

**AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO DO PÓ COMPÓSITO DE AÇO INOXIDÁVEL 316L
COM ADIÇÃO DE CARBETO DE NIÓBIO ATRAVÉS DA MOAGEM DE BAIXA
ENERGIA**

Augusto Pazzini Félix

Foz do Iguaçu
2026



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

ENGENHARIA DE MATERIAIS

**AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO DO PÓ COMPÓSITO DE AÇO INOXIDÁVEL 316L
COM ADIÇÃO DE CARBETO DE NIÓBIO ATRAVÉS DA MOAGEM DE BAIXA
ENERGIA**

Augusto Pazzini Félix

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
2026

Augusto Pazzini Félix

**AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO DO PÓ COMPÓSITO DE AÇO INOXIDÁVEL 316L COM
ADIÇÃO DE CARBETO DE NIÓBIO ATRAVÉS DA MOAGEM DE BAIXA ENERGIA**

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

BANCA EXAMINADORA

Orientador: Prof. Dr. José Ferreira da Silva
UNILA

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

Prof. Dr. Rafael Drumond Mancosu
UNILA

Foz do Iguaçu, 03 de julho de 2026.

Dedico este trabalho a minha família, em especial aos meus pais, por toda ajuda, amor e carinho ao longo desses anos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente as duas pessoas que para mim dão a definição de bons pais, Arlindo e Cassia, obrigado por todo amor, carinho, ajuda e apoio que me deram ao longo da minha vida.

Em segundo lugar, agradeço a todos os professores do curso de Engenharia de Materiais da UNILA, em especial ao meu orientador José Ferreira, por todo conhecimento e experiências pessoais compartilhadas, das quais agregaram ao meu conhecimento do mundo da engenharia.

Em terceiro lugar agradeço especialmente aos meus colegas de curso, Adriel Thomas, Gustavo Campoi e Matheus Carriel, que estiveram comigo do começo do curso até o final, passando por todas as experiências de uma graduação juntos.

Agradeço também a todos os outros colegas que tive contato durante minha graduação, toda e qualquer vivência que tive com vocês agregaram em eu ser quem sou hoje.

Agradeço aos técnicos da UNILA por toda ajuda para utilizar os equipamentos disponíveis e aos ensaios realizados.

Por fim, agradeço ao pessoal do Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais (CMCM) da UTFPR de Curitiba, pela ajuda com os ensaios de DRX.

*“A tarefa não é tanto ver o que ninguém viu ainda, mas
pensar o que ninguém pensou sobre aquilo que todos
vêem”*

Arthur Schopenhauer

RESUMO

A metalurgia do pó é um método de processamento de materiais que consiste em três etapas, a obtenção dos pós, a compactação e a sinterização, dentre estas, a primeira etapa possui papel fundamental, pois a variação da morfologia, dureza e tamanho do pó tem impacto direto na força para compactação e na temperatura para a sinterização. Este trabalho avaliou a formação do pó compósito de Aço Inoxidável 316L e Carbetto de Nióbio através da moagem de baixa energia, avaliando os tempos de moagem de 2, 40 e 80 horas a úmido, com o fluido de ciclohexano, e 80 horas a seco. Os resultados em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) demonstraram que a partir das 40 horas de moagem já é possível observar a formação de placas encruadas a partir do pó, e às 80 horas é visualizado a quebra destas em partículas menores, porém sem a completa homogeneização das partículas. Para os resultados da Difração de Raios-X (DRX), foi possível confirmar a formação de martensita induzida por deformação, aumentando de acordo com o tempo de moagem, com cerca de 20% às 40 horas e 24% às 80 horas de moagem a úmido, a moagem a seco obteve a maior taxa de transformação, com cerca de 38% às 80 horas.

Palavras-chave: moagem de baixa energia; aço inoxidável 316L; carbetto de nióbio; difração de raios-x; metalurgia do pó.

RESUMEN

La metalurgia de polvos es un método de procesamiento de materiales que consta de tres etapas: la obtención de los polvos, la compactación y la sinterización. Entre estas, la primera etapa juega un papel fundamental, ya que la variación de la morfología, dureza y tamaño del polvo tiene un impacto directo en la fuerza de compactación y en la temperatura de sinterización. Este trabajo evaluó la formación del polvo compósito de Acero Inoxidable 316L y Carburo de Niobio mediante molienda de baja energía, evaluando los tiempos de molienda de 2, 40 y 80 horas en húmedo, con ciclohexano como fluido, y 80 horas en seco. Los resultados de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) demostraron que a partir de las 40 horas de molienda ya es posible observar la formación de placas acritudinas (o endurecidas por deformación) a partir del polvo, y a las 80 horas se visualiza la rotura de estas en partículas más pequeñas, aunque sin la completa homogeneización de las partículas. Para los resultados de Difracción de Rayos X (DRX), se pudo confirmar la formación de martensita inducida por deformación, aumentando según el tiempo de molienda, con cerca del 20% a las 40 horas y el 24% a las 80 horas de molienda en húmedo. La molienda en seco obtuvo la mayor tasa de transformación, con cerca del 38% a las 80 horas.

Palabras clave: molienda de baja energía; acero inoxidable 316L; carburo de niobio; difracción de rayos x; metalurgia de polvos.

ABSTRACT

Powder metallurgy is a material processing method that consists of three stages: powder obtaining, compaction, and sintering. Among these, the first stage plays a fundamental role, as the variation in powder morphology, hardness, and size has a direct impact on the compaction force and the sintering temperature. This work evaluated the formation of a 316L Stainless Steel and Niobium Carbide composite powder through low-energy milling, assessing wet milling times of 2, 40, and 80 hours using cyclohexane as the fluid, and dry milling for 80 hours. Scanning Electron Microscopy (SEM) results demonstrated that after 40 hours of milling, it is already possible to observe the formation of work-hardened flakes from the powder, and at 80 hours, the breakage of these flakes into smaller particles is visualized, although without complete homogenization of the particles. Regarding the X-Ray Diffraction (XRD) results, it was possible to confirm the formation of deformation-induced martensite, which increased with milling time, reaching about 20% at 40 hours and 24% at 80 hours of wet milling. Dry milling yielded the highest transformation rate, reaching about 38% at 80 hours.

Key words: low-energy milling; 316L stainless steel; niobium carbide; x-ray diffraction; powder metallurgy.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Eventos que acontecem durante o choque mecânico entre as esferas e o pó.	15
Figura 2 – Desenvolvimento da microestrutura durante a moagem de um sistema dúctil-frágil.	15
Figura 3 – Esquema da compactação de pós.	16
Figura 4 – Densidade à verde em função da compressão.	17
Figura 5 – Representação do processo de sinterização.	18
Figura 6 – Seis mecanismos de difusão que acontecem entre partículas.	18
Figura 7 – Diagrama Ferro-Cromo.	20
Figura 8 – Microestrutura típica do aço inoxidável ferrítico AISI 410S.	21
Figura 9 – Família dos aços inoxidáveis austeníticos.	22
Figura 10 – Microestrutura do aço inoxidável 410 temperado.	24
Figura 11 – Microestrutura do aço inoxidável duplex - a ferrita tem tonalidade clara, e a austenita escura.	25
Figura 12 – Diagrama de fases Nb-C. Há dois carbetos no sistema: NbC e Nb ₂ C.	26
Figura 13 – Esquema simplificado da difração de raios-x.	28
Figura 14 – Fluxograma da metodologia.	30
Figura 15 – Difratorômetro EMPYREAN.	31
Figura 16 – MEV Zeiss EVO MA10.	32
Figura 17 – Pesagem inicial das amostras.	32
Figura 18 – Jarro e esferas utilizados.	33
Figura 19 – Morfologia do pó de 316L (a) e pó de NbC (b).	35
Figura 20 – EDS do pó de 316L (a) e pó de NbC (b).	36
Figura 21 – Difratogramas de DRX dos pós partidas, NbC e Aço Inoxidável 316L, respectivamente.	37
Figura 22 – Morfologia da amostra 1 com ampliação de 500x, as ranhuras geradas pelas 2 h de moagem são circuladas em amarelo.	38
Figura 23 – EDS da amostra 1.	38
Figura 24 – Microscopia para a análise de EDS da amostra 1 com ampliação de 200x (a), abaixo seguem os mapas dos principais elementos do compósito, Ferro (b), Cromo (c) e Nióbio (d).	39
Figura 25 – Morfologia da amostra 2 com ampliação de 100x (a) e 2000x (b).	40

