorrer a redução de volume nas amostras pela diminuição do tamanho dos poros devido a sinterização das partículas que estavam em contato se aproximarem e aumentado a área de contato no contorno de grão. Porém, percebe-se que as densidades tenderam até um certo limite assim como ocorreu nas densidades a verde, como pode ser observado no gráfico da Figura 33, isto pode ser devido a pressão de compactação utilizada não ter sido suficiente para ocorrer a difusão entre os grãos, pelo fato da formação de partículas lamelares e aglomerados encruados que estavam mais endurecidas durante a compactação, e portanto ficaram mais incompressíveis, favorecendo o aparecimento de trincas laterais e defeitos, e conseqüentemente resultando em uma menor densificação.

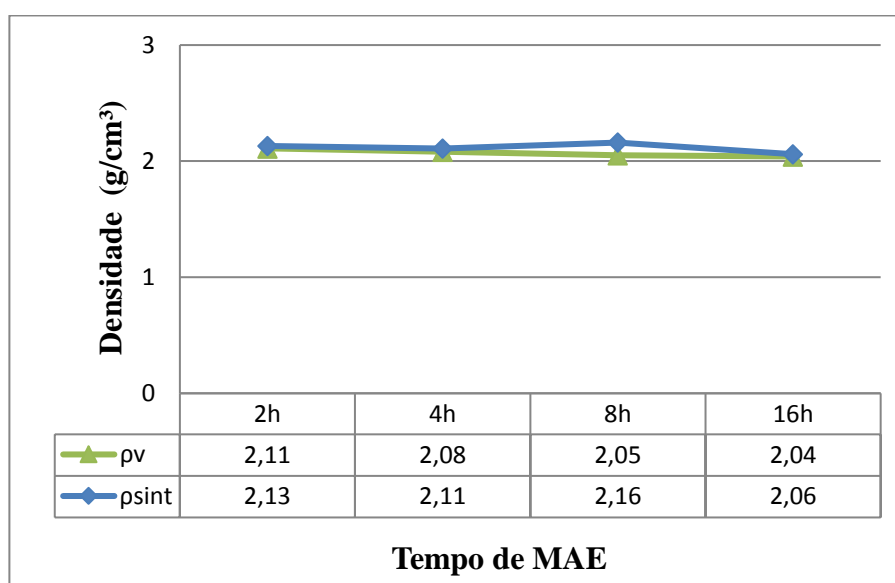


Figura 33 - Gráfico Densidade a verde e sinterizado

4.8. Porosidade

Para as medidas de porosidade das amostras sinterizadas foram calculadas utilizando a Equação 6 e podem ser observadas na Tabela 9. Verifica-se um percentual de porosidade significativo em todas as amostras, devido ao processo de compactação utilizada não ter sido suficiente para ocasionar o maior contato entre as partículas, e conseqüentemente afetou a etapa de sinterização em todas as amostras.

Tabela 9 - Porosidade

Porosidade	
Tempo de MAE	%
2 horas	24
4 horas	25
8 horas	23
16 horas	27

4.9. Microscopia dos sinterizados

As amostras sinterizadas da liga Al-2%Nb a uma temperatura de 670°C foram observadas nos microscópios MEV e CONFOCAL com o objetivo de avaliar o efeito da influência do tempo de moagem na evolução das microestruturas, densificação, assim como também a porosidade e os defeitos.

As micrografias obtidas no MEV nos aumentos de x400 e x800 das amostras sinterizadas pelos tempos propostos de 2, 4, 8 e 16 horas de moagem podem ser observadas nas Figuras 34, 36, 38 e 40 respectivamente. Verifica-se a presença de porosidades em todas as amostras (o que justifica a porcentagem de porosidade encontrada). No tempo de 2 horas de moagem visualiza-se poros mais acentuados e maiores (indicados pelas setas amarelas) em comparação ao sinterizado no tempo de 4 horas, como pode ser melhor observado nas Figuras 35 e 37 obtidas pelo microscópio CONFOCAL. Ao analisar as imagens nos tempos de 8 e 16 horas de MAE nota-se defeitos e irregularidades nas superfícies das amostras, assim como também a presença de porosidade, indicados nas setas amarelas das Figuras 39 e 41, o que afetou diretamente no percentual de porosidade, principalmente na amostra de 16 horas de MAE.

