



**INSTITUTO LATINO-AMERICANO DE
TECNOLOGIA, INFRAESTRUTURA E
TERRITÓRIO (ILATIT)**

ENGENHARIA DE MATERIAIS

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DA MOAGEM DE ALTA
ENERGIA NA FORMAÇÃO DO PÓ COMPÓSITO Cu/Al₂O₃**

Matheus Carriel da Silva

Foz do Iguaçu
2025

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DA MOAGEM DE ALTA
ENERGIA NA FORMAÇÃO DO PÓ COMPÓSITO $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$**

Matheus Carriel da Silva

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Instituto Latino-Americano de Tecnologia, Infraestrutura e Território da Universidade Federal da Integração Latino-Americana, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Dra. Prof.^a (Gislaine Bezerra Pinto Ferreira)

Foz do Iguaçu
2025

Matheus Carriel da Silva

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DA MOAGEM DE ALTA
ENERGIA NA FORMAÇÃO DO PÓ COMPÓSITO Cu/Al₂O₃**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Instituto Latino-Americano de Tecnologia, Infraestrutura e Território da Universidade Federal da Integração Latino-Americana, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

BANCA EXAMINADORA

Orientadora: Prof.^a (Dra.) (Gislaine Bezerra Pinto Ferreira)
(UNILA)

Prof. (Dr.) (José Ferreira da Silva Junior)
(UNILA)

Prof.^a (Dra.) (Priscila Lemes)
(UNILA)

Foz do Iguaçu, 1 de agosto de 2025.

Dedico este trabalho a minha mãe, que sempre me ajudou, e incentivou a seguir nos caminhos dos estudos. Sua dedicação, amor e apoio incondicional foram essenciais para que eu chegasse até aqui.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço à minha professora orientadora, Profa. Dra Gislaine Ferreira, por todos os ensinamentos compartilhados ao longo desses anos de graduação, no projeto de iniciação científica e na orientação deste TCC.

Ao professor José Ferreira, agradeço pelos ensinamentos transmitidos durante o curso e pela participação na banca de defesa deste trabalho.

Um agradecimento especial à professora Priscila Lemes, coordenadora do curso de Engenharia de Materiais, que sempre depositou sua confiança em mim ao longo de toda a graduação, serei eternamente grato.

Sou profundamente grato à minha família pelo apoio incansável durante este período. Em especial, à minha mãe Fernanda Carriel, minha avó Geny Carriel, que foram fundamentais na minha formação. Se hoje estou defendendo meu título de engenheiro, é graças ao amor e à força que recebi de vocês. Sem esse apoio, não teria chegado até aqui.

Não posso deixar de agradecer, com muito carinho e saudade, ao meu avô João Batista Carriel. Desde a minha infância até o ensino médio, ele sempre cuidou de mim com dedicação e amor, ajudando-me em tudo o que eu precisava. Seu exemplo, apoio e presença foram essenciais na minha trajetória, e sua memória continuará viva em cada conquista da minha vida.

À minha namorada, Gabrielly Cristine, que esteve ao meu lado durante toda essa trajetória e sempre me apoiou com carinho, paciência e compreensão, deixo meu sincero agradecimento.

Aos meus colegas de universidade, Augusto Pazzini, Alexandre Moreira e Mario Albertini, agradeço pela parceria e amizade ao longo dessa caminhada. Em especial, ao Gustavo Campoi, que esteve comigo até nos momentos mais difíceis. Levarei essa amizade comigo para toda a vida.

Ao meu amigo Pedro Gabriel, mesmo estando fora da universidade e distante fisicamente, agradeço pela lealdade e por sempre se mostrar um verdadeiro aliado.

Sou grato também ao Engenheiro de Materiais Fernando Vieira, pelas oportunidades que me concedeu e por ser uma referência profissional para mim.

Por fim, agradeço ao meu colega Engenheiro de Materiais e futuro mestre em Engenharia de Manufatura, Vinícius Furtado, por todo o apoio prestado nesta reta final do curso.

RESUMO

A moagem de alta energia tem sido amplamente utilizada para a produção de materiais avançados, permitindo a fragmentação intensa de partículas, homogeneização de misturas e introdução de defeitos estruturais. Este trabalho investigou a influência do tempo de moagem na formação do pó compósito Cu-Al₂O₃, com foco nas alterações microestruturais e estruturais promovidas pelo processo. Foram preparadas misturas com razões mássicas bola:pó de 10:1 e 20:1, submetidas a tempos de moagem de 2, 5, 10 e 20 horas. As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia por dispersão de energia (EDS), difração de raios X (DRX) e refinamento pelo método de Rietveld. As micrografias revelaram evidências de soldagem a frio e fragmentação. A análise por EDS indicou a presença de Cu, Al e O em todas as amostras, com melhor homogeneidade em tempos de moagem mais longos, além de contaminação por sílica atribuída ao desgaste dos componentes de moagem. O DRX mostrou a preservação das fases Al₂O₃ e Cu, enquanto o refinamento de Rietveld indicou redução do tamanho médio dos cristalitos e aumento da microdeformação. A amostra com razão 20:1 destacou-se por apresentar os resultados mais favoráveis, evidenciando uma dispersão mais eficiente, e com maior uniformidade na morfologia das partículas e uma redução no tamanho dos cristalitos em relação à mistura 10:1. Os resultados sugerem que a moagem de alta energia é uma rota eficiente para o refino estrutural e a mistura física de fases metálicas e cerâmicas, sendo uma etapa promissora para a obtenção de compósitos voltados à sinterização e de grande importância para aplicações na metalurgia do pó.

Palavras-chave: Moagem de alta energia; material compósito; partículas compósitas; Al₂O₃-Cu.

RESUMEN

La molienda de alta energía se ha utilizado ampliamente en la producción de materiales avanzados, lo que permite una intensa fragmentación de partículas, la homogeneización de la mezcla y la introducción de defectos estructurales. Este estudio investigó la influencia del tiempo de molienda en la formación de polvo compuesto de Cu-Al₂O₃, centrándose en los cambios microestructurales y estructurales que promueve el proceso. Se prepararon mezclas con relaciones de masa de bolas a polvo de 10:1 y 20:1 y se sometieron a tiempos de molienda de 2, 5, 10 y 20 horas. Las muestras se caracterizaron mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopia de energía dispersiva (EDS), difracción de rayos X (DRX) y refinamiento de Rietveld. Las micrografías revelaron evidencia de soldadura en frío y fragmentación. El análisis de EDS indicó la presencia de Cu, Al y O en todas las muestras, con una homogeneidad mejorada a tiempos de molienda más largos, además de contaminación por sílice atribuida al desgaste de los componentes de molienda. La difracción de rayos X (DRX) reveló la conservación de las fases de Al₂O₃ y Cu, mientras que el refinamiento de Rietveld indicó una reducción del tamaño promedio de los cristalitas y un aumento de la microdeformación. La muestra con una proporción de 20:1 destacó por presentar los resultados más favorables, demostrando una dispersión más eficiente, mayor uniformidad en la morfología de las partículas y una reducción del tamaño de los cristalitas en comparación con la proporción de 10:1. Los resultados sugieren que la molienda de alta energía es una ruta eficiente para el refinamiento estructural y la mezcla física de las fases metálicas y cerámicas, lo que representa un paso prometedor para la obtención de compuestos aptos para la sinterización y de gran importancia para las aplicaciones de pulvimetalurgia.

Palabras clave: Molienda de alta energía; material compuesto; partículas compuestas; Al₂O₃-Cu.

ABSTRACT

High-energy milling has been widely used for the production of advanced materials, enabling intense particle fragmentation, mixture homogenization, and the introduction of structural defects. This study investigated the influence of milling time on the formation of Cu-Al₂O₃ composite powder, focusing on the microstructural and structural changes promoted by the process. Mixtures with ball-to-powder mass ratios of 10:1 and 20:1 were prepared and subjected to milling times of 2, 5, 10, and 20 hours. The samples were characterized by scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive spectroscopy (EDS), X-ray diffraction (XRD), and Rietveld refinement. The micrographs revealed evidence of cold welding and fragmentation. EDS analysis indicated the presence of Cu, Al, and O in all samples, with improved homogeneity at longer milling times, in addition to silica contamination attributed to wear of the grinding components. XRD revealed preservation of the Al₂O₃ and Cu phases, while Rietveld refinement indicated a reduction in average crystallite size and increased microdeformation. The sample with a 20:1 ratio stood out for presenting the most favorable results, demonstrating more efficient dispersion, greater uniformity in particle morphology, and a reduction in crystallite size compared to the 10:1 ratio. The results suggest that high-energy milling is an efficient route for structural refinement and physical mixing of metallic and ceramic phases, representing a promising step for obtaining composites suitable for sintering and of great importance for powder metallurgy applications.

Keywords: High energy grinding; composite material; composite particles; Al₂O₃-Cu.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Sistema de escovas com anéis coletores empregado em geradores de turbinas eólicas.	20
Figura 2 - Classificação dos compósitos quanto ao tipo de reforço.....	28
Figura 3 - Moinho agitador SPEX.....	31
Figura 4 - Moinho modelo atritor.....	31
Figura 5 - Moinhos comerciais.....	32
Figura 6 - Moinho de bolas planetário.	33
Figura 7 - Esquema do movimento das esferas no interior do recipiente de moagem.	33
Figura 8 - Formação de pó compósito após moagem de alta energia.....	38
Figura 9 - Esquema ilustrativo do fenômeno de difração de raios X.	41
Figura 10 - Fluxograma do projeto.	45
Figura 11 - (A) Moinho de alta Energia Retsh - PM 100. (B) - Jarro e esferas de Ágata.	46
Figura 12 - (A) Amostra do compósito sobre a folha metálica para secagem. (B) - Estufa de secagem.....	47
Figura 13 - (A) Remoção do compósito da folha metálica após ser secado. (B) - Armazenamento do compósito para análises.....	48
Figura 14 - Difratorômetro multipropósito EMPYREAN.	49
Figura 15 - Microscópio Eletrônico de Varredura - Zeiss EVO-MA10.....	50
Figura 16 - Parte interna do MEV.....	50
Figura 17 - Micrografia MEV da amostra de partida – Al ₂ O ₃ (Zoom de 5.000x).	51
Figura 18 - Micrografia MEV da amostra de partida – Cu (Zoom de 5.000x).	52
Figura 19 - DRX dos pós de partida	53
Figura 20 - Micrografia MEV da mistura 10:1 moída por (A) 2h, (B) 5h, (C) 10h e (D) 20h (Ampliação de 5.000x).....	54
Figura 21 - Micrografia MEV da mistura 20:1 moída por (A) 2h, (B) 5h, (C) 10h e (D) 20h (Ampliação de 5.000x).....	55
Figura 22 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 10:1, submetido a 2 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre.	57

Figura 23 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 10:1, submetido a 20 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre.	58
Figura 24 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 20:1, submetido a 2 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre.	58
Figura 25 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 20:1, submetido a 20 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre.	59
Figura 26 - Padrões de difrações de raios X do pó compósito Al_2O_3 -Cu durante os tempos de moagem 2h, 5h, 10h, 20h.	62
Figura 27 - Padrões de difrações de raios X do pó compósito Al_2O_3 -Cu durante os tempos de moagem 2h, 5h, 10h, 20h.	63
Figura 28 - Variação da microstrain em função do tempo de moagem para as misturas 10:1 e 20:1, obtida a partir do refinamento pelo método de Rietveld.	65
Figura 29 - Variação do tamanho médio de cristalito em função do tempo de moagem para as misturas 10:1 e 20:1, obtida a partir do refinamento pelo método de Rietveld.	66
Figura 30 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 10:1, submetido a 5 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre	77
Figura 31 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 10:1, submetido a 10 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre	77
Figura 32 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 20:1, submetido a 5 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre	79

Figura 33 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 20:1, submetido a 10 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre	79
Figura 34 - Gráfico contendo o tamanho de cristalito iniciais dos pós de partida Cu e Al ₂ O ₃	80
Figura 35 - Congresso de Engenharia e Ciências Aplicadas das Três Fronteiras (MEC3F).....	81
Figura 36 - IV Semana Integrada de Ensino, Pesquisa e Extensão (EICTI)	81

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades da Alumina.....	24
Tabela 2 - Propriedades do Cobre.....	26
Tabela 3 - Materiais utilizados para a produção do compósito	44
Tabela 4 - Especificação Técnica da Mistura 10:1 do Compósito Cu-Al ₂ O ₃	45
Tabela 5 - Especificação Técnica da Mistura 20:1 do Compósito Cu-Al ₂ O ₃	46
Tabela 6 - Composição elementar das amostras (10:1), obtidas por EDS (% em massa)	60
Tabela 7 - Composição elementar das amostras (20:1), obtidas por EDS (% em massa)	61

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MAE	Moagem de Alta Energia
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
DRX	Difração de Raios X
EDS	Espectroscopia de Dispersão de Energia
BPR	<i>Ball-to-powder weight ratio</i>
Al ₂ O ₃	Alumina
Cu	Cobre

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	19
2. OBJETIVOS	21
2.1 Objetivos específicos	21
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
3.1 Estado da arte	22
3.2 Alumina.....	24
3.3 Cobre	25
3.4 Materiais Compósitos	27
3.5 Moagem de Alta Energia.....	29
3.6 Variáveis do processo	30
3.6.1 Tipos de moinhos	30
3.6.2 Material do cadinho	34
3.6.3 Velocidade de moagem	34
3.6.4 Tempos de moagem.....	34
3.6.5 Material, tamanho, quantidade e distribuição de tamanho das esferas de moagem.....	35
3.6.6 Relação em peso de massa de bolas para massa pó.....	35
3.7 Sistemas de misturas	36
3.8 Microscópio Eletrônico de Varredura.....	39
3.9 Difração de raios x e o Método Rietveld.....	40
4. MATERIAIS E MÉTODOS	44
4.1 Materiais	44
4.2 Métodos	44
5.0 RESULTADOS E DISCUSSÕES	51
5.1 Material de partida	51
5.2 Análises da morfologia dos pós moídos.....	54
5.3 Análises de Espectroscopia por Energia Dispersiva	57

5.4 Análises de drx das amostras moídas	62
5.4.1 Mistura 10:1	62
5.4.2 Mistura 20:1	63
5.4.3 Análise do refinamento de Rietveld	64
5.4.3.1 Microdeformação da rede cristalina	65
5.4.3.2 Tamanho do cristalito	66
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS	68
6.1 Propostas para futuros trabalhos	70
7. REFERÊNCIAS	71
apêndice A	77
apêndice B	80
apêndice C	81

1. INTRODUÇÃO

O uso de materiais compósitos tem crescido devido, à combinação de alta resistência e baixo peso que oferecem. Atualmente, praticamente todos os setores industriais se beneficiam dessas propriedades. Nas últimas décadas, o avanço tecnológico e a mudança nas demandas de mercado impulsionaram o desenvolvimento de novos materiais e processos de fabricação. Nesse contexto, surgiram tecnologias e sistemas capazes de atender a diferentes segmentos, entre os quais se destacam: aeroespacial, automotivo, construção civil, indústria naval, equipamentos resistentes à corrosão, bens de consumo e outros (Manohar, 2019).

Os materiais compósitos são formados pela união de duas ou mais fases distintas, que atuam em conjunto como um único material. Essa combinação permite alcançar propriedades que não seriam obtidas por nenhuma das fases de forma isolada, com o objetivo de obter um material com propriedades superiores às das fases isoladas. Em geral, eles são compostos por uma fase matriz, responsável por manter as fases unidas e distribuir os esforços aplicados, e por uma fase de reforço, que contribui para o aumento de propriedades específicas, como a resistência mecânica, a rigidez ou a dureza (Callister Jr, 2010).

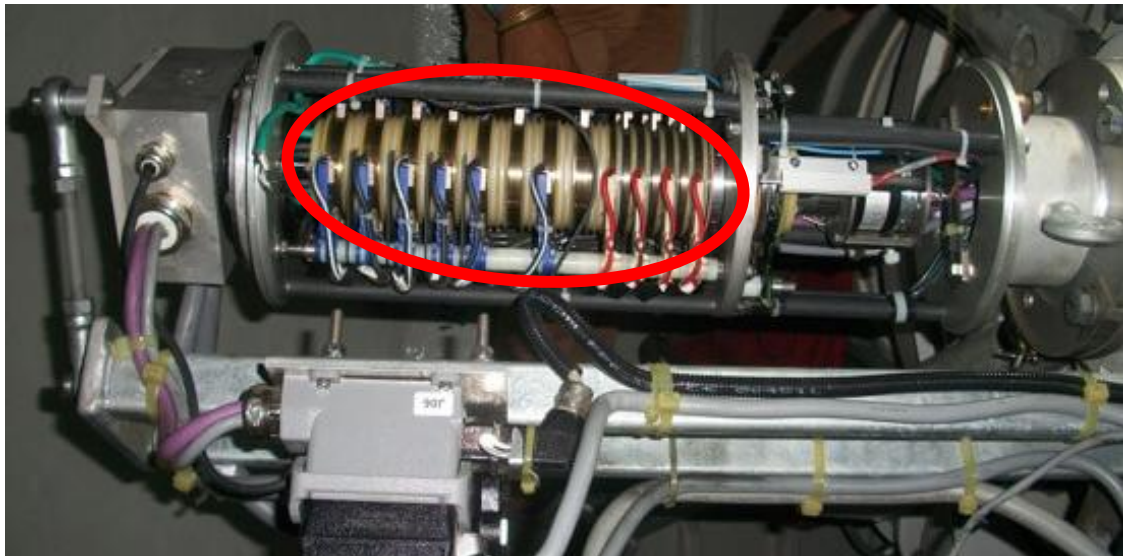
Em compósitos à base de cobre reforçados com alumina, as partículas de óxidos se mantêm estáveis na matriz metálica, não sofrendo crescimento nem dissolução significativa. Essa característica garante a preservação das propriedades originais do material mesmo após repetidos ciclos de aquecimento (Chen; Cin, 1995).

A moagem de alta energia, tem sido amplamente empregada na produção de compósitos, com o objetivo de promover a homogeneização da microestrutura. Essa uniformidade estrutural é essencial, especialmente em materiais de contato, cujas propriedades elétricas, como elevada condutividade térmica, resistência ao arco elétrico e estabilidade química, são diretamente afetadas pela forma como os constituintes se distribuem no material. O controle da microestrutura gerada pela moagem de alta energia, contribui para a melhoria da condutividade elétrica e da resistência mecânica, aspectos fundamentais para o desempenho eficiente desses materiais em aplicações que envolvem corrente elétrica e altas temperaturas (Torres et al., 2009).

O sistema $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$ pode proporcionar elevada resistência mecânica, boa condutividade elétrica e excelente estabilidade térmica, o que os torna adequados para diversas aplicações. Graças a esse conjunto de propriedades, têm sido empregados em eletrodos para soldagem por resistência (Nadkarani, 1990), componentes de derivação (Lee; Ha; Kim, 2001), aceleradores de partículas (Valdiviez et al., 2000) e conectores elétricos (Motta et al., 2001).

De acordo com (Abu-Oqail et al., 2023), nanocompósitos à base de cobre contendo Al_2O_3 e GNs revestidos com prata estão sendo empregados em turbinas eólicas, mais precisamente nas escovas com anéis coletores dos geradores, indicado pelo círculo vermelho (Figura 1), devido à necessidade de baixo atrito, alta condutividade térmica e elétrica. Essas características são necessárias para garantir segurança, reduzir manutenções e prolongar a vida útil dos componentes.

Figura 1 - Sistema de escovas com anéis coletores empregado em geradores de turbinas eólicas.



Fonte: (Michelle Froese, 2015).

O material compósito $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$ possui ótimas propriedades para aplicações tecnológicas, mas seu processamento apresenta desafios, como a necessidade de sinterização em atmosfera inerte para evitar a oxidação do cobre. No entanto, devido à indisponibilidade de fornos com controle atmosférico, este trabalho se restringe à etapa de moagem, com foco na análise da homogeneidade das misturas obtidas e no entendimento de como essa etapa influencia o desenvolvimento inicial do compósito.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo realizar o estudo da influência dos parâmetros da moagem de alta energia (MAE) na formação do pó compósito Cu/Al₂O₃.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Produzir pós compósitos através da MAE por diferentes tempos.
- b) Analisar a morfologia e mudanças microestruturais através do MEV, EDS, e posteriormente levar para o DRX para identificar fases presentes. Em diferentes condições de moagem.
- c) Avaliar a influência do tempo de moagem na morfologia e tamanho de partícula dos pós.
- d) Avaliar a influência da relação da massa de bolas para massa de pó no comportamento da mistura dos pós.
- e) Analisar os pós pelo método Rietveld para estudar o comportamento do tamanho de cristalito e microdeformação da rede cristalina.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 ESTADO DA ARTE

Nos últimos anos, tanto a metalurgia do pó quanto a moagem de alta energia têm se consolidado como rotas eficazes para a produção de pós compósitos intermetálicos, contribuindo significativamente para os avanços na área de engenharia de materiais (Furtado, 2025). Em seus estudos, (Júnior, 2008), destacou a eficiência da moagem de alta energia na obtenção de pós homogêneos no sistema Ta-Cu. Segundo o autor, o tempo de moagem foi um fator decisivo na uniformização da distribuição elementar e na redução do tamanho das partículas, características fundamentais para o aprimoramento das propriedades térmicas e mecânicas dos compósitos. De forma complementar, (Bezerra P., 2008), analisou os efeitos do tempo de moagem na evolução microestrutural do compósito WC-Co, seus resultados indicaram que o prolongamento do tempo de moagem favoreceu o refinamento progressivo dos cristalitos, além de intensificar a microdeformação da rede cristalina.

