



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CAMPUS DE RUSSAS
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

BEATRIZ DA COSTA LIMA

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO NAS
PROPRIEDADES DE UMA LIGA DE ALUMÍNIO PRODUZIDA POR METALURGIA
DO PÓ

RUSSAS

2022

BEATRIZ DA COSTA LIMA

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO NAS PROPRIEDADES DE
UMA LIGA DE ALUMÍNIO PRODUZIDA 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 Bacharela 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)

- L696e Lima, Beatriz da Costa.
Estudo da influência de pentóxido de nióbio nas propriedades de uma liga de alumínio produzida por metalurgia do pó / Beatriz da Costa Lima. – 2022.
75 f. : 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. Pentóxido de nióbio. 2. Ligas de alumínio. 3. Metalurgia do pó. 4. Dureza. I. Título.
- CDD 620.1
-

BEATRIZ DA COSTA LIMA

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO NAS PROPRIEDADES DE
UMA LIGA DE ALUMÍNIO PRODUZIDA 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
Bacharela em Engenharia Mecânica.

Aprovada em: 07/02/2022.

BANCA EXAMINADORA

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

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

Prof. Dr. Pedro Helton Magalhães Pinheiro
Universidade Federal do Ceará (UFC)

A Deus.

Aos meus pais, Jernúbia e Eliezer, que sempre acreditaram no meu potencial e me estimularam a continuar firme nessa jornada.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por me escutar e acalmar nas fases mais difíceis pelas quais passei, proporcionando-me saúde, paz e forças para continuar trilhando os caminhos escolhidos.

Aos meus pais, Jernúbia e Eliezer, que sempre acreditaram no meu potencial e me incentivaram a continuar firme nessa busca por conhecimento e crescimento pessoal e profissional. Agradeço também à minha segunda mãe, Joeci, que sempre se preocupou comigo e me incentivou a continuar, apesar de todas as dificuldades.

Ao meu irmão Francisco Jeison e à minha família por todo o apoio e preocupação, buscando me ajudar de todas as formas possíveis.

Ao meu namorado, Jeliel, por toda a preocupação, ajudando-me em todas as fases difíceis, e pela motivação diária, incentivando-me a superar todos obstáculos.

A todos os professores que conheci ao longo da graduação e, em especial, aos professores Dr. Pedro Helton e Me. Ramon Rudá por todo conhecimento repassado e por toda a disposição para ajudar.

Aos técnicos de Engenharia Mecânica Marcos Ridiley, Orismildes Neto e Bruno de Oliveira por toda a ajuda na produção deste trabalho e por proporcionarem momentos de descontração.

À todas as amigas que adquiri ao longo dessa jornada, permitindo-me vivenciar momentos divertidos e compartilhar diversos conhecimentos importantes. Espero levá-los por toda minha vida.

Ao meu orientador, Dr. Cândido Jorge, pela boa orientação e por todo auxílio necessário à produção deste trabalho.

Às empresas Brats – Filtros Sinterizados e CBMM, pela doação dos materiais que possibilitaram o desenvolvimento deste trabalho.

“A persistência é o caminho do êxito.”

Charles Chaplin

RESUMO

Alumínio e suas ligas são uns dos materiais metálicos mais versáteis, econômicos e atrativos do mercado devido às suas características e à sua vasta série de aplicações, que vai desde peças decorativas até a construção de automóveis, navios e aeronaves. Suas ligas são constituídas de uma matriz de alumínio e outros elementos responsáveis por proporcionar novas propriedades ou melhorar as já existentes. Além disso, outro metal com uma grande variedade de aplicações tanto industriais quanto comerciais é o nióbio, o qual ainda é pouco explorado em solo brasileiro, uma vez que o Brasil é detentor de mais de 90% das reservas mundiais desse material. Assim como o alumínio possui suas ligas, o nióbio também apresenta variações de composição, os chamados óxidos de nióbio, sendo o pentóxido de nióbio, também conhecido por Nb_2O_5 , um dos mais produzidos e comercializados que existe. Dessa forma, o presente trabalho tem o objetivo de combinar um pó de liga de alumínio com um pó de pentóxido de nióbio, estando este em proporções de 5%, 10% e 50% de %peso, através de técnicas de metalurgia do pó. Além disso, o trabalho busca realizar caracterizações física (retração linear, variação mássica e porosidade), mecânica (dureza), microestrutural (microscopias óptica e eletrônica de varredura e difração de raios-X) e química (fluorescência de raios-X) das misturas, avaliando a influência do pentóxido de nióbio nas propriedades gerais da liga de alumínio. Os resultados mostraram que não houve uma padronização nos dados de retração linear. Ademais, notou-se que quanto maiores as proporções de pentóxido de nióbio, maiores as porcentagens obtidas de variação mássica e porosidade, indicando a incompleta eliminação de gases internos produzidos durante a sinterização. Já a dureza da combinação passou de uma média de 29,31 HRA na liga com 0% de Nb_2O_5 para 82,40 HRA na mistura com 50% de Nb_2O_5 , um aumento geral de, aproximadamente, 280%. Portanto, o trabalho permitiu comprovar que a adição de diferentes porcentagens de pentóxido de nióbio a uma liga de alumínio é capaz de melhorar propriedades específicas, como dureza. Entretanto, a alteração de outras propriedades como a porosidade, a retração linear e a variação mássica devem ser analisadas de acordo com a aplicação desejada.

Palavras-chave: pentóxido de nióbio; ligas de alumínio; metalurgia do pó; dureza.

ABSTRACT

Aluminum and its alloys are one of the most versatile, economical and attractive metallic materials on the market due to their characteristics and their wide range of applications, ranging from decorative parts to the construction of automobiles, ships and aircraft. Its alloys consist of an aluminum matrix and other elements responsible for providing new properties or improving existing ones. In addition, another metal with a wide variety of applications, both industrial and commercial, is niobium, which is still little explored in Brazilian soil, since Brazil holds more than 90% of the world's reserves of this material. Just as aluminum has its alloys, niobium also has variations in composition, the so-called oxides of niobium, and niobium pentoxide, also known as Nb₂O₅, is one of the most produced and commercialized that exists. Thus, the present work aims to combine an aluminum alloy powder with a niobium pentoxide powder, in proportions of 5%, 10% and 50% by %weight, through powder metallurgy techniques. In addition, the work seeks to perform physical (linear shrinkage, mass variation and porosity), mechanical (hardness), microstructural (optical and scanning electron microscopy and X-ray diffraction) and chemical (X-ray fluorescence) characterizations of the mixtures, evaluating the influence of niobium pentoxide on the general properties of the aluminum alloy. The results showed that there was no standardization in the linear shrinkage data. Furthermore, it was noted that the higher the proportions of niobium pentoxide, the higher the percentages of mass variation and porosity obtained, indicating the incomplete elimination of internal gases produced during sintering. The hardness of the combination went from an average of 29.31 HRA in the alloy with 0% Nb₂O₅ to 82.40 HRA in the mixture with 50% Nb₂O₅, an overall increase of approximately 280%. Therefore, the work showed that the addition of different percentages of niobium pentoxide to an aluminum alloy is capable of improving specific properties, such as hardness. However, changes in other properties such as porosity, linear shrinkage and mass variation must be analyzed according to the desired application.

Keywords: niobium pentoxide; aluminum alloys; powder metallurgy; hardness.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fluxograma do processo de metalurgia do pó	20
Figura 2 – Formas geométricas das partículas de pós metálicos	22
Figura 3 – Compactação uniaxial de simples ação	25
Figura 4 – Compactação uniaxial de dupla ação	26
Figura 5 – Representação esquemática do processo de compressão isostática	27
Figura 6 – Injeção de pós	28
Figura 7 – Etapas da sinterização por fase sólida	30
Figura 8 – Etapas da sinterização por fase líquida	31
Figura 9 – Fluxograma das atividades executadas na fase experimental	37
Figura 10 – Balança eletrônica de precisão	38
Figura 11 – Recipiente e espátula para manuseio dos pós	38
Figura 12 – Molde metálico utilizado na compactação dos pós	39
Figura 13 – Máquina de ensaios universal Emic	39
Figura 14 – Forno Mufla utilizado na sinterização	41
Figura 15 – Paquímetro digital	44
Figura 16 – Tipos de ensaio de dureza	46
Figura 17 – Escalas de dureza Rockwell	47
Figura 18 – Durômetro analógico Rockwell	47
Figura 19 – Politriz de lixamento e polimento	48
Figura 20 – Microscópio óptico	49
Figura 21 – Microscópio eletrônico de varredura	50
Figura 22 – Difratometro	51
Figura 23 – Corpos de prova após a compactação	52
Figura 24 – Corpos de prova após a sinterização	53

Figura 25 – Amostra de pentóxido de nióbio rompida	62
Figura 26 – Micrografias ópticas com ampliação de 200x	64
Figura 27 – Microscopia eletrônica de varredura da liga de alumínio	65

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – Influência do pentóxido de nióbio na %poros	59
Gráfico 2 – Dureza HRA vs Misturas	63
Gráfico 3 – Difratoograma da liga de alumínio	66
Gráfico 4 – Difratoograma do pentóxido de nióbio	66
Gráfico 5 – Difratoograma da mistura Liga-5%Nb ₂ O ₅	67
Gráfico 6 – Difratoograma da mistura Liga-10%Nb ₂ O ₅	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais características do pó de pentóxido de nióbio	36
Tabela 2 – Cargas de compactação dos corpos de prova confeccionados	40
Tabela 3 – Temperatura e tempo de sinterização dos compactados	42
Tabela 4 – Composição química da liga de alumínio	53
Tabela 5 – Composição química do pentóxido de nióbio	54
Tabela 6 – Retração linear dos corpos de prova da liga de alumínio	54
Tabela 7 – Retração linear dos corpos de prova Liga-5%Nb ₂ O ₅	55
Tabela 8 – Retração linear dos corpos de prova Liga-10%Nb ₂ O ₅	55
Tabela 9 – Retração linear dos corpos de prova Liga-50%Nb ₂ O ₅	55
Tabela 10 – Retração linear dos corpos de prova de pentóxido de nióbio	55
Tabela 11 – Variação mássica dos corpos de prova da liga de alumínio	56
Tabela 12 – Variação mássica dos corpos de prova de Liga-5%Nb ₂ O ₅	56
Tabela 13 – Variação mássica dos corpos de prova de Liga-10%Nb ₂ O ₅	56
Tabela 14 – Variação mássica dos corpos de prova de Liga-50%Nb ₂ O ₅	57
Tabela 15 – Variação mássica dos corpos de prova de pentóxido de nióbio	57
Tabela 16 – Porosidade das amostras da liga de alumínio	58
Tabela 17 – Porosidade das amostras de Liga-5%Nb ₂ O ₅	58
Tabela 18 – Porosidade das amostras de Liga-10%Nb ₂ O ₅	59
Tabela 19 – Porosidade das amostras de Liga-50%Nb ₂ O ₅	59
Tabela 20 – Porosidade das amostras de pentóxido de nióbio	59
Tabela 21 – Dureza HRB da amostra liga de alumínio	60
Tabela 22 – Dureza HRB da amostra de Liga-5%Nb ₂ O ₅	61
Tabela 23 – Dureza HRC da amostra de Liga-10%Nb ₂ O ₅	61
Tabela 24 – Dureza HRC da amostra de Liga-50%Nb ₂ O ₅	61
Tabela 25 – Conversão de durezas	62

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 – Determinação da temperatura de sinterização da mistura	41
Equação 2 – Equação da retração linear de um material	44
Equação 3 – Equação da variação mássica	44
Equação 4 – Equação da porcentagem de poros em uma amostra	45
Equação 5 – Densidade teórica da liga de alumínio	58

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	Objetivos	17
<i>1.1.1</i>	<i>Objetivos Gerais</i>	17
<i>1.1.2</i>	<i>Objetivos Específicos</i>	17
1.2	Justificativas	18
2	REFERENCIAL TEÓRICO	19
2.1	Metalurgia do Pó	19
<i>2.1.1</i>	<i>Morfologia dos Pós Metálicos</i>	21
<i>2.1.2</i>	<i>Compactação</i>	23
<i>2.1.2.1</i>	<i>Compactação Uniaxial em Matriz</i>	24
<i>2.1.2.2</i>	<i>Compactação Isostática</i>	26
<i>2.1.2.3</i>	<i>Injeção de Pós</i>	27
<i>2.1.3</i>	<i>Sinterização</i>	28
<i>2.1.3.1</i>	<i>Sinterização por Fase Sólida</i>	29
<i>2.1.3.2</i>	<i>Sinterização por Fase Líquida</i>	30
<i>2.1.4</i>	<i>Aditivos</i>	31
<i>2.1.4.1</i>	<i>Lubrificantes</i>	32
<i>2.1.4.2</i>	<i>Ligantes</i>	33
2.2	Pós Metálicos	33
<i>2.2.1</i>	<i>Pó de Alumínio</i>	33
<i>2.2.1.1</i>	<i>Elementos de Liga</i>	34
<i>2.2.2</i>	<i>Pó de Pentóxido de Nióbio (Nb₂O₅)</i>	35
3	MATERIAIS E METODOLOGIA	36
3.1	Materiais Utilizados	36
3.2	Metodologia	37
<i>3.2.1</i>	<i>Confecção dos Corpos de Prova</i>	37
<i>3.2.1.1</i>	<i>Pesagem dos Pós</i>	37
<i>3.2.1.2</i>	<i>Compactação dos Pós</i>	39
<i>3.2.1.3</i>	<i>Sinterização dos Compactados Verdes</i>	40
3.3	Caracterização das Amostras	42
<i>3.3.1</i>	<i>Caracterização Química</i>	43

3.3.1.1	<i>Análise Química Via Fluorescência de Raios-X</i>	43
3.3.2	Caracterização Física	43
3.3.2.1	<i>Retração Linear</i>	43
3.3.2.2	<i>Variação Mássica</i>	44
3.3.2.3	<i>Porosidade</i>	45
3.3.3	Caracterização Mecânica	45
3.3.3.1	<i>Dureza</i>	45
3.3.4	Caracterização Microestrutural	48
3.3.4.1	<i>Microscopia Óptica (MO)</i>	48
3.3.4.2	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	49
3.3.4.3	<i>Difração de Raios-X (DRX)</i>	50
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
4.1	Produção das Amostras	52
4.2	Caracterização Química	53
4.2.1	<i>Fluorescência de Raios-X (FRX)</i>	53
4.3	Caracterização Física	54
4.3.1	<i>Retração Linear</i>	54
4.3.2	<i>Variação Mássica</i>	56
4.3.3	<i>Porosidade</i>	57
4.4	Caracterização Mecânica	60
4.4.1	<i>Dureza</i>	60
4.5	Caracterização Microestrutural	63
4.5.1	<i>Microscopia Óptica (MO)</i>	63
4.5.2	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	65
4.5.3	<i>Difração de Raios-X (DRX)</i>	66
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	69
	REFERÊNCIAS	71

1 INTRODUÇÃO

O alumínio é um metal não ferroso de grande abundância na crosta terrestre, apresentando-se como um dos materiais mais vendidos e consumidos pela população, estando o Brasil na 6ª posição mundial de produção dele. Devido à diversidade de características atraentes que possui, o alumínio é aplicado nos mais variados setores. Sua resistência, leveza e condutividade elétrica, por exemplo, fazem com que ele seja amplamente utilizado na engenharia aeronáutica, na construção de navios, de pontes e de automóveis.

De acordo com a Associação Brasileira do Alumínio (ABAL) esse material é extremamente versátil, pois possui um ponto de fusão 660 °C, considerado relativamente baixo (quando comparado ao aço), elevada resistência à oxidação, condutibilidade térmica maior que a do aço, elevada refletividade e propriedades antimagnéticas. Além de todas essas características, o alumínio pode ser infinitamente reciclado, sem perda de suas propriedades físico-químicas.

Quando elementos de liga são adicionados a uma matriz de alumínio são originadas as ligas de alumínio, cuja principal função é aumentar a resistência mecânica sem o prejuízo das demais propriedades. Elementos como cobre, silício, estanho, titânio e outros podem ser adicionados, conferindo propriedades diferentes. Com isso, novas ligas têm sido desenvolvidas atualmente, combinando propriedades adequadas a aplicações específicas.

Dentre os vários materiais sendo aplicados como elementos de liga, encontra-se o nióbio. Ele é um metal de transição capaz de transformar as propriedades de outros materiais, tornando-os mais eficientes. Por conta disso, apresenta atualmente inúmeras aplicações, estando presente na estrutura de pontes e edifícios, em turbinas de avião, em sondas espaciais, em foguetes, nas tubulações a gás e vários outros.