Figura 26 – EDS da amostra 2.	41
Figura 27 – Morfologia da amostra 3 com ampliação de 100x (a) e 2000x (b).	42
Figura 28 – EDS da amostra 3.	43
Figura 29 – Comparação entre a morfologia da amostra 1, 2 e 3, ampliação 500x.	43
Figura 30 – Morfologia da amostra 4 com ampliação de 100x (a) e 2000x (b).	44
Figura 31 – EDS da amostra 4.	45
Figura 32 – Comparação da morfologia da amostra 3 e 4, ampliação 1000x.	45
Figura 33 – Difrátogramas de DRX dos pós referentes às amostras 1, 2 e 3.	46
Figura 34 – Difrátograma de DRX do pó referente à amostra 4.	47
Figura 35 – Variação do tamanho de cristalito das amostras 1, 2 e 3.	48

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química (%) do aço inoxidável 316L.	23
Tabela 3 – Principais propriedades mecânicas do aço inoxidável 316L recozido.	23
Tabela 3 – Principais propriedades do carbeto de nióbio (NbC).	26
Tabela 4 – Materiais utilizados.	30
Tabela 5 – Categorização das amostras.	33
Tabela 6 – Porcentagem em peso das principais fases encontradas.	48

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

NbC	Carbeto de Níbio
ILATIT	Instituto Latino-Americano de Tecnologia, Infraestrutura e Território
UNILA	Universidade Federal da Integração Latino-Americana
DRX	Difração de Raios-x
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
CBMM	Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná
CMCM	Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
1.1 OBJETIVOS.....	13
1.2 JUSTIFICATIVA.....	13
2. ESTADO DA ARTE.....	14
2.1 METALURGIA DO PÓ.....	14
2.1.1 Moagem.....	14
2.1.2 Compactação.....	16
2.1.3 Sinterização.....	17
2.2 AÇOS INOXIDÁVEIS.....	19
2.2.1 Aços Inoxidáveis Ferríticos.....	20
2.2.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos.....	21
2.2.2.1 Aço Inoxidável Austenítico 316L.....	22
2.2.3 Aços Inoxidáveis Martensíticos.....	23
2.2.4 Aços Inoxidáveis Duplex.....	24
2.2.5 Aços Inoxidáveis Endurecíveis Por Precipitação.....	25
2.3 CARBETO DE NIÓBIO.....	25
2.4 COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA REFORÇADOS POR CARBETO DE NIÓBIO.....	26
2.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E O MÉTODO RIETVELD.....	27
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	30
3.1 MATERIAIS.....	30
3.2 MÉTODOS.....	31
3.2.1 Caracterização inicial dos pós.....	31
3.2.2 Moagem.....	32
3.2.3 Caracterização dos pós compósitos.....	34
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	35
4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE PARTIDA.....	35
4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS OBTIDOS PELA MOAGEM.....	37
5. CONCLUSÕES.....	49
5.1 PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS.....	50
REFERÊNCIAS.....	51
ANEXOS.....	55
ANEXO A - PARÂMETROS DE CONFIABILIDADE DO REFINAMENTO DE RIETVELD.....	55

1. INTRODUÇÃO

Para a produção de peças metálicas por metalurgia do pó é necessário conhecer os parâmetros da obtenção do pó, pois sua morfologia e tamanho das partículas são aspectos importantes para as próximas etapas. Em geral, pós metálicos podem ser obtidos através de diversas técnicas, como a atomização ou a cominuição mecânica, também chamada popularmente de moagem, sendo esta portadora de variáveis a serem controladas, por exemplo o tempo de moagem, o meio dela, dentre outros.

Sendo a primeira etapa da metalurgia do pó a obtenção do mesmo, a seguinte fase se refere a compactação dele em uma matriz com o formato final da peça para formação do corpo a verde, do qual irá para a etapa final, a sinterização. A sinterização consiste no aquecimento do corpo a verde até uma temperatura de cerca 70% da fusão do material, dessa maneira o pó compactado tende a se ligar e formar somente um corpo. Uma das vantagens de utilizar o método da metalurgia do pó é o menor gasto energético, visto que não é necessária energia suficiente para formação da fase líquida do material (ALMANGOUR, 2015).

Algumas características físicas podem ser exploradas pelas peças obtidas por metalurgia do pó, como a porosidade, da qual influencia a densidade do material. A porosidade pode ser controlada de acordo com os tamanhos de partículas utilizadas para formação do corpo a verde e sua sinterização. Outro aspecto importante é a capacidade de fazer várias formulações de pós, utilizando diferentes tipos de materiais, como neste trabalho que utilizará pós de aço inox inoxidável e carbetos de nióbio.

Os aços inoxidáveis recebem esse nome pela sua alta resistência à corrosão e oxidação, proveniente pela grande porcentagem de cromo (>12%) em sua composição, porém diferente do que as pessoas comumente acreditam eles não são 100% inoxidáveis, somente possuem resistência à corrosão e oxidação mais elevada em relação a outros materiais. São geralmente utilizados em objetos que aproveitam dessa característica e entram em contato com a água ou o corpo humano. É possível utilizá-los como matrizes de compósitos reforçados com materiais cerâmicos para aumentar suas propriedades mecânicas, porém a diferença de densidade entre os dois materiais pode gerar a não homogeneização das partículas, sendo assim, é possível utilizar o NbC pelo fato dele possuir uma densidade parecida com o aço e alta dureza (KAN et al., 2016).

Este trabalho tem como ênfase o estudo da formação do pó compósito de aço inoxidável 316L com Carbetos de Nióbio pela moagem de baixa de energia em

diferentes meios, a úmido e a seco, junto a visualização do tamanhos dos cristalitos e morfologia obtida durante o processo.

1.1 OBJETIVOS

OBJETIVO GERAL

Avaliar o efeito da moagem de baixa energia, a úmido e a seco, na formação do pó compósito de aço inoxidável 316L-Carbeto de Nióbio.

OBJETIVO ESPECÍFICO

- Produzir o pó compósito a partir do aço inoxidável 316L e o Carbeto de Nióbio.
- Avaliar a mudança microestrutural por DRX em diferentes tempos e meios da moagem.
- Avaliar as alterações morfológicas dos pós moídos em diferentes tempos e meios de moagem através da microscopia eletrônica de varredura.

1.2 JUSTIFICATIVA

O aprimoramento das propriedades de ligas metálicas e compósitos está sempre em alta, visto que o próprio desenvolvimento natural da tecnologia exige o acompanhamento das capacidades dos materiais, para que tenham qualidades específicas e atendam as mais diversas aplicações. Conhecer cada etapa e variáveis da produção do material é essencial para obtenção das propriedades finais e desejadas.

Sendo a escolha do material feita pelo fato do aço inoxidável 316L ser reconhecido dentro de áreas industriais pela sua capacidade de resistência à corrosão. A utilização do Carbeto de Nióbio como reforço escolhido para aumentar suas propriedades mecânicas e contra desgaste, junto ao fato do Brasil ser um dos maiores produtores de Nióbio do mundo.

2. ESTADO DA ARTE

2.1 METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó é um área da ciência que visa o estudo da produção de peças metálicas sem que haja a necessidade de atingir o ponto de fusão das mesmas, economizando energia, isso se dá por meio da compactação e sinterização de pós metálicos, com alta área superficial, em peças com formatos já definidos (ALMANGOUR, 2015). Outra vantagem está na seleção dos componentes, podendo atingir características físicas e químicas específicas, uma desvantagem está na produção de peças com pequenas dimensões.

