



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

ENGENHARIA DE MATERIAIS

**MECANO-SÍNTESE DO PÓ COMPÓSITO DE Nb-Cu-C VIA MOAGEM DE ALTA
ENERGIA**

VINICIUS CÂNDIDO PADILHA FURTADO

Foz do Iguaçu
2025



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

ENGENHARIA DE MATERIAIS

**MECANO-SÍNTESE DO PÓ COMPÓSITO DE Nb-Cu-C VIA MOAGEM DE ALTA
ENERGIA**

VINICIUS CÂNDIDO PADILHA FURTADO

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.

Orientador: Prof. Dr. José Ferreira da Silva Junior

Foz do Iguaçu
2025

VINICIUS CÂNDIDO PADILHA FURTADO

**MECANO-SÍNTESE DO PÓ COMPÓSITO DE Nb-Cu-C VIA MOAGEM DE ALTA
ENERGIA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Instituto Latino-Americano de Tecnologia e 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

Orientador: Prof. Dr. José Ferreira da Silva Junior
UNILA

Co-orientadora: Profa. Dra. Gislaine Bezerra Pinto Ferreira
UNILA

Profa. Dra. Priscila Lemes
UNILA

Foz do Iguaçu, 07 de março de 2025.

TERMO DE SUBMISSÃO DE TRABALHOS ACADÊMICOS

Nome completo do autor(a): Vinícius Cândido Padilha Furtado

Curso: Bacharel em engenharia de Materiais

		Tipo de Documento
<input checked="" type="checkbox"/> graduação	<input type="checkbox"/> artigo	
<input type="checkbox"/> especialização	<input checked="" type="checkbox"/> trabalho de conclusão de curso	
<input type="checkbox"/> mestrado	<input type="checkbox"/> monografia	
<input type="checkbox"/> doutorado	<input type="checkbox"/> dissertação	
	<input type="checkbox"/> tese	
	<input type="checkbox"/> CD/DVD – obras audiovisuais	
	<input type="checkbox"/> _____	

Título do trabalho acadêmico: Mecano-síntese do pó compósito de Nb-Cu-C via moagem de alta energia

Nome do orientador(a): Prof. Dr. José Ferreira da Silva Junior

Data da Defesa: 07/03/2025

Licença não-exclusiva de Distribuição

O referido autor(a):

a) Declara que o documento entregue é seu trabalho original, e que o detém o direito de conceder os direitos contidos nesta licença. Declara também que a entrega do documento não infringe, tanto quanto lhe é possível saber, os direitos de qualquer outra pessoa ou entidade.

b) Se o documento entregue contém material do qual não detém os direitos de autor, declara que obteve autorização do detentor dos direitos de autor para conceder à UNILA – Universidade Federal da Integração Latino-Americana os direitos requeridos por esta licença, e que esse material cujos direitos são de terceiros está claramente identificado e reconhecido no texto ou conteúdo do documento entregue.

Se o documento entregue é baseado em trabalho financiado ou apoiado por outra instituição que não a Universidade Federal da Integração Latino-Americana, declara que cumpriu quaisquer obrigações exigidas pelo respectivo contrato ou acordo.

Na qualidade de titular dos direitos do conteúdo supracitado, o autor autoriza a Biblioteca Latino-Americana – BIUNILA a disponibilizar a obra, gratuitamente e de acordo com a licença pública *Creative Commons Licença 3.0 Unported*.

Foz do Iguaçu, 07 de março de 2025.

Assinatura do Responsável

Dedico este trabalho aos meus pais que são meu porto seguro, minha inspiração e meu exemplo.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, fonte de toda sabedoria e força. Agradeço por cada oportunidade, cada aprendizado e por me conceder a perseverança necessária para chegar até aqui.

Ao meu orientador, Prof. Dr. José Ferreira da Silva Junior, expresso minha profunda gratidão não apenas pela orientação constante e indispensável neste trabalho, mas também pela amizade e apoio ao longo dessa jornada. Sua dedicação foi essencial para a concretização deste estudo.

À minha coorientadora Profa. Dra. Gislaine Bezerra Pinto Ferreira, por sua dedicação, orientação e pelos valiosos ensinamentos transmitidos ao longo da minha graduação, que contribuíram significativamente para o meu crescimento acadêmico e profissional.

Aos professores da banca que dedicaram seu tempo e expertise para avaliar este trabalho. Agradeço especialmente pelos conselhos e orientações que foram essenciais para o aprimoramento deste trabalho.

Aos professores do curso, cuja dedicação e ensinamentos foram fundamentais para minha formação e para a realização deste trabalho. Aos técnicos de laboratório da UNILA, pelo apoio constante, prontidão e disposição em auxiliar na execução das práticas experimentais, contribuindo significativamente para o desenvolvimento deste estudo.

Aos meus pais, meu porto seguro e refúgio, por sempre me apoiarem em minhas escolhas, nos momentos fáceis e difíceis desta caminhada, tornando possível a realização deste trabalho. À minha irmã, Verônica Tereza Cândido Padilha Furtado, pelo companheirismo e pelo suporte familiar incondicional ao longo de toda a minha graduação.

Aos colegas de curso, deixo aqui meu reconhecimento e gratidão pela parceria, apoio e amizade ao longo desses anos. Em especial ao Gabriel G. Xavier, Ana Beatriz R. Gonzaga, Yastrid A. Martins Monges, Larissa Antonelli, Beatriz Assis e Lucas Moreira Luzia, amigos que acompanharam e me apoiaram em todos os momentos do curso e também durante a execução deste trabalho.

Ao meu grupo de amigos externos a universidade, Victor William, Itiel Cavallini, Lucas Leonardo, Denis Willian, Guilherme Suzuki, Rafael Alves que sempre estavam dispostos a me apoiar em qualquer situação, agradeço principalmente por estarem do meu lado em todos os momentos.

“Pouco conhecimento faz com que as pessoas se sintam orgulhosas. Muito conhecimento, que se sintam humildes.”

Leonardo da Vinci

RESUMO

As ferramentas de corte são fundamentais na indústria metalúrgica, exigindo alta dureza, resistência ao desgaste e estabilidade mecânica e química para garantir eficiência e durabilidade. Uma estratégia amplamente adotada para melhorar essas propriedades é a incorporação de carbetos, que aumentam a resistência mecânica e prolongam a vida útil das ferramentas. O carbeto de nióbio (NbC) tem se destacado como uma alternativa promissora devido à sua elevada dureza, comparável ao carbeto de tungstênio (WC), além de apresentar boa estabilidade térmica e química. Essas características tornam o NbC um candidato viável para o desenvolvimento de materiais compósitos avançados voltados para aplicações de alto desempenho. Este trabalho teve como objetivo a síntese de um pó compósito contendo Nb-Cu-C por moagem de alta energia, visando a formação do NbC em uma matriz metálica de cobre. Foram utilizados pós elementares de nióbio metálico, cobre eletrolítico e carvão ativado, processados em um moinho planetário com jarro e esferas de ágata de 10 mm de diâmetro, utilizando ciclo-hexano como meio processante. A razão mássica pó:esferas foi fixada em 1:3 para garantir a eficiência da moagem. Foram conduzidos dois experimentos: no primeiro, a moagem ocorreu por 90 horas ininterruptas; no segundo, amostras foram coletadas nos tempos de 3, 15, 30 e 60 horas, permitindo acompanhar a evolução da moagem. Após o processamento, os pós foram submetidos a secagem e caracterizados por difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia por dispersão de elétrons (EDS) e granulometria a laser. Os resultados confirmaram a formação do NbC, atingindo aproximadamente 20% em peso no material final. A moagem promoveu uma redução significativa do tamanho médio das partículas, cerca de seis vezes em relação ao tamanho inicial, favorecendo maior reatividade dos precursores. A análise estrutural revelou a evolução do processo de moagem, demonstrando que tempos mais longos favoreceram a homogeneização da mistura e a formação progressiva do NbC. Assim, este estudo mostra a viabilidade da moagem de alta energia como um método eficiente para a obtenção de materiais compósitos à base de NbC, destacando seu potencial para aplicações em ferramentas de corte e outras áreas de engenharia de materiais.

Palavras-chave: Carbeto de nióbio, Cobre, Carbono; Compósito de matriz metálica; Moagem de alta energia; Metalurgia do pó.

RESUMEN

Las herramientas de corte son fundamentales en la industria metalúrgica, ya que requieren alta dureza, resistencia al desgaste y estabilidad mecánica y química para garantizar eficiencia y durabilidad. Una estrategia ampliamente adoptada para mejorar estas propiedades es la incorporación de carburos, que aumentan la resistencia mecánica y prolongan la vida útil de las herramientas. El carburo de niobio (NbC) ha surgido como una alternativa prometedora debido a su alta dureza, comparable a la del carburo de tungsteno (WC), así como a su buena estabilidad térmica y química. Estas características hacen que el NbC sea un candidato viable para el desarrollo de materiales compuestos avanzados destinados a aplicaciones de alto rendimiento. Este estudio tuvo como objetivo la síntesis de un polvo compuesto de Nb-Cu-C mediante molienda de alta energía, con el propósito de formar NbC en una matriz de cobre. Se procesaron polvos elementales de niobio metálico, cobre electrolítico y carbón activado en un molino planetario con un tarro de ágata y bolas de ágata de 10 mm de diámetro, utilizando ciclohexano como medio de procesamiento. La relación másica polvo:bolas se fijó en 1:3 para garantizar la eficiencia de la molienda. Se realizaron dos experimentos: el primero consistió en una molienda continua de 90 horas, mientras que en el segundo se recolectaron muestras a las 3, 15, 30 y 60 horas para monitorear el proceso. Después del procesamiento, los polvos fueron secados y caracterizados mediante difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopia de dispersión de energía (EDS) y granulometría láser. Los resultados confirmaron la formación de NbC, alcanzando aproximadamente un 20% en peso en el material final. La molienda redujo significativamente el tamaño medio de las partículas, logrando una reducción de seis veces en comparación con el tamaño inicial, lo que mejoró la reactividad de los precursores. El análisis estructural reveló la evolución del proceso de molienda, demostrando que tiempos de molienda más prolongados favorecieron la homogeneización de la mezcla y la formación progresiva de NbC. Este estudio confirma la viabilidad de la molienda de alta energía como un método eficiente para obtener materiales compuestos a base de NbC, destacando su potencial para aplicaciones en herramientas de corte y otras áreas de la ingeniería de materiales.

Palabras clave: Carburo de niobio, Cobre, Carbono; Compuesto de matriz metálica; Molienda de alta energía; Metalurgia de polvos.

ABSTRACT

Cutting tools are essential in the metallurgical industry, requiring high hardness, wear resistance, and mechanical and chemical stability to ensure efficiency and durability. A widely adopted strategy to improve these properties is the incorporation of carbides, which enhance mechanical strength and extend the service life of tools. Niobium carbide (NbC) has emerged as a promising alternative due to its high hardness, comparable to tungsten carbide (WC), as well as its good thermal and chemical stability. These characteristics make NbC a viable candidate for the development of advanced composite materials for high-performance applications. This study aimed to synthesize an Nb-Cu-C composite powder through high-energy ball milling, targeting the formation of NbC in a copper matrix. Elemental powders of metallic niobium, electrolytic copper, and activated carbon were processed in a planetary mill with an agate jar and 10 mm diameter agate balls, using cyclohexane as the processing medium. The mass ratio of powder to balls was set at 1:3 to ensure milling efficiency. Two experiments were conducted: the first involved continuous milling for 90 hours, while in the second, samples were collected at 3, 15, 30, and 60 hours to monitor the milling process. After processing, the powders were dried and characterized using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive spectroscopy (EDS), and laser granulometry. The results confirmed the formation of NbC, reaching approximately 20% by weight in the final material. Milling significantly reduced the average particle size, achieving a sixfold reduction compared to the initial size, thereby enhancing the reactivity of the precursors. Structural analysis revealed the evolution of the milling process, demonstrating that longer milling times favored mixture homogenization and the progressive formation of NbC. This study shows the viability of high-energy milling as an efficient method for obtaining NbC-based composite materials, highlighting its potential for cutting tool applications and other materials engineering fields.

Key words: Niobium carbide, Copper, Carbon; Metal matrix composite; High-energy milling; Powder metallurgy.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Ilustração do movimento das esferas no interior do cadinho ou tambor de moagem.....	36
Figura 2 – Representação esquemática de várias formas de impacto que podem ocorrer durante o processo de moagem de alta energia (a) Impacto sobre cabeça (b) impacto oblíquo e (c) múltiplos impactos	40
Figura 3 – Ilustração esquemática da característica da deformação que ocorrem nos pós de partida na moagem.....	41
Figura 4 – Esquema ilustrativo do fenômeno de difração de raios X.....	43
Figura 5 – Fluxograma dos processos empregados para a obtenção do pó compósito	46
Figura 6 – (a) Moinho de alta Energia Retsch – PM 100. (b) – Jarro e Esferas de Ágata	47
Figura 7 – (a) Amostra de pó compósito disposta em lâmina metálica para secagem. (b) – Estufa de secagem.	48
Figura 8 – (a) Remoção do pó compósito da lâmina metálica após ser submetido a secagem. (b) – Armazenamento do pó compósito para futuras análises	49
Figura 9 – Difratômetro multi- propósito EMPYREAN.....	50
Figura 10 – Microscópio Eletrônico de Varredura - Zeiss EVO-MA10.....	50
Figura 11 – (a) – Granulômetro a Laser, Cilas 1190. (b) – Material disperso em solução aquosa para o ensaio de granulometria a Laser.....	51
Figura 12 – (a) - Espectroscopia de dispersão de elétrons do Nióbio, (b) - Espectroscopia de dispersão de elétrons do Cobre, (c) - Espectroscopia de dispersão de elétrons do Carvão Ativado.....	52
Figura 13 – (a) – Micrografia do pó de Nióbio, (b) – Micrografia do pó de Cobre, (c) – Micrografia do pó de Carvão Ativado	54
Figura 14 – (a) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó de Nióbio, (b) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó de Cobre, (c) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó de Carvão Ativado.....	56
Figura 15 – Padrões de difração de raios X dos pós de partida de Cobre, Nióbio e Carbono respectivamente	58
Figura 16 – (a) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido a 3 horas de moagem, (b) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido	

a 15 horas de moagem, (c) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido a 30 horas de moagem, (d) - Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido a 60 horas de moagem, (e) Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido a 90 horas de moagem	61
Figura 17 – Espectroscopia eletrônica de varredura do material compósito de Nb-Cu-C após 90 horas de moagem	63
Figura 18 – Padrões de difração de raios X do pó compósito de Nb-Cu-C durante os tempos de moagem 3h, 15h, 30h, 60h, 90h	65
Figura 19 – (a) – Micrografia do pó compósito submetido a 3 horas de moagem (b) Micrografia do pó compósito submetido a 15 horas de moagem, (c) Micrografia do pó compósito submetido a 30 horas de moagem, (d) Micrografia do pó compósito submetido a 60 horas de moagem	71
Figura 20 – (a) – Micrografia do pó compósito submetido a 3 horas de moagem (b) Análise de EDS mostrando a distribuição de Nióbio, (c) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre, (d) Análise de EDS mostrando a distribuição de Carbono	72
Figura 21 – (a) – Micrografia do pó compósito submetido a 30 horas de moagem (b) Análise de EDS mostrando a distribuição de Nióbio, (c) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre, (d) Análise de EDS mostrando a distribuição de Carbono	72
Figura 22 – (a) – Micrografia do pó compósito submetido a 60 horas de moagem (b) Análise de EDS mostrando a distribuição de Nióbio, (c) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre, (d) Análise de EDS mostrando a distribuição de Carbono	73

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades físicas dos Carbetos	32
Tabela 2 – Materiais utilizados para a elaboração do compósito	46
Tabela 3 – Especificação Técnica da Mistura do Compósito de Nb-Cu-C	47

LISTA DE GRÁFICOS

- Gráfico 1** – Comparação em toneladas da produção de nióbio mundial com a produção brasileira durante os anos de 2000 até 2008..... 30
- Gráfico 2** – (a) – Variação do tamanho de partícula em função do tempo de moagem, (b) – Ampliação do gráfico no intervalo de tamanho de partícula menor que 1 μ m 59
- Gráfico 3** – Evolução da formação de microconstituintes em peso (%) no decorrer do processo de moagem de alta energia..... 66
- Gráfico 4** – Tamanho de cristalito durante o processo de moagem 69

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ILATIT	Instituto Latino-Americano de Tecnologia, Infraestrutura e Território
UNILA	Universidade Federal da Integração Latino-Americana
m	Metros
mm	Milímetros
µm	Micrometros
nm	Nanometros
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
EDS	Espectroscopia de Dispersão de Elétrons
DRX	Difração de Raio X
MAE	Moagem de Alta Energia
Nb	Nióbio
Cu	Cobre
C	Carbono
BPR	Ball to powder weight ratio

SUMÁRIO

1 - INTRODUÇÃO	24
2 – OBJETIVO.....	26
2.1 - OBJETIVOS ESPECÍFICO	26
3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
3.1 - ESTADO DA ARTE	27
3.2 - NIÓBIO	29
3.3 – COBRE	31
3.4 - CARBETO.....	31
3.5 - MATERIAIS COMPÓSITOS	33
3.6 – METALURGIA DO PÓ	34
3.7 – MISTURA E HOMOGENEIZAÇÃO DOS PÓS METÁLICOS	35
3.7.1 – Moinho planetário	36
3.8 - VARIÁVEIS DO PROCESSO DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA	36
3.8.1 - Recipiente de moagem.....	37
3.8.2 – Dos Corpos moedores (esferas): material, tamanho e distribuição	37
3.8.3 - Relação da massa de bolas para a massa de pó.....	37
3.8.4 - Velocidade de Moagem.....	38
3.8.5 - Tempo de moagem	38
3.8.6 - Agentes para o controle de processo e a atmosfera de moagem	39
3.9 – MECANISMO DE DEFORMAÇÃO NA MAE	39
3.9.1 - Mecanismo de fratura dúctil-dúctil.....	40
3.9.2 - Mecanismo de fratura dúctil- frágil.....	41
3.9.3 - Mecanismo de fratura frágil-frágil	42
3.10 - DIFRAÇÃO DE RAIO-X E O MÉTODO RIETVELD	42
4 - MATERIAIS E MÉTODOS	46
4.1 – MATERIAIS.....	46
4.2 – MÉTODOS.....	46
5 - RESULTADOS E DISCUSSÕES	52
5.1 – MATERIAL DE PARTIDA.....	52
5.2 – MATERIAL COMPÓSITO DE NB-CU-C	59
6 - CONSIDERAÇÕES FINAIS	74
6.1 - PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS	75
REFERÊNCIAS	76
ANEXOS.....	81
Anexo A – Resultado do Refinamento Rietvelt	81

1 - INTRODUÇÃO

A fabricação de materiais compósitos de matriz metálica (CMM) tem se tornado uma área de grande interesse no campo da metalurgia do pó, uma técnica utilizada desde a antiguidade para a produção de materiais metálicos. Nesse processo, partículas finas de metal são compactadas e posteriormente sinterizadas, resultando em peças com características específicas. Entre os métodos modernos empregados na fabricação desses compósitos, destaca-se a síntese mecânica por moagem de alta energia, que tem se mostrado uma abordagem eficiente para a obtenção de estruturas refinadas e propriedades aprimoradas. Essa técnica não apenas possibilita a melhoria das características mecânicas dos materiais, mas também viabiliza o desenvolvimento de novos compósitos com propriedades físico-químicas otimizadas. (CHIAVERINI, 1992) (GERMAN, 1998) (GROOVER, 2010)

As ferramentas de corte desempenham um papel fundamental na indústria metalúrgica, sendo essenciais para processos de usinagem e acabamento de peças metálicas. Para garantir alta eficiência e durabilidade, essas ferramentas devem possuir propriedades como elevada dureza, resistência ao desgaste e estabilidade mecânica e química. Uma abordagem amplamente utilizada para aprimorar essas características é a incorporação de carbeto, que conferem maior dureza e resistência, prolongando a vida útil dos instrumentos. Dentre os diversos carbeto empregados, o carbeto de nióbio (NbC) tem se destacado como um material promissor para esse tipo de aplicação. O NbC apresenta elevada dureza, comparável ao carbeto de tungstênio (WC), além de boa estabilidade térmica e química. Essas qualidades fazem dele uma alternativa viável para o desenvolvimento de novos materiais compósitos voltados para aplicações de alto desempenho.

Diante desse cenário, o Brasil, sendo o maior produtor mundial de nióbio e responsável por cerca de 96% da produção global, ocupa uma posição estratégica no desenvolvimento de novos materiais. A abundância desse recurso natural motiva pesquisas voltadas para a síntese de compósitos à base de nióbio, explorando suas propriedades para diversas aplicações industriais, como no caso do compósito Nb-Cu-C, onde pode ser utilizado para a fabricação de ferramentas de corte, eletrodos de soldagem e moldes para fundição. Além disso, o desenvolvimento desses materiais impulsiona novas pesquisas,

especialmente no uso de ligas reforçadas com carbeto e óxidos, ampliando as possibilidades tecnológicas no setor metalúrgico. (CERNIAK, 2011) (P. JÚNIOR, 2009)

O nióbio se destaca entre os chamados "metais refratários", um grupo de materiais conhecidos por sua elevada temperatura de fusão e estabilidade em condições extremas. Sua resistência ao calor e à corrosão o torna essencial na fabricação de componentes para a indústria aeroespacial, nuclear e metalúrgica. Além disso, ele é amplamente empregado na produção de ligas metálicas avançadas, especialmente aquelas aplicadas em aços de alta resistência, utilizados na indústria automobilística e na construção civil. Seu papel na melhoria das propriedades mecânicas dessas ligas reforça sua importância estratégica na engenharia de materiais. (SILVA JR., 2008)

Entre os compostos derivados do nióbio, o carbeto de nióbio merece destaque por suas propriedades excepcionais, como elevada dureza e resistência ao desgaste. Essas características o tornam um material altamente desejável para aplicações que exigem alta performance em ambientes agressivos, como ferramentas de corte e retificação, componentes refratários e rolamentos de alto desempenho. Além disso, sua condutividade térmica e elétrica, combinada com sua resistência química, amplia seu uso em tecnologias avançadas, incluindo revestimentos protetores e dispositivos eletrônicos de alto desempenho. A possibilidade de desenvolver novos materiais à base de carbeto de nióbio reforça sua relevância no setor metalúrgico e de manufatura avançada. (MARQUES, 2010) (VALERIANO, 2017)

2 – OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo realizar um estudo da mecano-síntese do material compósito Nb-Cu-C, através da moagem de alta energia.

2.1 - OBJETIVOS ESPECÍFICO

- a) Produzir pós compósitos através da síntese mecânica de pós elementares de Nb-Cu-C;
- b) Estudar a evolução morfológica dos pós através da microscopia eletrônica de varredura e realizar a caracterização granulométrica por meio da técnica de granulometria a laser para verificar o tamanho de partícula;
- c) Analisar as alterações na estrutura cristalina a partir de técnicas de refinamento utilizando padrões de difratograma de raios-x;

3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 - ESTADO DA ARTE

Nos últimos anos, a metalurgia do pó e a moagem de alta energia tem sido amplamente exploradas para a síntese de compósitos metálicos e intermetálicos, proporcionando avanços significativos na engenharia de materiais. Silva Júnior (2008) analisou a síntese de pós do sistema Ta-Cu, destacando o papel da moagem de alta energia na obtenção de compósitos homogêneos. O estudo demonstrou que o tempo de moagem influenciou diretamente a distribuição dos elementos e a redução do tamanho de partícula, fatores essenciais para a melhoria das propriedades mecânicas e térmicas do material. No mesmo ano, Bezerra (2008) investigou o efeito do tempo de moagem na microestrutura do compósito WC-Co, amplamente utilizado em ferramentas de corte devido à sua elevada dureza e resistência ao desgaste. A pesquisa evidenciou que o refinamento dos cristalitos ocorre progressivamente com o tempo de moagem, acompanhado pelo aumento da microdeformação da rede cristalina.