Além disso, o nióbio possui alta condutividade térmica e elétrica, maleabilidade, ductilidade e altas resistências à corrosão, ao calor e ao desgaste, além de agregar dureza e resistência às ligas metálicas. Quando combinado com o aço, por exemplo, ele melhora suas propriedades exigindo menos material durante a fabricação da peça e reduzindo as emissões de carbono. (CBMM, 2022)

Diante disso, o presente trabalho tem o objetivo de combinar um pó de liga de alumínio com um pó de pentóxido de nióbio, estando este em proporções de 5%, 10% e 50% de peso, através de técnicas de metalurgia do pó. Além disso, o trabalho busca realizar caracterizações física (retração linear, variação mássica e porosidade), mecânica (dureza), microestrutural (microscopias óptica e eletrônica de varredura e difração de raios-X) e

química (fluorescência de raios-X) das misturas, avaliando a influência do pentóxido de nióbio nas propriedades gerais da liga de alumínio.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivos Gerais

O presente trabalho tem o objetivo de combinar um pó de liga de alumínio com um pó de pentóxido de nióbio, estando este em proporções de 5%, 10% e 50% de %peso, através de técnicas de metalurgia do pó. Além disso, o trabalho busca realizar caracterizações física (retração linear, variação mássica e porosidade), mecânica (dureza), microestrutural (microscopias óptica e eletrônica de varredura e difração de raios-X) e química (fluorescência de raios-X) das misturas, avaliando a influência do pentóxido de nióbio nas propriedades gerais da liga de alumínio.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Analisar a viabilidade da produção de amostras pela técnica de metalurgia do pó.
- Estabelecer temperaturas e tempos de sinterização adequados para cada uma das misturas, de modo a garantir boa sinterização das amostras;
- Determinar a composição química dos pós liga de alumínio e pentóxido de nióbio através da técnica de fluorescência de raios-X (caracterização química);
- Realizar a caracterização física, por meio dos cálculos de retração linear (%RL) e variação mássica ($\Delta m(\%)$), de amostras das matérias-primas utilizadas, liga de alumínio e pentóxido de nióbio;
- Realizar a caracterização física, por meio dos cálculos de retração linear (%RL) e variação mássica ($\Delta m(\%)$), das misturas dos pós nas concentrações de 5%, 10% e 50% de pentóxido de nióbio;
- Realizar a caracterização mecânica das misturas, através de ensaios mecânicos de dureza, analisando alterações devido às diferentes concentrações de pentóxido de nióbio;

- Analisar a influência das diferentes porcentagens de pentóxido de nióbio na densidade da amostra e, conseqüentemente, na %poros existentes;
- Observar e analisar, através de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, os poros existentes nas amostras.

1.2 Justificativas

O Brasil é o detentor de mais de 95% das reservas de nióbio existentes no mundo. Em relação ao pentóxido de nióbio, também chamado de óxido de nióbio V, mais de 6 milhões de toneladas estão retidas em território brasileiros (60% das reservas), distribuídas em reservas presentes em Minas Gerais, Amazonas e Goiás. (SOUZA, 2015)

Apesar desse fato, poucos foram os trabalhos desenvolvidos relacionando o pentóxido de nióbio e ligas de alumínio, sendo essa a motivação do desenvolvimento do presente trabalho. Portanto, espera-se que este sirva de incentivo para novos estudos e contribua para os campos acadêmico e industrial.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Metalurgia do Pó

Moro e Auras (2007) definem a metalurgia do pó (MP) como um processo de fabricação capaz de produzir peças que têm como matéria-prima um pó metálico ou não. Simplificadamente, esse processo consiste em compactar e/ou modelar uma mistura de pós (etapa de compactação) que se encontra em um molde ou matriz e, em seguida, aquecê-la (etapa de sinterização), objetivando melhorar a coesão da estrutura interna.

Esse processo, também conhecido pelo termo em inglês *Powder Metallurgy (PM)*, se difere dos processos de manufatura convencionais pelas seguintes características: (CHIAVERINI, 1992)

- a) Utilização de pós metálicos e não-metálicos como matéria-prima;
- b) Ausência ou presença apenas parcial de fase líquida durante a fabricação;
- c) Produção de peças com formato definitivo (*Net-shape*) ou quase definitivo, apresentando tolerâncias muito estreitas (*Near net-shape*), geralmente não se fazendo necessárias operações posteriores de acabamento;
- d) Produção de peças com geometrias complexas e de difícil fabricação por outros métodos;
- e) Processo altamente competitivo, devido a possibilidade de fabricação de peças em série.

Devido à produção de peças com tolerâncias muito estreitas, é possível afirmar que as perdas de matéria-prima durante a fabricação são mínimas, reduzindo os gastos com processos posteriores de acabamento, como a usinagem, e proporcionando um bom acabamento superficial. Esse processo apresenta ainda um alto grau de automatização, o que permite facilitar a execução das várias etapas e reduz a incidência de erros humanos.

Além disso, a metalurgia do pó apresenta um consumo energético menor que os demais processos tradicionais e permite o controle de algumas propriedades, as quais são impossíveis de serem controladas quando a peça é fabricada por métodos convencionais, como a fundição. Dentre as várias propriedades que podem ser controladas pode-se citar, por exemplo, a porosidade, a resistência e o magnetismo.

Apesar das inúmeras vantagens desse processo, Moro e Auras (2007) citam algumas desvantagens e limitações do processo:

Realizada a mistura dos pós, segue-se para as etapas fundamentais da metalurgia do pó: compactação e sinterização. Vale ressaltar que, caso seja necessário, essas etapas podem ser novamente efetuadas. Por fim, processos adicionais como calibração, usinagem, tratamentos térmicos e outros podem ser executados para incrementar a metalurgia do pó e permitir a produção de peças com as características definidas em projeto.

2.1.1 Morfologia dos Pós Metálicos

Os pós utilizados no processo de metalurgia do pó devem ser obtidos através de métodos de baixo custo, mas apresentando características que atendam aos requisitos de engenharia exigidos pela peça final. (CHIAVERINI, 1992)

Dependendo do método de obtenção dos pós, aspectos como forma, tamanho dos grãos e distribuição granulométrica diferentes são produzidos, influenciando diretamente nas propriedades finais da peça. Portanto, é de extrema importância conhecer as características específicas de cada um dos pós elementares que serão utilizados como matéria-prima, afim de assegurar a reprodução do comportamento desses pós durante seu processamento.

Chiaverini (1992) cita os principais parâmetros que os pós metálicos devem apresentar para a aplicação na metalurgia do pó:

- a) Pureza e composição química;
- b) Microestrutura da partícula;
- c) Tamanho da partícula e composição granulométrica;
- d) Porosidade da partícula;
- e) Densidade aparente;
- f) Velocidade de escoamento;
- g) Superfície específica;
- h) Compressibilidade;
- i) Resistência verde.

A determinação da composição química do pó e da pureza são fatores essenciais para definir quais as impurezas presentes, sejam elas metálicas ou não metálicas, haja vista que elas podem afetar diretamente as condições de compactação e sinterização. Nessa perspectiva, a existência de impurezas com características abrasivas, por exemplo, pode comprometer o produto final caso essa propriedade não seja alterada durante o procedimento.

Em relação à microestrutura da partícula, tem-se dois principais tipos capazes de influenciar nas etapas básicas da metalurgia do pó: estrutura monocristalina, na qual tamanho de partícula e tamanho de grão coincidem e policristalina, na qual cada uma das partículas contém vários grãos. Partículas policristalinas apresentam maior ductilidade, porém dificultam a compactação, devido à resistência à deformação das estruturas. Ademais, alterações dimensionais que podem ocorrer durante a sinterização são mais uniformes quando o pó apresenta essa estrutura, contribuindo para propriedades mecânicas finais superiores.

Dentre todas as características dos pós metálicos, o tamanho e a forma da partícula são considerados os mais importantes. Dependendo do método de obtenção do pó, diferentes formas podem ser obtidas, como pode ser visto na Figura 2.

Figura 2 – Formas geométricas das partículas de pós metálicos



Fonte: Moro e Auras, 2007 (com adaptações)

De acordo com Chiaverini (1992), a forma esférica é, aparentemente, a mais favorável para a compactação. Já em relação à sinterização, o formato irregular permite produzir compactados com melhores características, devido à interação dos contornos das várias partículas entre si. Além dos aspectos relacionados à forma das partículas, também é importante considerar a distribuição dos tamanhos dessas partículas, pois uma boa distribuição oferece condições mais adequadas de operação na metalurgia do pó.

Dentre os vários métodos para determinar o tamanho das partículas e a distribuição granulométrica do pó, um dos mais comuns é o peneiramento. Basicamente, nesse método o pó passa por peneiras com tamanhos de malha padronizadas que permitem separar as partículas de tamanhos diferentes, permitindo produzir uma visão adequada da composição granulométrica do material.

Outra característica intrínseca aos pós metálicos é a porosidade. Os poros, quando presentes, interferem em aspectos como densidade aparente e compressibilidade dos pós, acarretando, conseqüentemente, em porosidade na peça acabada. Entretanto, o nível de porosidade fica a critério da função que se deseja para a peça final, haja vista que a metalurgia do pó permite realizar o controle dessa característica.

A densidade aparente de um pó metálico é uma característica expressa em g/cm^3 e é muito importante no dimensionamento dos parâmetros dos ferramentais de compactação. Isso porque a densidade aparente determina o verdadeiro volume ocupado por uma massa solta de pó e, conseqüentemente, afeta as dimensões da cavidade da matriz de compactação e o comprimento do curso da prensa. (CHIAVERINI, 1992)

Com a diminuição do tamanho de partícula, há um aumento da área superficial de atrito, reduzindo a capacidade de as partículas se organizarem de forma eficiente e, por conseqüência, reduzindo a densidade aparente. Essa densidade também é diminuída com o aumento da rugosidade superficial e pode ser manipulada realizando a mistura de vários tamanhos de partícula.

2.1.2 Compactação

A compactação é considerada uma das etapas fundamentais do processo de metalurgia do pó e é responsável pela definição da geometria da peça fabricada e parcialmente responsável pela densificação da mistura dos pós. (AZEVEDO, 2019)

De maneira simplificada, essa densificação se dá pela eliminação da porosidade intragranular por deformação plástica. Em outras palavras, sabendo-se que em pós metálicos dúcteis é desejável a obtenção de elevada densidade a verde após a compactação, há a necessidade de um elevado transporte de massa por rearranjo de partículas e por deformação plástica nessa etapa, com o intuito de evitar defeitos que não poderão ser corrigidos nas fases posteriores. (LIMA, 2021; DEMÉTRIO, 2012)

Para realizar a etapa de compactação, uma quantidade pré-determinada de pós é inserida no molde ou matriz. Feito isto, o molde é montado em um equipamento que realizará a compressão desses pós, normalmente através do deslocamento de um ou mais punções. Pode-se, ainda, adicionar lubrificantes ou ligantes que facilitam o procedimento.

Inicialmente, a compactação gera apenas um adensamento dos pós, não gerando deformação nas partículas. O processo de deformação plástica ocorre logo após a densificação, por conseqüência do aumento de pressão. Ao final da compactação, uma peça com o formato

final desejado, ou com dimensões aproximadas, é gerado e recebe o nome de compactado verde.

Chiaverini (1992) afirma que os objetivos dessa etapa são:

- a) Conformar o pó na forma predeterminada;
- b) Estabelecer, tanto quanto possível, as dimensões finais ou aproximadamente finais, considerando as possíveis alterações que poderão ocorrer durante a sinterização;
- c) Estabelecer adequada densidade a verde ao compactado verde;
- d) Fornecer a resistência mecânica necessária para permitir a realização de manuseios posteriores;
- e) Proporcionar adequado contato entre as partículas do pó, de modo a otimizar a etapa de sinterização.

De posse dessas informações, deve-se escolher o processo de compactação adequado à aplicação final que se deseja para a peça. Atualmente, existem vários métodos, sendo os mais conhecidos: Compactação uniaxial em matriz; Compactação isostática; Compactação por laminação de pós; Extrusão de pós; e Injeção de pós.

2.1.2.1 Compactação Uniaxial em Matriz

Também conhecida como Compactação em Matriz Rígida, essa técnica consiste na aplicação de um carregamento uniaxial auxiliado por uma prensa mecânica ou hidráulica e pode, ainda, ter a aplicação de calor ou não. A matriz de compactação utilizada pode ser de simples ou de dupla ação e esse processo é composto, basicamente, por 3 etapas: Enchimento da matriz, compressão dos pós e extração do compactado verde. (SCHAEFER, 2006; JÚNIOR, 2020)

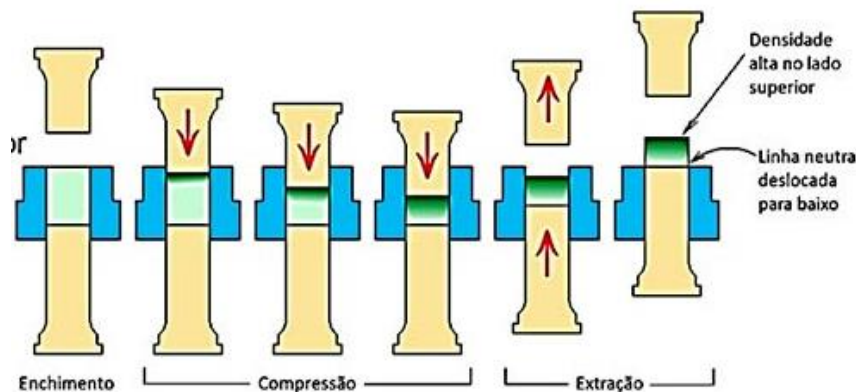
A compactação uniaxial a frio é um dos processos de compactação mais comuns e, simplificada, após a inserção dos pós dentro da matriz e fechamento da cavidade com o punção, uma carga é aplicada a ele para que o seu movimento realize a compressão dos pós. Esse processo garante um bom controle dimensional, altas taxas de produção e boa reprodutibilidade. (LEMOS, 2008)

Já na compactação uniaxial a quente, a matriz é aquecida antes de iniciar o processo. Sua vantagem em relação à compactação uniaxial a frio é que na modalidade a quente são garantidas densidades mais elevadas ao compactado verde.

Nessa etapa de compactação, deve-se atentar também à formação de uma linha neutra, região na qual as partículas sofreram menores esforços de compressão. Isso produz uma peça final heterogênea, com zonas de propriedades distintas, o que pode inviabilizar a produção de peças com determinadas geometrias. (MORO; AURAS, 2007)

As Figuras 3 e 4 apresentam os esquemas da compactação uniaxial de simples e de dupla ação, respectivamente. No primeiro tipo, um único punção se desloca realizando a compressão. No segundo tipo, ambos os punções se deslocam simultaneamente.

Figura 3 – Compactação uniaxial de simples ação

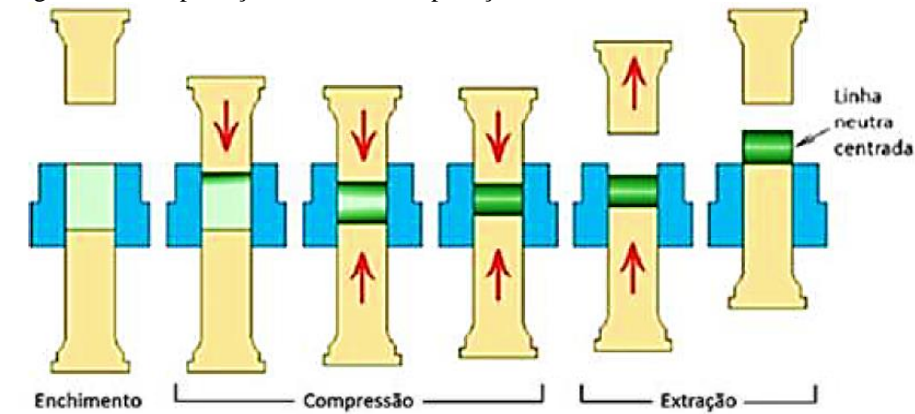


Fonte: Júnior, 2020

Como pode ser observado na Figura 3, na compactação de simples ação, apenas o punção superior se movimentava para realizar a compactação, enquanto o inferior permanece fixo. Além disso, percebe-se que a linha neutra se localiza na parte inferior do compactado e, provavelmente, nessa região serão encontradas propriedades distintas das demais regiões do compactado verde.

Já na compactação de dupla ação, Figura 4, ambos os punções se movimentam para realizar a compactação e, por consequência, a linha neutra se encontra centralizada. Ou seja, provavelmente na região central serão apresentadas propriedades diferentes das demais regiões do compactado verde.

Figura 4 – Compactação uniaxial de dupla ação



Fonte: Júnior, 2020

Chiaverini (1992) ainda afirma que há uma relação entre pressão de compactação e as propriedades do compactado verde, haja vista que com o aumento da pressão, a densidade dos pós aumenta e a porosidade diminui.

2.1.2.2 Compactação Isostática

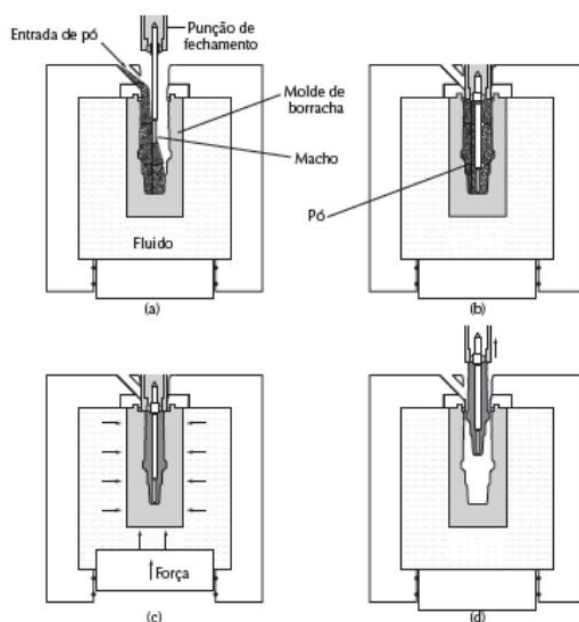
Lemos (2008) afirma que essa técnica possibilita a obtenção de densidades mais uniformes quando comparado ao método de compactação uniaxial em matriz rígida. Diferentemente do processo anterior, na compactação isostática se utilizam moldes flexíveis que permitem a aplicação de pressão em todas as direções, reduzindo a fricção e possibilitando a re-prensagem de peças já conformadas. Bem como a compactação uniaxial em matriz rígida, esse processo pode ser executado a quente e a frio.

Na compactação isostática a frio, também conhecida pelo termo em inglês *Cold Isostatic Pressing – CIP*, os pós são selados no interior de um molde flexível que é, em seguida, submerso em um fluido à elevada pressão. Esse meio é o responsável por aplicar a pressão de compactação nos pós. (JÚNIOR, 2020)

Apesar da possibilidade de automatização do processo, a produtividade é baixa quando comparado à compressão uniaxial em matriz rígida e o controle dimensional não é tão bom, devido à flexibilidade do molde. (LE MOS, 2008)

A Figura 5 apresenta um esquema simplificado do processo de CIP.