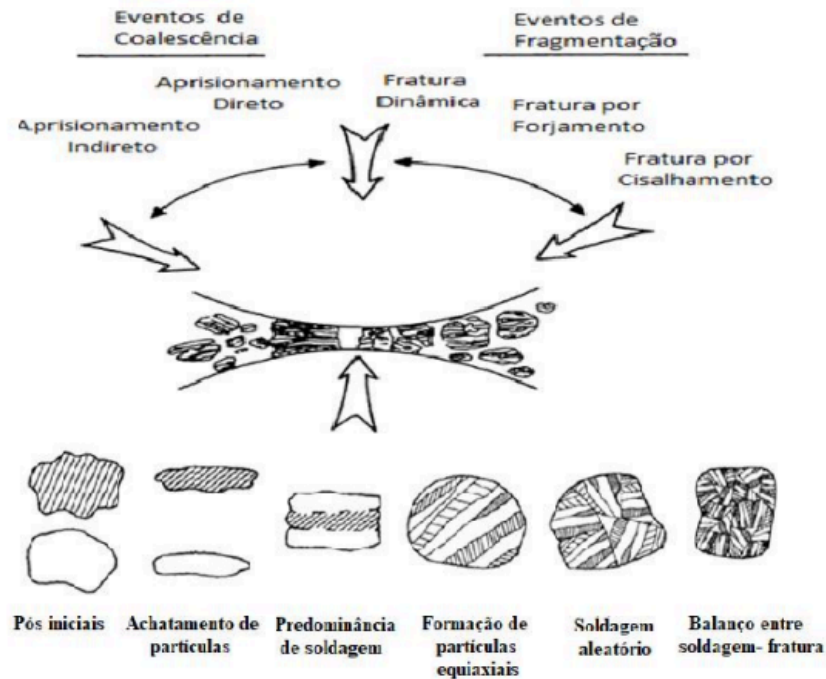
2.1.1 Moagem

Um dos processos físicos mais utilizados de obtenção de pós metálicos é a cominuição mecânica ou moagem, já que por ela é possível obter uma mistura bem homogênea e uma redução do tamanho de partícula específica para aplicações variadas. Nela é utilizado o choque mecânico entre partículas para ocorrer um mecanismo simultâneo de “soldagem” e “fratura” nas partículas do pó dentro do jarro de moagem (SURYANARAYANA, 2001).

Há três comportamentos dos metais e ligas que podem impactar o processamento da moagem a alta energia, o comportamento dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil.

No sistema dúctil-dúctil, o choque mecânico entre as esferas do moinho e as partículas dúcteis, acaba fazendo com que as partículas fiquem achatadas e sofram sucessivas soldagens a frio, seguido pelo encruamento e fraturas. É possível utilizar um agente controlador de processo (ACP's) para reduzir o efeito das soldagens a frio dos materiais dúcteis, os ACP's mais comuns são o ácido esteárico, metanol e tolueno (MENDONÇA, 2018).

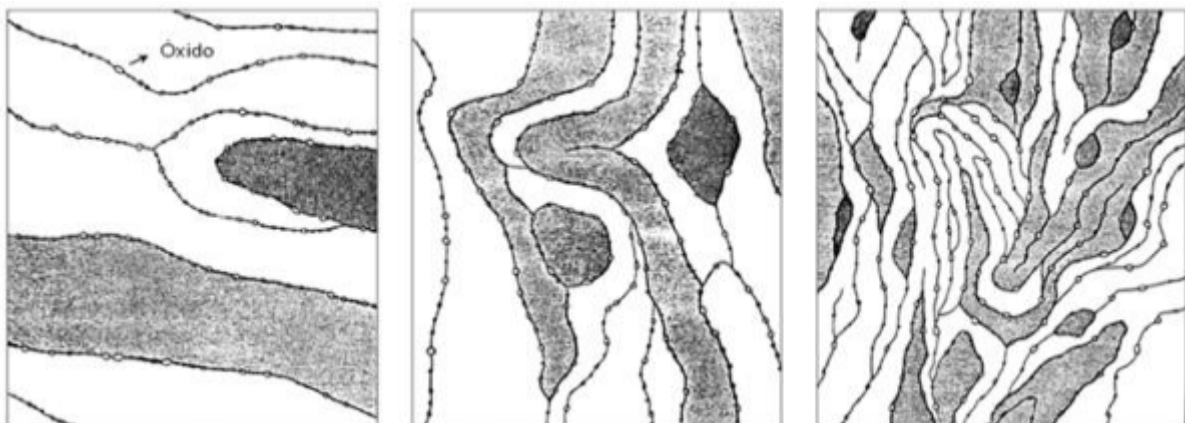
Figura 1 - Eventos que acontecem durante o choque mecânico entre as esferas e o pó.



Fonte: (MURTY; RANGANATHAN, 1998).

No sistema dúctil-frágil, as partículas dúcteis acabam se tornando achatadas, pelo choque com as esferas, já as partículas frágeis, como óxidos, ficam fragmentadas e espalham-se na superfície das partículas achatadas, com o passar do tempo as partículas frágeis acabam se aprisionando, em forma de lamelas, entre as dúcteis, devido ao choque entre elas (MENDONÇA, 2018).

Figura 2 - Desenvolvimento da microestrutura durante a moagem de um sistema dúctil-frágil.



Fonte: (SURYANARAYANA, 2001).

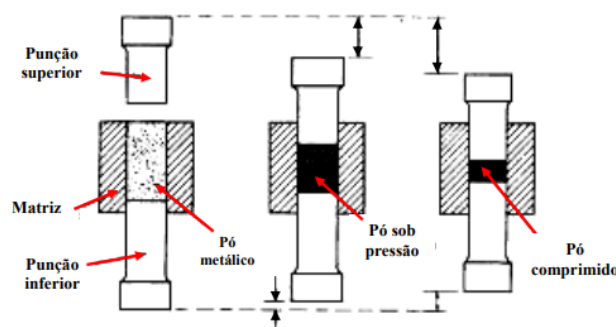
No sistema frágil-frágil, acaba acontecendo o mesmo processo que no sistema dúctil-frágil, as partículas mais frágeis acabam se espalhando entre as superfícies das partículas menos frágeis, porém há um limite do tamanho de partícula, chamado de limite de cominuição, que é possível se obter nesse sistema, visto que conforme as partículas ficam menores elas acabam adquirindo o comportamento de partículas dúcteis (SURYANARAYANA, 2001).

O processo de moagem também possui diversas variáveis que determinam a qualidade do pó obtido, como o tipo de moinho, o tempo e velocidade de moagem, o material das esferas e a atmosfera de moagem (SURYANARAYANA, 2001).

2.1.2 Compactação

A compactação é o processo seguinte ao da moagem, onde, por meio da prensagem, é dado formato da peça final ao pó. O processo se dá por conta de uma matriz, no formato do qual se quer obter a peça final, e com o pó dentro, ela sofre ações de forças, a mais comum é a uniaxial, para a compactação e obtenção do corpo à verde (WITKOWSKI, 2018). Há alguns fatores que afetam a compactação, como o tipo de prensa, a matriz, o método de prensagem, a força de prensagem e o tipo de lubrificante utilizado nas paredes da matriz, podendo ser sólido ou líquido (MENDONÇA, 2018).

Figura 3 – Esquema da compactação de pós.

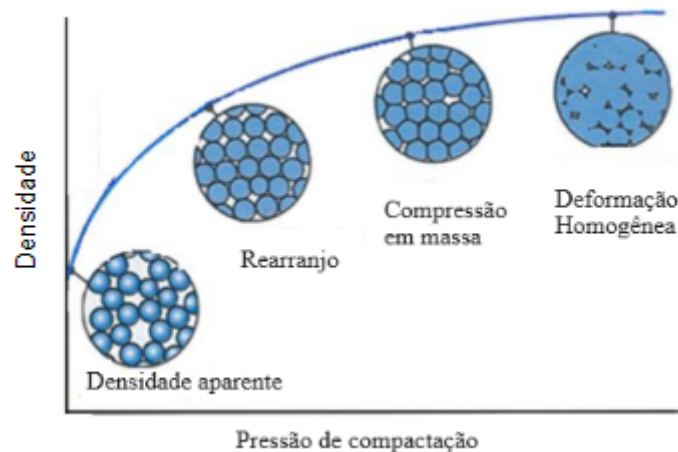


Fonte: (MENDONÇA, 2018).

O comportamento do pó quando submetido a compressão pode ser dividido em três etapas. Sendo a primeira etapa a realocação das partículas do pó para os vazios formados no amontoado de pó. Na segunda etapa ocorre a deformação plástica das partículas, pelo choque delas entre si, visto que não há vazio entre elas para a

realocação, nesta etapa a ductilidade do material define a profundidade da deformação plástica. A terceira etapa consiste da quebra das partículas em partículas menores devido ao encruamento sofrido nas etapas anteriores. Geralmente as três etapas acontecem ao mesmo tempo (CHIAVERINI, 1992).

Figura 4 - Densidade à verde em função da compressão.



Fonte: Adaptado (ALMANGOUR, 2015).

