

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE GAMA / FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA
ENGENHARIA

OBTENÇÃO DO COMPÓSITO Nb-Cu VIA METALURGIA DO PÓ

ANDERSON DIAS MONTEIRO

ORIENTADORA: PROF.: Dra. PALLOMA VIEIRA MUTERLLE

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

PUBLICAÇÃO: FGA.DM - 041A/2016
BRASÍLIA/DF: AGOSTO/2016.

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE GAMA / FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA
ENGENHARIA

OBTENÇÃO DO COMPÓSITO Nb-Cu VIA METALURGIA DO PÓ

ANDERSON DIAS MONTEIRO

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA DA FACULDADE GAMA E FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA

ORIENTADORA: PROF.: Dra. PALLOMA VIEIRA MUTERLLE

BRASÍLIA - DF

2016

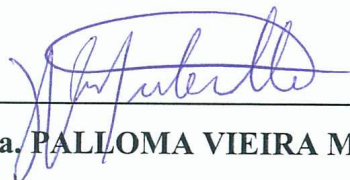
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE GAMA / FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA
ENGENHARIA

OBTENÇÃO DO COMPÓSITO Nb-Cu VIA METALURGIA DO PÓ

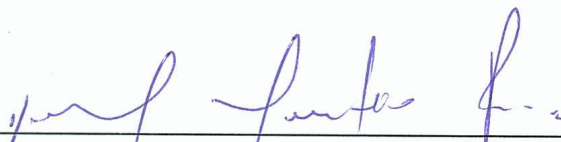
ANDERSON DIAS MONTEIRO

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA DA FACULDADE GAMA E FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA

APROVADO POR:



PROF.: Dra. PALLOMA VIEIRA MUTERLLE
ORIENTADORA



PROF.: Dr. DANIEL MONTEIRO ROSA
EXAMINADOR INTERNO



PROF.: Dr. EDSON PAULO DA SILVA
EXAMINADOR EXTERNO

Brasília, 22/08/2016

FICHA CATALOGRÁFICA

MONTEIRO, Anderson Dias

OBTENÇÃO DO COMPÓSITO Nb-Cu VIA METALURGIA DO PÓ. [Distrito Federal] 2016.

41A/2016, 71 p. 210 x 297 mm (FGA/FT/UnB, Mestre, Integridade de Materiais da Engenharia, 2016).

Dissertação de Mestrado - Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama. Programa de Pós-Graduação em Integridade de Materiais da Engenharia.

1. METALURGIA DO PÓ

2. NIÓBIO

3. COBRE

I. FGA/FT/UnB

II. Mestre

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

MONTEIRO, A. D. (2016). OBTENÇÃO DO COMPÓSITO Nb-Cu VIA METALURGIA DO PÓ. Dissertação de Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia, Publicação 41A/2016, Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília, DF, 71 p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: ANDERSON DIAS MONTEIRO

TÍTULO: OBTENÇÃO DO COMPÓSITO Nb-Cu VIA METALURGIA DO PÓ.

GRAU: Mestre ANO: 2016

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.

ANDERSON DIAS MONTEIRO

QUADRA 46 CONJUNTO B CASA 1 – SETOR CENTRAL / GAMA – DF

CEP 72405460 Brasília, DF – Brasil.

dias1monteiro@gmail.com

DEDICATÓRIA

Aos meus irmãos Adilson e André; a minha prima Carmen; a minha cunhada Ivanice; a minha sobrinha Ana Luisa e, em especial, aos meus pais, Manoel e Ana.

AGRADECIMENTOS

A Professora Dra. Palloma Vieira Muterlle pela orientação, apoio, motivação e valiosas contribuições dadas durante o desenvolvimento deste trabalho de mestrado.

Ao grande amigo e engenheiro mecânico Daniel Amâncio Cavalcante pelo auxílio dado em várias etapas do meu trabalho.

A amiga e engenheira química Lara Jardim Grossi por ter auxiliado em várias etapas do meu trabalho.

Ao grande amigo e técnico do laboratório de materiais, Alexandre. O auxílio dado por ele nas análises no MEV foram de fundamental importância.

A todos do SG9 que contribuíram para a preparação e produção dos experimentos realizados para este trabalho de mestrado.

Ao engenheiro de desenvolvimento de química, Rogério Marques Ribas, da Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração - CBMM. A proposta inicial era a utilização dos pós de nióbio fornecidos por ele, entretanto não foi possível, devido a uma granulometria inadequada para o processo de metalurgia do pó.

Ao Professor Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena – DEMAR-EEL-USP. O pó metálico de nióbio fornecido por ele foi utilizado na produção do compósito Nb-Cu, objeto de estudo deste trabalho.

RESUMO

O compósito Nb-Cu pode ser empregado na fabricação de contatos elétricos, resistências, eletrodos de solda, entre outros. Estes materiais devem apresentar elevadas condutividades elétrica e térmica e resistência ao calor. A produção desses compósitos pela tecnologia convencional é limitada, uma vez que envolvem elementos químicos que possuem pontos de fusão bastante diferentes. Uma alternativa é a adoção da metalurgia do pó. Desta forma, este trabalho tem como objetivo obter um compósito Nb-Cu via metalurgia do pó. Para isto, os pós de nióbio e cobre foram misturados nas proporções de 12,5% e 25%, respectivamente, em moinho planetário de bolas com base nos seguintes parâmetros: a razão bola/pó foi de 3:1; a velocidade de rotação, de 250 rpm; a atmosfera, vácuo; o agente controlador de processo, o estearato de zinco; e o tempo de moagem, de 2 horas e 8 horas. Em seguida, foram calculadas as densidades aparentes das misturas dos pós de nióbio e cobre. Em relação à compactação, esta foi feita em prensa universal, com aplicação de força de $3,2 \times 10^4$ N. Seguiu-se determinando a densidade dos compactados pelo método geométrico. Após a compactação, as amostras passaram por sinterização em forno tubular sob atmosfera de gás argônio a uma temperatura de 1000°C para as amostras do lote 1 e 1100°C para as amostras do lote 2, com isoterma de 1 hora em ambos os casos. A taxa de aquecimento e resfriamento foi de 5°C/min. A densidade das amostras após a sinterização foi obtida através do método de Arquímedes. Os pós metálicos elementares, as misturas de pós metálicos moídos e os corpos sinterizados foram analisados via microscopia eletrônica de varredura e microscopia confocal. Medidas de DRX e microdureza (HV1) também foram realizadas. A partir destas análises, observou-se que o aumento do tempo de moagem torna as misturas de pós mais homogêneas e com partículas aglomeradas mais achatadas. Verificou-se, também, que as densidades aparentes das misturas de pós decrescem com o aumento do tempo de moagem, ao passo que os compactados à verde e os corpos de prova sinterizados têm suas densidades aumentadas com o aumento do tempo de moagem. Foi constatado, ainda, que a microdureza vickers têm seus valores aumentados tanto com o aumento do tempo de moagem quanto com o aumento da temperatura de sinterização.

Palavras-chave: Nióbio, Cobre, Compósito Nb-Cu, Metalurgia do Pó, Moagem de Alta Energia.

ABSTRACT

The Nb-Cu composite can be used in the manufacture of electrical contacts, resistors, welding electrodes, among others. These materials should have high electrical and thermal conductivities and heat resistance. The production of these composites is limited by the conventional technology, as they involve chemicals that have very different melting points. An alternative is the use of powder metallurgy. Thus, this study aims to obtain a Nb-Cu composite via powder metallurgy. For this, the niobium powders and copper were mixed in the proportions of 12.5% and 25%, respectively, in a planetary ball mill using the following parameters: the ratio ball / powder was 3: 1; rotation speed of 250 rpm; atmosphere, vacuum; the agent process controller, zinc stearate; and the grinding time of 2 hours and 8 hours. Then, the apparent densities of the mixtures of niobium powders and copper were calculated. In relation to the compaction, it was done in the universal press with force applying 3.2×10^4 N. This was followed by determining the density of compressed by geometrical method. After compaction, the samples underwent sintering in a tubular furnace under an atmosphere of argon gas at a temperature of 1000 ° C for samples 1 and 1100°C batch to batch of samples 2, with 1 minute isotherm in both cases. The heating and cooling rate was 5 ° C / min. The density of the samples after sintering was obtained by the Archimedes method. The elemental metal powders, metal powder mixtures milled and sintered bodies were analyzed via scanning electron microscopy and confocal microscopy. XRD measurements and hardness (HV1) were also performed. From these analyzes, it was observed that increasing milling time becomes more homogeneous mixtures of powders and agglomerated particles flatter. It was found also that the apparent density of the powder mixtures decreased with increased milling time while the green compacted and sintered specimens have their densities increased with increasing milling time. It has been found, furthermore, that the Vickers microhardness values both have their increased with increasing milling time and with increasing the sintering temperature.

Keywords: Niobium, Copper, Composite Nb-Cu, Powder Metallurgy, High Energy Milling.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Peças produzidas através da metalurgia do pó.....	18
Figura 2: Etapas da metalurgia do pó	19
Figura 3: Engrenagens fabricadas pela metalurgia do pó	21
Figura 4: Morfologia de partículas metálicas	25
Figura 5: Pós característicos de um material devido seu processo de fabricação	25
Figura 6: Matriz simples de compactação de pós metálicos com seus diversos componentes	26
Figura 7: Compactação realizada com simples ação	27
Figura 8: Compactação realizada com dupla ação	28
Figura 9: Etapas do processo de sinterização convencional.....	29
Figura 10: Esquema representativo dos estágios de sinterização por fase sólida.....	30
Figura 11: Esquema representativo dos estágios de sinterização por fase líquida	31
Figura 12: Deformação de partículas no processo de moagem de alta energia.....	34
Figura 13: Diagrama de fases do sistema Nb-Cu	35
Figura 14: Reservas minerais brasileiras	37
Figura 15: Moinho planetário de bolas.....	39
Figura 16: Prensa e matriz de compactação	40
Figura 17: Demonstração do processo de sinterização.....	42
Figura 18: Fluxograma procedimento experimental	45
Figura 19: Imagens do pó de cobre obtidas no MEV	46
Figura 20: Imagens do pó de nióbio obtidas no MEV.....	47
Figura 21: Imagens da mistura Nb-12,5%Cu (moagem por 2 horas).....	47
Figura 22: Imagens da mistura Nb-25%Cu (moagem por 2 horas).....	48
Figura 23: Imagens da mistura Nb-12,5%Cu (moagem por 8 horas).....	49
Figura 24: Imagens da mistura Nb-25%Cu (moagem por 8 horas).....	49
Figura 25: Imagens do sinterizado de Nb-12,5%Cu e do Nb-25%Cu moídos por duas horas	50
Figura 26: Imagens do sinterizado de Nb-12,5%Cu e do Nb-25%Cu moídos por oito horas..	51
Figura 27: Imagens dos corpos de prova sinterizados a 1000°C	52
Figura 28: Imagens dos corpos de prova sinterizados a 1000°C	53
Figura 29: Densidade aparente das misturas de pós	54
Figura 30: Densidade dos compactados à verde.....	56
Figura 31: Densidade das amostras sinterizadas	58
Figura 32: Difractogramas das amostras sinterizadas a 1000°C	61

Figura 33: Difratoograma das amostras sinterizadas a 1100°C.....	62
Figura 34: Microdureza vickers das amostras sinterizadas	64

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Parâmetros de moagem dos pós de Nb e de Cu.....	40
Tabela 2: Identificação dos corpos de prova	41
Tabela 3: Densidade aparente das misturas de pós.....	54
Tabela 4: Densidade dos corpos de prova antes da sinterização	55
Tabela 5: Densidade dos corpos de prova após a sinterização	57
Tabela 6: Densificação dos corpos de prova sinterizados	57
Tabela 7: Análise EDS dos pós compósitos Nb-Cu	59
Tabela 8: Análise EDS do compósito Nb-Cu sinterizado a 1000°C.....	60
Tabela 9: Análise EDS do compósito Nb-Cu sinterizado a 1100°C.....	60
Tabela 10: Microdureza vickers dos corpos de prova	63

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

° – Graus

°C – Graus Celsius

a.C. – antes de Cristo

Cu – Cobre

DRX – Difração de Raios-x

EDS – Espectroscopia de Energia Dispersiva

gF – grama-força

h – horas

HV1 – Hardness Vickers

mm – milímetro

MAE – Moagem de alta energia

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MPa – Mega Pascal

N – Newton

Nb – Nióbio

RPM – Rotações por minuto

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO.....	174
1 INTRODUÇÃO	174
CAPÍTULO 2 - REFERENCIAL TEÓRICO.....	17
2 REFERENCIAL TEÓRICO	17
2.1 BREVE HISTÓRICO.....	17
2.2 DEFINIÇÃO DO PROCESSO.....	18
2.3 ETAPAS DA METALURGIA DO PÓ.....	19
2.4 APLICAÇÕES	20
2.5 PROCESSOS DE PRODUÇÃO DO PÓ	22
2.6 CARACTERÍSTICAS DOS PÓS	24
2.7 COMPACTAÇÃO	26
2.8 SINTERIZAÇÃO	28
2.9.1 SINTERIZAÇÃO FASE SÓLIDA.....	30
2.9.2 SINTERIZAÇÃO FASE LÍQUIDA.....	31
2.10 OPERAÇÕES COMPLEMENTARES.....	32
2.11 OBTENÇÃO DE UM COMPÓSITO Nb-Cu PELA TÉCNICA METALURGIA DO PÓ.....	33
2.12 DEFORMAÇÃO DE COMPONENTES DÚCTIL-FRÁGIL.....	34
2.13 PROCESSADOS POR MAE	35
2.14 NIÓBIO	36
2.15 COBRE.....	37
CAPÍTULO 3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	39
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	39
3.1 MATERIAIS	39
3.2 MOAGEM.....	39
3.3 COMPACTAÇÃO	40
3.4 SINTERIZAÇÃO	41
3.5 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE	42
3.6 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO.....	43
3.7 CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA CRISTALINA.....	44
3.8 MICRODUREZA VICKERS.....	44
CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	46

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	46
4.1 MICROESTRUTURA	46
4.2 SINTERIZAÇÃO	50
4.3 DENSIDADE	53
4.4 COMPOSIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	59
4.5 CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA CRISTALINA.....	61
4.6 MICRODUREZA VICKERS.....	63
CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES.....	66
5 CONCLUSÕES	66
5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	67
REFERÊNCIAS	68

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

O compósito Nb-Cu pode ser empregado na fabricação de contatos elétricos, resistências, bobinas para geração de altos campos magnéticos, eletrodos de solda, absorvedores de micro-ondas e dissipadores de calor. Estes materiais devem apresentar elevadas condutividades elétrica e térmica e resistência ao calor. A produção deste compósito pela tecnologia convencional é limitada, uma vez que estes elementos possuem pontos de fusão bastante diferentes. Uma alternativa é a adoção da metalurgia do pó. Na metalurgia do pó, podem ser elaboradas ligas à base de metais refratários (MELCHORS, 2010).

Sendo assim, justifica-se a adoção da metalurgia do pó neste estudo em virtude de que esta técnica permite o exato controle da composição química que se deseja do produto final, bem como a redução ou eliminação das operações de usinagem, a pureza dos produtos que são obtidos, o bom acabamento superficial e a facilidade presente na automação do processo produtivo. Estas são somente algumas razões que tornam a metalurgia do pó uma fonte produtora de peças para praticamente todos os ramos da indústria, tais como o aeroespacial e o automobilístico (DELFORGE et al, 2007).

A escolha do cobre se justifica pela boa condutividade térmica que o metal possui, que permite a sua utilização em materiais cuja função é a dissipação do calor. Em alguns casos, o desempenho desta função exige resistência a temperaturas elevadas, que pode ser alcançada com o uso de um metal refratário (MEYERS et al, 2005) – no caso, o nióbio. Este metal existe em vários países do mundo. A descoberta da jazida em Araxá (MG), fez com que o Brasil se tornasse a maior reserva mundial de nióbio (ALVARENGA, 2013).

ROTTA (2005) analisou compósitos Nb-Cu, com as composições: Nb-5%Cu, Nb-10%Cu, Nb-15%Cu e Nb-20%Cu. MELCHORS (2011) fez a escolha por um compósito de

Nb-20%Cu e LIMA (2015) analisou um compósito Nb-15%Cu. Sendo assim, este trabalho terá como objeto de estudo dois compósitos: um compósito Nb-12,5%Cu e Nb-25%Cu.

Espera-se que o aumento de concentração do cobre no compósito, que é objeto de estudo deste trabalho, melhore a densificação. Segundo COSTA (2002), o cobre exerce um importante papel durante a sinterização do sistema W-Cu. Esta tem sido a evidência em trabalhos recentes. O cobre é o principal agente responsável pela densificação tanto em sinterização no estado sólido como em presença de fase líquida. O cobre é o responsável pela alta densificação durante a sinterização em estado sólido e pela dispersão e homogeneização da fase sólida no estágio de sinterização com fase líquida.

A única forma de se obter as propriedades de condutividade elétrica e resistência ao calor é por meio de combinação de um metal de alta condutividade, como o cobre, com um metal refratário, como o nióbio (SURYANARAYANA, 1998; TORRALBA et al, 2003). Tais propriedades, porém, dependem das características dos pós de partida, da composição, e do processo de fabricação, de modo que a distribuição e forma da fase refratária, o tamanho da partícula, a porosidade e a homogeneidade da microestrutura afetam as propriedades mecânicas, elétricas e térmicas do material compósito (LENEL et al, 1980; MEYERS et al, 2005). Deste modo, durante o processamento, o comportamento dos pós metálicos depende das características do pó inicial. Deste modo, o tamanho da partícula e sua distribuição, o grau de aglomeração e de agregação, a estrutura do pó e a forma da partícula interferem no desenvolvimento e densificação da microestrutura (LENEL et al, 1980; GERMAN e BOSE, 1997; LEE e REINFORTH, 1994).

O sistema Nb-Cu tem a característica de ser quase mutuamente imiscível. Deste modo, tem-se que as solubilidades de Cu em Nb e de Nb em Cu são desprezíveis (COSTA et al., 2008). O cobre líquido também possui baixa molhabilidade no nióbio. Tais características não permitem que estruturas homogêneas e de alta densidade sejam produzidas através de sinterização quando são utilizados pós convencionalmente preparados. Entretanto, é possível produzir um material de um sistema imiscível por meio da Metalurgia do Pó (MP) (MEYERS et al, 2005; NIKOLAEV e ROZENBERG, 1972).

A Metalurgia do Pó (MP) é uma técnica para obtenção de compósitos de matriz metálica (CMM). Quando comparada com materiais produzidos por meio de processos de laminação e fundição, apresenta várias vantagens. Dentre elas, a baixa temperatura de fabricação, evitando reações indesejáveis na interface entre fase dispersa e matriz. Existem, ainda, materiais que só podem ser produzidos por meio da MP, como as ligas de Ti com reforço de SiC. Outra vantagem desta técnica é a uniformidade obtida na distribuição da fase

dispersa, que não somente melhora as propriedades estruturais como também intensifica a sua reprodutibilidade (TORRALBA et al, 2003).

Sendo assim, o objetivo geral desse estudo é obter um compósito Nb-Cu via processo de metalurgia do pó. Para atingi-lo, os objetivos específicos são:

- Produzir duas misturas de pós elementares de Nb e Cu contendo, respectivamente, 12,5% e 25% em massa de Cu;
- Realizar a caracterização do compósito obtido. Esta caracterização será realizada da seguinte forma: - analisar a mistura de pós, assim como os corpos de prova sinterizados em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia confocal; - realizar a análise de temperatura para sinterização pelo diagrama de fases; - determinar a densidade aparente das misturas de pós, a densidade do compactado verde e a densidade do corpo sinterizado; - realizar análise de difratometria de raios-X; - determinar a microdureza do corpo sinterizado.

O presente trabalho apresenta em seu capítulo 2 o referencial teórico. Esta parte trará um breve histórico do processo de metalurgia do pó, sua definição, etapas do processo, suas principais aplicações, as sinterizações que ocorrem por fase líquida e sólida. Serão descritas também algumas propriedades do nióbio e do cobre, sua história e curiosidades.

No capítulo 3 deste trabalho, estão os materiais e métodos que foram utilizados nos processos de obtenção dos pós de Nb-12,5%Cu e de Nb-25%Cu, na sinterização, nas medidas das densidades e o modo como foram realizadas as medidas de Microdureza Vickers.

A apresentação dos resultados e discussões será colocada no capítulo 4. Aí serão evidenciadas as influências do tempo de moagem e do aumento da concentração do cobre na formação de aglomerados, assim como a densidade, a microdureza, a sinterização e os difratogramas de cada compósito. No capítulo 5 serão apresentadas as conclusões e sugestões para trabalhos futuros.

CAPÍTULO 2

REFERENCIAL

TEÓRICO

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 BREVE HISTÓRICO

Mesmo que pesquisas arqueológicas mostrem que o homem já produzia armas, ferramentas e lanças a partir de aglomerados de ferro, por volta de 6000 anos a.C., foi somente a partir do século XIX que se deram os primeiros passos rumo ao desenvolvimento da moderna metalurgia do pó. Especificamente, o ano de 1829 pode ser considerado verdadeiro marco histórico desse processo, pois foi a partir de então que se passou a produzir peças de platina maleável, um material que, até então, não admitia ser processado através de fundição normal, tendo em vista o seu alto ponto de fusão (1770°C) (MORO e AURAS, 2007).