Segundo (Nishi; Araki; Eto, [S.d.]), a combinação Cu/Al₂O₃ é utilizada em condutores elétricos, estruturas de ligação, eletrodos para soldagem por resistência e, no caso do reator termonuclear experimental internacional, em que a primeira parede de aço inoxidável foi projetada para se unir a uma placa de cobre reforçado com dispersão de alumina, visando maior dissipação térmica. Estudos clássicos de (Ashby; Jones, 2012) e (Shackelford; Doremus, 2008), já destacavam o potencial de compósitos metálicos-cerâmico para diversos tipos de aplicações.

Contudo, a produção de compósitos Cu/Al₂O₃ apresenta desafios significativos, principalmente devido à imiscibilidade entre os componentes em condições de equilíbrio, e à baixa molhabilidade do cobre sobre a alumina. (Hume-Rothery; Raynor, 1956), assim como (Pauling, 1960), apontam que o sistema Cu-Al₂O₃ não apresenta solubilidade mútua, o que dificulta sua consolidação por rotas convencionais. Além disso, estudos como o de (O'BRIEN; CHAKLADER, 1974), relatou ângulos de contato entre 124° e 170° para o Cu sobre a Al₂O₃, indicando má molhabilidade e conseqüente baixa eficiência de sinterização. Para superar essas limitações técnicas, como sinterização com fase líquida e moagem prolongada, têm sido empregadas a fim de refinar partículas, aumentar a área de contato e promover maior atividade superficial (GAFFET et al., 1991).

A moagem de alta energia aplicada a sistemas dúctil-frágil, como o Cu/Al₂O₃, promove intensa deformação plástica nas partículas dúcteis (Cu) e fragmentação das partículas frágeis (Al₂O₃), com conseqüente refinamento da microestrutura e melhoria na dispersão da fase cerâmica na matriz metálica. Segundo (Suryanarayana, 1998 e 2004) e (Koch, 1993), durante o processo ocorrem ciclos repetidos de fratura e soldagem a frio, resultando em partículas com estrutura lamelar no início da moagem e posterior formação de aglomerados. Esse mecanismo foi descrito por (Rezayat et al., 2023) e (Janot; Guérard, 2005), em estudos sobre a morfologia evolutiva de pós submetidos a moagem intensiva.

Em seus experimentos, (Oliveira, 2014), demonstrou que a moagem por 100 horas levou a uma significativa redução no tamanho médio das partículas em todas as composições avaliadas (5, 10 e 15% Cu). Observou-se que a composição com 5% de Cu apresentou a melhor homogeneidade e menor tamanho médio, o que favoreceu a densificação na etapa de sinterização.

(Rajkovic; Bozic; Jovanovic, 2010) estudaram compósitos Cu/Al₂O₃ e verificaram que a oxidação interna de Cu–2 wt.%Al gerou cerca de 3,7 wt.% de Al₂O₃ nanométrico, resultando em lamelas mais finas e em microdureza e estabilidade térmica superiores às de compósitos com 4 wt.% de Al₂O₃. A condutividade elétrica não variou com o tempo de moagem, mas foi menor nos compósitos com Al₂O₃ nanoestruturado. As propriedades obtidas indicam potencial para aplicação como pontas de eletrodos de soldagem por resistência da classe 4 da *RWMA*. Tais efeitos foram discutidos por (Ying; Zhang, 2000), que investigaram a influência da quantidade de reforço na eficiência da sinterização e na formação de interfaces contínuas entre os constituintes.

(Rezayat et al., 2023), investigaram também o sistema Cu/Al₂O₃ do presente trabalho, sintetizando o nanocompósito por moagem planetária de alta energia. As análises por microscopia eletrônica de varredura e transmissão e difração de raios X indicaram que o aumento do tempo de moagem reduziu o tamanho de cristalito do cobre e promoveu a formação de partículas de alumina, distribuídas na matriz.

3.2 ALUMINA

A alumina (Al_2O_3) é um óxido de alumínio geralmente produzido a partir da bauxita, utilizando o processo Bayer. Esse método envolve etapas como a digestão da bauxita com hidróxido de sódio, resultando em uma solução de aluminato de sódio, seguida pela precipitação do hidróxido de alumínio, lavagem e calcinação. Além desse procedimento convencional, a alumina também pode ser sintetizada a partir de sais de alumínio, utilizando rotas como sol-gel, co-precipitação, síntese hidrotérmica, entre outras (Fernandes et al., 2021).

O avanço nas pesquisas envolvendo materiais cerâmicos à base de Al_2O_3 tem se intensificado ao longo dos últimos anos, impulsionado por seu custo acessível e pelo conjunto de propriedades físico-químicas interessantes, como elevada dureza, resistência ao desgaste, estabilidade térmica e inércia química. Tais características tornam a alumina uma matéria-prima estratégica para diversas aplicações tecnológicas (Gonçalves; Castro Junior; Sales, 2020).

A estrutura cristalina da Al_2O_3 é composta por dois tipos principais de sítios: hexagonais e octaédricos. Os sítios hexagonais correspondem às posições localizadas nos vértices da célula unitária, enquanto os sítios octaédricos se situam entre camadas empilhadas verticalmente. Os cátions de alumínio ocupam cerca de dois terços dos sítios octaédricos, enquanto os ânions de oxigênio ocupam aproximadamente um terço desses mesmos sítios. Cada átomo de oxigênio é compartilhado por quatro octaedros, o que contribui para a formação de ligações fortes dentro da estrutura. Essa organização estrutural confere à alumina propriedades físicas e químicas notáveis (Davis, 2010).

As propriedades mecânicas e térmicas da alumina, que justificam seu amplo uso em diversas aplicações, estão resumidas na Tabela 1.

Tabela 1 - Propriedades da Alumina.

Propriedades	Faixa de valores
Densidade relativa (g/cm^3)	3,4 – 4,0
Coeficiente de expansão térmica ($\times 10^{-6}$ $^{\circ}\text{C}^{-1}$)	7,5 – 8,5
Resistência à compressão (MPa)	1000 – 2800
Resistência à tração (MPa)	140 – 170

Resistência à flexão (MPa)	280 – 420
Tenacidade à fratura (MPa·m ^{1/2})	3,0 – 4,0
Módulo de elasticidade (GPa)	350 – 400
Módulo de cisalhamento (GPa)	140 – 160
Microdureza (kg/mm ²)	1400 - 1800

Fonte: (Campos, 2016).

Devido ao seu conjunto de propriedades físico-químicas e mecânicas, a alumina é empregada em diferentes setores industriais. Na área biomédica, é utilizada em implantes ortopédicos e dentários, bem como em próteses articulares, destacando-se por sua biocompatibilidade, resistência ao desgaste e estabilidade química. No campo eletrônico, a alumina atua como material isolante, substrato para dispositivos microeletrônicos e componentes de vedação, aproveitando sua alta pureza e excelente estabilidade térmica. Sua capacidade de suportar elevadas temperaturas a torna indispensável em refratários industriais, janelas para micro-ondas e sistemas de blindagem cerâmica para aplicações militares, evidenciando sua versatilidade tecnológica (Arif; Ahmad, 2022).

3.3 COBRE

O cobre é um dos metais não ferrosos de maior importância tecnológica, principalmente devido à sua elevada condutividade elétrica e térmica. Trata-se do segundo metal mais empregado industrialmente, ficando atrás apenas do alumínio. Na natureza, ocorre sob diferentes formas minerais, tais como óxidos (como a cuprita: Cu₂O), carbonatos (malaquita) e diversos sulfetos, como a calcopirita (CuFeS₂), bornita, calcosita (Cu₂S) e covelita. A obtenção do cobre metálico a partir desses minérios envolve, inicialmente, etapas de calcinação para remoção do enxofre, resultando em cobre bruto. Este pode ser purificado por processos pirometalúrgicos ou por eletrorefino, sendo este último responsável por produzir cobre com alto grau de pureza. Durante o processo eletrolítico, o cobre é depositado no cátodo, o que permite sua aplicação em sistemas eletrônicos e eletrotécnicos que exigem materiais com elevada pureza (Andrade et al., 1997).

O cobre, elemento metálico de número atômico 29, pertence à família dos metais de transição da tabela periódica. Apresenta o número de massa aproximado de 63,546 u. As valências mais comuns do cobre são +1 e +2. Do ponto de vista

estrutural, o cobre cristaliza na estrutura cúbica de face centrada (CFC), característica que influencia suas propriedades mecânicas e de deformação (Barcelos, 2010).

A Tabela 2 mostra as propriedades físico-químicas e mecânicas essenciais do cobre.

Tabela 2 - Propriedades do Cobre.

Propriedades	Faixa de valores
Densidade relativa (g/cm ³)	8,96
Ponto de fusão (°C)	1083
Ponto de ebulição (°C)	2595
Condutividade térmica (W/m·K)	400
Condutividade elétrica (Ω·m)	$1,7 \times 10^{-7}$
Resistência à tração (MPa)	28 – 40
Módulo de cisalhamento (GPa)	45,1 – 47,4
Dureza (MPa)	430 – 460
Ductibilidade (%)	0,23 – 0,25
Tensão de ruptura por tração (MPa)	145 – 160

Fonte: Adaptado de (Losekann, 2003; Nobre, 2006).

O cobre e suas ligas apresentam aplicações em vários setores industriais devido às suas propriedades, com destaque para a excelente condutividade elétrica e térmica, resistência à corrosão, usinabilidade e boa conformabilidade. No setor eletrônico, o cobre é fundamental em fitas condutoras utilizadas em dispositivos de iluminação e microeletrônicos, onde sua condutividade elétrica é a principal vantagem. Sistemas de encanamento, aquecimento, refrigeração e trocadores de calor fazem uso extensivo de tubos e placas de cobre, aproveitando sua elevada condutividade térmica e boa resistência mecânica. Além disso, ligas de cobre como latão são utilizadas na produção de válvulas, fixadores e componentes de hardware de construção. A facilidade de conformação e fabricação também contribui para a utilização do cobre em larga escala (Davis, 2001).

Atualmente, a metalurgia do pó por meio da moagem de alta energia é frequentemente empregada nestes tipos de aplicações industriais, devido à sua eficiência econômica, destacando-se especialmente na produção de ligas metálicas como as de nióbio e cobre (Rotta, 2005).

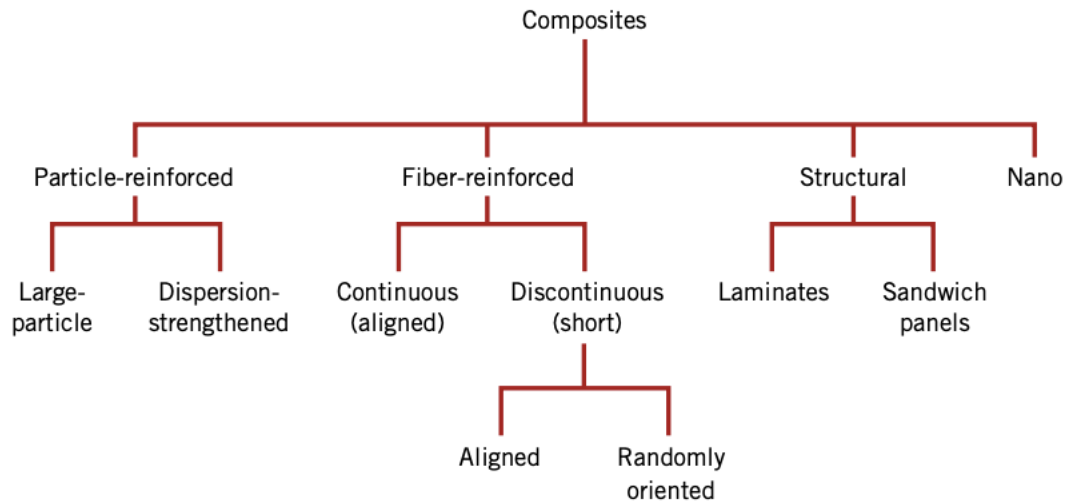
3.4 MATERIAIS COMPÓSITOS

O reconhecimento dos materiais compósitos como uma classe distinta de materiais ocorreu na metade do século XX, a partir do desenvolvimento de compósitos multifásicos projetados e otimizados para aplicações específicas. Apesar da existência milenar de materiais multifásicos naturais ou rudimentares, como madeira, conchas ou tijolos reforçados com palha, foi somente com o avanço da engenharia de materiais que se consolidou o conceito de combinar diferentes fases para alcançar propriedades superiores. Esses compósitos modernos possibilitam a obtenção de características mecânicas, térmicas e funcionais que não são atingidas por materiais metálicos, cerâmicos ou poliméricos convencionais de microestrutura homogênea (Callister Jr, 2010).

Nos projetos envolvendo materiais compósitos, busca-se combinar de forma estratégica diferentes classes de materiais, como metais, cerâmicas e polímeros, com o objetivo de desenvolver sistemas multifásicos que apresentem propriedades otimizadas e adequadas a aplicações específicas. Em geral, esses compósitos são constituídos por duas fases distintas: a matriz, que forma a estrutura de fase contínua do material, e a fase dispersa, inserida na matriz com a função de reforço. As propriedades finais do compósito dependem tanto das características individuais de cada fase quanto de fatores como suas proporções relativas e, principalmente, da geometria da fase dispersa, que inclui aspectos como a forma, o tamanho, a distribuição e a orientação das partículas ou fibras incorporadas (Júnior, 2008).

Os materiais compósitos podem ser classificados quanto a geometria do reforço em três categorias principais: compósitos particulados, compósitos reforçados com fibras e compósitos estruturais (Figura 2). Cada uma dessas categorias possui subdivisões específicas, de acordo com as características da fase dispersa e com a forma como os materiais são combinados. Nos compósitos particulados, as partículas de reforço geralmente apresentam dimensões semelhantes entre os três eixos. Já nos compósitos fibrosos, o reforço assume a forma de fibras com elevada razão entre comprimento e diâmetro. Por fim, os compósitos estruturais envolvem arranjos mais complexos, que combinam materiais compósitos com materiais convencionais, visando obter desempenho mecânico superior em aplicações estruturais (Callister Jr, 2010).

Figura 2 - Classificação dos compósitos quanto ao tipo de reforço.



Fonte: (William D. Callister; David G. Rethwisch, 2016).

As características dos materiais compósitos dependem das propriedades da matriz. A matriz retém o reforço para criar a forma desejada, embora o reforço melhore as características gerais da matriz. O papel da matriz é manter as partículas de reforço no lugar e suportá-las (William D. Callister; David G. Rethwisch, 2016) (Rimašauskas; Kuncius; Rimašauskienė, 2019). A matriz mantém o reforço para criar a forma necessária, enquanto o reforço aumenta todas as características mecânicas da matriz. A matriz é um material monolítico no qual geralmente o reforço é incorporado e deve ser distribuído uniformemente por toda a matriz. Materiais como alumínio, magnésio, níquel, titânio e cobalto podem ser usados como materiais de matriz. A fase de reforço deve estar bem aderida ao material da matriz (Mallick, 2012).

Já a fase de reforço contribui significativamente para o desempenho final do compósito, promovendo aumento na rigidez e resistência mecânica. Em geral, os reforços promovem melhorias em propriedades como resistência à fratura, estabilidade frente a choques térmicos e resistência à fluência sob altas temperaturas (Amadio, 2012).

Os materiais compósitos também podem ser classificados de acordo com o tipo de matriz que os constitui, sendo assim categorizados como compósitos de matriz polimérica (CMP), matriz cerâmica (CMC) ou matriz metálica (CMM) (Callister Jr, 2010).

A combinação de elevada resistência mecânica e boa condutividade elétrica, mesmo em condições de alta temperatura, torna os compósitos de Cu/Al₂O₃ candidatos promissores para aplicações como materiais elétricos em regime severo. Além disso, apresentam grande potencial para utilização em componentes de dissipação térmica no reator experimental termonuclear internacional, incluindo eletrodos, cabos condutores, conectores e desviadores (Ruihua et al., 2008)

3.5 MOAGEM DE ALTA ENERGIA

A moagem de alta energia, é caracterizada pela elevada velocidade de rotação e pela frequência intensa de colisões entre as esferas moedoras e o material a ser processado, ambos contidos em um vaso de moagem. Esse mecanismo de impacto contínuo fornece a energia necessária para promover a dispersão eficiente das fases, introdução de defeitos cristalinos e, em alguns casos, a formação de novas fases. Quando aditivos líquidos são incorporados ao sistema, torna-se possível a síntese de partículas em escala nanométrica (Nunes, 2019).

Durante o processo de MAE, o principal mecanismo de transformação está relacionado às colisões intensas entre os corpos moedores e as partículas de pó localizadas entre eles. Esses impactos sucessivos provocam ciclos repetidos de deformação plástica, soldagem a frio e fratura das partículas, sendo esses fenômenos os principais responsáveis pela evolução microestrutural do material processado. Nos casos em que a mistura contém partículas frágeis, estas tendem a se fragmentar rapidamente. Já as partículas dúcteis sofrem deformação plástica acumulada até que, devido ao encruamento progressivo, se tornam frágeis e também se rompem. A elevada pressão gerada nas colisões é responsável pelo aumento da tensão interna, facilitando a fragmentação dessas partículas. Além disso, as partículas dúcteis podem se soldar umas às outras devido ao aumento localizado de temperatura provocado pela energia cinética dos impactos. A eficiência desse processo está diretamente relacionada ao comportamento mecânico dos pós utilizados na mistura inicial e ao tipo de tensões geradas no interior do recipiente de moagem (Milheiro, 2006).

A moagem de alta energia inicia-se com a preparação da mistura dos pós de partida, que devem estar em proporções previamente estabelecidas. Essa mistura é então colocada dentro do recipiente de moagem, onde são adicionadas as esferas ou cargas de moagem, respeitando uma relação adequada entre a massa das esferas

e a massa do pó. Após o fechamento do recipiente e sua fixação no moinho, o processo é iniciado. Durante a moagem, diversos parâmetros são controlados, tais como o tempo de moagem, velocidade do equipamento, energia aplicada, temperatura, além da razão entre a massa das bolas e a massa do pó. Também podem ser utilizados agentes controladores para otimizar ou ajustar o processo conforme necessário, segundo, (Bezerra P., 2008).

3.6 VARIÁVEIS DO PROCESSO

Este tópico pode ser considerado como complexo, pois requer o ajuste cuidadoso de múltiplas variáveis para alcançar a fase e a microestrutura desejadas no material final (Suryanarayana, 1998).

Entre os parâmetros mais relevantes que influenciam a composição e as características do pó produzido, destacam-se:

- Tipo de moinho;
- Material do cadinho;
- Velocidade de moagem;
- Tempos de moagem;
- Material, tamanho, quantidade e distribuição de tamanho das esferas de moagem;
- Relação em peso de massa de bolas para massa pó.

3.6.1 TIPOS DE MOINHOS

Há uma variedade de equipamentos utilizados na moagem de alta energia para a produção de pós moídos ou ligados mecanicamente. Esses moinhos apresentam diferenças quanto ao projeto estrutural, capacidade de processamento, eficiência na transmissão de energia e a presença de recursos complementares, como sistemas de aquecimento ou resfriamento. De acordo com (Suryanarayana, 2004), existem diversos modelos disponíveis comercialmente para aplicações convencionais, também há equipamentos especialmente desenvolvidos por pesquisadores com finalidades específicas, como por exemplo: Moinhos Agitadores SPEX (Figura 3), moinho modelo *atrittor* (Figura 4), moinhos comerciais (Figura 5) e o

moinho de bolas planetário, modelo que foi utilizado neste trabalho no processo de moagem (Figura 6).

Figura 3 - Moinho agitador SPEX.



Fonte: (IR Technology Services, 2025).

Figura 4 - Moinho modelo atritor.



Fonte: (Union Process, 2025).

Os moinhos comerciais são muito maiores do que os moinhos mostrados acima e podem processar centenas de libras de pó por vez. Este tipo produção para fins comerciais é realizado em moinhos de bolas com capacidade de até 1250 kg (Suryanarayana, 2004).

Figura 5 - Moinhos comerciais.



Fonte: (CITIC Heavy Industries, 2025).

O moinho planetário de bolas possui um sistema no qual o jarro de moagem realiza movimentos simultâneos de rotação em torno de seu próprio eixo e de translação ao redor de um eixo central. Esse funcionamento é comparado ao movimento dos planetas, o que justifica a origem do seu nome (Silva, 2017).

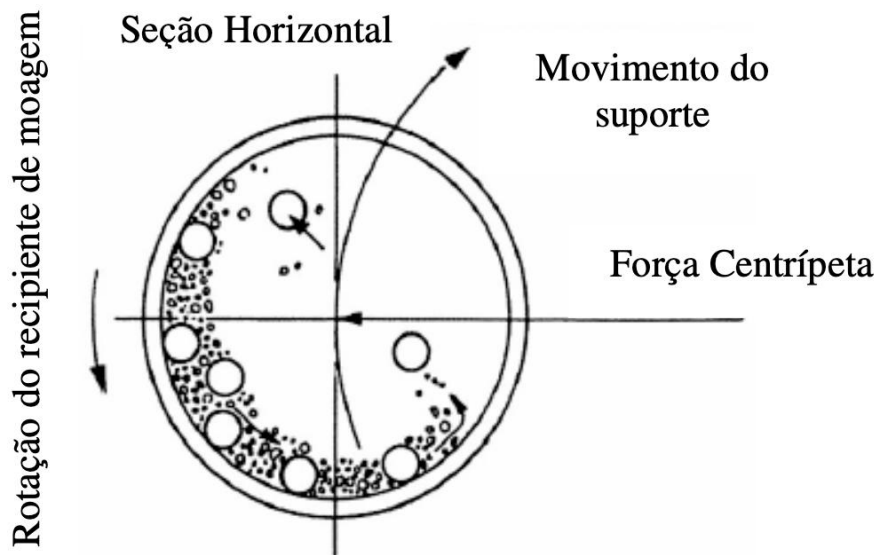
Segundo (Takimi, 2004), a combinação dos movimentos de rotação e translação gera forças centrífugas responsáveis por promover a interação entre o material, os corpos moedores e as paredes internas do jarro, resultando na moagem e na mistura da amostra conforme a Figura 7 ilustra.