2.1.3 Sinterização

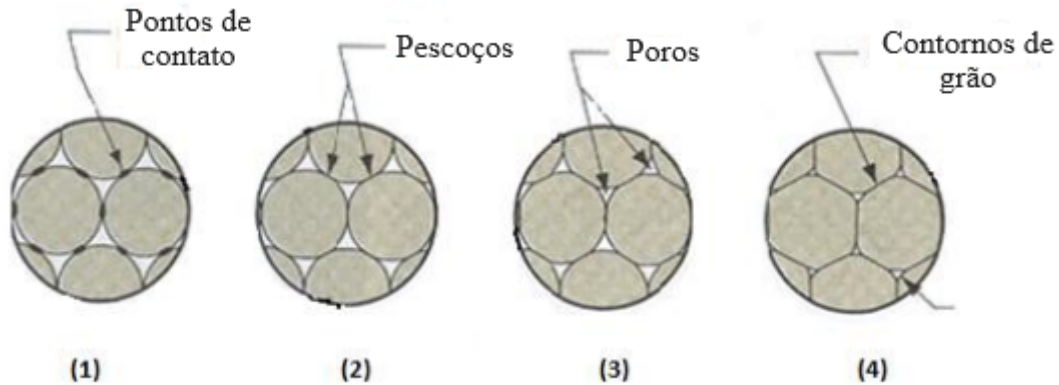
A sinterização, etapa final do processo de metalurgia do pó, consiste no aquecimento do corpo à verde em determinada temperatura, que deve ser inferior a de fusão do material, para que ocorra a difusão atômica entre as partículas, e gere pescoços de ligações entre as partículas, eliminando os vazios, e fazendo com que a peça adquira resistência mecânica e maior densidade.

Fatores como o tamanho de partícula e compactação influenciam na etapa de sinterização, visto que ela começa com a ligação entre a área de contato das partículas por difusão, dessa maneira, conforme menor for o tamanho de partícula, maior será a área superficial de contato entre elas e menor a porosidade, acarretando numa menor temperatura de sinterização (ALMANGOUR, 2015).

Há três estágios pelos quais as partículas passam no processo de sinterização, chamados de estágio inicial, intermediário e final. O estágio inicial é marcado pelo crescimento rápido das partículas por difusão, gerando os empescoamento e densificando. O estágio intermediário é caracterizado pela grande diminuição na quantidade de poros, gerado pela densificação do material compactado. O estágio final é

atingido quando os poros começam a ser fechados pelos contornos de grão, gerando uma diminuição gradual da porosidade (MENDONÇA, 2018).

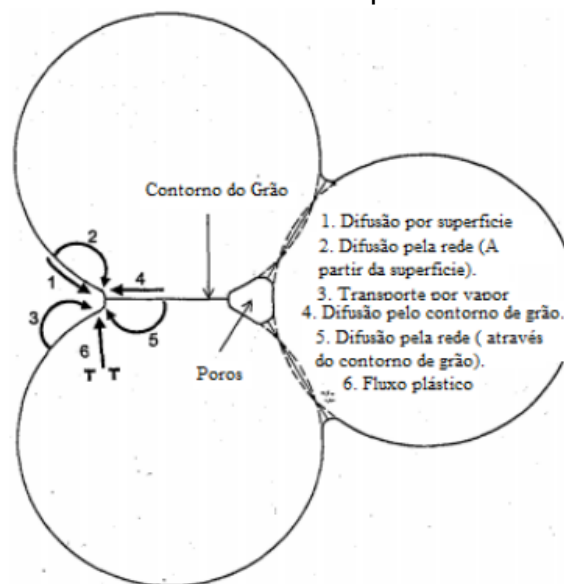
Figura 5 – Representação do processo de sinterização.



Fonte: Adaptado (ALMANGOUR, 2015).

Existem pelo menos seis maneiras das quais as difusões acontecem no processo de sinterização para materiais policristalinos, porém, entre eles existem os de não densificação e os que densificam os materiais. São importantes para estudo, pois quando ocorrem acabam reduzindo a curvatura da superfície do pescoço, atrapalhando na redução dos poros e densificação.

Figura 6 – Seis mecanismos de difusão que acontecem entre partículas.



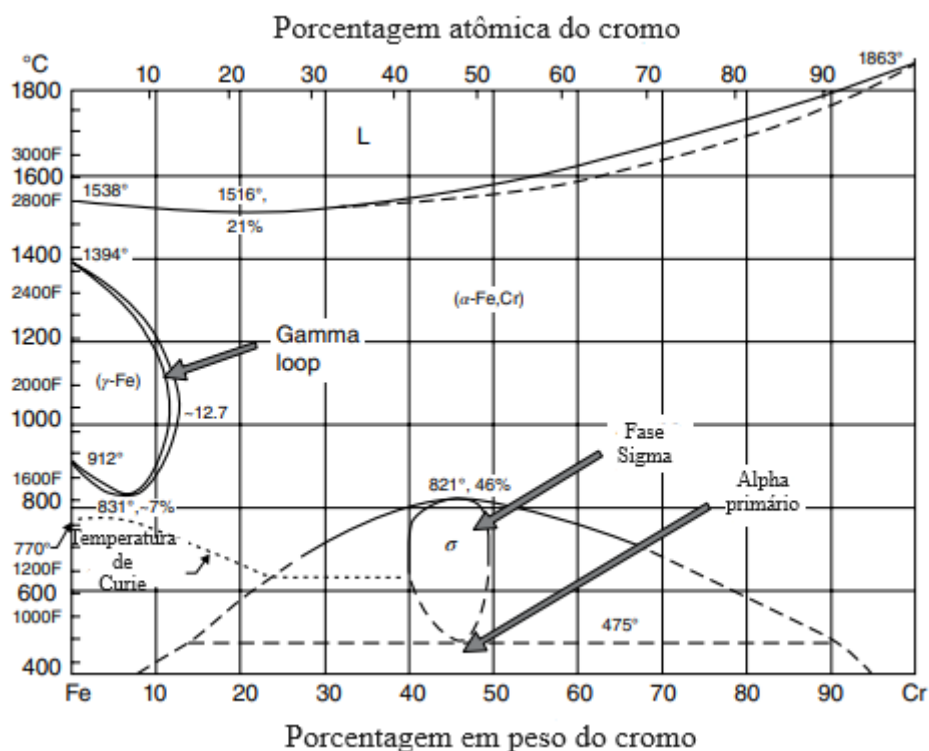
Fonte: (MENDONÇA, 2018).

Os mecanismos de difusão por superfície, difusão pela rede e transporte por vapor, são chamados de mecanismo de não-densificação, pois formam pescoços sem gerar a densificação da peça. Os mecanismos de difusão no contorno de grão e difusão da rede do contorno de grão são aqueles que acontecem para densificação em pó cerâmico. O último, o escoamento plástico por movimento de deslocamento, é aquele que acontece para formação de pescoços e densificação dos pós metálicos (MENDONÇA, 2018).

2.2 AÇOS INOXIDÁVEIS

Há cinco classificações de aços inoxidáveis, sendo quatro classificados de acordo com sua microestrutura, sendo eles: os ferríticos, austeníticos, martensíticos, duplex e, o último, os endurecíveis por precipitação, que são classificados pelo tipo de tratamento térmico que recebem. Em geral, são ligas ferrosas que apresentam no mínimo 12% de cromo, do qual dá a liga umas das suas principais propriedades, a alta resistência à corrosão, pelo fator da formação de um filme contínuo de óxido de cromo para proteger a peça na superfície. A adição de outros elementos de liga dão aos aços inoxidáveis novas propriedades, mudando sua microestrutura, e, conseqüentemente, novas aplicações (PHILLIPS, 2016).

Para estudo das formações das fases dos aços inoxidáveis, é utilizado o diagrama Fe-Cr, nele é possível notar a solidificação da fase ferrítica a partir de 12% de cromo, enquanto a fase austenítica, na região do diagrama chamada de *gamma loop*, é formada com valores inferiores a 12%, sendo possível expandi-lá pela adição de carbono. A fase martensítica é formada pela aplicação de um resfriamento rápido no aço inoxidável enquanto estiver na fase austenítica do *gamma loop*. Também nota-se a formação das fases sigmas e alpha secundário, dos quais são indesejáveis pois fragilizam o material (PHILLIPS, 2016).

Figura 7 – Diagrama Ferro-Cromo.

Fonte: Adaptado (PHILLIPS, 2016).