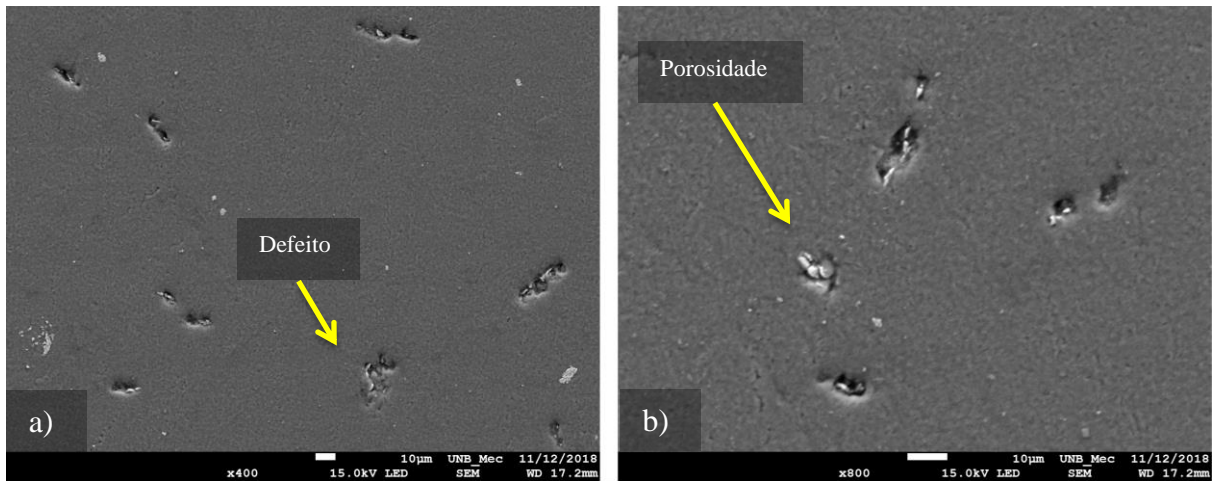


Figura 34 – Sinterizado MEV 2 horas de MAE (a) aumento de 400x
(b) 800x

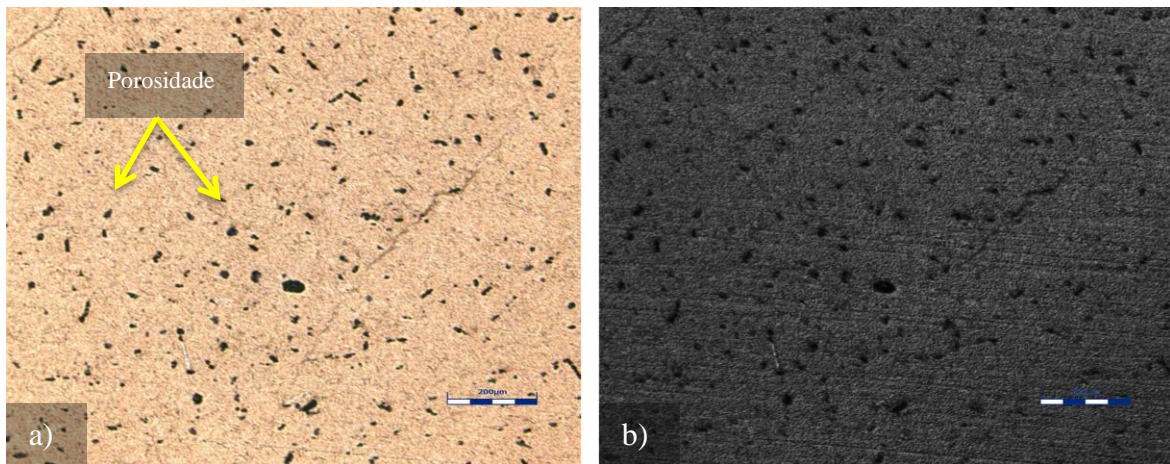


Figura 35 – Sinterizado CONFOCAL 2 horas de MAE (a) aumento de 50x
(b) Laser 50x

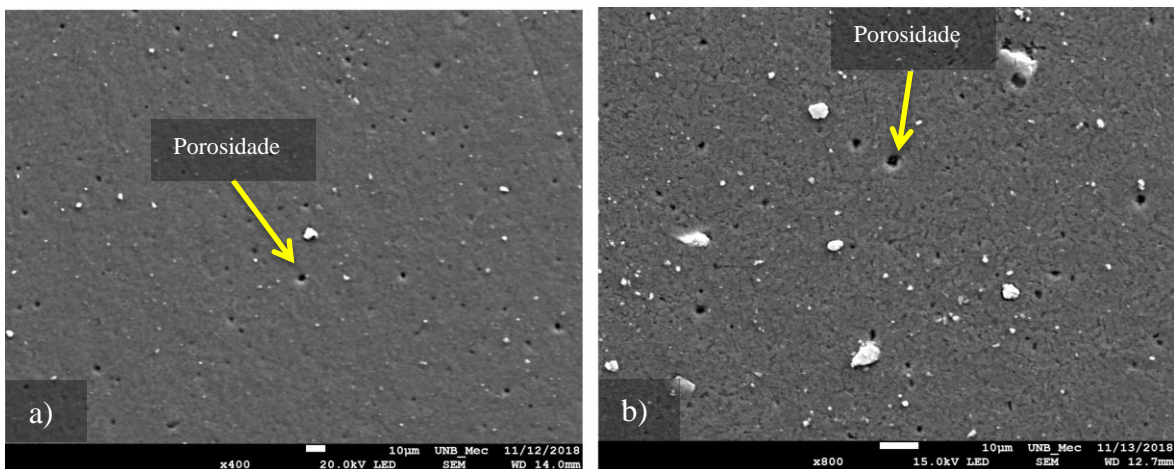


Figura 36 – Sinterizado MEV 4 horas de MAE (a) aumento de 400x
(b) 800x

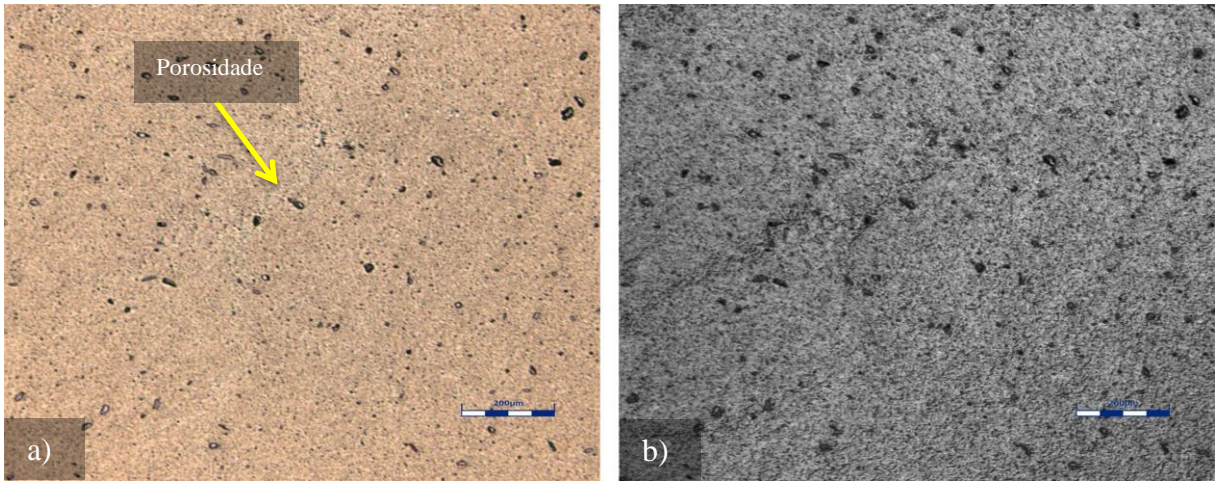


Figura 37 – Sinterizado CONFOCAL 4 horas de MAE (a) aumento de 50x
(b) Laser 50x

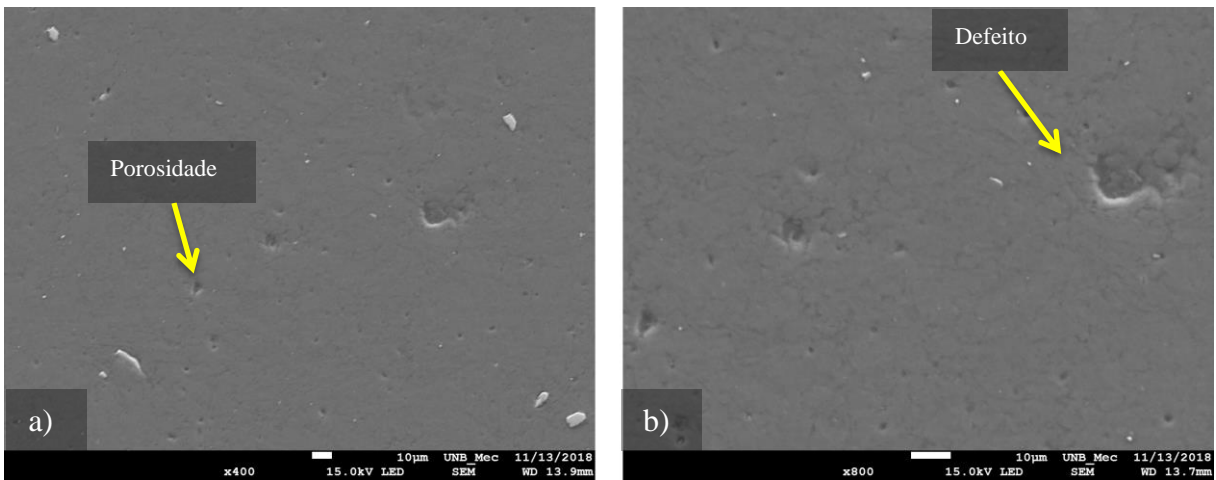


Figura 38 – Sinterizado MEV 8 horas de MAE (a) aumento de 400x
(b) 800x

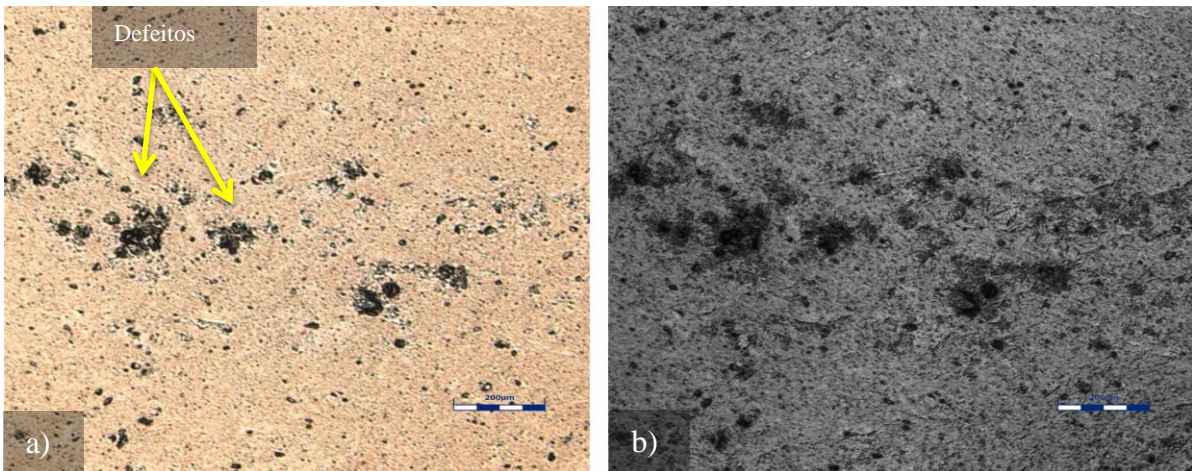


Figura 39 – Sinterizado CONFOCAL 8 horas de MAE (a) aumento de 50x
(b) Laser 50x

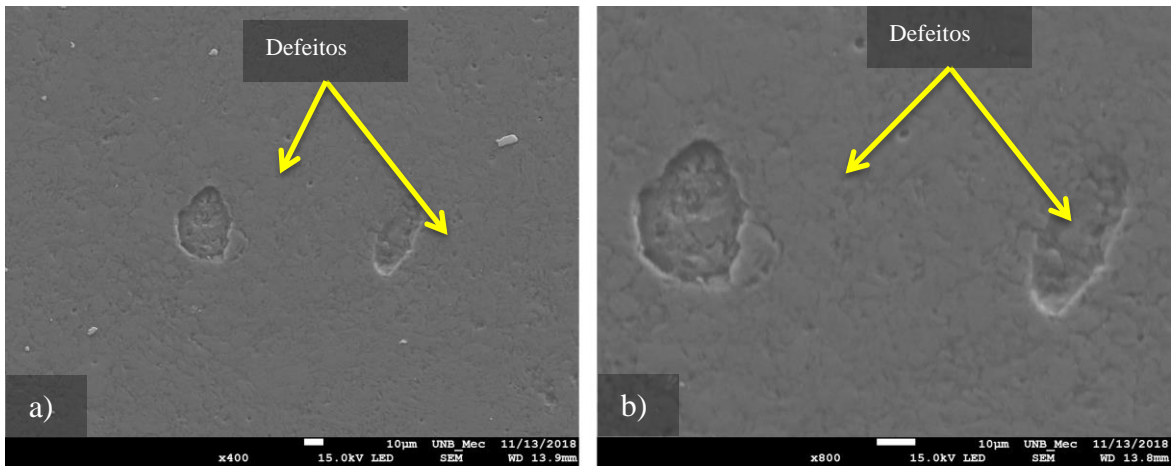


Figura 40 - Sinterizado MEV 16 horas de MAE (a) aumento de 400x
(b) 800x

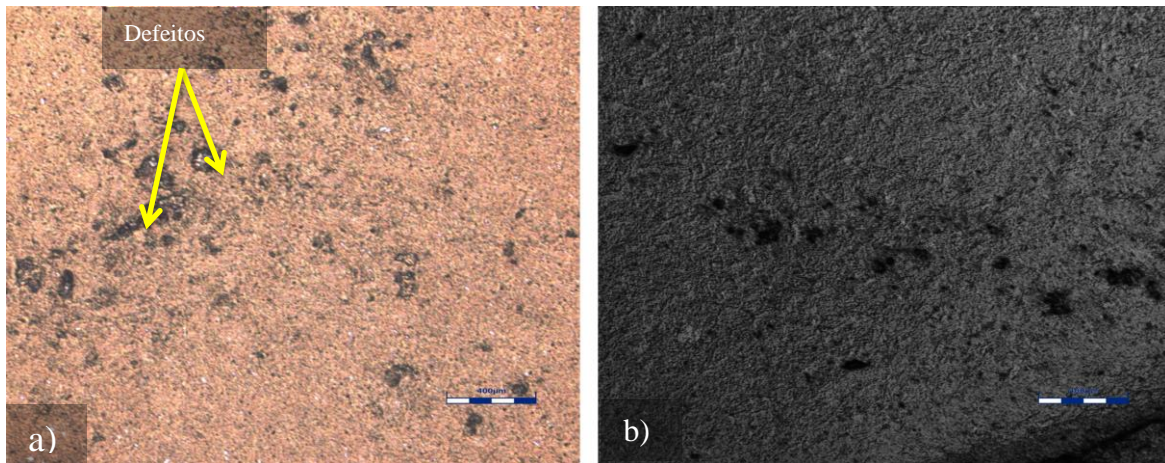


Figura 41 - Sinterizado CONFOCAL 16 horas de MAE (a) aumento de 50x
(b) Laser 50x

Através das imagens das microestruturas obtidas pode-se concluir que o tempo de moagem, é uma variável primordial a ser escolhida para a utilização do processo de MAE, percebe-se que a formação de aglomerados encruados e partículas lamelares devido ao aumento do tempo de MAE tornou as partículas mais endurecidas e incompreensíveis e que esta morfologia afetou diretamente nos resultados obtidos. Todas as variáveis do processo de Metalurgia do Pó, como tamanho de partícula, tipo de compactação e o método de sinterização afetam diretamente nas propriedades do material a serem processados, e para os parâmetros utilizados neste trabalho, a amostra que apresentou maior densidade apesar dos defeitos em consequência da compactação, foi a do tempo de 8 horas de MAE.