Figura 6 - Moinho de bolas planetário.



Fonte: (RETSCH, 2025).

Figura 7 - Esquema do movimento das esferas no interior do recipiente de moagem.



Fonte: (Suryanarayana, 2004).

3.6.2 MATERIAL DO CADINHO

O material utilizado na fabricação do recipiente de moagem é um fator de grande relevância, uma vez que suas paredes estão constantemente sujeitas ao atrito gerado durante o processo. Esse desgaste pode ocasionar o desprendimento de partículas do próprio recipiente, que acabam sendo incorporadas à amostra. Esse fenômeno pode levar à contaminação ou à alteração da composição química do pó, a menos que medidas específicas sejam adotadas para compensar a adição não intencional desse material (Bezerra P., 2008).

Outro aspecto que merece atenção é a proporção de volume ocupado no interior do recipiente de moagem. Para que o processo ocorra de forma eficiente, é essencial que haja espaço suficiente para o movimento livre tanto das esferas quanto das partículas. Recomenda-se, portanto, que aproximadamente 50% do volume do jarro permaneça desocupado, garantindo a mobilidade necessária para as colisões efetivas durante a moagem (Furtado, 2025).

3.6.3 VELOCIDADE DE MOAGEM

A velocidade de rotação do moinho influencia diretamente a energia transmitida ao pó, sendo responsável pela intensidade do processo de moagem. Contudo, existe uma velocidade crítica, acima da qual as esferas deixam de colidir entre si e com o material, aderindo às paredes do recipiente devido à força centrífuga, o que compromete a eficiência da moagem. A definição da velocidade adequada depende de diversos fatores, incluindo o controle da temperatura. O aumento térmico resultante de altas velocidades podem ser vantajoso em situações que envolvem difusão, homogeneização ou formação de ligas. No entanto, esse aquecimento também pode ser prejudicial, acelerando transformações indesejadas, como a decomposição de soluções sólidas supersaturadas ou a formação de fases metaestáveis (Bezerra P., 2008).

3.6.4 TEMPOS DE MOAGEM

O tempo de moagem é, em geral, estabelecido de modo a promover um equilíbrio entre os mecanismos de fratura e soldagem a frio das partículas,

favorecendo alterações microestruturais no material. A escolha desse parâmetro é fundamental para alcançar tamanhos de grão na escala nanométrica, sendo influenciada por fatores como o tipo de material processado, o modelo de moinho utilizado, a velocidade de operação, a razão entre a massa de pó e a massa de esferas, além da temperatura durante o processo. Por outro lado, tempos excessivamente longos de moagem podem intensificar o desgaste dos corpos moedores, levando à contaminação da amostra e à possível formação de fases indesejáveis (Mendes, 2016).

3.6.5 MATERIAL, TAMANHO, QUANTIDADE E DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DAS ESFERAS DE MOAGEM

Na moagem de alta energia, as esferas utilizadas como meio moedor são, em geral, compostas por carbetos (como WC-Co) ou diferentes tipos de aço, como os inoxidáveis, temperados ou dopados com cromo. Sempre que possível, é recomendada a utilização de esferas do mesmo material que está sendo processado, a fim de evitar contaminações que possam alterar a composição final do pó. Além do material, o tamanho e a densidade das esferas influenciam diretamente na eficiência da moagem. Esferas maiores e mais densas tendem a transferir mais energia de impacto para as partículas, favorecendo sua fragmentação. No entanto, esse efeito pode variar dependendo do sistema em estudo, e cargas de moagem mais densas nem sempre garantem melhor desempenho, devendo-se considerar também as características do material e os parâmetros do processo (Bezerra P., 2008; Furtado, 2025; Suryanarayana, 2004).

3.6.6 RELAÇÃO EM PESO DE MASSA DE BOLAS PARA MASSA PÓ

A razão entre a massa de pó e a massa de bolas (BPR – *Ball-to-powder weight ratio*) é um parâmetro fundamental que atua na eficiência da moagem. Quando a carga de bolas é reduzida, a transferência de energia para o sistema torna-se limitada, exigindo tempos prolongados para que o processo atinja os efeitos desejados. Por outro lado, uma BPR muito baixa (ou seja, maior quantidade de bolas em relação ao pó) pode elevar a intensidade de impacto, resultando em aquecimento excessivo do sistema. Esse aumento de temperatura pode favorecer reações indesejadas, promover a contaminação por desgaste dos corpos moedores e até

alterar a composição das fases formadas. Assim, é necessário otimizar a BPR para garantir um balanço adequado entre a eficiência do processo e a preservação das características do material em estudo (Nunes, 2019).

3.7 SISTEMAS DE MISTURAS

Na moagem de alta energia, os sistemas de mistura podem ser classificados em três categorias principais: dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil. Embora as etapas envolvidas no processo sejam as mesmas em todos os casos como deformação plástica, soldagem a frio e fratura. A predominância de cada uma delas varia conforme a natureza mecânica dos materiais envolvidos. Em misturas compostas por materiais dúcteis, observa-se um aumento significativo na formação de compactos lamelares devido à elevada capacidade de deformação plástica. Por outro lado, em sistemas frágil-frágil, a fragmentação das partículas ocorre de forma mais intensa e contínua, sendo o mecanismo predominante durante a moagem (Bezerra P., 2008).

3.7.1 Dúctil – Dúctil

Para esse sistema é preciso que o componente dúctil esteja presente em, no mínimo, 15% em massa, a fim de viabilizar a formação eficaz do compósito durante a moagem de alta energia. Isso se deve ao fato de que esse tipo de sistema apresenta a combinação ideal de propriedades para o processo, permitindo que as partículas dos pós passem por ciclos sucessivos de soldagem a frio e fratura, mecanismos fundamentais para a consolidação e homogeneização da mistura (Suryanarayana, 1998).

Durante o estágio inicial da moagem, os componentes dúcteis sofrem deformações que levam ao seu achatamento, formando plaquetas por meio de microforjamentos. Em seguida, essas partículas lamelares são unidas por soldagem a frio, originando uma estrutura composta pelos metais presentes na mistura, o que acarreta o aumento do tamanho das partículas. Com o prolongamento do tempo de moagem, ocorre um aumento da dureza e fragilidade das partículas compósitas devido ao encruamento, promovido pelo acúmulo de discordâncias. Esse encruamento favorece a fragmentação das partículas, tornando-as progressivamente mais equiaxiais. No estágio final, inicia-se o processo de ligamento entre as partículas,

impulsionado pela redução da distância de difusão, pelo aumento da densidade de defeitos cristalinos e por elevações localizadas de temperatura geradas pela própria moagem (Azevêdo, 2018).

3.7.2 Dúctil – Frágil

No início da moagem, as partículas dúcteis são deformadas plasticamente, levando ao seu achatamento, enquanto os constituintes frágeis ou intermetálicos são fragmentados pelas repetidas colisões entre as esferas e o pó. As partículas frágeis quebradas acabam sendo incorporadas às partículas dúcteis. À medida que o tempo de moagem aumenta, intensifica-se o processo de soldagem a frio entre as partículas dúcteis, que passam a sofrer encruamento progressivo. Esse encruamento contribui para o refino da microestrutura, resultando em lamelas mais finas e enroladas (Júnior, 2008).

Com a continuidade da moagem, ocorre um refino adicional das lamelas, acompanhado da diminuição da distância interlamelar. Se as partículas frágeis forem insolúveis na matriz dúctil, elas tendem a se dispersar uniformemente ao longo desta. Por outro lado, caso apresentem alguma solubilidade, pode ocorrer o ligamento entre os componentes, promovendo a homogeneização química do sistema. Dessa forma, a formação de um compósito efetivo entre componentes dúctil e frágil durante a moagem de alta energia requer não apenas a fragmentação eficiente das partículas frágeis, a fim de reduzir a distância de difusão, mas também um certo grau de solubilidade entre os elementos constituintes (Suryanarayana, 1998).

3.7.3 Frágil – Frágil

A união entre componentes a serem moídos requer a presença de pelo menos 15% de material dúctil, sendo essa união promovida pelas repetidas fraturas e soldagens a frio das partículas de pó. A soldagem a frio não ocorre sem a presença de partículas dúcteis, o que sugere ser improvável a obtenção de ligamento em sistemas compostos apenas por componentes frágeis. No entanto, durante o processo de moagem em sistemas frágil-frágil, o componente mais mole (menos frágil) pode se comportar de forma semelhante a um material dúctil, envolvendo os componentes mais duros (mais frágeis), que acabam sendo fragmentados (Júnior, 2008).

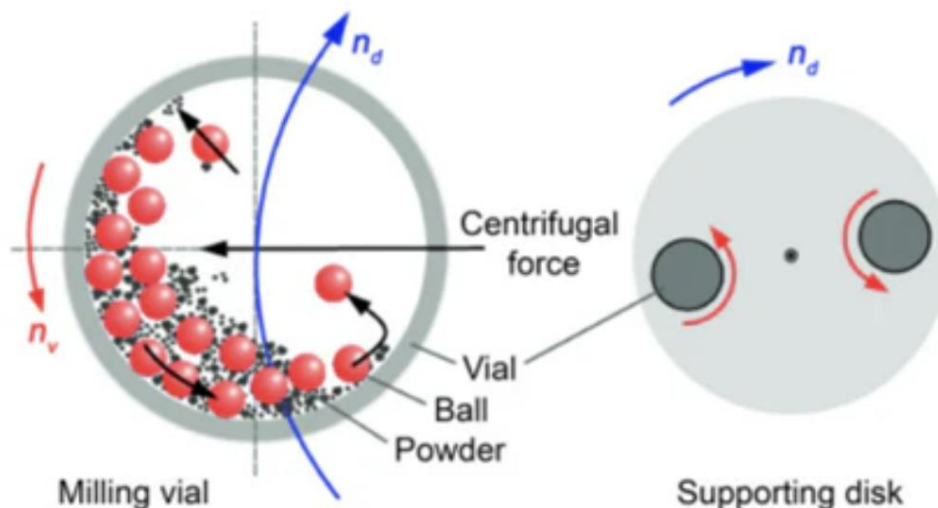
Além disso, nesses sistemas frágil-frágil, a ativação térmica é um requisito crítico para que ocorra a difusão, diferentemente dos sistemas dúctil-dúctil e dúctil-

frágil, nos quais a moagem de alta energia tem possibilitado o ligamento mesmo em baixas temperaturas, como a do nitrogênio líquido. Essa diferença pode estar relacionada à maior distância difusional entre os grânulos formados em sistemas frágil-frágil, em contraste com a geometria lamelar dos componentes em sistemas dúctil-dúctil, e/ou ao aumento do caminho de difusão provocado pelas sucessivas deformações que ocorrem nesse último tipo de sistema (Suryanarayana, 1998).

3.7.4 Síntese de compósitos metal-cerâmica e pós de nanocompósitos

Durante o estágio inicial da MAE, as partículas dos pós apresentam microestruturas na escala micrométrica. Com o avanço do processo, a fase metálica sofre deformação plástica, encruamento e subsequente fratura, enquanto a fase cerâmica é predominantemente fragmentada e progressivamente incorporada à fase metálica. Esta última, por sua vez, continua sendo deformada, encruada e fraturada até que a tensão de fratura das partículas se iguale ou supere a tensão gerada pelas colisões. Após a consolidação do compósito, as partículas atingem dimensões inferiores a 100 nanômetros, o que limita a propagação de trincas no material. A Figura 8 ilustra o mecanismo de formação do pó compósito resultante da moagem de alta energia.

Figura 8 - Formação de pó compósito após moagem de alta energia.



Fonte: (Kim et al., 2022).

Segundo, (Oliveira, 2014) o sistema Cu/Al₂O₃ apresenta desafios significativos para a densificação, em virtude da baixa molhabilidade do cobre líquido

sobre a alumina sólida, fator associado ao elevado ângulo de contato entre as fases. Essa característica é consequência direta da mútua insolubilidade entre os componentes, que são imiscíveis em condições de equilíbrio termodinâmico. Estruturalmente, a alumina possui organização cristalina do tipo hexagonal compacta (HC), enquanto o cobre apresenta estrutura cúbica de face centrada (CFC). Além disso, os valores distintos de eletronegatividade, Al: 2,16, O: 3,44, Cu: 1,90, segundo a escala de Pauling, reforçam a tendência à ausência de ligações químicas efetivas entre as fases.

O desenvolvimento de materiais a partir de sistemas imiscíveis tem sido aprimorado com o uso de técnicas de processamento em condições de não equilíbrio, como a sinterização assistida por corrente elétrica pulso (PECS). Essa abordagem funciona promovendo uma rápida densificação e obtenção de microestruturas altamente homogêneas, mesmo a baixas temperaturas, o que favorece a obtenção de materiais com densidade próxima à teórica. Estudos recentes demonstram que o uso de PECS aliada a métodos de preparo avançados, como a moagem de alta energia, permite alcançar valores de densidade superiores a 97%, evidenciando seu potencial para consolidar compósitos nanomodificados com propriedades aprimoradas (Do Kim et al., 2001, e Jiao; Jenkins; Davidge, 1997).

3.8 MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) tornou-se um instrumento imprescindível em diversas áreas, como eletrônica, geologia, ciência e engenharia dos materiais, ciências da vida, entre outras. Em especial, o desenvolvimento de novos materiais exige um nível de detalhamento das características microestruturais que só pode ser alcançado por meio do MEV. Pode-se afirmar que, onde há um grupo voltado ao desenvolvimento de materiais, há também a necessidade da utilização do MEV para observações microestruturais (Maliska, [S.d.]).

O MEV opera por meio de um feixe de elétrons gerado a partir de uma fonte emissora, como um filamento metálico ou cristal semiconductor. Esse feixe é acelerado e focalizado por lentes eletromagnéticas, reduzindo seu diâmetro para alcançar elevada resolução. A varredura da superfície da amostra é feita de forma sistemática,

linha por linha, utilizando bobinas de deflexão, que direcionam o feixe ao longo de uma malha reticulada previamente definida (Bozzola; Russell, 1999).

Durante essa interação entre o feixe de elétrons e a amostra, ocorrem diversos fenômenos físicos que resultam na emissão de diferentes sinais, como elétrons secundários, elétrons retroespalhados, elétrons Auger, fótons e raios X característicos. Na microscopia eletrônica de varredura, os sinais de maior interesse são os elétrons secundários e os retroespalhados. Os elétrons secundários, por possuírem baixa energia e serem emitidos da camada mais superficial da amostra, proporcionam imagens com alto detalhamento topográfico, evidenciando variações de relevo com aspecto tridimensional. Já os elétrons retroespalhados, por manterem energia próxima à do feixe primário, refletem informações relacionadas à composição química, uma vez que o contraste da imagem obtida está diretamente ligado ao número atômico dos elementos presentes (Everhart; Thornley, 2004; Goldstein et al., 1981).

A região da amostra afetada pela interação do feixe é chamada de volume de interação, cuja profundidade e forma dependem de fatores como a tensão de aceleração aplicada e as propriedades da amostra. A quantidade de elétrons que efetivamente atinge os detectores é fundamental para a geração da imagem, e sua energia determina a profundidade da análise. De modo geral, os elétrons retroespalhados penetram mais profundamente que os secundários, resultando em imagens com características distintas (Costa, 2016).

A qualidade da imagem no MEV também está relacionada à condutividade elétrica da amostra. Materiais que não conduzem bem eletricidade podem acumular cargas em sua superfície durante a análise, prejudicando a resolução da imagem. Por esse motivo, é comum que amostras não condutoras sejam submetidas a um preparo prévio, como a metalização com ouro, a fim de formar uma camada condutora sem comprometer sua estrutura morfológica (Williams; Carter, 2009).

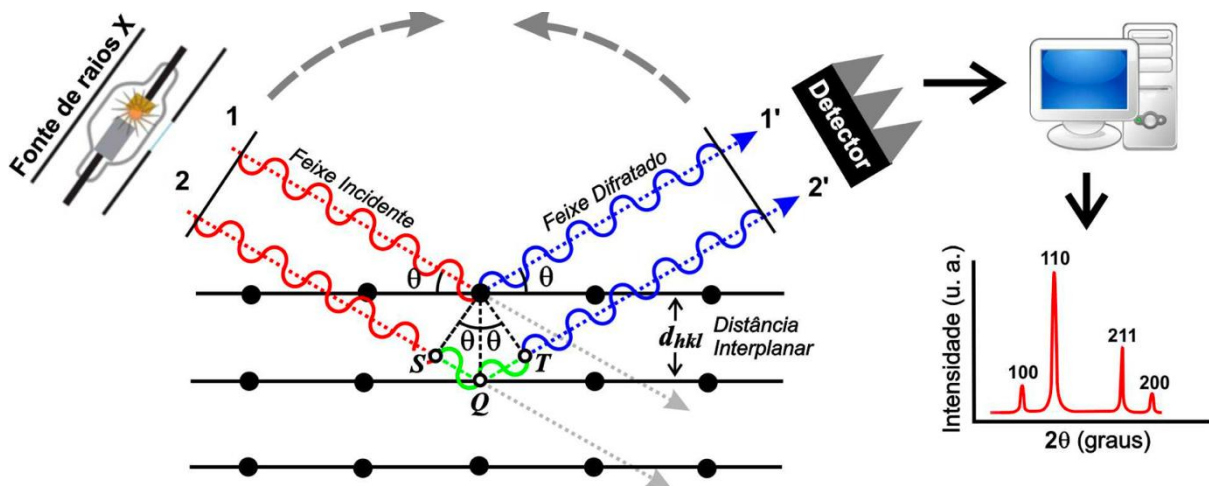
3.9 DIFRAÇÃO DE RAIOS X E O MÉTODO RIETVELD

A técnica de difração de raios X (DRX) é muito utilizada na análise estrutural de materiais com estrutura cristalina. Seu funcionamento se baseia na interação entre a radiação eletromagnética dos raios X e a rede cristalina da amostra. Quando um

feixe monocromático de raios X incide sobre o material, os átomos presentes na estrutura provocam o espalhamento elástico da radiação, originando padrões de interferência construtiva e destrutiva que fornecem informações sobre o arranjo atômico (Pimenta, 2021).

A seguir, apresenta-se uma figura esquemática que demonstra como ocorre a interação entre os raios X e a rede cristalina do material.

Figura 9 - Esquema ilustrativo do fenômeno de difração de raios X.



Fonte: (Pimenta, 2021).

Essa interação é descrita pela Lei de Bragg, expressa pela equação:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Em que n representa a ordem de difração (um número inteiro), λ é o comprimento de onda da radiação incidente, d corresponde à distância entre os planos cristalinos da amostra e θ é o ângulo de incidência dos raios X em relação ao plano cristalino, também conhecido como ângulo de difração (Cullity; Stock, 2014; Morelhão, 2016).

Os padrões de difração gerados são característicos de cada estrutura cristalina e podem ser analisados para identificar os constituintes de uma amostra. A partir da posição e da intensidade dos picos observados no difratograma, é possível determinar a composição de fases, a pureza do material, o tamanho médio dos cristalitos, a microdeformação da rede cristalina e a presença de tensões residuais. Os dados obtidos são geralmente comparados com bancos de dados mantidos e

atualizados pelo *International Center for Diffraction Data* (ICDD), sediado nos Estados Unidos. A identificação das fases presentes nas amostras é realizada por comparação com esses padrões, permitindo uma caracterização precisa do material (Klug; Alexander, 1974; Pimenta, 2021).

A técnica de DRX, apesar de ser capaz de identificar os padrões analíticos das fases cristalinas presentes em uma amostra, possui limitações quanto à interpretação das variáveis obtidas. Para uma análise mais aprofundada, faz-se necessário um método matemático que refine os dados experimentais e reduza discrepâncias entre os valores medidos e os teóricos. Nesse contexto, aplica-se o método de Rietveld, uma abordagem baseada no ajuste de mínimos quadrados que permite a extração de informações estruturais detalhadas a partir dos padrões de difração (Young, 2002).

O método de Rietveld consiste em um refinamento matemático da estrutura cristalina, baseado no ajuste dos padrões de difração observados com parâmetros teóricos previamente definidos. Esse ajuste é realizado por meio da minimização da diferença entre os dados experimentais e os calculados, utilizando um modelo estrutural inicial e refinando, de forma iterativa, variáveis como posições atômicas, fatores de ocupação, larguras dos picos e parâmetros de rede. O objetivo principal é obter um modelo que represente com maior precisão a estrutura cristalina real do material analisado (Rietveld, 1968).

No contexto do refinamento, existem duas principais categorias de ajuste. A primeira é o refinamento estrutural, que considera toda a estrutura cristalina do composto em estudo. Por se tratar de um método de refinamento, parte-se de um modelo cristalino inicial, contendo informações sobre as posições atômicas, os parâmetros de rede e o grupo espacial, que deve ser compatível com a estrutura real da amostra, uma vez que o padrão de difração calculado é gerado com base nesse modelo. A segunda categoria de ajuste corresponde à indexação das reflexões de Bragg, a qual se concentra apenas nas posições dos picos difratados. Nesse caso, o conhecimento dos parâmetros de rede e do grupo espacial do composto é suficiente para permitir a indexação dos picos presentes no difratograma (Kinast, 2000).