Figura 5 – Representação esquemática do processo de compressão isostática



Fonte: Kiminami *et al.*, 2018

A compactação isostática a quente, também conhecida pelo termo em inglês *Hot Isostatic Pressing – HIP*, funciona de forma análoga ao processo a frio, sendo a principal diferença o fato de que a compactação e a sinterização são realizadas simultaneamente. Ou seja, ao final da operação, a peça já estará sinterizada. Além disso, na HIP, geralmente se utiliza o gás argônio ou o gás hélio para a aplicação de pressão. (KIMINAMI *et al.*, 2018)

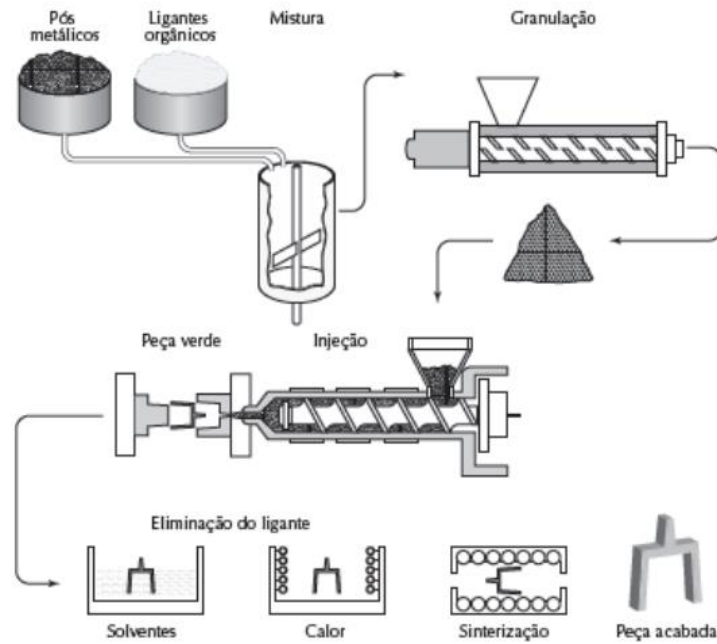
2.1.2.3 Injeção de Pós

A injeção de pós é, geralmente, utilizada para a fabricação de peças pequenas, com geometrias complexas ou de paredes finas. Quando utilizados pós metálicos extremamente finos ($<10\mu\text{m}$), ligantes orgânicos são misturados a eles para auxiliar no processo.

Após a adição de um ligante, o material é pelletizado, ou seja, é transformado em um material granulado. Em seguida, os *pellets* são aquecidos até atingirem uma consistência pastosa para, então, serem injetados na cavidade do molde. Após o resfriamento, a peça verde é retirada do molde e o ligante é eliminado através de um tratamento térmico ou químico. Encerradas essas etapas do processo de injeção, a peça segue para as etapas posteriores do processo de metalurgia do pó. (KIMINAMI *et al.*, 2018)

A Figura 6 representa, de forma esquemática, o processo explicado anteriormente.

Figura 6 – Injeção de pós



Fonte: Kiminami *et al.*, 2018

2.1.3 Sinterização

A sinterização consiste no aquecimento dos compactados verdes, resultantes da etapa de compactação, em temperaturas elevadas, geralmente inferiores ao ponto de fusão do material (caso seja utilizado uma única matéria-prima) ou do principal constituinte da liga metálica que está sendo fabricada. É uma etapa fundamental no processo de metalurgia do pó, pois finaliza o ciclo de consolidação dos pós metálicos, iniciado na compactação. (CHIAVERINI, 1992)

O intuito da etapa de sinterização é gerar a continuidade de matéria entre as partículas. Dessa forma, ocorrem reações químicas e físicas entre elas, reduzindo, e podendo até eliminar, a porosidade do compactado verde, além de gerar uma contração que pode chegar a ser 40% do volume quando comparado à peça final (MORO; AURAS, 2001)

Júnior (2020) cita que o processo de sinterização é movido pela diminuição da energia livre superficial do aglomerado de partículas e uma consequente diminuição da superfície total do sistema. Por consequência, tem-se a eliminação de espaços vazios entre essas partículas, produzindo um componente rígido, parcial ou totalmente densificado. Entretanto, ao longo do processo, há uma redução da taxa de sinterização, devido à diminuição da força motriz (excesso de energia livre).

É importante destacar que algumas variáveis devem ser controladas para que características finais como dureza, resistência mecânica e porosidade sejam as mais próximas possíveis das almejadas no início do projeto. Essas variáveis são: tempo de sinterização, temperatura de sinterização, atmosfera do forno e velocidades de aquecimento e resfriamento.

Normalmente, a temperatura de sinterização adotada deve ser de, aproximadamente, 66% a 75% da temperatura de fusão do material adotado. No caso de um sistema com vários pós constituintes, realiza-se a sinterização a uma temperatura superior à do metal de menor ponto de fusão, originando uma fase líquida que favorece as condições de sinterização.

A fim de evitar fenômenos indesejáveis, opta-se por um ambiente com atmosfera controlada. Essa atmosfera é definida dentro dos fornos de sinterização, que podem ser a gás, à resistência ou à indução. O devido controle da atmosfera pode, por exemplo, evitar ou minimizar reações químicas entre o compactado verde e o ambiente (como a oxidação), remover impurezas presentes e fornecer um ou mais elementos químicos que se ligarão com o compactado (CHIAVERINI, 1992)

Por fim, existem dois tipos básicos de sinterização: sinterização por fase sólida e sinterização por fase líquida. Esses processos serão explanados de forma resumida nos tópicos subsequentes.

2.1.3.1 Sinterização por Fase Sólida

Esse tipo de sinterização ocorre, basicamente, em 3 estágios: inicial, intermediário e final. No estágio inicial há a formação de contatos, conhecidos como pescoços, ao longo da região de contato entre as partículas sólidas do compactado, eliminação de interfaces sólido-vapor e criação de área de fronteira de grãos. Ou seja, a matéria se torna contínua nessa região, mas sem a ocorrência de grandes movimentações das partículas ou retração. (JÚNIOR, 2014)

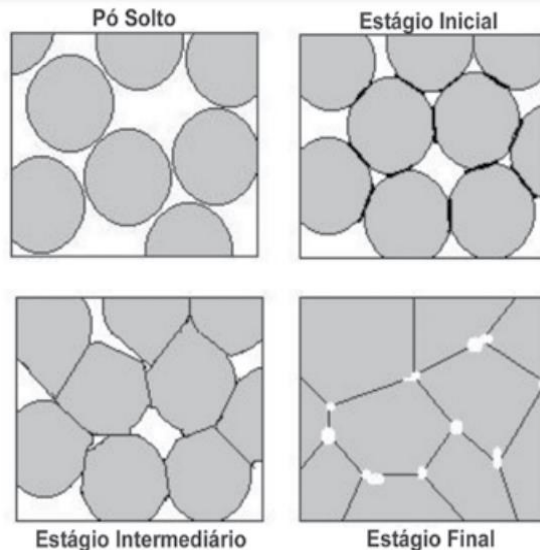
O estágio intermediário se caracteriza pela apresentação de arredondamento dos poros (crescimento dos pescoços), densificação e crescimento de grãos. Essa densificação é acompanhada de difusão por volume e difusão por contorno de grão, de modo a eliminar os espaços vazios entre as partículas. Vale destacar que esse estágio permanece ativo durante a maior parte da sinterização e a maior parte da retração ocorre nele. (JÚNIOR, 2014)

No estágio final há o isolamento dos poros e a modificação de sua geometria em função da sua localização, podendo assumir formatos variados. A eliminação deles nessa

etapa afeta diretamente a densificação do compactado, haja vista que quanto menor a quantidade de poros existentes, mais próximo à densificação total o componente estará.

A Figura 7 apresenta simplificada os três estágios descritos anteriormente.

Figura 7 – Etapas da sinterização por fase sólida



Fonte: German, 1997

2.1.3.2 Sinterização por Fase Líquida

Essa, assim como a sinterização por fase sólida, é uma técnica de consolidação de pós compactados. Ocorre quando há formação de líquido na estrutura que é originário da fusão de um dos componentes do sistema ou é resultado de uma reação entre componentes, formando uma fase com baixo ponto de fusão.

Brito, Medeiros e Lourenço (2007) afirmam que a ocorrência deste líquido tem papel decisivo na determinação dos mecanismos de sinterização e do aspecto final da estrutura sinterizada, além de ser um modo bastante atraente de consolidação de materiais mais difíceis de sinterizar por fase sólida.

Devido à formação de uma fase líquida, há uma rápida movimentação atômica que possibilita serem utilizados tempos curtos de sinterização, quando comparado com a sinterização por fase sólida, e incrementam a densidade final da peça, haja vista que grãos sólidos coexistem com um líquido molhante durante o processo, eliminando grande parte da porosidade residual. (BECKER, 2013)

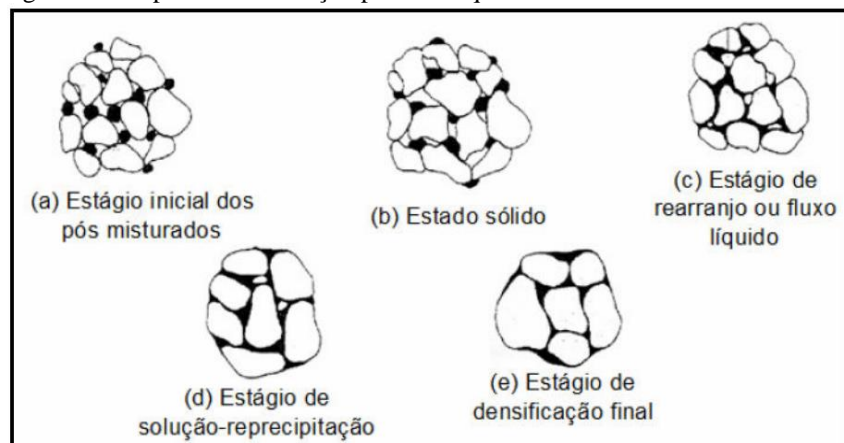
Becker (2013) explica que a sinterização por fase líquida permanente pode ser separada em 3 etapas:

- Rearranjo primário (etapa 1): Também conhecido como estágio de fluxo líquido. Nele, as partículas são rearranjadas por penetração do líquido no esqueleto sólido devido às forças capilares e inicia-se a densificação da estrutura;
- Dissolução e reprecipitação (etapa 2): Também conhecido como estágio de solução-precipitação. Nele, há a dissolução de átomos em pontos de raio de curvatura convexa e precipitação de átomos do soluto em pontos de raio de curvatura côncava, fenômeno controlado pelo processo difusional dentro da fase líquida. Ocorre, ainda, o arredondamento das partículas e o crescimento de grãos, fenômeno nomeado de rearranjo secundário;
- Sinterização no estado sólido (etapa 3): Há coalescência de partículas e poros, ou seja, há o crescimento de grãos de modo a formar um esqueleto sólido de partículas.

Vale destacar que nesse processo de sinterização por fase líquida permanente, a fase líquida se encontra presente durante todo o ciclo de sinterização.

A Figura 8 apresenta uma sequência de forma esquemática da sinterização por fase líquida.

Figura 8 – Etapas da sinterização por fase líquida



Fonte: German, 1998

2.1.4 Aditivos

Os aditivos são componentes que têm diversas funções no processo de metalurgia do pó. Algumas dessas funções são: ajudar na usinabilidade de aços sinterizados, atuar como lubrificantes sólidos (diminuindo o atrito), aumentar a resistência ao desgaste e prolongar a

vida útil da peça. Eles podem, ainda, ser adicionados aos pós para resultar em uma carga homogênea (relativo à composição e ao tamanho das partículas). Podem ser incorporados ao material na etapa de produção dos pós ou durante a mistura deles. (GALIOTTO, 2005)

Existem 3 principais tipos de aditivos utilizados na metalurgia do pó: lubrificantes, ligantes e defloculantes. As principais funções e exemplos dos lubrificantes e ligantes serão apresentados a seguir.

2.1.4.1 Lubrificantes

Na metalurgia do pó, os lubrificantes têm a função principal de reduzir o atrito entre o compactado verde e os componentes da matriz de compactação. A escolha do tipo de lubrificante se baseia em sua habilidade de aderir às superfícies metálicas e a quantidade a ser adicionada depende de vários fatores. Alguns fatores importantes a serem citados, são: composição do pó metálico, tipo e material do ferramental, densidade compactada e complexidade da peça. Geralmente, a quantidade utilizada varia de 0,5% a 1,5% em peso. (CHIAVERINI, 1992)

Milanez (2015) cita que os lubrificantes têm por finalidade a lubrificação da mistura dos pós, de modo a facilitar o processo de compactação e a extração do compactado da matriz. Esses lubrificantes devem, também, apresentar baixo ponto de fusão para facilitar sua extração durante a etapa de sinterização.

Além dos pontos acima citados, a adição do lubrificante à mistura dos pós objetiva a redução de gradientes de densidade na compactação e a minimização das cargas de extração da peça compactada, evitando a ocorrência de falhas (trincas, por exemplo).

Alguns exemplos de lubrificantes são: ácido esteárico, estearato de zinco, estearato de lítio e ceras sintéticas. O estearato de zinco, por exemplo, favorece o aumento da densidade do compactado, garante uma boa compressibilidade e facilita a extração do compactado da matriz, quando comparado às ceras sintéticas. Entretanto, pode provocar mudanças na coloração superficial do compactado, formar resíduos no forno e produzir uma contaminação devido à presença do zinco em sua composição. (MILANEZ, 2015)

2.1.4.2 Ligantes

De forma simplificada, os ligantes são componentes adicionados à mistura de pós com o intuito de conferir resistência mecânica “a verde” às peças produzidas, possibilitando seu manuseio após a etapa de compactação.

São constituídos de compostos orgânicos, tais como: polímeros, ceras e óleos. Eles são misturados aos pós para se obter uma massa homogênea afim de facilitar a compactação, devendo ser removidos antes da sinterização. A remoção dos ligantes do compactado verde é uma etapa crítica, pois há riscos de se introduzir defeitos ao componente durante a operação. Entretanto, é de fundamental importância para que a composição e, conseqüentemente, as propriedades obtidas sejam as mais próximas possíveis das desejadas. (SANTOS, 2002)

2.2 Pós Metálicos

Os tópicos subsequentes fazem uma breve apresentação dos pós metálicos utilizados no desenvolvimento deste trabalho, expondo suas principais características e mostrando exemplos de aplicação na indústria.

2.2.1 Pó de Alumínio

O alumínio é um dos metais mais abundantes da crosta terrestre, apresentando diversas características que o tornam extremamente versátil. Apresenta baixa densidade, boa resistência mecânica, boa resistência à corrosão e à oxidação, boa condutividade térmica e elétrica e boa conformabilidade. (OLIVEIRA, 2010)

Seu ponto de fusão é relativamente baixo (660 °C) quando comparado a aços (da ordem de 1570 °C) e possui uma densidade teórica de, aproximadamente, 2,70 g/cm³. Sua resistência à corrosão e à oxidação se deve a uma camada fina e invisível de óxido, responsável pela proteção do metal de oxidações posteriores e que dá a ele uma característica de autoproteção.

Além das propriedades acima citadas, o alumínio é um metal não magnético, sendo frequentemente utilizado como proteção em equipamentos eletrônicos. Ademais, pode ser totalmente reciclado sem perda de suas propriedades físicas ou químicas.

Pelo fato de a resistência mecânica do alumínio ser relativamente baixa, esse metal é geralmente combinado com elementos de liga afim de lhe conferir melhores propriedades mecânicas. Dentre as várias aplicações do alumínio nos setores da indústria, pode-se citar: automobilístico, naval, eletrotécnico, construção civil e metal-mecânico. (OLIVEIRA, 2010)

2.2.1.1 Elementos de Liga

Elementos de liga são elementos químicos adicionados a uma matriz, objetivando a formação de ligas metálicas. Estas consistem na mistura de dois ou mais materiais, sendo pelo menos um deles um metal. A adição de elementos de liga pode provocar vários efeitos, como: alteração das propriedades mecânicas; aumento da temperabilidade; aumento da resistência à corrosão, à oxidação e ao desgaste; diminuição ou aumento do ponto de fusão da liga; aumento da dureza; dentre outros.

Em outras palavras, a adição de elementos de liga objetiva promover mudanças na microestrutura do material, refletindo em alterações nas propriedades macroscópicas físicas e mecânicas, permitindo que a liga desempenhe funções específicas.

Existem vários elementos de liga e cada um deles proporciona uma característica diferente à liga à qual está sendo adicionada. A prata, representada pela sigla Ag na tabela periódica, é um metal de cor branco-prata e brilho metálico intenso. Possui uma densidade de $10,49 \text{ g/cm}^3$ e ponto de fusão de, aproximadamente, $961 \text{ }^\circ\text{C}$. Ademais, caracteriza-se como um metal macio e dúctil, com dureza de aproximadamente, 24,5 HB (escala Brinell). (MACEDO *et al.*, 2014)

Já o cobre, representado pela sigla Cu na tabela periódica, possui um brilho metálico e coloração laranja-avermelhada. Sua densidade é de $8,96 \text{ g/cm}^3$ e apresenta ponto de fusão de, aproximadamente, $1084 \text{ }^\circ\text{C}$. Além disso, é um metal dúctil e facilmente maleável, com dureza entre 95 e 105 HV (escala Vickers). (LOZANO *et al.*, 2016)

O estanho, representado pela sigla Sn na tabela periódica, é um metal de coloração branco-prateada, levemente amarelado. Apresenta um baixo ponto de fusão, aproximadamente $232 \text{ }^\circ\text{C}$, e densidade de $7,29 \text{ g/cm}^3$. Ele é maleável, mas pouco dúctil, com uma dureza máxima de 30 HB (escala Brinell).