4.10. Análise DRX

A identificação de fases presentes nas amostras sinterizadas foram obtidas por difração de raios-X (DRX) da liga Al-2%Nb. Esta caracterização foi realizada para verificar evolução das fases presente durante o processo de aumento do tempo de moagem. A Figura 42 mostra os difratogramas obtidos de 2, 4, 8 e 16 horas de MAE.

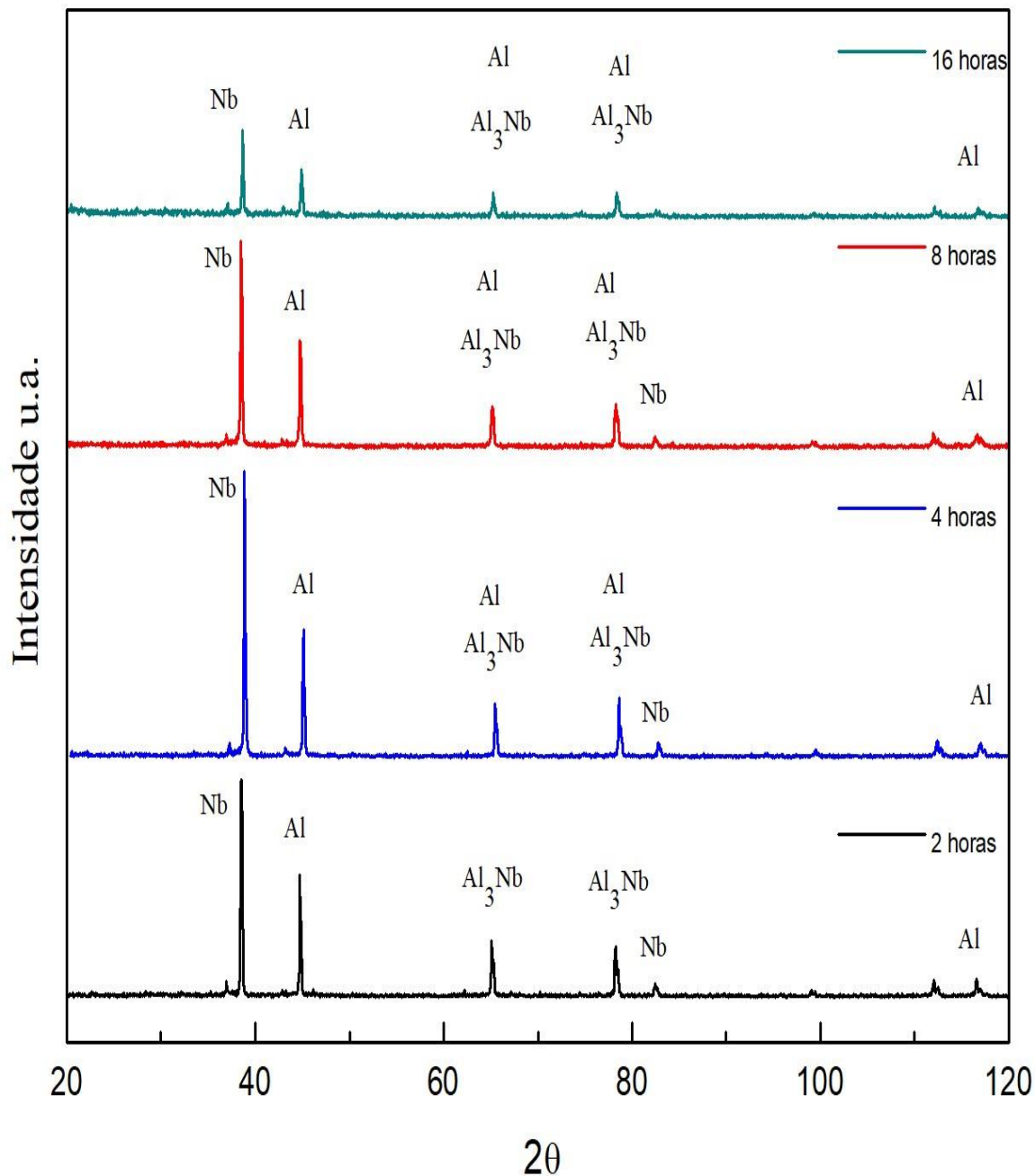


Figura 42 - DRX das amostras sinterizadas

Os picos de difração identificados foram obtidos através do software *Crystallographica Search Math* utilizando as cartas 65-2869 (Alumínio), 89-5291 (Nióbio) e a carta 65-2666 referente ao intermetálico Al₃Nb.

Através do software utilizado, foram encontrados as fases de Al, Nb e o intermetálico Al₃Nb (indicados nos difratogramas), onde os mesmos foram encontrados por (JESUS, 2018) nos tempos de 4, 8 e 16 horas de MAE. O autor (IN SHUP AHN et al., 1999) encontrou o intermetálico Al₃Nb a partir do tempo de 10 horas de moagem e também após tratamentos térmicos. O autor (COUTINHO, 2018) também encontrou as mesmas fases, porém, pelo processo de fabricação de solidificação unidirecional.

4.11. Microdureza Vickers

O teste de microdureza foi realizado para as amostras sinterizadas de 2, 4, 8 e 16 horas e seus respectivos valores podem ser observados na Tabela 10 e no gráfico da Figura 43. Verifica-se que o percentual de Nb inserido na liga, assim como também a variação do tempo de moagem, aumentou a dureza do Al. (MONDOLFO, 1976) mostra diferentes valores de dureza Vickers em relação a pureza do Alumínio, onde o mesmo varia em torno de 21 a 35 HV. Pode-se concluir que a partir do tempo de 2 horas de moagem, a adição do Nb e o efeito do processo MAE já há uma significativa diferença em relação a dureza do Al puro. As amostras sinterizadas nos tempos de 2 e 16 horas moagem, obtiveram-se os menores valores médios de dureza encontrados. Apesar do sinterizado de 8 horas ter obtido o maior valor de densidade, a dureza do tempo de 4 horas foi o maior valor médio de dureza encontrado de $56,94 \pm 2,62$ HV/50gf.