O início do século XX foi marcado pelo desenvolvimento de processos destinados à obtenção de peças de tungstênio, que tem ponto de fusão de 3410°C, e de molibdênio, com ponto de fusão de 2610°C, através do uso da metalurgia do pó. Contudo, a produção efetiva somente experimentou expansão a partir da Segunda Guerra Mundial, em razão da necessidade premente de atendimento à demanda da nascente indústria automobilística. Atualmente, contudo, várias são as aplicações industriais verificadas de peças que são produzidas através desse processo. É que tal tecnologia, quando comparada à metalurgia convencional, apresentou-se substancialmente competitiva, quer por razões tecnológicas, quer

por razões econômicas. Desse modo, é possível destacar que, onde houver necessidade de produção de grandes quantidades de peças, com material base dotado de alto ponto de fusão ou de formas complexas, sempre será possível a utilização da metalurgia do pó (MORO e AURAS, 2007).

2.2 DEFINIÇÃO DO PROCESSO

É uma maneira de fabricação que produz peças tendo como matéria-prima pó metálico. O processo consiste em compactar ou modelar a mistura e aquecê-la, com o foco de melhorar a coesão da estrutura interna. O exemplo específico do processo, consiste na temperatura permanecer abaixo da temperatura de fusão do elemento principal (MEYERS et al, 2005). Trata-se de um processo em que se obtém máxima economia de material, com poucas perdas de matéria-prima. Algumas ligas são obtidas pela metalurgia do pó a custos bem inferiores do que se fossem feitos pela metalurgia convencional (DELFORGE et al, 2007).

O ajuste da composição química desejada do produto final, a eliminação ou diminuição das operações de usinagem, a pureza dos produtos obtidos, o acabamento de superfície e a facilidade que se tem na automação do processo produtivo são motivos que fazem com que a metalurgia do pó seja tida como uma fonte produtora de peças para basicamente todos os ramos industriais, tais como o de informática, automobilístico, aeroespacial, de implementos e equipamentos agrícolas, de material eletroeletrônico, têxtil, dentre outros (MORO e AURAS, 2007). A figura 1 ilustra peças complexas que foram produzidas pela metalurgia do pó.

Figura 1: Peças produzidas através da metalurgia do pó

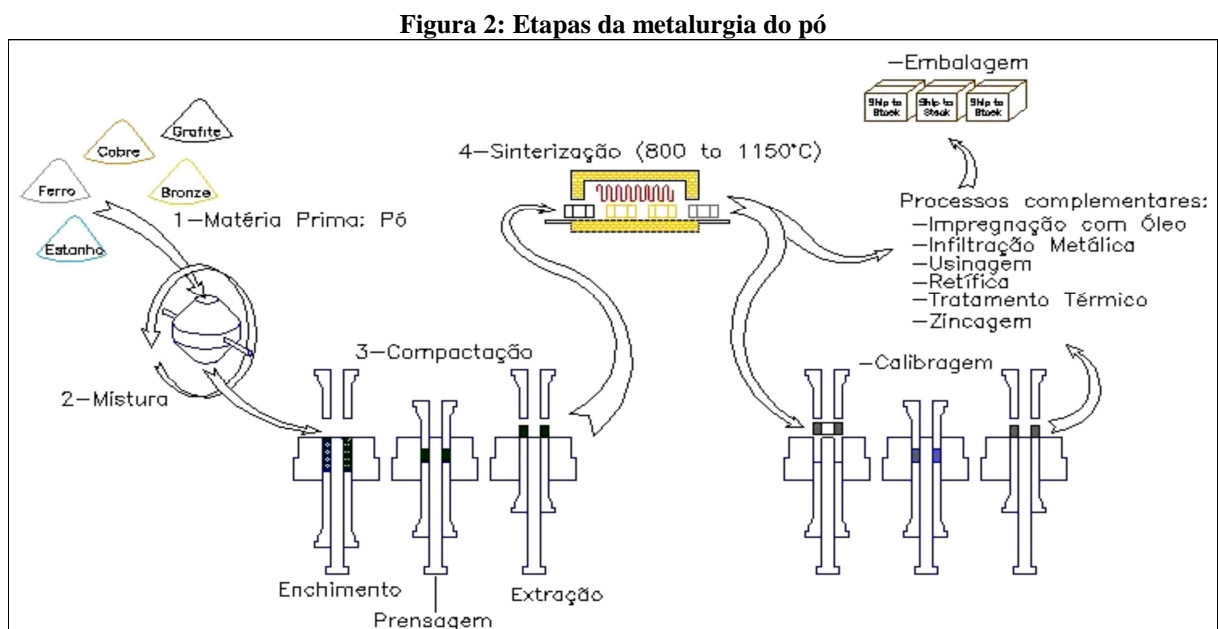


Fonte: adaptado de MORO e AURAS, 2007

Portanto, as limitações não superadas fazem a metalurgia do pó uma solução nada boa em alguns momentos. Em outras situações, não se tem a metalurgia do pó como último manuseio. Tem-se fatos que a peça ao ser extraída de uma raiz, altera a produção de peças com certas características geométricas. As vantagens são as seguintes: quase nenhuma falta de matéria-prima, ajustes drástico da composição química, tolerância dimensional, bom acabamento superficial, uso controlado e eficaz de energia e fácil manuseio da automação. Já as desvantagens são: grande aumento do uso de ferramentas, limitação das peças e impedimento do manuseio de soldagem, conforme o comprometimento das propriedades químicas e físicas em razão da porosidade da peça (MORO e AURAS, 2007).

2.3 ETAPAS DA METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó inclui os seguintes processos: obtenção dos pós, caracterização dos pós, compactação dos pós e sinterização (MEYERS et al, 2005). A Figura 2 ilustra as etapas do processo:



1. O pó é feito pelos processos específicos;
2. Os pós são misturados para obter homogeneidade à peça;
3. Coloca-se a mistura na matriz, que é prensada e extraída logo após;

4. Na sequência, a peça segue para fornos especiais, onde é sinterizada;
5. A peça vai ao processo complementar para melhorar tratamento térmico (propriedades), calibragem (tolerâncias), dentre outros.

2.4 APLICAÇÕES

1. Filtros sinterizados: são usados em aplicações industriais variadas que requerem resistência quando submetidas a altas temperaturas e resistência mecânica e química (ex. óleos minerais e combustíveis, filtragem de gases etc.). São também utilizados como válvula corta chamas e abafadores de ruído. São fabricados em bronze, níquel, aços inoxidáveis, titânio e outros (SCHAERER, 2006);

2. Mancais auto lubrificantes: As principais características da sinterização é ajudar o controle da porosidade do produto final. Tal característica é bastante relevante para a produção de mancais auto lubrificantes. A porosidade contida no mancal pode ser preenchida com óleo, para possibilitar uma lubrificação permanente entre o eixo e o mancal (MELCHORS, 2010);

3. Baterias: Utilizam níquel poroso nos acumuladores cádmio-níquel e nas pilhas (SCHAERER, 2006);

4. Próteses: Implantes cirúrgicos são encobridos com liga porosa (à base de Co-Ti), permitindo a penetração do tecido ósseo nos poros, assegurando, desse modo, boa ligação com o implante (MELCHORS, 2010);

5. Materiais especiais: São ligas, tais como a W90-Cu-Ni, que não permitem fabricação industrial em razão da alta densidade (18 g/cm^3) e do alto ponto de fusão (3410°C), além de outras características. Possuem, também, alto poder de absorver radiações, destacando o seu uso no setor nuclear, bem como para blindagens (setor militar) (SCHAERER, 2006);

6. Discos de freio e embreagem: São feitos tendo por base liga de ferro-cobre ou cobre, às quais agentes de atrito (SiO_2 , SiC , Al_2O_3) e agentes lubrificantes (C, Pb, MoS_2) são adicionados (MELCHORS, 2010);

7. Metal duro: O carboneto metálico tem importância no campo das peças de desgaste, ferramentas de corte e brocas para perfuração de rochas. Em tais ferramentas, adapta-se o metal duro às partes cortantes, na forma de pastilha. Nessas pastilhas, existe dureza elevada,

que praticamente se iguala à do diamante, suportando temperaturas de até 1.000°C sem sofrer perda de corte (SCHAERER, 2006). A figura 3 ilustra alguns produtos obtidos através da utilização da metalurgia do pó.

Figura 3: Engrenagens fabricadas pela metalurgia do pó



Fonte: adaptado de SCHAERER, 2006

O metal duro pode produzir, a partir da mistura do pó puro de tungstênio (W) com o pó de carbono (C) proporções controladas para a obtenção de uma correta composição. A mistura é levada a uma temperatura de cerca de 1.700°C, temperatura na qual se obtém a união do carbono e do tungstênio, originando partículas duras do metal duro, que são representadas pelos carbonetos de tungstênio (WC). O cobalto (Co) adicionado à mistura atua como metal ligante, facilitando a dissolução do carboneto de tungstênio. O resultado final mescla as propriedades da partícula dura – de resistência ao desgaste – com as propriedades do metal ligante – de tenacidade absorveção de impacto (MELCHIORS, 2010);

8. Contatos elétricos: São produzidos a partir de ligas Ag-WC, Ag-Ni Ag-W e W puro. Conferem boa condutividade térmica e elétrica, preservando a resistência mecânica quando são submetidos a aquecimento, sendo resistentes à tendência de soldagem quando em serviço, com resistência elevada ao desgaste (SCHAERER, 2006);

9. Ligas magnéticas: É viável garantir pequenos ímãs e ímãs permanentes em Co5Sm (Sm = samário), peças polares, ímãs cerâmicos em ferrita de bário e núcleos magnéticos de larga utilização em autofalantes de rádio e carros, motores e tv (MELCHIORS, 2010);

10. Peças mecânicas: Fabricadas em Fe-Cu-Ni, Fe, Fe-Cu-Pm¹, Fe-Cu-Ni-Mo, com ou sem carbono. São utilizados no virabrequim, em engrenagens do eixo comando, buchas da

¹ Promécio.

junta homo cinética, garfos, anéis sincronizadores, pistão, cubo-polia da bomba d'água, corpo e guia da válvula, amortecedores e caixa de câmbio (anéis, cubos e luvas sincronizadoras) etc. (SCHAERER, 2006).

2.5 PROCESSOS DE PRODUÇÃO DO PÓ

De acordo com Moro e Auras (2007), são vários os processos existentes para se obter pó metálico. A escolha do mais adequado dependerá da análise de um conjunto de propriedades do material, bem como das características que se pretende obter para o pó, em razão da aplicação desejada. Dentre os principais métodos existentes, os autores indicam os seguintes: *cold-stream*, métodos mecânicos, atomização, processo de eletrólise e processo de redução química.

O método *cold-stream* maximiza a fragilidade dos metais em temperaturas baixas para que estes possam ser transformados em pó. Ainda grosseiro, o pó é arrastado sob alta pressão por um fluxo de gás através de um tubo, até chegar a uma câmara grande, mantida sob vácuo. Ao chegar à câmara, o gás se expande, reduzindo bruscamente a sua temperatura. Em alta velocidade, ele colide com um alvo que é instalado na câmara partindo-se em partículas menores, tendo em vista que se encontra relativamente frágil em função da baixa temperatura. Nesse momento, o pó que já possui um tamanho pequeno o suficiente é separado da fração gasosa, que é novamente reconduzida ao processo (MORO e AURAS, 2007).

Os métodos mecânicos (de quebra e moagem) são indicados para materiais fragilizados por algum processo anterior ou frágeis. Tratam-se de métodos que fragmentam o material através do uso de moinhos ou martelos até se obter um determinado tamanho de partícula. Os moinhos mais utilizados são os vibratórios, de bolas e de atrito (MORO e AURAS, 2007).

Na atomização, o metal fundido é vazado por meio de um orifício próprio para tal operação, dando origem a um filete líquido, que é atacado por jatos de ar (processo que se denomina R-Z – *Roheisen-Zunder*), água ou gás (processo denominado ASEA-STORA, que faz uso do nitrogênio e do argônio, também denominado processo CSC / *Centrifugal Shot Casting*). Esses jatos conduzem à pulverização do filete e ao seu resfriamento imediato. Com isso, recolhe-se o pó, que é peneirado e reduzido, estando, após isso, pronto para o uso. A forma e o tamanho das partículas podem variar em razão de parâmetros variados, dentre os

quais se incluem a pressão do fluido, a espessura do filete, a geometria do conjunto de pulverização e o tipo de atomização. É o que ocorre com a atomização feita à água, que normalmente produz partículas angulosas e irregulares, enquanto que a atomização ao ar conduz a partículas esferoidais (MORO e AURAS, 2007).

No processo de eletrólise, os pós produzidos apresentam pureza elevada e reduzida densidade aparente, com grãos que apresentam estrutura nitidamente dendrítica. Após o recolhimento dos tanques de eletrólise, a massa de pó em forma de lama é seca e classificada através do peneiramento (MORO e AURAS, 2007).

O processo de redução química, assim considerado aquele no qual é utilizado agente redutor sólido ou gasoso, é considerado o tipo mais significativo para a obtenção de pós. Dentre os agentes redutores, destacam-se o hidrogênio e o carbono, sendo que a redução com o carbono somente é utilizável para elementos metálicos não formadores de carbonetos muito estáveis, a não ser que se pretenda obter, como produto final, pó de carboneto, e não o pó metálico. É o caso, por exemplo, do carboneto de tungstênio, que pode ser reduzido e obter carboneto num só tratamento (MORO e AURAS, 2007).

Além de todos os métodos citados anteriormente, temos também a decomposição térmica de carbonilas e o processo Hidretação-Dehidretação (HDH).

A decomposição térmica de carbonilas é um processo no qual as carbonilas são obtidas pela reação do metal com monóxido de carbono sob pressões e temperaturas. Muitos metais reagem com o monóxido de carbono (CO) sob certas condições para formar um composto chamado de metal carbonila ($Me (CO)_x$). Pós de metais podem então, ser obtidos por meio da decomposição dos metais carbonilas. O resultado deste processo são partículas muito finas, de formato aproximadamente esférico e com alta pureza. (JÚNIOR, 2007).

Temos também o processo HDH. Este processo consiste na fragilização de um metal reativo com a introdução de hidrogênio, usando um forno sob alto vácuo na faixa de temperatura de 400-700°C com pressões parciais de H_2 , durante um período em torno de 4 h (hidretação). Após esta etapa, este é moído em moinho de bolas sob atmosfera de argônio de alta pureza. Agora, sob a forma de pó, é desgaseificado em vácuo, na faixa de temperatura de 650-760°C, até a completa remoção do hidrogênio (dehidretação). FROES e EYLON (1984)

Em muitos casos, a reação é simples e direta, consistindo meramente do contato do gás hidrogênio (H_2) com o metal (M). MITKOV e BOZIC (1996). Esta reação é representada pela equação 1.



A seta nas duas direções indica que a reação é reversível, sendo o equilíbrio determinado pela pressão do gás hidrogênio. Se a pressão é acima da pressão de equilíbrio, a reação direciona-se para a direita para formar o hidreto; se é abaixo, o hidreto se decompõe em metal e hidrogênio gasoso. MITKOV e BOZIC (1996).

2.6 CARACTERÍSTICAS DOS PÓS

A caracterização dos pós empregados é de suma importância na metalurgia do pó, tendo em vista que sua morfologia, densidade, tamanho, compressibilidade e composição química afetam o seu posterior processamento (KNEWITZ, 2009).

Tamanho e distribuição de tamanhos das partículas possui significativa relevância no processo de metalurgia do pó, sendo o responsável por grande parte pelas propriedades finais da peça obtida (ASM, 1990).

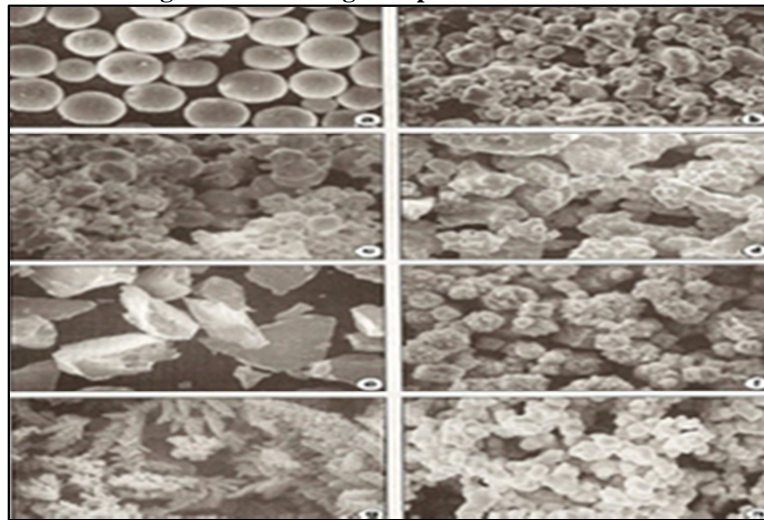
Diferentes técnicas são utilizadas para avaliar o tamanho de uma partícula, entre as mais comuns estão: peneiramento, dispersão de luz, análise por microscopia óptica e análise por microscopia eletrônica de varredura (CHIAVERINI, 2001; KNEWITZ, 2009).

O comportamento dos pós metálicos durante o processamento depende das características do pó inicial, tais como, tamanho de partícula, distribuição do tamanho de partícula, forma da partícula e estrutura do pó, grau de agregação e aglomeração; exercendo uma profunda influência na densificação e desenvolvimento da microestrutura (LENEL et al., 1980; GERMAN et al., 1985 e LEE et al., 1994).

Dentre as características mais relevantes dos pós metálicos estão o tamanho e a forma das partículas individuais. Considerando o projeto de uma peça sinterizada, verifica-se importância, também, na distribuição granulométrica das partículas. Os variados métodos existentes de obtenção de pó metálicos conduzem a produtos de diversos tamanhos, formas e distribuição, além de outras características dos pós. Nesse contexto, é imprescindível dominar o processo de caracterização e obtenção dos pós para que se possa chegar a uma peça final capaz de atender os quesitos de engenharia (MELCHORS, 2010).

a) Forma geométrica das partículas: as formas mais comuns são aciculares, dentífrica, angular, fibrosa, granular, porosa, nodular, irregular ou esférica (MELCHORS, 2010). A figura 4 mostra as formas geométricas das partículas.

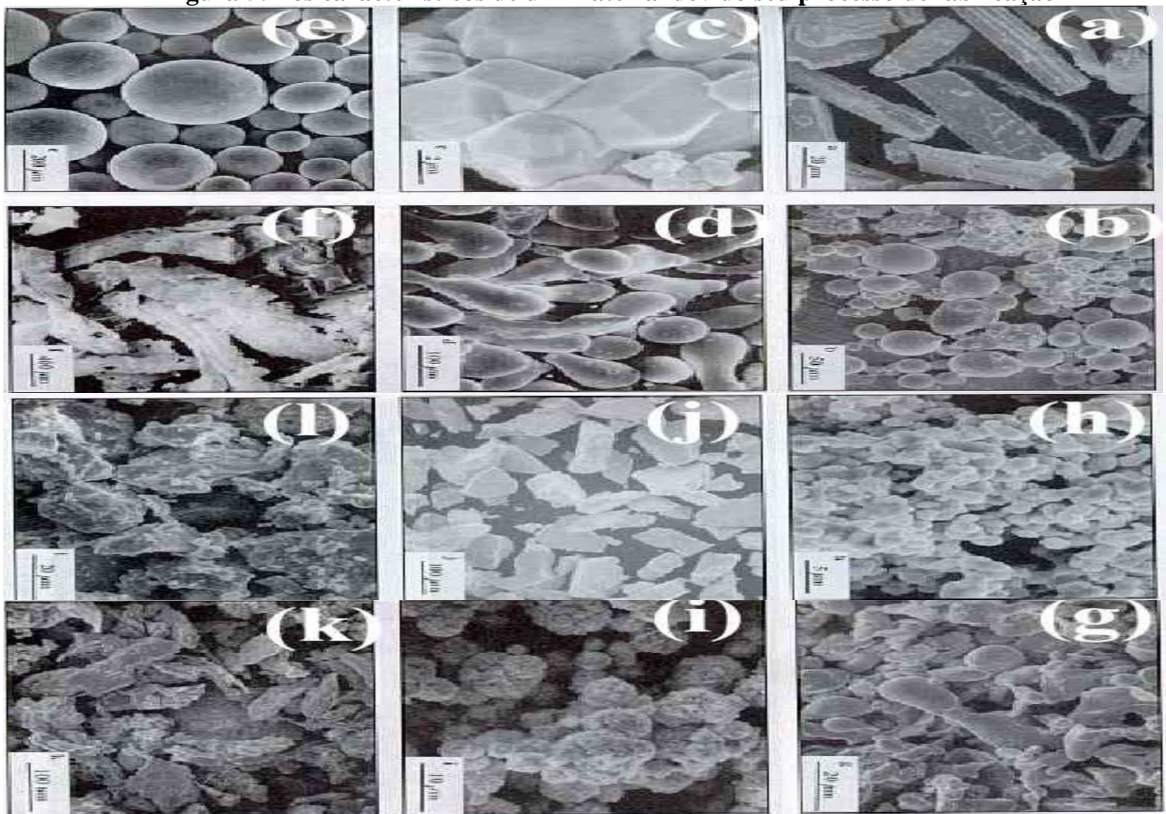
Figura 4: Morfologia de partículas metálicas



Fonte: adaptado de KNEWITZ, 2009

b) Tamanho: o diâmetro médio das partículas exerce influência sobre determinadas características do produto final. Uma partícula maior, por exemplo, proporciona maior compactação, ao passo que uma menor permite uma superfície com menor rugosidade (MELCHIORS, 2010).

