

CLAUDECIR FERNANDES DE FREITAS MOURA JÚNIOR

ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE LIGAS DE Fe-Nb2O5 PROCESSADAS POR METALURGIA DO PÓ

RUSSAS 2022

CLAUDECIR FERNANDES DE FREITAS MOURA JÚNIOR

ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE LIGAS DE Fe-Nb₂O₅ PROCESSADAS POR METALURGIA DO PÓ

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Cândido Jorge de Sousa Lobo.

RUSSAS 2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação Universidade Federal do Ceará Biblioteca Universitária Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

M885e	Moura Júnior, Claudecir Fernandes de Freitas. Estudo das propriedades físicas e mecânicas de ligas de Fe-Nb2O5 processadas por metalurgia do pó / Claudecir Fernandes de Freitas Moura Júnior. – 2022.
	68 p. : il. color.
	Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Campus de Russas, Curso de Engenharia Mecânica, Russas, 2022. Orientação: Prof. Dr. Cândido Jorge de Sousa Lobo.
	1. Metalurgia do pó. 2. Pentóxido de nióbio. 3. Propriedades físicas e mecânicas. I. Título. CDD 620.1

CLAUDECIR FERNANDES DE FREITAS MOURA JÚNIOR

ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE LIGAS DE Fe-Nb₂O₅ PROCESSADAS POR METALURGIA DO PÓ

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica.

Aprovado em: 08/02/2022.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Cândido Jorge de Sousa Lobo. (Orientador) Universidade Federal do Ceará (UFC)

> Prof. Ms. Ramon Rudá Brito Medeiros Universidade Federal do Ceará (UFC)

> Prof. Dr. Edvan Cordeiro de Miranda Universidade Estadual do Ceará (UFC)

A Deus.

Aos meus pais, Marcos e Iracilda, por ajudar a tornar tudo isso possível.

AGRADECIMENTOS

Agradeço sobretudo a Deus, que tem me sustentado e proporcionou todos os meios para isso ser possível, abençoando a minha vida pessoal e profissional de maneira a permitir esta vitória.

Agradeço aos meus pais, pois conseguiram tornar isso possível, onde não mediram esforços para eu poder ter toda a educação que tive. Também agradeço ao restante da minha família por estarem presentes sempre que eu precisava.

Agradeço ao meu orientador, Dr. Candido Lobo, pelo incentivo e auxílio prestado ao decorrer do trabalho, pois ele foi crucial para que este projeto se tornasse possível.

Agradeço aos meus professores, Ms. Ramon Rudá e Dr. Pedro Helton, que se fizeram presentes com boas dicas e conversas, auxiliando, então, a conclusão deste trabalho.

Agradeço ao professor Dr. Edvan e, novamente, ao professor Ms. Ramon Rudá por aceitarem participar da banca de avaliação.

Agradeço à Universidade Federal do Ceará e a todos os professores que fizeram parte da minha formação acadêmica, pois eles conseguiram auxiliar o cumprimento deste objetivo.

Agradeço às minhas colegas de formação, Laura e Beatriz, que fizeram parte deste projeto de forma presente, auxiliando também na parte laboratorial.

Agradeço aos demais colegas que conheci ao longo destes 5 anos, onde pude criar vínculos mais fortes de amizade e conseguiram tornar esta árdua jornada mais leve.

Agradeço à Ana Nívia, por ter me ajudado a corrigir a parte de ortografia do texto, sem ela isso teria sido muito mais difícil do que já foi.

Agradeço à CBMM e BRATS, pois tiveram a disposição de doar os pós metálicos utilizados para este estudo.

Agradeço ao Nordon Freitas, por auxiliar com o processo de faceamento dos discos fabricados.

Agradeço ao Prof. Jorge Cardozo, por realizar todos os ensaios que foram necessários para a realização deste trabalho.

Agradeço aos técnicos de laboratório de mecânica, Marcos Ridiley, Orismildes Neto e Bruno de Oliveira, por estarem realmente tão presentes e terem tornado tudo mais leve e engraçado. Agradeço especificamente aos momentos de risos com o Orismildes, aos momentos de debate com o Marcos e, em especial, ao Bruno Oliveira, por ter se mostrado um mar de conhecimentos gerais, contribuindo para um conhecimento mais aprofundado para várias áreas. Vocês foram demais.

RESUMO

Pensando no fato de o Brasil possuir cerca de 93% de todo o nióbio presente no mundo, investigações com relação aos benefícios que isto poderia trazer têm sido iniciadas, pensando, assim, em possíveis ligas que podem ser fabricadas. Além disso, como o ferro é um dos elementos mais abundantes do planeta, ligas baseadas no sistema Fe-Nb foram fabricadas, dado que o nióbio tem a possibilidade de elevar dureza e resistência de outros materiais. Para tanto, foi utilizado a técnica de metalurgia do pó, visto que é uma técnica de bom custo benefício e fácil manuseio para produção de ligas metálicas, além de conferir boas propriedades mecânicas. Portanto, com o intuito de avaliar as características físicas e mecânicas, estas ligas foram fabricadas nas concentrações de 0.0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 5.0, 50.0 e 100.0 %p de Nb₂O₅ e, posteriormente, ensaios foram realizados com o intuito de entender suas características. Com a realização dos ensaios foi possível obter que a dureza do material se eleva até 1.0 % p de Nb₂O₅, depois disso os valores tendiam a diminuir e voltavam a crescer para 5 %p — além disso, maior concentração do pentóxido de nióbio causava maior porosidade nas peças produzidas ---. Portanto, com este trabalho foi possível obter que a inserção de Nb₂O₅ em Fe pode possuir características interessantes como, por exemplo, alta dureza, podendo, futuramente, ser melhor aproveitado para produção de ligas de alta resistência e dureza, visando a maior utilização de um produto nacional.

Palavras-chave: Metalurgia do pó; Pentóxido de nióbio; Propriedades físicas e mecânicas.

ABSTRACT

Considering the fact that Brazil has about 93% of all niobium present in the world, investigations regarding the benefits that this could bring have been initiated, thus thinking about possible alloys that can be manufactured. In addition, as iron is one of the most abundant elements on the planet, alloys based on the Fe-Nb system were manufactured, as niobium has the possibility to increase the hardness and strength of other materials. For this purpose, the powder metallurgy technique was used, since it is a cost-effective and easy-to-handle technique for the production of metal alloys, in addition to providing good mechanical properties. Therefore, in order to evaluate the physical and mechanical characteristics, these alloys were manufactured at concentrations of 0.0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 5.0, 50.0 and 100.0 wt% of Nb₂O₅ and, later, tests were carried out in order to understand its characteristics. By carrying out the tests, it was possible to obtain that the hardness of the material rises up to 1.0 wt% of Nb₂O₅, after which the values tended to decrease and grow back to 5 wt% - in addition, a higher concentration of niobium pentoxide caused greater porosity in the produced parts. Therefore, with this work it was possible to obtain that the insertion of Nb₂O₅ in Fe can have interesting characteristics such as, for example, high hardness, which may, in the future, be better used for the production of high strength and hardness alloys, aiming at the greater use of a national product.

Keywords: Powder metallurgy; Niobium pentoxide; Physical and mechanical properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Esquema básico do processo de metalurgia do pó	17
Figura 2: Diagrama Fe-Nb	23
Figura 3: a) Pó de Fe. b) Pó de Nb2O5	
Figura 4: Máquina universal de ensaio	
Figura 5: Molde cilíndrico	
Figura 6: Politriz rotatitva	
Figura 7: Forno do tipo mufla	
Figura 8: Paquímetro analógico	
Figura 9: Balança de precisão	
Figura 10: Durômetro	
Figura 11: Compactado verde	
Figura 12: CP sinterizado a 1100 °C	
Figura 13: CPs ao saírem do forno	
Figura 14: Espectrômetro de FRX	
Figura 15: Microscópio óptico	
Figura 16: Difratômetro de raios X	
Figura 17: Micrografia óptica (500x) da superfície da mistura com 0,0%p de Nb ₂ O ₅ .	
Figura 18: Micrografia óptica (500x) da superfície da mistura com 0,5%p de Nb ₂ O ₅ .	49
Figura 19: Micrografia óptica (500x) da superfície da mistura com 1,0% p de Nb ₂ O ₅ .	
Figura 20: Micrografia óptica (500x) da superfície da mistura com 1,5%p de Nb ₂ O ₅ .	
Figura 21: Micrografia óptica (500x) da superfície da mistura com 2,0%p de Nb ₂ O ₅ .	