Diferentemente da análise convencional de difração de raios X, que fornece apenas a identificação qualitativa das fases cristalinas, o método de Rietveld permite uma investigação quantitativa mais abrangente, possibilitando a determinação precisa da fração de cada fase presente na amostra. Além disso, é amplamente utilizado para o cálculo de parâmetros estruturais detalhados, como fatores de ocupação atômica, deslocamentos térmicos e microdeformações. Em razão dessas vantagens, o refinamento por Rietveld tornou-se uma ferramenta essencial em diversas áreas do conhecimento, como ciência dos materiais, química, mineralogia e metalurgia, sendo amplamente empregado no estudo de cerâmicas, ligas metálicas, semicondutores e materiais nanoestruturados (Bish; Howard, 1988; Furtado, 2025; Young, 2002).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

Para o desenvolvimento deste trabalho, os materiais utilizados são apresentados na tabela 3.

Tabela 3 - Materiais utilizados para a produção do compósito.

REAGENTES	FORNECEDOR
ALUMINA	UTFPR – Campus Londrina
COBRE ELETROLÍTICO	CBMM – Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração
CICLOHEXANO	NEON

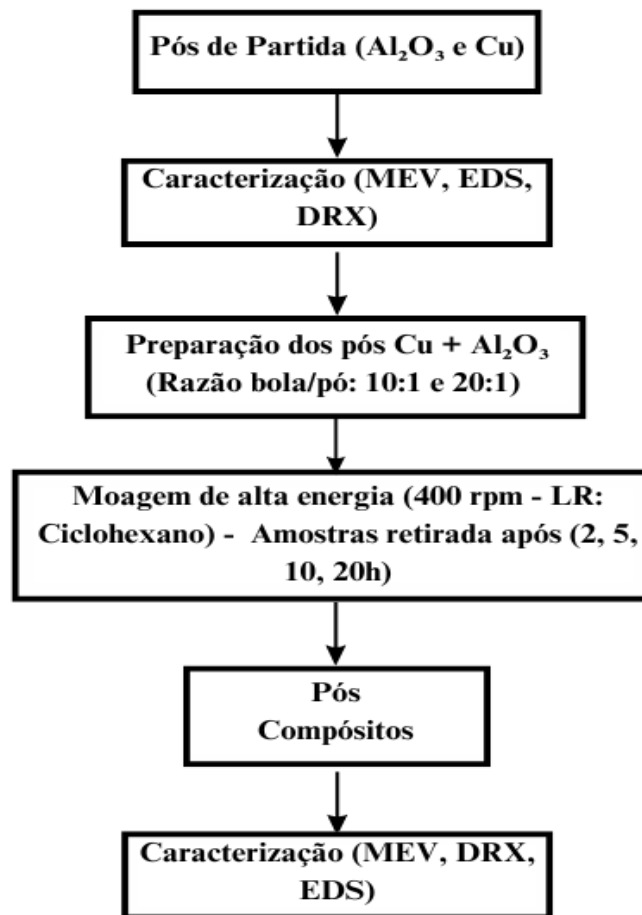
Fonte: (Próprio Autor, 2025).

4.2 MÉTODOS

A metodologia adotada neste estudo consistiu em diversas etapas realizadas de forma sequencial, conforme representado no fluxograma da Figura 10.

Este fluxograma resume as etapas fundamentais do experimento, abrangendo a preparação dos pós, o processo de moagem de alta energia, a caracterização e a análise dos dados obtidos. A seguir, cada uma dessas fases será apresentada com maior detalhamento, enfatizando os procedimentos adotados e os parâmetros empregados.

Figura 10 - Fluxograma do projeto.



Fonte: (Próprio Autor, 2025).

Como etapa inicial, realizou-se a pesagem dos materiais de partida utilizando uma balança analítica da marca BEL Engineering. Os dados obtidos estão organizados nas tabelas 4 e 5, que apresentam os constituintes da mistura e suas respectivas quantidades.

Tabela 4 - Especificação Técnica da Mistura 10:1 do Compósito Cu/Al₂O₃.

ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DA MISTURA 10:1		
ORIGEM	MATERIAL	PESO
ESFERAS	ÁGATA (SiO ₂)	103,7g
PÓ	ALUMINA (Al ₂ O ₃) – 96%	9,95g
PÓ	COBRE (Cu) – 4%	0,41g
LÍQUIDO	CICLOHEXANO	20mL

Fonte: (Próprio Autor, 2025).

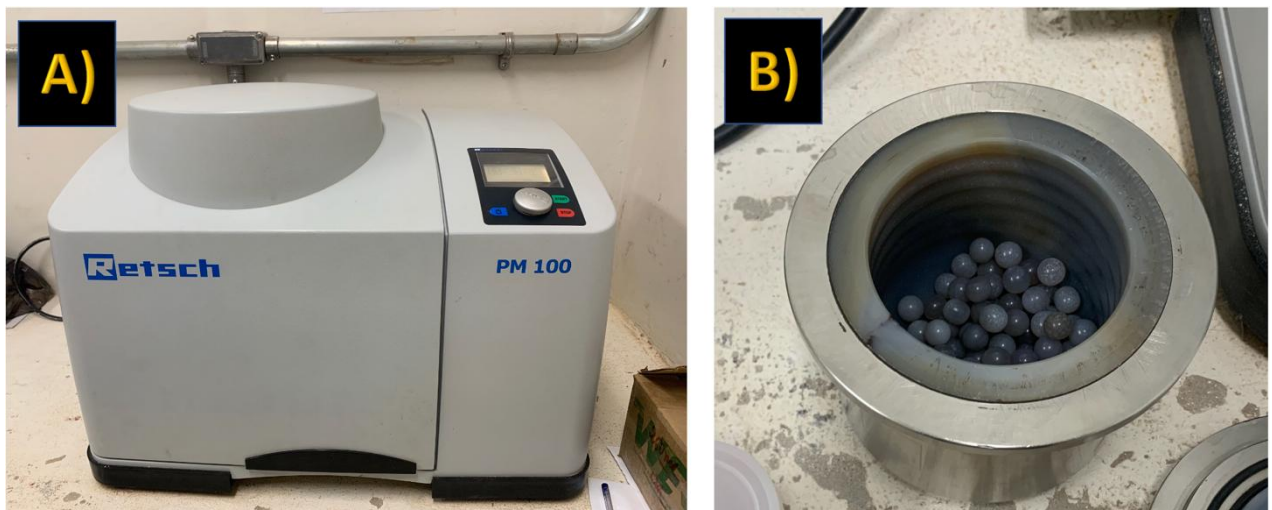
Tabela 5 - Especificação Técnica da Mistura 20:1 do Compósito Cu/Al₂O₃.

ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DA MISTURA 20:1		
ORIGEM	MATERIAL	PESO
ESFERAS	ÁGATA (SiO ₂)	103,7g
PÓ	ALUMINA (Al ₂ O ₃) – 96%	4,97g
PÓ	COBRE (Cu) – 4%	0,20g
LÍQUIDO	CICLOHEXANO	20mL

Fonte: (Próprio autor 2025).

Na sequência, utilizou-se o moinho de alta energia modelo Retsch PM 100 (Figura 11 (a)) para a realização da moagem dos pós. Essa etapa foi conduzida no Laboratório de Desenvolvimento de Materiais (Ladema), localizado no Setor Sul da Universidade Federal da Integração Latino-Americana (UNILA). Antes do início da moagem, foi realizada a limpeza do equipamento e de seus elementos de moagem (Figura 11 (b)), conforme procedimento padrão requisitado pelos técnicos do laboratório.

Esse processo de limpeza consistiu na moagem de 40 g de vidro de sílica (SiO₂) com a adição de 5 mL de detergente neutro no interior do jarro. Após o fechamento do recipiente, a mistura foi submetida à moagem por 20 minutos, a uma velocidade de 450 RPM.

Figura 11 - (A) Moinho de alta Energia Retsh - PM 100. (B) - Jarro e esferas de Ágata.

Fonte: (Próprio autor, 2025).

Após a etapa de limpeza do equipamento e de seus acessórios, os materiais apresentados nas tabelas 4 e 5 foram inseridos no interior do jarro, juntamente com esferas de ágata (SiO₂) com 10 mm de diâmetro e o ciclohexano, a

fim de realizar o processo de moagem. A metodologia adotada seguiu um padrão para todos os ensaios. Em que as amostras foram submetidas a moagens com duração de 15 minutos, operando a uma velocidade de 400 RPM, com intervalos de 1 minuto entre os ciclos para resfriamento do motor do equipamento.

Neste trabalho, foram realizadas moagens utilizando as composições descritas nas tabelas 4 e 5, com variações na razão mássica entre os constituintes (10:1 e 20:1). Para cada composição, as misturas foram submetidas a tempos distintos de moagem: 2, 5, 10 e 20 horas. Após a moagem, os pós obtidos foram transferidos para lâminas de papel alumínio (Figura 12 (A)) e submetidos à evaporação do ciclohexano por 30 minutos, em estufa com temperatura constante de 100 °C, conforme ilustrado na (Figura 12 (B)). Esse procedimento teve como objetivo garantir a remoção completa do solvente antes das etapas de caracterização.

Figura 12 - (A) Amostra do compósito sobre a folha metálica para secagem. (B) - Estufa de secagem.



Fonte: (Próprio autor, 2025).

Após o processo de secagem, as amostras foram cuidadosamente removidas das folhas metálicas (Figura 13 (a)), reservadas e armazenadas em frascos previamente limpos e identificados (Figura 13 (b)). Posteriormente, foram submetidas às etapas de caracterização, por meio das técnicas de Difração de Raios X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS).

Figura 13 - (A) Remoção do compósito da folha metálica após ser secado. (B) - Armazenamento do compósito para análises.



Fonte: (Próprio autor, 2025).

As análises de difração de raios X foram realizadas em um difratômetro multipropósito modelo EMPYREAN da PANalytical (Figura 14), configurado no modo reflection–transmission spinner com goniômetro Theta/Theta. Utilizou-se radiação Cu K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), fenda de divergência fixa de 0,76 mm, tensão de 40 kV e corrente de 20 mA, sem monocromador. As varreduras ocorreram no intervalo de 5° a 100° (2θ), com passo angular de $0,026^\circ$ e tempo de 96s por ponto, no modo contínuo. Essas condições permitiram identificar as fases presentes e investigar possíveis novas fases formadas ao longo do processo. Os dados foram refinados com os softwares X'Pert HighScore Plus (versão 3.0.0) e MAUD (versão 2.9993), possibilitando a determinação da composição de fases, microdeformação e tamanho de cristalito.

Figura 14 - Difratorômetro multipropósito EMPYREAN.



Fonte: (Próprio autor, 2025).

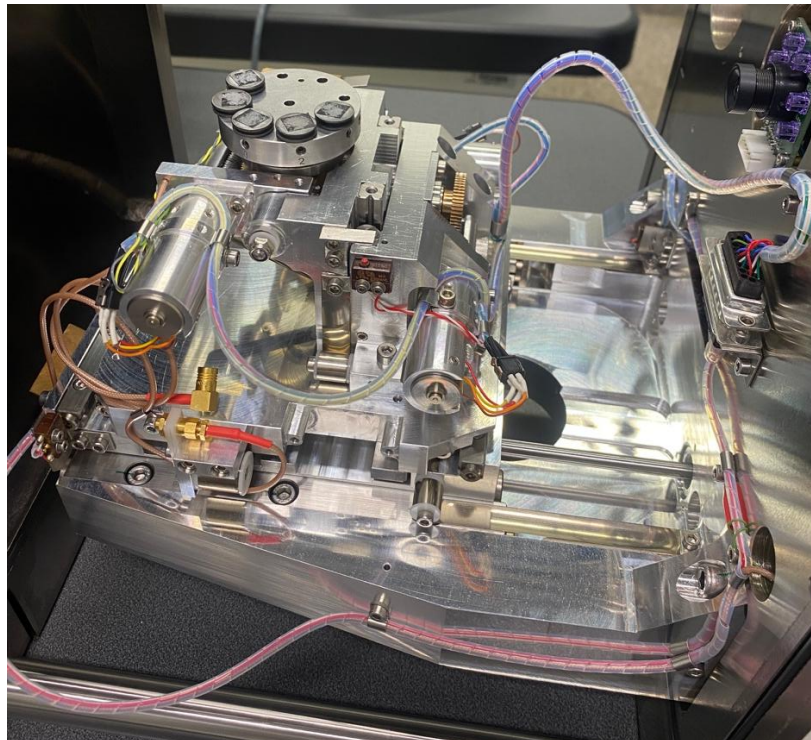
Por fim, as análises morfológicas das partículas do compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}$ foram realizadas por meio do MEV, utilizando o equipamento modelo Zeiss EVO MA10 (Figura 15). Em seguida, foram aplicadas técnicas de espectroscopia por energia dispersiva (EDS) nas amostras posicionadas na câmara do MEV, com o objetivo de identificar os elementos químicos presentes em sua composição.

Figura 15 - Microscópio Eletrônico de Varredura - Zeiss EVO-MA10.



Fonte: (Próprio autor, 2025).

Figura 16 - Parte interna do MEV.



Fonte: (Próprio autor, 2025).

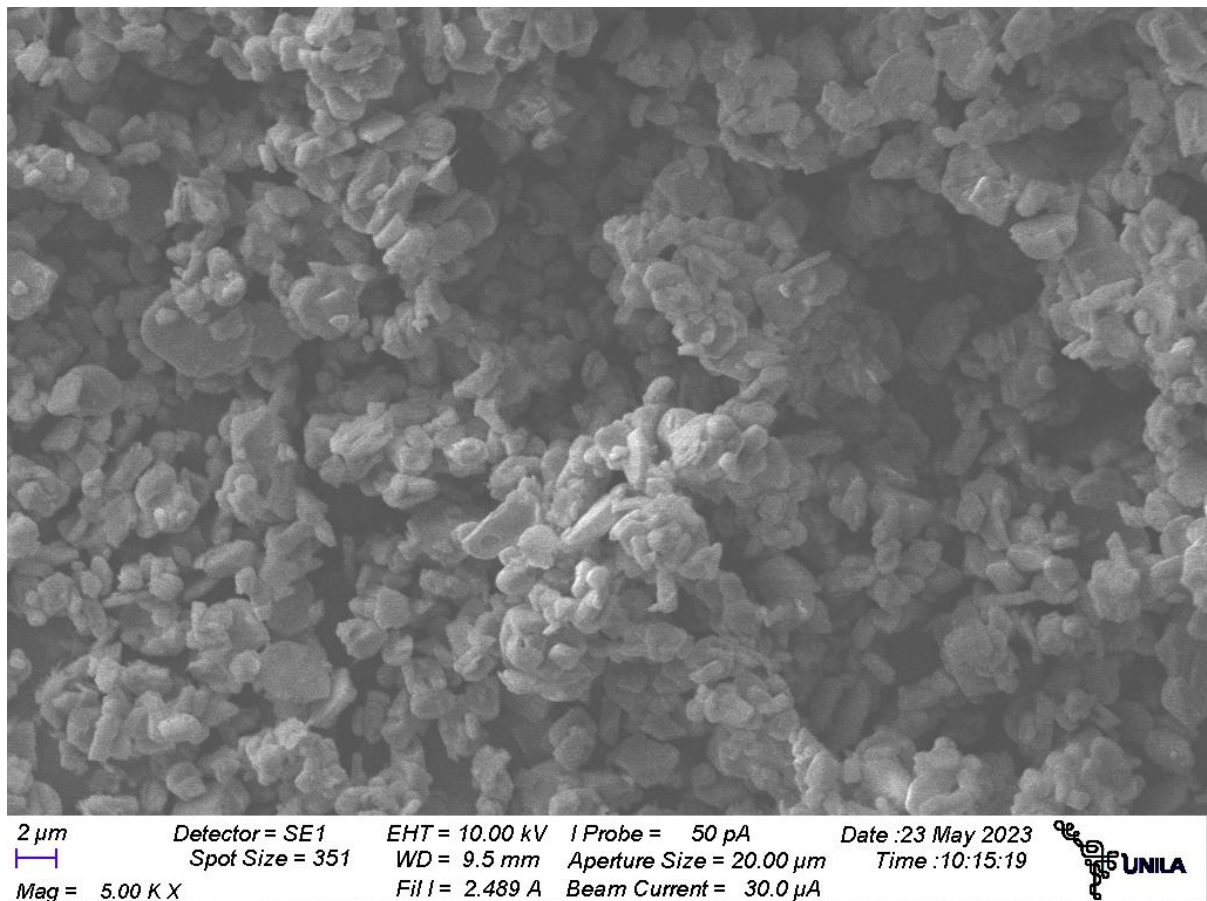
5.0 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A seguir, são apresentados e discutidos os resultados obtidos a partir da caracterização dos pós de partida e das amostras submetidas à moagem mecânica, com diferentes razões bola/pó e tempos de moagem.

5.1 MATERIAL DE PARTIDA

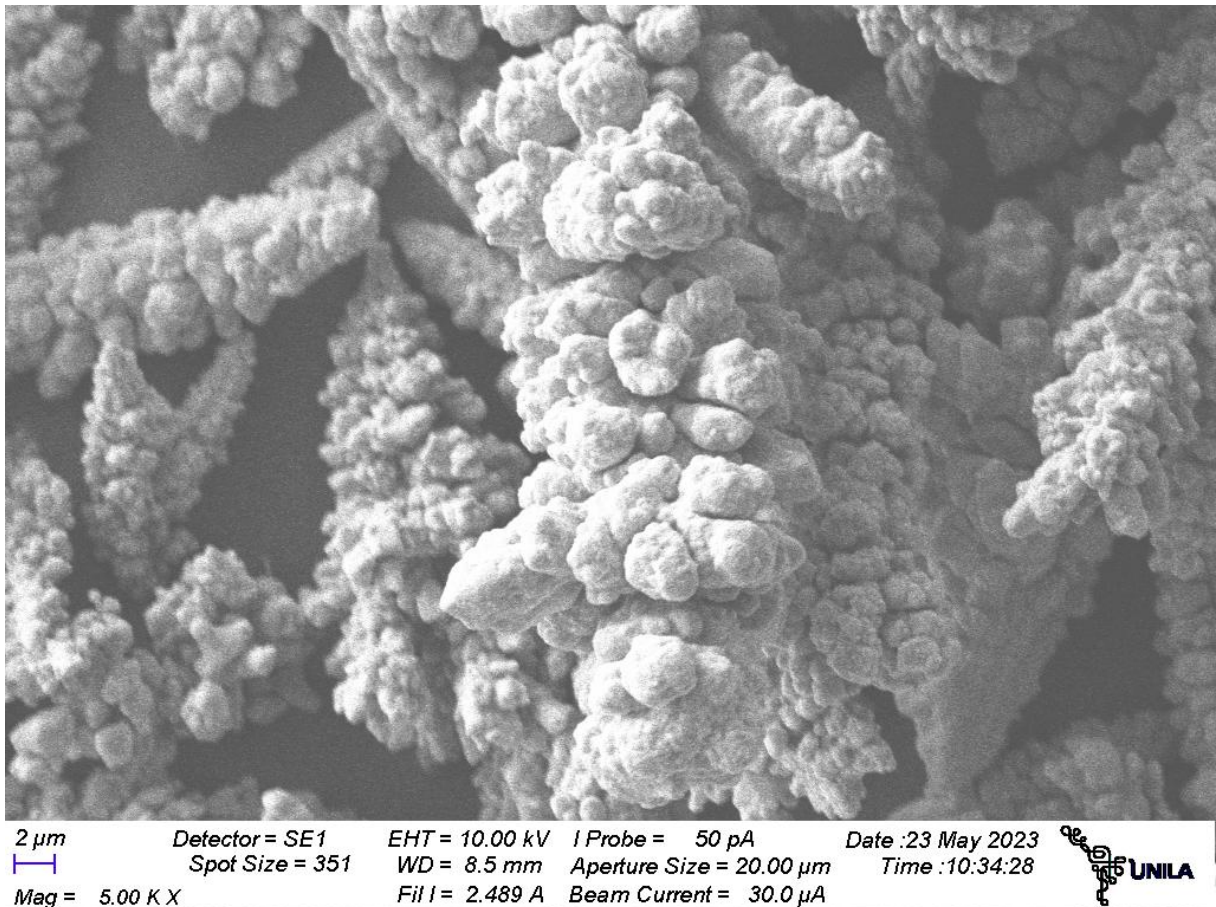
Os pós de partida e os pós após as moagens foram caracterizados por MEV. As figuras 17 e 18 são as micrografias dos pós de partida, Al_2O_3 e Cu, respectivamente. É possível observar que o pó de Al_2O_3 apresenta partículas com forma e tamanho variados e com arestas. O pó de Cu apresenta-se uma morfologia típica do cobre eletrolítico apresentando uma estrutura dendrítica.

Figura 17 - Micrografia MEV da amostra de partida – Al_2O_3 (Ampliação de 5.000x).



Fonte: Próprio Autor

Figura 18 - Micrografia MEV da amostra de partida – Cu (Ampliação de 5.000x).