Figura 5: Pós característicos de um material devido seu processo de fabricação



Fonte: adaptado de KNEWITZ, 2009

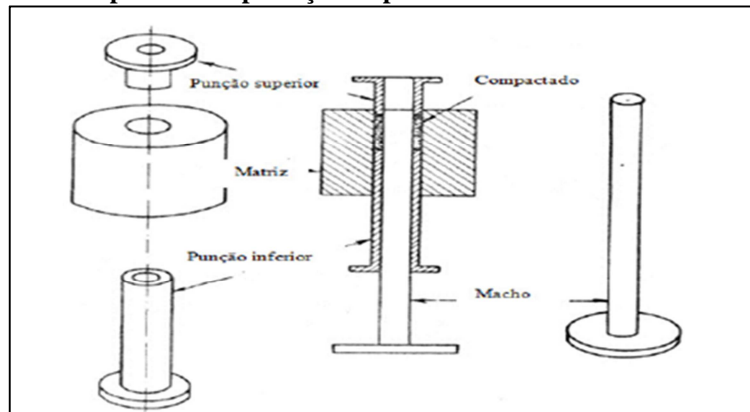
A figura 5 aponta imagens microscópicas de vários pós, caracterizados pelo material e processo de fabricação do pó:

- (a) Telúrio, moído;
- (b) Liga Fe mediante atomização a gás (argônio);
- (c) Tungstênio, reduzido a gás, agregado poligonal;
- (d) Estanho, atomização a ar, arredondado com ligamentos;
- (e) Liga Fe, atomização por centrifugação, formato esférico;
- (f) Estanho, rápido resfriamento sobre placa, formato de flocos;
- (g) Aço inox, atomização a água;
- (h) Paládio eletrolítico, esponja;
- (i) Níquel, decomposição química da carbônica, porosa;
- (j) Vidro metálico de Fe;
- (k) Titânio, redução com Na e moagem, irregular;
- (l) Hidreto de Nióbio, moagem, irregular.

2.7 COMPACTAÇÃO

Coloca-se o pó em cavidades de matrizes que são montadas em prensas de compressão, com fabricação específica para uso na técnica da metalurgia do pó. Nelas, ele é comprimido a determinadas pressões, conforme o tipo de pó que esteja sendo utilizado, e com as características finais desejadas nas peças sinterizadas (CHIAVERINI, 1986). A figura 6 ilustra os componentes de uma matriz de compactação.

Figura 6: Matriz simples de compactação de pós metálicos com seus diversos componentes

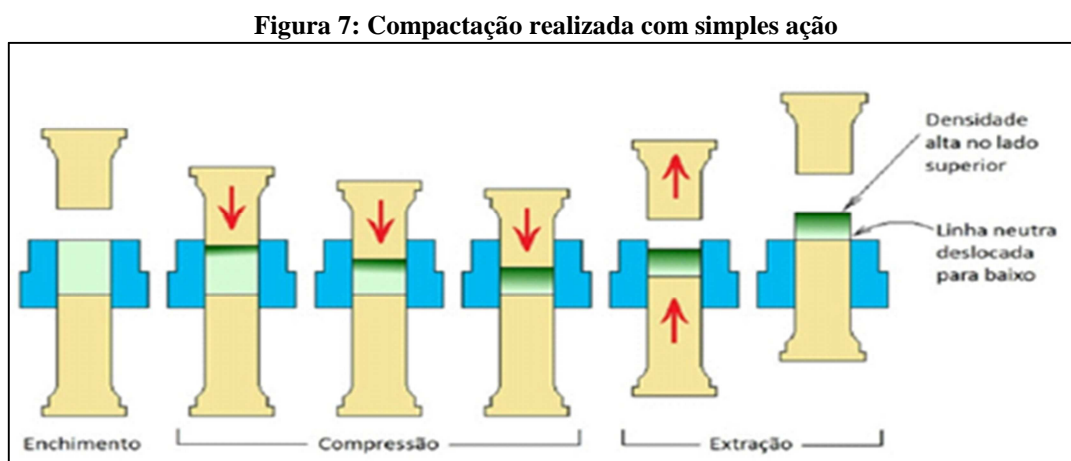


Fonte: adaptado de CHIAVERINI, 1986

As etapas da compressão podem ser descritas como: enchimento, compressão e extração. Nessa etapa, verifica-se a presença de uma quantidade predeterminada de pó posta na cavidade de uma matriz montada em uma prensa de compressão, pode ser mecânica ou hidráulica. A compactação ocorre por deslocamentos simultâneos das punções superior e inferior, à temperatura ambiente. Nos primeiros movimentos da punção, a compactação causa apenas o adensamento do pó, sem haver, contudo, deformação das partículas, bem como sem produzir adesão entre elas. Com a pressão aumentada, variando entre 1,6 a 9,3 t/cm², ocorre a deformação plástica das partículas, dando origem, assim, a uma espécie de “solda fria” (KNEWITZ, 2009).

Com a compactação, obtém-se uma peça com formato final aproximado ao da peça a ser fabricada, que é denominada compactado verde. Trata-se de um produto muito frágil, que pode se esfarelar com o simples manuseio inadequado. Ressalte-se a importância do projeto da peça, tendo em vista que pode ocorrer a formação da zona neutra nessa etapa, assim considerada a região na qual as partículas experimentaram menos forças de compactação, gerado uma peça final heterogênea, com zonas de propriedades distintas. Determinados tipos de peça, com geometria diferenciada, são inviáveis justamente em razão da formação de zonas neutras (CHIAVERINI, 1986).

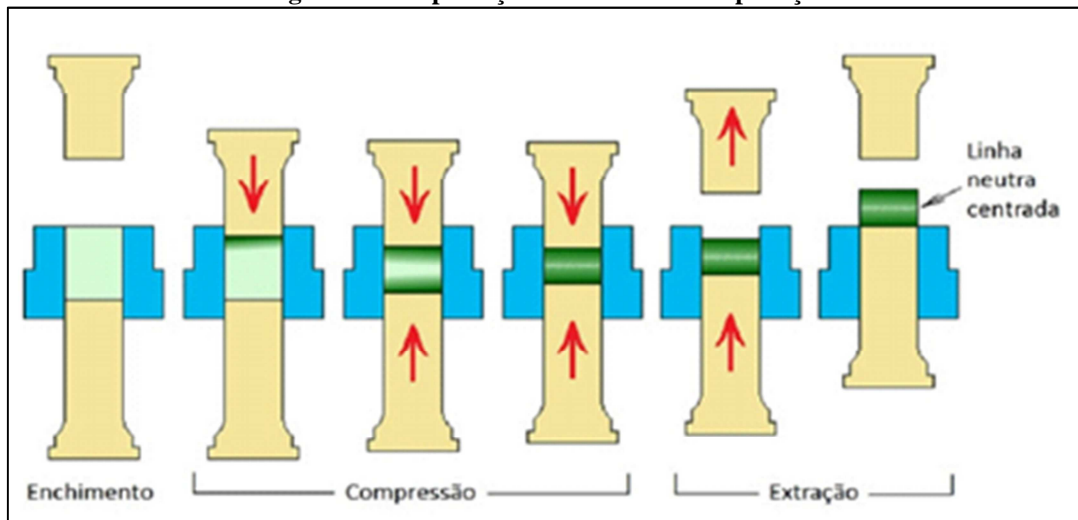
Na figura 7 é descrita a compactação de simples ação, onde a força de compactação é exercida apenas por um dos dois punções.



Fonte: adaptado de MELCHORS, 2010

Há a possibilidade uma compactação com dupla ação onde a força é exercida pelos dois punções (KNEWITZ, 2009). A figura 8 ilustra o processo.

Figura 8: Compactação realizada com dupla ação



Fonte: adaptado de MELCHORS, 2010

2.8 SINTERIZAÇÃO

Sinterização pode ser definida como um processo físico, termicamente ativado, que faz com que um conjunto de partículas de determinado material, inicialmente em contato mútuo, adquira resistência mecânica. Sua força motora é o decréscimo da energia livre associado a superfície do conjunto de partículas, conseguido pela diminuição da superfície total do sistema (SILVA e JÚNIOR, 1998).

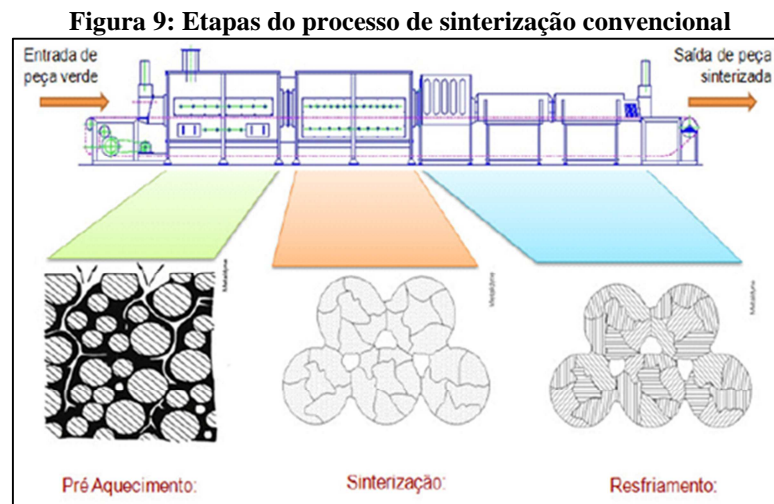
Em muitas ocasiões, isso traz como consequência a eliminação do espaço vazio existente entre as partículas, resultando em um corpo rígido e completa ou parcialmente denso (BRITO et al, 2007).

A integridade estrutural de uma peça obtida por metalurgia do pó é resultante da sinterização, onde por aquecimento em temperaturas abaixo do ponto de fusão as partículas são unidas de forma coerente, numa massa sólida. Poros são eliminados enquanto as partículas se unem durante a sinterização a alta temperatura, esta temperatura normalmente corresponde a 2/3 da temperatura de fusão do material (GERMAN e BOSE, 1997).

O compactado verde, dentro ou fora da matriz, é aquecido a temperaturas altas, mas que permanecem abaixo da temperatura de fusão do metal base¹. Além da temperatura, são controlados a velocidade de aquecimento e resfriamento, o tempo de permanência e a atmosfera em contato com a peça. O tempo de aquecimento melhora o mecanismo de coesão

do compactado para uma determinada temperatura. Em contrapartida, temperaturas próximas às de fusão do metal, geram obtenção da força coesiva máxima em um curto espaço de tempo, geralmente segundos (BRITO et al, 2007).

São quatro as funções do controle da atmosfera: previne ou minimiza reações químicas entre o compactado verde e os gases da atmosfera; evita oxidação; remove impurezas superficiais e internas existentes; e eventualmente, fornece um ou mais elementos químicos para se ligarem com o compactado verde. A sinterização é feita, normalmente, em fornos contínuos, caracterizados por três zonas de operação: pré-aquecimento, manutenção da temperatura e resfriamento (GERMAN e BOSE, 1997). Veja-se:



Fonte: adaptado de GERMAN e BOSE, 1997

Durante a sinterização, ocorrem reações químicas e físicas entre as partículas, reduzindo e em alguns casos até eliminando a porosidade existente no compactado verde. A contração do compactado verde, em comparação com a peça final, chega a ser de 40% do volume, sendo uma redução linear de cerca de 16%. Os fenômenos que ocorrem na sinterização são os seguintes: ligação inicial entre partículas; crescimento da ligação; fechamento dos canais que interligam os poros; arredondamento dos poros; densificação ou contração dos poros; crescimento eventual dos poros (KNEWITZ, 2009).

De acordo com o estado físico das fases do sistema, a sinterização é classificada em: sinterização por fase sólida e sinterização por fase líquida (KNEWITZ, 2009).

2.9.1 SINTERIZAÇÃO FASE SÓLIDA

A sinterização por fase sólida ocorre em temperatura onde nenhum dos elementos do sistema atinge o ponto de fusão. Ela é realizada com transporte de material, por exemplo, difusão atômica. Com o intuito de promover uma maior força motriz, a sinterização por fase sólida ocorre, às vezes, com adições de elementos reativos que alteram o equilíbrio entre a energia superficial das partículas e a energia de contorno de grão, favorecendo a sinterização (COSTA et al, 2004).

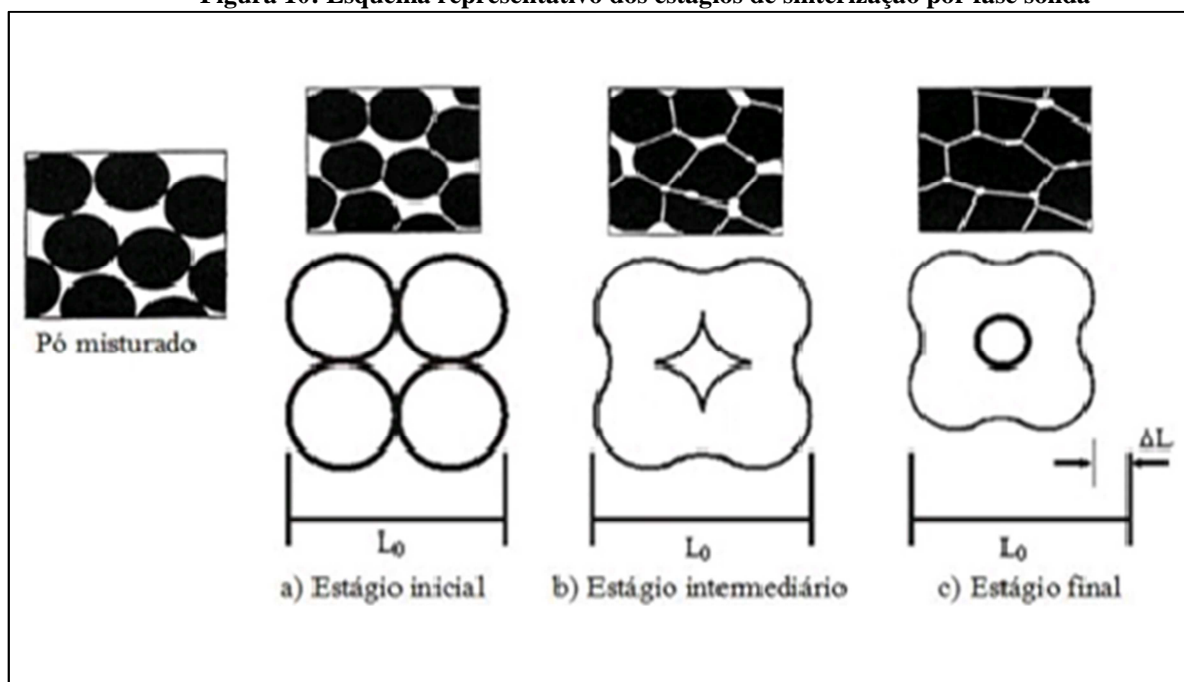
É dividida, segundo Knewitz (2009), em três estágios:

- estágio inicial, caracterizado pela formação de contornos de grãos na área de contato entre partículas ou, formação e crescimento de pescoços entre as partículas, a partir dos contatos estabelecidos durante o processo de compactação, conduzindo até o instante onde estes começam a se interferir;

- estágio intermediário, onde há uma grande densificação do compacto pelo decréscimo das dimensões dos poros interligados;

- um terceiro estágio, onde há um isolamento dos poros na região dos contornos de grão e eliminação gradual da porosidade por difusão de vacâncias dos poros ao longo dos contornos de grão. Uma pequena densificação da estrutura é observada nesse estágio.

Figura 10: Esquema representativo dos estágios de sinterização por fase sólida



Fonte: adaptado de GOMES, 1995 e LEE e REINFORTH, 1994

2.9.2 SINTERIZAÇÃO FASE LÍQUIDA

A sinterização por fase líquida é caracterizada pelo aparecimento de uma fase líquida a uma determinada temperatura de sinterização. Neste tipo de processo, o sistema consiste de pelo menos dois componentes, onde um deles é uma fase líquida, consequência da fusão de um dos componentes, ou do resultado de uma reação entre estes. A presença do líquido é responsável pela rapidez e percentual de densificação da estrutura (GERMAN e BOSE, 1997).

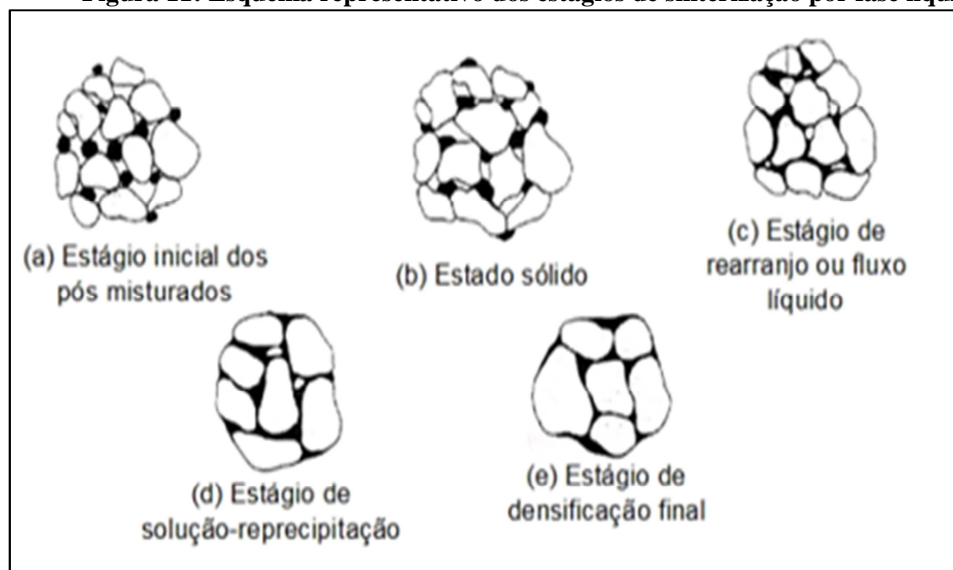
É também dividida, conforme Lee e Reinforth (1994), em três estágios:

- o primeiro estágio, de rearranjo ou fluxo líquido, é marcado pelo espalhamento do líquido recém formado ao redor das partículas sólidas, que conduz ao rearranjo dessas partículas e a densificação da estrutura;

- o segundo estágio é o de solução-reprecipitação, que só ocorrerá se houver solubilidade da fase sólida no líquido. Quando isto acontece, uma fração de partículas da fase sólida é dissolvida pelo líquido e se difundirá neste, precipitando-se posteriormente sobre outras partículas sólidas em locais energeticamente mais favoráveis; e

- o estágio de sinterização em estado sólido somente ocorrerá se a estrutura ainda não estiver completamente densa, e que consiste no crescimento de pescoço entre as partes sólidas que estão em contato. Nesse estágio, ocorre o fechamento dos poros e a contração da estrutura.

Figura 11: Esquema representativo dos estágios de sinterização por fase líquida



Fonte: adaptado de GERMAN e BOSE, 1997

2.10 OPERAÇÕES COMPLEMENTARES

Nem sempre a produção de peças por metalurgia do pó termina na operação de sinterização. Operações complementares são frequentemente aplicadas com os seguintes objetivos: conferir melhor acabamento; maior precisão dimensional às peças; melhor densidade, dureza e resistência mecânica; etc (MELCHORS, 2010).

Calibragem: durante a sinterização, as peças podem sofrer mudanças não esperadas nas dimensões e até empenar. Para corrigir os defeitos, a calibragem, que é uma deformação plástica por aplicação de pressão em moldes específicos. O resultado é melhor precisão dimensional (COSTA et al., 2008).

Recompressão: uma nova compressão após a sinterização aumenta a densidade e melhora as propriedades mecânicas do material. Os esforços envolvidos são bem maiores que na calibragem e só podem ser aplicados para certos tipos de material. Por exemplo, pastilhas de metal duro, utilizados como ferramentas de usinagem, não podem ser recomprimidas. Caso existam deformações, devem ser lapidadas ou retificadas (MELCHORS, 2010).

Tratamentos térmicos: as peças sinterizadas podem ser submetidas a tratamentos térmicos convencionais para melhoria das propriedades mecânicas. Em tratamentos superficiais (cimentação e nitretação) a densidade é fator importante, devido a difusão dos gases através de seus poros (quanto maior a densidade menor é a porosidade) (COSTA et al., 2008).

Usinagem: assim como na fundição, muitas peças sinterizadas sofrem posterior usinagem para conseguir a configuração projetada e que não é possível ser feita, como furos, sangrias, roscas, etc (MELCHORS, 2010).

Infiltração: é um processo de fechamento dos poros (total ou parcial) de uma peça sinterizada com baixa ou média densidade (5,6 até 6,8 g/cm³) com um metal ou liga de ponto de fusão mais baixo. A infiltração do metal líquido ocorre por efeito de capilaridade (atração molecular), e tem o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas, resistência à corrosão, e também como pré-tratamento para acabamento superficial, como cremação, niquelação e galvanização (COSTA et al., 2008).

Impregnação: consiste em impregnar substâncias como óleos, graxas, impermeabilizar evitando oxidação. É feita com banho quente, banho parcial ou a vácuo (COSTA et al., 2008).