Anos depois, Silva Júnior (2012) aprofundou sua investigação na área ao avaliar a influência da adição de NbC em uma matriz de aço ferrítico 15Kh2MFA, verificando que a presença desse reforço melhorou a compactação do pó durante a sinterização. No entanto, a heterogeneidade na distribuição do NbC impactou os valores de dureza após o tratamento térmico, sugerindo a necessidade de ajustes no processamento para otimizar a dispersão do reforço na matriz. Dando continuidade às pesquisas sobre o sistema Nb-Cu, Monteiro (2016) estudou a obtenção desse compósito por metalurgia do pó, evidenciando que o aumento do tempo de moagem favorece a homogeneização das partículas e a densificação do material após a sinterização. Os resultados mostraram que temperaturas elevadas resultam em uma melhor compactação e aumento da dureza, tornando essa rota de processamento uma alternativa promissora para aplicações estruturais e elétricas.

No campo da caracterização microestrutural de materiais duros, Valeriano (2017) realizou uma investigação detalhada sobre a resistência ao desgaste do sistema WC-Ni, um compósito de interesse para aplicações que exigem alta dureza e durabilidade. O estudo evidenciou que a microestrutura resultante da sinterização influencia diretamente a resistência ao desgaste, demonstrando que a escolha da fase ligante e dos parâmetros de processamento são determinantes para o desempenho final do material. Complementando essa abordagem, Azêvedo (2018) avaliou o efeito da adição de WC e Co na sinterização e nas propriedades mecânicas da alumina, empregando metalurgia do pó na fabricação de

ferramentas de corte. A pesquisa revelou que a incorporação de WC e Co contribuiu para o aumento da tenacidade da alumina, reduzindo sua fragilidade e tornando-a mais adequada para aplicações em usinagem de alta performance.

Pesquisas mais recentes aprofundaram a compreensão das reações que ocorrem durante a moagem de alta energia e seu impacto na formação de novos microconstituintes. Zhang et al. (2021) investigaram a síntese de NbC a partir da reação direta entre Nb metálico e carbono amorfo, analisando a influência do tempo de moagem na cinética de formação do carbetos. Os resultados indicaram que tempos prolongados favoreceram a difusão dos elementos e a nucleação do NbC, enquanto tempos mais curtos resultaram em fases intermediárias instáveis. Além disso, a caracterização por difração de raios X e microscopia eletrônica revelou que a morfologia do NbC obtido foi fortemente influenciada pela energia transferida durante o processo.

Seguindo essa linha de pesquisa, Tertuliano (2021) estudou a consolidação do NbC e seus compósitos utilizando a técnica de Spark Plasma Sintering (SPS), avaliando sua microestrutura e propriedades mecânicas. A pesquisa demonstrou que a aplicação do SPS possibilitou a obtenção de materiais com alta densificação e controle na formação da microestrutura, reduzindo significativamente a porosidade em comparação com técnicas convencionais. Os resultados evidenciaram que a sinterização rápida e controlada proporcionada pelo SPS favorece a formação de estruturas mais homogêneas, resultando em melhorias na resistência mecânica e na dureza do material, tornando essa abordagem promissora para o processamento avançado de carbetos metálicos.

Mais recentemente, Santos (2023) desenvolveu um estudo sobre a obtenção do carbetos de molibdênio (Mo_2C) nanoestruturado a partir do heptamolibdato de amônio por meio da reação gás-sólido em baixas temperaturas. Os resultados evidenciaram que o controle da atmosfera reacional e da temperatura foi essencial para a formação eficiente do Mo_2C , sem a presença de fases secundárias indesejadas. A abordagem adotada permitiu a síntese de partículas nanoestruturadas com elevada pureza, tornando o material promissor para aplicações em catalisadores e eletrodos.

De forma mais recente, Wang et al. (2023) investigaram a incorporação de tântalo (Ta) em ligas metálicas processadas por moagem de alta energia, demonstrando que a presença desse elemento contribuiu significativamente para o refinamento da microestrutura e para a melhoria das propriedades mecânicas do material final. O estudo revelou que a moagem intensa levou à formação de soluções sólidas de Ta em matrizes metálicas, aumentando a dureza e a resistência ao desgaste do material. Além disso, a

sinterização subsequente possibilitou a obtenção de uma distribuição uniforme dos elementos, evitando a formação de segregações indesejadas.

Dessa forma, a revisão da literatura evidencia que a moagem de alta energia e a metalurgia do pó têm sido fundamentais para a produção de compósitos avançados à base de metais refratários. Os estudos analisados reforçam que a otimização dos parâmetros de moagem e sinterização é essencial para aprimorar as propriedades finais dos materiais, garantindo aplicações promissoras na indústria e na tecnologia de materiais avançados.

3.2 - NIÓBIO

Classificado como metal de transição, o nióbio (Nb) é o elemento número 41 na tabela periódica dos elementos químicos. Se apresentando com uma aparência acinzentada e com uma estrutura cristalina Cúbica de Corpo Centrado (CCC), o nióbio começa a oxidar a 200°C, sendo um material muito reativo e necessitando ser trabalhado sob atmosfera inerte. Seu ponto de fusão é 2477°C. ($d = 8,57 \text{ g cm}^{-3}$). (MONTEIRO, 2016) (MORO e AURAS, 2007) (DE SOUZA et. al., 2013)

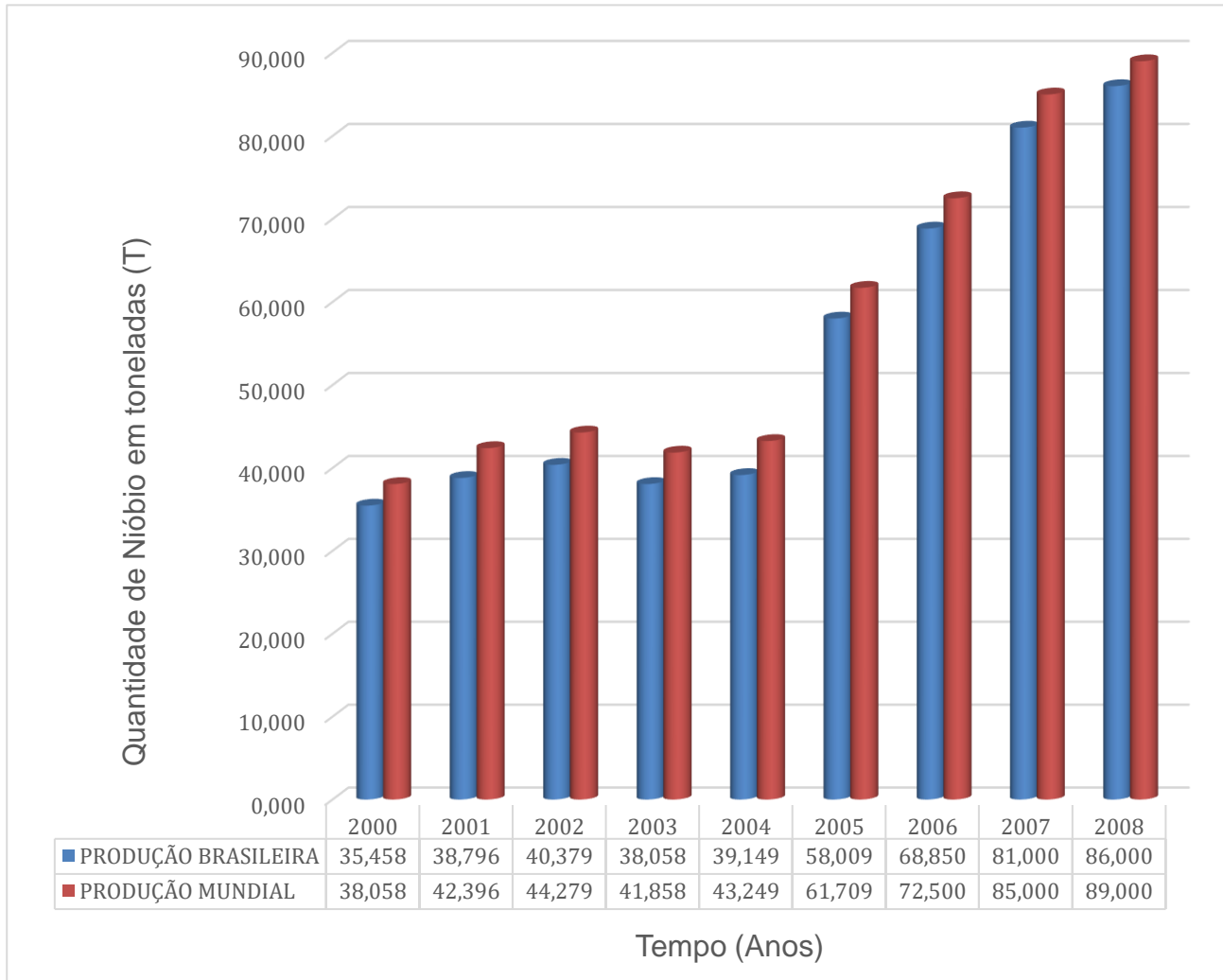
O Nióbio é um dos materiais mais utilizados na produção de refratários, o mesmo é um integrante de um conjunto de metais conhecidos como "metais refratários," os quais incluem neste grupo: o tungstênio (W), tântalo (Ta), molibdênio (Mo), e rênio (Re). Esses metais apresentam notável resistência a altas temperaturas, desgaste, ao calor e principalmente à corrosão. Sendo estas características altamente visadas em várias aplicações pela indústria elétrica e eletrônica. (CHIAVERIN, 1992) (MONTEIRO, 2016)

Devido às suas características singulares, o nióbio tem diversas aplicações na indústria de bens de consumo. Além de material refratário, o nióbio apresenta boa ductibilidade, boa maleabilidade, quando forma carbeto apresenta um alto grau de dureza e quando adicionado em pequenas quantidades no aço, pode melhorar algumas propriedades mecânicas do mesmo. Assim, seu principal emprego é na obtenção de ligas, especialmente aquelas envolvendo aços de alta resistência que são amplamente utilizados na indústria automobilística e naval. Na indústria aeroespacial, o nióbio é amplamente utilizado na produção de superligas que operam a altas temperaturas, e que estão presentes na composição de motores a jato de alto desempenho para fins comerciais e militares. (DE SOUZA et. al., 2013)

Na natureza, ele se apresenta em forma de óxido, podendo ser encontrado algumas vezes em conjunto com o tântalo, sendo o Brasil e o Canadá os países com as maiores reservas no mundo e o Brasil o maior produtor de Nióbio em escala global com

aproximadamente 96% de toda a produção mundial deste minério, assim como é ilustrado no Gráfico 1 a seguir onde o Brasil é o líder na produção de nióbio mundial desde duas décadas atrás. (P. JÚNIOR, 2009) (CERNIAK, 2011)

Gráfico 1 – Comparação em toneladas da produção de nióbio mundial com a produção brasileira durante os anos de 2000 até 2008



Fonte: CERNIAK (Adaptado), 2011

Em escala global, podemos citar apenas três empresas que possuem ampla produção de nióbio até o presente ano de 2025, duas delas se situam no Brasil, a Companhia Brasileira de Mineração e Metalurgia (CBMM) em Araxá – MG e a Mineração Catalão de Goiás Ltda. em Catalão – GO. A terceira empresa se situa no Canadá, a Cambior. Os principais minérios mais comumente encontrados contendo nióbio são a columbita $[(Na, Ca)_2Nb_2O_6F]$ e o pirocloro $[(Fe, Mn)(Nb, Ta)_2O_6]$. Sendo o primeiro deles, a columbita, frequentemente encontrada em pegmatitos, que são formações geológicas de composição granítica, formadas essencialmente por quartzo, potássio, feldspato e elementos raros. Já o pirocloro é frequentemente encontrado em pegmatitos e em

depósitos de minérios associados a rochas ígneas. (P. JÚNIOR, 2009) (CERNIAK, 2011)

3.3 – COBRE

Tendo o seu primeiro aparecimento relatado na história da humanidade durante a idade do bronze no período neolítico, onde era muito utilizado para fazer equipamentos de caça e combate, o cobre é considerado um dos metais mais antigos existentes. Apenas no século XIX, quando Faraday inventou o gerador elétrico, o cobre saiu de um metal apenas bélico para um material imprescindível para o desenvolvimento industrial. Sendo assim o cobre podendo ser considerado um material essencial para a evolução humana em diversos aspectos. (MONTEIRO, 2016) (RODRIGUES et. al., 2012)

Presente na tabela periódica como elemento de número atômico 29, é representado pela sigla “Cu” e, mesmo sendo considerado um metal, diferente dos outros materiais desta mesma classe, ele é um metal relativamente raro na crosta terrestre. Este elemento apresenta propriedades físico-químicas muito interessantes para a indústria de bens de consumo, elétrica e eletrônica, como boa condutividade térmica e elétrica, boa ductilidade, boa maleabilidade, alta resistência à corrosão e ponto de fusão relativamente baixo (1.083°C) quando comparado a outros materiais metálicos. (ANDRADE et al., 1997) (RODRIGUES et. al., 2009)

O cobre apresenta uma estrutura CFC com um raio atômico de 145 pm. Na natureza, ele é encontrado de diversas formas nas zonas oxidadas dos depósitos de cobre, como: a azurita $\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$, a cuprita Cu_2O e em conjunto à malaquita $\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$. Normalmente o cobre é encontrado em conjunto com algum óxido, pois, ao sofrer contato prolongado com o ar atmosférico, o cobre sofre a reação de oxidação, passando a formar uma pequena camada superficial tóxica de cor verde oriunda da mistura de hidróxidos, óxidos e carbonatos. (ANDRADE et al., 1997) (RODRIGUES et. al., 2009) (MORO e AURAS, 2007)

3.4 - CARBETO

Materiais refratários a base de carbono e nitrogênio, os carbetos e nitretos, são materiais que atraem a atenção da comunidade científica devido às propriedades físico químicas que eles apresentam, sendo algumas delas como elevada dureza e resistência ao desgaste, elevados pontos de fusão e são materiais quimicamente inertes, podendo ser exemplificada algumas destas características físicas e químicas pela Tabela 1 a seguir. Devido a estas propriedades, estes materiais são empregados como ferramentas de corte

e retificação, refratários, queimadores de gás resistentes a oxidação, rolamentos, entre muitas outras aplicações envolvendo condições de trabalho extremas. Vale a pena ressaltar que, para ser considerado um material refratário, o mesmo deve apresentar uma temperatura de fusão elevada, na maioria das vezes superior a 1800°C, e uma elevada estabilidade química e física a altas temperaturas. (MARQUES, 2010) (FERNANDES, 2002)

Tabela 1 – Propriedades físicas dos Carbetos

Carboneto	Ponto de fusão (°C)	Densidade (g/cm ³)	Microdureza Vickers (HV)
WC	2600	15,7	2080
TiC	3160	4,9	3200
TaC	3780	14,5	1787
NbC	3500	7,8	2400
Cr ₃ C ₂	1895	6,7	2280
Mo ₂ C	2400	9,2	1950
VC	2830	5,4	2944
HfC	3890	12,7	2700
ZrC	3530	6,9	2560
SiC	2200	3,2	-----
B ₄ C	2450	2,5	-----

Fonte: Valeriano, 2017

“O elemento carbono forma compostos com muitos outros elementos (i.e., CO₂, CCl₄) mas, por convenção, o termo carbetos só é aplicado a compostos formados por carbono e outros elementos de inferior ou igual eletronegatividade.” - Fernandes, 2002

De acordo com Fernandes, 2002, existem três características importantes atômicas gerais e inter relacionadas que desempenham um papel significativo na formação de carbetos, sendo elas:

- i. A diferença de eletronegatividades entre o carbono e o outro elemento;
- ii. O raio atômico dos elementos constituintes;
- iii. As características de ligação dos átomos.

Como o elemento carbono consegue reagir com toda a tabela periódica, os carbetos se diferenciam com relação a diferença de eletronegatividade do ligante do carbono. Os carbetos podem se dividir em: carbetos salinos, covalentes, intermediários ou intersticiais. De acordo com Atkins & Jones (2006), os carbetos salinos conseguem formar metais dos grupos 1 e 2 da tabela periódica, sendo nestes casos a ligação química

predominantemente iônica, havendo a transferência de elétrons devido a eletronegatividade dos elementos que estão presentes na ligação. Já nos carbeto covalentes, ocorre a ligação química de elementos com a eletronegatividade próxima uma das outras através de ligações covalentes, com compartilhamento de elétrons, produzindo materiais extremamente duros como é o caso do SiC e BC, onde tanto o silício quanto o boro possuem eletronegatividades próximas a do carbono. Nos carbeto intermediários, a diferença entre o raio atômico do metal ligante (Mn, Fe, Tc, Ru, Re e Os) com o raio atômico do carbono não permite que o carbono consiga ocupar posições intersticiais sem distorcer a rede cristalina severamente. (SANTOS, 2023) (VALERIANO, 2017)

Os carbeto de metais de transição são formados pela incorporação de átomos de carbono à rede cristalina de metais de transição. Pois de acordo com Valeriano (2017), e Santos (2023), o átomo de carbono, neste caso, possui raio atômico muito menor do que estes materiais metálicos, permitindo assim, a sua localização nos interstícios octaédricos da rede cristalina destes metais. Os principais exemplos de carbeto que podemos listar são: WC, TiC, TaC, MoC e NbC. Tais materiais dispõem tanto características metálicas, como condutividade térmica, condutividade elétrica, quanto características cerâmicas, como alta temperatura de fusão, dureza, resistência mecânica. Podendo assim, possuírem características dos dois tipos de materiais, como elevada dureza e resistência mecânica, oriundas da cerâmica e ao mesmo tempo serem bons condutores de calor e eletricidade, propriedades físicas e químicas oriundas dos metais.

3.5 - MATERIAIS COMPÓSITOS

Usualmente, de acordo com o princípio de ação combinada, melhores propriedades podem ser desenvolvidas de um arranjo de dois ou mais materiais dessemelhantes. Diante disto, os materiais compósitos podem ser definidos como sendo qualquer material multifásico que apresenta proporções significativas das propriedades de todas as fases que o compõem, sendo assim possível alcançar uma melhor combinação de propriedades físicas e químicas. (CALLISTER, 2002)

Os Materiais compósitos são constituídos por duas fases; onde uma fase é denominada matriz, a qual se apresenta de forma contínua envolvendo a outra fase, que é denominada de fase dispersa. As propriedades finais do material compósitos estão em função, das quantidades relativas de cada constituinte, das fases dos constituintes e da geometria da fase dispersa. Em geometria da fase dispersa, compreende-se a forma, o tamanho, a distribuição e a orientação do reforço do material compósito. (SILVA JR., 2008)

(CALLISTER, 2002)

Os materiais compósitos podem ser classificados de acordo com o material que compõe a sua matriz, podendo ele ser chamado de compósito de matriz metálica (CMP), compósito de matriz cerâmica (CMC) e compósito de matriz polimérica (CMP).

Segundo Silva Jr., 2012 os materiais compósitos de matriz metálica atraem muitos pesquisadores e profissionais de diferentes áreas por se apresentarem como uma boa alternativa aos materiais cerâmicos e metálicos tradicionais. Estes materiais evoluíram significativamente a partir dos anos 20, entretanto, os mesmos tiveram seu uso impulsionado pela indústria e corrida aeroespacial. Nos tempos atuais, várias áreas da indústria dos bens de consumo têm focado seus esforços no estudo deste tipo de material, indústrias como por exemplo, a indústria da informática e de equipamentos eletrônicos, indústria automotiva, indústria energética e nuclear, etc.

Os CMM atraem a atenção das indústrias pois apresentam um conjunto de propriedades superiores quando comparados a dos metais-base. Dentre as propriedades que o reforço promove, podemos listar algumas, como uma melhor resistência específica ao desgaste, a condutividade térmica, a fluência, a melhor estabilidade dimensional e uma melhora na rigidez específica do material compósito final. Ligas de titânio, alumínio, cobre e magnésio, também chamadas de superligas, são comumente utilizadas como materiais na fase matriz. Pois os mesmos apresentam baixas temperaturas de fusão. A fase dispersa ou fase reforçada pode se apresentar na forma de particulados, whiskers, fibras contínuas e descontínuas. Os materiais que são utilizados comumente como fase de reforço podemos encontrar carbono em forma de fibras, carbetos, o boro, a alumina e materiais refratários como nióbio e tântalo. (CALLISTER, 2002) (SILVA JR., 2008)

Normalmente, é dividido o processamento dos compósitos de matriz metálicas em duas principais etapas, sendo elas: a etapa de síntese (etapa onde será adicionado o reforço no interior da matriz), posteriormente é realizada a conformação da peça, onde dará o formato final do produto.