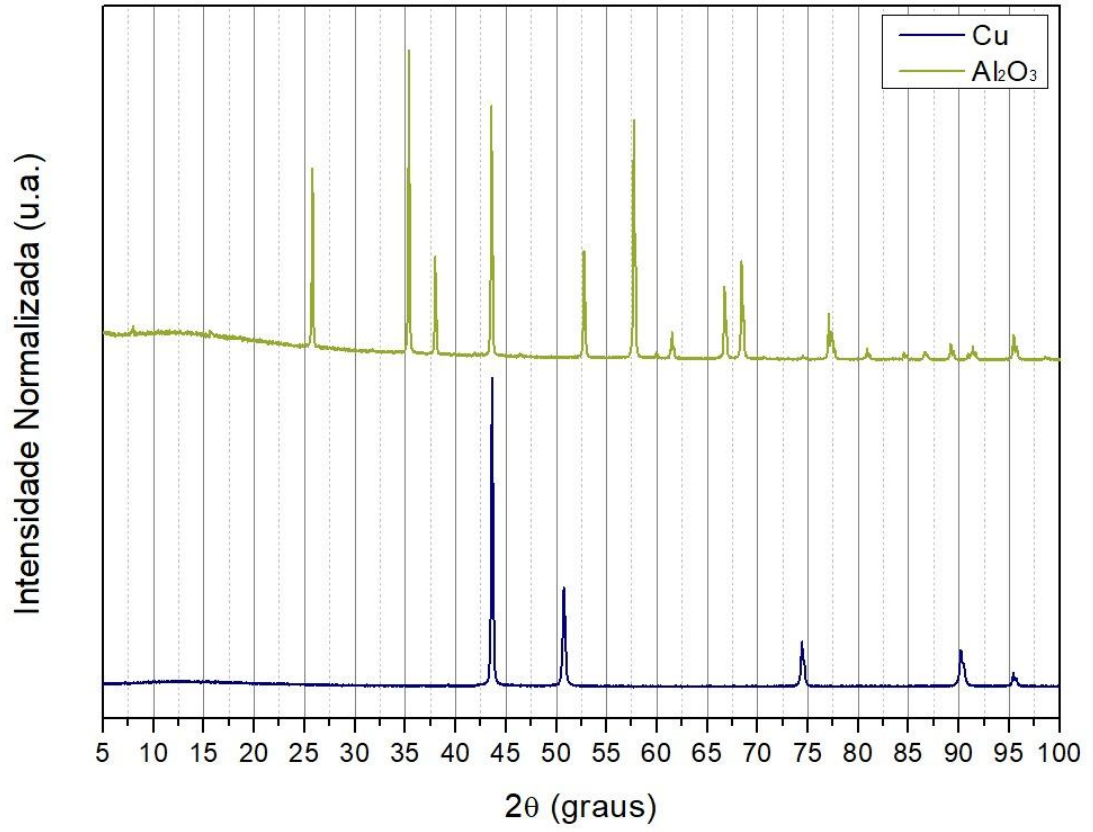


Fonte: (Próprio Autor,2025).

A Figura 19 apresenta o difratograma de raios X dos materiais de partida: Al_2O_3 e Cu. Nos quais se identificam os picos característicos desses elementos, conforme as cartas-padrão: 96-900-9681 (alumina); 96-710-1265 (cobre), respectivamente.

A curva referente ao cobre (linha azul) exhibe picos intensos nos ângulos de 2θ próximos a 43° e 50° , típicos de sua estrutura cristalina. Já o padrão do Al_2O_3 (linha verde) mostra diversos picos entre 25° e 70° , característicos da fase alfa do óxido de alumínio. O perfil dos picos sugere uma alta cristalinidade em razão da altura e largura dos picos.

Figura 19 - DRX dos pós de partida

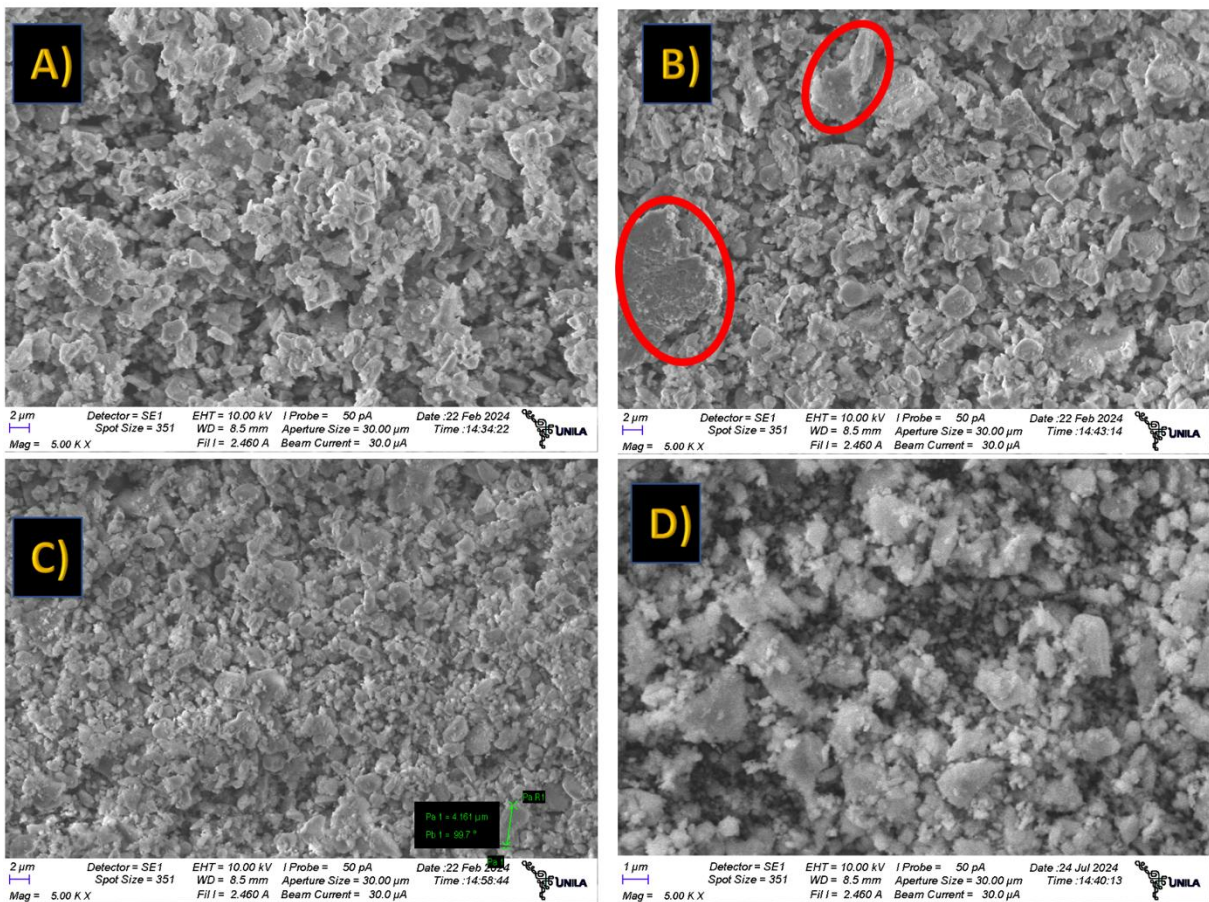


Fonte: (Próprio Autor, 2025)

5.2 ANÁLISES DA MORFOLOGIA DOS PÓS MOÍDOS

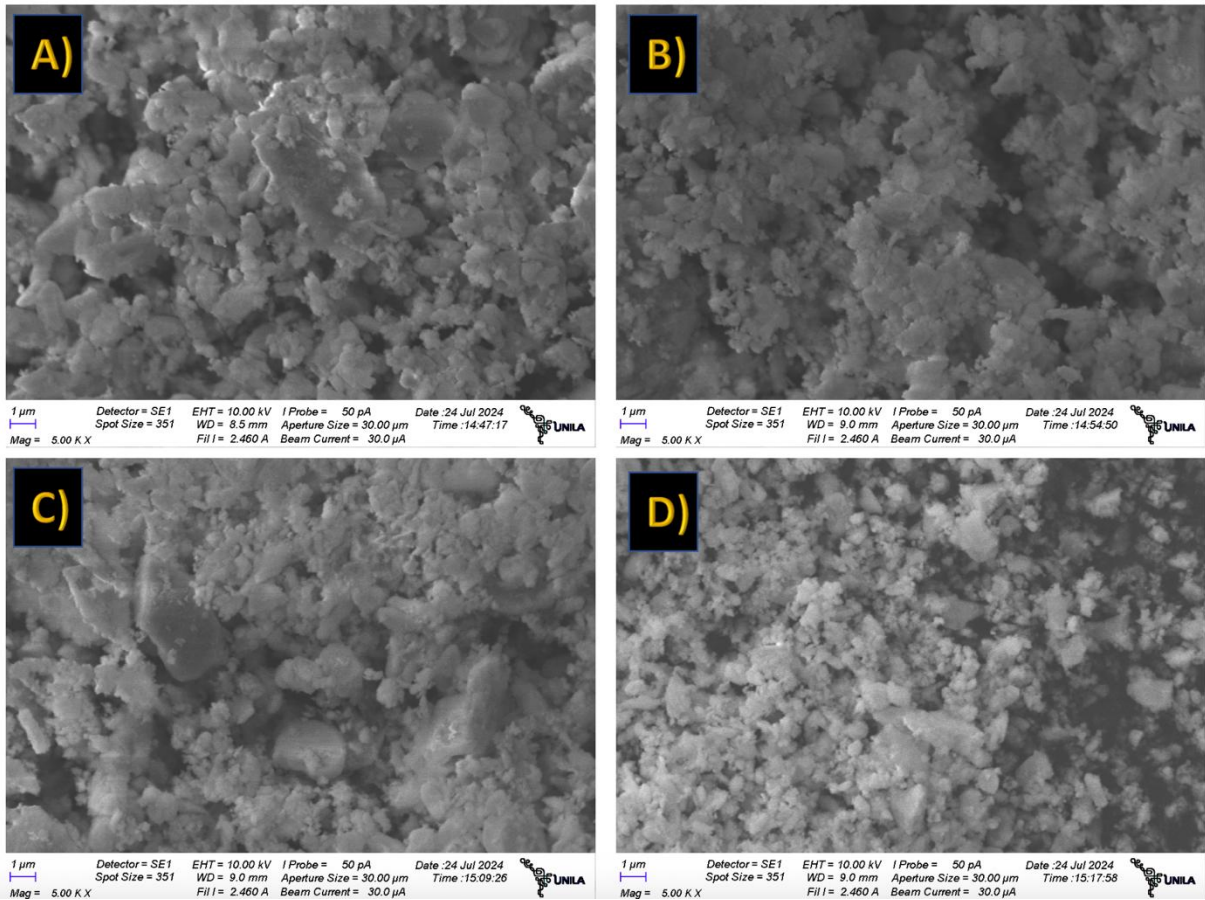
As Figuras 20 e 21 apresentam micrografias obtidas por MEV dos pós das misturas 10:1 e 20:1, respectivamente, submetidos a diferentes tempos de moagem de alta energia (2 h, 5 h, 10 h e 20 h). Nelas é possível observar que o aumento do tempo de moagem, influência na morfologia das partículas. Uma visão panorâmica destas, sugere que está havendo cominuição dos pós.

Figura 20 - Micrografia MEV da mistura 10:1 moída por (A) 2h, (B) 5h, (C) 10h e (D) 20h (Ampliação de 5.000x).



Fonte: (Próprio Autor, 2025)

Figura 21 - Micrografia MEV da mistura 20:1 moída por (A) 2h, (B) 5h, (C) 10h e (D) 20h (Ampliação de 5.000x).



Fonte: (Próprio Autor, 2025)

A Figura 20 apresenta as micrografias da mistura Cu- Al_2O_3 na proporção 10:1, moída por diferentes tempos. As 2h (Figura 20A), observam-se partículas com morfologia ainda irregular e presença de aglomerados maiores. Com o aumento do tempo para 5h (Figura 20B), nota-se a formação de placas mais definidas, com círculos vermelhos indicando essas regiões, o que demonstra a deformação da fase dúctil (Cu) durante o processo e possível soldagem desta fase. Essas placas aumentam de tamanho em relação ao tempo anterior, resultado das sucessivas deformações e soldagens frias entre as partículas metálicas, que incorporam progressivamente a fase cerâmica (Al_2O_3).

Ao atingir 10h de moagem (Figura 20C), observa-se que essas placas sofreram fraturas. Esse fenômeno sugere o encruamento do cobre, que leva à fragilização do material e posterior ruptura. A fratura das placas favorece a homogeneização da mistura e uma maior distribuição da fase cerâmica. Já na imagem referente a 20h de moagem (Figura 20D), nota-se uma morfologia mais fina e

partículas com tamanho mais uniforme. No entanto, também se observa a presença de aglomerados, o que pode ser atribuído à fratura das partículas durante a moagem, processo que gera a diminuição e resulta no aumento da área e da energia superficial. Esse aumento favorece a aglomeração das partículas finas devido à maior tendência de interação entre suas superfícies.

A Figura 21 mostra as micrografias obtidas para a mistura Cu–Al₂O₃ na proporção 20:1, sob os mesmos tempos de moagem. As 2h (Figura 21A), observa-se a presença de partículas com morfologia irregular, além de estruturas em forma de placas, possivelmente associadas ao cobre, indicando o início da deformação plástica e uma interação inicial entre as fases. Com 5h de moagem (Figura 21B), as partículas se apresentam mais compactas, com maior evidência de formação de placas, o que sugere a intensificação do processo de deformação plástica do cobre e o aumento da interação entre as fases do compósito.

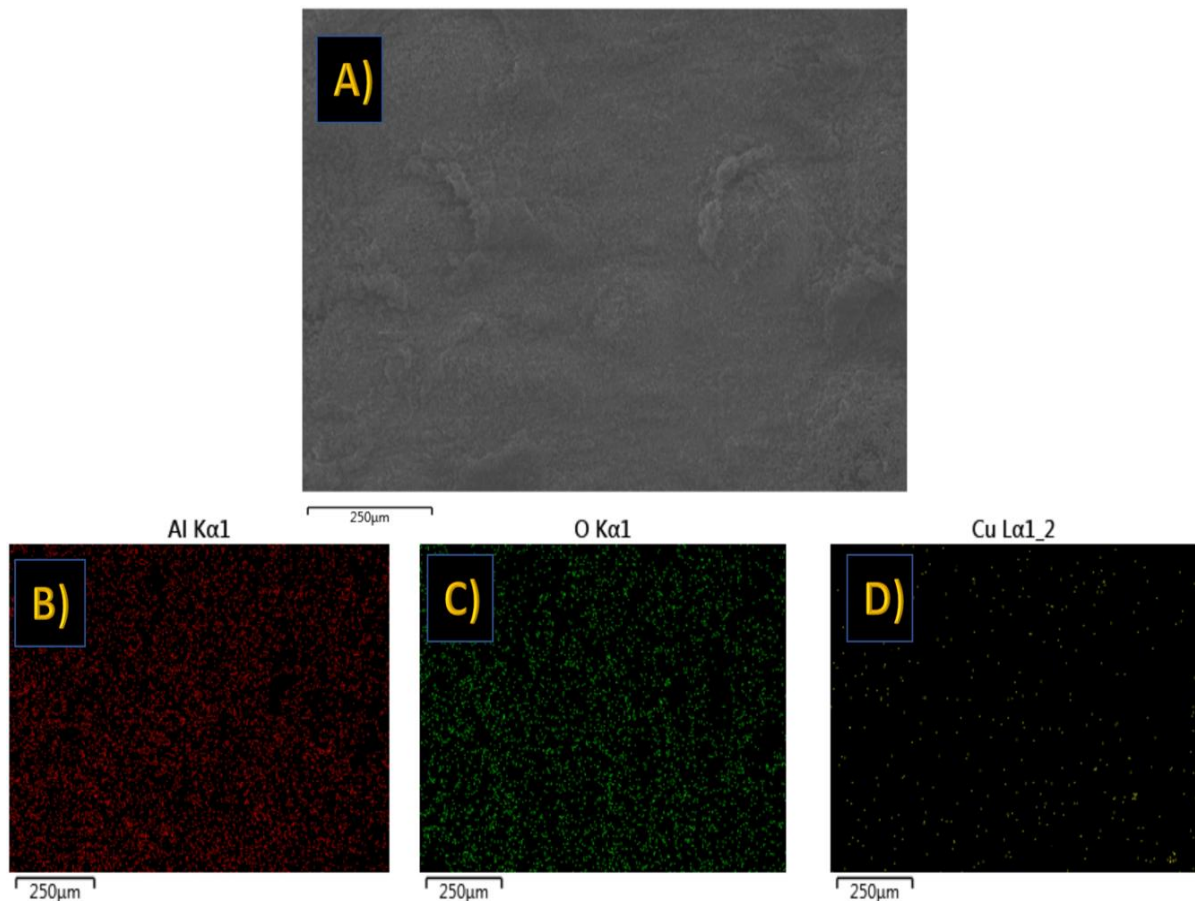
Na moagem de 10h (Figura 21C), as placas se tornam mais evidentes e bem distribuídas, com maior homogeneização da morfologia e distribuição da fase cerâmica sobre a matriz metálica. Com 20h de moagem (Figura 21D), partículas mais finas e uniformes, embora com presença acentuada de aglomerados, novamente atribuída à elevada energia superficial acumulada.

De forma comparativa, o comportamento morfológico das misturas 10:1 e 20:1 mostra que o tempo de moagem e a razão massa-bola/massa-pó exercem influência na formação das partículas compósitas. A mistura com BPR 10:1 está sujeita a menor energia de impacto em comparação à 20:1, o que pode influenciar na deformação plástica dos materiais. Os tempos de 10h e 20h sugere uma melhor homogeneização da mistura e incorporação mais efetiva da fase cerâmica. Nas micrografias correspondentes (Figuras 19 C, D e 20 C, D), observa-se uma distribuição mais uniforme das partículas.

5.3 ANÁLISES DE ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA

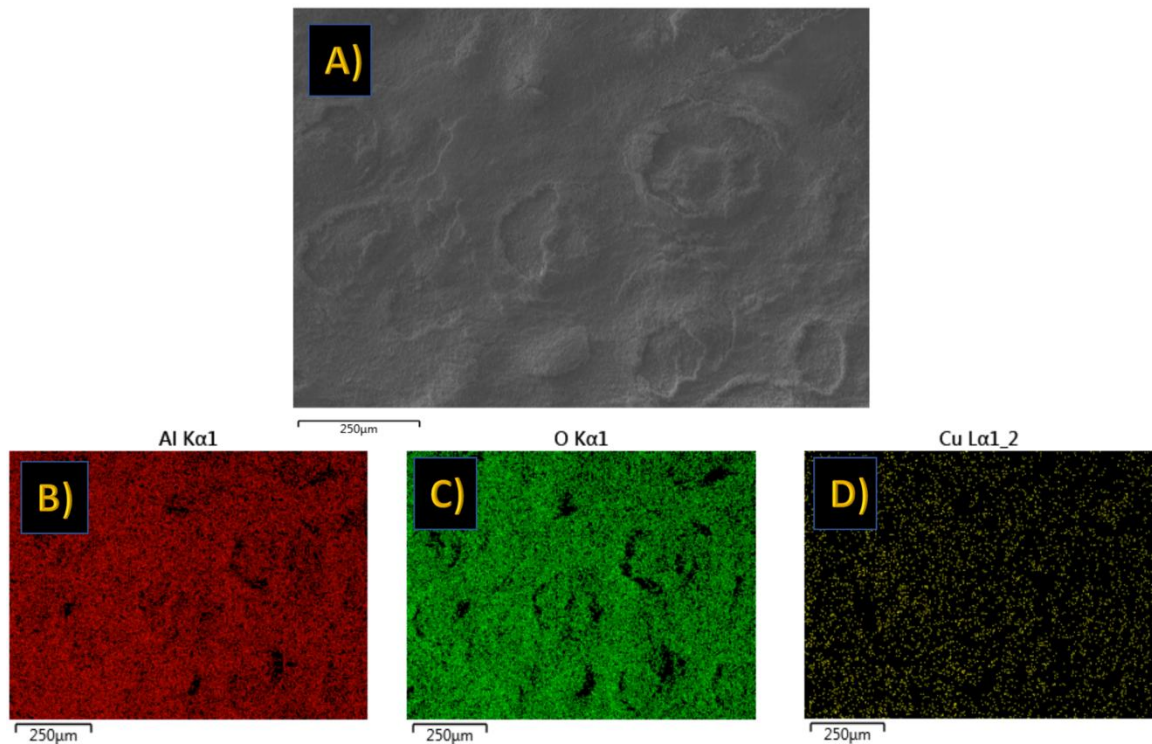
Para avaliar a distribuição e homogeneidade do pó compósito, utilizou-se a técnica de EDS. Os resultados obtidos são apresentados nas Figuras 22 a 25, nas quais as Figuras 22 e 23 correspondem à mistura na proporção 10:1, enquanto as Figuras 24 e 25 referem-se à mistura 20:1. As imagens exibem as micrografias e os respectivos mapeamentos elementares das amostras de Cu/Al₂O₃ processadas por moagem de alta energia. Outras imagens de EDS, encontram-se no apêndice para consulta.

Figura 22 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 10:1, submetido a 2 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre.