2.11 OBTENÇÃO DE UM COMPÓSITO Nb-Cu PELA TÉCNICA METALURGIA DO PÓ

Em estudo sobre as propriedades das ligas de Cu-Nb, Nikolaev e Rozenberg (1972), especificamente o efeito de nióbio (até 1,5%) nas propriedades mecânicas, resistência ao calor, e da resistividade elétrica do cobre, concluíram o seguinte: as propriedades das ligas de Cu-Nb não dependem das condições de tratamento térmico, que distingue as ligas deste sistema da maioria dos condutores elétricos e térmicos; com concentrações crescentes de nióbio, a dureza das ligas aumenta continuamente, excedendo a do cobre por um fator de 2-3. A condutividade elétrica também diminui sensivelmente.

Melchior (2010), em experimento realizado para a obtenção e caracterização de compósitos Nb-Cu por moagem de alta energia, com sinterização em forno de vácuo, obtiveram MAE do Nb e Cu com composição Nb-20%Cu por 60 horas, com a produção de partículas compósitas com ambas as fases cristalinas. Como o Nb é mais duro do que o Cu, constataram que as partículas inseridas nas partículas de Cu estavam deformadas e fraturadas, apresentando-se as partículas de Nb também deformadas.

Ainda conforme o autor, as partículas compósitas não se assemelham às partículas originais em forma e tamanho, tendo concluído que, como, ao final da moagem, as partículas compósitas são menores do que as partículas de Cu originais, provavelmente houve fragmentação durante a moagem, devido ao trabalho a frio causado pelas colisões sucessivas, que endurecem as partículas de Cu, promovendo sua fragilidade. O autor verificou, ainda, que, durante a sinterização, parte do Cu abandonou as partículas compósitas antes da fusão, criando uma camada em torno destas partículas, auxiliando a sua sinterização. Mais tarde, logo após a fusão, constataram que uma fração adicional de Cu saiu das partículas compósitas, preenchendo os poros (MELCHIOR, 2010).

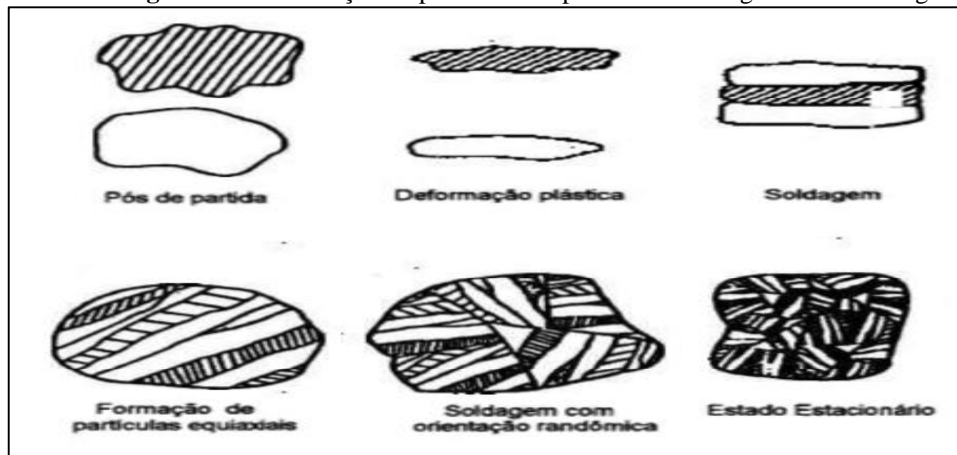
Lima (2015), por sua vez, estudou um compósito de Nb-Cu 15% obtido por moagem de alta energia, com sinterização por fase líquida. Dentre as conclusões por eles obtidas, destacam-se as seguintes: a densidade das estruturas de pós de Nb-Cu tende a diminuir conforme se aumenta o tempo de moagem; o aumento do tempo de moagem é diretamente proporcional à incompressibilidade dos pós e encruamento das partículas, dificultando, com isso, a compactação dos pós e consolidação na sinterização; os maiores valores de microdureza foram obtidos para as amostras sinterizadas com maior tempo de moagem e maior temperatura (1200°C); as amostras sinterizadas com maior temperatura de 1200°C apresentaram valores maiores de condutividade elétrica quando comparadas às amostras

sinterizadas a 1100°C; a densidade dos corpos sinterizados aumenta em menores tempos e velocidades de moagem.

Pós compósitos são obtidos através de muitos processos, exemplo: mistura, elaborada por misturadores e ocorre sem quebra de partículas; moagem os pós são triturados e misturados no moinho de bola convencional (GOMES, 1995), ou moagem de alta energia que utiliza a alta energia de moagem para formar pós constituídos de partículas compósitas (LEE; REINFORTH, 1994; COSTA et al., 2008).

A moagem de elevada energia gera partículas finas pelos processos de deformação plástica e fratura das partículas (MEYERS et al, 2005). Nela, as constantes colisões entre as esferas, pó e paredes do recipiente, deformação, soldagem ao frio, fratura e ressoldagem ao frio das partículas do pó. Produz deformação e fratura, assim definem a dispersão dos componentes, a homogeneização das fases e a microestrutura final do pó. A natureza dos processos depende do comportamento mecânico dos componentes do pó, da sua fase de equilíbrio e do estado de tensão durante a moagem (SURYANARAYANA, 1998).

Figura 12: Deformação de partículas no processo de moagem de alta energia



Fonte: adaptado de MAURICE e COURTNEY, 1995

A MAE, segundo Melchior (2010), pode ser realizada com três categorias diferentes de ligas componentes de pós metálicos, tais como: dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil.

2.12 DEFORMAÇÃO DE COMPONENTES DÚCTIL-FRÁGIL

No estágio inicial de moagem, acontece o achatamento das partículas dúcteis e a fragmentação dos constituintes frágeis ou partículas intermetálicas, pelas contínuas colisões

entre as esferas e o pó. As partículas frágeis fragmentadas são incorporadas às partículas dúcteis (MELCHIORS, 2010).

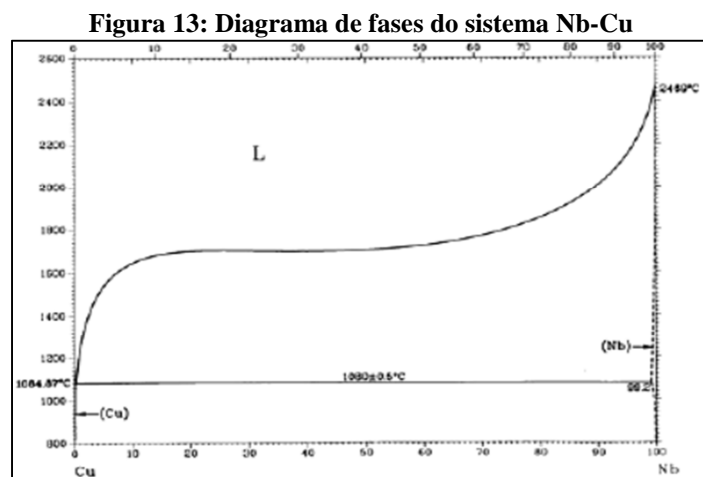
O ligamento de componentes dúctil-frágil durante a MAE requer a fragmentação de partículas frágeis para possibilitar a diminuição da faixa de difusão e uma razoável solubilidade nos componentes da matriz dúctil (SURYANARAYANA, 1998).

2.13 PROCESSADOS POR MAE

Os sistemas imiscíveis, como Nb-Ag, Nb-Cu, W-Cu, Ta-Cu, WC-Cu, W-Ag, WC-Ag, Mo-Cu, Mo-Ag, Al-In, Pb-Bi, Cu-Cr e Cu-Pb-Sn, são de difícil densificação por sinterização devido à sua mútua insolubilidade e o seu alto ângulo de contato, diminuindo a molhabilidade do líquido da fase sólida (MELCHIORS, 2010).

O cobre e o nióbio são dois elementos que não se misturam em condições de equilíbrio. No sistema Nb-Cu, as três regras de Hume-Rothery são violadas. Primeiro, o cobre possui estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) e o nióbio cúbica de corpo centrado (CCC). Os valores de eletronegatividade também não são muito próximos (Nb = 1,6 e o Cu = 1,9, segundo a escala de Linus Pauling). A diferença de raio atômico entre o Nb e o Cu é grande, sendo esta superior a 36% (COSTA et al., 2008).

A Figura 13 apresenta o diagrama de equilíbrio de fases do sistema Nb-Cu. Nele, é possível observar que o Nb e o Cu são quase que completamente imiscíveis até que seja atingido o ponto de fusão de ambos.



Fonte: adaptado de BAKER, 1992

2.14 NIÓBIO

O Nióbio faz parte de um grupo de elementos metálicos com o nome de metais refratários, incluídos com o tungstênio (W), tântalo (Ta), molibdênio (Mo) e rênio (Re). Tendo bastante resistência ao calor, ou seja, elevada temperatura, desgaste e corrosão. Estas propriedades os tornam desejáveis em aplicações para metais da indústria elétrica e eletrônica. As importantes aplicações dos metais refratários são como elementos de liga nos aços, formando carbeto muito duros, filamentos para iluminação, eletrodos de soldagem, lubrificantes, catalisadores, dissipadores de calor, contatos elétricos, peças de sistemas de usinas nucleares, entre outras (CHIAVERINI, 1986).

O nióbio é encontrado na forma de óxidos, as vezes em conjunto com o tântalo. Os principais minérios de nióbio são o pirocloro $[(\text{Na}, \text{Ca})_2\text{Nb}_2\text{O}_6\text{F}]$ e a columbita $[(\text{Fe}, \text{Mn})(\text{Nb}, \text{Ta})_2\text{O}_6]$ (FOGGIATO e LIMA, 2004).

Nos últimos 15 anos, o Nióbio tem sido considerado e aplicado em cada vez mais processos químicos em razão de sua resistência excelente à corrosão em muitos ambientes. Importantes aplicações químicas do Nióbio incluem ácido hidrocloreto, ácido nítrico, ácido crômico, ácido sulfúrico, sais, metais líquidos e ácidos orgânicos. Atualmente, o uso de Nióbio como elemento de liga em aços, superligas, e ligas não ferrosas somam aproximadamente 98% da produção, mostrado na Figura 2. O consumo de Nióbio e ligas a base de Nióbio somam os 5% restantes. O nióbio está em terceiro lugar na produção de metais refratários, atrás do Molibdênio e Tungstênio (MORO e AURAS, 2007).

Em sua forma natural, o Nióbio pode ser encontrado como óxidos e quase sempre em conjunto com o tântalo. Os seus principais minérios são a columbita e o pirocloro. O Canadá e o Brasil são países que possuem grandes reservas minerais de pirocloro (MELCHIORS, 2010).

Aproximadamente 98% das reservas mundiais de nióbio encontram-se no Brasil, em reservas de tantalita e columbita. Dessa maneira, ele tornou-se relativamente raro no restante do mundo. Existem vários depósitos pequenos de óxido de nióbio, encontrados em várias partes do globo, obtidos como subproduto na mineração de outros metais. No Brasil, o nióbio é explorado comercialmente pela CBMM em Araxá, Minas Gerais. Na Nigéria e no Congo também são encontrados grandes depósitos de columbita (CERNIAK, 2011).

No Rio Grande do Norte, existem reservas de columbita nos municípios de Parelhas, Carnaúba dos Dantas, Currais Novos, Equador, Jardim do Seridó, Acari, São Tomé e Santa Cruz (CERNIAK, 2011).

Figura 14: Reservas minerais brasileiras



Fonte: CERNIAK, 2011

O nióbio é um metal dúctil cinza que, a partir de 200°C começa a oxidar-se, devendo ser trabalhado na atmosfera protetora. O mesmo tem característica de supercondutividade à 263,9°C (9,25K), sendo a temperatura mais elevada crítica para um elemento puro. Ele é um metal refratário tendo como temperatura de fusão 2477°C e densidade de 8,57 g/cm³ (MORO e AURAS, 2007). Outras propriedades físico-químicas do nióbio são as seguintes:

Número atômico: 41;

Peso atômico: 92,906;

Estrutura cristalina: CCC;

Raio atômico: 198 pm;

Eletronegatividade: 1,6 (escala Pauling) ;

Condutividade elétrica: 6,579 10⁶ /Ωm.

2.15 COBRE

Trata-se de metal de coloração vermelha, amarelada discretamente, dotada de brilho levemente opaco com aspecto agradável. Localizado no grupo I-B da tabela periódica, tem número atômico 29, ponto de fusão de 1038°C, massa atômica 63,55 g mol⁻²³ e ponto de ebulição 2927°C. É um metal maleável, macio e dúctil. Seu símbolo químico é o Cu, cuja

origem remonta ao latim *cuprum*, em alusão à ilha de Chipre, onde se acredita ter sido encontrado pela primeira vez (CERNIAK, 2011).

É encontrado nas zonas oxidadas dos depósitos de cobre, em associação à malaquita $\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$, à cuprita Cu_2O e à azurita $\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$. Também pode ser encontrado no sulfeto duplo de ferro e cobre e na calcopirita (CuFeS_2) (ANDRADE et al., 1997). É um dos metais mais antigos existentes, tendo em vista o período histórico da idade do bronze no período neolítico, a partir do qual o cobre passou a ser muito utilizado. Há menção de que a mineração do cobre tenha tido seu início há cerca de 5.000 anos (CERNIAK, 2011).

Houve um tempo em que o cobre foi considerado extremamente raro, o que fez com que o seu valor se elevasse bastante. Contudo, logo após, ele passou a ser encontrado com maior frequência, o que forçou uma redução em seu custo. Com a descoberta de sua grande propriedade de condução do calor e de energia elétrica, o cobre passou a ter valor comercial, tornando-se industrial (CERNIAK, 2011).

Ao sofrer contato prolongado com o ar atmosférico, o cobre sofre oxidação, passando a formar-se em sua superfície uma película tóxica advinda de uma mistura de hidróxidos, óxidos e carbonatos, de cor verde, normalmente denominada azinhavre (MORO e AURAS, 2007).

Outras propriedades físico-químicas são as seguintes:

Número atômico: 29;

Peso atômico: 63,546;

Estrutura cristalina: CFC;

Raio atômico: 145 pm;

Eletronegatividade: 1,9 (escala Pauling);

Condutividade elétrica: $5,814 \cdot 10^7 / (\Omega\text{m})$.

CAPÍTULO 3

PROCEDIMENTO

EXPERIMENTAL

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 MATERIAIS

Para a produção do compósito Nb-Cu, fez-se uso como matriz metálica o nióbio, fornecido pelo DEMAR-EEL-USP, de Lorena-SP. Para poder utilizá-lo, submeteu-se o material à hidretação seguida de moagem e desidretação. Este processo é conhecido como HDH. O pó de cobre foi fornecido pela Metalpó Indústria e Comércio Ltda., que por sua vez fora obtido pelo processo carbonila.

3.2 MOAGEM

O compósito Nb-Cu foi produzido através de mistura de pós elementares de Nb e Cu contendo, respectivamente, 12,5% e 25% em massa de Cu. Esta mistura foi realizada em moinho de bolas planetário. Na figura 15 é apresentado este tipo de moinho.

Figura 15: Moinho planetário de bolas



Fonte: elaboração própria

No processo de moagem, levou-se em consideração a velocidade de rotação do moinho, a atmosfera de moagem, a razão bola para massa de pó utilizada, o diâmetro das esferas, o agente controlador de processo e o tempo de moagem. Estes parâmetros estão listados na tabela 1.

Tabela 1: Parâmetros de moagem dos pós de Nb e de Cu

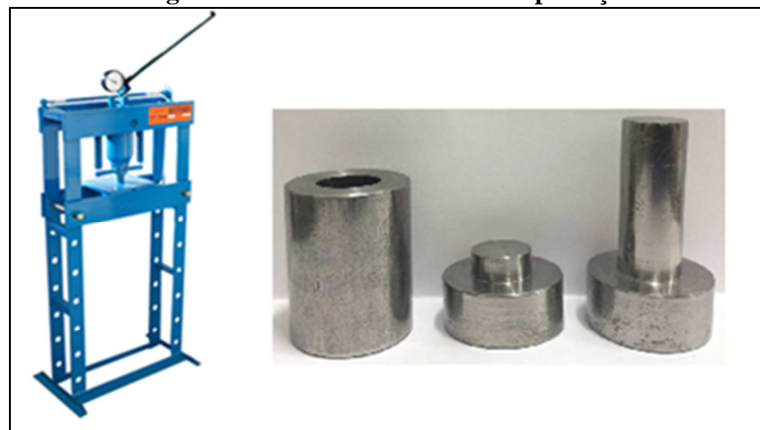
Velocidade de rotação	250 RPM
Atmosfera de moagem	Vácuo
Razão bola/massa de pó	3/1
Diâmetro das esferas	10 mm
Agente controlador de processo	Estearato de zinco
Tempo de moagem	de 2 horas e 8 horas

Fonte: elaboração própria

3.3 COMPACTAÇÃO

Após a moagem dos pós, foram produzidos 8 (oito) corpos de prova por meio de processo de compactação. A produção dos corpos de prova foi realizada em uma matriz rígida, sob pressão uniaxial de 400 MPa. Estes corpos de prova possuem a forma cilíndrica de dimensões: 12,75mm de diâmetro e espessura de 10mm. A prensa e a matriz de compactação seguem demonstradas na figura 16.

Figura 16: Prensa e matriz de compactação



Fonte: elaboração própria

Os 8 (oito) corpos de prova produzidos foram identificados conforme a tabela 2:

Tabela 2: Identificação dos corpos de prova

LOTE	IDENTIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS	% Cu (p.p)	% Nb (p.p)	TEMPO DE MOAGEM (h)	TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO
LOTE 1 (L1)	L1AM1	12,5	87,5	2	1000°C
	L1AM2	25	75	2	
	L1AM3	12,5	87,5	8	
	L1AM4	25	75	8	
LOTE 2 (L2)	L2AM1	12,5	87,5	2	1100°C
	L2AM2	25	75	2	
	L2AM3	12,5	87,5	8	
	L2AM4	25	75	8	

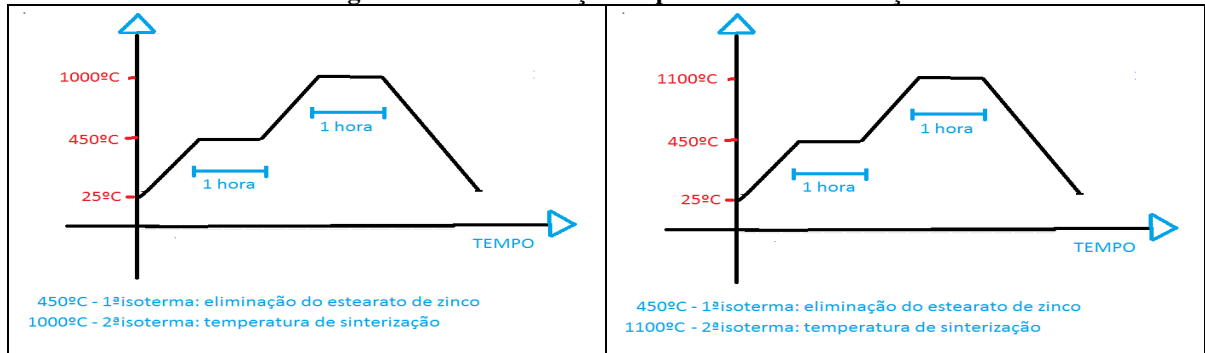
Fonte: elaboração própria

3.4 SINTERIZAÇÃO

Para a realização da sinterização, as amostras foram colocadas num cadinho e conduzidas a um forno tubular em atmosfera de argônio, por se tratar de gás inerte, visando evitar a formação de óxidos. A temperatura foi incrementada numa taxa de 5 graus por minuto, desde a temperatura ambiente até 450 graus, ficando nessa temperatura durante 1 hora, tendo em vista que o lubrificante estearato de zinco utilizado para a moagem e a compactação deveria ser eliminado da amostra. Após este período, a temperatura das amostras do lote 1 foi aumentada até alcançar a temperatura de 1000°C, enquanto a temperatura das amostras do lote 2 foi aumentada até atingir o valor de 1100°C. Ambas as temperaturas de sinterização foram mantidas por 1 hora.

Tanto as amostras do lote 1 quanto as amostras do lote 2 foram resfriadas numa taxa de 5°C/minuto. A figura 17 ilustra o modo como será executado este processo.

Figura 17: Demonstração do processo de sinterização



Fonte: elaboração própria

3.5 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE

As informações referentes a densidade das amostras foram definidas conforme sequencia abaixo:

1- Cálculo da densidade aparente da mistura dos pós moídos. Para a densidade aparente, preencheu-se com os pós das misturas de Nb-Cu, um pequeno recipiente cilíndrico graduado de 2 mL. Seguiu-se realizando 10 batidas do recipiente contendo os pós compósito contra o tampo de uma mesa. Quando os pós diminuam o volume ocupado para valores inferiores a 1 mL, eram acrescentados mais pó ao recipiente cilíndrico. Continuava-se a realizar as 10 batidas do cilindro contra o tampo da mesa até que o volume medido fosse igual a 1 mL. A massa referente ao volume ocupado das misturas dos pós compósitos (1 mL) foi pesada em balança analítica. Sendo assim, realizou-se a relação entre a massa do pó comprimido devido as batidas do recipiente contra o tampo da mesa e o seu respectivo volume.