3.6 – METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó (MP) é uma técnica de produção de compósitos de matriz metálica. Este processo de fabricação metalúrgico se distingue dos demais processos pela possibilidade da produção de peças com formas definitivas ou praticamente definitivas, com tolerâncias muito baixas e que normalmente não necessitam de operações de usinagem ou de acabamento posteriores. (DOS SANTOS, 2018) (VALERIANO, 2017)

O processo de metalurgia do pó acompanha a humanidade desde os tempos antigos, registros datam que era utilizado desde a fabricação de armas no antigo Egito até a elaboração de colunas estruturais de ferro esponja na Índia. Sendo este o procedimento que visa elaborar peças metálicas a partir de pós metálicos finos, não metálicos e cerâmicos como matéria prima sem necessitar de recorrer a fusão dos mesmos, mas apenas pela a compactação desses pós em moldes adequados e a subsequente sinterização das peças compactadas. (CHIAVERINI, 1992)

As etapas fundamentais do processo de metalurgia do pó podem se dividir em três principais, sendo elas: a obtenção dos pós metálicos, a compactação do pó e a sinterização da peça a ser produzida. No processo de fabricação de pós metálicos, diferentes métodos podem ser empregados, como atomização, redução de óxidos, moagem mecânica e deposição física de vapor. Esses métodos permitem obter pós com propriedades específicas, como tamanho de partícula, distribuição de tamanho e composição química controlada. A escolha do método depende das características desejadas para a peça final e dos materiais utilizados. Na etapa de moldagem, tem-se o objetivo de dar a forma final ao pó metálico, para isso se aplica pressão nos pós a temperatura ambiente, a fim de molda-lo a imagem e semelhança do negativo da matriz. Já no processo de sinterização o material é mantido, por um tempo pré determinado, a uma temperatura abaixo da temperatura de fusão do metal ou liga metálica. Durante a sinterização, ocorrem fenômenos de difusão e fusão parcial, levando à consolidação dos pós em uma peça densa e resistente. (CHIAVERINI, 1992)

3.7 – MISTURA E HOMOGENEIZAÇÃO DOS PÓS METÁLICOS

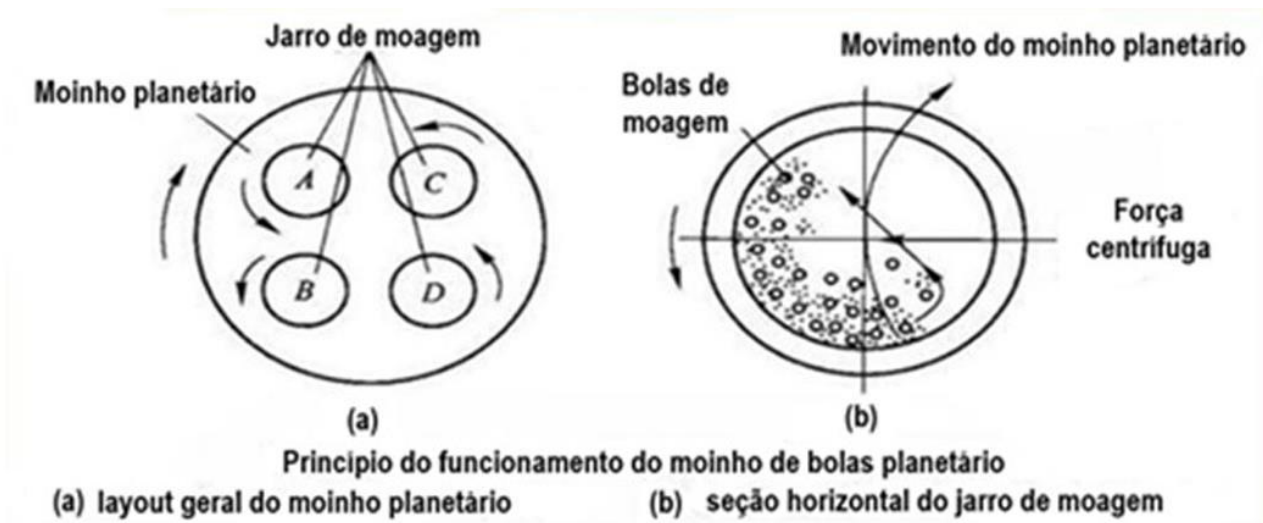
O processo de mistura e homogeneização tem como principais objetivos a produção de pós com alto nível de dispersão dos constituintes e oferecer ao pó metálico condições para o posterior processamento do mesmo. Na mistura além de realizar a dispersão dos pós de diferentes composições químicas, este processo também pode ser utilizado para realizar a adição de lubrificantes, dispersantes, emulsificantes e até mesmo realizar a combinação de tais substâncias ao pó que está sendo processado. Já no processo de homogeneização é uma etapa que tem por objetivo misturar os pós para que se tenha uma composição nominal parcial ou completamente idêntica em todas as partes do pó, buscando assegurar ao pó produzido uma ótima uniformidade. Para a obtenção de pós-compósitos com estas características citadas anteriormente, na maioria das vezes se utiliza o processo de moagem. Onde neste tipo de processamento do material é possível

realizar as operações de mistura, moagem e homogeneização durante uma única etapa do processamento dos pós-metálicos. (CHIAVERINI, 1992) (SILVA JR., 2008)

3.7.1 – Moinho planetário

O nome “planetário” se deve ao movimento semelhante a rota dos planetas em torno do sol que seus jarros realizam no interior do equipamento. Para isso, eles são dispostos em um disco de suporte rotativo, e um mecanismo de acionamento especial faz com que eles girem em torno de seus próprios eixos. Este movimento é necessário neste tipo de processamento pois a força centrífuga produzida pela rotação dos jarros em torno de seus próprios eixos e pela rotação do disco de suporte atua no conteúdo do jarro, que consistem no material a ser moído e nas bolas de moagem. Em virtude dos frascos e o disco de suporte girarem em direções opostas, as forças centrífugas atuam alternadamente em direções semelhantes e opostas. Assim como é mostrado na Figura a seguir. Levando o pó e os corpos de moagem a percorrerem as paredes internas do recipiente de moagem, causando impactos entre estes, resultando em atrito e conseqüentemente na cominuição dos pós. (SURYANARAYANA, 2004)

Figura 1 – Ilustração do movimento das esferas no interior do cadinho ou tambor de moagem



Fonte: SARTOR; RODRIGUES et. Al., 2022

3.8 - VARIÁVEIS DO PROCESSO DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA

A Moagem de Alta Energia (MAE) é um processo amplamente utilizado para a obtenção de misturas homogêneas de pós metálicos e cerâmicos, sendo essencial na síntese de compósitos e materiais avançados. A escolha adequada desses parâmetros influencia diretamente a eficiência da moagem, a redução do tamanho de partícula e a

minimização da contaminação, impactando nas propriedades finais do material produzido. Dentre os parâmetros mais importantes que tem efeito direto na constituição do produto final podemos citar:

- I. Recipiente de moagem
- II. Dos Corpos moedores (esferas): material, tamanho e distribuição
- III. Relação da massa de bolas para a massa de pó
- IV. Velocidade de moagem
- V. Tempo de moagem
- VI. Agentes para o controle de processo e a atmosfera de moagem

3.8.1 - Recipiente de moagem

O material de que é constituído o jarro é um fator que deve ser levado muito em conta, pois esta superfície é submetida a constante atrito, o que pode levar o desprendimento do material da parede e incorporação na amostra. Podendo assim levar a contaminação da amostra ou até mesmo alteração na composição química do pó final. (SURYANARAYANA, 2004)

Ainda outra condição que exige atenção é a porcentagem de volume ocupado no recipiente. Para que ocorra o processo de moagem deve haver espaço suficiente para o movimento livre das esferas e das partículas no interior do jarro. Para isso, é recomendado que cerca de 50% do espaço do cadinho seja mantido vazio. (CHIAVERINI, 1992) (BEZERRA P., 2008)

3.8.2 – Dos Corpos moedores (esferas): material, tamanho e distribuição

Habitualmente, as esferas de moagem são constituídas de carbetos (WC-Co) e aço (podendo ser aço inoxidável, temperado, dopado com Cr). Contudo, é interessante a escolha das cargas de moagem do mesmo material que será moído no processo, evitando assim a contaminação da amostra processada. (BEZERRA P., 2008)

A eficiência do processo pode ser observada considerando o tamanho das esferas que será utilizado. Tendo em vista que esferas grandes e com alta densidade são mais eficazes, já que elementos moedores mais densos transferem mais energia de impacto para as partículas do pó. Entretanto, nem sempre cargas de moagem mais densas produzem o efeito esperado. (SURYANARAYANA, 2004)

3.8.3 - Relação da massa de bolas para a massa de pó

A razão ente as massas das bolas para a massa dos pós (conhecida pela sigla BPR – Ball to poder weight ratio), é uma das variáveis importantes do processo

de moagem. Os valores usados vão desde 1:1 até 220:1. A BPR está diretamente ligada com o tempo de moagem, quanto maior o BPR menor o tempo de moagem.
– BEZERRA P., 2008

À medida que aumenta a BPR, o número de bolas irá aumentar o número de colisões entre elas e a energia de colisão disponível é muito maior, realizando o processo em menos tempo. Entretanto com o aumento da energia de colisão, mais calor é gerado pelo processo e mais forte serão as interações entre a amostra com o meio de moagem, podendo assim modificar a constituição do pó final. (SURYANARAYANA, 2004) (CHIAVERINI, 1992)

3.8.4 - Velocidade de Moagem

Vários são os fatores que influenciam a escolha da velocidade que será utilizada no processo de moagem. Tendo em vista que quanto maior a velocidade do moinho, maior será a energia aplicada no processo de moagem do pó, existindo uma velocidade crítica para a realização do processo. Caso seja ultrapassado este valor crítico de velocidade pode ocorrer a fixação das esferas na parede do jarro, sendo assim, estas esferas não serão capazes de realizar o movimento de impacto dentro do sistema e afetando a granulometria final do pó. (SURYANARAYANA, 2004)

Devido ao aumento da velocidade de trabalho, conseqüente aumento da temperatura do sistema de moagem é um dos efeitos colaterais presentes. A temperatura máxima atingida durante o processo é diferente em variados tipos de moinhos. Em casos onde há o objetivo na promoção da difusão, homogeneização e formação de ligas entre os materiais este fenômeno é desejável. Já nos demais processos, onde o aumento da temperatura não é desejado, pode acelerar as transformações de fases metaestáveis durante a moagem e ou resultar em soluções sólidas supersaturadas.

(BEZERRA P., 2008)

3.8.5 - Tempo de moagem

O tempo de moagem é definido de maneira que seja possível chegar a um estado estável entre a fratura e a soldagem a frio das partículas do pó. Os tempos de moagem irão depender diretamente do tipo de moinho, da intensidade da moagem, da relação em massa de bolas para a massa de pó e da temperatura de moagem.

Vale a pena ressaltar que os tempos longos de moagem elevam o teor de contaminação e pode haver a formação de fases indesejáveis. Para evitar esta adversidade é necessário que o pó seja moído em tempos curtos, ainda levando em conta o estado final

que se deseja. (SURYANARAYANA, 2004) (BEZERRA P., 2008)

3.8.6 - Agentes para o controle de processo e a atmosfera de moagem

Na maioria das vezes, os agentes para o controle de processo são materiais orgânicos e podem se apresentar de três formas para a realização do processo, sendo elas: sólido, líquido e gasoso. Sua função no sistema de moagem é bem específica, podendo ser utilizado como: lubrificante, onde ele tem por função reduzir o atrito das partículas e a soldagem a frio e inibir a aglomeração, ou até mesmo como refrigerante, no qual a sua função é manter o resfriamento do ambiente de moagem, influenciando na formação das fases finais do produto do processo.

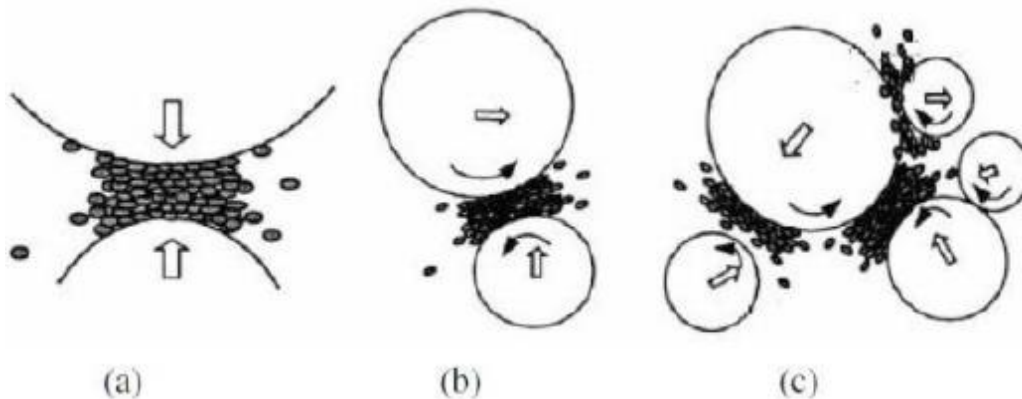
Por fim, a atmosfera de moagem pode causar contaminações que são indesejáveis no produto final. Logo, é interessante que o processo de moagem seja realizado dentro de um jarro onde foi realizado um vácuo prévio ou até mesmo preenchido com gases inertes. (SURYANARAYANA, 2004) (BEZERRA P., 2008)

3.9 – MECANISMO DE DEFORMAÇÃO NA MAE

O processo de moagem de alta energia teve seus estudos iniciados por volta da década de 1960 para a produção de materiais para aplicações na indústria aeroespacial, porém, hoje em dia este processo de cominuição de partículas de pó por alta energia é utilizado para a produção das superligas a base de níquel reforçado por dispersão de óxidos. (AZÊVEDO, 2018)

O processo de moagem de alta energia (MAE) compreende repetidos ciclos de deformação, soldagem a frio, fragmentação das partículas de pós metálicos que se situam entre duas bolas durante uma colisão. Devido a estes fenômenos que ocorrem neste processo, o tempo de moagem é ajustado com o objetivo de alcançar um estado estável entre a fratura e soldagem a frio nas partículas. Caso o tempo de moagem não seja ajustado corretamente, pode incidir a presença de novas fases não desejadas no pó metálico. Estas sucessões de impactos podem ser vistas através da representação visual ilustrada na Figura 3, onde podemos ver três formas de impactos que podem acontecer durante o processo, sendo eles: impacto sobre a cabeça (Figura 2(a)), impacto oblíquo (Figura 2(b)) e múltiplos impactos (Figura 2(c)). (AZÊVEDO, 2018) (CHIAVERINI, 1992)

Figura 2 – Representação esquemática de várias formas de impacto que podem ocorrer durante o processo de moagem de alta energia (a) Impacto sobre cabeça (b) impacto oblíquo e (c) múltiplos impactos



Fonte: Zhang, 2004

No campo da moagem de alta energia existem três sistemas de mecanismos da fratura dos materiais, sendo eles: dúctil-dúctil, dúctil-frágil, frágil-frágil. (AZÊVEDO, 2018)

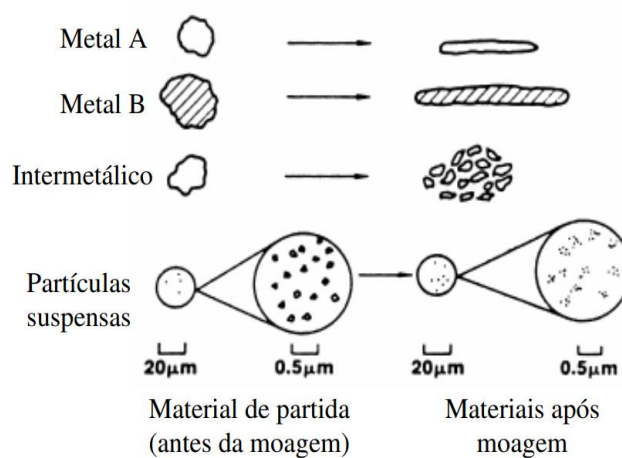
3.9.1 - Mecanismo de fratura dúctil-dúctil

Para que ocorra este tipo de mecanismo, é necessário estar presente no sistema no mínimo 15% em peso do componente dúctil para que seja possível a formação do compósito, pelas repetidas soldas a frio e ruptura das partículas do material. (SURYANARAYANA, 2004) (AZÊVEDO, 2018)

De acordo com SILVA JR. (2008) e BENJAMIN & VOLIN (1974), o processo de moagem do material compósito ocorre da seguinte forma: no primeiro estágio, os componentes dúcteis que estão sendo submetidos ao processamento se tornam achatados em forma de chapas devido ao micro forjamentos que ocorrem devido ao processo de deformação. Em um segundo momento estes particulados em formatos de chapas são soldados a frio, criando uma estrutura lamelar composta pelos materiais metálicos constituintes. Num terceiro momento, enquanto o tempo de moagem vai aumentando, a dureza e por consequência a fragilidade das partículas metálicas do pó aumentam pelo

elevado nível de encruamento em que elas se encontram, este processo auxilia na fragmentação das partículas, as quais se tornam cada vez mais do mesmo tamanho com o passar do tempo de moagem. Sendo este processo ilustrado na Figura 3, onde mostra os materiais primeiramente apresentando um formato achatado e logo abaixo na figura mostra o comparativo dos pós antes e depois do processo de moagem.

Figura 3 – Ilustração esquemática da característica da deformação que ocorrem nos pós de partida na moagem



Fonte: BEZERRA P., 2008

Por fim, no último estágio, as ligações entre os materiais começam a ocorrer devido às combinações da diminuição da distância de interplanares, aumento da densidade do defeito da rede e dos aquecimentos produzidos pelo atrito das partícula-partículas, partícula-parede, partícula esfera e pelo processo de moagem. (SILVA JR., 2008) (BEZERRA P., 2008)

3.9.2 - Mecanismo de fratura dúctil- frágil

Neste sistema ocorre inicialmente o achatamento das partículas dúcteis formando plaquetas, assim como já ilustrado na Figura 3, devido a colisão que ocorre entre o pó e as esferas de moagem. Já as partículas frágeis tendem a fragmentar e incorporar ao longo das partículas dúcteis. Conforme o processo de moagem vai avançando, vai ocorrendo o processo de soldagem a frio das partículas dúcteis e por consequência o encruamento das mesmas e por causa disso as lamelas se tornam mais refinadas. (SURYANARAYANA,

2004) (AZÊVEDO, 2018)

Como último estágio do processo de moagem ocorre o refino das lamelas e uma dispersão uniforme das partículas frágeis no interior da matriz dúctil, sendo assim estas plaquetas se tornam um aglomerados de partículas dúcteis e frágeis, tornando assim uma mistura dos dois componentes, caso elas sejam insolúveis; caso elas sejam solúveis ocorre o ligamento entre as partículas frágeis e dúcteis e é alcançada a homogeneização química do material. Deste modo, para que ocorra a ligação entre os componentes dúctil-frágil durante a MAE é necessário não apenas a fragmentação das partículas frágeis para facilitar a difusão, mas também uma razoável solubilidade entre os materiais do sistema. (SILVA JR., 2008) (AZÊVEDO, 2018)

3.9.3 - Mecanismo de fratura frágil-frágil

Neste tipo de sistema, o componente mais duro é fragmentado e incorporado ao componente menos duro. – BEZERRA P., 2008

Para que ocorra a união desses componentes, é necessário que a mistura contenha pelo menos 15% de uma fase menos frágil, que atuará como fase dúctil. Esse processo ocorre devido às repetidas fraturas e soldas a frio do material particulado. Diante disso, a presença dessa fase menos frágil é essencial, pois a soldagem a frio não ocorre na ausência de um constituinte que exerça esse papel na mistura. (SILVA JR., 2008) (BEZERRA P., 2008) (AZÊVEDO, 2018)

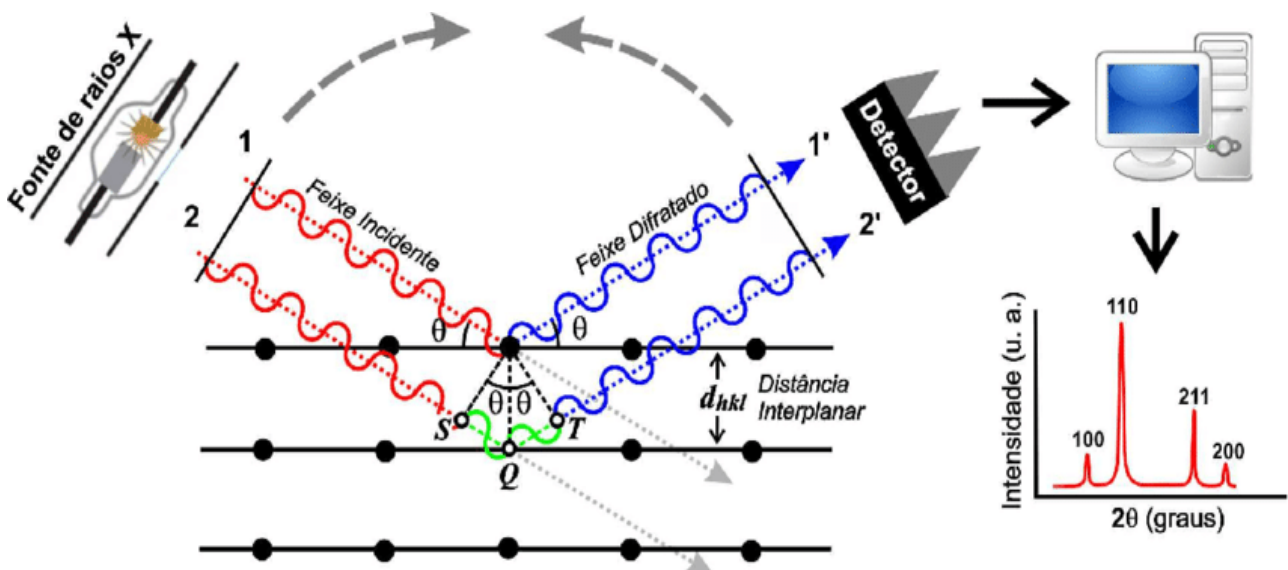
A deformação plástica é o mecanismo que contribui para a mistura de material e a formação do pó compósito neste mecanismo de fratura. Isto só é possível diante de alguns fatores, sendo eles a elevação da temperatura no local de impacto (partícula-esfera, partícula-partícula e partícula-parede), micro deformações e defeitos no volume das partículas, deformação da superfície. Vale a pena ressaltar que, diferente dos outros mecanismos de fratura, neste se necessita de uma temperatura crítica para que ocorra a difusão, este fato se dá por ser um reflexo da maior distância difusional entre os grânulos frágil-frágil que são formados. (SILVA JR., 2008) (AZÊVEDO, 2018)

3.10 - DIFRAÇÃO DE RAIO-X E O MÉTODO RIETVELD

A difração de raios-X (DRX) é uma técnica amplamente utilizada na caracterização

estrutural de materiais cristalinos. Seu princípio baseia-se na interação entre a radiação eletromagnética de raios-X e a rede cristalina da amostra. Quando um feixe de raios-X monocromático incide sobre um material, os átomos presentes na estrutura cristalina fazem com que os raios-X sejam espalhados elasticamente, resultando em padrões de interferência construtiva e destrutiva. (PIMENTA, 2021) Assim como é mostrado na Figura a seguir.

Figura 4 - Esquema ilustrativo do fenômeno de difração de raios X



Fonte: PIMENTA, 2021

Essa interação segue a Lei de Bragg representada na equação a seguir:

$$\text{Lei de Bragg: } n\lambda = 2d \sin \theta$$

Onde "n" é um número inteiro (ordem de difração), "λ" é o comprimento de onda da radiação incidente, "d" é a distância entre os planos cristalinos e "θ" é, o ângulo de incidência dos raios X em relação ao plano cristalino, ou também nomeado 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 da amostra. A partir da posição e intensidade dos picos observados no difratograma, é possível determinar a composição da fase, a pureza do material, o tamanho médio dos cristalitos, a microdeformação da rede e

a presença de tensões residuais. Os dados obtidos são geralmente comparados com bancos de dados o qual é constantemente mantido atualizado pelo International Center for Diffraction Data (ICDD), com sede nos Estados Unidos, e a identificação das amostras é feita por comparação com esses padrões disponibilizados, permitindo assim a identificação precisa das fases presentes. (KLUG; ALEXANDER, 1974) (PIMENTA, 2021)

Além da identificação de fases, a DRX é amplamente empregada na investigação de processos estruturais em materiais, como transições de fase, cristalização, amorfização e orientações preferenciais. É uma ferramenta essencial em diversas áreas, incluindo ciências dos materiais, química, geologia e engenharia, sendo utilizada para a caracterização de cerâmicas, metais, polímeros semicristalinos, filmes finos e nanomateriais. Sua principal vantagem reside no fato de ser uma técnica não destrutiva, permitindo análises detalhadas sem comprometer a integridade da amostra. (MORELHÃO, 2016)

A técnica de difração de raios-X, 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, 1995)

O método de Rietveld consiste em um refinamento matemático da estrutura cristalina, ajustando os padrões de difração observados com base em parâmetros teóricos previamente estabelecidos. Esse ajuste é realizado por meio da minimização da diferença entre os dados experimentais e os calculados, utilizando um modelo estrutural inicial e refinando iterativamente variáveis como posição atômica, fatores de ocupação, largura dos picos e parâmetros de rede. O objetivo principal é obter um modelo que melhor represente a estrutura cristalina real do material analisado. (RIETVELD, 1969)

Diferentemente da análise convencional de DRX, que fornece apenas a identificação qualitativa das fases cristalinas, o método de Rietveld permite uma investigação quantitativa mais completa, possibilitando a determinação precisa da fração de cada fase presente na

amostra. Além disso, ele é amplamente utilizado para calcular parâmetros estruturais detalhados, como fatores de ocupação atômica, deslocamentos térmicos e microdeformações. Por conta dessas vantagens, o refinamento de Rietveld tornou-se uma ferramenta essencial em diversas áreas, como ciência dos materiais, química, mineralogia e metalurgia, sendo amplamente aplicado no estudo de cerâmicas, ligas metálicas, semicondutores e materiais nanoestruturados. (BISH; HOWARD, 1988) (YOUNG, 1995)

Para avaliar a qualidade do ajuste no refinamento de Rietveld, são utilizados parâmetros estatísticos que indicam a confiabilidade do modelo refinado em relação aos dados experimentais. Entre os principais indicadores, destacam-se o fator de confiabilidade R_b ou R -Bragg, que mede a diferença entre os valores observados e calculados para cada pico de difração; o fator de ponderação R_{wp} (weighted profile R-factor), que leva em consideração as incertezas estatísticas associadas aos pontos do difratograma e fornece uma métrica global do ajuste; e o parâmetro sigma (σ), que representa a razão entre R_{wp} e o fator de confiabilidade esperado R_{exp} , sendo idealmente próximo de 1 quando o modelo se ajusta bem aos dados experimentais. A interpretação desses parâmetros é fundamental para validar os resultados do refinamento, garantindo que a estrutura cristalina obtida represente com precisão a realidade do material analisado. (YOUNG, 1995; MCDANIEL; STUCKY, 1988)

4 - MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 – MATERIAIS

Para o desenvolvimento do trabalho, foram utilizados os materiais apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Materiais utilizados para a elaboração do compósito

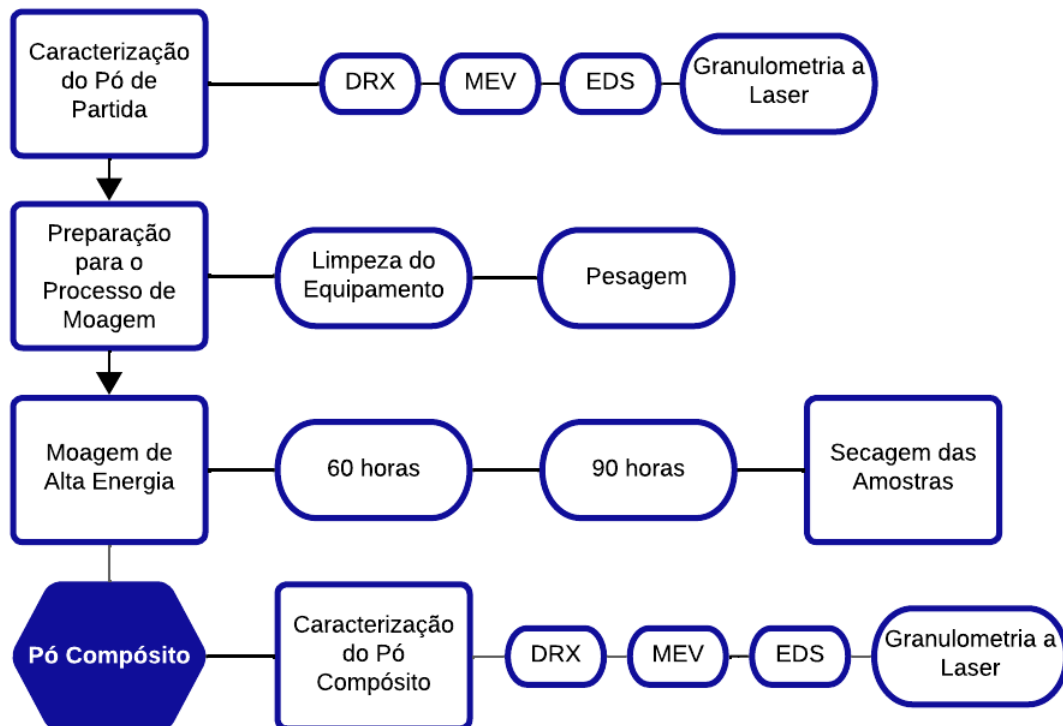
REAGENTES	FORNECEDOR
PÓ DE NIÓBIO	CBMM – Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração
COBRE ELETROLÍTICO	CBMM – Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração
CARVÃO ATIVADO	CROMOLINE
CICLO HEXANO	NEON

Fonte: O Autor, 2025

4.2 – MÉTODOS

A metodologia adotada neste estudo foi organizada em etapas sequenciais, conforme representado no fluxograma da Figura 5. Esse diagrama sintetiza as principais fases do experimento, incluindo a preparação dos pós, a moagem de alta energia, caracterização e análise dos resultados. A seguir, cada uma dessas etapas será descrita em detalhes, destacando os procedimentos e parâmetros utilizados.