Tabela 10 – Microdureza Vickers

Microdureza	
Tempo de MAE	HV
2 horas	$40,10 \pm 3,10$
4 horas	$56,94 \pm 2,62$
8 horas	$52,80 \pm 3,76$
16 horas	$45,80 \pm 4,11$

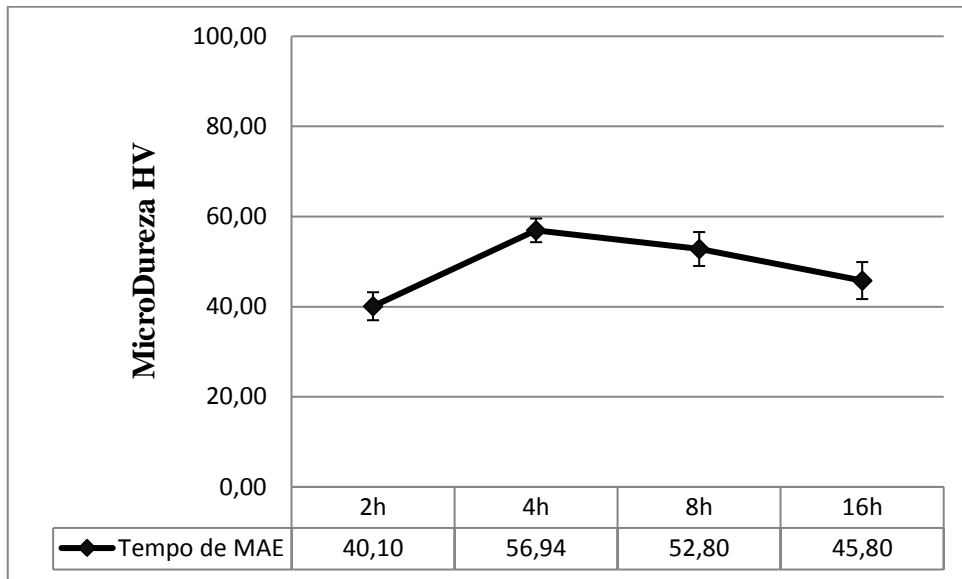


Figura 43 - Microdureza

5. Considerações Finais

A presente pesquisa teve como proposta a obtenção da liga Al-2%Nb pelo processo de Metalurgia do Pó, e como objetivo específico a investigação da influência do parâmetro do tempo de moagem nas amostras produzidas por Moagem de Alta Energia. A partir dos resultados experimentais obtidos, pode-se considerar que:

- O tempo de moagem é uma variável de processo significativa que influencia diretamente em todos os parâmetros subsequentes das etapas de Metalurgia do Pó;
- A heterogeneidade do tamanho médio e a diferença de morfologia das partículas de alumínio e nióbio influenciaram em todos os valores encontrados, pois algumas partículas de Nb permaneceram visivelmente maiores mesmo com o aumento do tempo de moagem;
- A principal diferença encontrada entre os tempos de moagem utilizados para esta pesquisa foram a morfologia das partículas moídas pois conforme houve o aumento do tempo de moagem favoreceu a formação de partículas lamelares e aglomerados encruados;
- Conforme aumentou-se o tempo de moagem o valor de densidade aparente diminuiu em torno de 26% em relação ao tempo de 16 horas e de densidades a verde aproximadamente de 5%. Devido a formação de maiores partículas aglomeradas e mais encruadas os valores de densidade a verde e do sinterizado ficaram próximos em decorrência da compactação afetando no sinterizado e no percentual de porosidade. Para os parâmetros utilizados para esta pesquisa a amostra que obteve a maior densidade foi a do tempo de 8 horas;
- Os difratogramas dos sinterizados obtidos apresentaram a presença da fase Al_3Nb conforme encontrado por outros autores;
- A presença de defeitos e poros causados em decorrência do aumento do tempo de moagem influenciaram nos valores de dureza encontrados e o maior valor médio encontrado foi para o tempo de 4 horas.

6. Sugestão para Trabalhos Futuros

O Processo de Metalurgia do Pó possui uma vasta propriedade a serem investigadas, sugere-se para trabalhos futuros:

- Realizar um estudo das morfologias obtidas para maiores tempos de moagem;
- Verificar a influência dos tipos de compactação para a maior densificação na etapa de sinterização;
- Caracterizar a liga por diferentes métodos de ensaios, como corrosão, compressão e desgaste.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL. **Associação Brasileira do Alumínio.** Disponível em: <<http://abal.org.br/aluminio/vantagens-do-aluminio/>>.

ANGELO, P. C.; SUBRAMANIAN, R.: **Powder Metallurgy: science, technology and applications.** (PHI Learning Pvt. Ltd., India, 2008, 300 pg).

CUPRUM. **Grupo Cuprum.** Disponível em: < <https://cuprum.com/en/about-aluminium/>>

CHANDRAN, P. et al. **Processing and characterization of Al-Al₃Nb prepared by mechanical alloying and equal channel angular pressing.** IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, v. 194, n. 1, 2017.

CHUA, A. S. **Development of Aluminum Powder Metallurgy Alloys for Aerospace Applications.** [s.l.] Dalhousie University, 2014.

CLYNE, T. W. et al. **Grain refinement of aluminium using niobium additions.** Metals Technology, v. 5, n. 1, p. 302–308, 1978.

COLINET, C. et al. **Phase-stability study of the Al-Nb system.** Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics, v. 56, n. 2, p. 552–565, 1997.

COUTINHO, M. M. **CORRELAÇÃO ENTRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURAIS DA LIGA AL0,4%NB EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE SOLIDIFICAÇÃO.** [s.l.] Universidade de Brasília - UnB, 2018.

DANNINGER, A. S. M. S. H. **Machinability of Powder Metallurgy Steels.** [s.l.] Cambridge Internacional Science Publishing, 2005.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia Eletrônica de Varredura. Aplicações e preparação de amostras. Materiais poliméricos, metálicos e semicondutores.** [s.l.: s.n.].

EL-ESKANDARANY, M. S. **Mechanical Alloying Nanotechnology, Materials Science and Powder Metallurgy**. [s.l.: s.n.].

FANG, Z. Z. **Sintering of advanced materials: Fundamentals and processes**. [s.l.] Woodhead Publishing Limited, 2010.

FLUMERFELT, J. F. **Aluminum Powder Metallurgy Processing**. p. 161, 1999.