2- Cálculo da densidade pelo método geométrico das amostras compactadas. Após a compactação dos corpos de prova, mediu-se, com o auxílio de paquímetro, o diâmetro dos corpos de prova e a sua respectiva altura. Estes valores foram utilizados para o cálculo do volume. Em seguida, mediu-se a massa dos corpos de prova em uma balança analítica. Desta forma, relacionou-se a massa do corpo de prova e o seu respectivo volume, obtendo-se assim a densidade.

3- Cálculo da densidade pelo método de Arquímedes das amostras sinterizadas. A técnica de Arquímedes visa a verificação do grau de densificação dos compósitos após as

duas temperaturas de sinterização às quais foram submetidos os corpos de prova. Para a obtenção da densidade pelo método de Arquímedes é necessário obter os valores de massas seca e imersa. Para obter os valores da massa seca, foi realizada a pesagem em uma balança analítica. Para obter os valores da massa imersa é necessário garantir um adequado preenchimento dos poros com água. Desta forma as amostras foram inseridas num recipiente contendo água a temperatura ambiente por um período de 1 hora. Em seguida as amostras foram colocadas em um dispositivo que as mantinham suspensa dentro de um recipiente com água que permanecia sobre a balança analítica enquanto se realizava a medida

Para encontrar a densidade teórica do compósito Nb-12,5%Cu e do compósito Nb-25%Cu, fez-se uso da equação 2.

$$\rho T = \frac{1}{\left(\frac{\rho\%Nb}{\rho Nb}\right) + \left(\frac{\rho\%Cu}{\rho Cu}\right)} \quad (2)$$

Onde:

ρT = densidade teórica do compósito Nb-Cu

$\rho\%Nb$ = percentual em massa do nióbio no compósito

$\rho\%Cu$ = percentual em massa do cobre no compósito

ρNb = densidade teórica do nióbio

ρCu = densidade teórica do cobre

Da aplicação da equação, encontrou-se o valor para a densidade teórica dos compósitos Nb-12,5%Cu, de 8,551 g/cm³, e Nb-25%Cu, que é de 8,603 g/cm³. Com estes valores de densidade dos compósitos, foi possível avaliar a evolução da densificação do material sinterizado.

3.6 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO

Tanto os pós de cobre quanto os pós de nióbio foram submetidos à análise no MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura), com a finalidade de verificar forma e tamanho dos

respectivos grãos metálicos. Foi realizado o MEV dos pós que foram moídos em MAE, e, finalmente, realizou-se MEV nas amostras sinterizadas. A análise qualitativa e semiquantitativa dos pós e dos corpos sinterizados foram realizadas utilizando o detector de EDS instalado no interior do microscópio. Para esta análise, adotou-se cinco pontos do corpo de prova. Os valores obtidos tiveram a sua média obtida, assim como o desvio padrão.

3.7 CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA CRISTALINA

A difração de raios-X (XRD) das amostras sinterizadas teve como fonte de radiação $K\alpha$ do elemento Cu (30 kV e 30 mA), intervalo angular (em 2θ) utilizado de 10° a 80° com uma velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$.

Através desta análise será possível identificar as possíveis fases que poderão ser formadas. E também para analisar possíveis alterações na estrutura cristalina do material compósito, assim como a presença de contaminantes provenientes do desgaste das esferas e do recipiente de moagem. Estas análises serão realizadas por meio dos difratogramas.

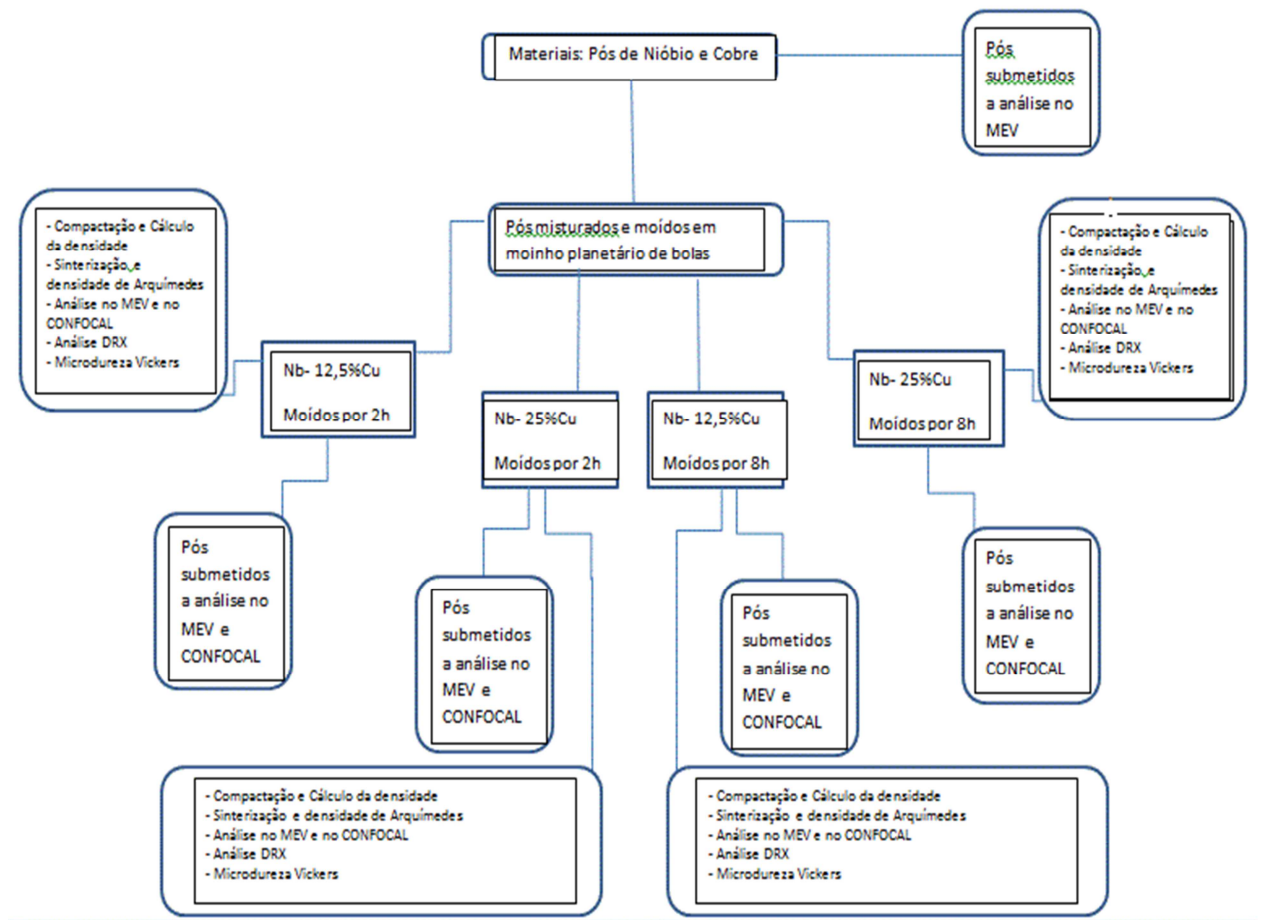
3.8 MICRODUREZA VICKERS

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado utilizando as 8 amostras cilíndricas. Utilizou-se uma carga de 1000 gF (1 N) durante 10 segundos em cada amostra com microdurômetro digital. Tal procedimento foi realizado cinco vezes em cada corpo de prova. Sendo em seguida calculadas a média e o desvio padrão.

Antes, foi realizada preparação da amostra, fazendo inicialmente o polimento com as lixas 220, 400, 600, 800, 1200 e 2500. Depois do uso das lixas, fez-se uso da alumina para o

completo polimento. Todas as etapas do procedimento experimental estão contidas no fluxograma da figura 18.

Figura 18: Fluxograma procedimento experimental



Fonte: elaboração própria

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E

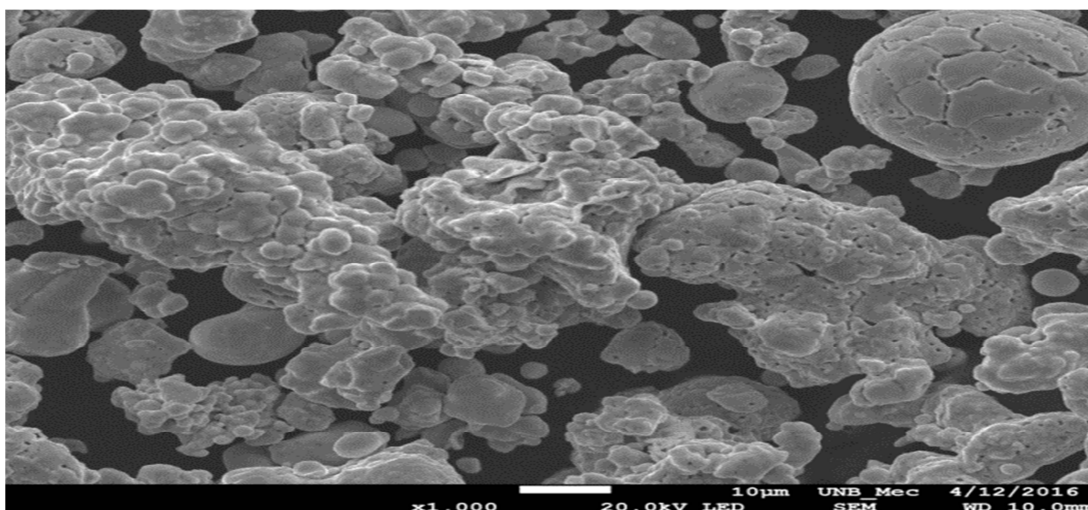
DISCUSSÕES

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 MICROESTRUTURA

No processo experimental, as análises realizadas por meio do MEV possibilitaram obter imagens dos pós elementares de cobre (Figura 19), tendo sido possível verificar que as partículas formadas apresentavam morfologia esférica e porosa, permitindo concluir que a obtenção dos pós de cobre se dá pelo processo carbonila.

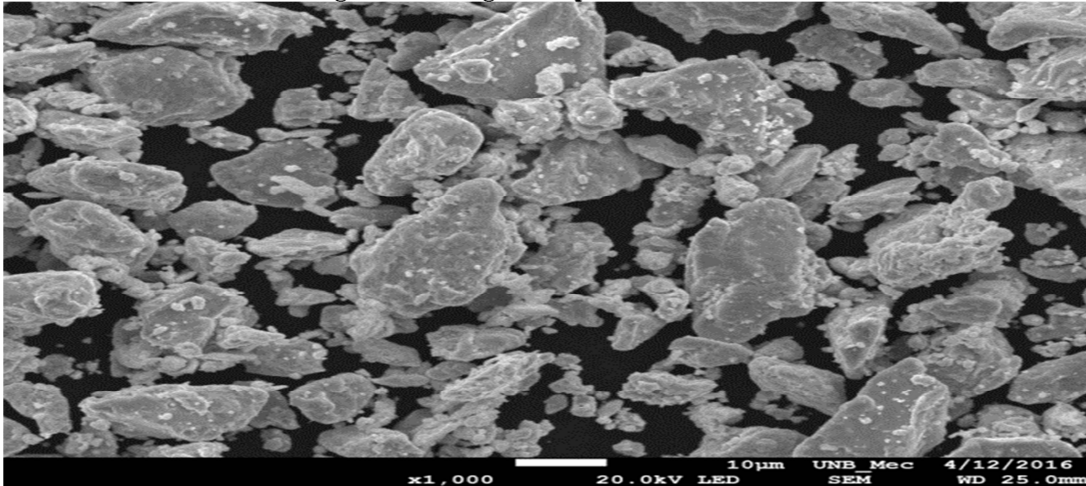
Figura 19: Imagens do pó de cobre obtidas no MEV



Fonte: elaboração própria

Também se reproduzem nesse estudo imagens do pó elementar de nióbio (Figura 20). O nióbio possui partículas com morfologia angular, típicas de pós processados a partir da técnica HDH (hidretação-de-hidretação). O processo de hidretação faz com que o nióbio, que é dúctil naturalmente, se torne frágil, facilitando a quebra das partículas quando da exposição do elemento à moagem. Tal ação possibilita a obtenção do material em forma de pó.

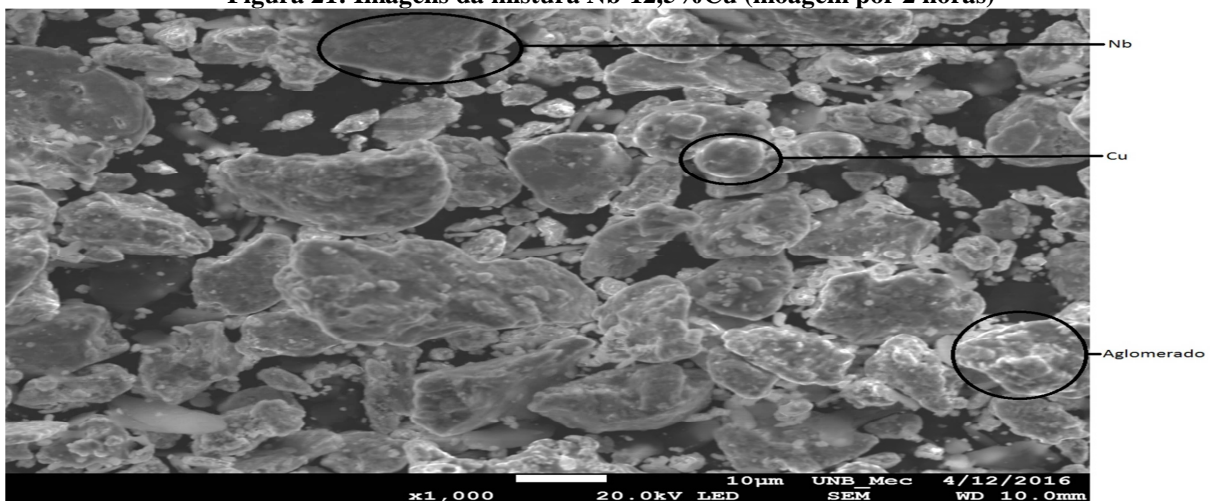
Figura 20: Imagens do pó de nióbio obtidas no MEV



Fonte: elaboração própria

Ao misturar os pós de cobre e nióbio em uma composição de Nb-12,5%Cu, com moagem posterior durante 2 (duas) horas em moinho planetário de bolas, procedeu-se à análise da morfologia e do tamanho dos grãos do material resultante por meio de Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (Figura 21).

Figura 21: Imagens da mistura Nb-12,5%Cu (moagem por 2 horas)

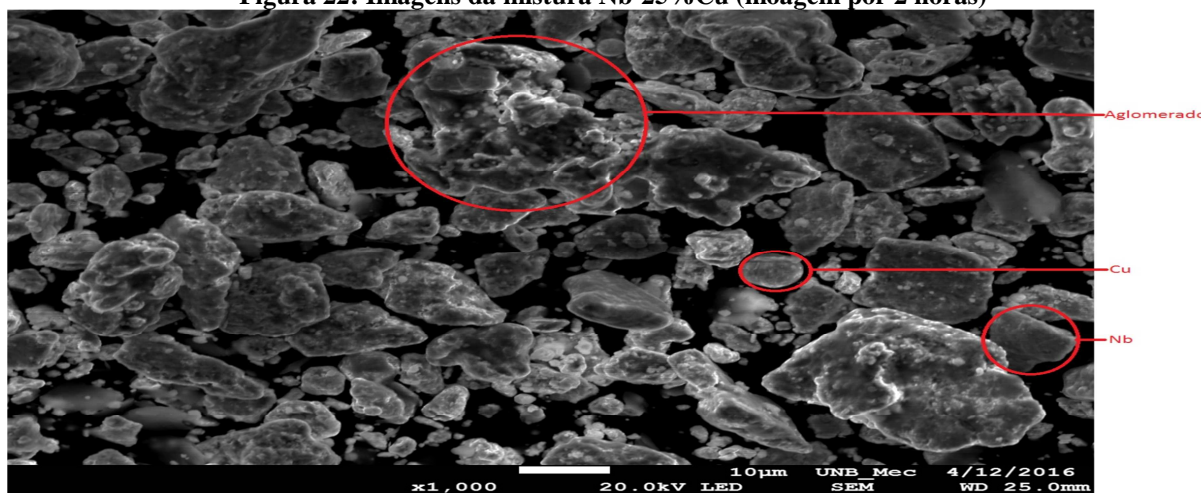


Fonte: elaboração própria

Pelas imagens, é possível verificar que houve soldagem de parte das partículas, com a formação de aglomerados. Também se verificou aparente diminuição no tamanho das partículas dos pós elementares. Observou-se também que parte das partículas dos pós elementares não interagiram. O aspecto do material obtido é heterogêneo.

Tomando-se agora uma composição de Nb-25%Cu, com moagem durante 2 (duas) horas em moinho planetário de bolas, procedeu-se, igualmente, à análise de morfologia e do tamanho dos grãos do material resultante por meio de MEV (Figura 22). Verifique-se que, nessa composição, obteve-se maior soldagem das partículas, com formação de mais material aglomerado, se comparado ao obtido com a composição Nb12,5%Cu (Figura 21). As partículas dos pós elementares experimentaram aparente redução. O tempo de 2 (duas) horas de moagem não promove a completa a interação das partículas dos pós elementares, ou seja, observou-se partículas dos pós de cobre e de nióbio. A aparência do material obtido também é heterogênea.

Figura 22: Imagens da mistura Nb-25%Cu (moagem por 2 horas)



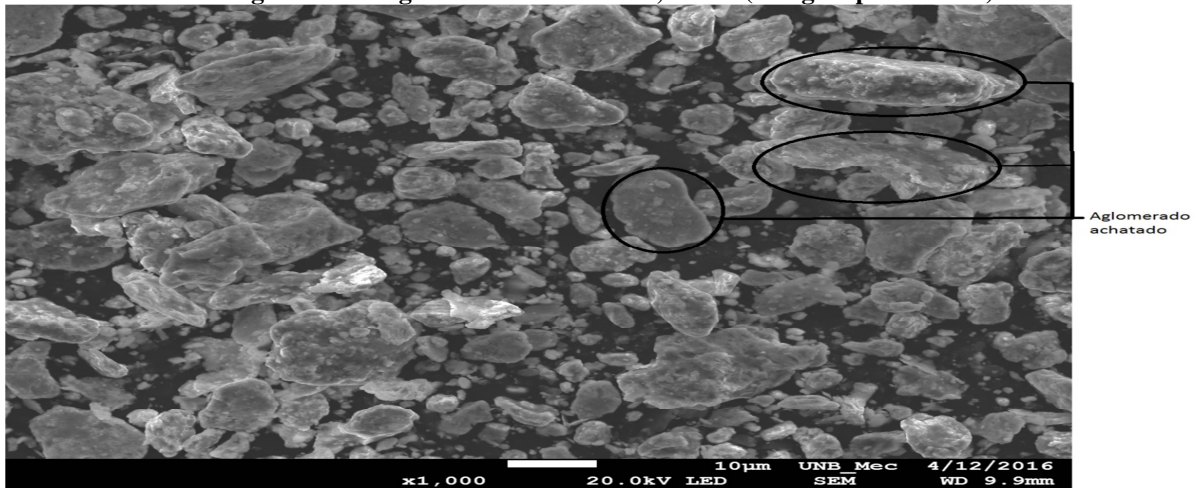
Fonte: elaboração própria

Na moagem, a deformação, soldagem a frio e fratura são causadas pelas sucessivas colisões entre as partículas das duas fases e pelos próprios corpos de moagem. Pode-se observar que a eficiência da fragmentação do material com o aumento do tempo de moagem.

Tomando-se agora uma composição de Nb-12,5%Cu, com moagem durante 8 (oito) horas em moinho planetário de bolas, percebeu-se que os aglomerados formados tiveram aparente redução em seu tamanho. Verificou-se o aparecimento de deformações plásticas nas partículas, iniciando-se a formação de estruturas achatadas. Percebeu-se aparente redução no tamanho das partículas na medida em que se aumenta o tempo de moagem, pois os

aglomerados formados pela soldagem das partículas vão se chocando com os próprios corpos de moagem, sofrendo aí deformação plástica. Os sucessivos choques das esferas com os aglomerados tornam as partículas encruadas e, assim, sofrem fratura. A Figura 23 mostra estas evidências.