O titânio, representado pela sigla Ti na tabela periódica, possui um aspecto branco, metálico e lustroso. É um metal leve e resistente, com densidade de $4,50 \text{ g/cm}^3$. Apresenta

também boa resistência ao calor e elevado ponto de fusão de, aproximadamente, 1725 °C. Ademais, sua dureza varia entre 90 e 160 HV (escala Vickers).

2.2.2 Pó de Pentóxido de Nióbio (Nb₂O₅)

O elemento nióbio (Nb) se classifica com um metal de transição na tabela periódica e apresenta uma densidade teórica de 8,57 g/cm³. É um metal inerte, que dificilmente reage com outros elementos, sendo a exceção o oxigênio, elemento com o qual reage facilmente. Apresenta altos pontos de fusão (2468 °C) e de ebulição (4744 °C) e supercondutividade a temperaturas abaixo de -264 °C. (AZEVEDO, 2010)

Quando à temperatura ambiente, apresenta boa resistência à ação de vários ácidos, tais como: ácido sulfúrico e ácido clorídrico. Essa resistência à corrosão se deve à formação de uma película superficial apassivadora, constituída de óxido. Quando disposto em um meio alcalino, pode sofrer fragilização em temperaturas relativamente baixas. É um material dúctil, grau de dureza Vickers entre 77 HV e 170HV (AZEVEDO, 2010; SOUZA, 2015)

É encontrado na natureza em estado sólido, geralmente associado aos minérios columbita e tantalita, e o Brasil é detentor de, aproximadamente, 94% do nióbio disponível no planeta. Atualmente, o nióbio é aplicado na produção de aços de alta resistência mecânica, utilizados na indústria naval, na construção civil e na indústria petroquímica.

Já o pentóxido de nióbio (Nb₂O₅) é um elemento de aparência branca, encontrado na natureza também em estado sólido, estável, inerte e insolúvel em água. Apresenta característica anfotérica, ou seja, comporta-se como ácido em meio básico e vice-versa. É muito utilizado em processos de catálise, como: desidratação, hidratação, esterificação, hidrólise, condensação, alquilação, desidrogenação e em reações de oxidação. (BOLZON, 2007)

Diferentemente do nióbio puro, o pentóxido de nióbio apresenta uma densidade teórica de 4,95 g/cm³ e ponto de fusão de, aproximadamente, 1495 °C. (SOUZA JR., 2011)

3 MATERIAIS E METODOLOGIA

Os tópicos subsequentes fazem uma descrição das matérias-primas utilizadas no desenvolvimento deste trabalho e explicam as metodologias aplicadas em seu processamento, apresentando as principais etapas e os equipamentos auxiliares.

3.1 Materiais Utilizados

Para a fabricação das ligas desenvolvidas neste trabalho, dois tipos de pós metálicos foram utilizados: Pó de uma liga de alumínio e pó de pentóxido de nióbio (Nb_2O_5).

A liga foi concedida pela empresa BRATS – Filtros Sinterizados, localizada em Cajamar, São Paulo. Os elementos de liga presente nela são prata (Ag), cobre (Cu), estanho (Sn) e titânio (Ti).

O pó apresentava uma coloração em tom de cinza escuro, com grãos bastante refinados. Através de seu manuseio, pôde-se perceber que ele aderiu facilmente às superfícies com as quais entrava em contato, deixando-as “manchadas” de pó. Apesar disso, não houve grande dificuldade para remoção do pó residual aderido às superfícies do molde e dos recipientes utilizados ao longo do experimental.

Já o pó de pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) foi concedido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM), localizada em Araxá, Minas Gerais. De acordo com os dados enviados pela empresa, as principais características do pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) estão dispostas na Tabela 1.

Tabela 1 – Principais características do pó de pentóxido de nióbio

	Pureza	Granulometria	Ponto de fusão	Densidade relativa
Pó de pentóxido de Nióbio	99,5%	~50 μm	1512 °C	4,6 g/cm ³

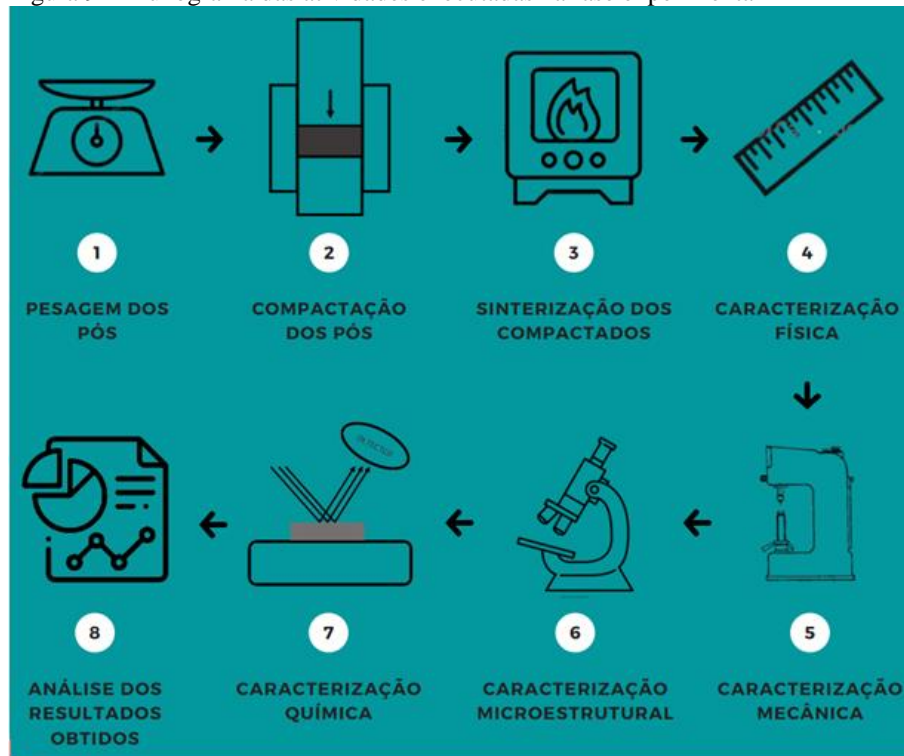
Fonte: Elaborado pela autora.

O pentóxido de nióbio apresenta uma coloração branca e, assim, como o pó de alumínio, seus grãos são bastante refinados. Diferentemente do alumínio, esse pó não apresentou grande aderência às superfícies do molde e dos recipientes utilizados ao longo do experimental, sendo de fácil remoção.

3.2 Metodologia

As principais etapas que compõem a fase experimental deste trabalho estão esquematizadas no fluxograma apresentado na Figura 9.

Figura 9 – Fluxograma das atividades executadas na fase experimental



Fonte: Elaborado pela autora.

3.2.1 Confecção dos Corpos de Prova

No desenvolvimento deste trabalho foram fabricados três tipos de corpos de prova (CP): de pó da liga de alumínio, de pó de pentóxido de nióbio e da mistura de ambos. Essa apresentando diferentes porcentagens de pentóxido de nióbio (5%, 10% e 50% de % peso).

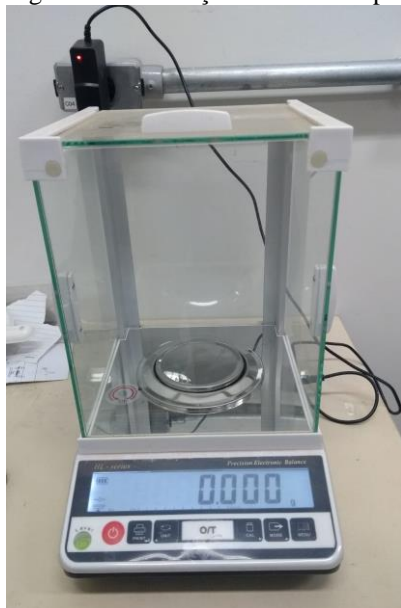
3.2.1.1 Pesagem dos Pós

Após uma rápida avaliação das características dos pós, determinou-se as quantidades necessárias à fabricação dos corpos de prova. Vale destacar que essas quantidades levam em consideração o fato de que os CPs devem apresentar uma espessura considerável que permita seu manuseio nas etapas posteriores à compactação.

A quantidade estipulada para cada um dos corpos de prova da liga de alumínio foi de 25 g. Para os de pentóxido de nióbio, definiu-se 15 g e para as misturas com 5%, 10% e 50% de pentóxido de nióbio, definiu-se também 25 g.

As medições destas quantidades foram auxiliadas por uma balança eletrônica com precisão de 0,001 g, como apresentada na Figura 10.

Figura 10 – Balança eletrônica de precisão



Fonte: Próprio da autora.

Com o fito de padronizar o processo, um recipiente de silicone foi utilizado para acomodar os pós durante a pesagem. Já para as misturas, além do recipiente, utilizou-se uma espátula para realizar uma melhor homogeneização dos pós, como mostrado na Figura 11.

Figura 11 – Recipiente e espátula para manuseio dos pós



Fonte: Próprio da autora

3.2.1.2 Compactação dos Pós

A etapa seguinte à pesagem dos pós é a compactação destes para formação dos compactados verdes. Para isto, é necessário depositar os pós em um molde (ou uma matriz) e aplicar uma determinada força de compressão sobre ele. No presente trabalho, utilizou-se um molde metálico cilíndrico, com um único punção móvel.

Esse molde produz corpos de prova com um diâmetro fixo de, aproximadamente, 25,40 mm (1 polegada) e pode ser observado na Figura 12.

Figura 12 – Molde metálico utilizado na compactação dos pós



Fonte: Próprio da autora

Já o equipamento usado para a aplicação de cargas sobre o molde é uma máquina de ensaios universal Emic, com carga máxima de 300 kN, apresentada na Figura 13. Com o auxílio dela, realizou-se uma compactação do tipo uniaxial em matriz metálica.

Figura 13 – Máquina de ensaios universal Emic



Fonte: Próprio da autora

Haja vista que diferentes materiais foram utilizados na realização deste estudo, as cargas aplicadas para sua compactação também variaram. A pressão de compressão escolhida para os corpos de prova de pentóxido de nióbio foi de 222 MPa, o que corresponde a, aproximadamente, 112 kN quando utilizado um molde cilíndrico com diâmetro de 25,40 mm. (SOUZA, 2015)

Já para a liga de alumínio, adotou-se inicialmente uma carga de 50 kN. Entretanto, notou-se que os corpos de prova apresentavam um aspecto muito poroso e, portanto, esse valor foi alterado para uma carga de 100 kN, que proporcionou amostras melhor compactadas.

Para as três porcentagens de mistura entre os pós (5%, 10% e 50%), adotou-se uma carga superior às aplicadas nas amostras feitas com os pós puros: 120 kN. Esse valor, por ser superior aos aplicados nos pós puros, garante que a mistura será bem compactada.

Para facilitar a visualização, a Tabela 2 apresenta todas as cargas adotadas na fabricação dos diferentes corpos de prova confeccionados neste trabalho.

Tabela 2 – Cargas de compactação dos corpos de prova confeccionados

	Pó da liga de Alumínio	Pó de pentóxido de nióbio	Liga- 5%Nb2O5	Liga- 10%Nb2O5	Liga- 50%Nb2O5
Carga aplicada (kN)	100	112	120	120	120

Fonte: Elaborado pela autora.

Finalizada a etapa de compactação, os corpos de prova foram removidos cuidadosamente do molde e suas dimensões e sua massa foram aferidas. Em seguida, eles foram dispostos sobre um suporte cerâmico e encaminhados ao forno de sinterização.

3.2.1.3 Sinterização dos Compactados Verdes

A etapa subsequente à compactação é a sinterização. Nessa etapa devem ser definidos o tempo e a temperatura de sinterização necessários para uma correta sinterização dos compactados verdes. Uma forma de identificar se a sinterização foi bem-sucedida é através do manuseio da amostra, observando se ela continua a “soltar pó” mesmo após finalizada a sinterização.

O equipamento utilizado neste trabalho é uma mufla elétrica, modelo Linn Elektro Therm, que atinge uma temperatura máxima de 1300 °C. Nela não há atmosfera controlada

nem resfriamento controlado e, portanto, o resfriamento das amostras foi feito dentro da própria mufla. A Figura 14 apresenta esse equipamento.

Figura 14 – Forno Mufla utilizado na sinterização



(a) Forno fechado. (b) Resistências no interior do forno
Fonte: Elaborado pela autora

Para os compactados feitos do pó da liga de alumínio, utilizou-se uma temperatura de sinterização de 625 °C e um tempo de 40 min. Já as amostras de pentóxido de nióbio foram sinterizadas a 1200 °C, por um tempo de 4h. (LOBO, 2014; SOUZA, 2015)

Por fim, nas misturas adotou-se um tempo de 2 h para as porcentagens de 5% e 10% de pentóxido de nióbio e 4 h para a porcentagem de 50%. As temperaturas de sinterização dessas misturas foram determinadas através da relação apresentada na Equação 1.

Equação 1 – Determinação da temperatura de sinterização da mistura

$$\text{Temperatura de sinterização} = \frac{\%Liga \times \text{Temp. Liga} + \%Nb_2O_5 \times \text{Temp. Nb}_2O_5}{100\%} \quad (1)$$

Fonte: Elaborado pela autora.

Feitos os cálculos, determinou-se as temperaturas de sinterização para cada uma das misturas. Todos os valores de tempo e temperatura utilizados nesse trabalho estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Temperatura e tempo de sinterização dos compactados

	Liga de alumínio	Pentóxido de Nióbio	Liga-5%Nb₂O₅	Liga-10%Nb₂O₅	Liga-50%Nb₂O₅
Tempo de sinterização	40 min	4 h	2 h	2 h	4 h
Temperatura de sinterização	625 °C	1200 °C	654 °C	682 °C	862 °C

Fonte: Elaborado pela autora.

Finalizada a etapa de sinterização, as dimensões e a massa dos corpos de prova foram novamente aferidas. Percebeu-se que a coloração daqueles que contém o pó da liga de alumínio sofreu uma leve alteração, ficando com um tom mais escurecido. As amostras puramente de pentóxido de nióbio não apresentaram nenhuma alteração visível.

3.3 Caracterização das Amostras

A análise e a caracterização de materiais são partes de uma importante área da engenharia que permite escolher adequadamente o material que irá compor determinado produto. Para realizar essa caracterização, técnicas de grande abrangência são aplicadas com base nas propriedades tecnológicas que o material possui.

Em outras palavras, a caracterização é um processo de identificação de material através da análise de sua estrutura e de suas propriedades. Essas análises são realizadas por meio da aplicação de técnicas que permitem compreender os diversos aspectos do material que estão relacionados à sua estrutura e à sua composição.

As propriedades tecnológicas podem ser físicas, químicas, térmicas, mecânicas, elétricas. A depender da área, diferentes técnicas são aplicadas e, conseqüentemente, diferentes resultados são obtidos. Esses resultados se complementam e permitem a obtenção de uma conclusão geral a respeito do material que está sendo avaliado.

Como exemplos das várias técnicas existentes, pode-se citar: Microscopia eletrônica de varredura – MEV; Microscopia óptica – MO; Difractometria de raios-X; Fluorescência de raios-X; Retração linear; Variação mássica; Compressão diametral; e dureza.

3.3.1 Caracterização Química

3.3.1.1 Análise química via fluorescência de raios-X

A fluorescência de raios-X, também conhecida pelo termo em inglês *X-ray Fluorescence – XRF*, é uma técnica analítica que pode ser utilizada para determinar a composição química de uma gama de materiais. Nela, a irradiação de um feixe de raios-X primário de uma ampola de raios-X provoca a emissão de raios-X fluorescentes com energias discretas, características dos elementos presentes na amostra.

Ou seja, raios-X fluorescentes distintos são emitidos por cada um dos átomos da amostra, permitindo identificar e quantificar as concentrações dos elementos químicos presentes nela. (SILVA, 2021)

Neste trabalho, foi utilizado um espectrômetro por fluorescência de raios-X, modelo Axios Advanced PANalytical para obtenção dos dados. O espectrômetro se encontra no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM), na Universidade Federal do Ceará (UFC), campus do Pici.

3.3.2 Caracterização Física

3.3.2.1 Retração Linear

A retração linear (RL) é uma técnica que determina a variação dimensional de uma amostra que foi moldada por compressão (apresentando formato de placas ou de barras cilíndricas) e depois sinterizada. Através desse controle dimensional é possível identificar o quanto os corpos de prova retraíram após a sinterização e, assim, visualizar a densificação sofrida pelo material. Apesar de essa retração se manifestar de forma tridimensional, ela pode ser medida de forma linear de acordo com a norma ABNT NBR 9623. (LIMA, 2021; SILVA, 2021)

Para realização do ensaio de retração linear, os corpos de prova fabricados foram medidos em duas situações distintas. A primeira medição foi realizada após o processo de compactação dos pós, obtendo as dimensões dos compactados ainda verdes. A segunda medição se realizou após a sinterização das amostras. Feito isto, a equação 2, baseada na ABNT NBR 9623, foi utilizada.

Equação 2 – Equação da retração linear de um material

$$\%RL = \frac{L_S - L_C}{L_C} \times 100\% \quad (2)$$

Fonte: Elaborado pela autora

Tem-se que %RL é a porcentagem de retração linear, L_S é o comprimento da amostra após a sinterização e L_C é o comprimento da amostra após a compactação (compactado verde). A dimensão analisada nos corpos de prova foi a altura.

A obtenção das medidas foi feita com o auxílio de um paquímetro digital, com precisão de 0,01 mm. Esse equipamento é apresentado na Figura 15.

Figura 15 – Paquímetro digital



Fonte: Elaborado pela autora.

3.3.2.2 Variação Mássica

A variação mássica (Δm) é uma propriedade semelhante à retração linear (RL). A diferença consiste no fato de que, desta vez, serão avaliadas as variações de massa que ocorrem nos corpos de prova.