FOGAGNOLO, J. B. **Estudo do Processo de Fabricação de Materiais Compósitos de Matriz de Alumínio por Metalurgia do Pó , via Moagem de Alta Energia e Extrusão**. [s.l.] Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, 2000.

GERMAN, R. M. **SINTERING FROM EMPIRICAL OBSERVATIONS TO SCIENTIFIC PRINCIPLES**. United States of America: Elsevier Inc., 2014.

GERMAN, R. M. **Particulate Composites**. Switzerland: Springer International Publishing, 2016.

GOPIENKO, V. G.; NEIKOV, O. D. **Production of Titanium and Titanium Alloy Powders**. In: **Handbook of Non-Ferrous Metal Powders**. 2. ed. [s.l.] Elsevier, 2009. p. 314–323.

HERBST, L. **A solution and solid state study of niobium complexes**. University of the Free State. n. January, 2012.

HYDRO. **Aluminium, environment and society**. 2012.

IGNAT'EV, I. E.; BODROVA, L. E.; PASTUKHOV, E. A. **Preparation of Alloys of the Al–Nb System Using Melt Low-Frequency Treatment**. *Metallurgist*, v. 59, n. 3–4, p. 248–250, 2015.

IN SHUP AHN et al. **Mechanical behavior and microstructure of Al-10wt.%Nb alloy fabricated by mechanical alloying**. *Metals and Materials International*, v. 5, n. 6, p. 619–624, 1999.

JESUS, E. S. DE. **INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA DE NIÓBIO E TEMPO DE MOAGEM NA OBTENÇÃO DA LIGA Al_{1,2}Nb VIA METALURGIA DO PÓ.** [s.l.] Universidade de Brasília, 2018.

JÚNIOR, C. A. B. **Fabricação de Compósitos da Liga de Alumínio AA2124 com Reforço de Nitreto de Silício Através de Técnicas de Metalurgia do Pó.** [s.l.] Universidade Federal de Pernambuco - UFPE, 2013.

KLAR, E.; PRASAN K. SAMAL. **Powder Metallurgy Stainless Steels: Processing, Microstructures, and Properties.** 2007.

KOVALEV, A. A. et al. **Application of X-ray Diffraction Methods to Studying Materials.** v. 2017, n. 13, p. 1186–1193, 2017.

KUCERA, V.; PRUSA, F.; VOJTECH, D. **Aluminium alloys with transition metals prepared by powder metallurgy.** International Journal of ChemTech Research, 2017.

KWON, H. et al. **Spark plasma sintering behavior of pure aluminum depending on various sintering temperatures.** Metals and Materials International, v. 16, n. 1, p. 71–75, 2010.

MASSALSKI, T. B. **Binary Alloy Phase Diagrams**American Society for Metals, 1986.

MIKELL P. GROOVER. **Fundamentals of Modern Manufacturing: Materials, Processes, and Systems.** [s.l: s.n.].

MOLINARI, A. et al. **A densification equation derived from the stress-deformation analysis of uniaxial cold compaction of metal powder mixes.** Powder Metallurgy, v. 61, n. 3, p. 210–218, 2018.

NEIKOV, O. D. et al. **Handbook of Non-Ferrous Metal Powders - Technologies and Applications.** [s.l: s.n.]. v. 91

NONG, Z. et al. **The mechanical, thermodynamic and electronic properties of Al₃Nb with DO₂₂ structure: A first-principles study.** Physica B: Condensed Matter, v. 407, n. 17, p. 3555–3560, 2012.

NOWAK, I.; ZIOLEK, M. **Niobium Compounds : Preparation, Characterization , and Application in Heterogeneous Catalysis.** Chemical Review, v. 99, p. 3603–3624, 1999.

OTHMAN, A. R.; SARDARINEJAD, A.; MASROM, A. K. **Effect of milling parameters on mechanical alloying of aluminum powders.** International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 76, n. 5–8, p. 1319–1332, 2014.

P.R. SONI. **Mechanical Alloying Fundamentals and Applications.** [s.l.] Cambridge International Science Publishing, 2001.

REINKE, G. **Influência do Tratamento Térmico nas propriedades mecânicas de fios de alumínio liga usados em cabos condutores submetidos a ensaios de fadiga.** [s.l.] Universidade de Brasília - UnB, 2017.

RODRIGUES, A. F. DA S.; JÚNIOR, R. F. P. **Economia Mineral do Brasil.** [s.l.: s.n.].

RODRIGUES, A. F. DA S.; MÁRTIRES, R. A. C. **Economia Mineral do Brasil.** Departamen ed. Brasília - DF: [s.n.].

RUYS, A. **Bauxite: The principal aluminum ore.** In: Alumina Ceramics. [s.l.] Elsevier, 2018. p. 39–47.

SANTOS, E. S. et al. **Espectrometria de Fluorescência de Raios-x na determinação de espécies químicas.** p. 3413–3432, 2013.

SCHLESINGER, M. E. **Aluminum Recycling.** [s.l.: s.n.].

SESHADRI SEETHARAMAN. **Fundamentals of metallurgy**. England: Woodhead Publishing Limited, 2005. v. 91

SILVA, J. I. S. **CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL ARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DE LIGAS DILUÍDAS DE ALUMÍNIO-NIÓBIO**. [s.l.] UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA - UNB, 2017.

SIQUEIRA, H. R. S. **Influência da adição de CeO₂ nas propriedades mecânicas do Nióbio obtido via metalurgia do pó**. [s.l.] Universidade de São Paulo - USP, 2010.

STARKE, E. A.; RASHED, H. M. M. A. **Alloys: Aluminum**. Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, n. February 2016, 2017.

SURYANARAYANA, C. **Mechanical Alloying and Milling**. v. 46, p. 59–78, 2001.

TALEGHANI, M. A. J. **PROCESSING AND PROPERTIES OF HIGH PERFORMANCE 7075 AL AND AZ91 MG POWDER METALLURGY ALLOYS SUMMARY** Processing and properties of high performance 7075 Al and AZ91 Mg powder metallurgy alloys. [s.l.] Universidad Carlos III de Madrid, 2014.

THUMMLER, F.; OBERACKER, R. **Introduction to Powder Metallurgy**. [s.l.] The Institute Of Materials, 1993.

TIWARI, S.; RAJPUT, P.; SRIVASTAVA, S. **Densification Behaviour in the Fabrication of Al-Fe Metal Matrix Composite Using Powder Metallurgy Route**. ISRN Metallurgy, v. 2012, p. 1–8, 2012.