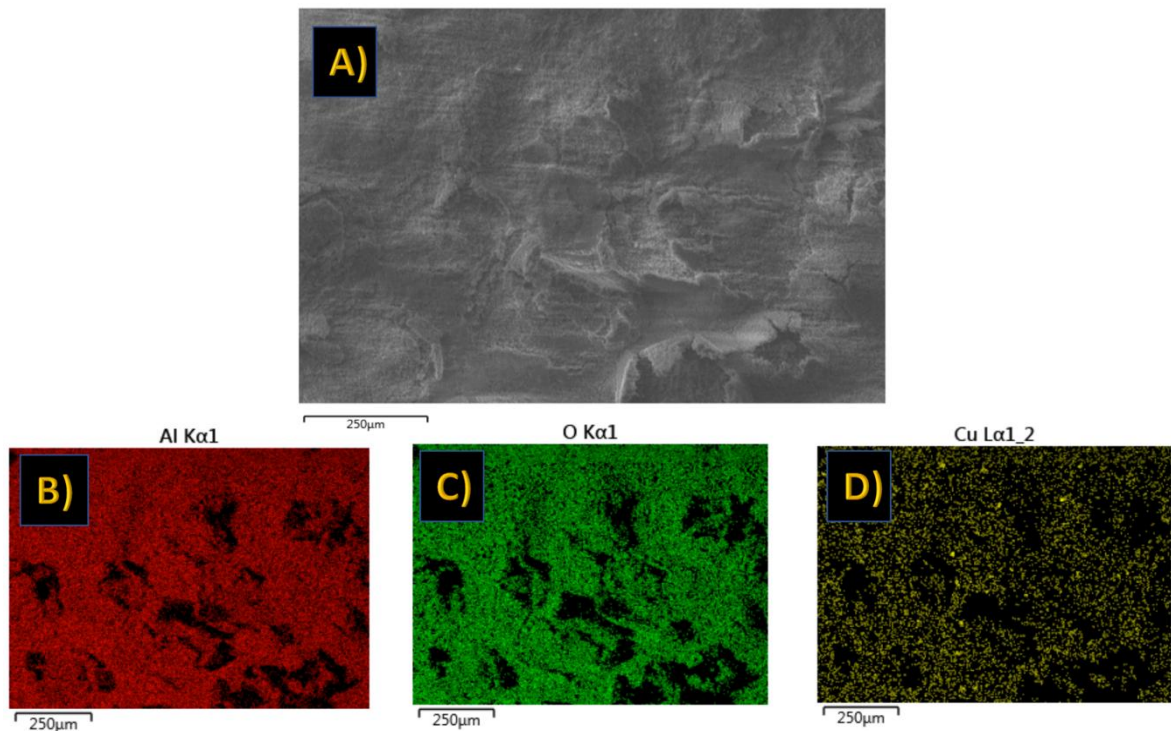
Fonte: (Próprio Autor, 2025).

Figura 23 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 10:1, submetido a 20 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre.



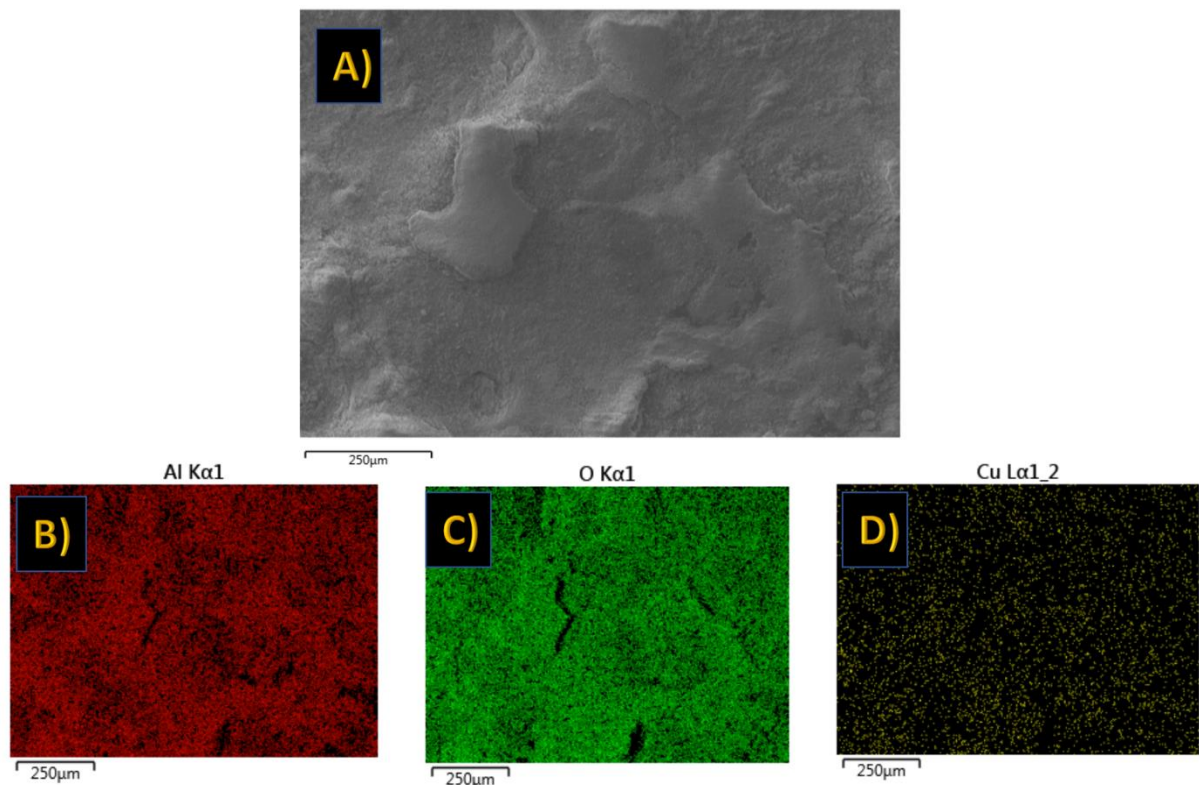
Fonte: (Próprio Autor, 2025).

Figura 24 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 20:1, submetido a 2 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre.



Fonte: (Próprio Autor, 2025).

Figura 25 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 20:1, submetido a 20 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre.



Fonte: (Próprio Autor, 2025).

De forma geral, nota-se uma evolução clara na distribuição dos elementos com o aumento do tempo de moagem. Nas amostras moídas por 2h (Figuras 21 e 23), observa-se que os elementos alumínio (Al) e oxigênio (O), relacionados à fase cerâmica, estão distribuídos de forma ainda heterogênea, com regiões ricas em Al/O visivelmente separadas das regiões ricas em Cu. Isso indica que o processo de incorporação da fase cerâmica na matriz metálica está em estágio inicial, com baixa eficiência de dispersão.

Após 20h de moagem (Figuras 22 e 24), os mapas mostram uma distribuição maior dos elementos, principalmente do cobre. O alumínio e o oxigênio aparecem dispersos de forma contínua e incorporada às áreas com cobre, o que sugere que a alumina foi gradualmente incorporada à matriz metálica, resultado dos repetidos ciclos de deformação, soldagem e fratura típicos da moagem de alta energia. A maior sobreposição dos elementos indica uma mistura mais eficiente e formação de partículas compósitas, com a fase cerâmica embutida na metálica.

A análise dos mapas de EDS sugere que o tempo de moagem influencia diretamente a dispersão dos elementos. A moagem por 20h promoveu uma distribuição mais homogênea dos elementos Al e Cu, embora acompanhada por indícios de aglomeração. Já a condição de 10h resultou em uma mistura com boa incorporação da fase cerâmica e menor evidência de aglomerações. Embora o tamanho de cristalito tenha sido menor na amostra de 20h, ambos os tempos apresentaram vantagens específicas. Assim, a escolha entre 10h e 20h deve considerar o objetivo final do compósito, equilibrando homogeneidade, dispersão e estabilidade microestrutural.

Apesar dos resultados positivos quanto à homogeneização, as análises quantitativas (Tabelas 6 e 7) revelaram a presença crescente do elemento silício (Si) nas amostras com tempos mais longos de moagem. Essa contaminação é atribuída ao desgaste do jarro e das esferas de ágata (compostos majoritariamente por SiO₂), que atuaram como meio moedor durante todo o processo. Esse efeito é particularmente notável nas amostras moídas por 20h, tanto na proporção 10:1 quanto 20:1, com teores de silício superiores a 12%.

A presença de silício, embora esperada em moagens prolongadas com jarros cerâmicos, pode comprometer a pureza do compósito final e interferir nas propriedades funcionais esperadas. Sendo assim, para estudos futuros, recomenda-se considerar alternativas de meio moedor ou limitar o tempo de moagem a um ponto de equilíbrio entre dispersão eficiente e baixa contaminação.

Tabela 6 - Composição elementar das amostras (10:1), obtidas por EDS (% em massa).

Tempo	O	Al	C	Si	Cu
2h	46.8	35.9	8.9	4.6	3.7
5h	48.4	35.0	5.2	7.8	3.7
10h	49.2	29.8	8.8	9.0	3.2

20h	52.6	22.9	7.4	14.3	2.8
------------	------	------	-----	------	-----

Fonte: (Próprio Autor, 2025).

Tabela 7 - Composição elementar das amostras (20:1), obtidas por EDS (% em massa).

Tempo	O	Al	C	Si	Cu
2h	47.9	38.3	3.0	2.9	7.9
5h	50.0	29.6	7.7	7.1	5.5
10h	47.5	19.7	21.2	8.5	3.1
20h	50.7	15.0	19.8	12.2	2.2

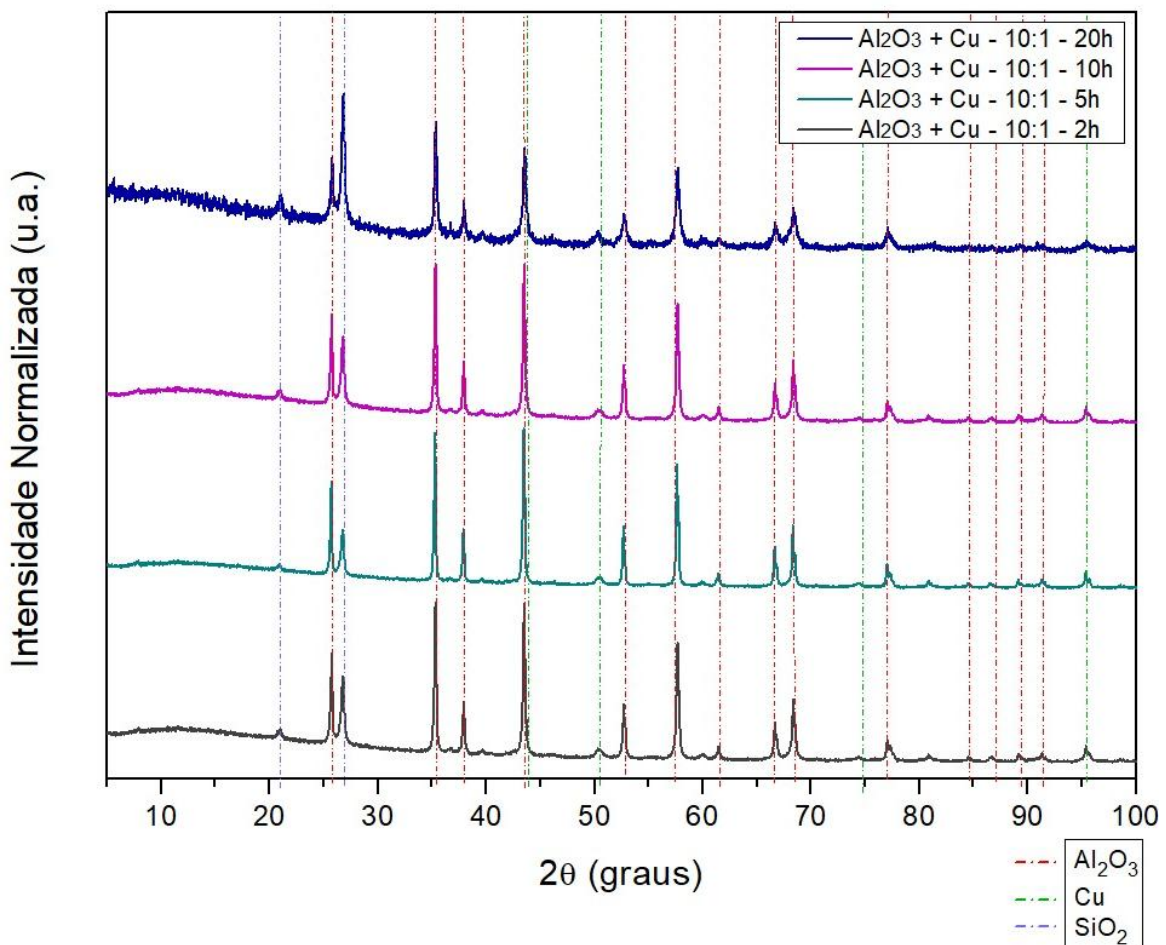
Fonte: (Próprio Autor, 2025).

5.4 ANÁLISES DE DRX DAS AMOSTRAS MOÍDAS

As análises dos difratogramas apresentados nas Figuras 26 e 27 permitem avaliar as mudanças estruturais nas misturas Cu/Al₂O₃ nas proporções 10:1 e 20:1, submetidas a diferentes tempos de moagem mecânica.

5.4.1 MISTURA 10:1

Figura 26 - Padrões de difrações de raios X do pó composto Al₂O₃-Cu durante os tempos de moagem 2h, 5h, 10h, 20h.



Fonte: (Próprio Autor, 2025).

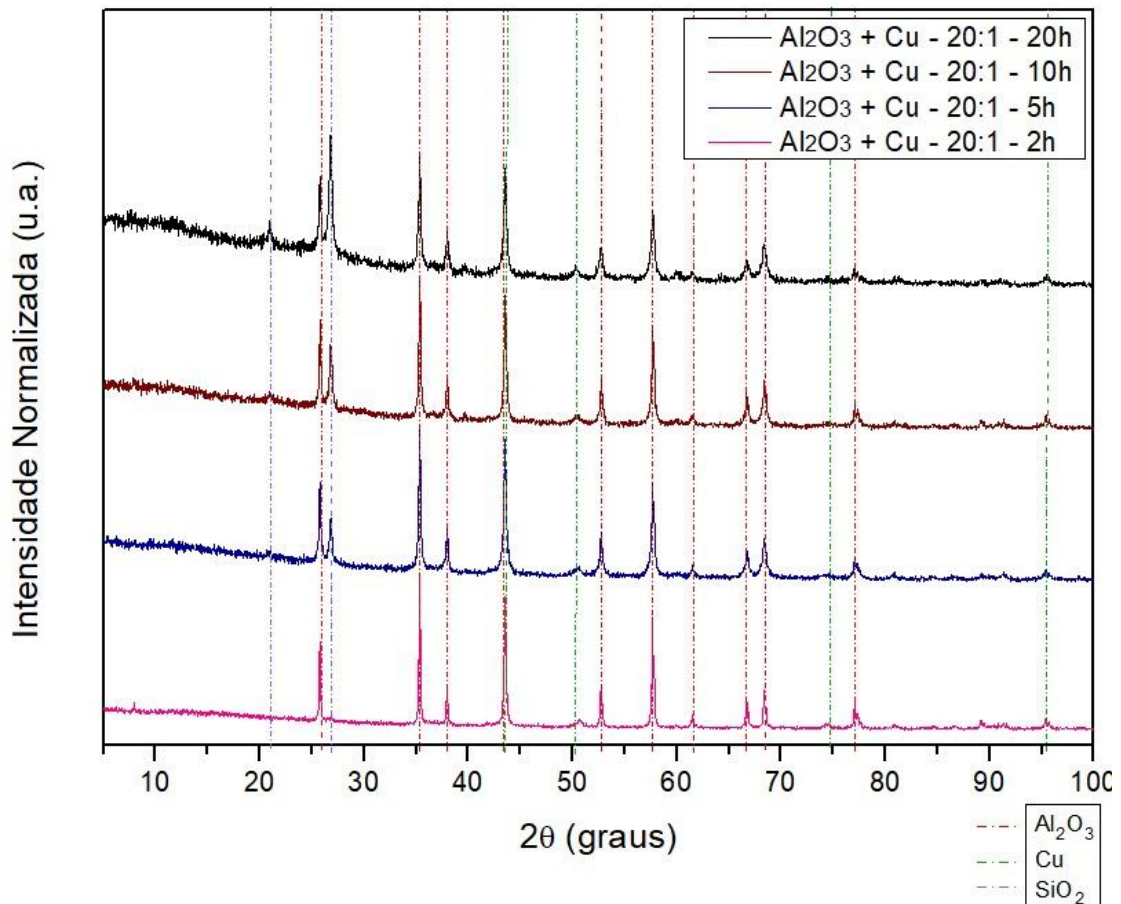
Na mistura 10:1, identificam-se os picos característicos das fases Al₂O₃ (fase alfa) e Cu metálico, com base nas cartas-padrão 96-900-5837 para Al₂O₃ e 96-901-1605 para Cu. Com o aumento do tempo de moagem, observa-se uma diminuição progressiva da intensidade dos picos de Cu e Al₂O₃, indicando a redução do tamanho de cristalito e o aumento das microdeformações causadas pelo processo de moagem.

Além disso, são identificados picos adicionais em 22° e 27° , atribuídos à presença de SiO_2 , oriunda da contaminação pelos corpos moedores. A identificação dessa fase foi realizada com base na carta-padrão 96-710-3015.

Destaca-se ainda a ocorrência de sobreposição entre os picos das fases de Cu e Al_2O_3 , no eixo de 2θ entre aproximadamente 43° e 44° , onde os picos correspondentes ao plano (111) do Cu e (113) da Al_2O_3 se aproximam. Essa sobreposição dificulta a distinção visual das fases presentes apenas por análise qualitativa. Por isso, a aplicação do refinamento de Rietveld foi essencial, pois, diante do alargamento e da redução da intensidade dos picos provocados pelo processo de moagem, possibilitando uma extração precisa de parâmetros microestruturais, como o tamanho de cristalito e a microdeformação.

5.4.2 MISTURA 20:1

Figura 27 - Padrões de difrações de raios X do pó composto Al_2O_3 -Cu durante os tempos de moagem 2h, 5h, 10h, 20h.



Fonte: (Próprio Autor, 2025)

Para a mistura 20:1, os difratogramas apresentam comportamento semelhante ao observado na proporção 10:1, com picos característicos das fases de Al_2O_3 e Cu. Além disso, observa-se a redução da intensidade e o alargamento progressivo dos picos com o aumento do tempo de moagem, sugerindo o efeito da ação mecânica sobre a fragmentação das partículas e o aumento da desordem estrutural, principalmente na fase metálica.

Assim como na mistura 10:1, foram identificados picos adicionais atribuídos à fase de sílica (SiO_2), especialmente nos ângulos 22° e 27° de 2θ . Não foram detectadas fases reativas ou compostos intermediários entre Cu e Al_2O_3 , o que sugere que, nas condições experimentais utilizadas, a moagem atuou predominantemente promovendo a mistura física entre as fases, sem formação de novos compostos cristalinos.

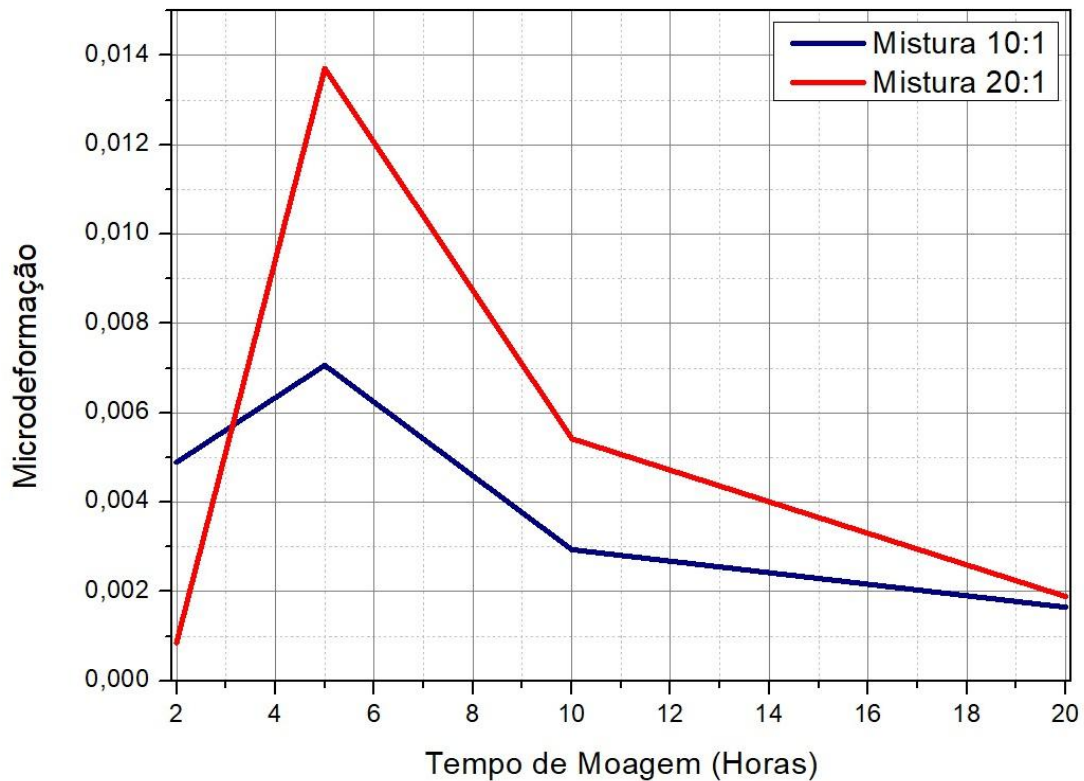
5.4.3 ANÁLISE DO REFINAMENTO DE RIETVELD

Para complementar a análise estrutural das amostras moídas, foi realizado o refinamento dos difratogramas de raios X pelo método de Rietveld, utilizando o software MAUD e OringPro para plotar os gráficos. O foco da análise foi a determinação do tamanho médio dos cristalitos e da microdeformação da rede cristalina (microstrain), parâmetros diretamente influenciados pelas condições de moagem. O tamanho do cristalito fornece uma estimativa de dimensão de tamanho dos próprios, enquanto a microdeformação está relacionada a distorções na rede cristalina causadas por tensões internas acumuladas durante a moagem.

5.4.3.1 MICRODEFORMAÇÃO DA REDE CRISTALINA

As seções a seguir apresentam os gráficos de microdeformação (*microstrain*), e tamanho do cristalito, obtidos para as amostras de ambas misturas.