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1: Aplicações da Metalurgia do pó	
Gráfico 2: DRX da amostra M1	42
Gráfico 3: DRX da amostra M9	43
Gráfico 4: Comparativo da DRX de M1 e M9 com relação à: a) M2 b) M3 c) M4	44
Gráfico 5: DRX da mistura M2	45
Gráfico 6: DRX da mistura M3	46
Gráfico 7: DRX da mistura M4	47
Gráfico 8: Dureza	

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Temperatura e tempo de sinterização	21
Tabela 2: Composição dos corpos de prova	
Tabela 3: Propriedades físicas dos pós	
Tabela 4: FRX do Ferro	41
Tabela 5: Medidas realizadas após a etapa de compactação	51
Tabela 6: Medidas realizadas após a etapa de sinterização	
Tabela 7: Variação mássica	53
Tabela 8: Retração Linear	54
Tabela 9: Porosidade	55
Tabela 10: Dureza	56

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
MP	Metalurgia do pó
СР	Corpo de prova
VM	Variação mássica
RL	Retração linear
ASTM	American Society for Testing & Materials
DRX	Difração de raios X
FRX	Fluorescência de raios X

LISTA DE SÍMBOLOS

- % Porcentagem
- %p Porcentagem em peso
- at% Porcentagem atômica

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	Objetivos gerais	15
1.2	Objetivos específicos	16
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
2.1	Metalurgia do pó	17
2.1.1	Pós metálicos	19
2.1.2	Compactação	19
2.1.3	Sinterização	20
2.1.3.1	Temperatura e tempo de sinterização	21
2.1.3.2	Sinterização por fase sólida	22
2.1.3.3	Sinterização por fase líquida	22
2.2	Sistema Fe – Nb	22
2.3	Propriedades tecnológicas e físicas	24
2.3.1	Retração linear	24
2.3.2	Variação mássica	24
2.3.3	Porosidade	25
2.4	Comportamento mecânico	25
2.4.1	Dureza	26
3	MATERIAIS E MÉTODOS	27
3.1	Materiais utilizados	27
3.1.1	Pós metálicos	27
3.1.2	Equipamentos	29
a)	Equipamentos para confecção dos CPs.	29
b)	Equipamentos para sinterização dos CPs.	31
c)	Equipamentos para medições de grandezas	31
3.2	Caracterização dos corpos de prova	33
3.2.1	Compactação	33
3.2.2	Sinterização	34
3.3	Caracterização química e microestrutural	35
3.3.1	Fluorescência de raio X	35
3.3.2	Microscopia ótica	36
3.3.3	Difração de raios X	37
3.4	Caracterização Mecânica	38
3.4.1	Dureza	38
3.5	Caracterização Física	38

3.5.1	Variação mássica	38
3.5.2	Retração linear	38
3.5.3	Porosidade	39
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	40
4.1	Análise de sinterização	40
4.2	Análise de caracterização química	40
4.2.1	Fluorescência de raios X	40
4.2.2	Difração de raios X	41
4.2.2.1	Difratometria das amostras como recebido	41
4.2.2.2	Difratometria das amostras misturadas	43
4.2.3	Microscopia óptica	48
4.3	Análise de propriedades físicas	51
4.3.1	Variação mássica	52
4.3.2	Retração linear	53
4.3.3	Porosidade	54
4.4	Análise de propriedades mecânicas	56
4.4.1	Dureza Rockwell B	56
5	CONCLUSÕES	59
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS	59
6.1	Sugestões para trabalhos futuros	60
	REFERÊNCIAS	62

1 INTRODUÇÃO

O estudo de ligas metálicas contendo nióbio tem ganhado espaço nos últimos tempos, sobretudo no Brasil, visto que até o ano de 2016, Pereira Júnior (2018) afirma que o país possuía 93,07% de todo o Nb presente no mundo. Tal elemento confere normalmente maior dureza e resistência mecânica ao material em que é inserido.

Ainda conforme Pereira Júnior (2018), até o ano de 2016, o Canadá possuía a segunda maior reserva do mundo, contendo 6,69% de todo o nióbio e na sequência vinha os outros países, que juntos possuíam 0,24%.

Como exemplo de estudos, Sim et al. (2017), Wen, Wen e Hodgson (2014) e Nazari, Nouri e Hilditch (2015) pesquisaram sobre a influência de Nb em ligas a base de Ti, processadas por metalurgia do pó (MP). A principal motivação ocorre devido ao alto potencial que a liga formada tem para áreas como: aeroespacial, automotiva e implantes médicos. Isto acontece devido apresentar alta resistência específica, excelente fluência e resistência à oxidação para temperaturas elevadas. Como informações relevantes, Sim et al. (2017) afirmam que com o aumento do tempo de sinterização as propriedades de compressão da liga eram melhoradas, Wen, Wen e Hodgson (2014) obtiveram que ao ser feito a comparação entre ligas fabricadas por forno a vácuo e sinterização por plasma de centelha (SPC), as que foram processadas por SPC obtiveram resistência quase 3 vezes maior. Nazari, Nouri e Hilditch (2015) observaram que o aumento de Nb, na temperatura de 1150 °C, diminuía propriedades como resistência à compressão, módulo de elasticidade e dureza, entretanto, quando a temperatura era elevada para 1300 °C, a dissolução do Nb na matriz era aumentada e, consequentemente, o nível de porosidade das ligas diminuía. Além disso, os valores de dureza e módulo de elasticidade tendem a crescer.

Sobre a técnica mencionada para processar as ligas, Lobo (2014) afirma que sua crescente utilização se deve à alta produtividade, bom controle dimensional e minimização de custo para produção em escala. MP é normalmente utilizada para obtenção de peças metálicas e, em alguns casos, certos componentes só podem ser produzidos por esse método em virtude da alta complexidade da geometria. Outrossim, Estados Unidos, Japão e Europa são os principais países usuários dessa tecnologia. Ademais, mesmo que ocorram vários experimentos e estudos sobre a área, ainda não há uma teoria universalmente aceita que explique os mecanismos envolvidos na MP, onde as variáveis envolvidas dependem das características físicas do material e as condições para a produção.

O ferro é o segundo elemento metálico mais abundante na crosta terrestre, isso permitiu seu uso em escala para produção industrial, principalmente pela facilidade de ser encontrado. Normalmente o Fe é comercializado como liga metálica entre ferro e carbono, produzindo, então, o aço-carbono, onde o carbono precisa estar na faixa de 0,008 - 2,110 %p. O ferro é um material alotrópico, portanto, para diferentes temperaturas possui diferentes estruturas atômicas (CHIAVERINI, 2012). Assim sendo, uma motivação para este estudo seria entender melhor o comportamento de uma liga baseada no sistema Fe - Nb.

Alguns trabalhos já foram realizados utilizando adições de pequenas quantidades de Nb em ligas ferrosas, para então entender o comportamento mecânico resultante. Muthaiah e Mula (2019) realizaram pesquisas com ligas de Fe-Cr-Nb processadas por MP, com porcentagem de 0,5 e 1,0 at% de Nb, observou-se que os valores para a maior porcentagem de Nb foram consideravelmente elevados, onde os valores de dureza Vickers foram equivalentes a 8,7 e 9,4 GPa. Com relação à resistência à compressão, foi obtido resistência de ruptura e escoamento de até 2400 e 1800 MPa, respectivamente. Erden (2017) escreveu um trabalho sobre a adição de micro-ligas de Nb-V em aço, onde conseguiu obter que a dureza pode ser elevada com o aumento de precipitados de VC e NbC na temperatura de 1350 °C. Outrossim, o aumento do percentual da micro-liga permitia maior rendimento na resistência à tração e elevando ainda mais a dureza do material.

Deste modo, o presente trabalho pretende contribuir com o estudo sobre a fabricação de uma liga Fe puro com pequenas adições de Nb₂O₅, com o intuito de avaliar as características físicas e metalúrgicas que ocorrem após a sinterização, além da influência da composição nas propriedades mecânicas.

1.1 Objetivos gerais

O presente trabalho teve como objetivo estudar as propriedades mecânicas da liga Fe-Nb₂O₅ processada por metalurgia do pó, visando possíveis aplicações na indústria em geral, investigando assim os efeitos causados devido à variação do percentual de nióbio.

1.2 Objetivos específicos

Com o intuito de poder alcançar o objetivo principal, o trabalho possui os seguintes objetivos específicos:

- Realizar caracterização física e microestrutural para os corpos de prova;
- Estudar as propriedades físicas da liga;
- Estudar a influência do pentóxido de nióbio na dureza da liga;
- Fazer análise com relação à composição dos corpos de prova por meio de difração de raios X;
- Propor alguma aplicação para as ligas com melhores resultados de dureza.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Metalurgia do pó

Mourisco (1995) afirma que a metalurgia do pó é um dos processos de fabricação mais antigos na história, dado que artefatos produzidos por esta técnica são de registros de 6000 a.C., sendo esses grandes produtos produzidos de ferro por meio da mistura de minério e carvão de lenha.

Segundo Moro e Auras (2007), esta técnica conseguiu tornar-se competitiva quando comparada aos processos convencionais para fabricação, e isto acontece por razões tecnológicas e econômicas. Assim, para produção em larga escala, com materiais com alto ponto de fusão ou alta complexidade em sua geometria, abrirá caminho para a utilização da MP.

A técnica de metalurgia do pó é um processo de fabricação que consiste na compactação, seguida por um tratamento térmico com o intuito de produzir uma peça mais densa (CALLISTER; RETHWISCH, 2012). Este tratamento térmico é denominado sinterização, possuindo, assim, o objetivo de tapar os poros existentes por meio da dilatação térmica do material. A Figura 1 representa as etapas que acontecem nesse método de fabricação.



Fonte: Souza (2014).

Além disso, Callister e Rethwisch (2012) afirmam que este processo se torna mais interessante para materiais de baixa ductilidade e alto ponto de fusão, pois fatores como a necessidade de apenas uma pequena deformação plástica e dificuldade de fusão podem garantir maior confiabilidade na geometria da peça a ser fabricada.