TKACZYK, A. H. et al. **Sustainability evaluation of essential critical raw materials: Cobalt, niobium, tungsten and rare earth elements**. Journal of Physics D: Applied Physics, v. 51, n. 20, 2018.

TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Processes**. [s.l.] Marcel Dekker, 2003.

TSUKERMAN, S. A. **Powder Metallurgy**. [s.l.] Pergamon Press Ltd, 1965.

UJAH, C. O. et al. **Electrical conductivity , mechanical strength and corrosion characteristics of spark plasma sintered Al-Nb nanocomposite**. 2018.

UPADHYAYA, G. S. **Powder Metallurgy Technology**. [s.l.] CAMBRIDGE INTERNATIONAL SCIENCE PUBLISHING, 2002.

VENETSKY, S. **Tales about Metals**, 1981.

YANG, H.; LEE, K. **Effects of MA Processing Variables on the Fabrication of Nanocrystalline Al₃Nb Powders**. v. 5, n. 2, p. 171–174, 2000.

ZHAO, I. C. AND Y. **Advances in powder metallurgy: Properties, processing and applications**. [s.l.] Woodhead Publishing Limited, 2013.

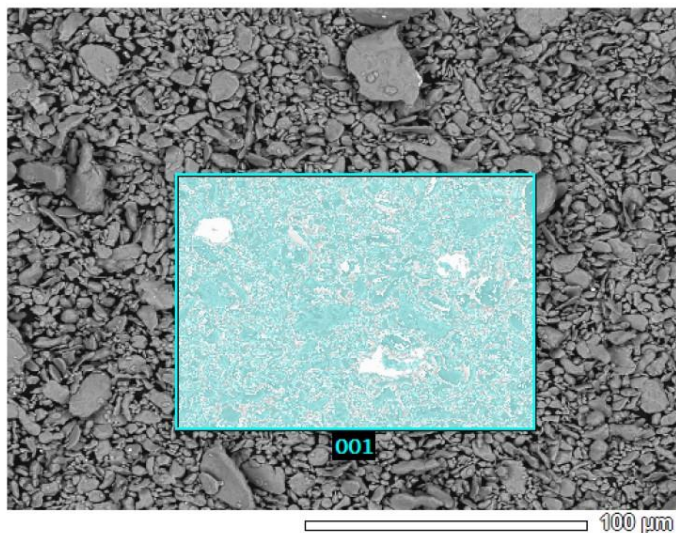
ZHU, Z. et al. **Experimental identification of the degenerated equilibrium and thermodynamic modeling in the Al-Nb system**. Journal of Alloys and Compounds, v. 460, n. 1–2, p. 632–638, 2008.

ANEXO I

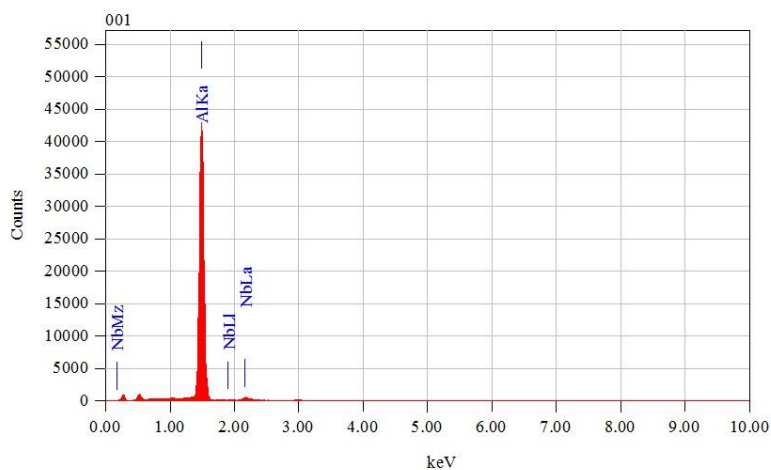
Relatório EDS – 2 horas

View000

Lab 1/1



```
Title       : IMG1
-----
Instrument  : 7100F
Volt       : 10,00 kV
Mag.      : x 500
Date      : 2018/11/05
Pixel     : 1024 x 768
```



```
Acquisition Parameter
Instrument   : 7100F
Acc. Voltage : 10.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode    : T2
Real Time   : 52.58 sec
Live Time   : 50.00 sec
Dead Time   : 4 %
Counting Rate: 9479 cps
Energy Range : 0 - 20 keV
```

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

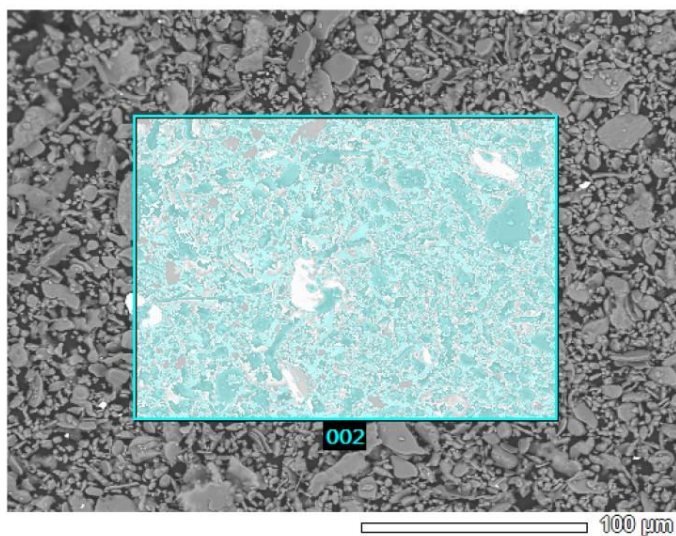
Fitting Coefficient : 0.0490

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Al K	1.486	94.73	0.27	98.41				96.9090
Nb L	2.166	5.27	0.13	1.59				3.0910
Total		100.00		100.00				

4 horas

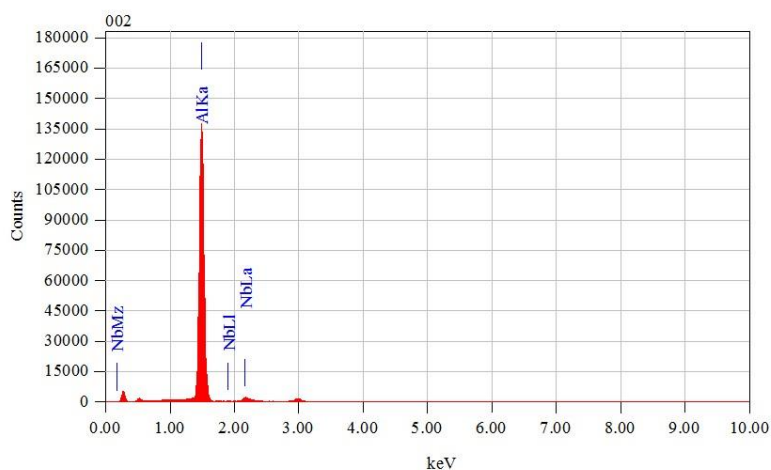
View001

Lab 1/1



Title : IMG1

Instrument : 7100F
Volt : 15,00 kV
Mag. : x 400
Date : 2018/10/16
Pixel : 1024 x 768