Essas variações são geradas pelas reações químicas que ocorrem durante a etapa de sinterização das amostras e podem ser determinadas através da equação 3, apresentada abaixo. (SILVA, 2021)

Equação 3 – Equação da variação mássica

$$\Delta m(\%) = \frac{m_S - m_C}{m_C} \times 100\% \quad (3)$$

Fonte: Elaborado pela autora

Tem-se que Δm é a porcentagem de variação mássica, m_S é a massa da amostra após a sinterização e m_C é a massa da amostra após a compactação (compactado verde). Para

determinar esses valores, a balança de precisão utilizada na etapa de pesagem dos pós foi reutilizada.

3.3.2.3 Porosidade

A porosidade é uma característica dos materiais que pode provocar alterações consideráveis em diversas propriedades, sendo a dureza um exemplo. Portanto, faz-se necessário conhecer a porcentagem de poros presente em uma estrutura, afim de determinar seu nível de densificação e, assim, analisar a influência desses poros nas propriedades gerais do material analisado.

Uma maneira de calcular a porcentagem de poros existentes em um corpo de prova é através da Equação 4. (LOBO, 2014).

Equação 4 – Equação da porcentagem de poros em uma amostra

$$\% \text{poros} = \left[1 - \frac{d_m}{d_t} \right] \times 100\% \quad (4)$$

Fonte: Elaborado pela autora.

Tem-se que %poros é a porcentagem de poros presentes na amostra, d_m é a densidade medida na amostra após a sinterização e d_t é a densidade teórica informada pelas empresas que forneceram os pós. As medidas necessárias para o cálculo do volume foram determinadas com o auxílio de um paquímetro digital, com precisão de 0,01 mm, e a massa foi determinada com o auxílio de uma balança eletrônica, com precisão de 0,001 g.

3.3.3 Caracterização Mecânica

3.3.3.1 Dureza

A dureza é uma importante propriedade mecânica caracterizada pela medida da resistência mecânica de um material a uma deformação plástica localizada, que pode ser uma pequena impressão ou um risco. As primeiras escalas de dureza foram construídas unicamente em função da habilidade de um material riscar outro, considerado mais macio.

Posteriormente, técnicas quantitativas de dureza foram desenvolvidas. Nelas, um pequeno penetrador é forçado contra a superfície do material que se deseja determinar a

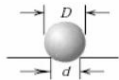

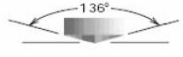

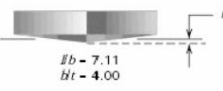

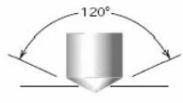


dureza, sob condições controladas de carga e de taxa de aplicação. Dessa forma, uma impressão com determinado tamanho e profundidade é efetuada no material testado. As dimensões dessa impressão são, então, medidas e associadas a um número de dureza. Quanto menor o índice de dureza, mais macio o material é considerado.

Vale ressaltar que as durezas medidas não são apresentadas em valores absolutos e, sim, relativos, devido à existência de diferentes técnicas capazes de medir essa propriedade. Portanto, deve-se ter cautela ao comparar valores de dureza determinados por técnicas diferentes.

Os ensaios de dureza são um dos mais frequentemente ensaios mecânicos realizados. Isto, porque: são ensaios simples, realizados por equipamentos relativamente baratos; não são destrutivos, haja vista que os corpos de prova testados não apresentam fraturas nem são excessivamente deformados; e outras propriedades mecânicas, como o limite de resistência à tração (LRT), podem ser estimadas com base nos valores de dureza obtidos.

Existem quatro técnicas de dureza utilizadas nos ensaios, sendo a principal diferença entre elas o tipo de penetrador. A Figura 16 apresenta de forma esquemática os ensaios do tipo Brinell, Vickers, Knoop e Rockwell.

Figura 16 – Tipos de ensaio de dureza

Ensaio	Penetrador	Forma de Impressão		Carga	Fórmula para o Índice de Dureza
		Vista Lateral	Vista Superior		
Brinell	10-mm sphere of steel or tungsten carbide			P	$HB = \frac{2P}{\pi D[D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Vickers microhardness	Diamond pyramid			P	$HV = 1.854P/d_1^2$
Knoop microhardness	Diamond pyramid			P	$HK = 14.2P/l^2$
Rockwell and Superficial Rockwell	<ul style="list-style-type: none"> ⎧ Diamond cone ⎧ 1/16, 1/8, 1/4, 1/2 in. diameter steel spheres 		 	<ul style="list-style-type: none"> 60 kg 100 kg 150 kg Rockwell <ul style="list-style-type: none"> 15 kg 30 kg 45 kg Superficial Rockwell	

Fonte: Callister, 8 ed. (Com adaptações)

O ensaio realizado neste trabalho foi do tipo Rockwell. Nesse método, várias escalas podem ser utilizadas através das combinações de diferentes penetradores e cargas aplicadas. Os penetradores disponíveis para o ensaio Rockwell são esferas de aço endurecido, com diâmetros de 1/16, 1/8, 1/4 e 1/2 polegada e um penetrador cônico de diamante (utilizado para materiais mais duros).

Para realizar o ensaio na escala Rockwell, uma carga inicial menor é aplicada e, em seguida, uma carga principal maior. Essa carga inicial tem o intuito de aumentar a precisão do ensaio. O símbolo da escala e seus respectivos penetrador e carga são apresentados na Figura 17.

Figura 17 – Escalas de dureza Rockwell

<i>Símbolo da Escala</i>	<i>Penetrador</i>	<i>Carga Principal (kg)</i>
A	Diamante	60
B	Esfera com 1/16 in	100
C	Diamante	150
D	Diamante	100
E	Esfera com 1/8 in	100
F	Esfera com 1/16 in	60
G	Esfera com 1/16 in	150
H	Esfera com 1/8 in	60
K	Esfera com 1/8 in	150

Fonte: Callister, 8 ed. (Com adaptações)

A máquina de ensaios utilizada neste trabalho foi um durômetro analógico de bancada Rockwell, como o mostrado na Figura 18. Ele permite a utilização dos penetradores de esfera com 1/16 polegada e de diamante, que resultam, respectivamente, em valores das escalas Rockwell B (HRB) e Rockwell C (HRC).

Figura 18 – Durômetro analógico Rockwell



Fonte: Elaborado pela autora.

3.3.4 Caracterização Microestrutural

3.3.4.1 Microscopia Óptica (MO)

Microscopia óptica é uma técnica empregada na análise e no estudo das microestruturas dos materiais e consiste, basicamente, na interação entre a luz e o material que está sendo avaliado. A luz que incide sobre uma amostra desse material passa, então, por um conjunto de lentes objetivas e oculares, resultando em imagens ampliadas.

O equipamento para aplicação dessa técnica é um microscópio óptico e, para avaliação de materiais opacos (a maioria dos metais, materiais cerâmicos e poliméricos), faz-se necessário utilizar o microscópio óptico no modo refletivo. (JÚNIOR, 2020)

No caso dos metais e das misturas avaliadas nesse estudo, alguns procedimentos anteriores à microscopia se fizeram necessários, afim de garantir uma melhor resolução das imagens. O primeiro deles é o lixamento, que visa eliminar possíveis deformações presentes na superfície das amostras. Em seguida, é realizado o polimento dessas superfícies, com o intuito de torná-las espelhadas e, assim, melhorar a reflexão dos feixes de luz.

Para o lixamento, lixas d'água com as granulometrias 80, 220, 320, 400 e 600 foram utilizadas. Na etapa de polimento, utilizou-se um tecido aveludado e soluções de alumina com 0,05 μm e 1 μm . Visando facilitar ambos os processos, uma politriz, como apresentada na Figura 19, foi utilizada.

Figura 19 – Politriz de lixamento e polimento



Fonte: Elaborado pela autora.

Realizados lixamento e polimento, foi possível executar a etapa de microscopia óptica (MO), com o auxílio de um microscópio óptico Olympus, modelo GX41. O modelo apresentado na Figura 20 permite imagens com ampliações de 200x, 500x e 1000x.

Figura 20 – Microscópio Óptico



Fonte: Elaborado pela autora.

3.3.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma técnica que utiliza um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície de uma amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmite o sinal do detector a uma tela catódica, cuja varredura está perfeitamente sincronizada com a do feixe incidente. (DEDAVID *et al.*, 2007)

Diferenças na superfície da amostra afetam o padrão com o qual esses elétrons são dispersos. Exemplificando, tem-se que: buracos ou fissuras apresentam uma coloração escura, enquanto protuberâncias e saliências apresentam coloração clara. Conseqüentemente, imagens tridimensionais são obtidas. Vale ressaltar, que a microscopia eletrônica de varredura somente permite examinar estruturas superficiais. (CASTRO, 2002)

O microscópio eletrônico de varredura é o instrumento mais versátil para realizar avaliação, exame e análise das características microestruturais de amostras biológicas e não biológicas. Ele permite uma elevada profundidade de campo, da ordem de 10 μm para aumentos de, aproximadamente, 10.000x. Além disso, a amostra pode ser inclinada e rotacionada sob o feixe eletrônico em todas as orientações. Para tal, é necessário que ela esteja bem preservada, afim de evitar resultados equivocados. (CASTRO, 2002)

Um microscópio eletrônico de varredura Quanta 450 FEG – FEI, como apresentado na Figura 21, foi utilizado neste trabalho para capturar imagens das amostras estudadas.

Figura 21 – Microscópio Eletrônico de Varredura



Fonte: Elaborado pela autora

3.3.4.3 Difração de Raios-X (DRX)

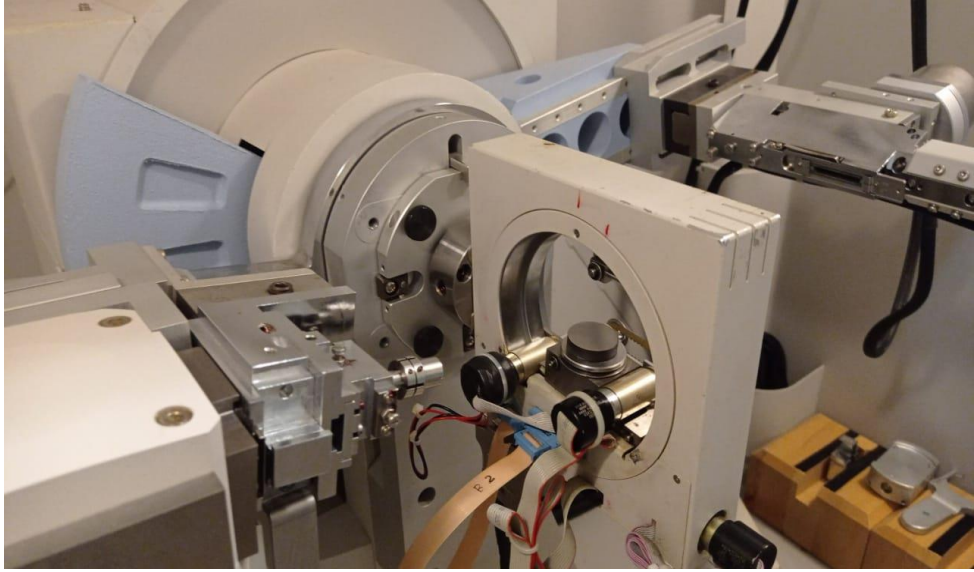
A difratometria de raios-X é uma técnica que revela informações estruturais de um material, tais como: composição química, estrutura cristalina, tamanho do cristalino, orientação preferencial e espessura da camada. Devido à amplitude de informações que podem ser adquiridas, essa técnica é aplicada no estudo de vários materiais, desde pós e sólidos até filmes finos e nanomateriais.

Tal técnica se deve ao fenômeno de difração de raios-X (DRX), também conhecido pelo termo em inglês *X-ray Diffraction (XRD)*, que consiste no espalhamento coerente (a onda espalhada tem direção definida, mesma fase e mesma energia em relação à onda incidente) resultante da interação entre as ondas de raios-X com os elétrons dos átomos do material analisado. (BLEICHER, SASAKI, 2000)

Simplificadamente, a difratometria consiste na incidência de raios-X sobre uma amostra e subsequente detecção dos raios difratados. Ângulos são formados entre o feixe incidente e a superfície da amostra e entre o feixe difratado e essa mesma superfície. As intensidades relativas aos planos cristalinos relevantes presentes na amostra são dispostas em um gráfico, estando em função do ângulo de espalhamento (entre a superfície da amostra e o feixe difratado).

O difratômetro apresentado na Figura 22 foi utilizado para a obtenção dos dados.

Figura 22 – Difratorômetro



Fonte: Elaborado pela autora.

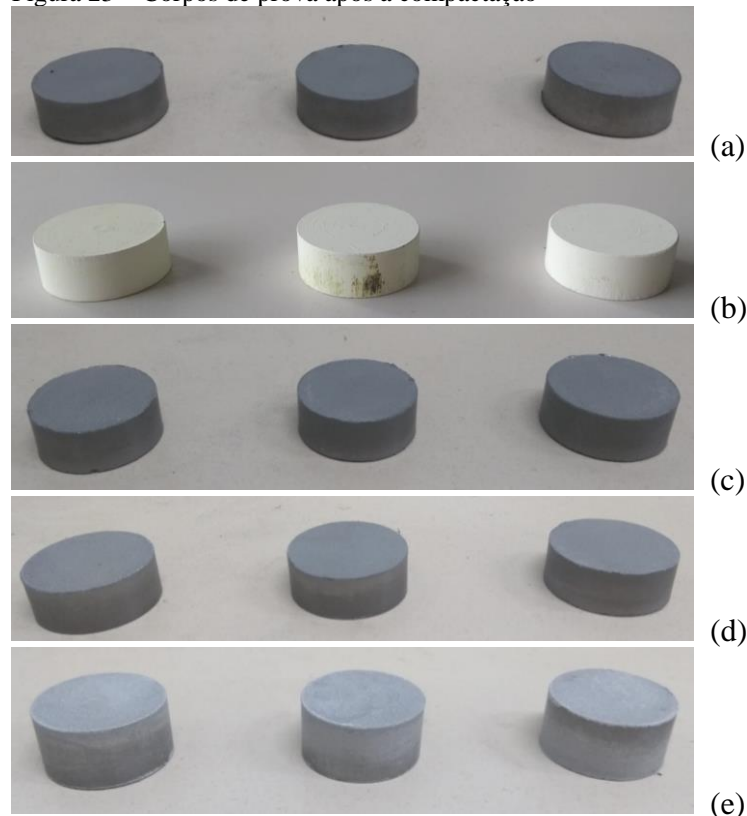
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir, são apresentados os resultados obtidos pelas técnicas anteriormente explanadas e uma análise crítica desses resultados foi feita.

4.1 Produção das Amostras

Antes de realizar os ensaios relacionados à caracterização das amostras, foi analisada a viabilidade de sua produção através da técnica de metalurgia do pó. Para tanto, após a etapa de compactação foi avaliado se as amostras ficaram bem compactadas, de modo que foi possível manuseá-las normalmente. A Figura 23 apresenta as amostras de liga de alumínio, de pentóxido de nióbio e das misturas com 5%, 10% e 50% de %p de Nb₂O₅, respectivamente, após serem retiradas da matriz de compactação.

Figura 23 – Corpos de prova após a compactação



(a) CPs da liga de alumínio (b) CPs de pentóxido de nióbio
(c) CPs com 5% de Nb₂O₅ (d) CPs com 10% de Nb₂O₅
(e) CPs com 50% de Nb₂O₅

Fonte: Próprio da autora

Em seguida, as mesmas amostras foram analisadas após a etapa de sinterização. A comprovação de que as amostras foram bem sinterizadas se deu através do seu manuseio, de modo que elas não continuaram a “soltar pó” depois de retiradas do forno. A Figura 24 apresenta as amostras de liga de alumínio, de pentóxido de nióbio e das misturas com 5%, 10% e 50% de %p de Nb₂O₅, respectivamente, após a sinterização.

Figura 24 – Corpos de prova após sinterização



(a) CPs de alumínio (b) CPs de pentóxido de nióbio (c) CPs com 5% de Nb₂O₅
(d) CPs com 10% de Nb₂O₅ (e) CPs com 50% de Nb₂O₅

Fonte: Próprio da autora

4.2 Caracterização Química

4.2.1 Fluorescência de Raios-X (FRX)

A Tabela 4 apresenta a composição química do pó da liga de alumínio, com os elementos presentes e as suas porcentagens em massa (%massa) na liga.

Tabela 4 – Composição química da liga de alumínio

	Alumínio (Al)	Prata (Ag)	Cobre (Cu)	Estanho (Sn)	Titânio (Ti)
%massa	51,13%	19,10%	13,60%	10,07%	6,10%

Fonte: Elaborado pela autora

Apesar do alumínio corresponder a mais de 50% da composição total, os elementos prata, cobre, estanho e titânio apresentam uma porcentagem expressiva, influenciando nas propriedades gerais da liga.

A Tabela 5 apresenta a composição química do pó de pentóxido de nióbio, com os elementos presentes e as suas porcentagens em massa (%massa) no pó.

Tabela 5 – Composição química do pentóxido de nióbio

	Nb₂O₅	Impurezas
%massa	99,80%	0,20%

Fonte: Elaborado pela autora

Pela Tabela 5 é possível concluir que a porcentagem de pentóxido de nióbio contida no pó é superior à informada pela CBMM, equivalendo a 99,80% da composição total, sendo os 0,20% restantes admitidos como impurezas, pois o ensaio não foi capaz de identificar quais elementos estavam presentes nessa pequena porcentagem.

4.3 Caracterização Física

4.3.1 Retração Linear

Nas Tabelas 6, 7, 8, 9 e 10 são apresentadas as medidas aferidas nos corpos de prova antes e após a sinterização (Lc e Ls, respectivamente), a diferença entre essas medidas (Ls - Lc), a porcentagem de retração linear (%RL), determinada através da equação apresentada no tópico 3.3.2.1, a média e o desvio padrão de cada uma das amostras.