Figura 28 - Variação da *microstrain* em função do tempo de moagem para as misturas 10:1 e 20:1, obtida a partir do refinamento pelo método de Rietveld.



Fonte: (Próprio Autor, 2025).

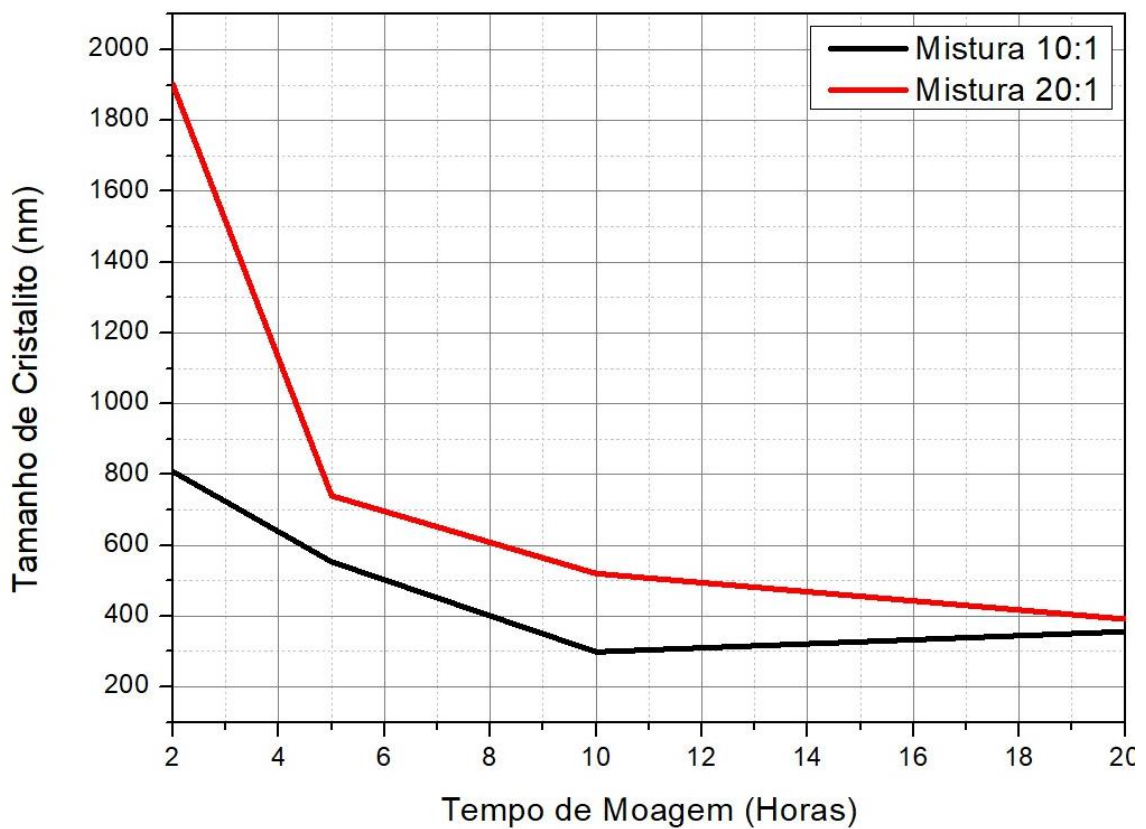
A Figura 28 mostra os valores de microdeformação determinados ao longo do tempo de moagem. Para a mistura 10:1, observa-se um aumento gradual da *microstrain* de 2 até 5 horas de moagem, partindo de cerca de 0,005 até atingir um pico de aproximadamente 0,007. Esse comportamento está associado ao acúmulo de defeitos cristalinos, tensões internas e encruamento das partículas metálicas, resultantes da deformação plástica induzida pela moagem.

Após esse ponto, a microdeformação diminui progressivamente, chegando a cerca de 0,002 em 20 horas, o que pode estar relacionado a um possível rearranjo estrutural, relaxamento de tensões ou ao esgotamento da capacidade do sistema em gerar novas deformações devido à saturação da energia acumulada.

Na mistura 20:1, a *microstrain* apresenta valores superiores em todas as condições de moagem, com um pico acentuado em 5 horas (aproximadamente 0,014). Esse comportamento sugere favorecimento da introdução de defeitos e distorções mais intensas na rede cristalina. Assim como na mistura 10:1, ocorre uma redução gradual após o pico, indicando uma possível saturação dos mecanismos de deformação interna.

5.4.3.2 TAMANHO DO CRISTALITO

Figura 29 - Variação do tamanho médio de cristalito em função do tempo de moagem para as misturas 10:1 e 20:1, obtida a partir do refinamento pelo método de Rietveld.



Fonte: (Próprio Autor, 2025)

A Figura 29 apresenta a evolução do tamanho médio de cristalito em função do tempo de moagem para as misturas 10:1 e 20:1. Na mistura 10:1, observa-se uma diminuição inicial no tamanho de cristalito, partindo de aproximadamente 800 nm em 2 horas para cerca de 500 nm em 5 horas. Essa redução pode ser atribuída à maior predominância dos mecanismos de fratura em relação à soldagem a frio nesse estágio inicial, o que favorece a quebra das partículas e consequente diminuição do tamanho de cristalito.

A partir de 5 horas, o tamanho de cristalito continua a diminuir, atingindo cerca de 250 nm com 10 horas de moagem, o que indica a intensificação do mecanismo de fratura, possivelmente impulsionado pelo acúmulo de tensões internas e aumento da energia fornecida à amostra. Com 20 horas, o valor se estabiliza em torno de 350 nm, sugerindo uma redução na eficiência da moagem.

Na mistura 20:1, os tamanhos iniciais são significativamente maiores, com cerca de 1850 nm em 2 horas, e diminuem rapidamente com o tempo de moagem, atingindo valores similares aos da mistura 10:1 após 20 horas. Esse comportamento pode estar relacionado à intensa energia por massa de pó característica dessa mistura, que favorece mecanismos de soldagem a frio nos estágios iniciais, resultando na formação de partículas maiores.

Na condição de moagem com relação 20:1 por 20 horas, o refinamento de Rietveld indicou uma redução significativa no tamanho médio de cristalito, evidenciando o efeito da moagem no refinamento estrutural do material. É importante destacar que o termo cristalito, segundo (Cullity; Stock, 2014), refere-se à menor região coerente de difração dentro de uma partícula ou grão, e não necessariamente ao tamanho da partícula observável por técnicas de microscopia. Assim, embora o valor obtido seja consideravelmente menor do que as dimensões micrométricas das partículas observadas em técnicas como MEV, ele reflete a evolução da estrutura cristalina durante o processo de moagem.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

As micrografias obtidas por MEV revelaram a alteração morfológica significativa das partículas, com evidências de soldagem a frio e fragmentação progressiva, especialmente nas amostras submetidas a maiores tempos de moagem. A formação de estruturas lamelares e posterior fragmentação, principalmente na composição 20:1, indicou o efeito do encruamento e favoreceu uma melhor homogeneização das fases constituintes.

As análises por EDS confirmaram a presença dos elementos Cu, Al e O em todas as amostras moídas, com distribuição progressivamente mais homogênea à medida que o tempo de moagem aumentava. Também foi observada a presença de Si, atribuída à contaminação proveniente do uso de esferas e jarros de ágata, sendo mais evidente nas moagens mais prolongadas.

A caracterização por DRX demonstrou que as fases Cu e Al_2O_3 foram mantidas após a moagem, sem indícios de formação de compostos intermediários entre os constituintes principais. No entanto, foram identificados picos relacionados à fase de sílica, também atribuídos à contaminação do sistema com confirmação cruzada por meio das análises de EDS. Com o aumento do tempo de moagem, os picos de Cu e Al_2O_3 apresentaram redução de intensidade e alargamento, sugerindo redução do tamanho de cristalito e um acúmulo de microdeformações na rede.

O refinamento estrutural pelo método de Rietveld permitiu quantificar a evolução do tamanho médio de cristalito e da microdeformação. Observou-se que, com o aumento do tempo de moagem, houve uma diminuição significativa no tamanho dos cristalitos e aumento das microdeformações. Tais parâmetros evidenciam o impacto do processo mecânico na estrutura do material, confirmando a eficácia da moagem de alta energia na promoção de refino microestrutural e na geração de tensões internas.

Dentre as amostras estudadas, a composição com razão mássica 20:1 apresentou os resultados mais promissores, com melhor dispersão da fase cerâmica, morfologia mais homogênea das partículas e redução do tamanho de cristalito em comparação à mistura 10:1. A análise por EDS indicou uma dispersão mais uniforme

da fase cerâmica no cobre, enquanto o DRX e o refinamento de Rietveld evidenciaram o refino estrutural sem a formação de novas fases. Esses resultados sugerem que esta condição de moagem foi eficaz em promover a mistura física entre os constituintes e gerar uma microestrutura potencialmente favorável para etapas posteriores de consolidação.

De forma geral, os resultados obtidos confirmam que o tempo de moagem é um fator determinante na homogeneização, no refino das partículas e na evolução das características estruturais do pó compósito Cu/Al₂O₃. A rota utilizada mostrou-se eficiente, representando uma etapa crucial para o processamento de materiais compósitos com propriedades otimizadas, especialmente quando se visa posterior compactação e sinterização, o que torna especialmente relevante para aplicações em metalurgia do pó.

6.1 PROPOSTAS PARA FUTUROS TRABALHOS

Dando continuidade à pesquisa desenvolvida, propõem-se as seguintes abordagens para trabalhos futuros, com o intuito de aprofundar a compreensão sobre o comportamento do compósito Cu/Al₂O₃:

- Consolidação dos pós moídos por compactação uniaxial ou isostática, seguida de sinterização controlada em diferentes atmosferas (como vácuo, argônio ou atmosfera redutora), visando avaliar a influência dos parâmetros de moagem na densificação e integridade estrutural do compósito.
- Caracterização térmica por termogravimetria (TG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC), com o objetivo de analisar a estabilidade térmica do compósito, detectar possíveis reações entre as fases durante o aquecimento e identificar transições térmicas relevantes para o processo de sinterização, além da aplicação da dilatometria, técnica que permite avaliar as condições de sinterabilidade por meio do monitoramento da variação dimensional do material em função da temperatura, possibilitando correlacionar esses resultados com os fenômenos de densificação.
- Caracterização das amostras sinterizadas por DRX, MEV, EDS e microscopia óptica, a fim de identificar possíveis reações entre as fases, alterações morfológicas e a presença de descontinuidades ou porosidade residual.
- Ensaio de dureza (microdureza Vickers ou macrodureza Rockwell) com o objetivo de correlacionar os parâmetros de moagem e sinterização com as propriedades mecânicas do compósito final.
- Determinação da densidade aparente e relativa por meio do método geométrico ou do método de Arquimedes, possibilitando avaliar a eficiência do processo de consolidação e o grau de porosidade remanescente nas amostras.
- Investigação de propriedades funcionais adicionais, como condutividade elétrica ou resistência ao desgaste, de acordo com os potenciais aplicações tecnológicas do sistema Cu-Al₂O₃.

7. REFERÊNCIAS

ABU-OQAIL, A. M. I. *et al.* Fabrication and characterization of Ag coated Al₂O₃/GNs reinforced Cu nanocomposites for renewable energy applications. **Ceramics International**, v. 49, n. 19, p. 30958–30971, 1 out. 2023.

AMADIO, Tatiane de Mattos. **PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ CERÂMICA DE ALUMINA A PARTIR DE COLAGEM DE FITAS EM MEIO AQUOSO**. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 5 dez. 2012.

ANDRADE, Maria Lúcia Amarante de *et al.* **INDÚSTRIA DO COBRE - ÁREA DE OPERAÇÕES INDUSTRIAIS 2**. [S.l.: S.n.]. Disponível em: <<http://www.bndes.gov.br>>.

ARIF, Nadira; AHMAD, Shahzad. A Review on the Synthesis, Properties, Applications, and Harmful Effects of Alumina. **International Journal of Trend in Scientific Research and Development**, v. 6, n. 3, p. 1586–1594, abr. 2022.

ASHBY, M. F. ...; JONES, David R. H. ... **Engineering materials 1: An introduction to properties, applications and design**. 3. ed. Waltham: Butterworth-Heinemann, 2012.

AZEVÊDO, Heytor Vitor Souza Bezerra. **Metalurgia do pó aplicada na fabricação de ferramentas de corte: efeito da adição de WC e Co na sinterização e propriedades mecânicas da alumina**. 1. ed. Natal: EDUFRN, 2018.

BARCELOS, Sérgio Martins. **INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E CORRENTE DE TRABALHO, NAS CARACTERÍSTICAS ELÉTRICAS E MECÂNICAS DO COBRE ELETROLÍTICO**. Porto Alegre: [S.n.]. Disponível em: <<https://lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/25847/000755190.pdf>>. Acesso em: 22 jun. 2025.

BEZERRA P., Gislaine. **ANÁLISE DO EFEITO DO TEMPO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA NO TAMANHO DE CRISTALITO E MICRODEFORMAÇÃO DA REDE CRISTALINA DO WC-Co**. Natal: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE, mar. 2008.

BISH, D. L.; HOWARD, S. A. Quantitative phase analysis using the Rietveld method. **Journal of Applied Crystallography**, v. 21, n. 2, p. 86–91, 1988.

BOZZOLA, John J.; RUSSELL, Lonnie D. **Electron Microscopy: Principles and Techniques for Biologists**. 2. ed. [S.l.]: Jones & Bartlett Learning, 1999.

CALLISTER JR, William D. **Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução**. 8. ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora Ltda., 2010.

CAMPOS, Heloisa Gonçalves. **PROPRIEDADES MECÂNICAS DE COMPÓSITOS À BASE DE ALUMINA E ZIRCÔNIA COM ADIÇÃO DE CÉRIA**. Porto Alegre: [S.n.]. Disponível em: <<https://lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/142465/000993294.pdf?sequence=1>>. Acesso em: 22 jun. 2025.

CHEN, S.; CIN, B. A. Low activation braze joint of dispersion strengthened copper. **Journal of Nuclear Materials**, p. 132–136, 1995.

CITIC HEAVY INDUSTRIES. **Moinhos de Mineração**. Disponível em: <<https://citicheavyindustries.com.br/mine-mill.html>>. Acesso em: 24 jun. 2025.

COSTA, Fernanda Rodrigues Torres. **Microscopia Eletrônica de Varredura: potencialidades e aplicações**. São Luís: UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO, 2016.

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elements of X-ray Diffraction**. 3. ed. [S.l.]: Pearson Education Limited, 2014.

DAVIS, J. R. **ASM Specialty Handbook - Copper and Copper Alloys**. Chagrin Falls: [S.n.]. Disponível em: <www.asminternational.orgwww.iran-mavad.com>.

DAVIS, Karen. **Alumina (Al₂O₃) Material Review: Properties, Manufacturing & Uses**. Disponível em: <<https://studylib.net/doc/8832674/material-review--alumina--al-o-->>. Acesso em: 22 jun. 2025.

DO KIM, Young *et al.* SYNTHESIS OF Cu DISPERSED Al₂O₃ NANOCOMPOSITES BY HIGH ENERGY BALL MILLING AND PULSE ELECTRIC CURRENT SINTERING. **Scripta Materiala**, v. 44, No. 2, p. 293–297, 2001.

EVERHART, T. E.; THORNLEY, R. F. M. Wide-Band Detector for Micro-microampere Low-Energy Electron Currents. **Advances in Imaging and Electron Physics**, v. 133, p. 147–152, 1 jan. 2004.

FERNANDES, Erica Porto *et al.* **SINTESE DE ALUMINA A PARTIR DE RESÍDUO DE ALUMÍNIO E AVALIAÇÃO DO SEU USO COMO ADSORVENTE DE CORANTES**. Maceió: [S.n.].

FURTADO, Vinicius Cândido Padilha. **MECANO-SÍNTESE DO PÓ COMPÓSITO DE Nb-Cu-C VIA MOAGEM DE ALTA ENERGIA**. Foz do Iguaçu: Universidade Federal da Integração Latino-Americana, 7 mar. 2025.

GAFFET, E. *et al.* Metastable phase transformations induced by ball-milling in the Cu-W system. **Science Direct**, p. 130–1384, 25 mar. 1991.

GOLDSTEIN, Joseph I. *et al.* **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. New York: PLENUM PRESS, 1981.

GONÇALVES, Pâmella Rayo de Luar Campos; CASTRO JUNIOR, Manoel Carvalho; SALES, Fábio Henrique Silva. Propriedades Elétricas e Microestruturais da Alumina Dopada com Nióbia. **HOLOS**, v. 7, p. 1–17, 31 dez. 2020.

HUME-ROTHERY, William; RAYNOR, G. V. **The Structure of Metals and Alloys**. London: The Institute of Metals, 1956.

IR TECHNOLOGY SERVICES. **Mixer/Mill 8000D**. Disponível em: <<https://www.irtech.in/8000d-mixer-mill/>>. Acesso em: 24 jun. 2025.

JANOT, Raphaël; GUÉRARD, Daniel. Ball-milling in liquid media: Applications to the preparation of anodic materials for lithium-ion batteries. **Progress in Materials Science**, v. 50, n. 1, p. 1–92, 1 jan. 2005.

JIAO, S.; JENKINS, M. L.; DAVIDGE, R. W. **INTERFACIAL FRACTURE ENERGY-MECHANICAL BEHAVIOUR RELATIONSHIP IN Al₂O₃/SiC AND Al₂O₃/TiN NANOCOMPOSITES** *Acfa mater.* [S.l.: S.n.].

JÚNIOR, José Ferreira da Silva. **Estudo da Síntese e Sinterização de Pós Compósitos do Sistema Ta-Cu**. Natal: Universidade Federal do Rio Grande do Norte, mar. 2008.

KIM, Kyong Chol *et al.* Effects of ball-to-powder diameter ratio and powder particle shape on EDEM simulation in a planetary ball mill. **Journal of the Indian Chemical Society**, v. 99, n. 1, 1 jan. 2022.

KINAST, Éder Julio. **REFINAMENTO ESTRUTURAL COM O MÉTODO RIETVELD: IMPLEMENTAÇÃO E ENSAIOS COM O PROGRAMA FULLPROF**. Porto Alegre: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, abr. 2000.

KLUG, Harold P.; ALEXANDER, Leroy E. **X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials**. 2. ed. New York: Wiley, 1974. v. 4

KOCH, C. C. The synthesis and structure of nanocrystalline materials produced by mechanical attrition: A review. **Nanostructured Materials**, v. 2, n. 2, p. 109–129, 1 mar. 1993.

LEE, W. D.; HA, H. G.; KIM, K. B. Synthesis of Cu–Al₂O₃ nanocomposite powder. **Scripta Materialia**, p. 2137–2140, 2001.

LOSEKANN, Cláudio Roberto. **EIXO TEMÁTICO TECNOLOGIA DE MATERIAIS - MATERIAIS NÃO FERROSOS**. Florianópolis: [S.n.]. Disponível em: <https://pavanati.com.br/doc/Tecnologia_dos_materiais3.pdf>. Acesso em: 22 jun. 2025.

MALISKA, Ana Maria. **APOSTILA - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA**. Disponível em: <https://www.usp.br/nanobiodev/wp-content/uploads/MEV_Apostila.pdf>. Acesso em: 24 jun. 2025.

MALLICK, P. K. Advanced materials for automotive applications: an overview. **Advanced Materials in Automotive Engineering**, p. 5–27, 1 jan. 2012.

MANOHAR, Murali D. **Applications of composites**. Disponível em: <<https://crescent.education/wp-content/uploads/2019/02/Module6-ApplicationofComposites.pdf>>. Acesso em: 10 ago. 2025.

MENDES, Jonas. **ESTUDO DO REAPROVEITAMENTO DO AÇO X22CrMoV12-1 PROCESSADO VIA METALURGIA DO PÓ UTILIZANDO MOAGEM DE ALTA ENERGIA**. Itajubá: UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ, set. 2016.

MICHELLE FROESE. **New advances in wind-turbine components**. Disponível em: <<https://www.windpowerengineering.com/new-advances-in-wind-turbine-components/>>. Acesso em: 28 jul. 2025.

MILHEIRO, Franciso Aurélio Campos. **PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PÓS COMPOSTOS NANOESTRUTURADOS DO METAL DURO WC-10CO POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**. [S.l.]: UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE, mar. 2006.

MORELHÃO, Sérgio Luiz. **Computer Simulation Tools for X-Ray Analysis: Scattering and Diffraction Methods**. 1. ed. [S.l.]: Springer, 2016.

MOTTA, S. M. *et al.* Characterization of Cu–Al₂O₃ nano-scale composites synthesized by in situ reduction. **Materials Science & Engineering C**, v. 15, p. 175–177, 2001.

NADKARANI, A. Copper and copper alloys. *In: In ASM handbook, vol. 7. Metals Park (OH): ASM International*. [S.l.: S.n.]. v. 7 p. 869–873.

NISHI, H.; ARAKI, T.; ETO, M. **Bonding Technique of Alumina Dispersion-Strengthened Copper to Stainless Steel and Evaluation of Interface Strength**. [S.l.: S.n.].

NOBRE, Rafael. Efeito de envelhecimento a 550°C nas propriedades mecânicas da liga Cuproníquel Cu14Ni com adições de alumínio e ferro. 2006.

NUNES, Glécilla Colombelli de Souza. **Influência dos parâmetros da moagem de alta energia na (micro)estrutura e nas propriedades magnéticas e hiperfinas do composto Nd₂Fe₁₄B com e sem adição de ferro**. Maringá: UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ, 2019.

O'BRIEN, T. E.; CHAKLADER, A. C. D. Effect of Oxygen on the Reaction Between Copper and Sapphire. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 57, n. 8, p. 329–332, 1 ago. 1974.