Figura 5 – Fluxograma dos processos empregados para a obtenção do pó compósito



Fonte: O Autor, 2025

Inicialmente, os materiais de partida foram pesados em uma balança analítica da marca BEL Engineering, sendo apresentados os resultados na Tabela 3, onde são mostrados os constituintes que formam o material compósito com suas respectivas porcentagens em gramas.

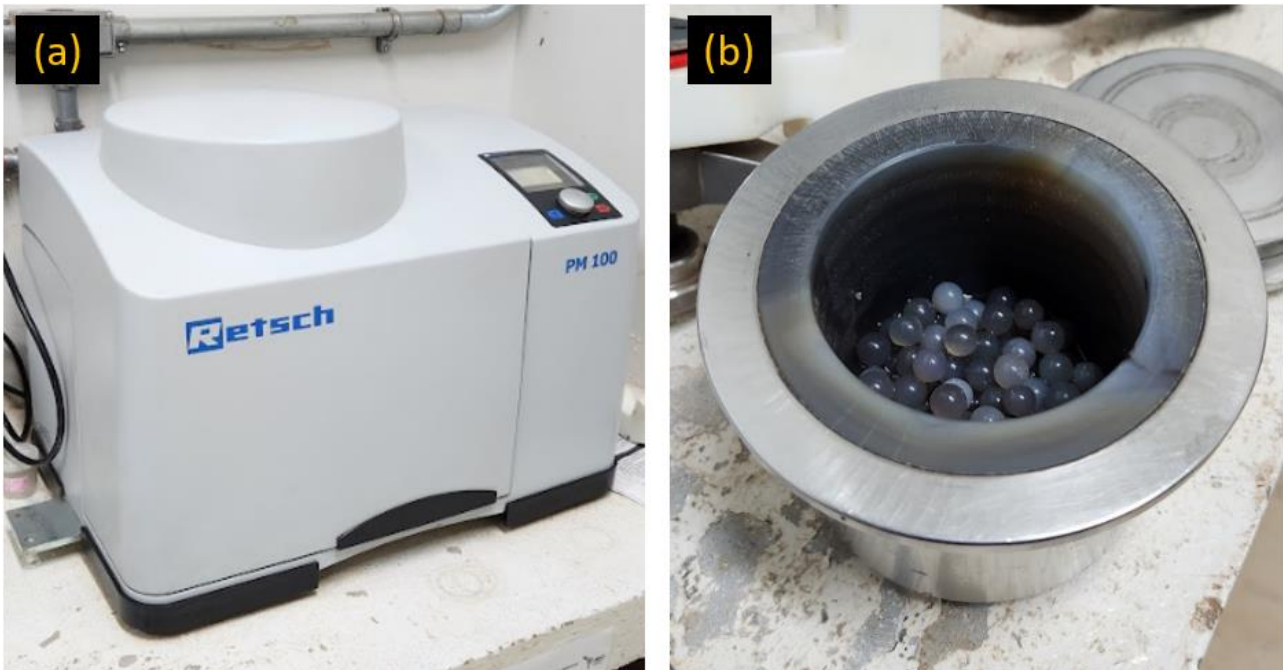
Tabela 3 – Especificação Técnica da Mistura do Compósito Nb-Cu-C

ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DA MISTURA		
ORIGEM	MATERIAL	PESO
ESFERAS	ÁGATA (SiO ₂)	100g
PÓ	NIÓBIO (Nb) - 75%	24,75g
PÓ	COBRE (Cu) - 20%	6,6g
PÓ	CARBONO (C) - 5%	1,651g
LÍQUIDO	CICLOHEXANO	20ml

Fonte: O Autor, 2025

Para dar continuidade a pesquisa, foi utilizado o moinho de alta energia Retsch – PM 100 (Figura 6 (a)). Foi realizada a limpeza do moinho de alta energia e seus elementos de moagem. (Figura 6 (b)). O protocolo de limpeza consiste em moer 40g de vidro de sílica (SiO₂), com 5 ml de detergente neutro e 10 ml de ciclohexano no interior do jarro. Em seguida, o recipiente é fechado e submetido a 20 minutos de moagem da mistura a uma velocidade de 450 RPM.

Figura 6 – (a) Moinho de alta Energia Retsch – PM 100. (b) – Jarro e Esferas de Ágata



Fonte: O Autor, 2025

Após o processo de limpeza do equipamento e acessórios, os materiais descritos na Tabela 3 foram adicionados no interior do jarro, juntamente com as esferas de

ágata (SiO_2) de 10 mm de diâmetro e o ciclohexano para ser realizado o processo de moagem. Metodologicamente o processo de moagem se conduziu de forma padronizada para todos os tempos de moagem, onde as amostras foram submetidas a moagens com durações de 15 minutos a uma velocidade de 400 RPM e pausas de 1 minuto para o resfriamento do motor do equipamento.

Para este trabalho foram realizadas duas moagens utilizando a composição citada na Tabela 3. A primeira moagem do pó compósito foi realizada durante 90 horas sem a remoção de amostra ao longo do ciclo completo de moagem. A segunda moagem perdurou por 60 horas realizando remoção de material durante os tempos de 3, 15, 30 e 60 horas de moagem para posterior análise do desenvolvimento do processo. Após as moagens, os pós foram dispostos em uma lâmina de papel alumínio (Figura 7 (a)), para que fossem submetidos a evaporação do ciclohexano, durante uma hora e em uma estufa a temperatura constante de 100 °C, assim como é ilustrado na Figura 7 (b).

Figura 7 – (a) Amostra de pó compósito disposta em lâmina metálica para secagem. (b) – Estufa de secagem.

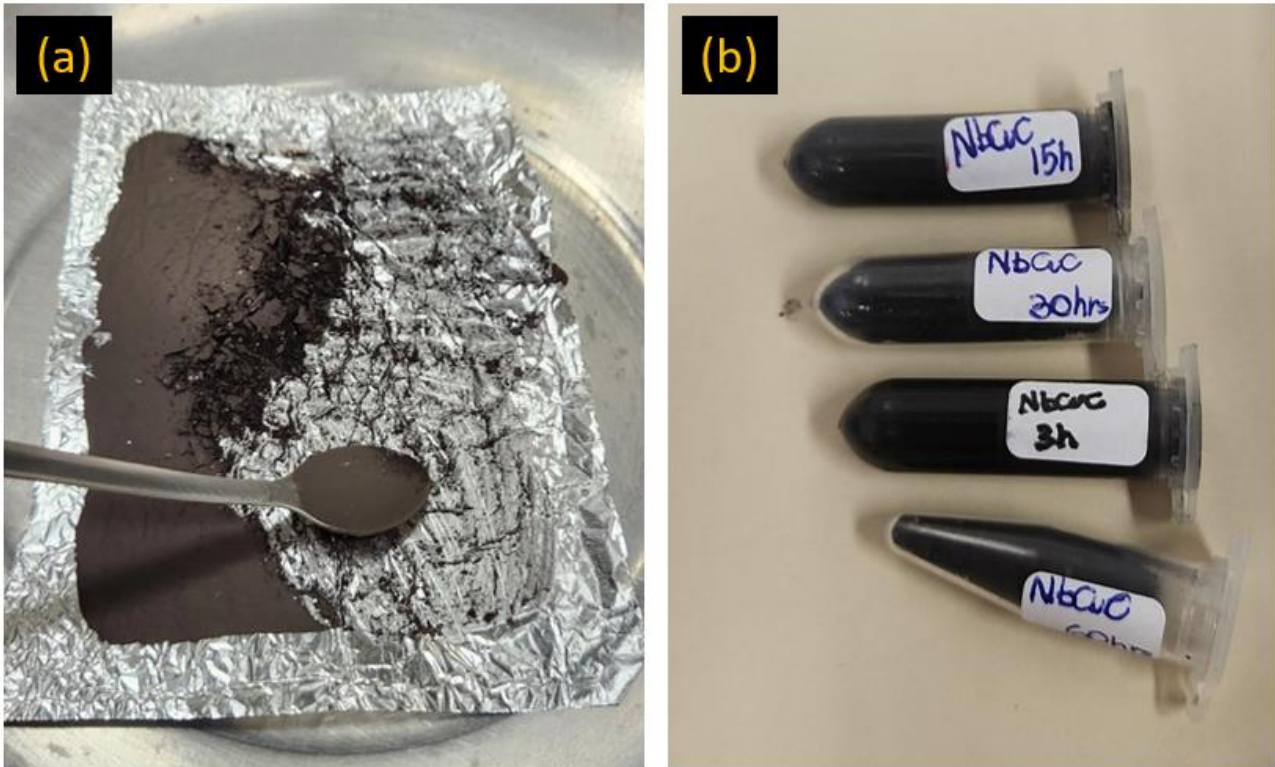


Fonte: O Autor, 2025

Posteriormente ao processo de secagem, as amostras foram removidas da lâmina metálica (Figura 8 (a)), reservadas e guardadas em frascos previamente limpos (Figura 8 (b)), para serem caracterizados, onde foram realizadas as análises nos ensaios de Difração de Raios X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e

Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS), Granulometria a Laser.

Figura 8 – (a) Remoção do pó composto da lâmina metálica após ser submetido a secagem. (b) – Armazenamento do pó composto para futuras análises



Fonte: O Autor, 2025

As análises de difração de raios-x foram realizadas no Difratorômetro multi-propósito EMPYREAN da PANalytical (Figura 9) para análise das fases presentes do material e o estudo de formação de novas fases durante o processo. Posteriormente os dados obtidos foram refinados com o auxílio do software X'pert HighScore Plus (Versão 3.0.0) em conjunto com o MAUD - Materials Analysis Using Diffraction (Versão 2.9993), para determinar a composição química do material produzido e quais fases estavam presentes no material.

Figura 9 – Difratorômetro multi- propósito EMPYREAN.



Fonte: O Autor, 2025

Análises morfológicas das partículas do compósito Nb-Cu-C foram realizadas utilizando o equipamento Zeiss EVO-MA10 (Figura 10) através da Microscopia Eletrônica de Varredura. Em seguida, foram realizados ensaios de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) nas amostras dispostas dentro da câmara do equipamento do MEV para investigar quais elementos químicos estavam presentes na mesma.

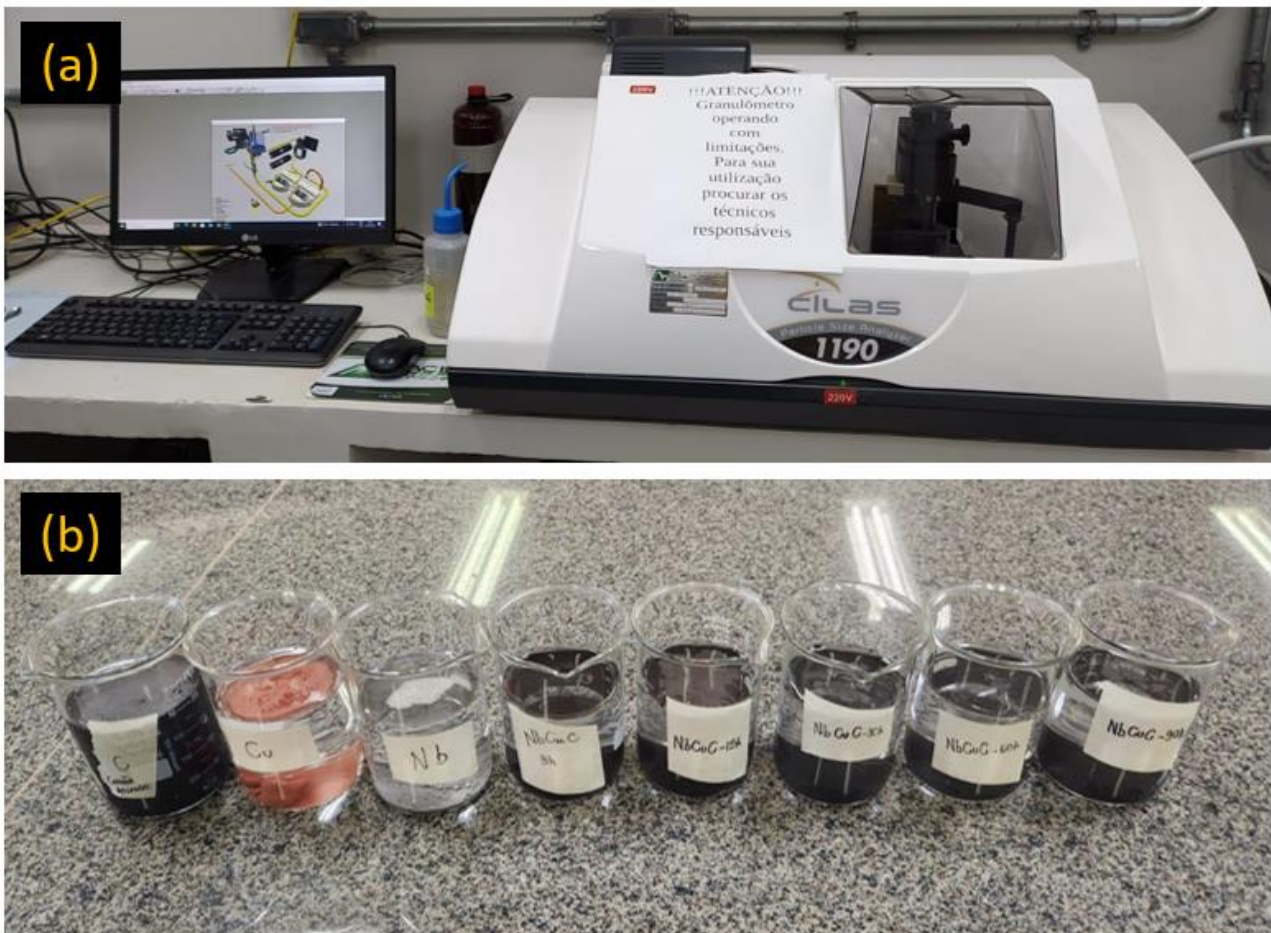
Figura 10 – Microscópio Eletrônico de Varredura - Zeiss EVO-MA10



Fonte: O Autor, 2025

Por fim, as amostras foram submetidas ao ensaio de espalhamento a laser utilizando o equipamento Cilas 1190 (Figura 11 (a)), com o objetivo de entender a influência da moagem nos tamanhos de partículas. Para a realização deste estudo, os materiais tiveram de ser dispersos em meio aquoso (Figura 11 (b)), onde, em um becker, foi disposto o material a ser ensaiado juntamente com 200 ml de água destilada e 4 ml de detergente neutro incolor, utilizado como agente dispersante da solução. Em seguida, a suspensão foi submetida a um banho ultrassônico por 30 minutos para garantir uma dispersão eficiente das partículas antes da análise.

Figura 11 (a) – Granulômetro a Laser, Cilas 1190. (b) – Material disperso em solução aquosa para o ensaio de granulometria a Laser



Fonte: O Autor, 2025

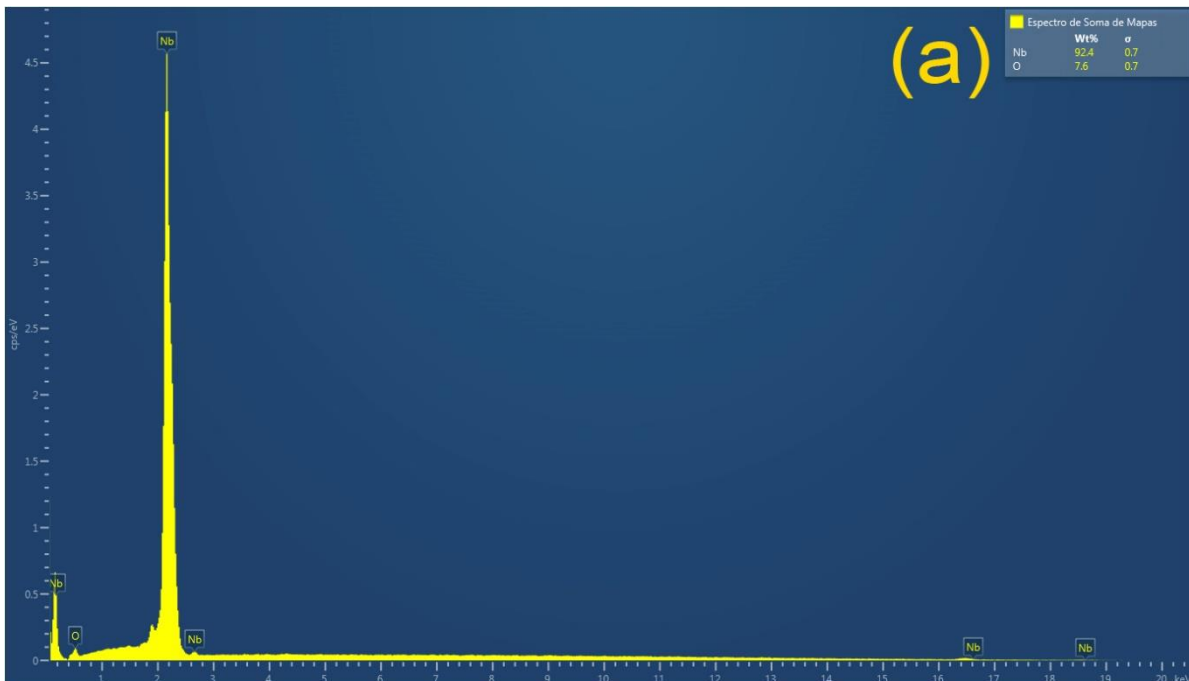
5 - RESULTADOS E DISCUSSÕES

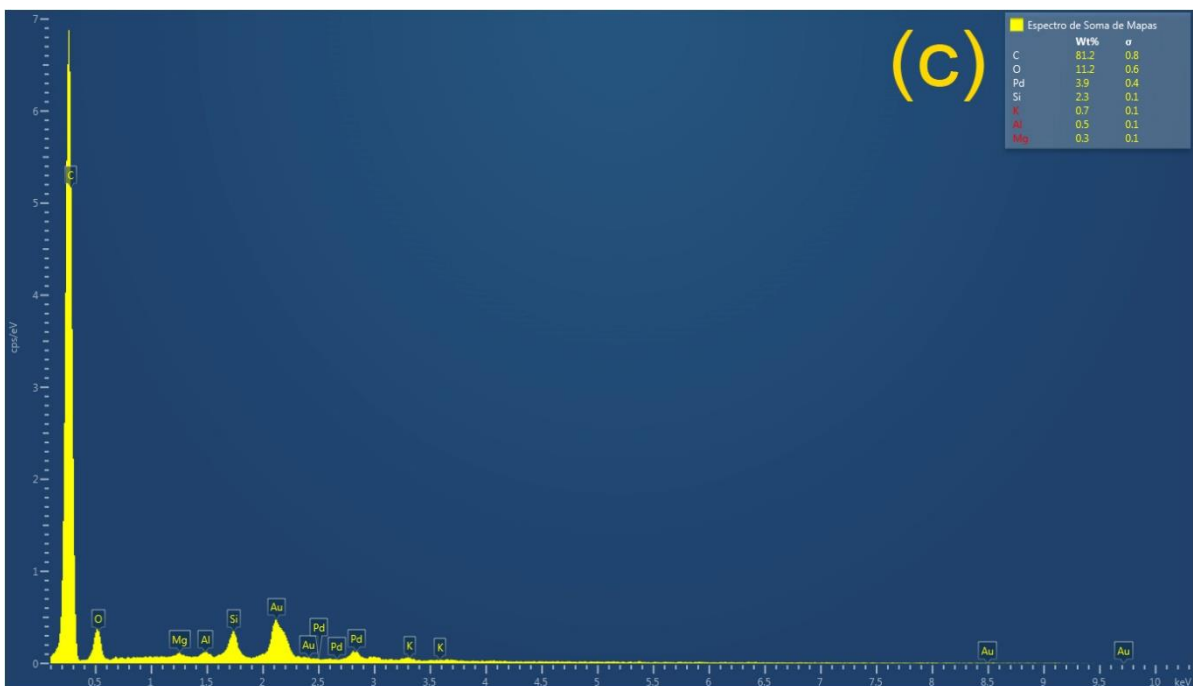
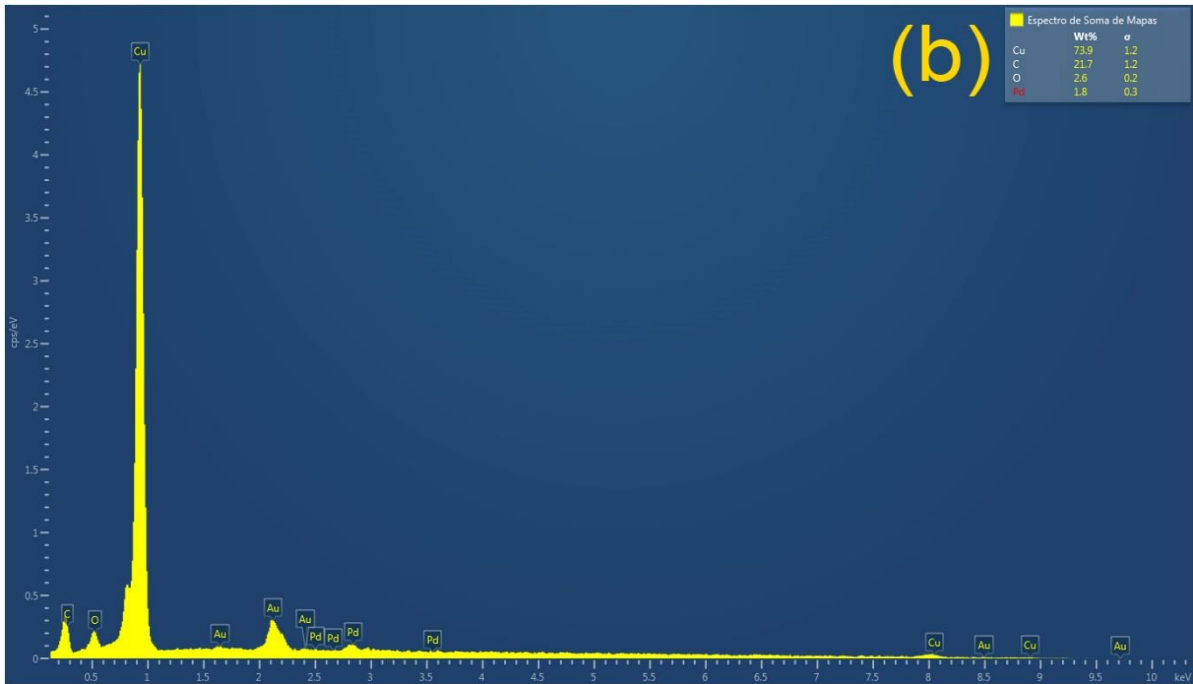
Neste tópico do trabalho são apresentados e discutidos os resultados das caracterizações realizadas do pó de partida até o material compósito produzido em diferentes tempos de moagem de alta energia.