Acquisition Parameter
Instrument : 7100F
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T2
Real Time : 40.01 sec
Live Time : 30.00 sec
Dead Time : 24 %
Counting Rate: 52933 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

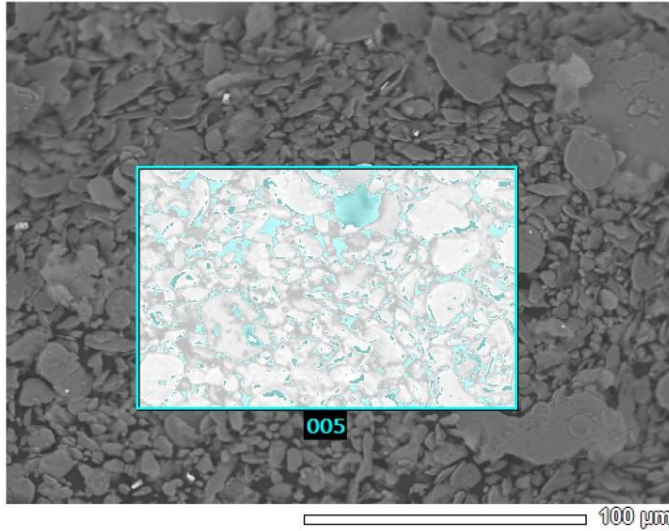
Fitting Coefficient : 0.0797

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Al K*	1.486	92.93	0.15	97.84				96.2276
Nb L	2.166	7.07	0.08	2.16				3.7724
Total		100.00		100.00				

8 horas

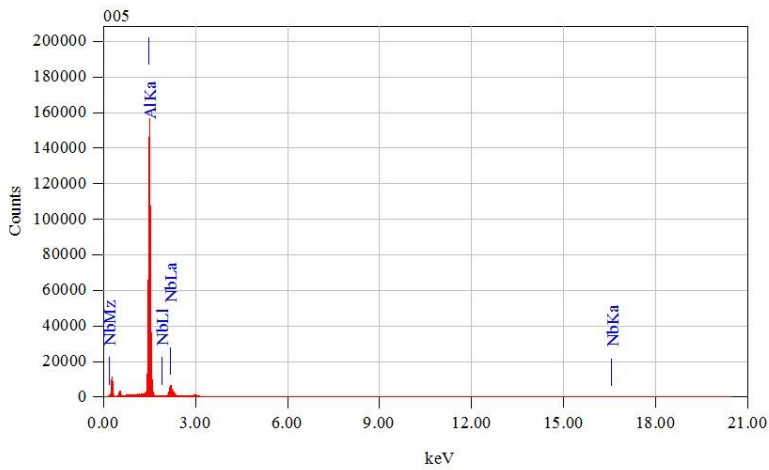
View003

Lab 1/1



Title : IMG1

Instrument : 7100F
Volt : 15,00 kV
Mag. : x 500
Date : 2018/10/11
Pixel : 1024 x 768



Acquisition Parameter
Instrument : 7100F
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 69.53 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 28 %
Counting Rate: 39792 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

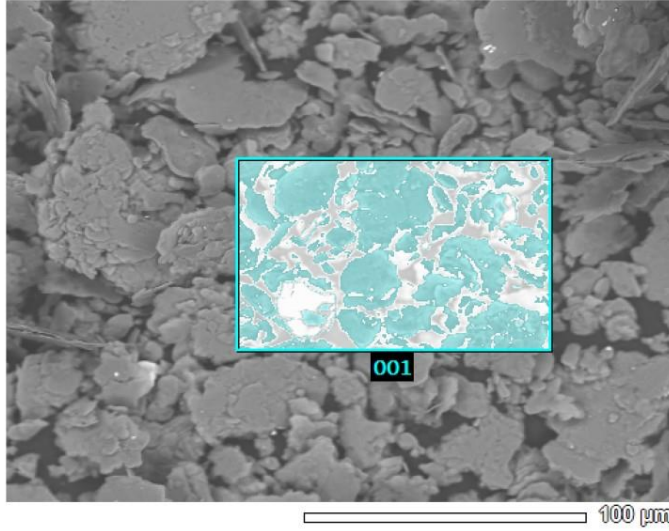
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.1235

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
Al K	1.486	83.54	0.12	94.59			90.1536
Nb L	2.166	16.46	0.10	5.41			9.8464
Total		100.00		100.00			

16 horas

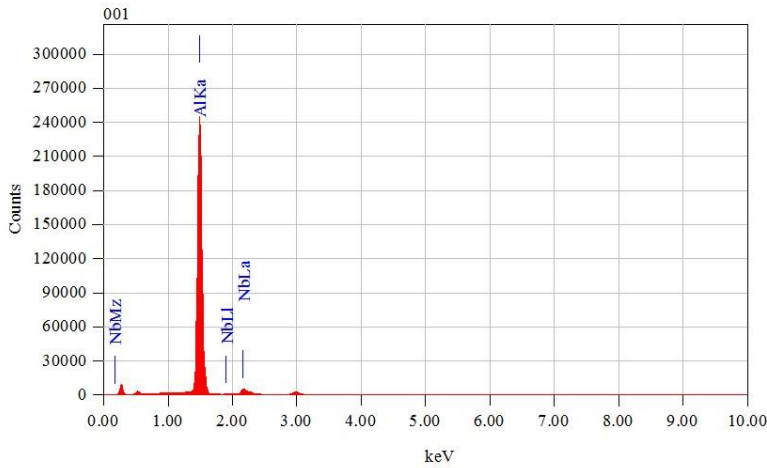
View000

Lab 1/1



Title : IMG1

Instrument : 7100F
Volt : 15,00 kV
Mag. : x 500
Date : 2018/10/11
Pixel : 1024 x 768



Acquisition Parameter
Instrument : 7100F
Acc. Voltage : 15.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 80.29 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 37 %
Counting Rate: 56177 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.0828
Element (keV) Mass% Sigma Atom% Compound Mass% Cation

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Atom%	Compound	Mass%	Cation
Al K*	1.486	90.56	0.11	97.06			94.8122
Nb L	2.166	9.44	0.07	2.94			5.1878
Total		100.00		100.00			

K
94.8122
5.1878