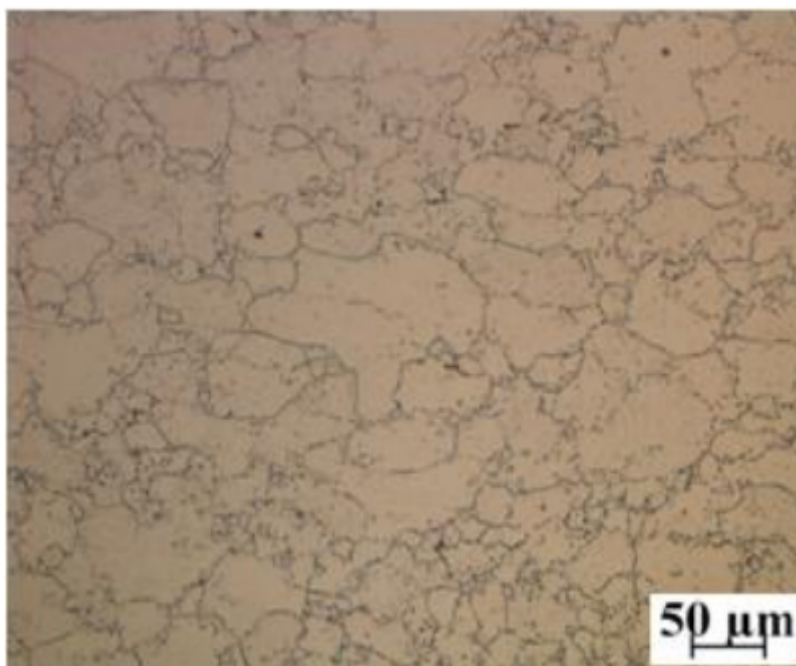
2.2.1 Aços Inoxidáveis Ferríticos

Os aços inoxidáveis ferríticos recebem esse nome por sua microestrutura predominante, a ferrita, que possui a estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). Contém um teor relativamente alto de cromo e baixo de carbono, assim não ocorre a formação da austenita. Possuem boa resistência à corrosão sob tensão, corrosão por pite e corrosão por frestas. Acabam sendo mais baratos em relação ao austenítico, por não possuírem níquel (KOTECKI; LIPPOLD, 2005).

Em geral, não há a formação de austenita nos aços inoxidáveis ferríticos, pois possuem teores de cromo e carbono suficientes para evitar a formação da austenita, dessa forma, acabam não sendo submetidos a tratamentos térmicos para aumentar a dureza (PHILLIPS, 2016).

Possuem temperatura de trabalho limitada a 475 °C, pois acima dela é possível a formação da fase sigma e alpha secundária, que o fragilizam, dessa forma sua aplicação estrutural e em ambientes que exigem alta temperatura são negligenciadas, terminando assim, sendo utilizados para fabricação de utensílios domésticos e algumas peças automotivas (SOUSA, 2021).

Figura 8 – Microestrutura típica do aço inoxidável ferrítico AISI 410S.



Fonte: (SOUSA, 2021).

2.2.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos recebem esse nome por sua microestrutura predominante, a austenita, que possui a estrutura cúbica de face centrada (CFC). O principal elemento adicionado a esta liga é o níquel, pois ele serve como estabilizador da fase austenítica, há também a possibilidade de utilizar o manganês ou nitrogênio para esta finalidade, dessa forma há cinco subdivisões para a liga, sendo elas: Cr-Mn, Cr-Ni, Cr-Ni-Mo, alta performance e resistentes a altas temperaturas, e em geral são os tipos mais utilizados de aços inoxidáveis (SILVA, 2010).

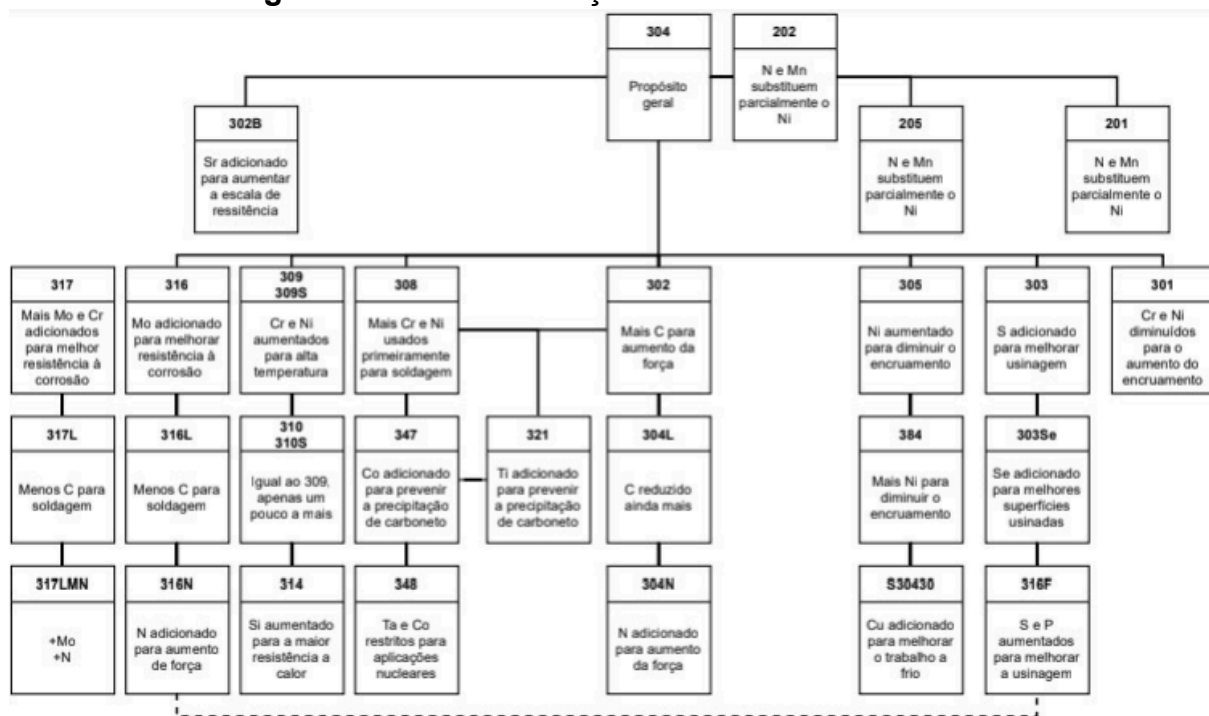
A adição de níquel, além de servir como estabilizador da fase austenítica, também aumenta os valores de resistência à corrosão, porém ele possui um alto valor de mercado, inviabilizando a produção de peças com um alto teor, sendo assim, é possível substituí-lo por manganês ou nitrogênio, a fim de diminuir o preço de fabricação da peças (HOFFMAN, 2023).

Como o níquel é responsável pela estabilização da fase austenítica, esse tipo de aço inoxidável também não pode ser endurecido por tratamento térmico, dado a temperaturas negativas necessárias, a não ser que haja a adição da quantidade necessária de carbono para isso, entretanto pode ser realizado o encruamento por trabalho a frio para aumentar sua dureza (HOFFMAN, 2023).

O trabalho a frio em aços inoxidáveis austeníticos pode gerar o cisalhamento da rede cristalina da austenita, fazendo com que ocorra a transformação martensítica, a qual acontece sem difusão, apenas pelo movimento ordenado da rede cristalina. A martensita apresenta maior resistência mecânica em relação a austenita, devido ao aumento de discordâncias pelo processo de cisalhamento, responsável pela transformação da austenita para a martensita (GILAPA, 2011) (BROOKS, 1992).

A martensita possui duas fases, ϵ e α' . A fase ϵ se nucleia a partir das falhas de empilhamento e nas discordâncias que se acumulam nos contornos de grãos, já a fase α' , além de nuclear nas falhas de empilhamento, também nucleiam em bordas de macla, bandas de deformação e maclas mecânicas (LISCHKA, 2013).

Figura 9 – Família dos aços inoxidáveis austeníticos.



Fonte: (HOFFMAN, 2023).

2.2.2.1 Aço Inoxidável Austenítico 316L

Como é possível perceber pela figura 9, os aços inoxidáveis 316L pertencem a série 300. Na tabela 1 é apresentada a composição química pela norma ABNT NBR 5601 (ABNT, 2011).

Tabela 1 – Composição química (%) do aço inoxidável 316L.

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo
0,030	2,00	1,00	0,045	0,030	16,00 a 18,00	10,00 a 14,00	2,00 a 3,00

Fonte: (ABNT, 2011).

Cada elemento possui sua finalidade e relevância, sendo o cromo e níquel os principais para formação da camada passiva protetora, e o molibdênio como responsável pela repassivação desta. A quantidade em peso de cada também está relacionado com a formação da microestrutura final do material, em geral o cromo tende a facilitar a formação da ferrita, e em grandes quantidades pode gerá-las como “impurezas”, porém a adição de níquel e manganês expande o campo austenítico e garante a microestrutura final do material (FOLKHARD, 1988).