Panda, Jancik e Pandová (2016) sugerem a divisão em dois grupos quanto a aplicação para peças produzidas por MP. No primeiro grupo estariam os componentes que

possuem difícil fabricação quando utilizado outros métodos como, por exemplo, peças produzidas de tungstênio ou molibdênio, e no segundo grupo estão os componentes que oferecem vantagem econômica para produção através de MP. A seguir, o Gráfico 1 apresenta as categorias de aplicações da metalurgia do pó.





Fonte: Adaptado de Panda, Jancik e Pandová (2016)

O Gráfico 1 mostra as áreas de produção da metalurgia do pó, onde é visualizado que há bastante mercado para o setor automobilístico, conseguindo alcançar 73% do total, e uma boa motivação para isso se deve à facilidade de produzir peças complexas com boas propriedades físicas.

Quando se trata da fabricação de novos materiais, por meio de processos tradicionais, há algumas limitações no processo, o principal problema se dá em grandes diferenças entre os pontos de fusão, pois isso poderá prejudicar o desenvolvimento de peças mais resistentes. Uma grande vantagem do processo de MP é que esse problema com relação à

diferença de temperatura de fusão praticamente não existe, podendo assim abranger o uso desta tecnologia. (BOICKO, 2011)

2.1.1 Pós metálicos

Pós metálicos são pequenas partículas em pó de um determinado material, podendo este ser cerâmico ou metálico, em que possuem a função de serem utilizados para fabricação ou reforço de superfícies.

Uma das principais etapas é a produção dos pós metálicos com o controle de suas características, e para isso a atomização a gás inerte é uma das principais formas, onde é normalmente utilizada na fabricação de partículas com formato esférico, possuindo assim possíveis aplicações posteriores de moldagem por injeção e compactação a quente (BURGER et al., 1989). Contudo, para obter-se os pós através de reações químicas, o método mais comum a ser utilizado é a redução de óxidos por meio de um agente redutor, podendo este ser sólido ou gasoso. (GALIOTTO, 2005)

Para Papini e Leal Neto (2006), a indústria metalúrgica utiliza, tradicionalmente, o peneiramento para a determinação da granulometria dos pós, esta técnica é a mais comum de ser utilizada devido conseguir separar o material em classes de tamanhos, além de ser bastante barata. Entretanto, fatores como baixa precisão e resolução e a dificuldade de medir pós abaixo de 38 µm são grandes desvantagens presentes no processo.

Portanto, devido essas desvantagens, a análise de tamanho de partículas por difração de laser é bastante utilizada em vários ramos na indústria, onde fatores como lentidão de análise e amplitude de leitura deixam de ser um problema. Para realizar esta técnica, partículas são colocadas em um fluido em movimento com o intuito de causar descontinuidade no fluxo e essas descontinuidades são medidas por uma luz incidente (ALLEN, 1993).

2.1.2 Compactação

A etapa de compactação tem o objetivo de unir as partículas dos pós, fazendo com que ocorra a deformação plástica das partículas durante a compactação. O processo pode incluir

um aglutinante ou não, o qual tem a função de lubrificar as partículas pulverizadas conforme elas se movem umas em relação às outras (CALLISTER; RETHWISCH, 2012).

Neste processo ocorre ações simultâneas de compactação e conformação dos pós, onde os pós são colocados em uma matriz que se localiza em cima de uma prensa de compressão e, finalmente, a punção se desloca (em temperatura ambiente ou não) com o intuito de pressurizar. Schaeffer (2006) afirma que a compactação é a aplicação de pressão em temperatura ambiente ou não, onde, em algumas situações, é necessário cargas mais elevadas para melhoria de propriedades mecânicas. O aumento da pressão provocado devido à pressurização gera o empacotamento e agregação das partículas fazendo uma espécie de solda fria, onde os pós são soldados por pressão (KNIESS, 2005).

Moro e Auras (2007) falam sobre os estágios que estão presentes durante a etapa de compactação. No primeiro estágio os pós são aglomerados para eliminar os vãos que se formam ao ser feita a junção das partículas. No que lhe concerne, o segundo estágio é sobre a deformação plástica a que as partículas são submetidas, onde a característica de deformação plástica está diretamente ligada à compressibilidade do material, acontecendo, assim, de maneira mais intensa conforme a ductilidade do material. Na última etapa acontece a fragmentação dos pós, visto que, ao ser encruado nas etapas anteriores, será fragilizado, desse modo, facilitando a quebra dos grãos.

Após o processo de compactação é necessário um tratamento térmico para que a peça se dilate, reduzindo a porosidade e melhorando sua integridade mecânica. Essas alterações ocorrem pela coalescência das partículas de pó em uma massa mais densa, sendo o processo chamado sinterização (CALLISTER; RETHWISCH, 2012).

2.1.3 Sinterização

Para Lima (2021), a etapa de sinterização pode ser definida como um processo físico e termodinâmico de não equilíbrio, que acontece em elevada temperatura, fazendo com que as partículas de pó que estão, inicialmente, em contato, se transformem em um corpo íntegro de maior resistência mecânica, podendo tornar-se total ou parcialmente denso.

Lobo (2014) afirma que existem basicamente duas categorias de sinterização, a sinterização por fase líquida e a sinterização por fase sólida. Onde para o acontecimento de

qualquer uma das sinterizações dependerá do decréscimo de energia livre superficial no agregado de partículas, consequência do desaparecimento da interface material/poro. Além disso, Brito, Medeiros e Lourenço (2007) afirmam que ambos os segmentos de sinterização podem aderir densidade total e parcial da peça, contudo, a sinterização por fase sólida é mais propícia para a obtenção de porosidade controlada e a sinterização por fase líquida pode garantir o fechamento dos poros de maneira mais fácil e eficaz.

Durante a etapa de sinterização, os poros presentes na estrutura começam a se fechar, então, para isso ocorrer, o material necessita deslocar-se de modo a preencher os espaços vazios. Desta forma, a maneira como este material é deslocado indicará a categoria de sinterização, logo, o movimento das partículas difere consideravelmente quando há ou não um líquido presente na estrutura. (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007)

2.1.3.1 Temperatura e tempo de sinterização

Normalmente a temperatura de sinterização utilizada no processo é cerca de três quartos da temperatura de fusão do material, onde a peça deverá permanecer durante determinado tempo nesta temperatura. (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009). A seguir, a Tabela 1 mostra as temperaturas e tempos de sinterização para alguns materiais.

Material	Temperatura (°C)	Tempo (min)
Alumínio	595 - 625	10 - 30
Bronze	760 - 860	10 - 20
Cobre	840 - 900	12 - 45
Latão	840 - 900	10 - 45
Ferro / Ferro Grafita	1000 - 1150	8-45
Níquel	1000 - 1150	30 - 45
Aço Inox	1090 - 1290	30 - 60
Imãs Alnico	1215 - 1300	120 - 150
Metal Duro	1425 - 1480	20 - 30

Tabela 1: Temperatura e tempo de sinterização.

Fonte: (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009)

2.1.3.2 Sinterização por fase sólida

Nessa classe de sinterização, o material é transportado sem a presença de qualquer líquido na estrutura e, posteriormente, é deslocado para a região de contato entre as partículas vizinhas. Contudo, outras maneiras de transporte devem ser consideradas, como se trata de corpos rígidos, não há apenas a translação. (BUBANI et al, 2007)

A difusão é um mecanismo que está presente na sinterização, esta faz com que se eleve o aumento do contato entre as partículas, dado que a massa é presente em sua superfície. A difusão superficial começa a se sobrepor em baixas temperaturas, visto que irá necessitar de uma menor energia de ativação. (LOBO, 2014)

2.1.3.3 Sinterização por fase líquida

Diferentemente da sinterização por fase sólida, esta sinterização acontece devido à presença de líquido na estrutura em que este, possivelmente, foi originado devido à fusão de um dos elementos da composição ou o produto de uma reação entre os componentes. Essa classe de processo se torna ainda mais interessante quando se trata de materiais de difícil sinterização por fase sólida. (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007)

2.2 Sistema Fe – Nb

Bejarano (1979) afirma que o Nb ao ser combinado ao Fe, pode disponibilizar grandes propriedades mecânicas interessantes, especialmente em altas temperaturas. Além disso, Bejarano (1993) fala que a solubilidade do nióbio em ferro é bem baixa, cerca de apenas 1,56 at% a uma temperatura de 1190 °C, em γ -Fe e em α -Fe passa a ser 0,73 at% em uma temperatura de 960 °C.

Cinco fases estáveis são identificadas no diagrama Fe-Nb, são elas: a fase α , a fase ϵ (Fe₂Nb), a fase μ (Fe₂₁Nb₁₉), fase Nbss (Solução sólida de ferro em nióbio) e a fase Fe₂Nb₃, entretanto, esta última fase é contestada em outras pesquisas e considerada apenas como uma fase metaestável. (HANSEN; ELLIOTT, 1965). A Figura 2 mostra o diagrama de fases Fe-Nb.



Figura 2: Diagrama Fe-Nb.

Fonte: Bejarano (1993)

Nesta imagem é possível observar as quatro fases estáveis e a metaestável, e, além disso, observa-se um ponto eutético de 10,6 at% de Nb. Contudo, é importante ressaltar que neste trabalho será utilizado o pentóxido de nióbio, portanto, o sistema Fe-Nb serve apenas para nortear o estudo.