Tabela 6 – Retração linear dos corpos de prova da liga de alumínio

Amostras	Lc (mm)	Ls (mm)	Ls - Lc (mm)	%RL
CP 1	9,38	9,40	0,02	0,21%
CP 2	9,25	9,28	0,03	0,32%
CP 3	9,15	9,20	0,05	0,55%
Média	9,26	9,29	0,03	0,36%
Desvio padrão – σ	0,1153	0,1007	0,0153	0,1697%

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 7 – Retração linear dos corpos de prova Liga-5%Nb2O5

Amostras	Lc (mm)	Ls (mm)	Ls - Lc (mm)	%RL
CP 1	9,82	9,72	-0,10	-1,02%
CP 2	9,24	9,27	0,03	0,32%
CP 3	9,70	9,77	0,07	0,72%
Média	9,59	9,59	0,00	0,01%
Desvio padrão – σ	0,3062	0,2754	0,0889	0,9118%

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 8 – Retração linear dos corpos de prova Liga-10%Nb2O5

Amostras	Lc (mm)	Ls (mm)	Ls - Lc (mm)	%RL
CP 1	10,25	10,17	-0,08	-0,78%
CP 2	10,07	10,07	0,00	0,00%
CP 3	10,14	10,09	-0,05	-0,49%
Média	10,15	10,11	-0,04	-0,42%
Desvio padrão – σ	0,0907	0,0529	0,0404	0,3947%

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 9 – Retração linear dos corpos de prova Liga-50%Nb2O5

Amostras	Lc (mm)	Ls (mm)	Ls - Lc (mm)	%RL
CP 1	13,29	13,88	0,59	4,44%
CP 2	13,16	13,76	0,60	4,56%
CP 3	13,27	13,81	0,54	4,07%
Média	13,24	13,82	0,58	4,36%
Desvio padrão – σ	0,0700	0,0603	0,0321	0,2554%

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 10 – Retração linear dos corpos de prova de pentóxido de nióbio

Amostras	Lc (mm)	Ls (mm)	Ls - Lc (mm)	%RL
CP 1	10,45	10,22	-0,23	-2,20%
CP 2	10,25	10,07	-0,18	-1,76%
CP 3	10,30	10,16	-0,14	-1,36%
Média	10,33	10,15	-0,18	-1,77%
Desvio padrão – σ	0,1041	0,0755	0,0451	0,4211%

Fonte: Elaborado pela autora.

Pela análise dos resultados das Tabelas 6 e 7, pode-se perceber que a altura da maioria dos corpos de prova sofreu um leve incremento após a sinterização, ou seja, ocorreu uma expansão linear e a %RL apresentou valores positivos. Isso pode significar que as amostras não foram completamente sinterizadas e, conseqüentemente, os gases gerados no interior delas não foram totalmente eliminados.

Já na Tabela 9 houve um aumento considerável das alturas dos corpos de prova, com uma variação média de 4,36%. Assim como interpretado das Tabelas 6 e 7, essa variação

positiva da %RL significa que as amostras não foram completamente sinterizadas e, portanto, os gases originários de reações químicas internas não foram completamente eliminados.

Analisando os resultados das Tabelas 8 e 10, pode-se perceber que a altura das amostras apresentou uma leve redução após a sinterização (%RL com valores negativos), significando que as amostras foram bem sinterizadas e que os gases gerados em seu interior foram eliminados.

4.3.2 Variação Mássica

Nas Tabelas 11, 12, 13, 14 e 15 são apresentadas as medidas de massa aferidas nos corpos de prova antes e após a sinterização (m_c e m_s , respectivamente), a diferença entre essas medidas ($m_s - m_c$), a porcentagem de variação mássica ($\Delta m(\%)$), determinada através da equação apresentada no tópico 3.3.2.2, a média e o desvio padrão de cada amostra.

Tabela 11 – Variação mássica dos corpos de prova da liga de alumínio

Amostras	m_c (g)	m_s (g)	$m_s - m_c$ (g)	Δm (%)
CP 1	24,532	26,049	1,517	6,184%
CP 2	24,476	25,983	1,507	6,157%
CP 3	24,561	26,020	1,459	5,940%
Média	24,523	26,017	1,494	6,094%
Desvio padrão – σ	0,043	0,033	0,031	0,134%

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 12 – Variação mássica dos corpos de prova de Liga-5%Nb2O5

Amostras	m_c (g)	m_s (g)	$m_s - m_c$ (g)	Δm (%)
CP 1	24,725	26,335	1,610	6,512%
CP 2	23,556	25,102	1,546	6,563%
CP 3	24,748	26,348	1,600	6,465%
Média	24,343	25,928	1,585	6,513%
Desvio padrão – σ	0,682	0,716	0,034	0,049%

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 13 – Variação mássica dos corpos de prova de Liga-10%Nb2O5

Amostras	m_c (g)	m_s (g)	$m_s - m_c$ (g)	Δm (%)
CP 1	24,685	26,502	1,817	7,361%
CP 2	24,712	26,501	1,789	7,239%
CP 3	24,681	26,497	1,816	7,358%
Média	24,693	26,500	1,807	7,319%
Desvio padrão – σ	0,017	0,003	0,016	0,069%

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 14 – Variação mássica dos corpos de prova de Liga-50%Nb2O5

Amostras	mc (g)	ms (g)	ms- mc (g)	Δm (%)
CP 1	24,792	29,052	4,260	17,183%
CP 2	24,836	29,046	4,210	16,951%
CP 3	24,739	28,963	4,224	17,074%
Média	24,789	29,020	4,231	17,069%
Desvio padrão – σ	0,049	0,050	0,026	0,116%

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 15 – Variação mássica dos corpos de prova de pentóxido de nióbio

Amostras	mc (g)	ms (g)	ms- mc (g)	Δm (%)
CP 1	14,914	14,896	-0,018	-0,121%
CP 2	14,949	14,933	-0,016	-0,107%
CP 3	14,948	14,927	-0,021	-0,140%
Média	14,937	14,919	-0,018	-0,123%
Desvio padrão – σ	0,020	0,020	0,003	0,017%

Fonte: Elaborado pela autora.

Analisando os resultados das Tabelas 11, 12, 13 e 14, pode-se perceber que todas as amostras apresentaram um incremento na massa, com desvios padrão muito baixos (valores inferiores a 0,14%). Em relação à variação mássica média, os valores passaram de 6,094% nas amostras sem adição de pentóxido de nióbio para 17,069% nas amostras com 50% (em %p) de Nb2O5. Percebe-se, portanto, um aumento praticamente uniforme nas amostras e proporcional às porcentagens de Nb2O5. Esse aumento pode ser justificado pela formação de óxidos durante a sinterização.

Pela análise dos resultados da Tabela 15, pode-se perceber que as amostras apresentaram uma variação mássica negativa, com uma perda média de -0,123%. Esta perda de massa se relaciona com a não sinterização dos corpos de prova, haja vista que o pó das amostras continuou a se desprender mesmo após a sinterização. Dessa forma, o manuseio das amostras provocou perdas de massa que, conseqüentemente, afetaram os resultados da variação mássica.

4.3.3 Porosidade

Relativo à porosidade e tendo conhecimento das dimensões dos corpos de prova após a sinterização (altura, diâmetro e massa), a densidade medida pôde ser calculada pela relação: $d = m/V$. A densidade teórica considerada para as amostras de pentóxido de nióbio é de 4,60 g/cm³, como informado nos dados fornecidos pela CBMM.

Para as amostras da liga de alumínio, uma relação entre as porcentagens e densidades dos elementos puros foi efetuada para definir a densidade teórica da liga. Essa relação se encontra na Equação 5.

Equação 5 – Densidade teórica da liga de alumínio

$$d_{teórica}(Liga\ de\ alumínio) = \frac{\%Al \times d_{t,Al} + \%Ag \times d_{t,Ag} + \%Cu \times d_{t,Cu} + \%Sn \times d_{t,Sn} + \%Ti \times d_{t,Ti}}{100\%} \quad (5)$$

Fonte: Elaborado pela autora

Através da Equação 5, determinou-se a densidade teórica da liga de alumínio como sendo, aproximadamente, 5,61 g/cm³. Já a determinação da densidade medida dos corpos de prova seguiu a mesma metodologia da aplicada nas amostras de pentóxido de nióbio.

Para as misturas com 5%, 10% e 50% de Nb₂O₅, a densidade teórica assumida foi obtida através de um cálculo proporcional, similar ao utilizado na determinação das temperaturas de sinterização das misturas. Portanto, adotou-se densidades teóricas de 5,56 g/cm³, 5,51 g/cm³ e 5,11 g/cm³ para as misturas com 5%, 10% e 50% de Nb₂O₅, respectivamente.

Nas Tabelas 16, 17, 18, 19 e 20 são apresentadas as densidades medida e teórica para cada tipo de amostra, bem como a %poros existentes, de acordo com a equação apresentada no tópico 3.3.2.3. São apresentadas também as %poros médias e o desvio padrão (σ) encontrado para o conjunto de amostras analisadas.

Tabela 16 – Porosidade das amostras da liga de alumínio

Amostras	dt (g/cm ³)	dm (g/cm ³)	%poros
CP 1	5,61	5,46	2,69%
CP 2	5,61	5,52	1,68%
CP 3	5,61	5,55	1,15%
% poros média			1,84%
Desvio padrão – σ			0,78%

Fonte: Elaborado pela autora

Tabela 17 – Porosidade das amostras de Liga-5%Nb₂O₅

Amostras	dt (g/cm ³)	dm (g/cm ³)	%poros
CP 1	5,56	5,32	4,30%
CP 2	5,56	5,34	3,90%
CP 3	5,56	5,30	4,74%
% poros média			4,31%
Desvio padrão – σ			0,42%

Fonte: Elaborado pela autora

Tabela 18 – Porosidade das amostras de Liga-10%Nb2O5

Amostras	dt (g/cm ³)	dm (g/cm ³)	%poros
CP 1	5,51	5,14	6,67%
CP 2	5,51	5,19	5,89%
CP 3	5,51	5,18	5,94%
% poros média			6,17%
Desvio padrão – σ			0,43%

Fonte: Elaborado pela autora

Tabela 19 – Porosidade das amostras de Liga-50%Nb2O5

Amostras	dt (g/cm ³)	dm (g/cm ³)	%poros
CP 1	5,11	3,76	26,40%
CP 2	5,11	3,79	25,77%
CP 3	5,11	3,75	26,47%
% poros média			26,21%
Desvio padrão – σ			0,39%

Fonte: Elaborado pela autora

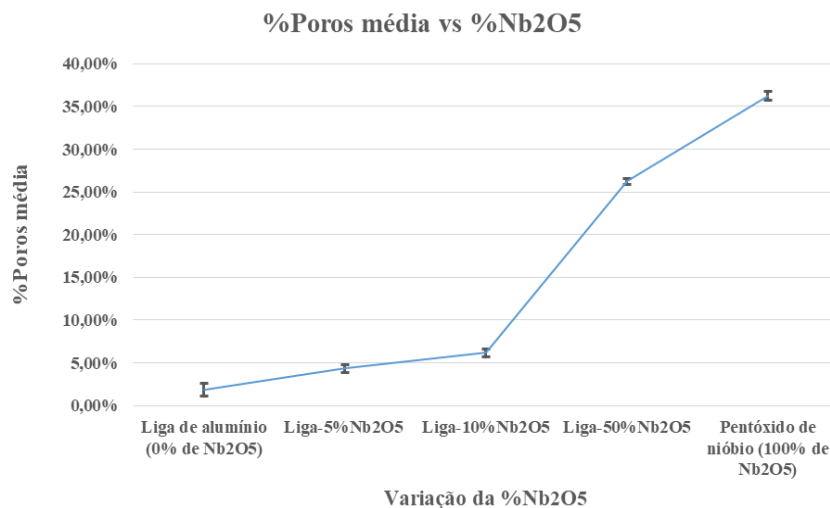
Tabela 20 – Porosidade das amostras de pentóxido de nióbio

Amostras	dt (g/cm ³)	dm (g/cm ³)	%poros
CP 1	4,60	2,91	36,82%
CP 2	4,60	2,95	35,77%
CP 3	4,60	2,93	36,22%
% poros média			36,27%
Desvio padrão – σ			0,53%

Fonte: Elaborado pela autora

Com o fito de facilitar a visualização dos dados expostos nas tabelas 16, 17, 18, 19 e 20, o Gráfico 1 foi construído. Nele, é possível visualizar a relação entre porcentagem de pentóxido de nióbio na amostra e a %poros existentes.

Gráfico 1 – Influência do pentóxido de nióbio na %poros



Fonte: Elaborado pela autora

Analisando o Gráfico 1, pode-se perceber que as condições de pressão de compactação, temperatura e tempo de sinterização adotados na fabricação das amostras permitiu um considerável grau de coesão entre as partículas de pó, haja vista que a máxima %poros média atingida foi de 36,27% (relativa às amostras de Nb₂O₅). Além disso, todas as amostras analisadas apresentaram certa uniformidade, pois os desvios padrão obtidos foram todos inferiores à 1%.

Ademais, é possível afirmar que, quanto maior a porcentagem de pentóxido de nióbio nas amostras, maior a %poros existentes. Isso pode estar associado a uma sinterização incompleta dos corpos de prova, haja vista que as temperaturas de sinterização adotadas para as misturas foram muito inferiores à temperatura de sinterização do pentóxido de nióbio puro.

4.4 Caracterização Mecânica

4.4.1 Dureza

Para as amostras unicamente de liga de alumínio, foram realizadas 10 impressões em diferentes regiões do corpo de prova para determinar sua dureza média, sendo a escala Rockwell B (HRB) a utilizada nesse ensaio. Esses valores, bem como a média e o desvio padrão (σ), foram calculados e estão dispostos na Tabela 21.

Tabela 21 – Dureza HRB da amostra liga de alumínio

CP 1	Imp. 1	Imp. 2	Imp. 3	Imp. 4	Imp. 5
	31,8	33	33	30,5	30,9
CP 1	Imp. 6	Imp. 7	Imp. 8	Imp. 9	Imp. 10
	48	37	41	39,2	40,8
Dureza HRB média			36,52		
Desvio padrão – σ			5,70		

Fonte: Elaborado pela autora

Para a mistura Liga-5%Nb₂O₅ também foi adotada a escala Rockwell B e 10 impressões foram realizadas em diferentes pontos da amostra. A Tabela 22 apresenta os valores medidos, a média desses valores e o desvio padrão encontrado para a amostragem.

Tabela 22 – Dureza HRB da amostra Liga-5%Nb2O5

CP1	Imp. 1	Imp. 2	Imp. 3	Imp. 4	Imp. 5
	50	71,2	75	67	70,2
	Imp. 6	Imp. 7	Imp. 8	Imp. 9	Imp. 10
	81	60	64	77	81,2
Dureza HRB média			69,66		
Desvio padrão – σ			9,81		

Fonte: Elaborado pela autora

Comparando os dados das Tabelas 21 e 22 é possível afirmar que a adição de 5% de Nb2O5 à uma matriz de liga de alumínio é capaz de aumentar consideravelmente a dureza da amostra, visto que a dureza média aumentou em cerca de 190%, passando de 36,52 HRB da amostra unicamente de liga de alumínio para 69,66 HRB da amostra com 5% de Nb2O5.

Já para a mistura Liga-10%Nb2O5 foi adotada a escala Rockwell C, pois os valores encontrados ultrapassaram o limite da escala Rockwell B. Além disso, 8 impressões foram realizadas em diferentes pontos da amostra e a Tabela 23 apresenta os valores medidos, a média desses valores e o desvio padrão encontrado para a amostragem.

Tabela 23 – Dureza HRC da amostra Liga-10%Nb2O5

CP1	Imp. 1	Imp. 2	Imp. 3	Imp. 4
	49	45,1	50	53,1
	Imp. 5	Imp. 6	Imp. 7	Imp. 8
	52	48,9	53,5	49
Dureza HRC média			50,08	
Desvio padrão – σ			2,75	

Fonte: Elaborado pela autora

Na mistura Liga-50%Nb2O5 também foi adotada a escala Rockwell C, haja vista que os valores encontrados ultrapassaram o limite da escala Rockwell B. Também 8 impressões foram realizadas em diferentes pontos da amostra e a Tabela 24 apresenta os valores medidos, a média desses valores e o desvio padrão encontrado para a amostragem.

Tabela 24 – Dureza HRC da amostra Liga-50%Nb2O5

CP1	Imp. 1	Imp. 2	Imp. 3	Imp. 4
	62	57,5	65	63
	Imp. 5	Imp. 6	Imp. 7	Imp. 8
	62	63	62	63,1
Dureza HRC média			62,20	
Desvio padrão – σ			2,14	

Fonte: Elaborado pela autora

Realizando uma comparação entre os dados obtidos para as amostras com 10% e 50% de Nb₂O₅, pode-se afirmar que a dureza aumentou em cerca de 124%, passando de 50,08 HRC da Liga-10%Nb₂O₅ para 62,20 HRC da Liga-50%Nb₂O₅. Entretanto, avaliando em porcentagens, esse aumento foi um pouco menor do que o obtido na comparação entre a amostra unicamente de liga de alumínio e com 5% de Nb₂O₅.

Pelas condições de ensaio adotadas, não foi possível obter valores de dureza para as amostras de pentóxido de nióbio, pois elas apresentaram uma fragilidade elevada que levava à sua ruptura no momento da impressão, como pode ser visto na Figura 25.