Em sua aplicação, o aço inoxidável 316L se destaca como biomaterial em implantes, devido a alta resistência à corrosão e propriedades mecânicas (NETO, 2021). Outras aplicações notáveis são para tubulações submarinas, trocadores de calor, vasos de pressão e a indústria petroquímica (SILVA; NASCIMENTO; CAMPOS, 2022).

Na tabela 2, são apresentadas as principais propriedades mecânicas do aço inoxidável 316L recozido:

Tabela 2 – Principais propriedades mecânicas do aço inoxidável 316L recozido.

Limite de resistência à tração (MPa)	Limite de resistência ao escoamento (MPa)	Deformação em 50mm (min %)
485	170	40

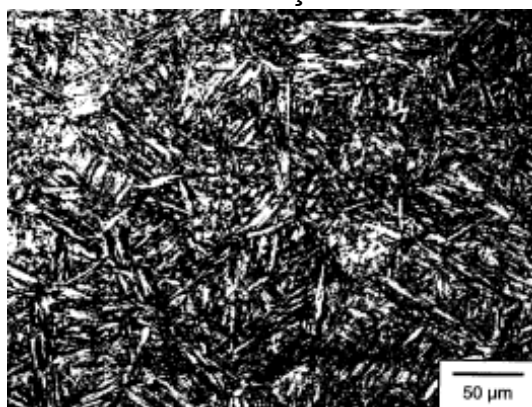
Fonte: (CALLISTER, 2006).

2.2.3 Aços Inoxidáveis Martensíticos

Os aços inoxidáveis martensíticos recebem esse nome por sua microestrutura predominante, a martensita, que possui a estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC). Nesta liga, é adicionado o carbono, de 0,1% a 1,2 % junto ao cromo, para o aumento da zona de *gamma loop*, desse modo, o material em alta temperatura vai apresentar a estrutura austenítica e então sofrer um tratamento térmico de resfriamento rápido para a obtenção da martensita (SILVA, 2022).

Esse material é comumente usado em aplicações que requerem alto desempenho mecânico, visto que a martensita aumenta a dureza em relação às outras microestruturas, porém detém a menor resistência à corrosão dentre os aços inoxidáveis, sendo possível fazer a adição de níquel na liga para aumentar essa propriedade (SILVA, 2022).

Figura 10 – Microestrutura do aço inoxidável 410 temperado.



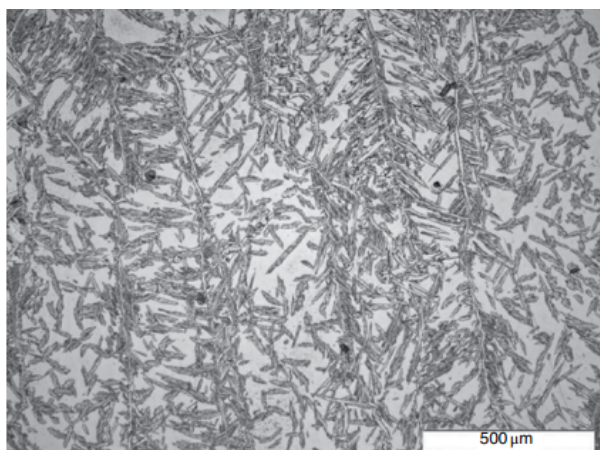
Fonte: (KOTECKI; LIPPOLD, 2005).

2.2.4 Aços Inoxidáveis Duplex

Os aços inoxidáveis duplex recebem esse nome por sua microestrutura bifásica, ou seja, ele apresenta as estruturas ferríticas e austeníticas juntas. Seu processamento precisa ser ajustado da maneira correta para que haja a formação de ambas as fases durante a solidificação, que pode iniciar pela formação da austenita, austenita/ferrita ou ferrita, dependendo da composição química da liga (SILVA, 2022).

Neste material os teores dos elementos químicos variam de 18 a 28% de cromo, 4 a 7% de níquel, e também é possível conter 3 a 4% de molibdênio. A combinação deles dará ao material uma maior resistência à corrosão por pites, corrosão por frestas e corrosão sob tensão em ambientes ricos em cloreto em relação aos outros aços inoxidáveis, porém sua temperatura de trabalho não podem ultrapassar 300 °C, pois é possível a formação de fases de fragilização. (HOFFMAN, 2023).

Figura 11 – Microestrutura do aço inoxidável duplex - a ferrita tem tonalidade clara, e a austenita escura.



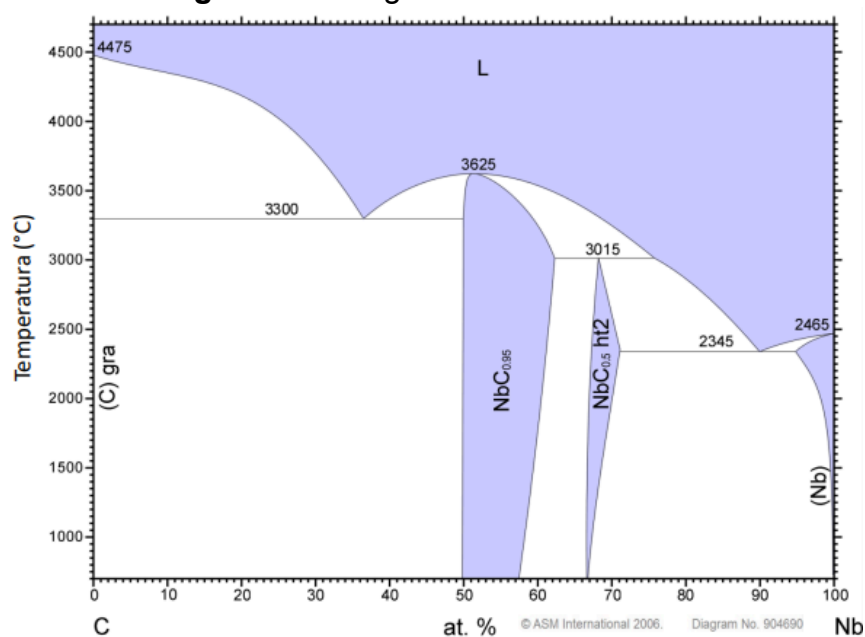
Fonte: (PHILLIPS, 2016).

2.2.5 Aços Inoxidáveis Endurecíveis Por Precipitação

Os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação são divididos de acordo com a microestrutura obtida após o tratamento térmico de recozimento, podendo ser os martensíticos, semi-austeníticos e austeníticos. Suas composições químicas variam de 12 a 17% de cromo, 4 a 8% de níquel, 0 a 2% de molibdênio, e também é possível adicionar outros elementos, possibilitando fazer o endurecimento da martensita de baixo carbono pela precipitação de intermetálicos, formados principalmente por alumínio, cobre, nióbio e/ou titânio, através de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento (HOFFMAN, 2023).

2.3 CARBETO DE NIÓBIO

O carbono e o nióbio apresentam uma grande afinidade química para a formação do carbetos, podendo formar dois carbetos diferentes, o NbC e o Nb₂C. As duas fases possuem propriedades interessantes como alta dureza, alta estabilidade térmica e alto módulo de elasticidade (PIERSON, 1996).

Figura 12 - Diagrama de fases Nb-C.

Fonte: (AVILA, 2020).

O Brasil se destaca na produção mundial de nióbio apresentando cerca de 90% dela e seu estudo vem se intensificando devido a possibilidade dele servir como alternativa ao carbeto de tungstênio (WC) na fabricação de ferramentas de corte, visto que ele possui um menor valor de densidade, com uma dureza maior em altas temperaturas, maior estabilidade química e baixa solubilidade em aços (AVILA, 2020). É possível analisar suas principais propriedades na tabela 3:

Tabela 3 – Principais propriedades do carbeto de nióbio (NbC).

Dureza (HV)	Módulo de elasticidade (GPa)	Densidade (g/cm ³)	Coefficiente linear de expansão térmica (K ⁻¹)	Ponto de fusão (°C)	Estrutura Cristalina
2004	460	7,81	$6,6 \times 10^{-6}$	3625	CFC

Fonte: (AVILA, 2020).

2.4 COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA REFORÇADOS POR CARBETO DE NIÓBIO

Materiais compósitos podem ser classificados de acordo com o tipo de matriz utilizado, sendo categorizados como compósitos de matriz metálica (CMM), matriz cerâmica (CMC) e matriz polimérica (CMP). Outra classificação utilizada é em relação ao

tipo de reforço utilizado, podendo abranger compósitos particulados, reforçados por fibras e compósitos estruturais (CALLISTER, 2006).