2.3 Propriedades tecnológicas e físicas

2.3.1 Retração linear

Segundo Lima (2021), a retração linear (RL) é utilizada com o intuito de realizar o controle dimensional dos corpos de prova, tornando possível identificar o quanto eles retraem após a sinterização de modo que permita visualizar a densificação ocorrida no material. A RL é um valor dado em porcentagem e possui valor positivo quando acontece, de fato, a retração e negativo quando houver expansão. Mesmo que o corpo de prova se manifeste tridimensionalmente, a retração linear é medida conforme a norma NBR 9623 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1986).

A equação 1 mostra como funciona a retração linear.

$$RL = \frac{L_o - L_s}{L_o} \tag{1}$$

Onde L_s representa o comprimento medido após a sinterização e L_o , o comprimento medido antes da sinterização.

2.3.2 Variação mássica

Silva (2021) afirma que a variação mássica (VM) é decorrente das reações químicas que acontecem no interior da amostra durante a etapa de sinterização. Valores de VM negativos implicam em perda de massa e, portanto, valores positivos indicam ganho de massa.

A equação 2 mostra como funciona a variação mássica.

$$VM = \frac{m_s - m_o}{m_o} \tag{2}$$

Onde m_s representa a massa medida após a sinterização e m_o , a massa medida antes da sinterização.

2.3.3 Porosidade

Segundo Silva (2021), a porosidade é uma importante característica para análise de produtos sinterizados, pois, quanto menor a quantidade de poros no material, maior será a sua densificação. Contudo, é importante salientar que menor número e tamanho de poros impacta diretamente no aumento de resistência mecânica, como afirma Lobo (2014), o que pode ser comprovado, visto que os poros atuam como concentradores de tensão no material.

2.4 Comportamento mecânico

Para a determinação de propriedades mecânicas são utilizados ensaios mecânicos, estes ensaios conseguem reproduzir o comportamento do material quando é submetido a determinadas cargas. É importante salientar haver dois motivos básicos para a realização destes ensaios: permitir a obtenção de informações rotineiras e desenvolver novas informações sobre os materiais. (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2000)

Lima (2021) afirma que os ensaios dos materiais podem ser divididos em dois grupos, com relação à integridade dimensional e geométrica da peça: destrutivos e não destrutivos. Os ensaios destrutivos se caracterizam por causar inutilização da peça após o ensaio, essa inutilização pode ser parcial ou total. Os ensaios não destrutivos são caracterizados por não comprometerem em nada a peça.

2.4.1 Dureza

De maneira geral, dureza é a resistência à deformação permanente ou, de modo mais simples, é a capacidade de um material penetrar no outro. Ao longo dos anos, técnicas de dureza foram desenvolvidas baseando-se na deformação plástica localizada, onde um pequeno penetrador com geometria específica é forçado contra a superfície do material que será testado (CALLISTER; RETHWISCH, 2012).

Os resultados deste ensaio são dados em função da marca de impressão, carga aplicada e altura de penetração, a forma da marca de impressão dependerá da escala de dureza utilizada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Agora serão apresentados os materiais e métodos utilizados para a construção deste trabalho, envolvendo várias etapas que dizem respeito aos pós utilizados, processo de fabricação e equipamentos para medição.

3.1 Materiais utilizados

3.1.1 Pós metálicos

Os pós metálicos de Fe (com pureza de 98,8%) e Nb₂O₅ (com pureza de 99,8% e granulometria de 50 μ m) utilizados para este estudo foram obtidos através de doações das empresas Brats Indústria e Comércio de Produtos Metálicos Especiais LTDA e a Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM).

Para a inserção do pentóxido de nióbio no ferro puro foram adotados diferentes valores de porcentagens teóricas de massa em peso, conforme mostrado na Tabela 2.

Fe (%p)	Nb ₂ O ₅ (%p)	Quantidade de amostras
100,00	0,00	3
99,50	0,50	3
99,00	1,00	3
98,50	1,50	3
98,00	2,00	3
95,00	5,00	1
90,00	10,00	1
50,00	50,00	1
00,00	100,00	1
	Fe (%p) 100,00 99,50 99,00 98,50 98,00 95,00 90,00 50,00 00,00	Fe (%p)Nb2O5 (%p)100,000,0099,500,5099,001,0098,501,5098,002,0095,005,0090,0010,0050,0050,0000,00100,00

Tabela 2: Composição dos corpos de prova

Fonte: Elaborado pelo autor

Os percentuais das misturas foram adotados de acordo com trabalhos e testes realizados. A seguir, a Figura 3 mostra os elementos em pó.



Figura 3: a) Pó de Fe. b) Pó de Nb2O5

Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 3 mostra os pós elementares na forma como foi enviado pelo fornecedor, onde é possível ver o pó de ferro (Fig.3a) e o pó do pentóxido de nióbio (Fig.3b).

3.1.2 Equipamentos

Com relação aos equipamentos utilizados, eles podem ser divididos basicamente em equipamentos para confecção dos corpos de prova, equipamentos para sinterização e equipamentos para medição de grandezas.

a) Equipamentos para confecção dos CPs.

Para a compactação foi utilizado a máquina universal de ensaios, modelo Emic, com carga máxima de 300 kN, conforme mostra a Figura 4.



Figura 4: Máquina universal de ensaio

Fonte: Elaborado pelo autor

Para acomodar os pós na compactação, foi utilizado um molde cilíndrico, conforme é mostrado na Figura 5.

Figura 5: Molde cilíndrico



Fonte: Elaborado pelo autor

Para as etapas de lixamento e polimento das peças, foi utilizado uma politriz rotativa, marca AROTEC, conforme é representado na Figura 6.



Figura 6: Politriz rotatitva

Fonte: Elaborado pelo autor

b) Equipamentos para sinterização dos CPs.

Para sinterização foi utilizado forno Mufla sem proteção gasosa com temperatura máxima de 1200°C, conforme Figura 7.



Figura 7: Forno do tipo mufla

Fonte: Elaborado pelo autor

c) Equipamentos para medições de grandezas

Para medição de diâmetro e altura foi utilizado um paquímetro analógico com resolução de 0,05 mm, conforme mostra a Figura 8.



Figura 8: Paquímetro analógico

Fonte: Elaborado pelo autor

Para medição de massa foi utilizado uma balança digital de precisão com resolução de 0,001 g, mostrado na Figura 9.

Figura 9: Balança de precisão



Fonte: Elaborado pelo autor

• Durômetro analógico de bancada Rockwell. (Figura 10)

Para a medição de dureza, foi utilizado um durômetro analógico de bancada Rockwell, conforme é mostrado na Figura 10.





Fonte: Elaborado pelo autor

3.2 Caracterização dos corpos de prova

3.2.1 Compactação

Para a compactação, os pós foram pesados na balança de precisão, representada na Figura 9, de modo a conseguir preparar as composições das misturas. Com as misturas preparadas, o pó é inserido no molde cilíndrico para este ser inserido na máquina universal de ensaios para realizar a compactação.

A carga de compactação de 150 kN foi adotada com base em testes realizados, pois, anteriormente, ao serem compactados a 120 kN, os mesmos estavam bem porosos e dificultava as etapas posteriores, como o lixamento. Portanto, para a compactação dos CPs, foi utilizado velocidade de 0,20 mm/min e carga de 150 kN, equivalente à pressão de compactação de 296,03 MPa, dado que o molde cilíndrico possui diâmetro interno de 25,40 mm (1 in). A seguir, a Figura 11 mostra o corpo de prova ao sair da etapa de compactação.



Figura 11: Compactado verde

Fonte: Elaborado pelo autor

Após a compactação a verde, o CP mostrou dimensão sem perda de formato, onde esta etapa foi realizada em temperatura ambiente e 30 g de material foram utilizadas para preencher o molde.

Para as misturas M1, M2, M3, M4 e M5, medições de suas massas e dimensões geométricas eram realizadas sendo, assim, medido o diâmetro, altura e massa. Estas medições eram feitas assim que as peças eram compactadas.

3.2.2 Sinterização

Para a sinterização, a temperatura de 1200 °C foi adotada com base em testes realizados, pois, anteriormente, ao serem sinterizados a 1100 °C, os mesmos não estavam sinterizando por inteiro. A Figura 12 mostra o resultado de um CP sinterizado a 1100 °C.



Figura 12: CP sinterizado a 1100 °C

Fonte: Elaborado pelo autor

Isto ocorreu com a peça com 50 %p de Nb₂O₅ após ser prendida à placa de um torno, será posteriormente discutida a possível causa dessa fragilidade.

Portanto, após a etapa de compactação, as peças cilíndricas obtidas foram sinterizadas na temperatura de 1200 °C. Após a temperatura de sinterização ser alcançada, no forno, houve um tempo de permanência nela de 4 h. O objetivo desta etapa seria obter uma estrutura sólida e consistente, fazendo com que aconteça a densificação dos corpos cilíndricos. A Figura 13 mostra os CPs ao saírem do forno.