5.1 – MATERIAL DE PARTIDA

A espectroscopia de dispersão de Elétrons (EDS) foi realizada com o intuito de analisar quais elementos estavam presentes nas amostras dos materiais de partida. Os espectros obtidos como resultado do ensaio estão dispostos no Figura 12. Nos espectros obtidos, verificou-se que a amostra de nióbio apresentou sinal correspondente à presença de átomos desse elemento, confirmando sua composição predominante. Da mesma forma, o espectro referente ao cobre revelou a presença de átomos de cobre, validando a pureza do material. Já no espectro do carvão ativado, foram identificados picos característicos de carbono, além da presença de silício, magnésio e potássio, indicando a existência de impurezas ou elementos provenientes do processo de obtenção do material.

Figura 12 - (a) - Espectroscopia de dispersão de elétrons do Nióbio, (b) - Espectroscopia de dispersão de elétrons do Cobre, (c) - Espectroscopia de dispersão de elétrons do Carvão Ativado

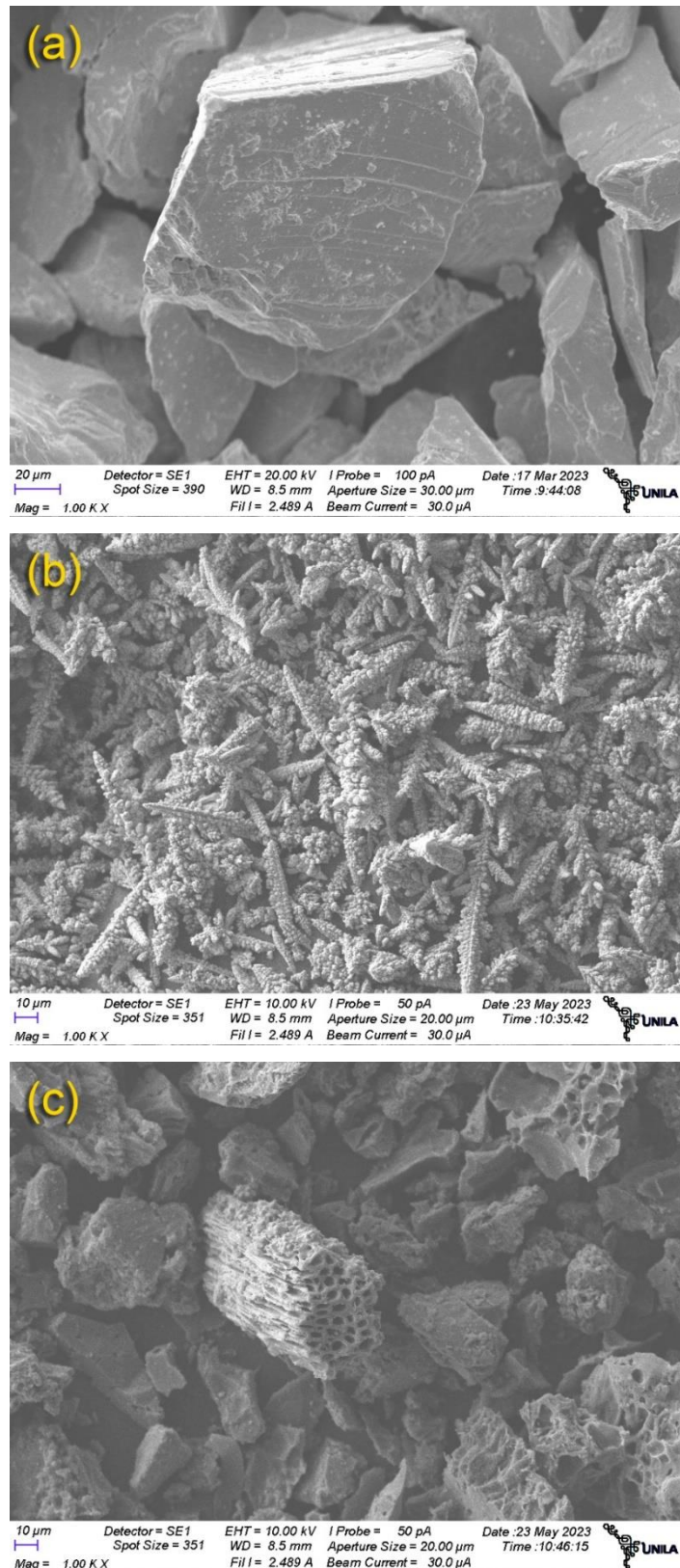




Fonte: O Autor, 2025

Juntamente com a análise de EDS, as amostras foram submetidas a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para a obtenção de imagens das amostras do material de partida, com o intuito de analisar a morfologia de cada elemento que compõe o pó de partida. As imagens obtidas pelo ensaio podem ser vistas na Figura 13 (a, b e c).

Figura 13 (a) – Micrografia do pó de Nióbio, (b) – Micrografia do pó de Cobre, (c) – Micrografia do pó de Carvão Ativado

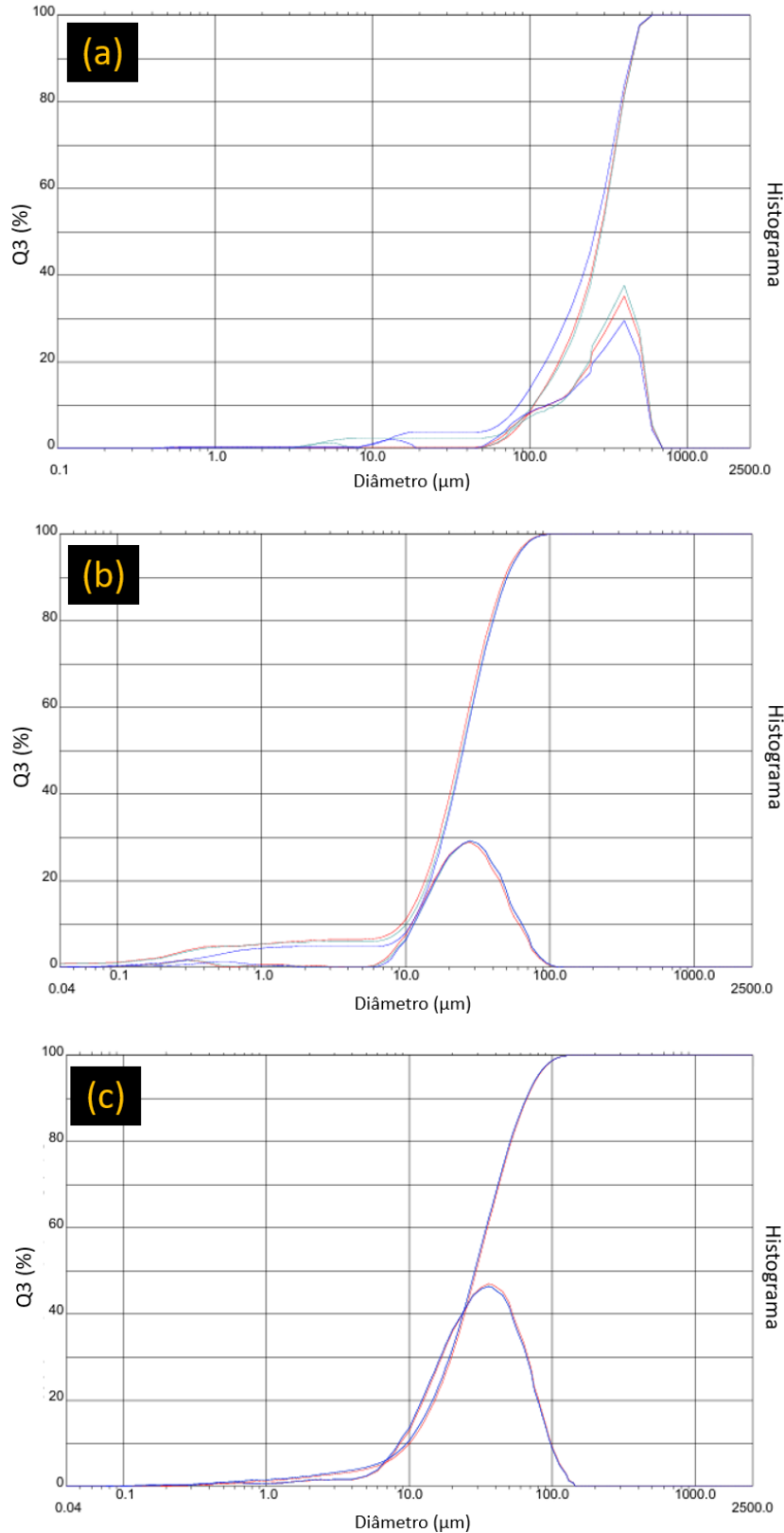


Fonte: O Autor, 2025

Na Figura 13 (a), observa-se o minério de nióbio, cuja superfície exibe arranhões e fraturas irregulares, possivelmente resultantes do processo de cominuição, no qual o material passa por britagem ou moagem para redução de tamanho. Por sua vez, a Figura 13 (b) destaca o cobre eletrolítico utilizado na pesquisa, que apresenta uma estrutura dendrítica característica do seu processo de fabricação. Durante a eletrodeposição, a solidificação ocorre em velocidades distintas, formando ramificações que conferem ao material sua aparência arbórea típica. Por fim, a Figura 13 (c) mostra uma imagem ampliada do carvão ativado, evidenciando suas partículas porosas, que se originam da pirólise de biomassa ou outros compostos ricos em carbono, submetidos a altas temperaturas na ausência de oxigênio.

A caracterização granulométrica dos materiais de partida é essencial para compreender suas propriedades individuais e sua influência no processo de moagem. No presente estudo, foram analisadas as distribuições de tamanho de partícula do Nióbio (Nb), Cobre (Cu) e Carvão Ativado (C), antes de serem submetidos à moagem de alta energia. Essas informações são fundamentais para avaliar a heterogeneidade inicial dos pós e prever possíveis variações no comportamento dos materiais durante a fragmentação e mistura, garantindo um melhor controle sobre o processo de obtenção do compósito final. A Figura 14 apresenta os gráficos de distribuição de tamanho de partícula dessas amostras, destacando as diferenças na granulometria inicial de cada material.

Figura 14 - (a) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó de Nióbio, (b) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó de Cobre, (c) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó de Carvão Ativado



Fonte: O Autor, 2025

O gráfico de distribuição granulométrica do nióbio, ilustrado na Figura 14 (a), evidencia que a maioria das partículas se encontra na faixa de 100 a 1000 μm , com um pico no histograma diferencial dentro desse intervalo. A curva cumulativa (Q3) sobe gradualmente para diâmetros menores e apresenta um aumento acentuado após cerca de 100 μm , indicando uma baixa fração de partículas finas. Esse comportamento sugere que o nióbio possui uma granulação grosseira, predominantemente composta por partículas de grande porte. Tal característica pode dificultar a homogeneização da mistura com materiais de granulometria significativamente menor, como o carvão ativado, além de demandar um tempo de moagem prolongado para reduzir seu tamanho e otimizar a interação com os demais componentes.

A distribuição granulométrica do cobre, representada na Figura 14 (b), apresenta um comportamento intermediário entre o nióbio e o carvão ativado. O histograma diferencial revela que a maior parte das partículas está concentrada no intervalo de 10 a 100 μm , enquanto a curva cumulativa sobe de maneira mais rápida nessa faixa, evidenciando um material de granulação mais fina em relação ao nióbio. Essa característica favorece a dispersão na mistura inicial, embora a diferença de tamanho em relação ao carvão ativado ainda possa levar à segregação do material antes da etapa de moagem. No entanto, o cobre se mostra vantajoso por não apresentar partículas excessivamente grandes, o que facilita sua incorporação ao sistema, embora possa exigir uma redução adicional de tamanho para alcançar uma granulometria compatível com o carvão ativado.

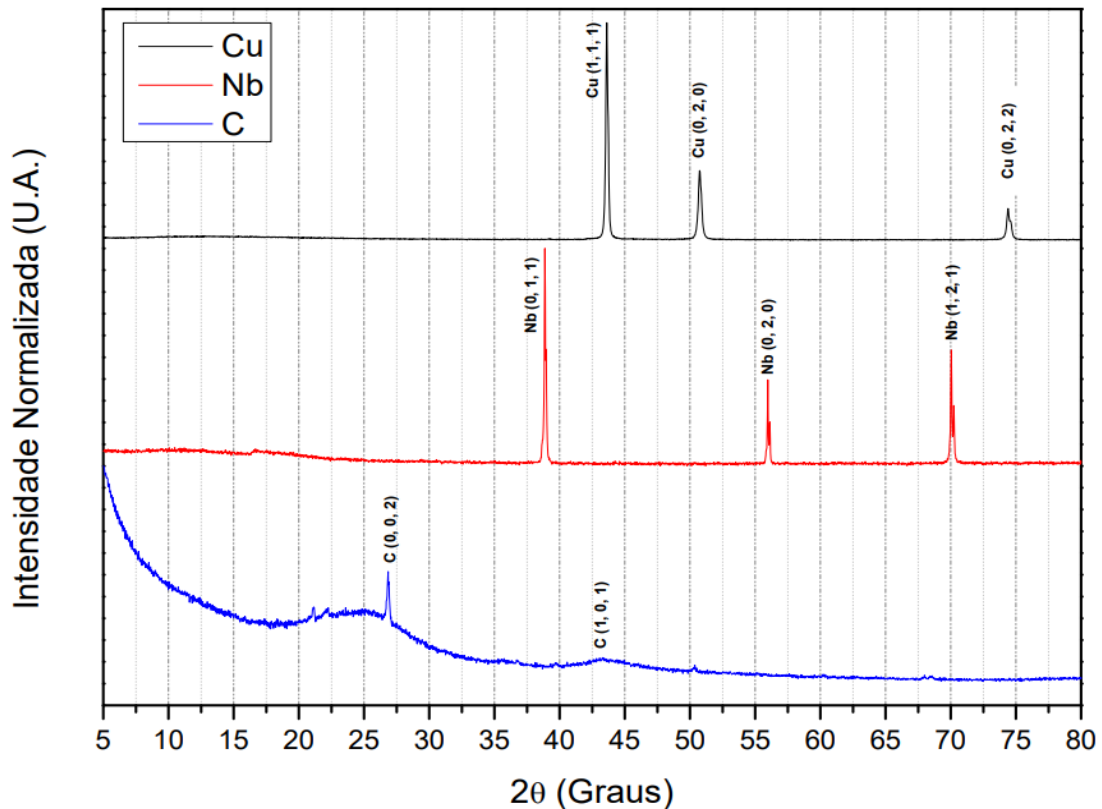
Por sua vez, o gráfico do carvão ativado, apresentado na Figura 14 (c), revela uma distribuição muito mais fina em comparação com os outros materiais analisados. A curva cumulativa exibe um crescimento acentuado entre 1 e 100 μm , indicando que a maioria das partículas se concentra nessa faixa. O histograma diferencial reforça essa observação, evidenciando um pico bem definido nesse intervalo. A predominância de partículas de reduzido diâmetro sugere que o carvão ativado pode preencher os espaços entre as partículas maiores de nióbio e cobre, favorecendo a formação de uma mistura mais homogênea. Entretanto, devido ao seu tamanho reduzido, esse material pode apresentar tendência à aglomeração ou até mesmo reagir mais rapidamente durante a moagem de alta energia, impactando diretamente a evolução do compósito final.

Além da análise granulométrica, a difração de raios X foi empregada para investigar as fases cristalinas e a estrutura de cada material utilizado na composição do pó compósito. A Figura 15 apresenta os padrões de difração de raios X do cobre (Cu), nióbio (Nb) e carvão ativado (C), nos quais se identificam os picos característicos desses

elementos, conforme as cartas-padrão 96-901-1605, 96-900-8547 e 96-900-8570, respectivamente. A presença dessas reflexões confirma o alto grau de cristalinidade do nióbio e do cobre, em consonância com suas estruturas cristalinas bem definidas.

Já para o carvão ativado, observa-se um comportamento distinto, caracterizado pela predominância de uma estrutura amorfa, evidenciada por uma larga banda difusa em baixos ângulos. No entanto, a identificação dos picos correspondentes às reflexões (0 0 2) e (1 0 1) sugere a presença de grafite cristalizado. Esse fenômeno ocorre devido à pirólise, na qual a exposição do material a altas temperaturas induz a reorganização parcial da estrutura do carbono, favorecendo a formação de domínios grafíticos em meio à matriz amorfa.

Figura 15 – Padrões de difração de raios X dos pós de partida de Cobre, Nióbio e Carbono respectivamente

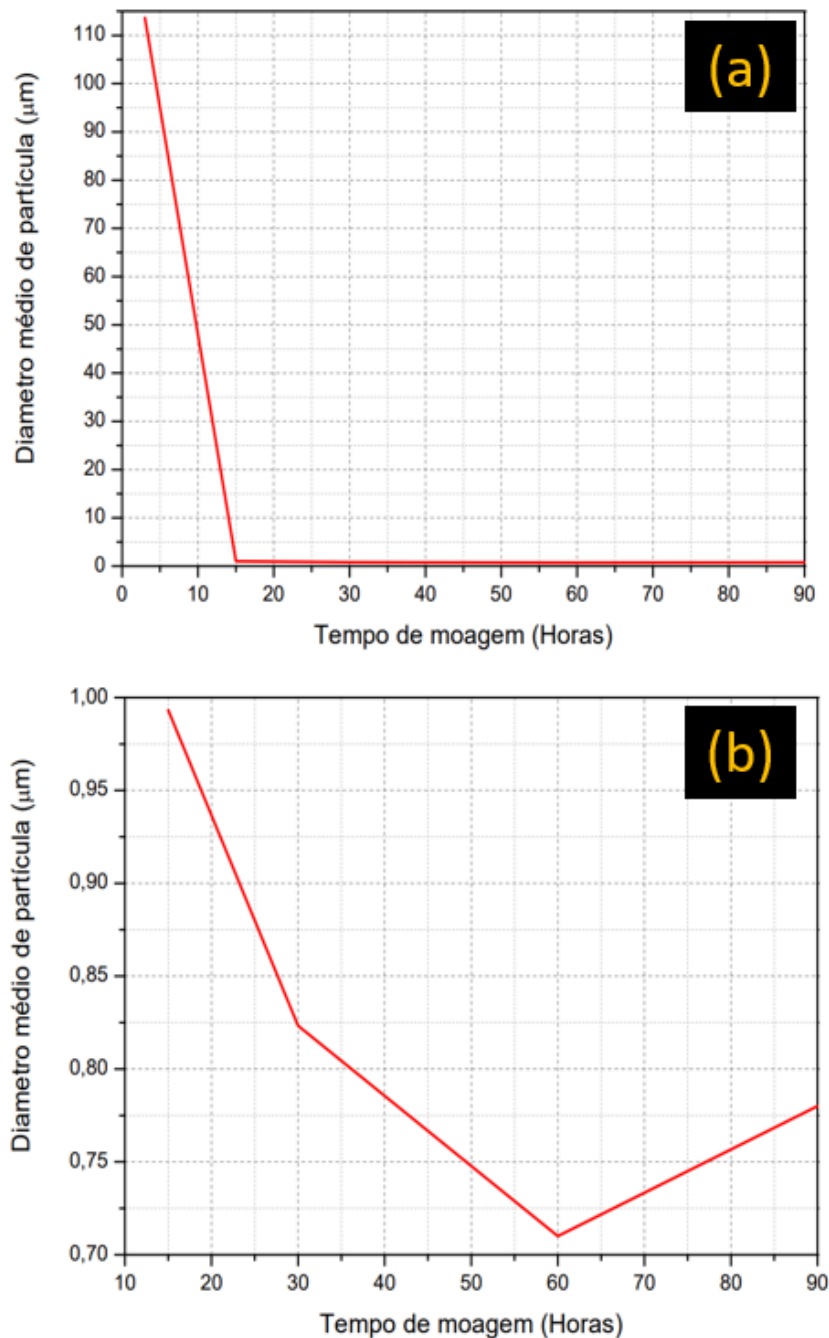


Fonte: O Autor, 2025

5.2 – MATERIAL COMPÓSITO DE NB-CU-C

Após a obtenção do pó composto resultado das moagens de 90 horas e 60 horas respectivamente, foram submetidos ao ensaio de granulometria a laser, onde os resultados de tamanho médio de partícula são apresentados em função do aumento do tempo de moagem (Gráfico 2).

Gráfico 2 (a) – Variação do tamanho de partícula em função do tempo de moagem, (b) – Ampliação do gráfico no intervalo de tamanho de partícula menor que 1 μ m.