Para compósitos de matriz metálicas reforçados por partículas são utilizados materiais mais duros e rígidos que a matriz, dessa maneira há o ganho de propriedades mecânicas do material. Uma vantagem em relação aos compósitos reforçados por fibras é a isotropia da propriedade adicionada, adicionando-a em todas as direções de esforço que o material sofrer, enquanto reforços fibrosos agem de forma anisotrópica, com ganhos de propriedades somente na direção de alinhamento das fibras (FOGAGNOLO, 2000).

Um estudo realizado para averiguar o desgaste a altas temperaturas na liga do aço 4Cr5MoSiV1 reforçada pelo Carbetto de Nióbio, e formação in-situ do compósito, demonstrou que o compósito com concentração de 5% de NbC apresentou melhores performances de desgaste em relação aos compósitos com 1% a temperatura de 400°C, também demonstrou que conforme maior a quantidade de NbC maior a resistência plástica do compósito (WANG et al., 2023).

Outro estudo realizado a fim de averiguar as propriedades mecânicas da liga não ferrosa de Al-Zn-Mg-Cu reforçada por partículas de NbC e Titânio, demonstrou que a liga reforçada por 5% de NbC e 2% de Ti apresentou maior carga de tração e resistência à flexão em relação aos compósito com 10% e 4%, 15 e 6% de NbC e Ti, respectivamente. Já para o ensaio de impacto Charpy o compósito de 10% e 4% de NbC e Ti apresentou melhores resultados em relação às outras amostras (VIJAYA et al., 2024).

O próximo estudo averiguou o desempenho das matrizes de alumínio reforçadas pelo NbC em testes de desgaste e dureza, demonstrando que o compósito com 12% apresentou maior dureza em relação aos compósitos com menor quantidade dele, e também demonstrou maior resistência ao desgaste a temperatura de 180°C (SIMSEK; SIMSEK, 2024).

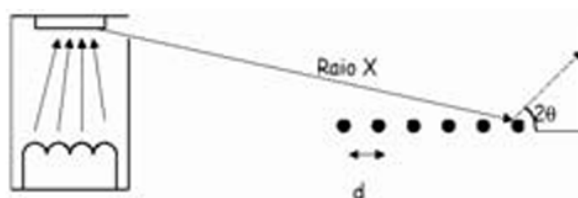
2.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E O MÉTODO RIETVELD

A técnica de difração de raios-x é utilizada para análise da estrutura cristalina de materiais, fornecendo informações detalhadas sobre o reticulado cristalino, as orientações e tamanhos dos cristais, resumindo, ela serve para identificar as fases presentes no material.

Funciona a partir da incidência de um feixe de raios-x numa amostra, caso haja à reflexão deste, significa que existe uma distância entre os planos de átomos, chamada de d . Essa d é alterada quando forças internas ou externas (ex: conformação plástica) são aplicadas a um cristal, fazendo com que ocorra a distorção da célula unitária.

Em geral, um filamento de tungstênio ou de outro material é utilizado para emitir elétrons, e os mesmos são acelerados em direção de um alvo (podendo ser de molibdênio, cobre, ferro, etc). Dessa forma eles se colidem e geram radiações de comprimento de onda λ , característico das de raios-x. Os raios gerados vazam do tubo, atingindo uma amostra e seu plano cristalino, fazendo com que sejam refletidos com um ângulo θ em um anteparo (CARVALHO, 2008).

Figura 13 - Esquema simplificado da difração de raios-x.



Fonte: (WANG et al., 2023).

A lei de Bragg é uma relação que determina a distância entre os planos cristalinos:

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

Onde n é um número inteiro, chamado de ordem de reflexão, λ é o comprimento de onda da radiação incidente, d é a distância entre os planos cristalinos e θ é o ângulo de difração (CALLISTER, 2006).

Por mais que a técnica de difração de raios-x seja capaz de identificar as fases cristalinas de um material de forma qualitativa, para sabermos em termos quantitativos é necessário a aplicação de um método matemático, chamado de método de Rietveld. Nele é utilizado o método de mínimos quadrados para refinar os dados obtidos e obter a melhor convergência entre eles em relação ao referencial teórico já estabelecido (CARVALHO, 2008) (YOUNG, 1995).

Fora isso utilizar o método de Rietveld também nos proporciona outras vantagens, sendo elas, permitir a visualização do tamanho de cristalito e a microdeformação na rede, permitir o refinamento de parâmetros de deslocamento anisotrópicos e isotrópico dos átomos, realizar uma análise quantitativa das fases presentes e determinar a relação estequiométrica do material (OLIVEIRA, 1998).

O arranjo espacial repetitivos de átomos específicos que formam os

cristais determinam a altura, largura, posição, forma e área de um conjunto de picos individuais, os quais compõem o difratograma de um material cristalino (MOTA, 2008). O tamanho de cristalito é nomeado como a menor região de espalhamento coerente durante o ensaio de difração de raios-x, e uma partícula ou grão pode ser composta por vários cristalitos menores aglomerados. A equação de Scherrer é utilizada para medir os tamanhos dos cristalitos (Cullity; Stock, 2014) .

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

Onde D é o tamanho dos cristalitos, K é a constante de Scherrer, sendo o 0,9 utilizado para partículas esféricas, λ é o comprimento de onda da radiação incidente, β é o alargamento da linha na metade da intensidade máxima e θ é o ângulo de Bragg (Cullity; Stock, 2014).

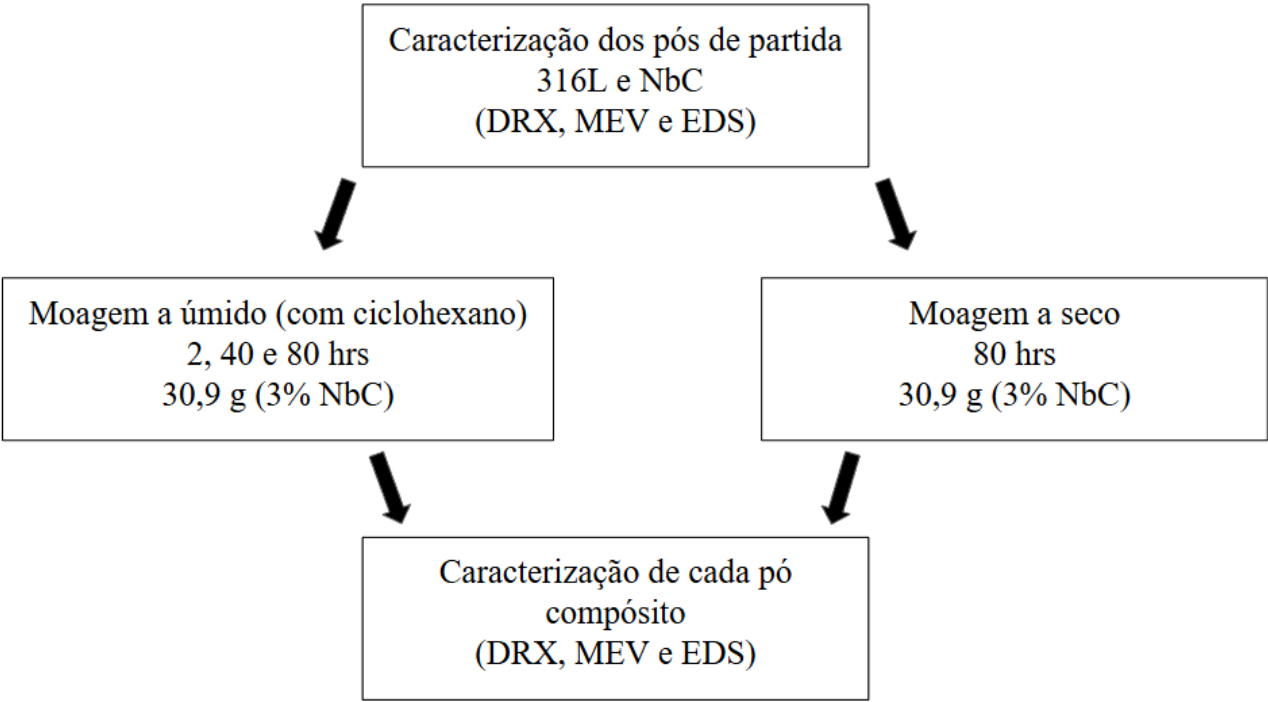
Os ajustes em um difratograma divide-se em duas categorias. A primeira é a indexação das reflexões de Bragg, processo do qual foca nas posições angulares dos picos, neste caso somente conhecer o grupo espacial e os parâmetros de rede é suficiente para executá-lo. A segunda categoria é o método iterativo de refinamento estrutural, que avalia toda a constituição do material, exigindo um modelo cristalográfico inicial preciso, que contenha os parâmetros de rede, as posições atômicas e grupo espacial de forma compatível com a amostra real, visto que o padrão de difração teórico é calculado a partir desses dados (KINAST, 2000).