Figura 13: CPs ao saírem do forno



Fonte: Elaborado pelo autor

Após a etapa de sinterização, as amostras possuem uma camada acinzentada, onde essa coloração é devida a oxidação formada na superfície. Analogamente ao que foi realizado na compactação, para as misturas M1, M2, M3, M4 e M5, medições de suas massas e dimensões geométricas eram realizadas, sendo assim medido o diâmetro, altura e massa. Estas medições eram feitas assim que as peças saiam do forno.

3.3 Caracterização química e microestrutural

3.3.1 Fluorescência de raio X

A fluorescência de raios X (FRX) permite identificar as concentrações presentes no material analisado, podendo, além disso, quantificá-las. Portanto, para tal foi utilizado um espectrômetro por fluorescência de raios X. O ensaio foi realizado à temperatura 1000 °C por 30 minutos. O equipamento utilizado para a realização desta análise foi o espectrômetro por fluorescência de raios X, modelo Axios Advanced PANalytical, conforme é representado na Figura 14.

Figura 14: Espectrômetro de FRX



Fonte: Elaborado pelo autor

3.3.2 Microscopia ótica

Para chegar na microscopia, uma etapa de lixamento foi realizada utilizando a politriz rotativa. Para isso foram utilizadas lixas d'água com as granulometrias de 80, 150, 220, 280, 320, 400, 600, 1200 e 2500. Posteriormente, a etapa de polimento foi realizada.

As misturas M6, M7, M8 e M9 possuem camadas de superfície muito duras, dificultando o processo de lixamento, portanto, nesta etapa apenas as misturas M1, M2, M3, M4 e M5 foram lixadas. Contudo, para ser possível lixar foi realizada uma etapa de faceamento nos discos de modo a retirar a camada de oxidação. Para visualização da microestrutura não foi utilizado ataque químico.

Então, visando observar a microestrutura dos CPs e fazer uma análise com relação ao tamanho de poro, foi utilizado um microscópio óptico, modelo GX 41 representado na Figura 15.

Figura 15: Microscópio óptico



Fonte: Elaborado pelo autor

3.3.3 Difração de raios X

A difração de raios X (DRX) permite identificar a composição química presente nos CPs, já caracterizados, identificando, assim, possíveis formações de novas fases. Uma amostra de cada mistura foi levada ao difratômetro, representado na Figura 16, com o intuito de fazer as identificações de fases por meio dos picos gerados nos difratogramas.

Figura 16: Difratômetro de raios X



Fonte: Elaborado pelo autor

Este ensaio foi realizado nas amostras M1, M2, M3, M4 e M9, para identificar os picos de cada elemento além da formação ou não de uma nova fase

3.4 Caracterização Mecânica

3.4.1 Dureza

O ensaio de dureza Rockwell B foi realizado com o durômetro representado na Figura 10, a penetração consiste em uma esfera de metal duro com carga de aplicação de 100 kgf e tempo de 10 s, este ensaio é padronizado pela norma NBR 6508-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2008). Foram feitas 6 indentações para cada mistura em análise. Este ensaio foi realizado nas misturas M1, M2, M3, M4, M5 e M6.

3.5 Caracterização Física

3.5.1 Variação mássica

Os corpos de prova foram medidos após a compactação e seus resultados de medições de massa foram anotados e, após isso, os CPs foram ao forno fazendo com que ocorresse a sinterização, medidas foram feitas após esta etapa e também foram anotadas. Feito isto, os valores foram, dessa forma, inseridos na equação 1.

3.5.2 Retração linear

Os corpos de prova foram medidos após a compactação e seus resultados de medições de diâmetro e altura foram anotados e, após isso, os CPs foram ao forno fazendo com que ocorresse a sinterização, medidas foram feitas após esta etapa e novamente foram anotadas. Feito isto, os valores então foram inseridos na equação 2.

3.5.3 Porosidade

Com todas as medidas que foram obtidas das etapas de retração linear e variação mássica, os valores relativos à densidade dos CPs podem ser obtidos. Para o cálculo da densidade teórica foram utilizados os valores de densidade dos pós que vieram do fabricante, e eles estão aqui presente na Tabela 3.

Tabela 3: Propriedades físicas dos pós			
Elemento Densidade (g/cm			
Fe	7,87		
Nb ₂ O ₅	4,60		

Fonte: Elaborado pelo autor

Com os valores presentes na tabela, Lobo (2014) sugere a utilização da equação 3 para o cálculo da porosidade.

$$Poros = \left(1 - \frac{D_m}{D_t}\right) \tag{3}$$

Onde D_m representa a densidade medida e D_t , a densidade teórica. Então, esta equação foi aplicada para as amostras M1, M2, M3, M4 e M5.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Análise de sinterização

Visando padronizar o processo de sinterização, algumas misturas foram compactadas com carga de 120 kN, sinterizadas com temperatura de 1100 °C e tempo de permanência de 4 h, contudo, as amostras obtidas saíam com um alto grau de porosidade, fazendo com que as lixas no processo de lixamento fossem rasgadas. Com o intuito de resolver este problema, a carga foi aumentada para 150 kN e como resultado as amostras se tornaram menos porosas.

Ao fim do processo de sinterização, observou-se que as peças soltavam, ainda, uma pequena quantidade de pó, indicando que as mesmas não haviam sinterizado por completo. Para resolver isso, a temperatura foi alterada para 1200 °C para todas as amostras, então todas foram sinterizadas e compactadas à 150 kN e 1200 °C, respectivamente, — como resultado, quase todas as amostras sinterizaram por completo —. A mistura com percentual de 50% p de Nb₂O₅ não conseguiu sinterizar, pois uma camada de óxido se formou e, supostamente, impediu o fluxo de temperatura. A Figura 12 mostra como ficou a mistura M8 após ser presa na placa de um torno, onde é possível observar que ela se tornou extremamente frágil.

Com relação ao tempo de permanência, este não foi alterado, pois mesmo que o aumento do tempo elevasse a homogeneização, isto facilitaria o processo de oxidação do Fe, então, o tempo foi mantido para que não houvesse maiores prejuízos. Por fim, nenhuma das peças ocorreu com a formação de trincas.

4.2 Análise de caracterização química

4.2.1 Fluorescência de raios X

Por meio do espectrômetro foi possível obter resultados sobre a composição dos pós elementares, portanto, através do recurso quantitativo de FRX foi possível realizar uma análise mais profunda nas composições dos elementos, os resultados são mostrados na Tabela

Elemento	Porcentagem (%p)	
Fe	98,83	
Si	0,61	
Mn	0,52	
Cr	0,02	
Ca	0,01	
Cd	0,01	

Tabela 4: FRX do Ferro

Nesta tabela o principal elemento presente é o ferro, com 98,83 %p, os demais elementos atuam como impureza e não chegam a alcançar juntos nem 2 por cento em massa da composição. Contudo, é importante ressaltar que o equipamento não mede a quantidade de carbono nos pós, implicando, assim, que o elemento poderia ser pó de aço. Entretanto, como este fato não pode ser confirmado, será assumido não haver presença de carbono e, portanto, pode-se enxergar este pó elementar como Fe puro devido ao baixo percentual de impureza dos demais elementos.

Para o pentóxido de nióbio, não foi possível montar uma tabela com os resultados porque o equipamento não conseguiu identificar as impurezas presentes em pequena quantidade. Contudo, o Nb₂O₅ estava presente na composição na quantidade de 99,98 %, mas o 0,02% restante não foi possível ser identificado.

4.2.2 Difração de raios X

4.2.2.1 Difratometria das amostras como recebido

Para a análise de DRX, difratogramas foram plotados, então, a seguir, serão mostrados os resultados da difração de raios X referente ao CP de ferro puro, conforme mostra o Gráfico 2.





Fonte: Elaborado pelo autor

O ensaio aconteceu no intervalo 2 θ de 20 à 80 °. São identificados dois picos difratados, sendo eles planos presentes na fase ferrita α , onde é identificado a presença de impureza, contudo, não foi possível identificar qual elemento seria, possivelmente foi uma formação de nova fase de Fe com Si ou Mn, visto que estes dois estão em maior quantidade, com relação aos demais, conforme foi apresentado na análise de FRX.

O pentóxido de nióbio, possuía um baixo grau de impureza, então, a análise de DRX irá apresentar os resultados quanto a composição do CP de Nb₂O₅, conforme mostra o Gráfico 3.



Fonte: Elaborado pelo autor

Este ensaio também aconteceu no intervalo 2θ de 20 à 80° e é possível observar a presença de 11 picos, referentes ao Nb₂O₅. Estes picos estão identificados na imagem, conforme é mostrado, também é notável a presença visível de impureza na composição. Portanto, para a análise das misturas, serão levados em consideração apenas os picos apontados com as setas.

4.2.2.2 Difratometria das amostras misturadas

Para a análise das misturas, gráficos foram plotados com sobreposição para auxiliar na identificação visual de picos difratados, a seguir, o Gráfico 4 apresenta as comparações de Fe e Nb₂O₅ com as misturas M2, M3 e M4.



Gráfico 4: Comparativo da DRX de M1 e M9 com relação à: a) M2 b) M3 c) M4

Fonte: Elaborado pelo autor

Nestes gráficos, há o comparativo mencionado, onde para as amostras de Fe foi realizado uma redução da intensidade do pico para ser possível a sobreposição e nas misturas, que possuíam o mesmo pico difratado com grande intensidade, tiveram a mesma forma de redução. Para facilitar a análise, gráficos individuais para cada cara mistura foram plotados com a identificação de picos difratados de Fe, Nb₂O₅ e possíveis novas fases. A seguir, o Gráfico 5 apresenta os resultados do ensaio de DRX da amostra com 0,5 %p de Nb₂O₅.