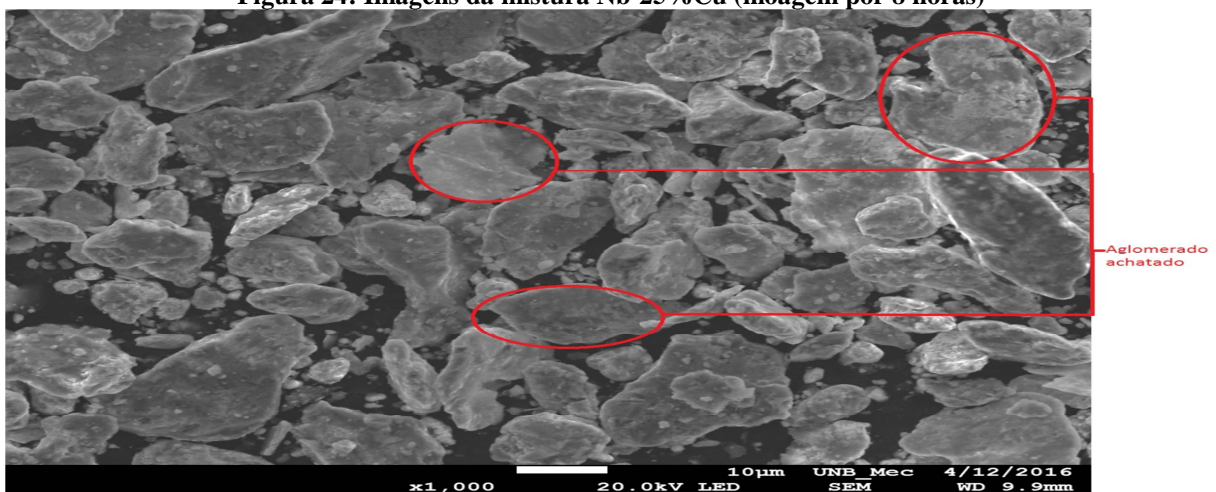
Figura 23: Imagens da mistura Nb-12,5%Cu (moagem por 8 horas)



Fonte: elaboração própria

Já a Figura 24 mostra a mistura dos pós de cobre e nióbio em uma composição de Nb-25%Cu, com moagem posterior durante 8 (oito) horas em moinho planetário de bolas. O tempo de moagem de 8 (oito) horas iniciou o processo de formação de estruturas achatadas. O tempo de moagem igual a oito horas permitem a obtenção de um material com aspecto heterogêneo.

Figura 24: Imagens da mistura Nb-25%Cu (moagem por 8 horas)

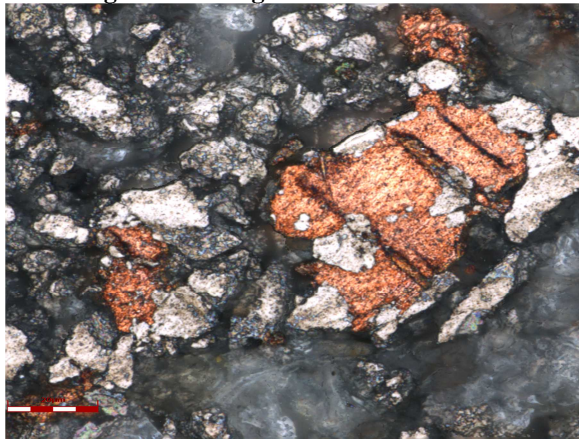


Fonte: elaboração própria

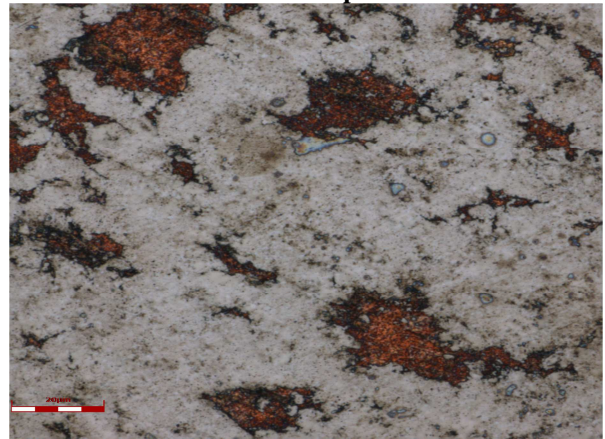
4.2 SINTERIZAÇÃO

A Figura 25 mostra a sinterização as temperaturas de 1000°C e 1100°C das amostras de pós Nb-12,5%Cu e Nb-25%Cu moídas durante duas horas. As micrografias das estruturas dos pós mostra regiões com grandes concentrações cobre (fase rosa) entre as regiões de nióbio (fase clara). Essa é uma estrutura típica de pós preparados pela técnica convencional de mistura de pós. Pelas imagens, verificou-se que o tempo de moagem de duas horas torna o material compósito com um aspecto heterogêneo.

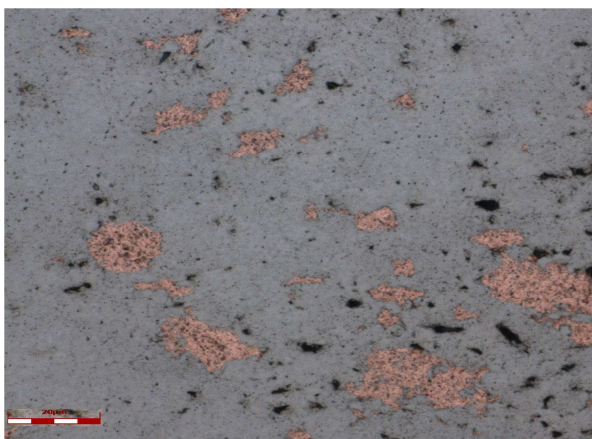
Figura 25: Imagens do sinterizado de Nb-12,5%Cu e do Nb-25%Cu moídos por duas horas



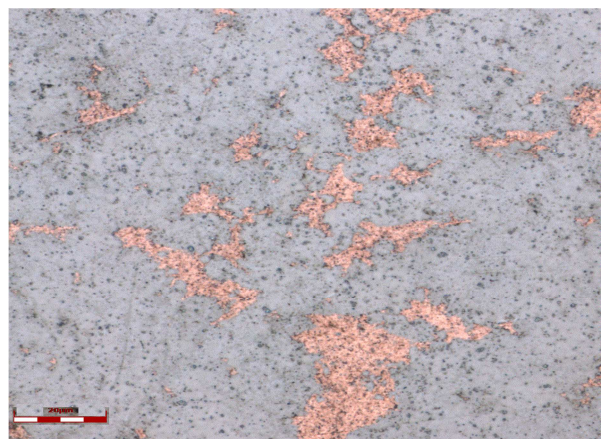
a) Nb-12,5%Cu, sinterizados a 1000°C



b) Nb-25%Cu, sinterizados a 1000°C



c) Nb-12,5%Cu, sinterizados a 1100°C



d) Nb-25%Cu, sinterizados a 1100°C

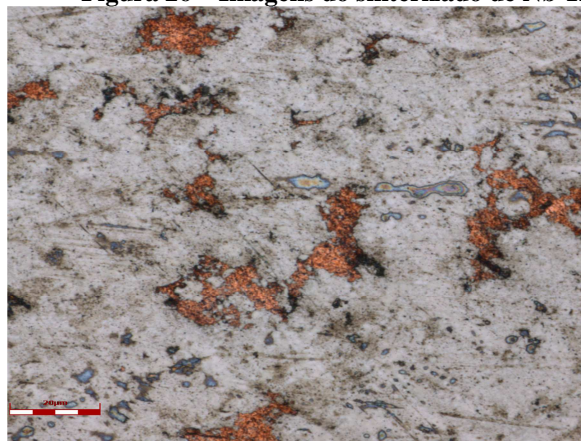
Fonte: elaboração própria

Observou-se que a temperatura influencia a sinterização. Uma sinterização com maior qualidade é observada para as temperaturas maiores, ou seja, a sinterização à temperatura de 1100°C.

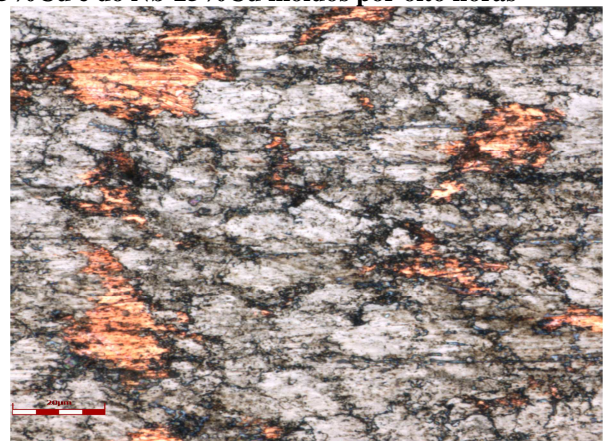
Por meio da Figura 26 é possível observar que os pós de Nb-12,5%Cu e Nb-25%Cu, moídos por oito horas e sinterizados a 1000°C e 1100°C, resultam em estrutura com um grau de homogeneidade levemente superior as amostras que foram moídas por duas horas. Existem ainda muitas regiões de grandes concentrações de cobre entre a matriz de nióbio. Isso faz com que o sinterizado apresente-se heterogêneo

Evidenciou-se que o aumento no tempo da moagem e o aumento de temperatura aumentam a qualidade do compósito obtido. A sinterização que ocorre a temperatura de 1100°C é mais eficiente.

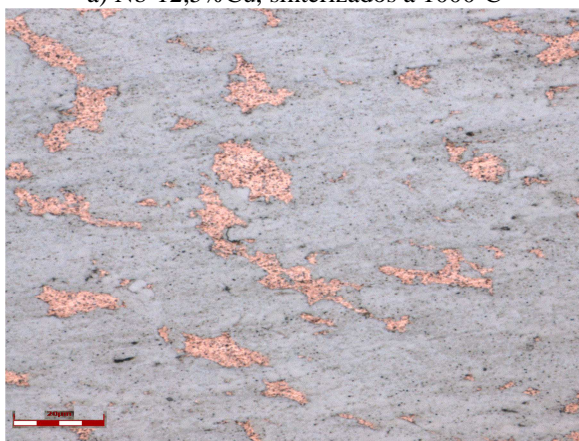
Figura 26 – Imagens do sinterizado de Nb-12,5%Cu e do Nb-25%Cu moídos por oito horas



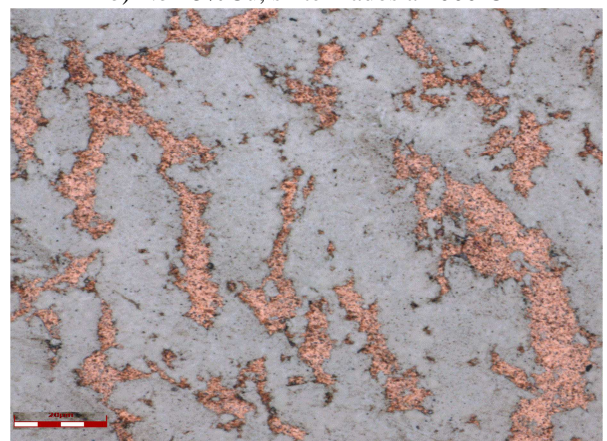
a) Nb-12,5%Cu, sinterizados a 1000°C



b) Nb-25%Cu, sinterizados a 1000°C



c) Nb-12,5%Cu, sinterizados a 1100°C

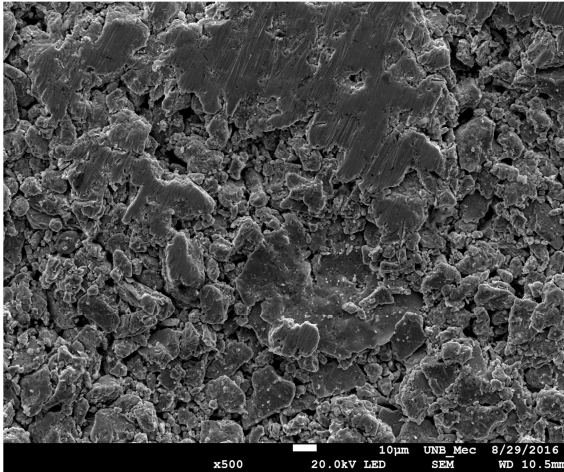


d) Nb-25%Cu, sinterizados a 1100°C

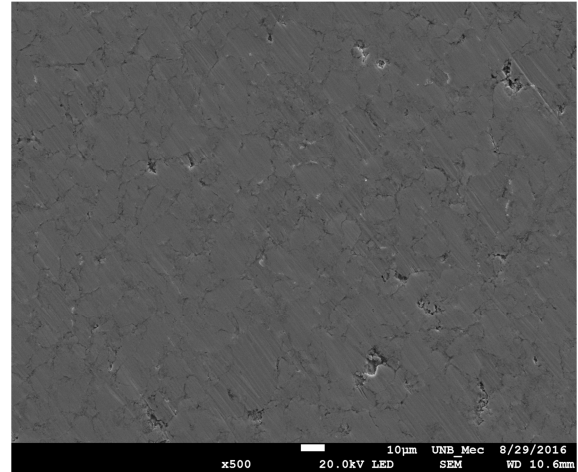
Fonte: elaboração própria

Seguiu-se gerando imagens dos corpos de prova sinterizados no microscópio eletrônico de varredura (MEV). A figura 27 mostra os corpos de prova sinterizados a 1000°C.

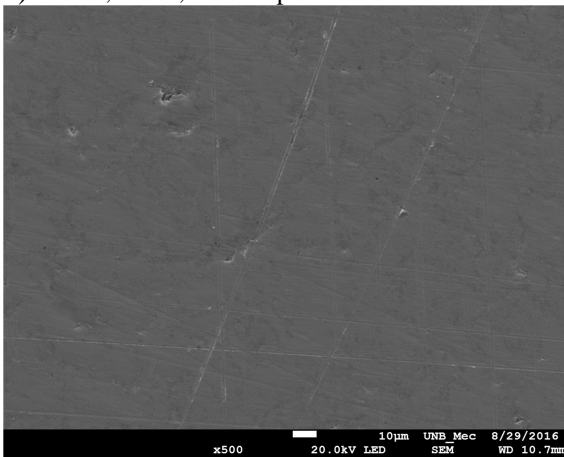
Figura 27 – Imagens dos corpos de prova sinterizados a 1000°C



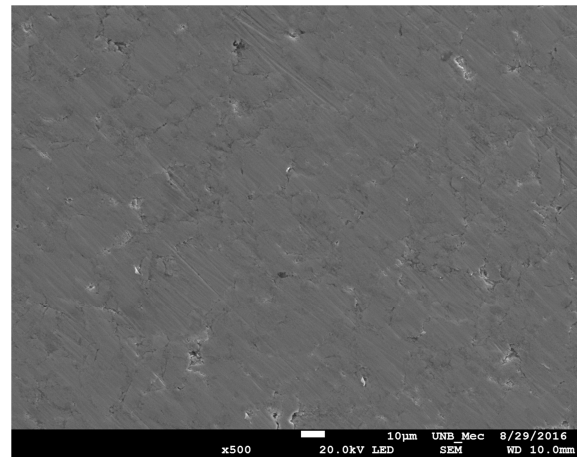
a) Nb-12,5%Cu, moídos por duas horas



b) Nb-25%Cu, noídos por duas horas



c) Nb12,5%Cu, moídos por oito horas



d) Nb-25%Cu, moídos por oito horas

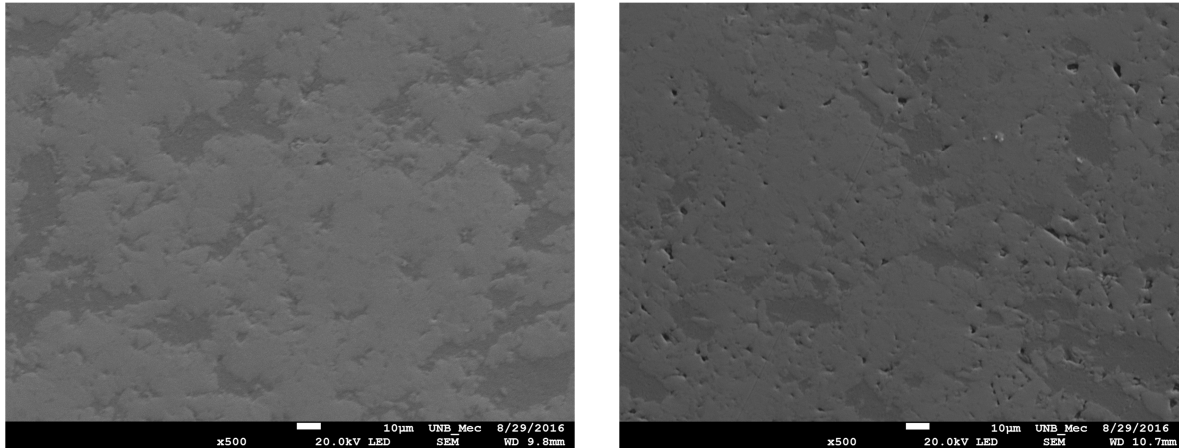
Fonte: elaboração própria

Pela figura 27 observou-se que a composição Nb-12,5%Cu moídas por duas horas apresentou região com grandes quantidades de poros. Observou-se também regiões com poros nos corpos de prova sinterizados “c” e “d” da figura 26. Diante disto, percebeu-se que o aumento no tempo de moagem fez com as regiões com poros diminuíssem. No momento em que vai ocorrendo a sinterização, há um progressivo fechamento dos vazios mediante uma difusão nos contornos dos grãos.

Pela figura 28, que mostra os corpos de prova sinterizados a 1100°C, observou-se que o corpo de prova de composição Nb-25%Cu moídos por duas horas apresentou regiões

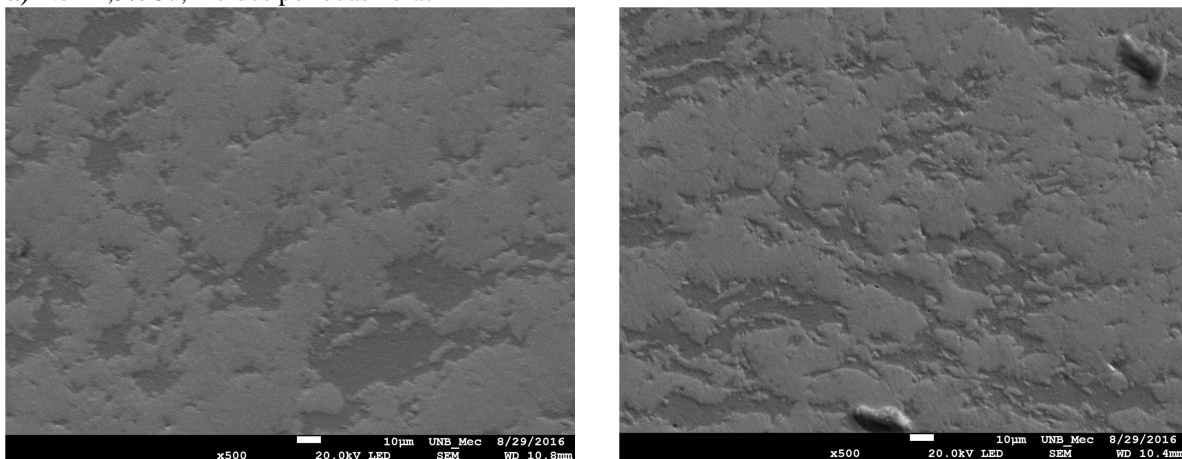
contendo poros. A sinterização que ocorre a 1100°C produz um material compósito menos poroso. Dos quatro corpos de prova analisados, um deles apresentou região com poros.

Figura 28 – Imagens dos corpos de prova sinterizados a 1100°C



a) Nb-12,5%Cu, moídos por duas horas

b) Nb-25%Cu, moídos por duas horas



c) Nb12,5%Cu, moídos por oito horas

d) Nb-25%Cu, moídos por oito horas

Fonte: elaboração própria

4.3 DENSIDADE

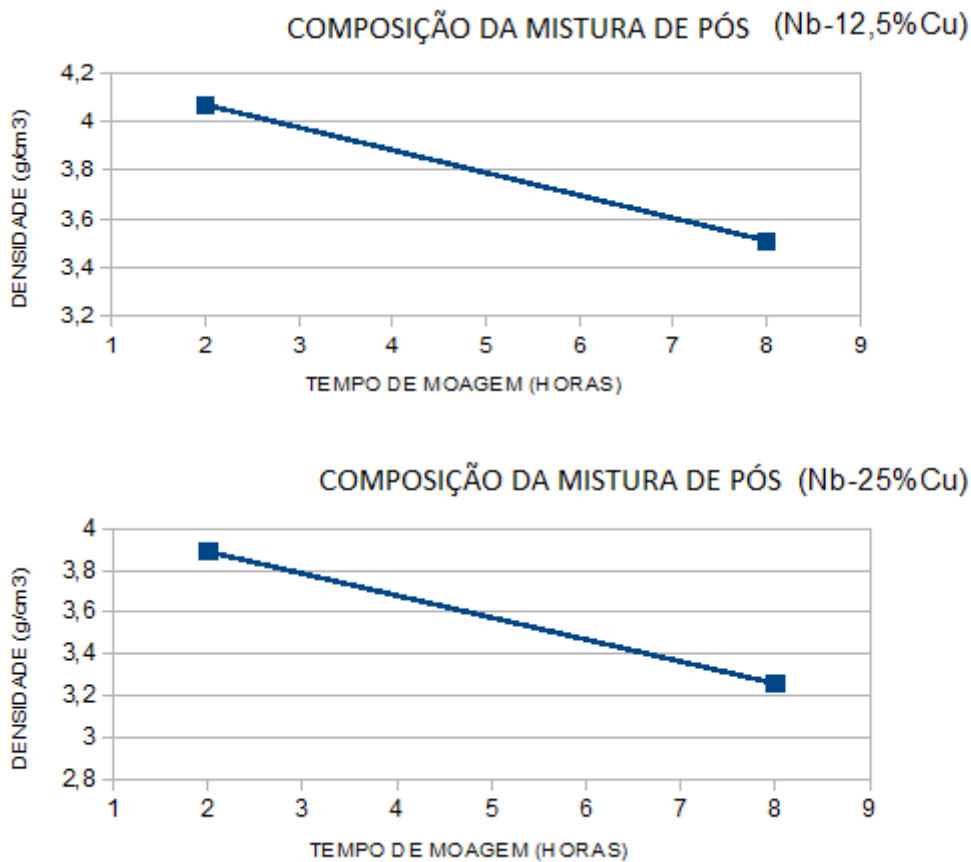
Após a moagem das misturas de pós de nióbio e de cobre, mediu-se a massa do pó comprimido devido as batidas do recipiente contra o tampo da mesa e o seu respectivo volume. Em seguida calculou-se a densidade aparente das ligas. A tabela 3 apresenta esses resultados.