Figura 25 – Amostra de pentóxido de nióbio rompida



Fonte: Próprio da autora

Para realizar uma análise comparativa entre as durezas médias obtidas para as amostras de liga de alumínio, Liga-5%Nb₂O₅, Liga-10%Nb₂O₅ e Liga-50%Nb₂O₅ se faz necessário converter todos os valores para uma única escala, haja vista que não é possível fazer uma comparação direta entre as escalas HRB e HRC. Para tanto, utilizou-se a norma ASTM E140 – 2007 que apresenta tabelas de conversão entre diferentes escalas de dureza.

Após uma avaliação das tabelas de conversão presentes na norma e levando em consideração os valores obtidos nos ensaios, optou-se por converter todos os valores para a escala Rockwell A (HRA), que abrange todos os valores obtidos nos ensaios. Sabendo disso, a Tabela 25, contendo os valores reais e os valores convertidos, foi construída.

Tabela 25 – Conversão de durezas

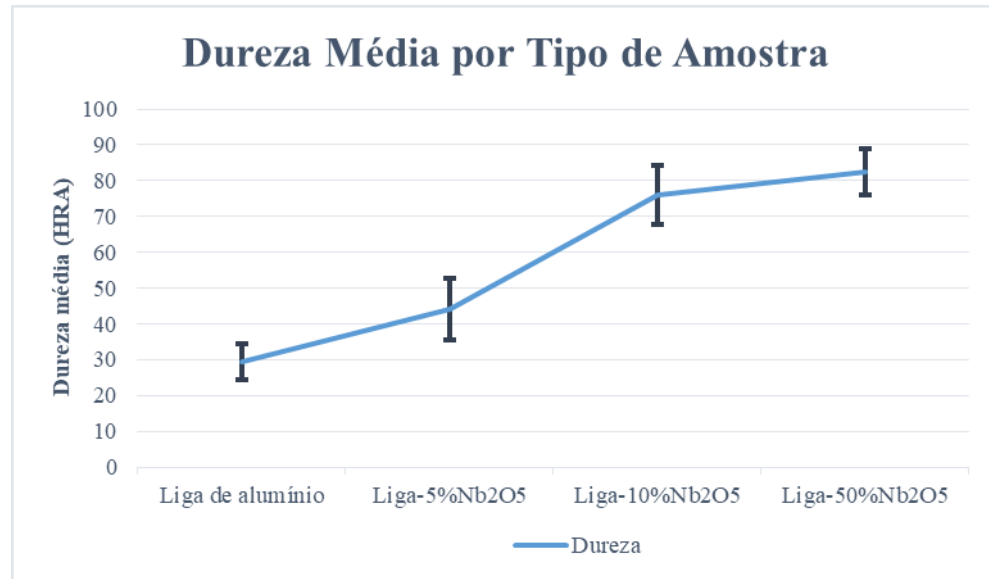
	Dureza real	Desvio padrão real – σ	Dureza convertida	Desvio padrão convertido - σ
Liga de alumínio	36,52 HRB	5,70 HRB	29,31 HRA	5,05 HRA
Liga-5%Nb₂O₅	69,66 HRB	9,81 HRB	44,13 HRA	8,70 HRA
Liga-10%Nb₂O₅	50,08 HRC	2,75 HRC	75,93 HRA	8,32 HRA
Liga-50%Nb₂O₅	62,20 HRC	2,14 HRC	82,40 HRA	6,47 HRA

Fonte: Elaborado pela autora

Para a determinação dos valores em HRA, fez-se uma interpolação linear nos valores de dureza e uma extrapolação linear nos valores de desvio padrão, pois eram valores inferiores ao mínimo presente na escala Rockwell A.

De posse dos dados em uma única escala, o Gráfico 2, que faz uma relação entre a dureza e as misturas foi construído.

Gráfico 2 – Dureza HRA vs Misturas



Fonte: Elaborado pela autora

Analisando o gráfico 2, percebe-se que o aumento na porcentagem de pentóxido de nióbio na mistura levou a um consequente aumento no valor de dureza, passando de um mínimo de 29,31 HRA da amostra unicamente de liga de alumínio para um máximo de 82,40 HRA da amostra com 50% de Nb2O5. Todavia, os desvios padrão encontrados foram significantes, sendo o maior deles de, aproximadamente, 19,70%. Apesar disso, é possível afirmar que o pentóxido de nióbio melhora a dureza da liga de alumínio.

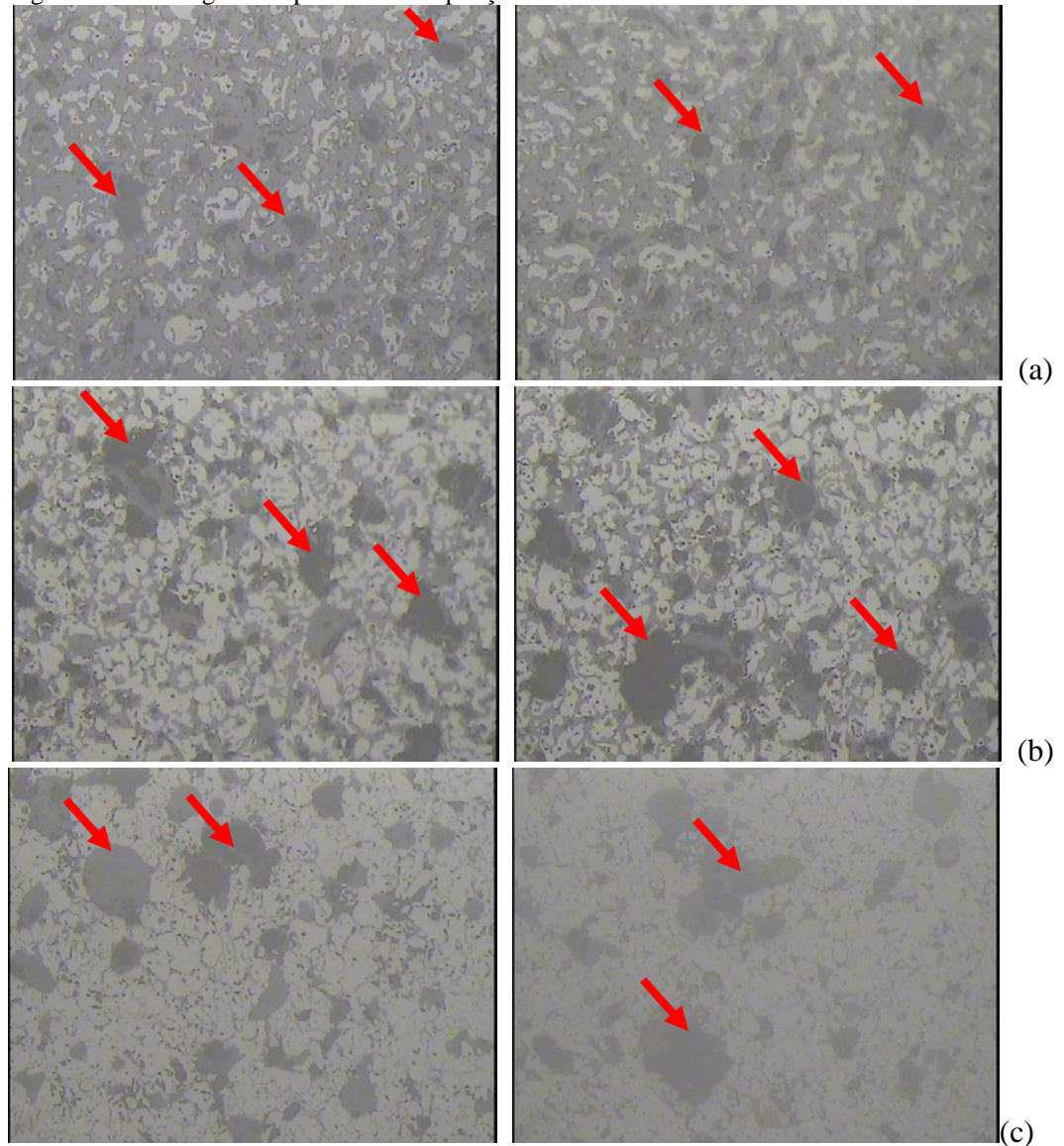
4.5 Caracterização Microestrutural

4.5.1 Microscopia Óptica (MO)

A microscopia óptica foi realizada nas amostras de liga de alumínio, Al-5%Nb2O5 e Al-10%Nb2O5. Após o lixamento e o polimento, as amostras foram dispostas, uma a uma, no microscópio óptico para captação das imagens. A ampliação selecionada foi de 200x e o objetivo das capturas era apresentar os poros existentes.

A Figura 26 traz as micrografias realizadas, apresentando regiões com poros.

Figura 26 – Micrografias ópticas com ampliação de 200x



(a) Amostra 100% liga de Al (b) Amostra Liga-5%Nb2O5 (c) Amostra Liga-10%Nb2O5
Fonte: Próprio da autora

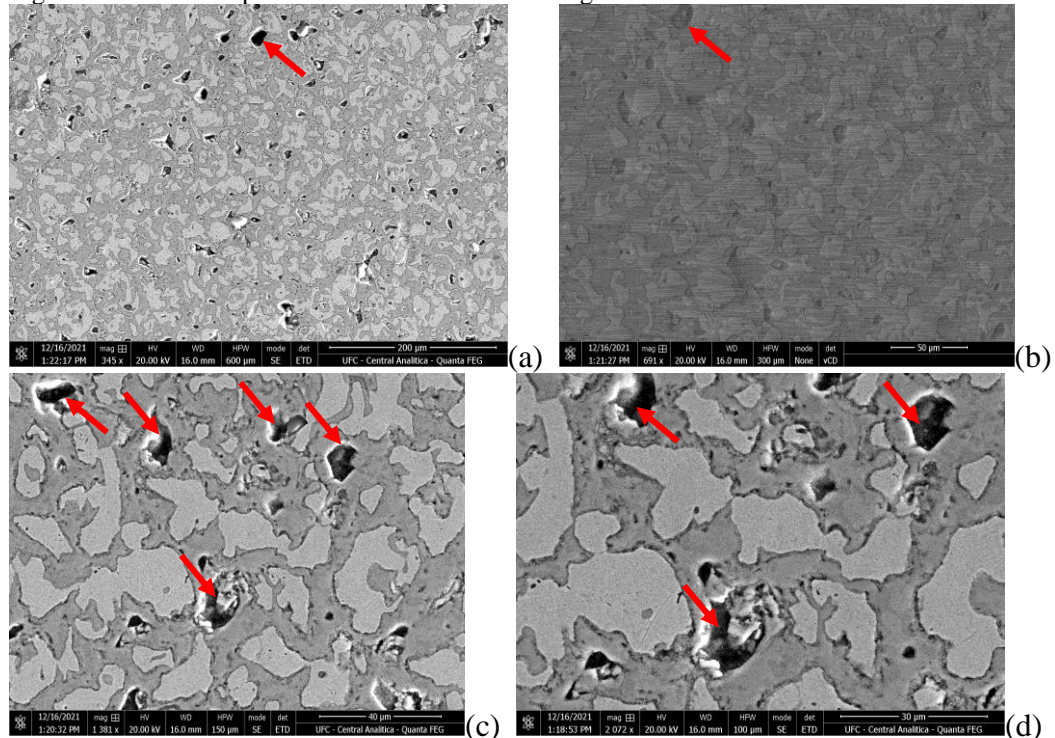
Como pode ser visto na Figura 26, houve um aumento no tamanho dos poros que pode ser consequência de uma sinterização incompleta, na qual não houve a completa eliminação dos gases provenientes de reações químicas no interior das amostras. Caso os gases fossem completamente eliminados, provavelmente os poros reduziriam de tamanho.

Não foram realizadas imagens das amostras Al-50%Nb2O5 e pentóxido de nióbio, pois não houve êxito no lixamento e no polimento delas, devido suas elevadas durezas. Por conta disso, as imagens apresentavam baixa resolução e qualidade, dificultando uma correta análise microestrutural.

4.5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada apenas nas amostras da liga de alumínio, com diferentes ampliações. A Figura 27 apresenta quatro diferentes ampliações, visando expor os poros existentes na amostra.

Figura 27 – Microscopia eletrônica de varredura da liga de alumínio



(a) Ampliação de 345x (b) Ampliação de 691x (c) Ampliação de 1381x (d) Ampliação de 2072x
Fonte: Próprio da autora

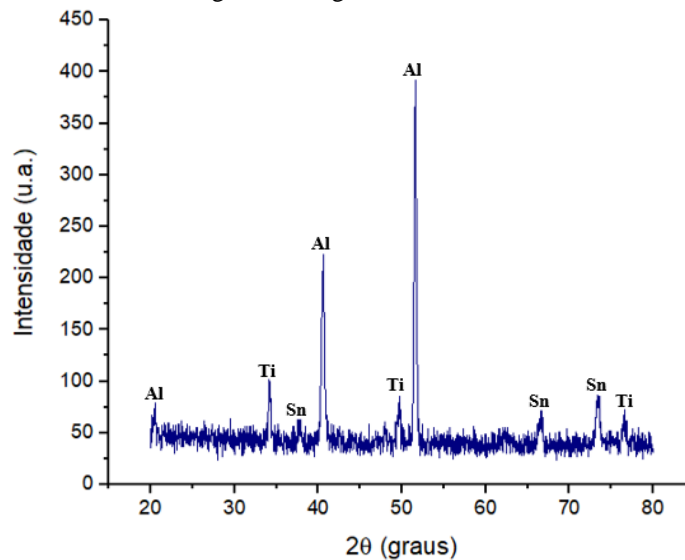
Não foi possível obter imagens das amostras de pentóxido de nióbio, Liga-5%Nb₂O₅, Liga-10%Nb₂O₅ e Liga-50%Nb₂O₅. Isso se deve ao fato de que, para que o equipamento faça a aquisição de imagens, é necessário atingir alto vácuo na câmara na qual está disposta a amostra.

Não foi possível atingir o alto vácuo na câmara, devido à absorção de umidade ambiente pelas amostras, relacionada ao nível de porosidade existente nelas. A aquisição de imagens em médio vácuo também não seria possível, pois essa condição não é aplicada em materiais metálicos e, dessa forma, produziria imagens com baixa qualidade. Uma possível solução para reduzir a umidade das amostras seria dispô-las em uma estufa, mas durante a execução deste trabalho não foi possível utilizá-la.

4.5.3 Difração de Raios-X (DRX)

Os Gráficos 3 e 4 apresentam os difratogramas dos pós na condição “como recebido” e objetivam mostrar sua composição química.

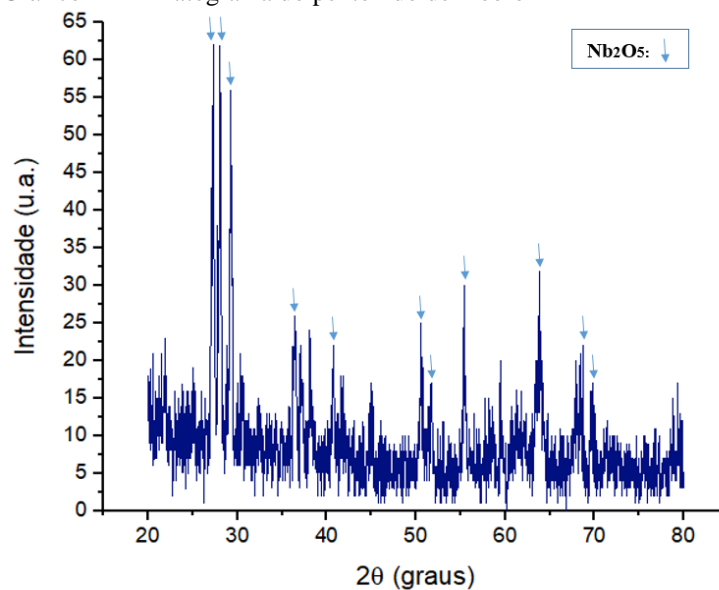
Gráfico 3 – Difratograma da liga de alumínio



Fonte: Elaborado pela autora

Pela análise do difratograma presente no Gráfico 3 percebe-se que, além dos picos de alumínio, apenas picos dos elementos titânio e estanho foram identificados. Apesar de a prata compor quase 20% dessa liga e o cobre quase 14%, não foi possível identificar seus picos.

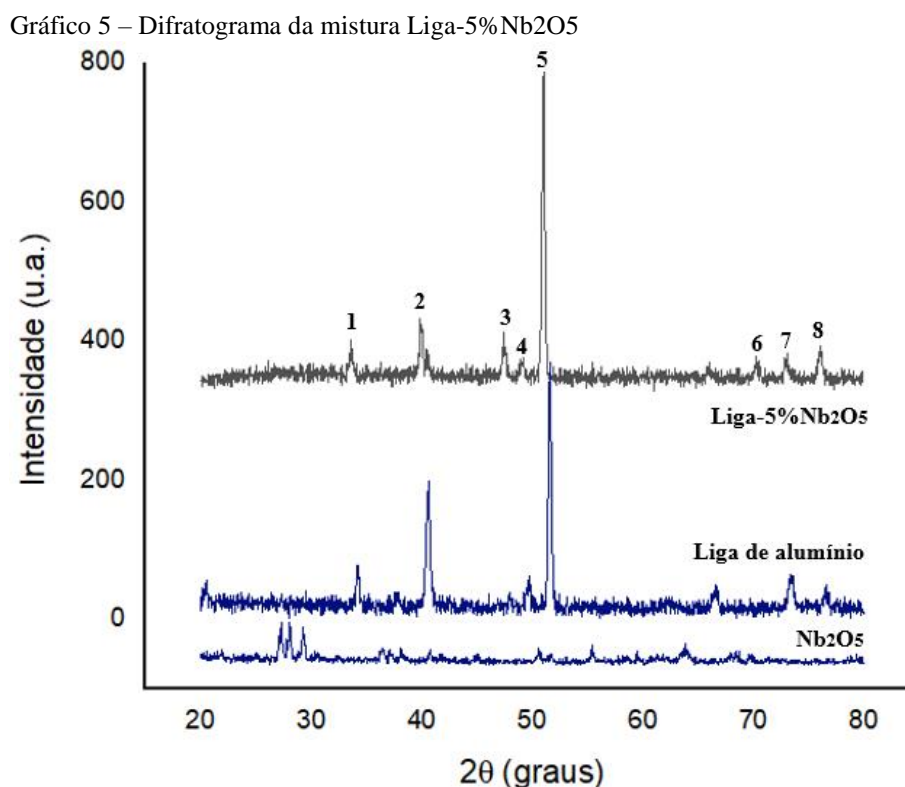
Gráfico 4 – Difratograma do pentóxido de nióbio



Fonte: Elaborado pela autora

Pela análise do difratograma presente no Gráfico 4 percebe-se que vários picos de pentóxido de nióbio foram identificados, mostrando a concordância com os resultados do ensaio de fluorescência de raios-X, que apresentou uma pureza do pó de 99,80%. Os demais picos apresentados se referem a ruídos do equipamento.