Fonte: O Autor, 2025

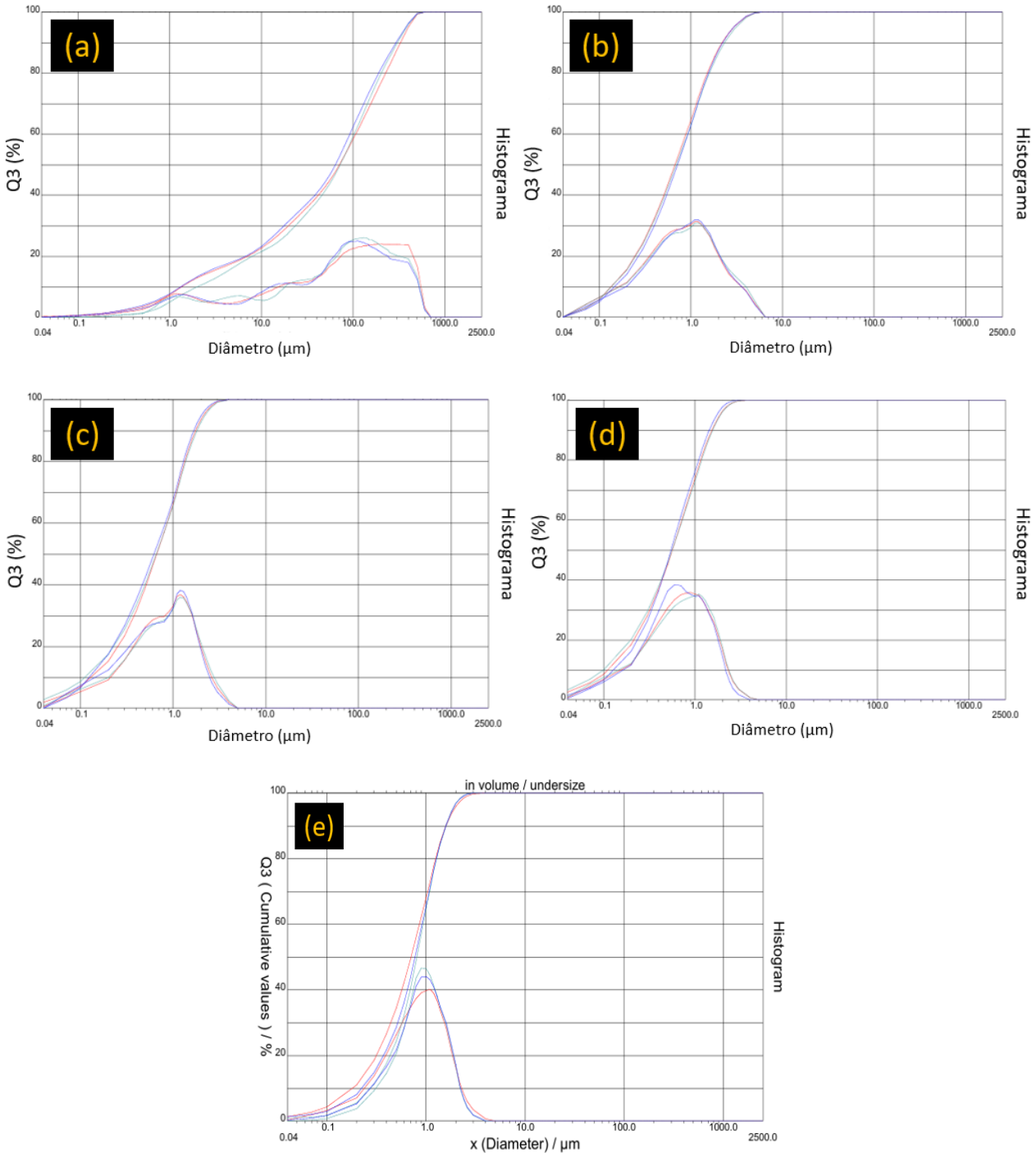
De acordo com os dados apresentados durante do ensaio de granulometria a laser, foi possível plotar um gráfico do diâmetro médio de partícula em função do tempo de moagem, onde foi possível notar que o processo demonstrou ser bastante eficaz na diminuição do tamanho de partícula, tendo o diâmetro médio inicial de 113,636 μm diminuído para um diâmetro médio final de 0,78 μm . Proporcionando assim uma diminuição de 6 vezes do tamanho de partícula do material processado.

Entretanto, o menor diâmetro médio observado foi de 0,71 μm , alcançado após 60 horas de moagem. No intervalo entre 60 e 90 horas de moagem, observa-se um aumento no tamanho médio das partículas. De acordo com SURYANARAYANA, 2004 o nióbio e o cobre são metais dúcteis, o que os torna suscetíveis ao fenômeno de soldagem a frio. Esse processo ocorre durante a moagem de alta energia, quando as partículas sofrem sucessivas deformações plásticas e acabam aderindo umas às outras devido à alta pressão gerada nos pontos de contato. Com isso, formam-se aglomerados que dificultam a fragmentação do material, influenciando a distribuição do tamanho de partículas no sistema.

Além disso, a elevada energia mecânica do processo promove intensas colisões entre as partículas, aumentando sua tendência de aglomeração. Esse efeito faz com que partículas menores se recombinaem, resultando na formação de partículas de maior tamanho. Consequentemente, a moagem não se dá apenas por fratura e redução de tamanho, mas também por um equilíbrio dinâmico entre fragmentação e aglomeração, o que pode afetar a homogeneidade e as características finais do material.

Para complementar a análise da variação do tamanho médio de partícula em função do tempo de moagem, são apresentados a seguir os gráficos de distribuição granulométrica das amostras processadas (Figura 16). Enquanto os gráficos anteriores fornecem uma visão global da redução do tamanho médio das partículas ao longo do tempo, a distribuição granulométrica permite uma análise mais detalhada da dispersão dos tamanhos presentes em cada estágio do processo. Dessa forma, é possível observar não apenas a diminuição progressiva das dimensões das partículas, mas também a evolução da uniformidade da distribuição, evidenciando a eficiência da moagem e a formação de possíveis aglomerados ao longo do processamento.

Figura 16 – (a) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido a 3 horas de moagem, (b) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido a 15 horas de moagem, (c) – Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido a 30 horas de moagem, (d) - Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido a 60 horas de moagem, (e) Gráfico de distribuição granulométrica do pó compósito submetido a 90 horas de moagem



Fonte: O Autor, 2025

Conforme mostrado na Figura 16 (a), no estágio inicial da moagem (3 horas), a distribuição granulométrica ainda se apresenta bastante ampla, evidenciando a presença de partículas com uma grande variação de tamanhos. A curva acumulativa indica que uma parcela significativa do material permanece em faixas superiores a 100 μm , sugerindo que o processo de fragmentação está apenas começando. Além disso, observa-se um pico secundário, característico de uma distribuição bimodal, possivelmente resultante da coexistência de partículas já fragmentadas e outras ainda resistentes à moagem. Esse comportamento pode estar relacionado à elevada dureza dos materiais utilizados ou à tendência natural de aglomeração, comum nas fases iniciais do processamento mecânico.

Após 15 horas de moagem (Figura 16 b), nota-se um avanço expressivo na redução do tamanho das partículas. O deslocamento do pico principal para uma faixa inferior reflete uma distribuição mais fina em comparação ao estágio anterior. No entanto, ainda há uma fração de partículas maiores, possivelmente devido à resistência mecânica do material ou à re-aglomeração induzida pela alta energia das colisões entre as partículas e as esferas do moinho. Apesar disso, percebe-se uma melhoria na homogeneização do sistema, embora a persistência de partículas relativamente grandes possa influenciar nas propriedades finais do compósito.

Com 30 horas de moagem (Figura 16 c), a distribuição granulométrica torna-se ainda mais uniforme, com uma expressiva predominância de partículas inferiores a 10 μm . O estreitamento da curva sugere que o processo já atingiu um estágio avançado de eficiência, promovendo uma fragmentação mais controlada. Os picos da distribuição tornam-se mais bem definidos, indicando uma moagem mais homogênea. Esse resultado demonstra que a estrutura inicial do compósito foi significativamente reduzida, favorecendo a obtenção de um material mais refinado e distribuído de maneira uniforme.

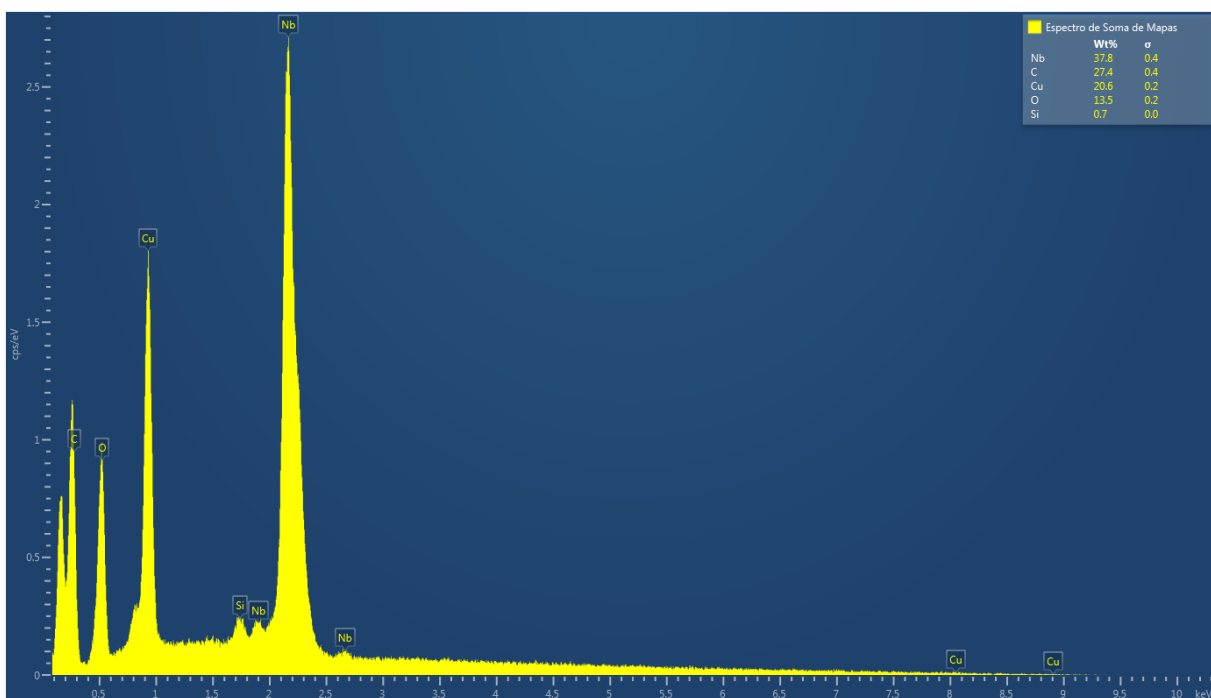
Ao atingir 60 horas de moagem, observa-se na Figura 16 (d) uma estabilização na redução do tamanho das partículas. A distribuição granulométrica se apresenta ainda mais estreita, revelando que a maior parte do material já se encontra dentro de uma faixa reduzida de tamanhos. As partículas de maiores dimensões praticamente desaparecem, evidenciando que o processo atingiu um alto grau de eficiência na fragmentação. Neste estágio, a moagem pode estar chegando a um limite natural, onde prolongar o tempo de processamento não resulta em reduções significativas adicionais no tamanho médio das partículas.

Por fim, após 90 horas de moagem, observa-se na Figura 16 (e) que a

distribuição granulométrica se torna ainda mais concentrada na região submicrométrica. No entanto, comparando-se com o estágio anterior, nota-se que não há mudanças substanciais, sugerindo que o material alcançou um equilíbrio entre fragmentação e re-aglomeração. O excesso de energia no sistema pode estar promovendo a recombinação de partículas ultrafinas, limitando a progressão da redução de tamanho. Dessa forma, tempos de moagem superiores a esse podem não proporcionar benefícios adicionais e, em alguns casos, até comprometer a dispersão do material, tornando a moagem excessiva um fator contraproducente.

Para verificar se houve a modificação da composição química das amostras após o processamento, foi realizado a espectroscopia de dispersão de elétrons (EDS). Todas as amostras do compósito Nb-Cu-C que foram submetidas ao processo de moagem apresentaram espectros parecidos, onde apresentaram os mesmos elementos que os constituíam, sendo eles o nióbio (Nb), cobre (Cu) e carbono (C). O espectro da amostra que foi submetida ao processo de moagem por 90 horas é apresentado na Figura 17.

Figura 17 – Espectroscopia eletrônica de varredura do material compósito Nb-Cu-C após 90 horas de moagem



Fonte: Do Autor, 2025

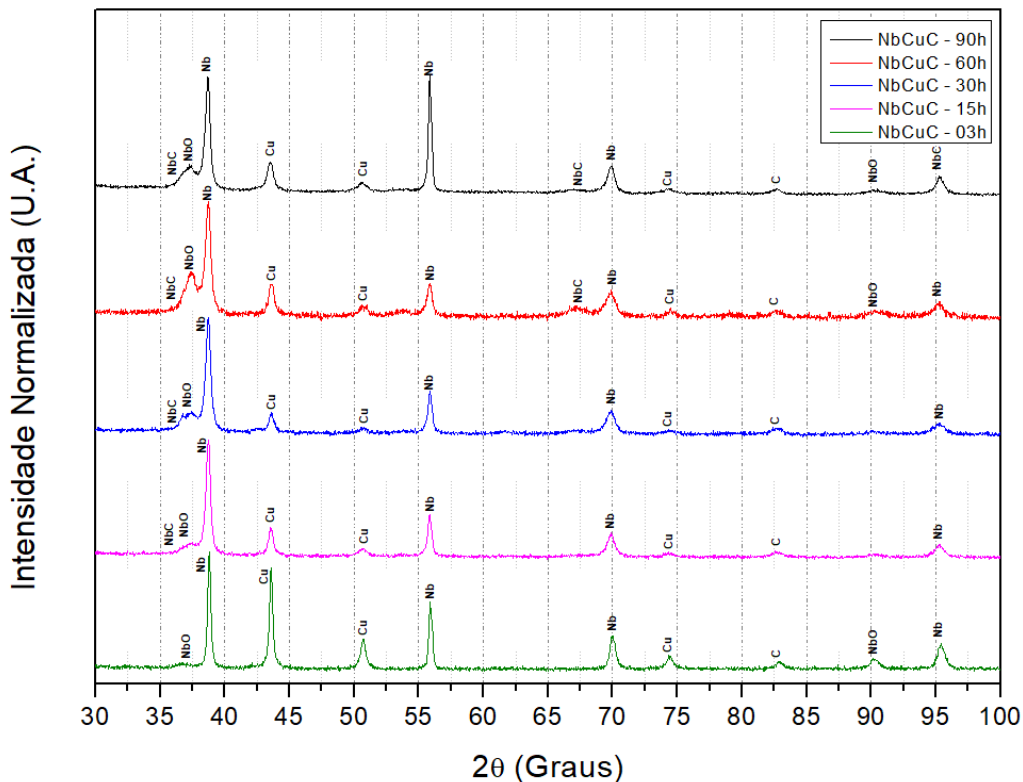
Os espectros de EDS indicaram a presença de silício (Si) na amostra do material compósito NbCuC. Essa impureza já estava presente no carvão ativado antes do processo de moagem, como evidenciado pelo EDS inicial do carvão pirolisado. No entanto, a presença contínua de Si no material compósito pode estar associada tanto à sua origem no carvão

ativado quanto ao desgaste do jarro e dos elementos moedores de ágata (SiO_2) durante o processo de moagem de alta energia. Esse desgaste é um fenômeno esperado devido aos intensos impactos mecânicos característicos da técnica, podendo contribuir para o enriquecimento da amostra com silício.

Além disso, o EDS do material compósito revelou uma quantidade expressiva de oxigênio (aproximadamente 13,5%), sugerindo a possível formação de óxidos durante o processamento. Análises posteriores confirmaram a presença de NbO e CuO na amostra, indicando que a moagem de alta energia, realizada em atmosfera não inerte, favoreceu a oxidação parcial do nióbio e do cobre. Esse resultado é coerente com a tendência do Nb e Cu a formar óxidos em condições de alta energia e exposição ao oxigênio, podendo influenciar as propriedades finais do compósito.

Em seguida, o material compósito foi submetido ao ensaio de Difração de raios X a fim de ser analisado a sua cristalinidade durante o processo de moagem. Com os resultados obtidos pela análise de DRX, ilustrados na Figura 18, é possível notar que, com o processo de moagem, houve uma alteração na altura e largura dos picos, onde alguns picos sofreram um alargamento e uma diminuição na intensidade apresentada, influenciando assim na cristalinidade do sistema. Isso pode ser observado principalmente nos picos pertencentes ao cobre que por ter menor valor de dureza quando comparado ao nióbio, acabou tendo sua cristalinidade mais afetada, demonstrando assim a eficiência do processo de moagem de alta energia sobre o cobre.

Figura 18 - Padrões de difração de raios X do pó compósito Nb-Cu-C durante os tempos de moagem 3h, 15h, 30h, 60h, 90h



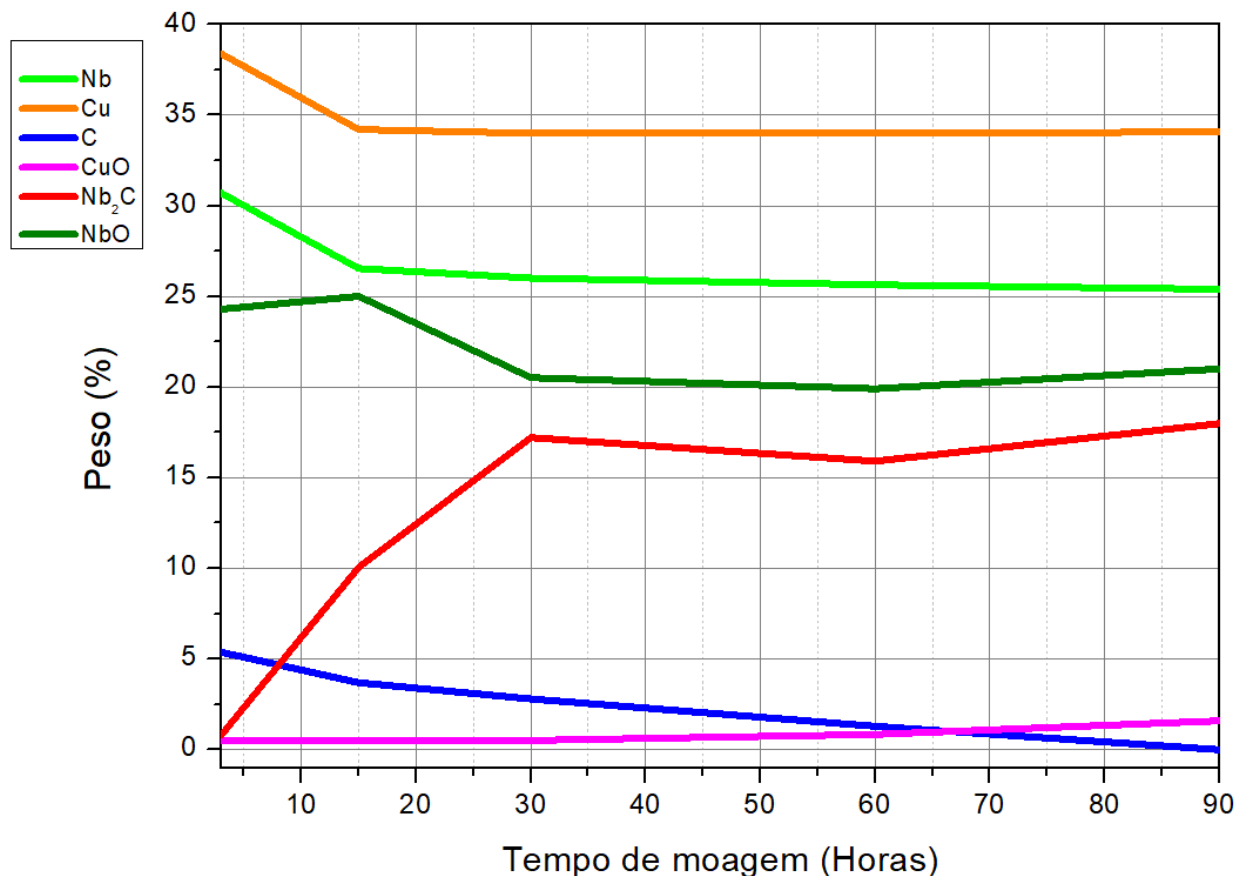
Fonte: Do Autor, 2025

Outro fato que vale evidenciar é que a intensidade dos picos de nióbio (Nb) não foi alterada com o passar do tempo de moagem mostrando o seu alto nível de cristalinidade após o processamento, este fato se dá devido a diferença de durezas entre o nióbio e o cobre, onde o cobre (Cu) que tem menor valor de dureza perdeu grande parte de sua cristalinidade.

Para acompanhar a evolução das fases presentes no material durante o processo de moagem de alta energia, foi utilizada a técnica de refinamento de Rietveld, permitindo diferenciar os picos dos microconstituintes, obter o tamanho de cristalito e determinar a porcentagem em peso de cada fase ao longo do tempo de moagem. O programa HighScore Plus foi empregado inicialmente para a identificação das fichas cristalográficas que apresentavam compatibilidade com os picos experimentais. Em seguida, o refinamento quantitativo foi realizado utilizando o software MAUD, que ajustou os espectros experimentais, fornecendo um refinamento preciso e apresentando os parâmetros de confiabilidade para cada espectro analisado. A partir dos refinamentos obtidos, foi possível determinar a evolução das fases presentes no material ao longo do processo de moagem, conforme apresentado no Anexo B.

Com o objetivo de investigar a evolução dos elementos constituintes (Nb, Cu e C) e a formação dos microconstituintes Nb_2C , NbO e CuO ao longo da moagem, foi realizada uma análise quantitativa das fases presentes. Os resultados revelam a transformação gradual dos elementos de partida e a formação de novas fases intermediárias e finais. Para melhor visualização desses dados, foi elaborado o Gráfico 3, que apresenta a variação da fração em peso (%) dos elementos e microconstituintes durante o tempo de moagem, permitindo compreender a dinâmica de reação e os mecanismos atuantes no sistema.

Gráfico 3 – Evolução da formação de microconstituintes em peso (%) no decorrer do processo de moagem de alta energia



Fonte: Do Autor, 2025

A análise do gráfico revela um comportamento típico de moagem reativa, onde os elementos iniciais são gradualmente consumidos para formar novas fases. A diminuição do teor de nióbio (Nb) e carbono (C) ao longo do tempo de moagem indica que esses elementos estão sendo consumidos na formação de Nb_2C e NbO. O cobre (Cu), por outro lado, apresenta uma redução inicial seguida por uma estabilização, sugerindo que sua participação em reações é limitada. Esse comportamento é característico de processos

de moagem de alta energia, nos quais as partículas sofrem refinamento, ativação mecânica e aumento da reatividade. Segundo Suryanarayana (2004), a moagem intensiva promove a difusão de átomos, resultando na formação de compostos intermetálicos e carbetos.

O carbono, inicialmente presente no sistema, apresenta uma redução progressiva ao longo do tempo de moagem. Esse comportamento indica seu consumo na formação de Nb₂C, reforçado pelo crescimento da fração deste microconstituente no gráfico. A formação do Nb₂C está diretamente relacionada ao aquecimento gerado pela moagem de alta energia. Devido à alta energia cinética das partículas e às intensas colisões entre elas, ocorre um aumento significativo da temperatura na superfície reativa do material. Esse aquecimento favorece a difusão dos elementos e a reação entre o nióbio e o carbono, promovendo a síntese in situ do NbC ao longo do tempo de moagem (SOPICKA-LIZER, 2010).

A curva do Nb₂C indica um crescimento progressivo até aproximadamente 30 horas de moagem, seguido de uma estabilização e posterior leve aumento. A formação inicial pode ser explicada pelo mecanismo de reação no estado sólido promovido pela moagem de alta energia, conforme descrito por Koch (1989). Esse mecanismo ocorre em três estágios principais: primeiro, a fragmentação e homogeneização mecânica, em que as partículas de Nb e C são refinadas e misturadas sob deformação plástica intensa; segundo, a reação no estado sólido assistida por difusão, onde a alta energia cinética do sistema induz a difusão do carbono na estrutura do nióbio, promovendo a formação da fase Nb₂C; terceiro, a estabilização e crescimento dos cristalitos, fase na qual os reagentes disponíveis começam a se esgotar, reduzindo a taxa de formação do Nb₂C. A estabilização observada na curva pode estar relacionada a essa limitação dos reagentes ou à saturação da reação. O leve aumento posterior pode ser atribuído à coalescência e recristalização das partículas, favorecida pela continuidade do processo de moagem e pela energia térmica residual no sistema.