Tabela 3: Densidade aparente das misturas de pós

COMPOSIÇÃO DA MISTURA Nb-Cu EM PÓ / TEMPO DE MOAGEM	DENSIDADE APARENTE (g/cm ³)
Nb – 12,5%Cu / 2 (duas) horas	4,07
Nb – 25%Cu / 2 (duas) horas	3,89
Nb – 12,5%Cu / 8 (oito) horas	3,51
Nb – 25%Cu / 8 (oito) horas	3,26

Fonte: elaboração própria

Através da análise por densidade aparente, observou-se que a densidade diminui a medida que aumenta-se o tempo de moagem. Esta diminuição ocorre pelo fato do achatamento das partículas. À medida que os pós dos metais vão se chocando com as esferas e as paredes do jarro de moagem, vai ocorrendo a deformação plástica e, conseqüentemente, o achatamento das partículas. Isto faz com que o volume do particulado aumente. A figura 29 mostra este comportamento

Figura 29: Densidade aparente das misturas de pós

Fonte: elaboração própria

Após a compactação dos corpos de prova, determinou-se o diâmetro dos corpos de prova e a sua respectiva altura. Seguiu-se determinando a densidade do compactado a verde pelo método geométrico. A tabela 4 traz estes resultados.

Tabela 4: Densidade dos corpos de prova antes da sinterização

COMPOSIÇÃO DO CORPO DE PROVA / TEMPO DE MOAGEM	DENSIDADE DOS CORPOS DE PROVA DO LOTE 1 (g/cm ³)	DENSIDADE DOS CORPOS DE PROVA DO LOTE 2 (g/cm ³)
Nb – 12,5%Cu / 2 (duas) horas	5,77	5,79
Nb – 25%Cu / 2 (duas) horas	5,88	5,84
Nb – 12,5%Cu / 8 (oito) horas	5,81	5,83
Nb – 25%Cu / 8 (oito) horas	5,90	5,87

Fonte: elaboração própria

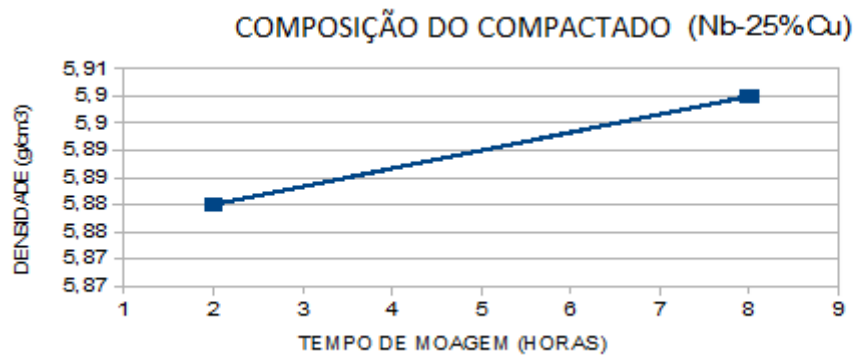
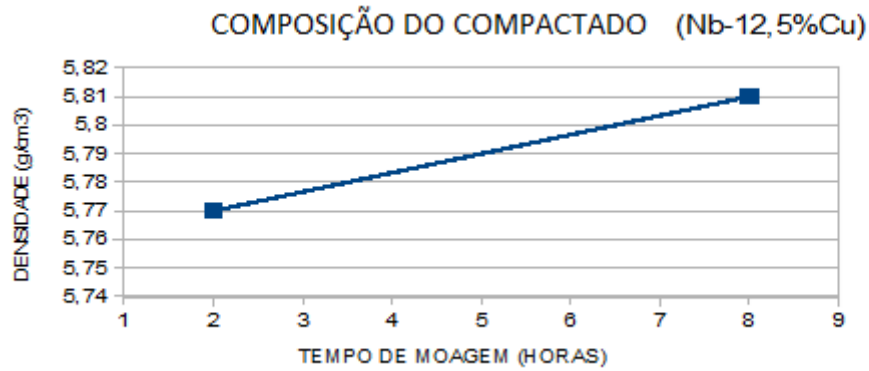
Esperava-se, de modo geral, que maiores valores de densidade fossem percebidos nas amostras moídas com o menor tempo de moagem, uma vez que um menor grau de encruamento, torna as partículas do compósito menos duras, fazendo com que as partículas tornem-se mais compressíveis.

É possível observar, por meio da tabela 4 e da figura 30, que os valores de densidade dos corpos de prova à verde, em geral, estão aumentando, quando se analisam amostras com uma mesma composição. Uma possibilidade para tal ocorrência é o fato de a moagem ocasionar diminuição das partículas. À medida que as partículas vão diminuindo aglomeram com maior facilidade. Durante a compactação, partículas menores ocupam espaços que ficam entre as partículas maiores, um processo de acomodação ocorre então nos espaços existentes. Isto faz com que o compactado a verde fique mais denso.

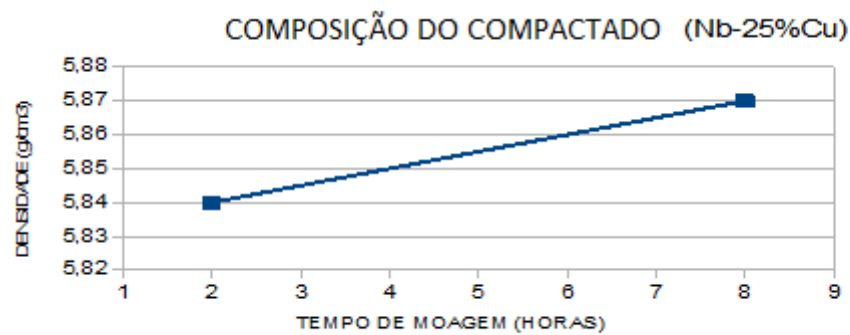
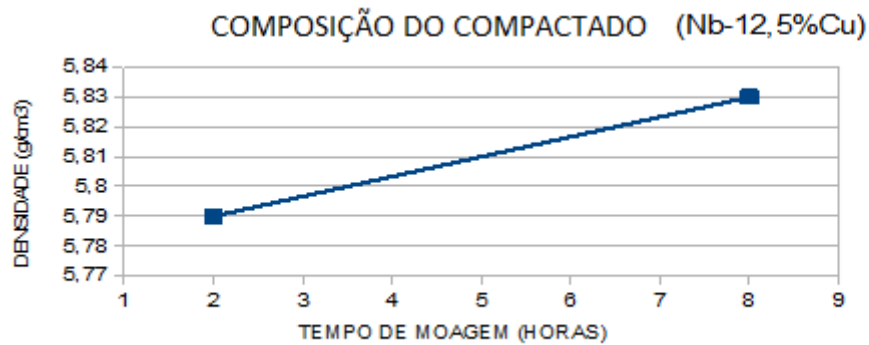
Observou-se também que as densidades dos compactados à verde aumentam com o aumento da composição do cobre no compósito.

Figura 30: Densidade dos compactados à verde

Amostras do lote 1



Amostras do lote 2



Fonte: elaboração própria

Após a sinterização dos lotes 1 e 2, a temperaturas iguais, respectivamente, a 1000°C e 1100°C, foram calculadas pelo método de Arquímedes as densidade dos corpos de prova. Os valores seguem na Tabela.

Tabela 5: Densidade dos corpos de prova após a sinterização

COMPOSIÇÃO DO CORPO DE PROVA / TEMPO DE MOAGEM	DENSIDADE DOS CORPOS DE PROVA DO LOTE 1 (g/cm ³)	DENSIDADE DOS CORPOS DE PROVA DO LOTE 2 (g/cm ³)
Nb – 12,5%Cu / 2 (duas) horas	5,92	6,51
Nb – 25%Cu / 2 (duas) horas	6,18	6,89
Nb – 12,5%Cu / 8 (oito) horas	6,26	6,54
Nb – 25%Cu / 8 (oito) horas	6,32	6,92

Fonte: elaboração própria

A partir de informações da figura 31, é possível perceber que as amostras do Lote 1, que foram sinterizadas às temperaturas de 1000°C, tiveram o comportamento esperado para valores de densidade. Materiais moídos por um período maior tendem a um acréscimo de densidade. Uma das possibilidades após a sinterização é uma diminuição dos números de poros nas amostras, fazendo com que a densidade aumente. A figura 31 mostra esse comportamento.

É possível também verificar nos gráficos referentes às amostras do lote 2, que foram sinterizadas a 1100°C, um aumento na densidade das amostras. Na medida em que aumenta a temperatura, ocorre um aumento de densidade, acompanhado de esferoidização e progressivo fechamento dos vazios. E, mediante uma difusão nos contornos dos grãos, desaparecem os últimos vazios arredondados e isolados.

Desta forma, foram calculadas as respectivas densificações das amostras. Pelos valores contidos na tabela 6, percebeu-se que a densificação é crescente tanto para tempos maiores de moagem quanto para maiores temperaturas. A figura 31 mostra este comportamento.

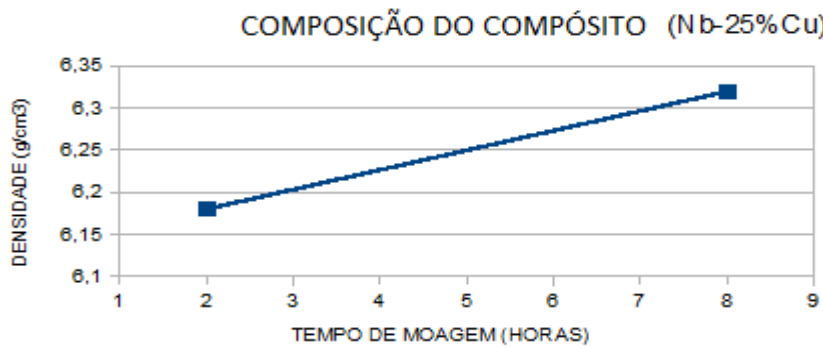
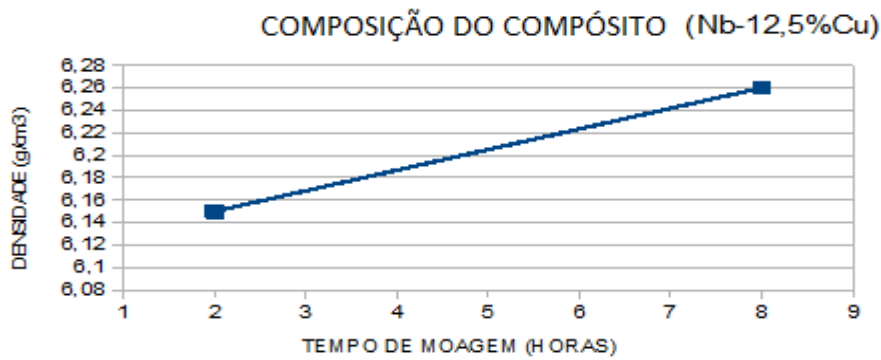
Tabela 6: Densificação dos corpos de prova sinterizados

COMPOSIÇÃO DO CORPO DE PROVA / TEMPO DE MOAGEM	DENSIFICAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA DO LOTE 1 (%)	DENSIFICAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA DO LOTE 2 (%)
Nb – 12,5%Cu / 2 (duas) horas	69,23	76,13
Nb – 25%Cu / 2 (duas) horas	71,83	80,08
Nb – 12,5%Cu / 8 (oito) horas	73,20	76,48
Nb – 25%Cu / 8 (oito) horas	73,46	80,43

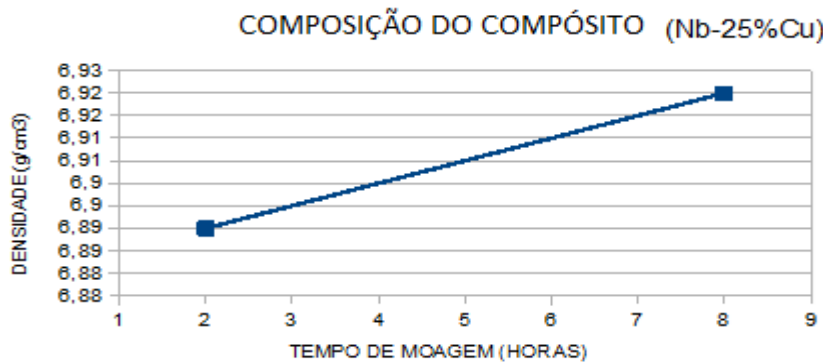
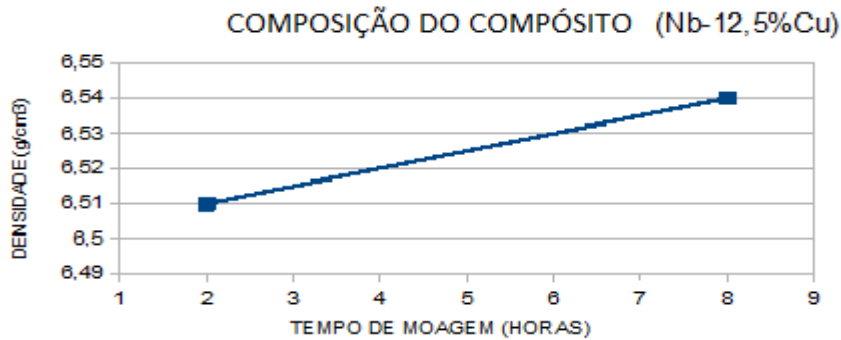
Fonte: elaboração própria

Figura 31: Densidade das amostras sinterizadas

Amostras sinterizadas a 1000°C (lote 1)



Amostras sinterizadas a 1100°C (lote 2)



Fonte: elaboração própria

4.4 COMPOSIÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

A análise qualitativa e semiquantitativa dos pós e dos corpos sinterizados foi realizada utilizando o detector de EDS instalado no interior do microscópio. Em cada amostra, escolheu-se cinco regiões. Seguiu-se calculando a média das composições reais e o desvio-padrão. A partir desta análise, construiu-se a Tabela 7.

Tabela 7: Análise EDS dos pós compósitos Nb-Cu

AMOSTRAS E SUA COMPOSIÇÃO TEÓRICA	COMPOSIÇÃO REAL
Nb-12,5%Cu moídos por duas horas	Cu = $12,3 \pm 0,7$ % Nb = $84,522 \pm 0,6$ % Zn = $3,1782 \pm 0,3$ %
Nb-25%Cu moídos por duas horas	Cu = $23,84 \pm 3$ % Nb = $72,928 \pm 2,8$ % Zn = $3,232 \pm 0,3$ %
Nb-12,5%Cu moídos por oito horas	Cu = $13,74 \pm 0,7$ % Nb = $83,788 \pm 0,8$ % Zn = $3,138 \pm 0,1$ %
Nb-25%Cu moídos por oito horas	Cu = $26,086 \pm 1,4$ % Nb = $70,816 \pm 1,4$ % Zn = $3,098 \pm 0,1$ %

Fonte: elaboração própria

Em todas as amostras do compósito produzido, percebe-se que a composição real aproxima-se da composição teórica. A presença do Zinco deve-se ao fato da inserção do estearato de zinco nas amostras. O objetivo do estearato de Zinco é lubrificar a mistura de pós compósitos, impedindo que os pós sofram adesão às esferas e ao jarro de moagem. Outra função do estearato de Zinco é facilitar a retirada da peça prensada da matriz de compactação

Realizou-se também a análise EDS das amostras sinterizadas. O procedimento adotado consistiu na escolha de cinco regiões de cada amostra. As medidas de composições reais foram úteis para o cálculo da média e do desvio padrão. Os resultados estão descritos nas Tabelas 8 e 9.

Tabela 8: Análise EDS do compósito Nb-Cu sinterizado a 1000°C

AMOSTRAS E SUA COMPOSIÇÃO TEÓRICA	COMPOSIÇÃO REAL
Nb-12,5%Cu moídos por duas horas	Cu = 13,496 ± 1,4 % Nb = 86,454 ± 1,4 % Zn = 0,05 ± 0,1 %
Nb-25%Cu moídos por duas horas	Cu = 22,316 ± 4,2 % Nb = 77,618 ± 4,2 % Zn = 0,066 ± 0,1 %
Nb-12,5%Cu moídos por oito horas	Cu = 11,092 ± 2,7 % Nb = 88,874 ± 2,7 % Zn = 0,034 ± 0,1 %
Nb-25%Cu moídos por oito horas	Cu = 23,314 ± 5,6 % Nb = 76,582 ± 5,6 % Zn = 0,104 ± 0,1 %

Fonte: elaboração própria

Tabela 9: Análise EDS do compósito Nb-Cu sinterizado a 1100°C

AMOSTRAS E SUA COMPOSIÇÃO TEÓRICA	COMPOSIÇÃO REAL
Nb-12,5%Cu moídos por duas horas	Cu = 13,818 ± 1,8 % Nb = 86,124 ± 1,9 % Zn = 0,058 ± 0,1 %
Nb-25%Cu moídos por duas horas	Cu = 22,04 ± 5,6 % Nb = 77,874 ± 5,6 % Zn = 0,086 ± 0,1 %
Nb-12,5%Cu moídos por oito horas	Cu = 12,218 ± 1,4 % Nb = 87,748 ± 1,4 % Zn = 0,034 ± 0,1 %
Nb-25%Cu moídos por oito horas	Cu = 23,308 ± 3,6 % Nb = 76,566 ± 3,6 % Zn = 0,126 ± 0,1 %

Fonte: elaboração própria

Analisando as tabelas 8 e 9, percebeu-se que uma pequena quantidade de estearato de zinco permaneceu nas amostras. A manutenção da temperatura de 450 °C por uma hora nas duas sinterizações (a 1000°C e a 1100°C) não removeram completamente o estearato de zinco.

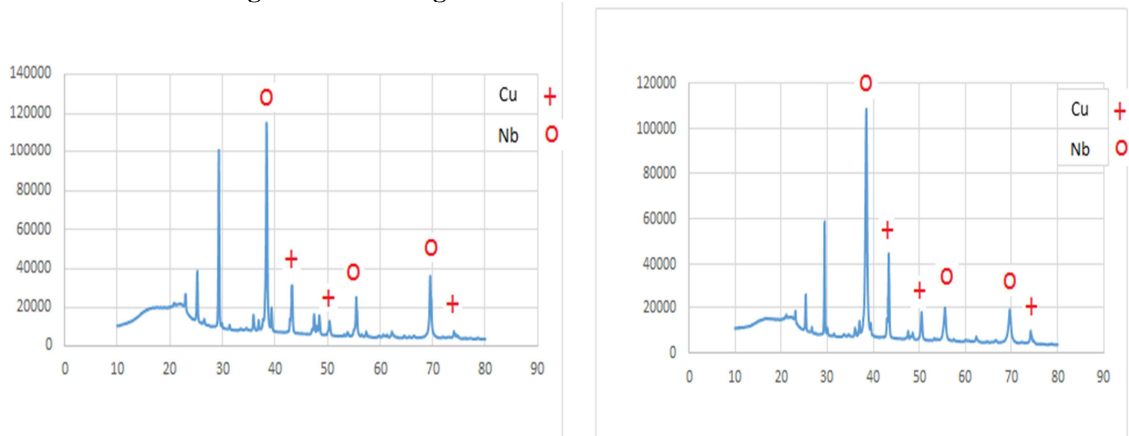
Em todas as amostras, percebeu-se variação na composição real comparada à composição teórica, uma vez que os resultados são obtidos a partir do ponto escolhido de uma amostra. Sendo assim, o ponto escolhido para essa composição química provavelmente apresentava maior ou menor quantidade de um dos componentes. Desse modo, a análise EDS,

peelo fato de ser realizada numa região pontual, implica na variação da porcentagem dos seus componentes.

4.5 CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA CRISTALINA

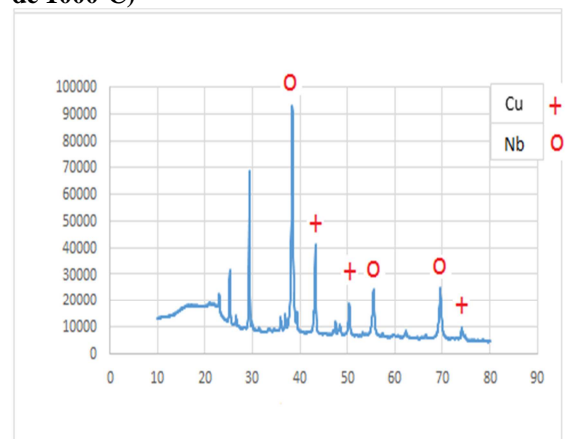
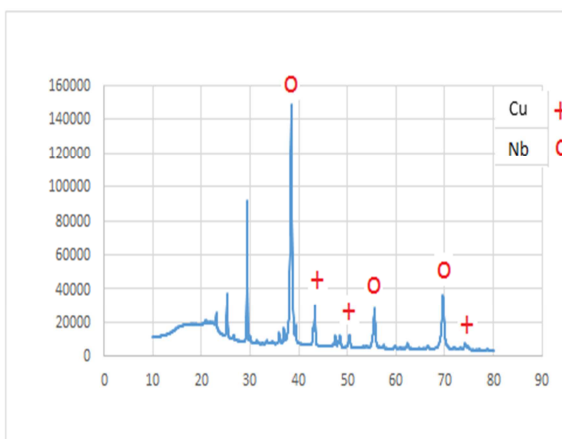
Após realização de difração de raios-X das amostras sinterizadas, tendo como fonte de radiação $K\alpha$ do elemento Cu (30 kV e 30 mA), intervalo angular (em 2θ) utilizado de 10° a 80° com uma velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$, foram obtidas as figuras 32 e 33. Estas figuras trazem os difratogramas.