Fonte: Elaborado pelo autor

Aqui é possível perceber que não há picos difratados referentes ao pentóxido de nióbio nem a formação de novas fases, além disso, também é notável os picos referentes ao ferro, que mesmo com suas reduções, possuem maior dimensão que todos os demais. Outro que está bem aparente é o pico da impureza não identificada presente na amostra de ferro puro, este elemento conseguiu ser identificado na análise de DRX da mistura. Aqui foi possível notar a não formação de uma nova fase nesta mistura, indicando, assim, que o ferro e o pentóxido de nióbio formaram uma solução sólida.

A seguir, o Gráfico 6 apresenta os resultados do ensaio de DRX da amostra com 1,0 %p de pentóxido de nióbio.





Fonte: Elaborado pelo autor

Aqui é possível perceber que há um pico difratado referente ao pentóxido de nióbio, indicado pela seta vermelha, onde mesmo que não esteja de forma bem visível aqui, no gráfico de comparações (Graf. 4b) ele está mais aparente. Também é notável os mesmos picos referentes ao ferro, quando comparado à amostra M2, onde mesmo com suas reduções, possuem maior dimensão que todos os demais. Outros que estão bem aparentes são os picos de impureza não identificada presente na amostra de ferro puro, este elemento conseguiu ser identificado na análise de DRX da mistura. Aqui foi possível notar a não formação de uma nova fase nesta mistura, indicando, assim, que o ferro e o pentóxido de nióbio formaram uma solução sólida.

A seguir, serão apresentados os resultados do ensaio de DRX da amostra com 1,5 %p de Nb₂O₅, conforme é mostrado no Gráfico 7.





Fonte: Elaborado pelo autor

É possível perceber que há bem mais picos difratados referentes ao pentóxido de nióbio, 3 no total, onde suas visualizações podem ser facilitadas no Gráfico 4c. Ademais, também é notável os picos referentes ao ferro, que mesmo com suas reduções, possuem maior dimensão que todos os demais. Outro que está bem aparente é o pico da impureza não identificada presente na amostra de ferro puro, este elemento conseguiu ser identificado na análise de DRX da mistura. Por fim, foi possível notar a possível formação de uma nova fase nesta mistura, indicada pela seta azul, onde para ser possível ter alguma resposta mais concreta sobre isto, faz-se necessário uma análise mais profunda. Indicando, assim, que nesta mistura não houve a formação de uma solução sólida, devida à presença de uma possível nova fase.

Com relação às análises das misturas em geral, percebeu-se, por meio dos difratogramas, que em quase todos os casos houve a formação de uma solução sólida entre o ferro e o pentóxido de nióbio e, além disso, foram apresentados poucos picos difratados do Nb2O5 na composição da amostra. Quando a quantidade de picos cresceu na difratometria, houve a possível formação de uma nova fase, acontecendo, assim, devido ao soluto ultrapassar o limite de solubilidade da mistura. Contudo, é importante ressaltar que as análises foram

realizadas em uma única região dos CPs e que a presença de uma nova fase encontrada não anula o fato de poder haver uma solução sólida para aquela mistura em outras regiões. Portanto, talvez poderia ser possível encontrar ambos os resultados em cada CP, independentemente, se fosse avaliado outras regiões.

4.2.3 Microscopia óptica

A análise microestrutural realizada pretende contribuir para o maior entendimento destas ligas, em função da variação da composição. Para tanto, fotomicrografias de 500x foram realizadas para comparação entre os resultados. A seguir, as figuras apresentadas representam a micrografia para cada amostra. A seguir, a Figura 17 mostra a imagem, com ampliação de 500 vezes, da amostra de Fe puro.



Fonte: Elaborado pelo autor

Nela é possível observar que as manchas mais escuras, quando comparado às outras figuras, possuem menor dimensão. As manchas com tom mais claro representam diferença de relevo na peça e as mais escuras representam os poros formados, dito isto, é possível perceber o baixo grau de porosidade nessas imagens. Na Figura 18 é mostrada a imagem, com ampliação de 500 vezes, da amostra de Fe com adição de 0,5%p de Nb₂O₅.



Figura 18: Micrografia óptica (500x) da superfície da mistura com 0,5% p de Nb₂O₅

Fonte: Elaborado pelo autor

Nela é possível observar que as manchas mais escuras, quando comparado a de ferro puro, possuem maior dimensão. As manchas com tom mais claro representam diferenças de relevo na peça e as mais escuras representam os poros formados, como dito anteriormente e, portanto, é possível perceber ainda o baixo grau de porosidade nessas imagens, semelhante à Figura 17.

Na Figura 19 é mostrada a imagem, com ampliação de 500 vezes, da amostra de Fe com adição de 1,0%p de Nb₂O₅.



Figura 19: Micrografia óptica (500x) da superfície da mistura com 1,0% p de Nb₂O₅

Fonte: Elaborado pelo autor

É possível observar que, agora, manchas com tom mais claro aparecem em maior quantidade, podendo dizer que a quantidade de relevos na amostra foi elevada. Com respeito às de tom mais escuro, observa-se que estão em maior proporção indicando o aumento do número de poros, quando comparada à Figura 17. A Figura 20 mostra a imagem, com ampliação de 500 vezes, da amostra de Fe com adição de 1,5% p de Nb₂O₅.



Figura 20: Micrografia óptica (500x) da superfície da mistura com 1,5% p de Nb₂O₅

Fonte: Elaborado pelo autor

Nela é possível observar que as manchas com tom mais claro estão na mesma proporção das amostras anteriores, indicando que a amostra não possui diferença quanto ao relevo, enquanto as manchas com tom mais escuro então em maior quantidade, implicando em maior porosidade do material. Por último, na Figura 21 é mostrada a imagem da amostra de Fe com adição de 2,0%p de Nb₂O₅.



Figura 21: Micrografia óptica (500x) da superfície da mistura com 2,0% p de Nb₂O₅

Fonte: Elaborado pelo autor

É possível observar que as manchas com tom mais claro estão na mesma proporção das amostras anteriores, indicando que a amostra não possui diferença quanto ao relevo, enquanto as manchas de tom mais claro estão em pouca quantidade, mas em grandes dimensões — o que pode indicar poros maiores, mesmo que poucos, em comparação com as figuras anteriores —.

Com relação às figuras apresentadas, é possível observar uma ordem que vale para quase todas as composições apresentadas nas imagens, em que, conforme o conteúdo do pentóxido de nióbio da amostra é aumentado, o grau de porosidade é supostamente elevado e isso acontece sem a variação de outros parâmetros, como tempo, temperatura e pressão de compactação.

4.3 Análise de propriedades físicas

Após a etapa de compactação, os CPs foram medidos e resultados dos dados estão presentes na Tabela 5.

Tuesta et l'interneue realizadas apos a cupa de compactação						
Amostras	M1	M2	M3	M4	M5	
Massa (média)	29,9100	29,9733	29,9467	29,9700	29,8500	
Massa (desvio padrão)	0,0100	0,0503	0,0473	0,0400	0,1229	
Diâmetro (média)	25,5000	25,4833	25,4833	25,4667	25,4833	
Diâmetro (desvio padrão)	0,0000	0,0289	0,0289	0,0289	0,0289	
Altura (média)	9,9333	9,9000	10,0000	9,9667	10,0833	
Altura (desvio padrão)	0,0577	0,1732	0,0000	0,0577	0,0289	

Tabela 5: Medidas realizadas após a etapa de compactação

Fonte: Elaborado pelo autor

Na tabela estão presentes os resultados das médias e desvio padrão das medições de massa, altura e diâmetro dos corpos de prova. Portanto, com os CPs compactados e medidos, eles foram, então, sinterizados e novas medidas foram realizadas e constam na Tabela 6.

Tabela 6: Medidas realizadas após a etapa de sinterização					
Amostras	M1	M2	M3	M4	M5
Massa (média)	33,8233	33,9267	33,9400	33,8233	33,8600
Massa (desvio padrão)	0,1704	0,1747	0,0693	0,1060	0,1249
Diâmetro (média)	27,3000	27,4833	27,5333	27,6667	27,5500
Diâmetro (desvio padrão)	0,1323	0,0289	0,1443	0,1443	0,0500
Altura (média)	11,8167	12,0667	12,2667	11,9333	12,2500
Altura (desvio padrão)	0,2930	0,3055	0,2517	0,20822	0,2500

Fonte: Elaborado pelo autor

Nesta tabela estão presentes os resultados das médias e desvio padrão das medições de massa, altura e diâmetro dos corpos de prova que foram realizados após a sinterização.

4.3.1 Variação mássica

A Tabela 7 contém os resultados da variação mássica dos CPs sinterizados, em função das medidas obtidas após as etapas de sinterização e compactação.