OLIVEIRA, Tatiane Potiguara. **EFEITO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA NA DENSIFICAÇÃO E MICROESTRUTURA DO COMPÓSITO Al₂O₃-Cu**. Natal: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE, 2014.

PAULING, Linus. **The Nature of the Chemical Bond: An Introduction to Modern Structural Chemistry**. 1. ed. Chapel Hill: Longleaf Services on behalf of Cornell University, 1960.

PIMENTA, Vinícius Justino. **Otimização do processo de preparação e caracterização de cerâmicas do sistema Cu₂O e Cu₂O:Co₃O₄**. Alfenas: Universidade Federal de Alfenas, 25 out. 2021.

RAJKOVIC, Viseslava; BOZIC, Dusan; JOVANOVIC, Milan T. Effects of copper and Al₂O₃ particles on characteristics of Cu-Al₂O₃ composites. **Materials and Design**, v. 31, n. 4, p. 1962–1970, 2010.

RETSCH. **Planetary Ball Mill PM 100**. Disponível em: <<https://www.retsch.com/products/milling/ball-mills/planetary-ball-mill-pm-100/>>. Acesso em: 24 jun. 2025.

REZAYAT, Mohammad *et al.* Characterization and Optimization of Cu-Al₂O₃ Nanocomposites Synthesized via High Energy Planetary Milling: A Morphological and Structural Study. **Journal of Composites Science**, v. 7, n. 7, 1 jul. 2023.

RIETVELD, H. M. **A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures**. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1107/S0021889869006558>>. Acesso em: 25 jun. 2025.

RIMAŠAUSKAS, Marius; KUNCIUS, Tomas; RIMAŠAUSKIENĖ, Rūta. Processing of carbon fiber for 3D printed continuous composite structures. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 34, n. 13, p. 1528–1536, 3 out. 2019.

ROTTA, Maycon. **COMPÓSITO Nb-Cu OBTIDO POR AÇÃO MECÂNICA E SINTERIZAÇÃO-COMPORTAMENTO FÍSICO, TÉRMICO E ELÉTRICO**. Maringá: [S.n.]. Disponível em: <http://www.pfi.uem.br/wp-content/uploads/2015/09/Maycon_Rotta_2005.pdf>. Acesso em: 22 jun. 2025.

RUIHUA, Liu *et al.* **Morphology and Frictional Characteristics Under Electrical Currents of Al₂O₃/Cu Composites Prepared by Internal Oxidation** *Chinese Journal of Aeronautics*. Luoyang, China: [S.n.]. Disponível em: <www.elsevier.com/locate/cja>.

SHACKELFORD, James F.; DOREMUS, Robert H. **Ceramic and glass materials: Structure, properties and processing**. [S.l.]: Springer US, 2008.

SILVA, Luan Rafael. **ESTUDO DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA E SINTERIZAÇÃO DE LIGAS Ni-Ti-Fe**. Poços de Caldas: UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALFENAS, 31 jul. 2017.

SURYANARAYANA, C. **Mechanical alloying**. In: **ASM handbook. (Ed.) Powder metal technologies and applications**. [S.l.]: Materials Park, 1998.

SURYANARAYANA, C. **Mechanical Alloying and Milling**. New York: [S.n.].

TAKIMI, Antonio Shigueaki. **OBTENÇÃO DE SUPERLIGAS NiCrAlY NANOESTRUTURADAS POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA E SUA APLICAÇÃO POR ASPERSÃO TÉRMICA HIPERSÔNICA (HVOF)**. Porto Alegre: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, 2004.

TORRES, Camila *et al.* Efeito da moagem de alta energia na morfologia e compressibilidade do compósito Mo-30%Cu. **Estudos Tecnológicos em Engenharia**, v. 5, n. 2, p. 121–129, 16 set. 2009.

UNION PROCESS. **Wet Batch Laboratory Mills** . Disponível em: <<https://www.unionprocess.com/attrition-mills/wet-attrition-mills/wet-grinding-laboratory-mills/wet-batch-laboratory-mills/>>. Acesso em: 24 jun. 2025.

VALDIVIEZ, R. *et al.* The use of dispersion strengthened copper in accelerator design. *In*: Monterey (CA): 2000.

WILLIAM D. CALLISTER, Jr.; DAVID G. RETHWISCH. **Materials Science and Engineering - An introduction**. 9. ed. [S.l.: S.n.].

WILLIAMS, David B.; CARTER, C. Barry. Transmission electron microscopy: A textbook for materials science. **Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science**, p. 1–760, 2009.

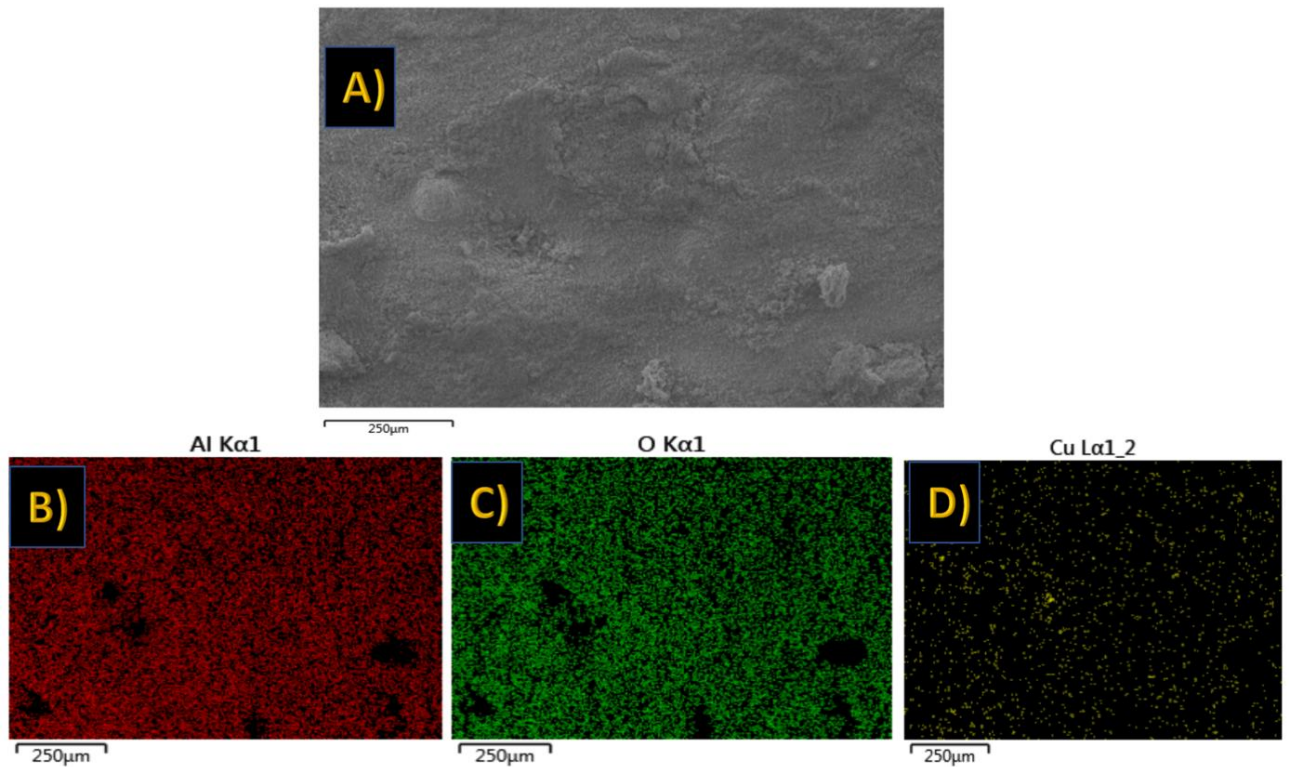
YING, D. Y.; ZHANG, D. L. Processing of Cu–Al₂O₃ metal matrix nanocomposite materials by using high energy ball milling. **Materials Science and Engineering: A**, v. 286, n. 1, p. 152–156, jun. 2000.

YOUNG, R. A. **The Rietveld Method**. 4. ed. New York: Oxford University Press, 2002.

APÊNDICE A

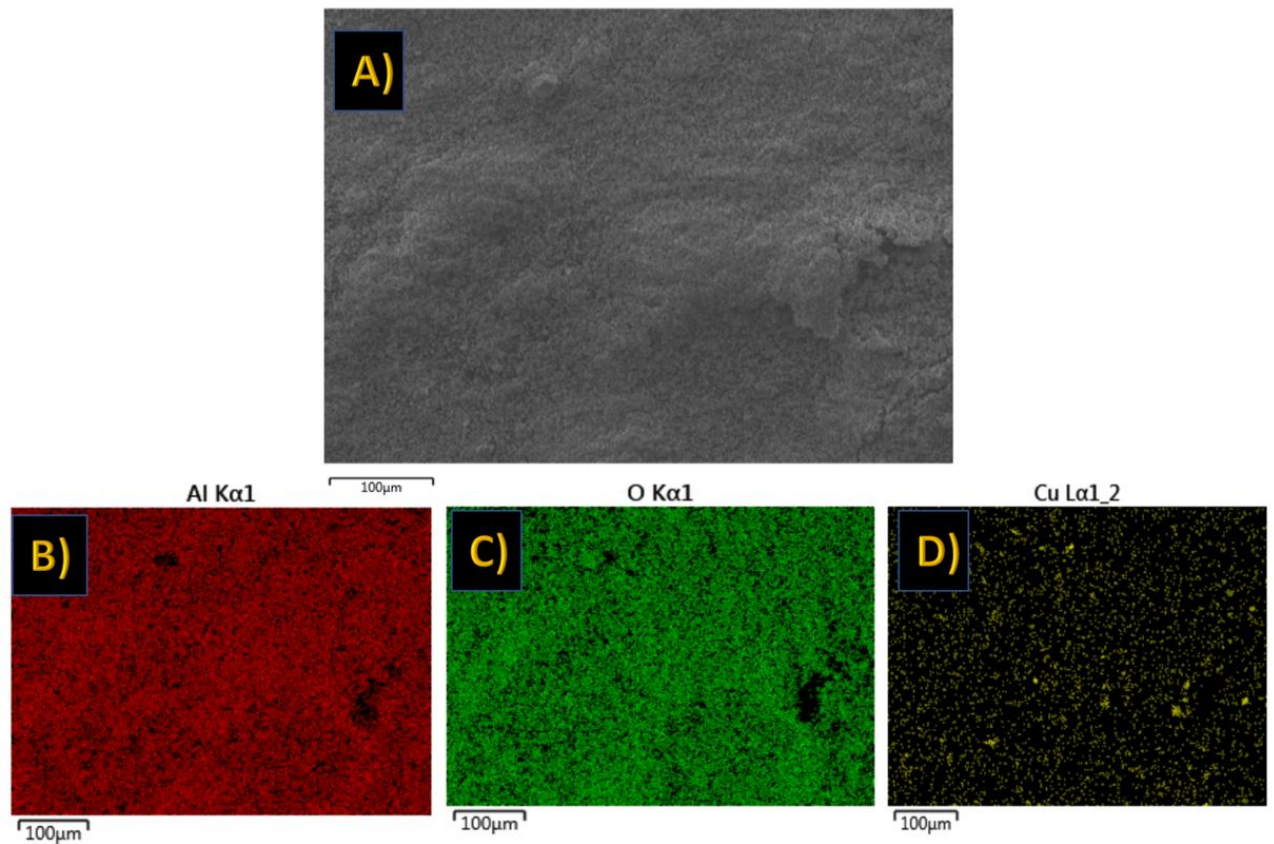
Nas Figuras 30 a 33, são apresentados os mapas de EDS das amostras do pó composto, correspondentes às duas misturas, com tempos de moagem de 5 e 10 horas.

Figura 30 - (A) – Micrografia do pó composto de mistura 10:1, submetido a 5 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre



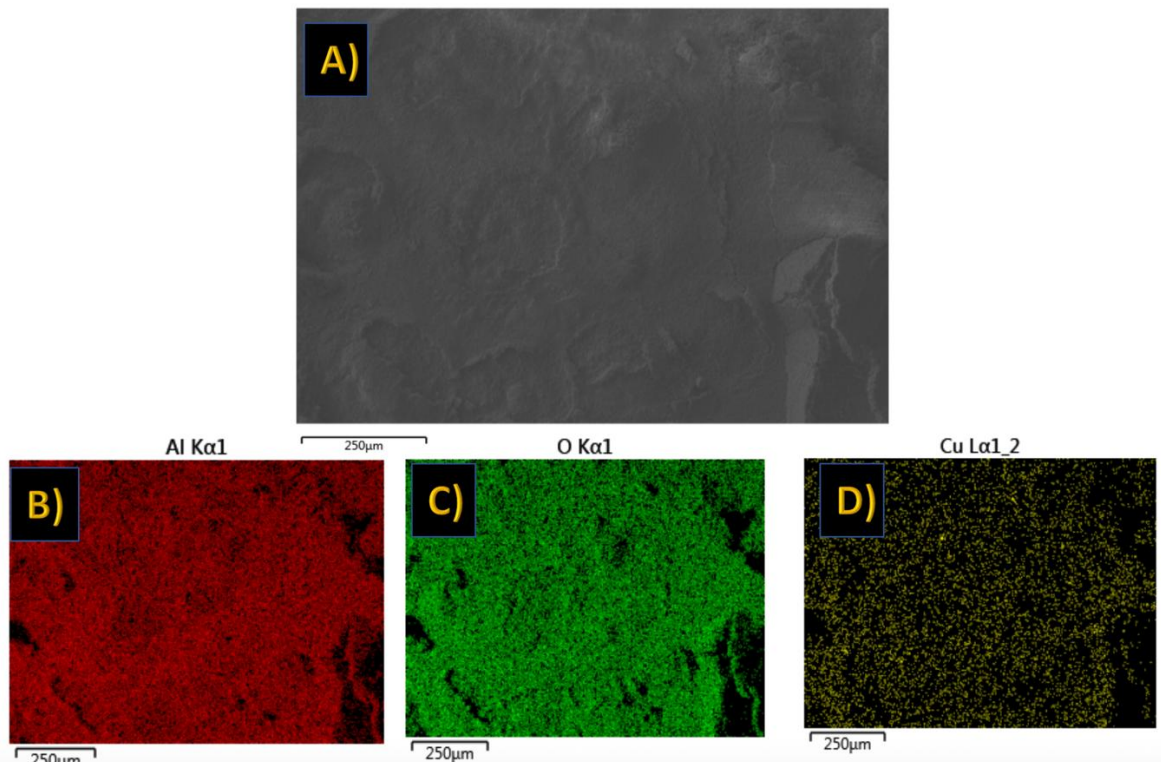
Fonte: (Próprio Autor, 2025)

Figura 31 - (A) – Micrografia do pó composto de mistura 10:1, submetido a 10 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre



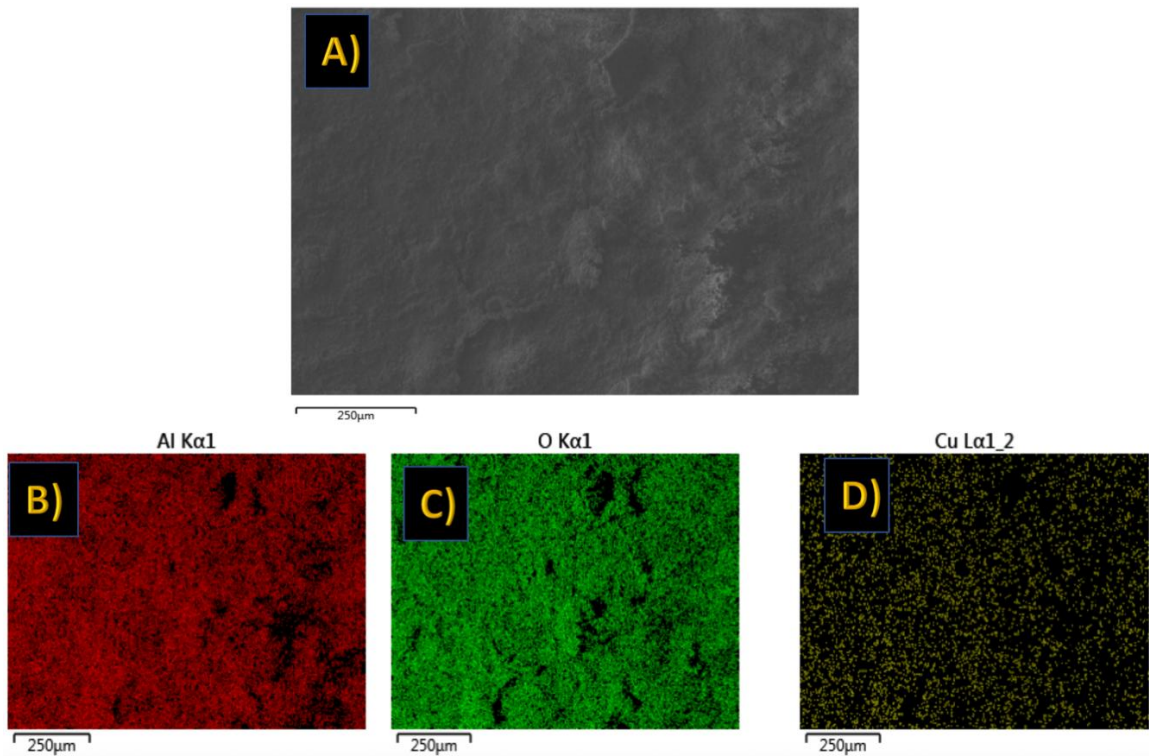
Fonte: (Próprio Autor, 2025)

Figura 32 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 20:1, submetido a 5 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre



Fonte: (Próprio Autor, 2025)

Figura 33 - (A) – Micrografia do pó compósito de mistura 20:1, submetido a 10 horas de moagem (B) Análise de EDS mostrando a distribuição de Alumínio, (C) Análise de EDS mostrando a distribuição do Oxigênio, (D) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre

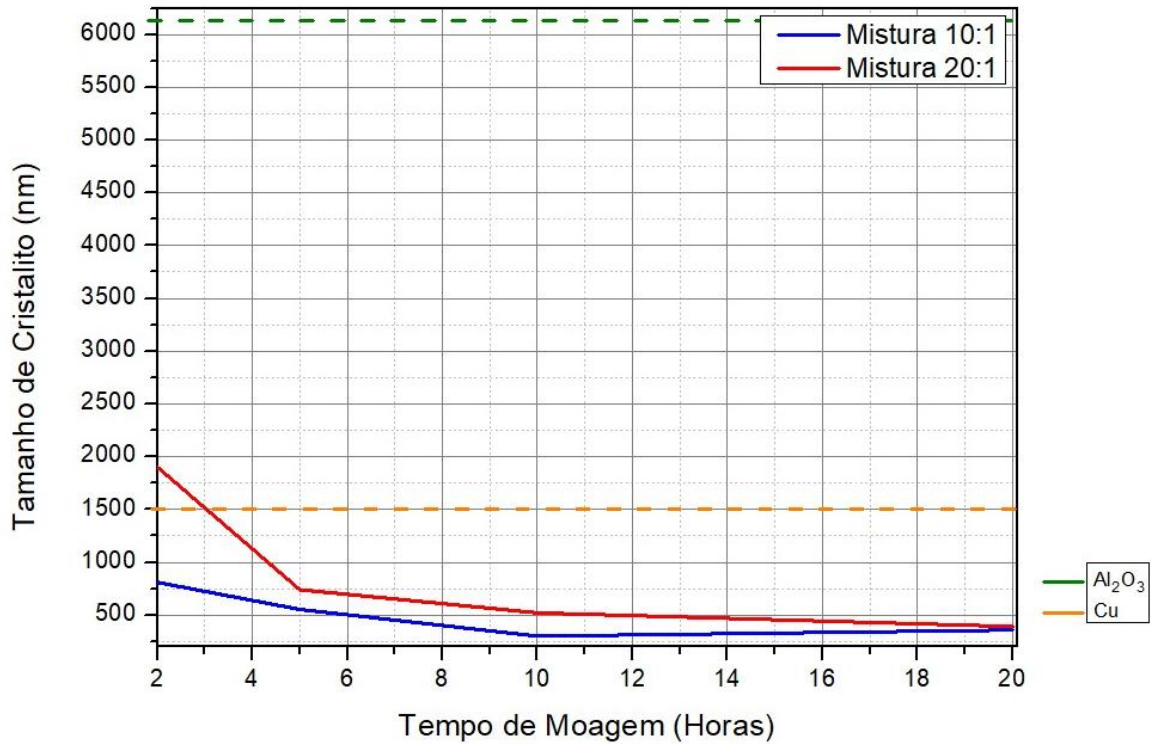


Fonte: (Próprio Autor, 2025)

APÊNDICE B

Este apêndice apresenta o gráfico completo dos tamanhos de cristalito iniciais dos pós de partida. Devido à grande diferença entre os valores de Al_2O_3 e Cu, que distorceria a escala no corpo do texto, optou-se por inserir o gráfico aqui para melhor visualização e referência na análise dos resultados.

Figura 34 - Gráfico contendo o tamanho de cristalito iniciais dos pós de partida Cu e Al_2O_3



Fonte: (Próprio Autor, 2025)

APÊNDICE C

O presente trabalho foi, em parte, apresentado em eventos científicos durante o projeto de iniciação científica, com o objetivo de divulgar os resultados parciais da pesquisa. A seguir, estão listadas as apresentações realizadas.

Figura 35 - Congresso de Engenharia e Ciências Aplicadas das Três Fronteiras (MEC3F)



Fonte: (Próprio Autor, 2025)

Figura 36 - IV Semana Integrada de Ensino, Pesquisa e Extensão (EICTI)



Fonte: (Próprio Autor, 2025)