Figura 32: Difratogramas das amostras sinterizadas a 1000°C



a) Difratograma – Compósito Nb-12,5%Cu (moído por 2 horas e sinterizado à temperatura de 1000°C)

b) Difratograma – Compósito Nb-25%Cu (moído por 2 horas e sinterizado à temperatura de 1000°C)



c) Difratograma – Compósito Nb-12,5%Cu (moído por 8 horas e sinterizado à temperatura de 1000°C)

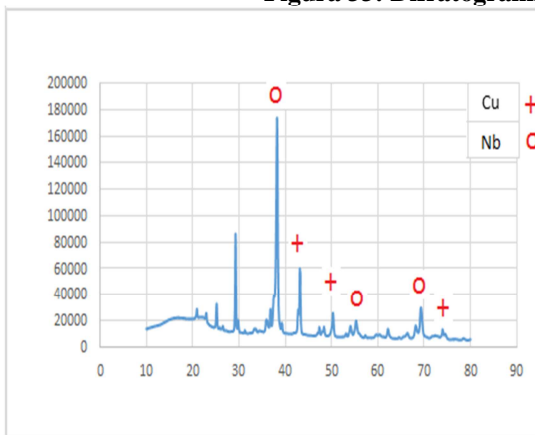
d) Difratograma – Compósito Nb-25%Cu (moído por 8 horas e sinterizado à temperatura de 1000°C)

Fonte: elaboração própria

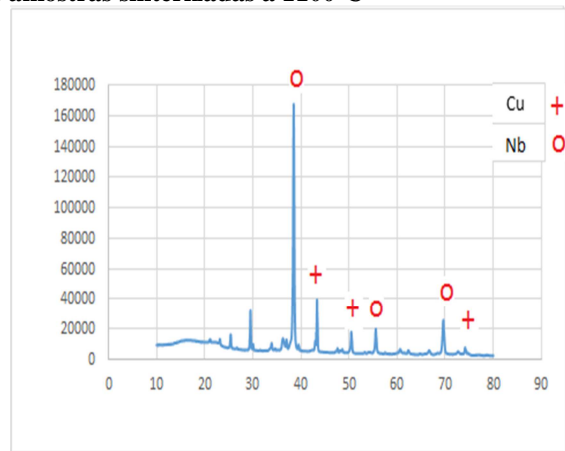
Analisando a figura 32, percebemos que o aumento no tempo de moagem não ocasionou a amorfização dos elementos que constituem o compósito. Sabe-se que o processamento de pós por moagem de alta energia envolve os eventos de deformação e fratura das partículas. Esses eventos produzem defeitos na rede cristalina e refino dos grãos, à medida que se aumenta o tempo de moagem. Tais fatos favorecem a formação de fases amorfas.

Foram construídos também os difratogramas das amostras sinterizadas a 1100°C. Estes difratogramas estão contidos na figura 33.

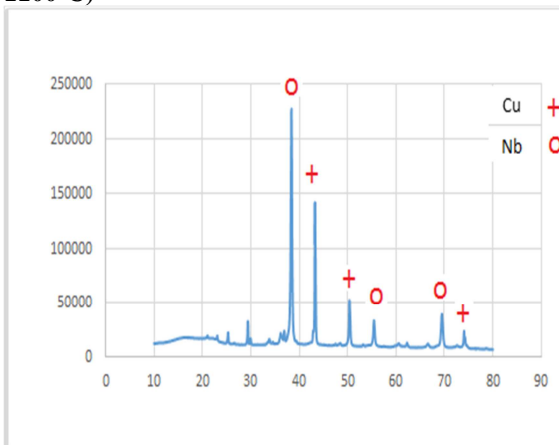
Figura 33: Difratograma das amostras sinterizadas a 1100°C



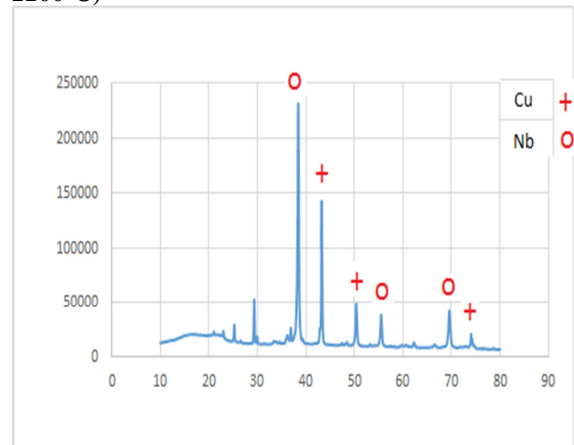
Difratograma – Compósito Nb-12,5%Cu (moído por 2 horas e sinterizado à temperatura de 1100°C)



Difratograma – Compósito Nb-25%Cu (moído por 2 horas e sinterizado à temperatura de 1100°C)



Difratograma – Compósito Nb-12,5%Cu (moído por 8 horas e sinterizado à temperatura de 1100°C)



Difratograma – Compósito Nb-25%Cu (moído por 8 horas e sinterizado à temperatura de 1100°C)

Fonte: elaboração própria

Em todos os difratogramas, é possível observar a presença de um pico de grande intensidade entre 37 e 40° correspondente à presença do nióbio na microestrutura da amostra, predominando no plano cristalográfico (011) e (020), bem como os ângulos em 56°

(correspondente ao plano 002) e próximo aos $70^\circ(220)$. O pico correspondente à presença do cobre apresentou baixa intensidade, podendo verificar entre 42 e 45° .

Foram verificados também picos de calcita e óxidos de cálcio, de intensidade considerável entre os ângulos 28 e 32° . Uma possibilidade para tal ocorrência é a contaminação pelo material que constitui o cadinho, no qual são colocadas as amostras para a sinterização.

Verificou-se entre os ângulos 10 e 22 a presença de um pico mais espesso. Este comportamento deve-se ao fato da presença de resina fenólica de embutimento a quente. As amostras compósitas Nb-Cu foram embutidas com este tipo de resina e levadas a análise DRX.

4.6 MICRODUREZA VICKERS

O ensaio mecânico de microdureza vickers foi realizado com a aplicação de força igual a 1000 gF, em um intervalo de tempo de 10 segundos. Após, obtiveram-se a Tabela 10 e a figura 34.

Tabela 10: Microdureza vickers dos corpos de prova sinterizados

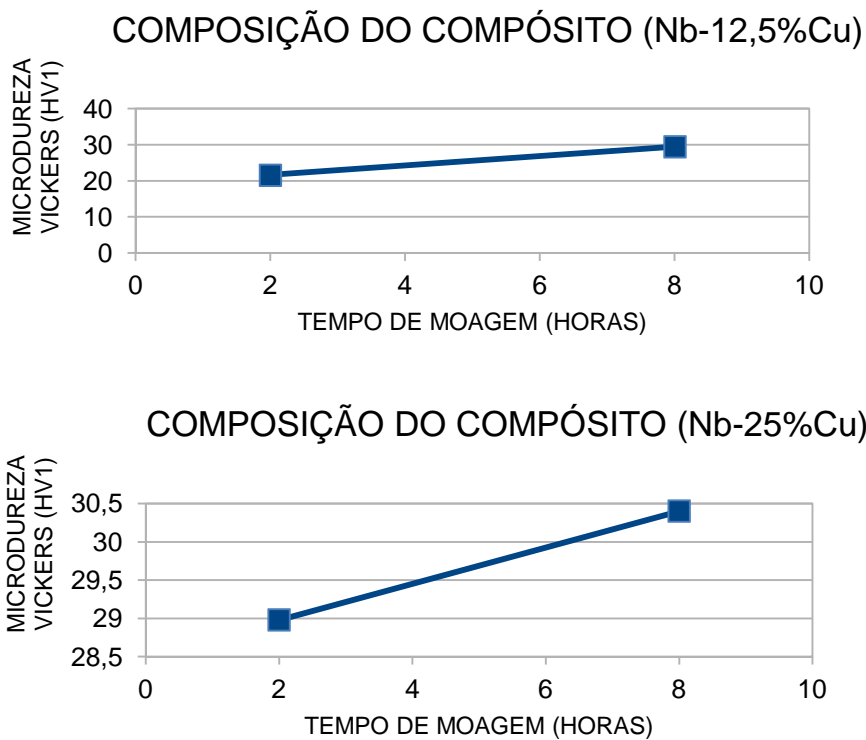
COMPOSIÇÃO DO CORPO DE PROVA / TEMPO DE MOAGEM	MICRODUREZA VICKERS DOS CORPOS SINTERIZADOS A 1000°C (HV)	MICRODUREZA VICKERS DOS CORPOS SINTERIZADOS A 1100°C (HV)
Nb – 12,5%Cu / 2 (duas) horas	$21,66 \pm 1,9$	$27,56 \pm 0,8$
Nb – 25%Cu / 2 (duas) horas	$28,98 \pm 2,5$	$29,86 \pm 1,3$
Nb – 12,5%Cu / 8 (oito) horas	$29,50 \pm 0,7$	$31,18 \pm 0,5$
Nb – 25%Cu / 8 (oito) horas	$30,40 \pm 1,6$	$34,80 \pm 0,5$

Fonte: elaboração própria

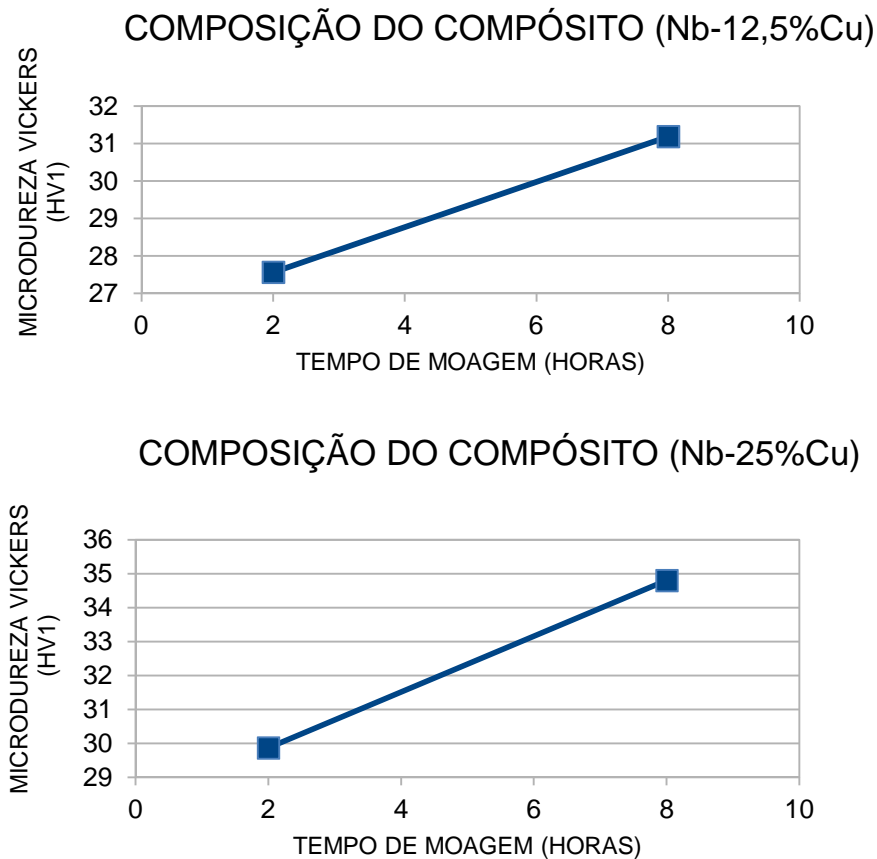
Por meio das informações contidas na tabela 10, é possível perceber que a microdureza aumentou para materiais moídos por um período mais longo. Esse comportamento é esperado, uma vez que, durante a compactação, as partículas do material compósito sofrem deformação plástica. Na medida em que o tempo de moagem é aumentado, o processo de encruamento vai ocorrendo. Isso faz com que as partículas fiquem mais duras. A figura 34 mostra este comportamento.

Figura 34: Microdureza vickers das amostras sinterizadas

Amostras sinterizadas a 1000°C (lote 1)



Amostras sinterizadas a 1100°C (lote 2)



Fonte: elaboração própria

Percebe-se, também, que a temperatura influenciou na dureza, sendo que as amostras sinterizadas com maior temperatura tiveram maiores valores na dureza, para as mesmas condições de moagem.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

5 CONCLUSÕES

O objetivo geral deste trabalho foi alcançado, uma vez que os compósitos Nb-Cu foram obtidos via processo de metalurgia do pó, nas composições propostas de 12,5% e 25% de Cu em massa. Os ensaios realizados permitiram a caracterização das amostras e o alcance de algumas conclusões:

- a) **Morfologia:** Os pós de nióbio apresentam morfologia angular devido ao seu processamento pela técnica HDH. Os pós de cobre apresentam morfologia esférica e porosa pelo fato do seu processamento ocorrer pelo processo carbonila. Após a mistura e moagem dos pós elementares de cobre e de nióbio, concluiu-se que para tempos maiores de moagem há uma melhora na distribuição das partículas do compósito Nb-Cu, ou seja, tornam o material mais homogêneo. Na medida em que se aumenta o tempo de moagem, é esperado que ocorra um maior grau de amorfização dos elementos que constituem o compósito Nb-Cu. Os choques das partículas de nióbio e de cobre com os corpos de moagem provocam alteração na estrutura cristalina.
- b) **Densidade:** A densidade aparente das misturas de pós diminui com o aumento do tempo de moagem. À medida que se aumenta o tempo de moagem, os choques dos pós com os corpos de moagem vão ocasionando achatamento das partículas. Desta forma ocorre um aumento de volume das misturas dos pós. Concluiu-se ainda que a densidade do compactado verde tende a aumentar com tempos de moagem muito longos, uma vez que tornam as partículas menores e, conseqüentemente, facilitam a aglomeração. Tal fato conduz a uma maior densidade à verde. As densidades dos corpos de provas sinterizados aumentam para temperaturas maiores. Na medida em que se aumenta a temperatura há um progressivo

fechamento dos vazios mediante uma difusão nos contornos dos grãos. Este fato pode diminuir os poros e aumentar a densidade.

c) Influência do fator temperatura: A temperatura influencia a sinterização. Temperaturas mais elevadas provocam uma sinterização com maior qualidade.

d) Microdureza: Tempos de moagens mais longos e sinterização com temperaturas maiores tendem a aumentar os valores de microdureza.

5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Seguem abaixo algumas sugestões para trabalhos futuros:

- Aumentar a velocidade de rotação do processo de moagem;
- Aumentar a temperatura de sinterização;
- Realizar análises de condutividade elétrica e térmica;
- Aumentar o tempo de moagem.

REFERÊNCIAS

ANDRADE, M. L. A.; et al. Indústria do cobre - área de operações industriais. **BNDES**, 1997.

ASM, I. Metals handbook. Vol. 7. **Powder Metal Technology and Applications, Materials Park**, 1990.

BAKER, H. Metals handbook. Introduction to alloy phase diagrams. **ASM International**, USA, vol. 3, 1992.

BRITO, F. I.; et al. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, vol. 3, p. 204-211, 2007.

CERNIAK, S. N. **Estudo e desenvolvimento de um capacitor eletrolítico de nióbio**. Natal, 2011, 120 p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

CHIAVERINI, V. **Metalurgia do pó**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001.

_____. **Tecnologia mecânica - materiais de construção mecânica**. São Paulo: Makron Books, 1986.

COSTA, F. A.; et al. Composite Ta-Cu powder prepared by high energy milling. **Int. J. Refractory Metals & Hard Materials**, vol. 26, p. 499-503, 2008.

_____; AMBROZIO FILHO, F.; SILVA, A.G.P. Sintering behavior in solid state of a W-25%wtCu composite powder prepared by mechanical alloying. In: Powder metallurgy world congress, October 17-21, 2004, Vienna. **Proceedings of the powder metallurgy world congress**, Vienna: EPMA. 2004.

DELFORGE, D. Y. M.; et al. Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material. Uma nova tecnologia para a reciclagem de metais? Rem: **Rev. Esc. Minas**, vol. 60, n.1, Ouro Preto, Jan./Mar. 2007.

FIGUEIREDO, N. C. **Caracterização metalúrgica de fases em uma liga Fe-30Ni processada por metalurgia do pó**. Monografia (Obtenção do título de Engenheira Metalurgista), Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2013.

FOGGIATTO, B.; LIMA, J. R. B. Análise macroeconômica dos principais bens minerais brasileiros. **PIC – EPUSP**, n. 2, 2004.

FROES, F.H.; EYLON, D. Production of titanium powder. *Metals handbook*. 9 th ed., 1984, p 164-167.

GERMAN, R. M.; BOSE, A. Injection molding of metals and ceramics. **Metal Powder Industries Federation**, 1997.

GOMES, U. U. **Tecnologia dos pós: fundamentos e aplicações**, Natal/RN. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Editora Universitária, 1995.

GRUPO SETORIAL DA METALURGIA DO PÓ. Disponível em: <www.metalurgiadopo.com.br>. Acesso em: 18 ago. 2016.

JÚNIOR, N. V.; USO DA TÉCNICA DE LIGA DE PÓS DE MASTER ALLOY NA OBTENÇÃO DE COMPONENTES EM AÇO 4140HC VIA PROCESSO DE MOLDAGEM DE PÓS POR INJEÇÃO, Graduação, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

KNEWITZ, F. L. **Estudo comparativo de amostras de NiTi produzidas por metalurgia do pó**. Porto Alegre: UFRGS. 2009.

LEE, W. E.; REINFORTH, W. M. **Ceramic microstructures property control by processing**. In: LEE, W. E.; REINFORTH, W. M. London: Chapman & Hall, 1994. p. 03-65.

LENEL, F. V.; et al. Powder metallurgy principles and applications. Princeton, New Jersey: **Metal Powder Ind. Federation**, cap. 9, 10 e 11, p. 241-319, 1980.

LIMA, H. de. **Estudo de um sinterizado de Nb-15%pCu obtidos por moagem de alta energia e sinterização por fase líquida**. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal- RN, 2015.

MAURICE, D. R.; COURTNEY, T . H. Modeling of mechanical alloying: part III. Applications of computational programs. **Metallurgical and Materials Transactions A**, vol. 26A, n. 9, p. 2437-44, Sept. 1995.

MELCHIORS, G. **Caracterização de compósitos Nb-20%cu obtidos por moagem de alta energia e sinterizados por fase líquida**. Dissertação (Mestrado) – UFRN, Natal, 2011.

_____. **Obtenção e caracterização de compósitos Nb-Cu obtidos por moagem de alta energia e sinterizados em forno à vácuo**. VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica. 18 a 21 de agosto de 2010, Campina Grande-PB, Brasil, 2010.

MEYERS, M. A.; MISHRA, A.; BENSON, D. J., Mechanical properties of nanocrystalline materials. **Progress in Materials Science**, Univ. of California, USA, 2005.

MITKOV, M.; BOZIC, D. Hydride-Dehydride conversion of solid Ti6Al4V to powder form. *Mat. Charact.* n. 37, 1996, p 53-60.

MORO, N.; AURAS, A. P. **Processos de fabricação - metalurgia do pó e o futuro da indústria**. Florianópolis: Centro Federal de Educação Tecnológica de Santa Catarina, 2007.

NIKOLAEV, A. K.; ROZENBERG, V. M. Heat Resistant Steels And Alloys. Properties of Cu-Nb alloys. **Metal Science and Heat Treatment**, vol. 14, Issue 10, p. 888-890, Oct 1972.

ROTTA, M. **Compósito Nb-Cu obtido por ação mecânica e sinterização – comportamento físico, térmico e elétrico**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá-PR, 2005.

SALGADO, L. **Processamento da liga ferro-níquel-cobre-molibdênio por moagem de alta energia**. Tese (Doutor em Ciências na área de Tecnologia Nuclear - Aplicações), IPEN, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.

SCHAERER, M. M. **Análise numérica do comportamento de densificação de pós metálicos resultante do processo de compactação uniaxial**. Tese de doutorado, Rio de Janeiro, 2006.

SILVA, A. G.; JÚNIOR, C. A. Rapid sintering: its application, analysis and relation with the innovative sintering techniques. **Cerâmica**, p. 17, 1998.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying. In: ASM Handbook. (Ed.) Powder metal technologies and applications. **Materials Park**, OH, vol. 7, p. 80-179, 1998.

TORRALBA, J.M.; COSTA, C.E.; VELASCO, F., P/M aluminum matrix composites: an overview. **Journal of processing technology**, A 133, p. 203-206, 2003.