Amostras	$m_{o}\left(g ight)$	$m_{s}\left(g ight)$	VM (%)
M1	29,91	33,82	13,08
M2	29,97	33,93	13,19
M3	29,95	33,94	13,33
M4	29,97	33,82	12,86
M5	29,85	33,86	13,43

Tabela 7: Variação mássica

É possível observar que os resultados de variação mássica estão variando conforme a composição e todos são valores positivos, portanto, os corpos de prova ganham massa durante a sinterização. Esse ganho ocorreu porque o ferro sofre oxidação no forno, fazendo, assim, uma camada de óxido se formar durante o processo, o que irá aumentar a massa do CP.

É possível observar também que não há uma ordem crescente ou decrescente quanto ao valor de retração linear, mas até a amostra M3 há uma ordem e a M5 possui maior variação. Dessa forma, apenas a amostra M4 possui uma variação diferente. Isto possivelmente aconteceu porque quando os CPs foram sinterizados e retirados do forno, alguns ficaram presos aos tijolos. Neste sentido, isto pode implicar em uma pequena perda de massa aleatoriamente entre os corpos.

4.3.2 Retração linear

A Tabela 8 contém os resultados da retração linear dos CPs sinterizados, em função das medidas obtidas após as etapas de sinterização e compactação.

Amostras	$L_0 (mm)$	L _s (mm)	RT (%)
M1	9,93	11,82	- 18,96
M2	9,90	12,07	-21,89
M3	10,00	12,27	-22,67
M4	9,97	11,93	-19,73
M5	10,08	12,25	-21,49

Tabela 8: Retração Linear

É possível observar que os valores da retração estão variando conforme a composição e todos são valores negativos, portanto, os corpos de prova aumentam durante a sinterização. Normalmente na MP, os CPs devem diminuir, pois, a dilatação que acontece nesta etapa não tem o objetivo de expandir o corpo, e sim de fechar os poros. Contudo, essa expansão ocorreu porque o ferro sofre oxidação no forno, fazendo, assim, uma camada de óxido se formar durante o processo, o que irá aumentar suas dimensões.

É possível observar também que não há uma ordem crescente ou decrescente quanto ao valor de retração linear e a amostra M3 possui o maior valor em módulo, isto aconteceu, possivelmente, porque quando os CPs foram sinterizados e retirados do forno, alguns ficaram presos aos tijolos. Dessa forma, isto pode implicar em uma pequena perda de comprimento aleatoriamente entre os corpos.

4.3.3 Porosidade

A Tabela 9 apresenta os resultados obtidos a partir da equação 3, onde a densidade medida na tabela representa a média das densidades medidas de três CPs para cada mistura.

Amostras	Densidade medida (g/cm ³)	Densidade teórica (g/cm ³)	Poros (%)
M1	4,89	7,87	37,85
M2	4,74	7,83	39,45
M3	4,65	7,79	40,32
M4	4,72	7,75	39,16
M5	4,64	7,71	39,85

Tabela 9: Porosidade

Como aconteceu para os resultados de variação mássica e retração linear, os percentuais de porosidade não apresentam uma ordem total crescente ou decrescente, onde da mistura M1 até à M3, ainda apresenta valores crescentes, contudo, na amostra M4 diminui e na M5 volta a crescer. O que ocorreu pode ser considerado pelo mesmo motivo dos resultados anteriores, pois o fato de pequena parte do CPs ter ficado presa no tijolo influenciou nas medidas de massa e volume e, como consequência, na densidade. Entretanto, caso o resultado da mistura M4 seja desconsiderado, é possível observar uma ordem crescente de porosidade, onde maior concentração de Nb₂O₅ acarreta mais poros.

Os resultados apresentados confirmam as observações realizadas na microscopia óptica. Outra observação interessante é que os valores de porosidade não estão elevados, com exceção do M4, visto que nenhum deles alcançou 40%. Isto pode influenciar positivamente nas propriedades mecânicas já que menor quantidade de poros é algo desejado.

4.4 Análise de propriedades mecânicas

4.4.1 Dureza Rockwell B

A Tabela 10 apresenta os resultados obtidos a partir do ensaio de dureza, onde os dados presentes estão levando em conta apenas a média e desvio padrão de cada mistura.

Tabela 10: Dureza			
Mistura	Dureza média (HRB)	Desvio padrão (HRB)	
M1	51,50	0,88	
M2	55,50	1,41	
M3	59,50	1,33	
M4	56,75	0,92	
M5	53,90	1,10	
M6	79,05	3,41	

Fonte: Elaborado pelo autor

Na tabela, é possível notar a mesma tendência de crescimento nos resultados anteriores, então, com o intuito de facilitar a visualização dos dados, o Gráfico 8 foi plotado de acordo com os valores presentes na Tabela 10.

Gráfico 8: Dureza



Fonte: Elaborado pelo autor

Por meio desta visualização é possível perceber o quanto a dureza é maior para o percentual de 5,0 %p Nb₂O₅, chegando a quase 80 HRB. Como aconteceu também para os resultados de variação mássica e retração linear, a amostra M3 conseguiu obter valor superior às demais quando comparada à M1, M2, M4 e M5, dando a entender que valores próximos ao intervalo de 0 a 1 %p de Nb₂O₅ precisam ser investigados de melhor maneira.

Ocorreram problemas para conseguir realizar o ensaio de dureza Rockwell B da amostra M7, isto aconteceu por problemas de fixação da peça, fazendo, assim, com que as medidas tiradas saíssem com grande divergência entre si.

Com respeito à amostra M8, representada na Figura 12, não foi possível ela chegar até ao ensaio mecânico, pois quando saiu da sinterização foi formada uma camada de oxidação com dureza muito elevada, portanto, para realizar as análises na peça, um passe de desbaste, com intuito de facear a amostra, iria ser realizado — contudo, ao tentar prender o CP na placa do torno ele quebrou —. Quando quebrado, ao olhar a peça — que estava além da camada de oxidação — foi possível ver que alguns pós ainda estavam soltos e, como consequência, o corpo

de prova não sinterizou. O possível motivo deste acontecimento pode ser porque a camada oxidante formada se tornou como uma capa térmica para o disco, possuindo, assim, grande resistência térmica e impedindo o calor de chegar ao centro do CP. Uma hipótese para resolução deste problema em trabalhos futuros necessita de um forno a vácuo para impedir ao máximo a formação da camada oxidante.

Um aço SAE 1020, laminado a quente, possui dureza de 111 HB (SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS, 1995), usando auxílio da norma ASTM E140 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING & MATERIALS, 2010) para converter as escalas e efetuar a comparação, observa-se que o Fe com adições de 1 e 5 %p de Nb₂O₅ possui dureza de 106,5 e 147,15 HB, respectivamente, garantindo, desta forma, que essa adição do pentóxido de nióbio consiga conferir uma dureza próxima à obtida por uma adição de 0,20 %p de C.

5 CONCLUSÕES

Neste trabalho foi estudada a possibilidade da produção de ligas de Fe-Nb2O5 utilizando o método de MP, onde todos os parâmetros para fabricação se mantiveram constantes e apresentou variação nos percentuais do pentóxido de nióbio na liga metálica, apenas. Então foi investigado sobre a análise de composição química e as propriedades físicas e mecânicas da liga fabricada.

Foi possível concluir que os corpos de prova conseguiram ser caracterizados sem a perda de formato, permitindo a realização dos ensaios neles, com exceção apenas da mistura com 50% de cada elemento. Além disso, nas propriedades físicas e mecânicas houve uma tendência de crescimento dos resultados, quando vistos em módulo, conforme havia o aumento do conteúdo do pentóxido de nióbio, onde isto aconteceu para o intervalo de 0 a 1 %p do Nb2O5.

Nas propriedades físicas, o fato da mistura com 1 %p do pentóxido de nióbio possuir o maior valor de porosidade, sendo este superior a 40%, foi o principal ponto negativo do estudo, onde é visto que há a necessidade de otimizar os parâmetros com o intuito de diminuir um pouco a porosidade da liga, dado que estes atuam como concentradores de tensão. Já na análise de dureza, foram obtidos valores satisfatórios, podendo, assim, justificar a utilização deste material para alguma aplicação industrial que demande de suas propriedades, necessitando, dessa forma, efetuar estudos mais aprofundados com relação ao custo de fabricação deste produto em comparação a outros e avaliação de outras propriedades, como resistência à corrosão, tenacidade e resistência à tração.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com relação a outros fatos importantes observados, no processo de sinterização, viu-se a necessidade de um forno com maior potência para sinterizar a amostra com composição de 50%p de Nb2O5, sendo necessário, ainda, a utilização de atmosfera controlada para controlar o processo de oxidação. Com relação às demais ligas, elas foram fabricadas normalmente, não possuindo nenhum problema depois dos ajustes de parâmetros.

Nos testes de FRX, foi possível obter mais sobre a composição dos pós obtidos, onde é visto que o material possui pouca impureza – sendo importante ressaltar que o material obtido pela CBMM possuía tão pouco grau de impureza, que o equipamento não conseguiu identificar quais elementos eram estes –. Além disso, os resultados do DRX, fundamentalmente, confirmaram sobre os resultados da fluorescência de raios X para amostras com pós puros e nas misturas, foi avaliado apenas uma região da peça, onde foram encontradas formação de nova fase e formação de solução sólida, sendo interessante novamente ressaltar que a existência de uma não anula a outra.