No Gráfico 5 é apresentada a sobreposição de 3 difratogramas: da liga de alumínio, do pentóxido de nióbio e da mistura com 5% em %p de pentóxido de nióbio.



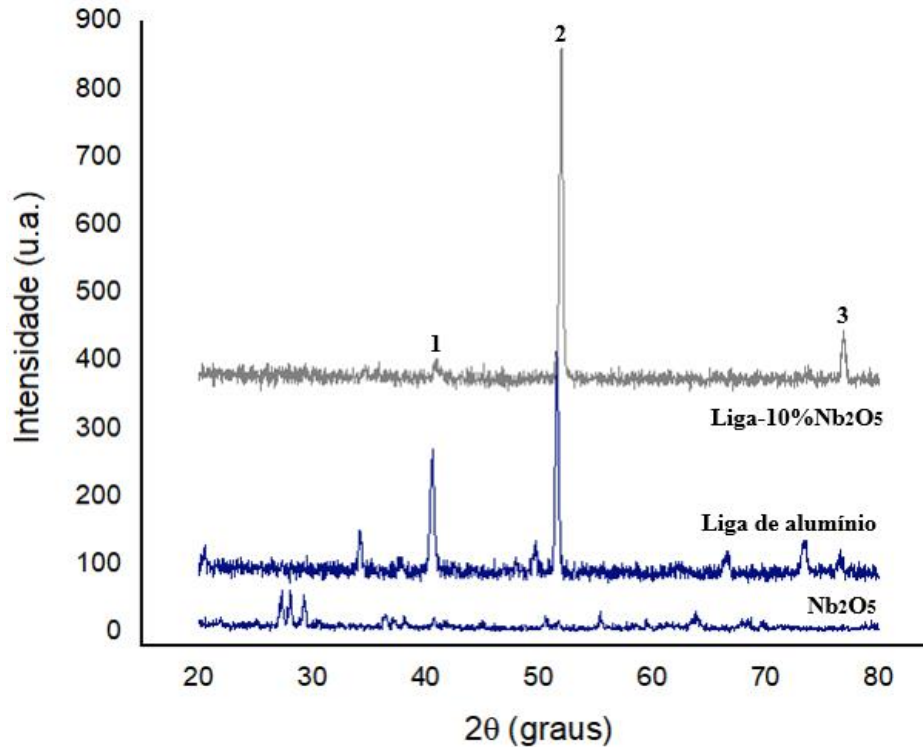
Fonte: Elaborado pela autora

Como pode ser visto no Gráfico 5, os picos identificados por 1, 2, 4 e 7 se encontram em angulações muito próximas às presentes na liga de alumínio, porém com intensidades menores, enquanto os identificados por 5 e 8 apresentam intensidades maiores. O pico identificado por 6 se encontra em angulação próxima a uma presente no pentóxido de nióbio, porém com intensidade muito maior.

Por último, o pico identificado por 3 não está presente em nenhum dos difratogramas dos pós puros e podem se referir, portanto, a uma nova fase. Para identifica-la seriam necessárias uma análise mais aprofundada com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) e a aplicação da técnica de difração de elétrons retro-espalhados (também conhecida pela sigla EBSD, do inglês *Electron backscatter diffraction*).

No Gráfico 6 é apresentada a sobreposição de 3 difratogramas: da liga de alumínio, do pentóxido de nióbio e da mistura com 10% em %p de pentóxido de nióbio.

Gráfico 6 – Difratograma da mistura Liga-10%Nb₂O₅



Fonte: Elaborado pela autora

No Gráfico 6, o pico identificado por 1 se encontra em angulação muito próxima à presente na liga de alumínio, porém com intensidade menor, enquanto os identificados por 2 e 3 apresentam intensidades maiores.

Não foi possível construir o difratograma da mistura com 50% de Nb₂O₅, pois a elevada dureza da amostra impossibilitou a execução das etapas de lixamento e polimento, fundamentais para a realização do ensaio de difratometria de raios-X.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

No presente trabalho foi estudada a influência da adição de diferentes percentuais de pentóxido de nióbio (5%, 10% e 50% de %peso) em corpos de prova que apresentavam uma matriz de liga de alumínio, avaliando as alterações obtidas em diferentes propriedades, sendo a principal motivação de desenvolvimento deste trabalho a escassez de pesquisas envolvendo o pentóxido de nióbio.

Notou-se que não houve padronização nos resultados obtidos na retração linear (%RL), não sendo possível concluir a real influência do pentóxido de nióbio nas características relacionadas a esse teste. Portanto, seria necessário avaliar uma maior variação de porcentagens no intervalo entre 5% e 50%, afim de observar algum comportamento e, assim, obter a influência do pentóxido de nióbio na liga de alumínio.

Os resultados de variação mássica e porosidade apresentaram comportamentos similares, de modo que quanto maior a porcentagem de Nb₂O₅ presente na mistura, maiores as porcentagens obtidas nesses ensaios. O aumento gradual na variação mássica, passando de uma média de 6,513% na mistura com 5% de Nb₂O₅ para 17,069% na mistura com 50%, mostra que maiores concentrações desse elemento na mistura resultam em formação de óxidos durante a sinterização e, conseqüentemente, aumentam a massa dos corpos de prova.

Em relação à porosidade, a porcentagem de poros existentes passou de uma média de 4,31% na mistura com apenas 5% de Nb₂O₅ para 26,21% na mistura com 50%, o que pode estar associado à sinterização incompleta dos corpos de prova, haja vista que as temperaturas adotadas para as misturas (654 °C, 682°C e 862°C) eram muito inferiores à temperatura adotada para as amostras puramente de pentóxido de nióbio (1200 °C).

Os ensaios de dureza resultaram em comportamento semelhante aos testes de variação mássica e porosidade, pois a dureza das misturas foi incrementada proporcionalmente ao aumento das porcentagens de Nb₂O₅ (notou-se que a dureza cresceu gradualmente de 29,31 HRA na liga de alumínio para 82,40 HRA na mistura com 50% de Nb₂O₅). Entretanto, esses resultados devem ser avaliados cuidadosamente, haja vista que os desvios padrão obtidos foram consideráveis, com um máximo de 19,71%.

Pela análise dos difratogramas percebeu-se que as porcentagens de 5% e 10% de pentóxido de nióbio nas misturas produziu pequenas alterações nos gráficos, de forma que a maioria dos picos já existentes na liga de alumínio foram apenas incrementados ou reduzidos. O pico enumerado por 3 não coincidiu com nenhum dos picos existentes na liga de alumínio

ou no pentóxido de nióbio, sendo necessários estudos mais aprofundados para identificar essa nova fase presente na mistura.

Diante dos resultados expostos, pode-se concluir que diferentes porcentagens de pentóxido de nióbio são capazes de aprimorar as características de uma liga de alumínio. As caracterizações mostraram que ele é capaz de aumentar a dureza, a porosidade e a massa das amostras, aspectos esses que podem ser desejáveis em várias peças, a depender da aplicação desejada.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6023: Informação e documentação – Referências – Elaboração**. Versão corrigida, 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO – ABAL. **Características Físicas e Químicas: Alumínio**. São Paulo. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/caracteristicas-quimicas-e-fisicas/>. Acesso em: 16 dez. 2021

AZEVEDO, Luciana Maria dos Santos. **Síntese do niobato de sódio a partir do óxido de nióbio e do nióbio metálico**. 2010. 95 p. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais). Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2010.

AZÊVEDO, Heytor Vitor Souza Bezerra de. **Metalurgia do pó aplicada na fabricação de ferramentas de corte: efeito da adição de WC e Co na sinterização e propriedades mecânicas da alumina**. Natal: EDUFRN, 2019.

BECKER, Rodrigo Pereira. **Junção de compactados ferrosos via sinterização por fase líquida**. 2013. 71 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, Florianópolis, 2013.

BLEICHER, Lucas; SASAKI, José Marcos. **Introdução à difração de raios-X em cristais**. Universidade Federal do Ceará (UFC), Ceará, 2000. (Apostila) Disponível em: <http://www.raiosx.ufc.br/site/wp-content/uploads/downloads/2013/01/apostila.pdf>. Acesso em: 04 jan. 2022.

BOLZON, Lucas Bomfim. **Nb₂O₅ como fotocatalisador para a degradação de índigo de carmina**. 2007. 72 p. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade de Brasília - UnB, Brasília, 2007. Disponível em: <https://repositorio.unb.br/handle/10482/3071>. Acesso em: 15 dez. 2021

BRITO, F. Iran Gomes de; MEDEIROS, Katarine F.; LOURENÇO, Jorge Magner. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Revista Holos**, RN, ano 23, v. 3, 11 dez. 2007. Disponível em: <https://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/139>. Acesso em: 11 dez. 2021.

CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma Introdução**. 8 ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos. Editora LTC, 2013.

CASTRO, Luis Antônio Suita de. Processamento de amostras para microscopia eletrônica de varredura. **Embrapa Clima Temperado-Fôlder/Folheto/Cartilha (INFOTECA-E)**. 37 p. Pelotas, 2002.

CHIAVERINI, Vicente. **Metalurgia do Pó: Técnica e Produtos**. 3. ed. rev. São Paulo: ABM - Associação Brasileira de Metalurgia, 1992.

COMPANHIA BRASILEIRA DE METALURGIA E MINERAÇÃO – CBMM. **Nióbio**. Araxá, Minas Gerais. Disponível em: <https://cbmm.com/Niobio>. Acesso em: 20 dez. 2021

DEDAVID, Berenice Anina *et al.* Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). In: DEDAVID, Berenice Anina *et al.* **Microscopia Eletrônica de Varredura: Aplicações e preparação de amostras. Materiais poliméricos, metálicos e semicondutores.** Porto Alegre: EdiPUCRS, 2007. cap. 1. Disponível em: <https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=qPyfKsSP8fUC&oi=fnd&pg=PA6&dq=microscopia+optica+x+microscopia+eletronica+de+varredura&ots=PTcKckbBVN&sig=ZbBiZyyOgzuxgceCvjEtgP2pcEs#v=onepage&q&f=false>. Acesso em: 3 jan. 2022.

DEMÉTRIO, Vagner Bendo. **Desenvolvimento de Aços Autolubrificantes via Compactação de Pós Granulados.** 2012. 88 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, 2012. Disponível em: <http://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/100437>. Acesso em: 4 dez. 2021.

EPMA, European Powder Metallurgy Association. Powder Metallurgy Components - Production Cycle Poster. 2008. Disponível em: <https://www.epma.com/epma-free-publications/product/powder-metallurgy-components-production-cycle-poster>. Acesso em: 01 dez. 2021.

GALIOTTO, Alexandre. **Estudo da sinterabilidade de materiais ferrosos contendo elevados teores de sulfetos como aditivos.** 2005. 76 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, Florianópolis, 2005.

GERMAN, R. M. (1998) Consolidation principles and process molding. In: ASM Handbook. Powder metal technologies and applications. **Materials Park**, OH. v.7, p. 437-452.

German, Randall M. **Injection molding of metals and ceramics.** Princeton, 1997.

GOMES, C. M.; REIS, J. P. dos; LUIZ, J. F.; OLIVEIRA, A. P. N. de; HOTZA, D. Defloculação de massas cerâmicas triaxiais obtidas a partir do delineamento de misturas. **Cerâmica**, [s. l.], v. 51, p. 336-342, 2005. DOI <https://doi.org/10.1590/S0366-69132005000400006>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/3wjyqy79Pz6NXctbNL4wCP4s/?lang=pt>. Acesso em: 15 dez. 2021.

JÚNIOR, Luiz Antônio Fonseca Peçanha. **Sinterização de compósitos TiB₂-AlN via plasma pulsado aplicado à ferramenta de corte.** 2014. 175 p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - UENF, Campos dos Goytacazes - Rio de Janeiro (RJ), 2014.

JÚNIOR, Materiais. Caracterização de Materiais: como realizar?. **Materiais Júnior**, 19 jun. 2018. Disponível em: <https://materiaisjr.com.br/caracterizacao-de-materiais/>. Acesso em: 22 dez. 2021.

JÚNIOR, Moisés Euclides da Silva. **Fabricação das Ligas de Alumínio AA3003 e AA3303 a Partir dos Pós Elementares de Alumínio e de Manganês através de Técnicas de Metalurgia do Pó.** 2020. 128 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Pernambuco - UFPE, Recife, 2020.

KIMINAMI, Claudio Shyinti; DE CASTRO, Walman Benício; DE OLIVEIRA, Marcelo Falcão. Metalurgia do pó. **Introdução aos processos de fabricação de produtos metálicos**. 1. ed. [S. l.]: Blucher, 2018. cap. 6, p. 177-202.

LEMOS, Sérgio Agostinho Garcia de. **Estudo do Processo de Produção de Pré-formas pelo Sistema de Consolidação de Pós Metálicos por Construção Radial (CCR)**. Porto Alegre. 2008. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL - PUCRS.

LIMA, Samille Kricia Bezerra de. **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 (Bacharelado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Ceará (UFC), Campus de Russas, Russas, 2021.

LOBO, Cândido 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 Ciências dos Materiais) – Universidade Federal do Ceará – UFC, Fortaleza, 2014.

LOZANO, Leonardo *et al.* **Caracterização microestrutural do cobre puro (Cu)**. Itapeva, São Paulo: Unesp – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, 2016.

MACEDO, Robson Aguiar de *et al.* Correlação entre microestrutura e dureza da liga livre de chumbo Bi-1,5%Ag*. **Congresso Anual da Abm - Internacional**: Tema: Fundição, São Paulo, n. 69, p. 1159-1168, 2014. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/Jose-Spinelli/publication/330916418_CORRELAÇÃO_ENTRE_MICROESTRUTURA_E_DUREZA_DA_LIGA_LIVRE_DE_CHUMBO_Bi-15Ag/links/5dc15672299bf1a47b162e43/CORRELAÇÃO-ENTRE-MICROESTRUTURA-E-DUREZA-DA-LIGA-LIVRE-DE-CHUMBO-Bi-1-5Ag.pdf. Acesso em: 18 jan. 2022.

MILANEZ, Mateus. **Avaliação da resistência ao desgaste da liga mecânica de TixNb obtida por metalurgia do pó**. 2015. 72 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRS, Porto Alegre, 2015. Disponível em: <http://hdl.handle.net/10183/140485>. Acesso em: 14 dez. 2021.

MORO, Norberto; AURAS, André Paegle. Metalurgia do Pó e o Futuro da Indústria. *In: Processos de Fabricação*: Metalurgia do Pó e o Futuro da Indústria. Florianópolis, 2007. Disponível em: <http://norbertocefetsc.pro.br/elm/wp-content/uploads/2014/09/metalurgiadop.pdf>. Acesso em: 29 nov. 2021.

MOURISCO, Aroldo José. **Preparação e caracterização de compósito de matriz de alumínio 1100 com partículas de SiC por metalurgia do pó**. 1995. 101 f. Dissertação de Mestrado - Curso de Tecnologia Nuclear, Universidade de São Paulo - USP, São Paulo, 1995.

OLIVEIRA, César Rodnei de. **Alteração das propriedades superficiais do alumínio via eletrólise a plasma**. 2010. 122 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Interfaces) - Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Sorocaba, 2010. DOI <http://dx.doi.org/10.5016/DT000604948>. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/88487>. Acesso em: 16 dez. 2021.

SANTOS, Maria Antônia dos. **Estudo da remoção de ligantes orgânicos em amostras produzidas por injeção de pós metálicos usando descargas elétricas**. 2002. 152 p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, Florianópolis, 2002. Disponível em: <http://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/84251>. Acesso em: 15 dez. 2021.

SCHAERER, Magna Maria Monteiro. **Análise Numérica do Comportamento de Densificação de Pós Metálicos Resultante do Processo de Compactação Uniaxial**. 2006. 91 p. Tese (Doutorado em Ciências em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ, Rio de Janeiro, 2006.

SILVA, Lara Cristina Teobaldo da. **Estudo da sinterização de produtos cerâmicos fabricados a partir da cinza da combustão da lenha**. 2021. 42 p . Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Ceará (UFC), Campus de Russas, Russas, 2021.

SOUZA, Danilo de. **Uso do pentóxido de nióbio para aplicação como substrato de antenas de microfita**. 2015. 162 p. Dissertação (Mestrado em Sistemas de Comunicação e Automação) – Universidade Federal Rural do Semiárido – UFERSA, Mossoró, 2015.

SOUZA JR., Jair Garcia de. **Revestimento à base de nióbio e nióbio-ferro obtido por aspersão térmica hipersônica sobre aço API 5L X70**. 2011, 93 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRS, Porto Alegre, 2011.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ. Biblioteca Universitária. **Guia de normalização de trabalhos acadêmicos da Universidade Federal do Ceará**. Fortaleza: Biblioteca Universitária, 2013. Disponível em: <https://biblioteca.ufc.br/wp-content/uploads/2019/10/guia-de-citacao-06.10.2019.pdf>. Acesso em: 9 nov. 2021.