O NbO apresenta um aumento inicial seguido de uma leve redução e posterior crescimento. Esse comportamento pode estar ligado à competição entre a formação de Nb₂C e a oxidação do nióbio metálico durante a moagem, especialmente se realizada em atmosfera não inerte. Estudos indicam que o Nb possui alta afinidade pelo oxigênio, formando NbO e Nb₂O₅ em condições oxidantes (SCHAFFER et al., 2012). No gráfico, observa-se a formação de NbO. Isso ocorre porque o oxigênio, devido à sua alta eletronegatividade, tende a formar compostos estáveis com metais de transição, como o nióbio. De acordo com Barin (1995) e Sopicka-Lizer (2010), a entalpia de formação do óxido

de nióbio é mais negativa que a do carbetos de nióbio, indicando que a reação de oxidação libera mais energia e resulta em produtos mais estáveis. Portanto, mesmo na presença de carbono suficiente para formar Nb_2C , a oxidação do nióbio é termodinamicamente favorecida.

A literatura indica que a presença de óxidos em materiais projetados para alta dureza é geralmente indesejável. Isso se deve ao fato de que óxidos, como o NbO com uma média de 800 HV, possuem dureza Vickers inferior quando comparados aos carbetos correspondentes, como o NbC que apresenta 2400 HV (TERTULIANO, 2021; VALERIANO, 2017). Essa diferença significativa implica que a formação de NbO no material pode reduzir sua dureza e, conseqüentemente, seu desempenho em aplicações que exigem alta resistência ao desgaste, como na produção de ferramentas de corte.

O CuO aparece em quantidade muito baixa e praticamente constante ao longo do processo. Como o Cu é menos reativo em comparação ao Nb , a formação de CuO ocorre de maneira limitada, possivelmente por uma reação superficial. Estudos indicam que o cobre tende a formar camadas finas de óxido que estabilizam sua superfície e dificultam uma oxidação mais pronunciada (HAUFFE, 1965).

Para minimizar os efeitos da oxidação e controlar o aquecimento excessivo do sistema, foi utilizado ciclo-hexano no processo de moagem. Esse solvente atua como meio resfriador, reduzindo a temperatura gerada durante as colisões intensas das partículas e impedindo a entrada de oxigênio na atmosfera da câmara de moagem. Segundo estudos prévios sobre moagem em meio líquido, a presença de um meio orgânico inerte auxilia na prevenção da oxidação de metais de transição e favorece a formação seletiva de compostos desejados, como os carbetos (SURYANARAYANA, 2004). Dessa forma, a utilização do ciclo-hexano teve um papel fundamental na redução da formação de óxidos indesejáveis, promovendo a síntese mais eficiente do NbC .

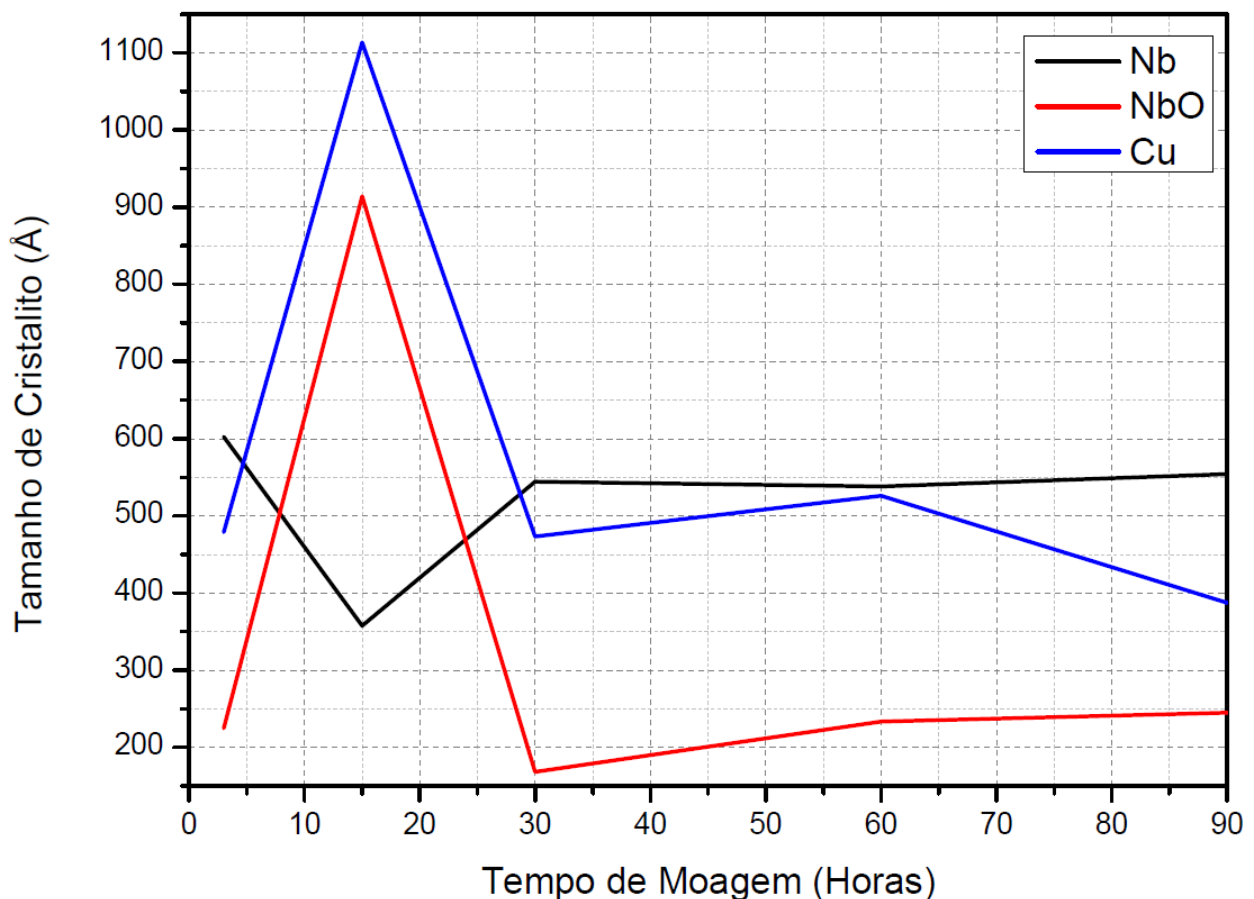
A moagem de alta energia promove intensos eventos de impacto e deformação plástica, favorecendo a formação dos microconstituintes NbC e NbO . O aumento da temperatura localizada durante a colisão das bolas do moinho pode induzir reações no estado sólido, conforme descrito por Benjamin & Volin (1974). Além disso, o Nb_2C se forma por reação difusional com o carbono, enquanto a formação de NbO pode estar associada à oxidação parcial do Nb metálico. A estabilização das fases ao longo do tempo de moagem sugere que a reação atingiu um equilíbrio dinâmico entre a formação e a fragmentação das partículas.

Em conclusão, o gráfico revela um comportamento típico de moagem

reativa, onde os elementos iniciais são gradualmente consumidos para formar novas fases. O Nb₂C se desenvolve como fase principal derivada da reação entre Nb e C, enquanto o NbO surge devido à oxidação do Nb. A estabilidade do CuO indica que sua formação é superficial e limitada. O uso do ciclo-hexano foi essencial para minimizar a oxidação e controlar o aquecimento do sistema, garantindo um ambiente mais favorável à síntese do Nb₂C. O processo demonstra um balanço entre difusão, ativação mecânica e oxidação, fatores amplamente descritos na literatura sobre moagem de alta energia (SURYANARAYANA, 2004).

Dando continuidade à análise, foi investigada a evolução do tamanho de cristalito das amostras ao longo do processo de moagem. Os dados obtidos foram organizados graficamente, permitindo visualizar essa variação, conforme apresentado no Gráfico 4 a seguir.

Gráfico 4 – Tamanho de cristalito durante o processo de moagem



Fonte: Do Autor, 2025

Observando o Gráfico 4, é possível identificar que, inicialmente, ocorre um crescimento no tamanho de cristalito pertencente ao óxido de nióbio e ao cobre. De acordo com ABBASCHIAN, 2009, esse efeito está relacionado ao aumento da temperatura

proveniente do atrito entre as partículas do compósito e os elementos moedores, o que promove um aumento da mobilidade atômica e favorece a coalescência dos cristalitos. Por outro lado, a moagem também induz deformações intensas e fragmentação no nióbio metálico, levando à diminuição do tamanho de cristalito do Nb. Esse efeito pode ser atribuído ao encruamento, que aumenta a densidade de defeitos cristalinos e favorece a fratura das partículas menores, comportamento comum entre metais dúcteis descrito por SURYANARAYANA, 2004.

Além disso, observa-se que a maior redução no tamanho de partícula do material ocorreu nas primeiras 30 horas de moagem, período no qual há uma deformação severa no material. Esse fenômeno está diretamente associado ao encruamento intenso nas horas iniciais do processo, que gera um aumento expressivo na densidade de discordâncias e outros defeitos cristalinos. Como consequência, o material se torna mais frágil, levando a sucessivas fraturas, o que contribui para a diminuição do tamanho de cristalito.

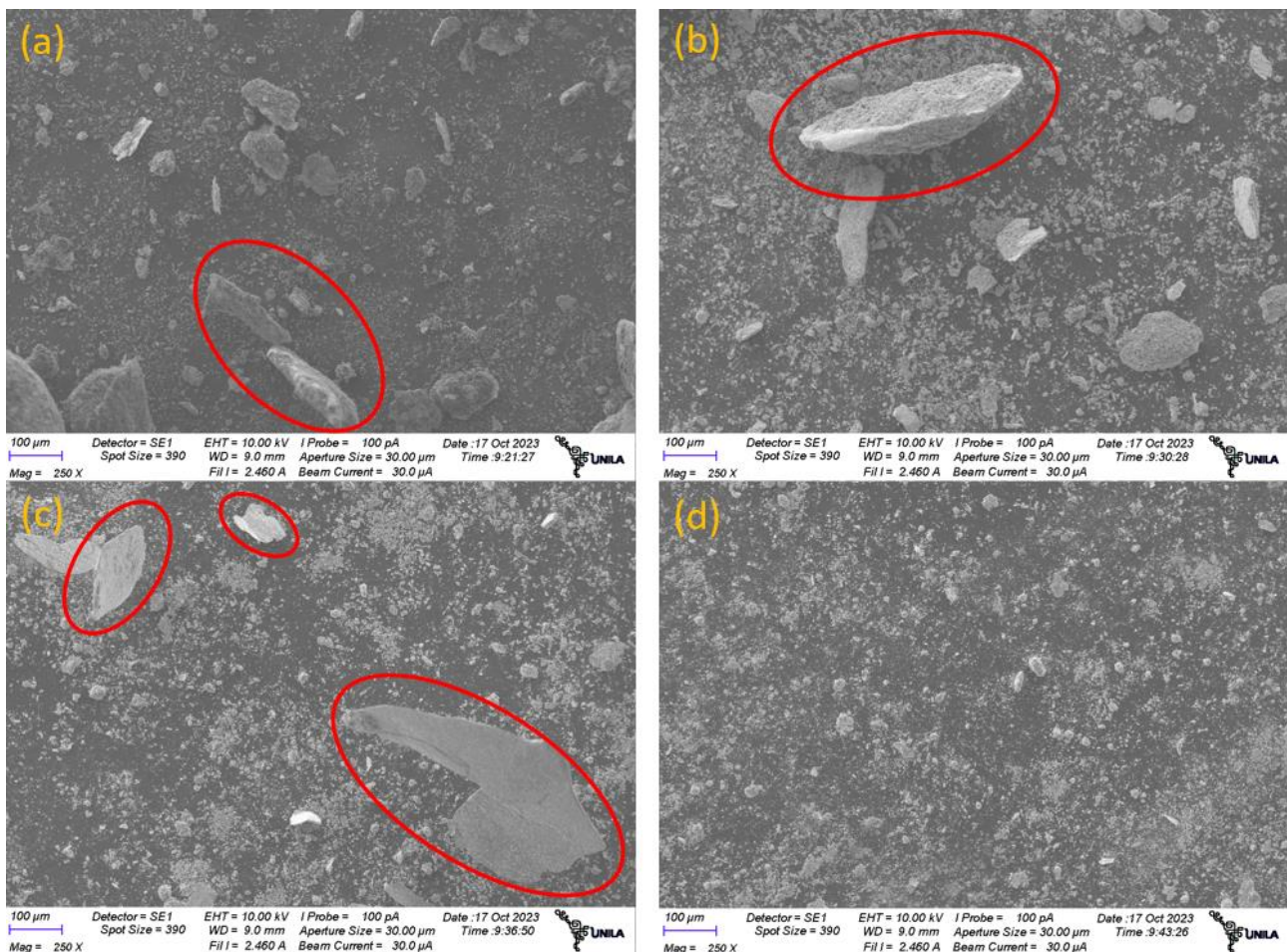
A moagem de alta energia é um método eficiente para o refinamento do tamanho de cristalito, pois promove a introdução de microdeformações na rede cristalina e leva à fragmentação progressiva das partículas (BEZERRA, 2008). À medida que a moagem continua, a fragmentação das partículas tende a se equilibrar com os mecanismos de recuperação dinâmica, resultando em uma estabilização do tamanho dos cristalitos. Em contrapartida, o leve crescimento do Nb nessa fase pode indicar um fenômeno de recuperação dinâmica ou recristalização parcial. Durante a moagem prolongada, a energia armazenada no material devido à deformação plástica pode ser liberada, permitindo a reorganização da estrutura cristalina e levando ao ligeiro aumento do tamanho dos cristalitos.

Por fim, a microscopia eletrônica de varredura foi realizada para investigar a morfologia dos pós processados e avaliar a evolução dos estágios de moagem. O propósito da varredura foi, além de averiguar o refinamento do Nióbio, cobre e carvão ativado, obter uma visão plena do efeito que o tempo de moagem exerce sobre o pó compósito.

Na Figura 19, é possível observar o mecanismo de fratura típico de um sistema dúctil-frágil, no qual o cobre, por ser dúctil, e o nióbio, considerado um material frágil, apresentam comportamentos distintos. Como esperado na análise morfológica desse tipo de sistema, ocorre a formação de placas devido à soldagem a frio, promovida pela deformação e pelos impactos durante a moagem. Com o aumento do tempo de

processamento, essas placas passam por encruamento, tornando-se progressivamente mais frágeis até se fragmentarem. Além disso, ao longo desse processo, partículas de carbeto de nióbio se impregnam nas fases dúcteis, contribuindo para a consolidação do material compósito.

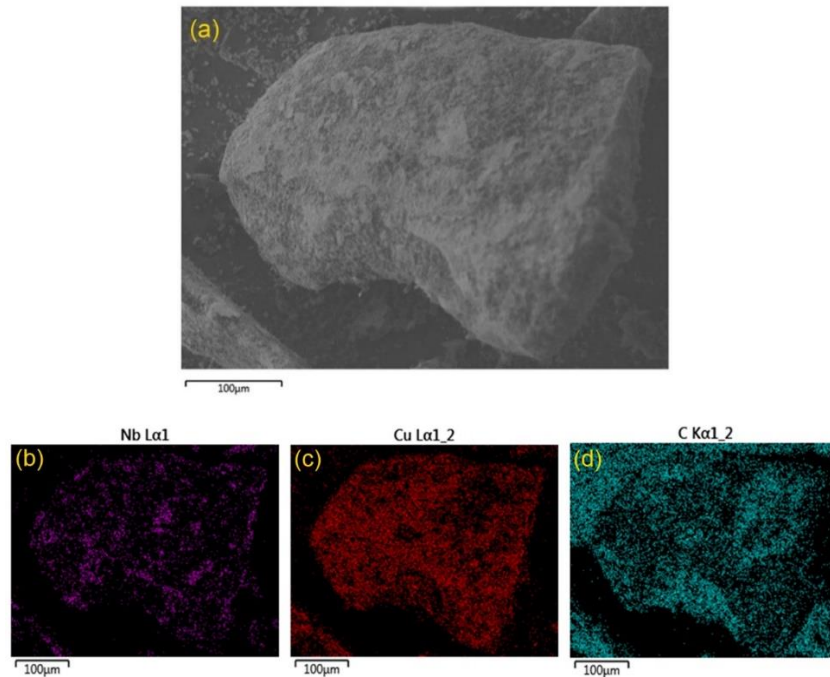
Figura 19 (a) – Micrografia do pó compósito submetido a 3 horas de moagem (b) Micrografia do pó compósito submetido a 15 horas de moagem, (c) Micrografia do pó compósito submetido a 30 horas de moagem, (d) Micrografia do pó compósito submetido a 60 horas de moagem



Fonte: Do Autor, 2025

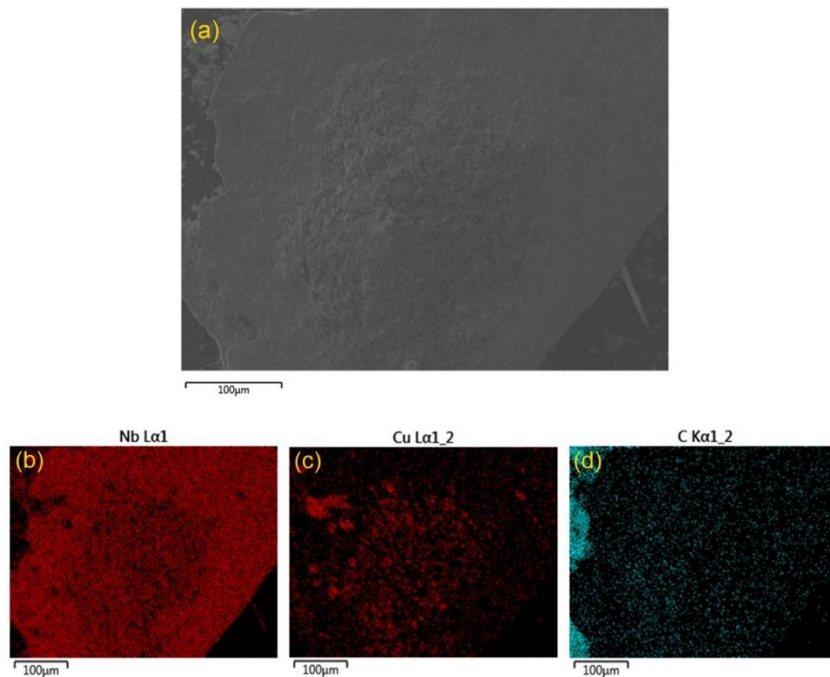
Para analisar a distribuição e homogeneização do pó compósito, foi realizada uma análise de EDS em conjunto com o MEV. Os resultados estão apresentados nas Figuras 20, 21 e 22, que mostram as micrografias e os mapeamentos dos elementos presentes nas amostras de Nb-Cu-C submetidas à moagem de alta energia.

Figura 20 (a) – Micrografia do pó compósito submetido a 3 horas de moagem (b) Análise de EDS mostrando a distribuição de Nióbio, (c) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre, (d) Análise de EDS mostrando a distribuição de Carbono



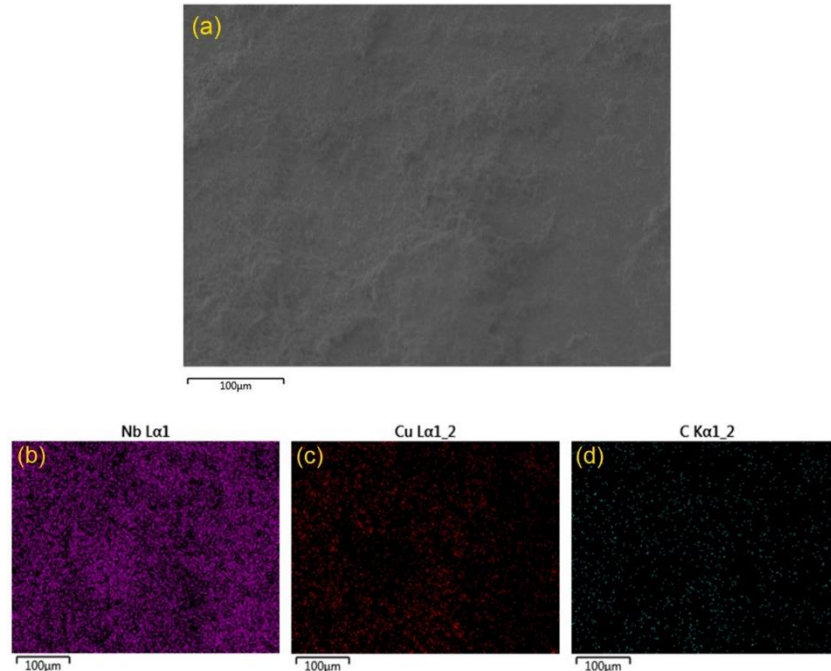
Fonte: Do Autor, 2025

Figura 21 (a) – Micrografia do pó compósito submetido a 30 horas de moagem (b) Análise de EDS mostrando a distribuição de Nióbio, (c) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre, (d) Análise de EDS mostrando a distribuição de Carbono



Fonte: Do Autor, 2025

Figura 22 (a) – Micrografia do pó compósito submetido a 60 horas de moagem (b) Análise de EDS mostrando a distribuição de Nióbio, (c) Análise de EDS mostrando a distribuição de Cobre, (d) Análise de EDS mostrando a distribuição de Carbono



Fonte: Do Autor, 2025

Nas Figuras 20, 21 e 22, é possível observar a evolução do pó compósito ao longo do processo de moagem de alta energia. A Figura 20 (a) mostra o estágio inicial da soldagem a frio, com o começo da formação de placas. Já as Figuras 20 (b, c e d) ilustram a incorporação de todos os elementos do pó compósito na estrutura da placa, evidenciando a progressão do processo de moagem.

Na sequência, a Figura 21 apresenta uma amostra submetida a 30 horas de moagem, destacando uma placa formada durante o processo. Pelas Figuras 21 (b, c e d), verifica-se que o nióbio, o cobre e o carvão ativado estão distribuídos na composição dessa placa.

Por fim, a Figura 22 corresponde a uma amostra moída por 60 horas, na qual não é mais possível identificar placas oriundas do sistema de fratura dúctil-frágil. No entanto, observa-se nas figuras 22 (b, c e d) que todos os elementos que compõem o pó compósito estão homogêneos ao longo da imagem, indicando uma boa dispersão e mistura do material.

6 - CONSIDERAÇÕES FINAIS

A conclusão deste estudo demonstrou que os objetivos foram atingidos, uma vez que a síntese mecânica de pós elementares de Nióbio, Cobre e Carvão ativado permitiu a obtenção do pó compósito de Nb-Cu-C e do microconstituente Nb₂C. Esses resultados evidenciam que a moagem de alta energia é uma estratégia eficiente para a mecanossíntese de materiais compósitos, além de favorecer a formação de microconstituintes específicos.

O processo de moagem reativa revelou um comportamento típico, no qual os elementos iniciais foram gradualmente consumidos para formar novas fases. Durante o trabalho, a evolução morfológica dos pós foi analisada por microscopia eletrônica de varredura e granulometria a laser, fornecendo informações sobre a evolução do tamanho e da forma das partículas ao longo das 90 horas de moagem. A transformação estrutural dos materiais foi acompanhada por difração de raios X, permitindo a identificação das fases formadas e a compreensão dos mecanismos envolvidos na síntese.

O Nb₂C emergiu como a fase principal, resultante da interação entre Nb e C, enquanto o NbO foi identificado como um subproduto da oxidação do Nióbio. A presença de CuO, por sua vez, indicou uma oxidação superficial e limitada do cobre. Esse balanço entre a difusão dos elementos, a ativação mecânica e os efeitos da oxidação influenciaram diretamente o desenvolvimento das fases finais. O uso do ciclo-hexano como agente processante foi fundamental para minimizar a oxidação e controlar o aquecimento do sistema, proporcionando um ambiente mais favorável à formação do Nb₂C. Ainda assim, a ausência de uma atmosfera inerte durante a moagem resultou em uma oxidação significativa da amostra, dificultando a conversão total do Nb em NbC. Esse fenômeno ocorre devido à competição entre a reação de oxidação do nióbio e a formação do carbetos, sendo a oxidação termodinamicamente mais favorecida.