Com relação à retração linear e variação mássica, o que era esperado aconteceu, em que os CPs ganharam massa e aumentaram o seu volume devido à oxidação formada em sua superfície. Sobre a porosidade, notou-se ser interessante estudar sobre variações nos parâmetros da MP com a finalidade de diminuir o índice de porosidade nas amostras, dado que isso tornará o material menos resistente, onde a microscopia óptica comprovou que o aumento do conteúdo de Nb₂O₅ implicava, essencialmente, no aumento de porosidade da amostra, fazendo, assim, necessário análises mais profundas de microscopia, como, por exemplo, a utilização de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) para poder identificar tamanhos mensurados discretamente e formato de partículas.

6.1 Sugestões para trabalhos futuros

Para o desenvolvimento de novos estudos, incentivando a continuação ou aplicação deste trabalho, seguem sugestões para trabalhos futuros:

- Investigar as propriedades mecânicas para composições bem próximas à 1,0 %p de Nb₂O₅, para entender o funcionamento desta liga;
- Reprodução de ligas com 50%p de Nb₂O₅, com o estudo da camada de oxidação formada mostrando elevada dureza e fragilidade, utilizando, assim, algum tipo de atmosfera que reduza a oxidação que acontece no ferro;
- Investigação de outras propriedades mecânicas, como resistência à tração e compressão;
- Aprofundar o estudo de sinterização, utilizando a variação de parâmetros no processo, como pressão de compactação e temperatura de sinterização, visando, assim, a otimização das propriedades mecânicas e diminuindo a porosidade do material;

- Realizar um estudo sobre a viabilidade econômica destas ligas em comparação com o aço, dado que a grande reserva pertencente ao Brasil poderia facilitar a produção para esta categoria de liga para várias aplicações;
- Análise da influência da granulometria dos pós utilizados sobre as propriedades físicas e mecânicas;
- Estudo da influência da porosidade com concentrador de tensão nas ligas de Fe- Nb₂O₅.

REFERÊNCIAS

ALLEN, T. Particle size measurement, 4 ed., London: Chapman and Hall, 1993.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING & MATERIALS (Filadélfia). E140 - 07. Standard hardness conversion tables for metalsrelationship among brinell hardness, vickers hardness, rockwell hardness, superficial hardness, knoop hardness, and scleroscope hardness, [S. 1.]: MC Master University, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (Rio de Janeiro). NBR NM ISO 6508-1:2008. **Ensaios de dureza Rockwell:** Parte 1: Método de ensaio, Rio de Janeiro, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (Rio de Janeiro). NBR 9623:1986. **Determinação da contração e pós contração em corpos de prova moldados por compressão e injeção em formas de barra**, Rio de Janeiro, 1986.

BEJARANO, Jose Miguel Zelaya. **Estudo do diagrama de fase Fe-Nb, rico em nióbio**. 1979. 98 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1979.

BEJARANO, Jose Miguel Zelaya. **Estudo do diagrama ternário ferro-alumínio-nióbio**. 1993. 158 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1993.

BOICKO, Alysson Luís. **Estudo da união de componentes de ligas ferrosas por sinterização**. 2011. 63 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2011

BRITO, F. Iran Gomes; MEDEIROS, Katarine F; LOURENÇO, Jorge Magner. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, Rio Grande do Norte, ano 23, v. 3, ed. 33, p. 204-211, 2007.

BUBANI, Franco de Castro; DECARLI, Célia Cristina Moretti; MARQUES, Daniel Cirillo; BARBOSA, Celso Antonio; DINIZ, Anselmo Eduardo; MEI, Paulo Roberto. Efeitos da adição de níquel em ligas ferro-cromo. Parte I: propriedades mecânicas. **Rem: Revista Escola de Minas**, [s. 1.], v. 60, ed. 1, p. 149-154, 2007.

BURGER, M; BERG, E; CHO, S. H.; SCHATZ, A. Fragmentation process in gas and water atomization plants for process optimization purposes. **Powder Metallurgy International**, v.21, n.6, p.10-15, 1989.

CALLISTER, William; RETHWISCH, David. Ciência e Engenharia dos Materiais - Uma Introdução-LTC. 2012.

CHIAVERINI, Vicente. Aços e ferros fundidos. [S. l.]: ABM, 2012. 599 p. ISBN 8577370410.

ERDEN, Mehmet Akif. The effect of the sintering temperature and addition of niobium and vanadium on the microstructure and mechanical properties of microalloyed pm steels. **Metals**, [s. l.], v. 7, ed. 9, p. 329-344, 2017.

GALDINO, André Gustavo de Sousa. **Caracterização mecânica e microestrutural de cerâmicas porosas obtidas a partir de diferentes aluminas**. 2003. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2003.

GALIOTTO, Alexandre. **Estudo da sinterabilidade de materiais ferrosos contendo elevados teores de sulfeto como aditivos**. 2005. 88 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005

GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime Alvares; SANTOS, Carlos Alexandre. **Ensaios de Materiais.** Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2000.

GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ. A Metalurgia do Pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental. 1ª edição São Paulo: Metallum Eventos Técnicos, 2009. 320 p.

HANSEN, Max; ELLIOTT, Rodney P. Constitution of Binary Alloys. First- Supplement. 2. ed. [S. 1.]: McGraw-Hill, 1965. 1305 p.

KNIESS, Cláudia Terezinha. **Desenvolvimento e caracterização de materiais cerâmicos com adição de cinzas pesadas de carvão mineral**. 2005. 279 p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005.

LIMA, Samille Kricia Bezerra. **Reaproveitamento de cinzas de madeira para a produção de cerâmica vermelha e estudo das propriedades mecânicas e tecnológicas pós sinterização**. 2021. 78 p. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Ceará, Russas, 2021.

LOBO, Candido Jorge de Sousa. **Estudo das propriedades mecânicas de ligas Fe-Ni e Fe-Ni-Mo processadas por metalurgia do pó**. 2014. 159 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2014.

MORO, Norberto; AURAS, André Paegle. Processos de Fabricação: Metalurgia do Pó e o futuro da Indústria. **Revista Tecnológica do Instituto Federal de Santa Catarina**, Florianópolis, p.01-28, 01 set. 2007.

MOURISCO, Aroldo José. **Preparação e caracterização de compósito de matriz de alumínio 1100 com partículas de SiC por metalurgia do pó**. 1995. 101 p. Dissertação (Mestrado em Ciências na área de tecnologia nuclear) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2005.

MUTHAIAH, V. M. Suntharavel; MULA, Suhrit. Evolution of microstructures and mechanical properties of spark plasma sintered Fe-Cr-Nb alloys. **Materials Science and Engineering: A**, [*s. l.*], v. 739, p. 367-376, 2019.

NAZARI, Keivan A.; NOURI, Alireza; HILDITCH, Tim. Mechanical properties and microstructure of powder metallurgy Ti–xNb–yMo alloys for implant materials. **Materials & Design**, [*s. l.*], v. 88, p. 1164-1174, 2015.

PANDA, Anton; JANČÍK, Marek; PANDOVÁ, Iveta. Components from Powder Metallurgy. **Transfer inovácií**, [*s. l.*], ed. 33, p. 10-11, 31 dez. 2016.

PAPINI, Claudemir J. LEAL NETO, Ricardo M. Análise granulométrica de pós metálicos por difração de laser via seca. **In: Congresso Brasileiro De Engenharia E Ciência Dos Materiais**, 17., 15-19 de novembro, 2006, Foz do Iguaçu, PR. Anais. 2006. p. 5024-5035

PEREIRA JÚNIOR, Rui Fernandes. Nióbio. Agência Nacional de Mineração, Belo Horizonte, 2018.

SCHAEFFER, Lírio. Manufatura por Conformação Mecânica: Projetar, Fabricar E Utilizar. 1. ed. [S. 1.]: Imprensa Livre, 2006. 224 p. ISBN 8576974355.

SILVA, Angelus Giuseppe Pereira; ALVES JUNIOR, Clodomiro. A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. **Cerâmica**, vol. 44, n. 290, p. 225-232, 1998.

SILVA, Lara Cristina Teobaldo. **Estudo da sinterização de produtos cerâmicos fabricados a partir da cinza da combustão da lenha**. 2021. 42 p. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Ceará, Russas, 2021.

SIM, Kyong-Ho; WANG, Guofeng; SON, Ryong-Chol; CHOE, Sang-Lin. Influence of mechanical alloying on the microstructure and mechanical properties of powder metallurgy Ti₂AlNb-based alloy. **Powder Technology**, [*s. l.*], v. 317, p. 133-141, 2017.

SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS (Pennsylvania). **SAE Handbook**. [S. l.]: Society of Automotive Engineers, 1995. ISBN 9781560915850.

SOUZA, Marco Antônio. **Estudo do processo de sinterização de cinzas de bagaço de canade-açúcar por forno resistivo e de vitrificação por combustão de gás natural assistido por tocha de plasma tipo arco deslizante**. 2014. 68 p. Dissertação (Mestrado em Processamento de Materiais e Catálise) – Universidade do Vale do Paraíba, São José dos Campos, 2014.

WEN, Ming; WEN, Cuie; HODGSON, Peter; LI, Beta Yuncang. Fabrication of Ti–Nb–Ag alloy via powder metallurgy for biomedical applications. **Materials & Design**, [*s. l.*], v. 56, p. 629-634, 2014.