6.1 - PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

Como propostas para trabalhos futuros para dar continuidade nesta linha de pesquisa, sugiro os seguintes tópicos:

- Realizar o processo de moagem do compósito Nb-Cu-C utilizando atmosfera controlada a fim de analisar quantitativamente a oxidação do material pós processamento.
- Realizar o processo de moagem do compósito Nb-Cu-C utilizando jarro e esferas de outro material a fim de analisar quantitativamente a eficiência do processo de cominuição do material compósito e as impurezas impregnadas no material pós processamento.
- Realizar o processo de sinterização do pó compósito a fim de estudar a dispersão do cobre em meio das partículas duras de nióbio e suas propriedades físicas após sinterizado.

REFERÊNCIAS

- ABBASCHIAN, REZA. ROBERT E. REED-HILL. **Physical Metallurgy Principles**. 4 ed. Cengage Learning. Stamford, 2009.
- ANDRADE, M. L. A.; et al. **Indústria do cobre - área de operações industriais**. BNDES, 1997.
- AZÊVEDO, HEYTOR VITOR SOUZA BEZERRA DE. **Metalurgia do pó aplicada na fabricação de ferramentas de corte: efeito da adição de WC e Co na sinterização e propriedades mecânicas da alumina**. 1. ed. UFRN. Natal, 2018.
- BARIN, IHSAN. **Thermochemical Data of Pure Substances**. Terceira edição. Institut für verfahrenstechnik, Alemanha, 1995.
- BENJAMIN, J. S.; VOLIN, T. E. **Mechanism of mechanical alloying**. Metalurgical Transitions, v. 5, 1974.
- BEZERRA P., GISLAINE. **Análise do efeito do tempo de Moagem de alta Energia no Tamanho de Cristalito e Microdeformação da rede cristalina do WC-Co**. UFRN. Natal - RN, 2008.
- BISH, D. L.; HOWARD, S. A. **Quantitative phase analysis using the Rietveld method**. Journal of Applied Crystallography, v. 21, 1988.
- CALLISTER, W.D. **Engenharia e Ciência dos Materiais, uma introdução**. 9 ed. McGraw-Hill, 2002.
- CARTER, C. B. NORTON, M. G. **Ceramic Materials / Science and Engineering**. Editora Springer. New York, 2007.
- CERNIAK, SAMUEL NOGUEIRA. **Estudo e desenvolvimento de um capacitor eletrolítico de nióbio**. UFRN – Natal, RN, 2011.
- CHIAVERINI, VICENTE. **Metalurgia do Pó, técnica e produtos**. 3 ed. Associação

Brasileira de Metalurgia e Metais. São Paulo, 1992.

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elements of X-ray Diffraction**. 3rd ed. New Jersey: Pearson, 2014.

DOS SANTOS, M. A. **A metalurgia do pó para produção de peças de alumínio na indústria metalúrgica**. 2018.

DE SOUZA. R. M. F. FERNANDES L. E. GUERRA W. **Nióbio**. Química nova na escola. Vol 35, pg 68-69. Fevereiro, 2013.

FERNANDES C.M., **Caracterização e processamento de pós de carboneto de tungstênio revestidos com aço inoxidável**. Universidade de Aveiro, Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro, Dissertação de Mestrado, 2002.

GROOVER, M P. **Fundamentals of modern manufacturing materials processes, and systems Wiley**. 4 ed. 2010.

GUUPTA, C. K.; UPADHYAYA, G. S. **Carbides and Nitrides: Production, Properties and Applications**. London: Chapman & Hall, 1999.

HAUFFE, K. **Oxidation of Metals**. Springer, 1965.

KLUG, H. P.; ALEXANDER, L. E. **X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials**. 2nd ed. New York: Wiley, 1974.

KOCH, C. C. **Materials Synthesis by Mechanical Alloying**. Annual Review of Materials Science, v. 19, p. 121-143, 1989.

MCDANIEL, C. L.; STUCKY, G. D. **Rietveld Refinement and Accuracy in Structure Determination**. Journal of Solid State Chemistry, v. 73, n. 1, p. 108-115, 1988.

MONTEIRO, ANDERSON DIAS. **Obtenção do compósito Nb-Cu via metalurgia do pó**. Universidade de Brasília, Faculdade Gama / Faculdade de tecnologia. Brasil. Brasília, 2016.

MORELHÃO, LUIZ SERGIO. **Computer Simulation Tools for X-ray Analysis**. Instituto de Física, Universidade de São Paulo - USP. São Paulo, Brasil, 2016.

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

MARQUES, BRUNO JOSÉ JORDÃO. **O aço inoxidável como ligante no metal duro**. Universidade de Aveiro, Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro, Dissertação de Mestrado, 2010.

RODRIGUES, A. F. HEIDER, M. FONSECA, D. S. **Cobre**. Departamento Nacional de produção Mineral – DNPM. Brasil. pg 216-235. Brasília-DF, 2009.

RODRIGUES. A. M. SILVA P. P. GUERRA W. **Cobre**. Química nova na escola. Vol 34, pg 161-162. Agosto, 2012.

PIMENTA, VINICIUS JUSTINO. **Otimização do processo de preparação e caracterização de cerâmicas do sistema Cu₂O e Cu₂O:Co₃O₄**. Dissertação (Mestrado em Física) - Universidade Federal de Alfenas, Alfenas/MG, 2021.

P. JÚNIOR. RUI FERNANDES. **Nióbio**. Departamento Nacional de Produção Mineral – DNPM. Brasil. Brasília-DF, 2009. 129-147p.

SAMPAIO, JOÃO ALVES. FRANÇA, SILVIA CRISTINA ALVES. BRAGA, PAULO FERNANDO ALMEIDA. **Tratamento de Minérios: Práticas Laboratoriais**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2007.

SANTOS, J. N. **Desenvolvimento de metais duros sem cobalto**. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p. 162. 1990.

SANTOS, NATANE MARTINIANO DOS. **Obtenção de carbeto de molibdênio (Mo₂C) nanoestruturado através de heptamolibdato de amônio por meio da reação gás-sólido a baixas temperaturas**. Monografia. UFRN. Natal, 2023.

SARTOR, BEATRIZ ALVES; RODRIGUES, EMILLY NAUANA MARQUES; et. Al. **Otimização do processo de moagem em moinho planetário**. Instituto Federal de Santa Catarina - Campus Criciúma. Criciúma, Santa Catarina, Brasil, 2022.

SCHÄFFER, J.; GROSS, S.; SCHMIDT, H. **High-energy milling in planetary mills: Investigations and application**. Journal of Materials Science, v. 47, 2012.

SILVA JUNIOR, JOSÉ FERREIRA DA. **Comportamento da adição do carbeto de nióbio (NbC) na matriz metálica do aço ferrítico 15Kh2MFA**. UFRN, Natal, RN, 2012.

SILVA JUNIOR, JOSÉ FERREIRA DA. **Estudo da síntese de pós compósito do sistema Ta-Cu**. UFRN, Natal, RN, 2008.

SOPICKA-LIZER, MALGORZATA. **High-energy ball milling Mechanochemical processing of nanopowders**. Cornwall, Reino Unido, 2010.

SURYANARAYANA, C. **Mechanical alloying and milling**. University of Central Florida. Orlando, FL, 2004.

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

TERTULIANO, A. J. O. **Consolidação do Carboneto de Nióbio (NbC) e compósitos por Spark Plasma Sintering (SPS): caracterização microestrutural e mecânica**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2021

VALERIANO, L. C. **Caracterização Microestrutural e Avaliação da Resistência ao Desgaste de Metais Duros WC-Ni**. Itajubá, 95 p. Tese (Doutorado em Materiais para Engenharia) - Instituto de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá. 2017.

WANG, X.; YU, P.; ZHU, M.; et al. **Influence of tantalum addition on the microstructure and properties of high-energy ball milled alloys**. Journal of Alloys and Compounds, v. 906, p. 164522, 2023.

YOUNG, R. A. **The Rietveld Method**. International Union of Crystallography. Georgia

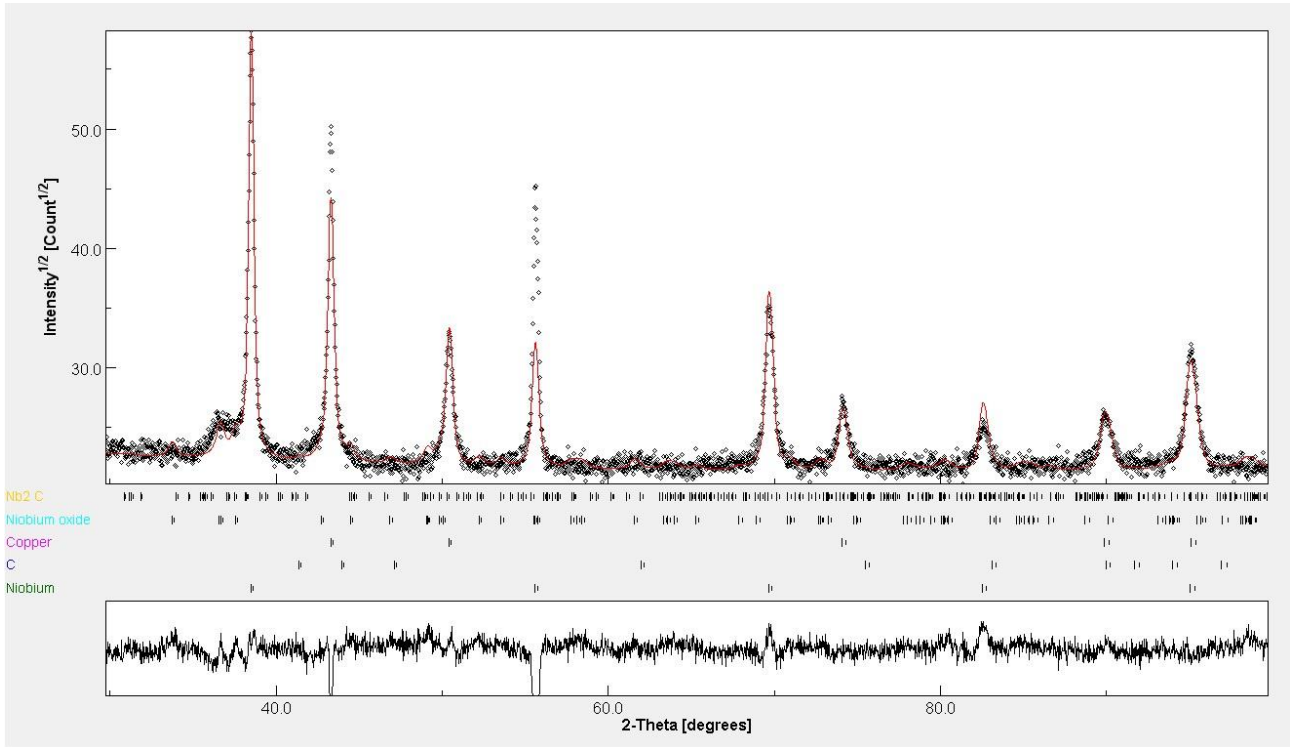
Institute of technology. Atlanta, 1995.

ZHANG, D. **Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling.** Progress in Materials Science, Elsevier, v. 49, n. 3-4, p. 537–560, 2004. Citado na página 4.

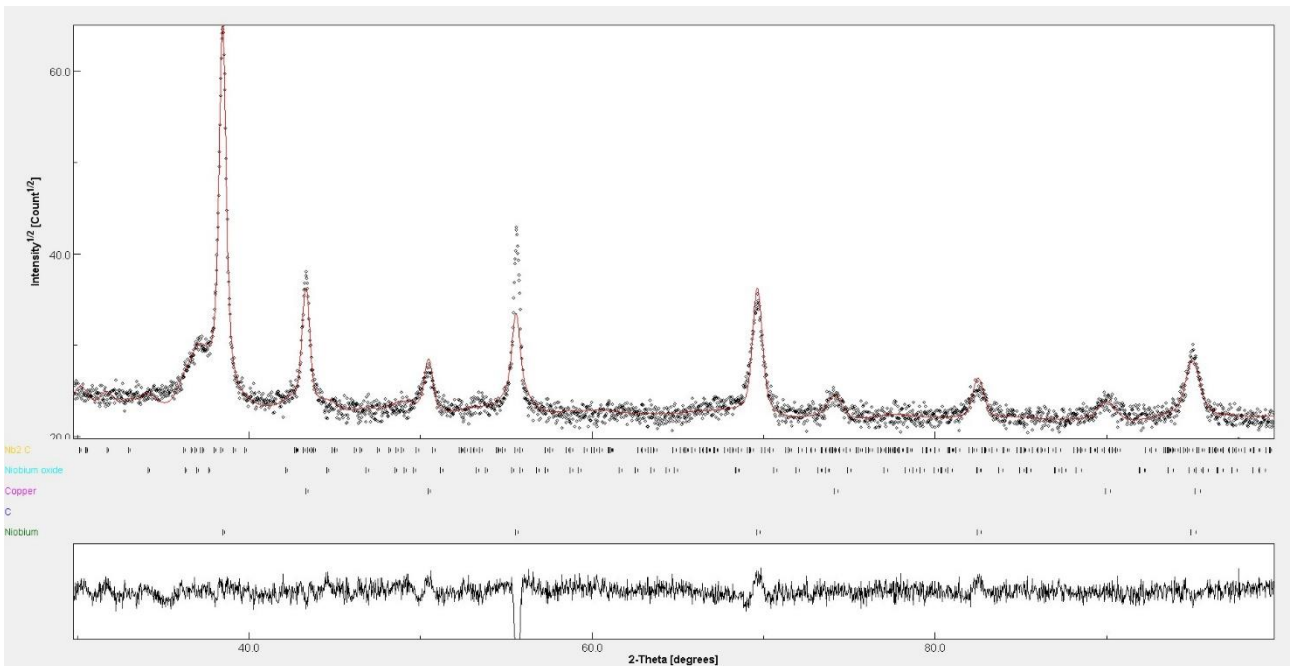
ANEXOS

ANEXO A – RESULTADO DO REFINAMENTO RIETVELT

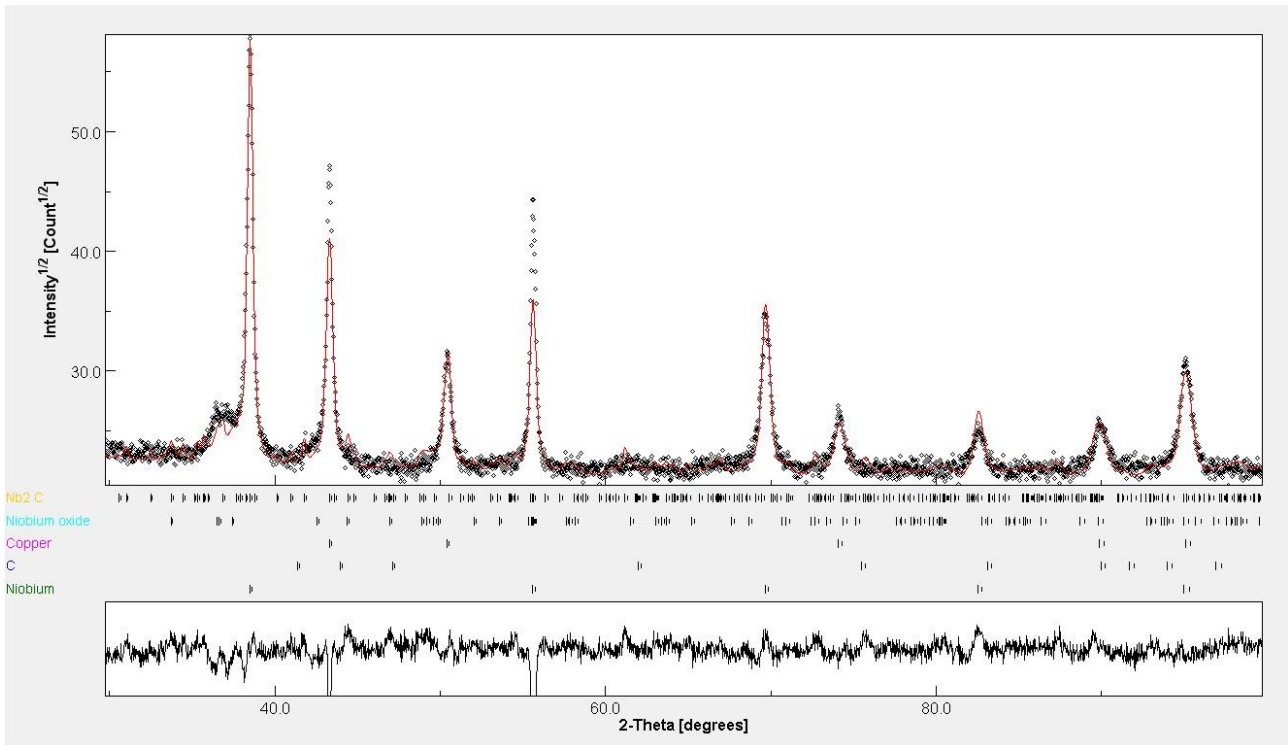
Refinamento Nb-Cu-C – 3 horas de moagem



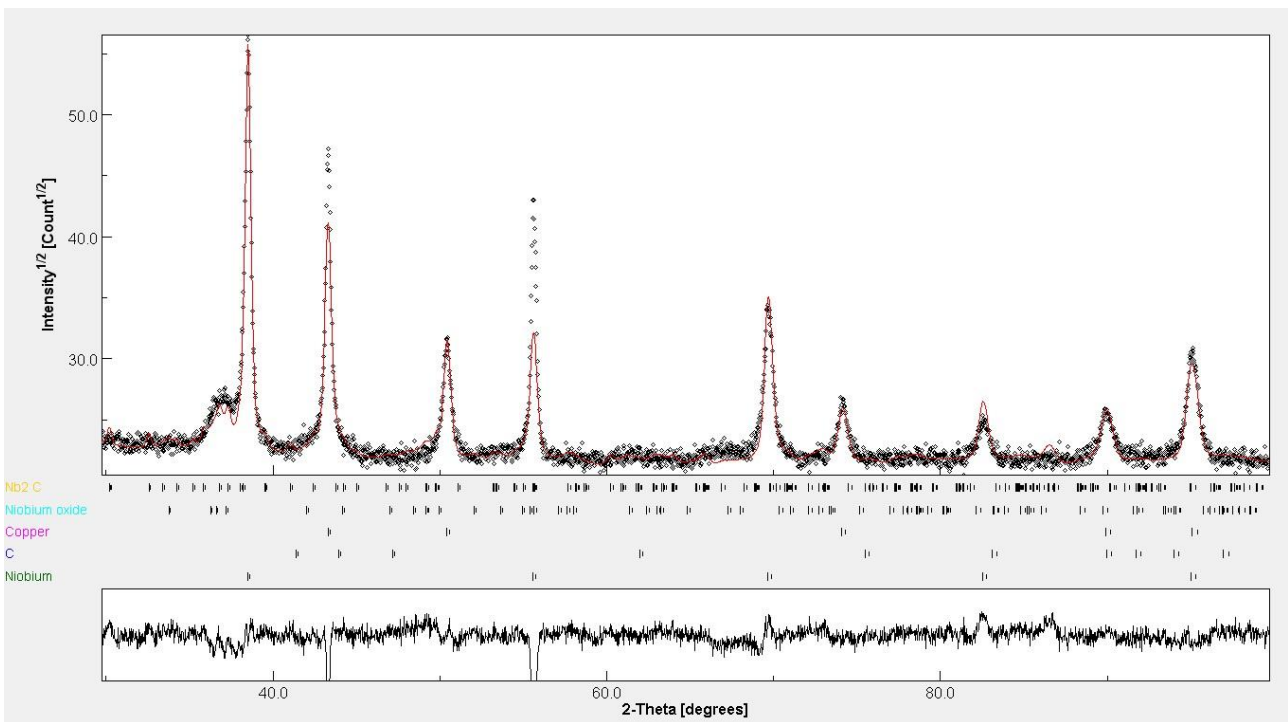
Refinamento Nb-Cu-C – 15 horas de moagem



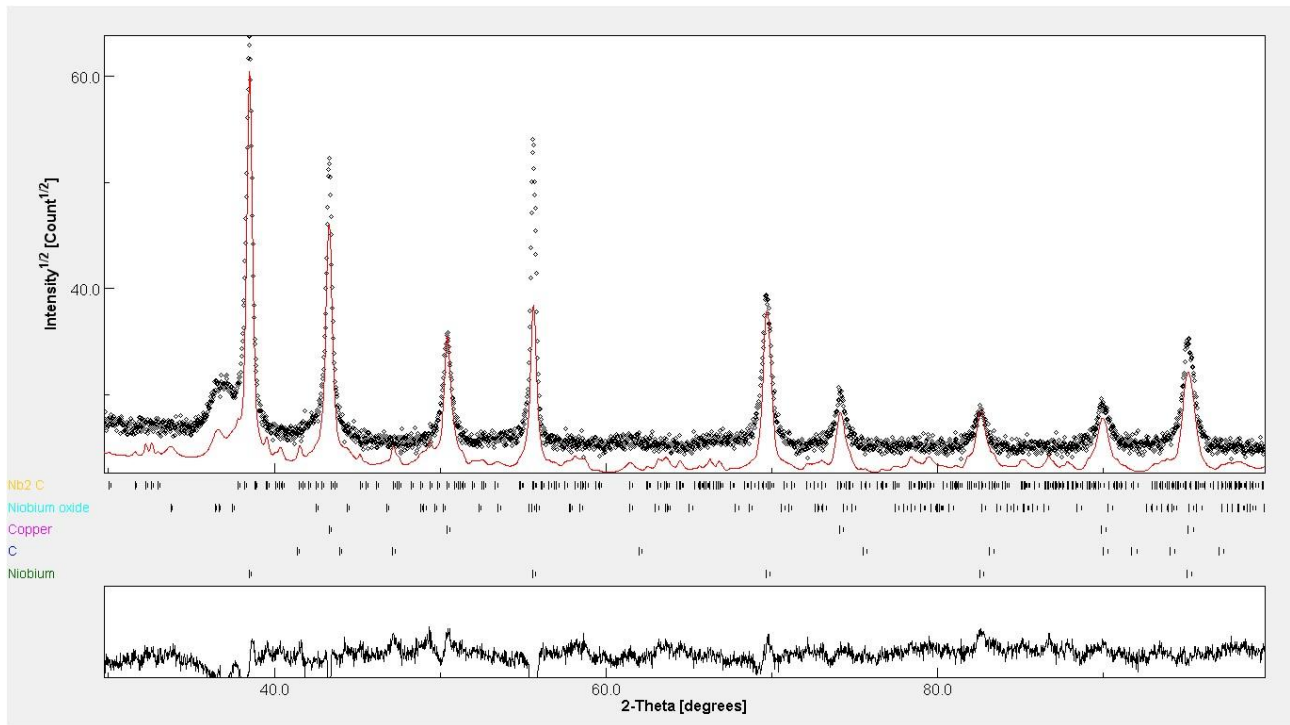
Refinamento Nb-Cu-C – 30 horas de moagem



Refinamento Nb-Cu-C – 60 horas de moagem



Refinamento Nb-Cu-C – 90 horas de moagem



Parâmetros de confiabilidade apresentados durante o refinamento de cada amostra em seu tempo

PARAMETROS DE CONFIABILIDADE				
AMOSTRA	Rb	Rwp	Rexp	σ
Nb-Cu-C 3hrs	3,9140	12,0976	6,5672	1,8421
Nb-Cu-C 15hrs	2,5834	11,6059	7,4631	1,5551
Nb-Cu-C 30 hrs	3,8104	12,5712	8,5718	1,4666
Nb-Cu-C 60 hrs	3,6794	13,0411	6,3025	2,0692
Nb-Cu-C 90 hrs	5,8588	19,3068	3,9736	4,8588