Para o refinamento pelo método de Rietveld é necessário realizar as medidas de intensidades no intervalo de 2θ , um modelo padrão com a estrutura real do cristal, do qual contenha a largura, a forma e os erros nas posições dos picos de Bragg (SANTOS, 1990).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

A figura 14 demonstra o fluxograma da metodologia, de forma simplificada, adotada no trabalho:

Figura 14 - Fluxograma da metodologia.



Fonte: Autor (2025).

3.1 MATERIAIS

De acordo com a tabela 4 é possível observar os materiais utilizados para a preparação do trabalho e sua fonte:

Tabela 4 – Materiais utilizados.

Material	Fonte
Aço Inoxidável 316L	Pós Metálicos LTDA
Pó de NbC	CBMM
Ciclohexano	NEON

Fonte: Autor (2026).

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Caracterização inicial dos pós

Para a caracterização inicial da difração de raios-x (DRX), foi utilizada uma pequena quantidade das amostras do pó de aço inoxidável 316L e NbC, a fim de se obter o gráfico com os picos dos planos cristalográficos das amostras. O difratômetro utilizado foi do modelo EMPYREAN da PANalytical, localizado no bloco 15 da Itaipu ParqueTec/UNILA. A varredura ocorreu no intervalo entre os ângulos de 20° a $90^\circ(2\theta)$, sendo os parâmetros adotados de $0,026^\circ$ para o passo angular, com 96s por ponto, no modo contínuo. As cartas padrões foram selecionadas utilizando softwares HighScore Plus e os difratogramas foram gerados utilizando o programa Origin.

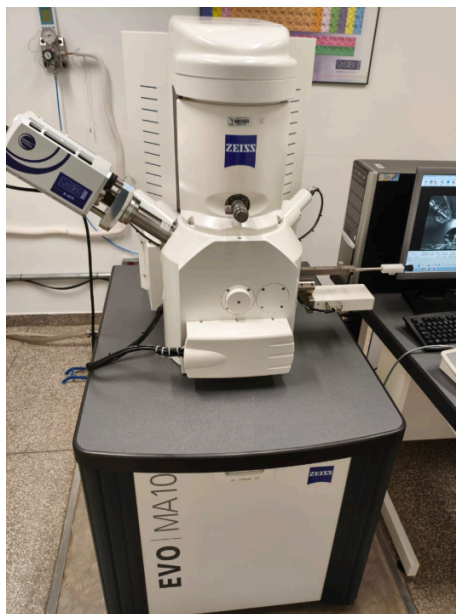
Figura 15 - Difratômetro EMPYREAN.



Fonte: Autor (2026)

Para a caracterização inicial da morfologia, tamanhos das partículas e composição química qualitativa dos pós de 316L e NbC foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo Zeiss EVO MA10, junto a espectroscopia por energia dispersiva (EDS), localizado no prédio das águas da Itaipu ParqueTec/UNILA. As imagens foram feitas utilizando o modo SE e BSE, nas ampliações de 200x, 500x, 1000x e 2000x, enquanto o EDS foi feito nas ampliações de 200x e 1000x.

Figura 16 - MEV Zeiss EVO MA10.



Fonte: Autor (2026).

3.2.2 Moagem

Foram preparadas 4 misturas dos pós de aço inoxidável 316L com 3% de NbC, cada uma pesando inicialmente 30,9g.

Figura 17 - Pesagem inicial das amostras.



Fonte: Autor (2026).

A primeira amostra foi preparada com 80h totais de moagem a seco, sendo divididas em 4x de 20 horas. Foi utilizado um moinho de jarros modelo Matoli 070M002, com até 200 rpm no rolo de tração, porém o processo de moagem foi feito com 80% da capacidade máxima de rotação (160 rpm). O jarro utilizado era feito de alumina e as esferas de moagem seguiam o mesmo material, e a proporção de massa de esferas/pó adotada foi de 8,5:1.

A segunda, terceira e quarta amostra foram preparadas pela moagem a úmido, utilizando o ciclohexano como fluído, e seguindo o mesmo padrão de moinho e esferas da primeira, diferenciando o tempo de moagem em cada amostra. A tabela 5 categoriza cada uma delas:

Tabela 5 – Categorização das amostras.

Amostra	Tipo	Tempo
Amostra 1	a úmido	2 h
Amostra 2	a úmido	40 h (2x 20 h)
Amostra 3	a úmido	80 h (4x 20 h)
Amostra 4	a seco	80 h (4x 20 h)

Fonte: Autor (2026)

Após as moagens de cada uma das 3 últimas amostras elas foram secadas em um forno mufla por 30 min a 80° C

Figura 18 - Jarro e esferas utilizados.



Fonte: Autor (2026).

3.2.3 Caracterização dos pós compósitos

Todas as amostras seguiram a mesma metodologia de caracterização de morfologia, tamanhos das partículas e composição química qualitativa (MEV e EDS) dos pós de partida.

Para a caracterização de DRX, todas as amostras foram enviadas a Curitiba ao Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais (CMCM) da UTFPR. O difratômetro utilizado foi um Shimadzu modelo XRD-7000. A varredura ocorreu no intervalo entre os ângulos de 5° a $80^\circ(2\Theta)$, sendo o parâmetro da velocidade adotado de escanear 2,0 deg/min no modo contínuo.

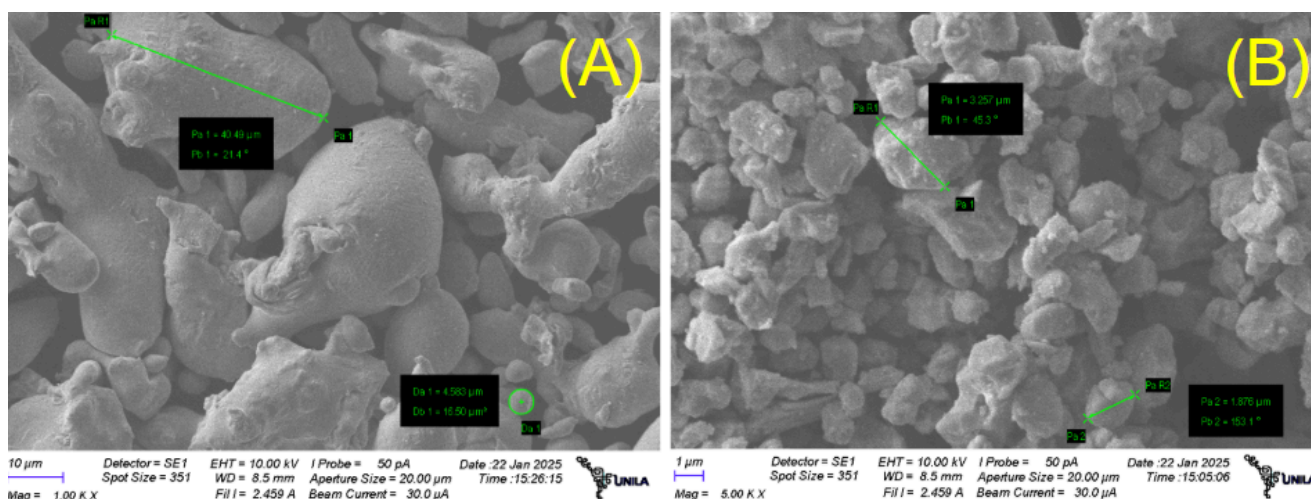
Após a obtenção das cartas padrões via software HighScore Plus, o refinamento pelo método de Rietveld foi realizado utilizando o software MAUD, aplicando o refinamento de background e posteriormente o refinamento dos parâmetros de microestrutura e estrutura cristalina, de forma automática via funções do software.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE PARTIDA

A avaliação inicial da morfologia demonstrou a maneira dos quais os pós de partidas foram obtidos. Nota-se, pela sua morfologia típica em formato de gotas e superfície lisa, que o pó do aço inoxidável 316L foi processado pelo método de atomização a água, com partículas de 4,5 μm até 40 μm , enquanto o NbC apresentou o formato típico da técnica de formação chamada de redução carbotérmica, e com partículas em torno de 1,8 μm até 3,2 μm . As imagens são mostradas a seguir:

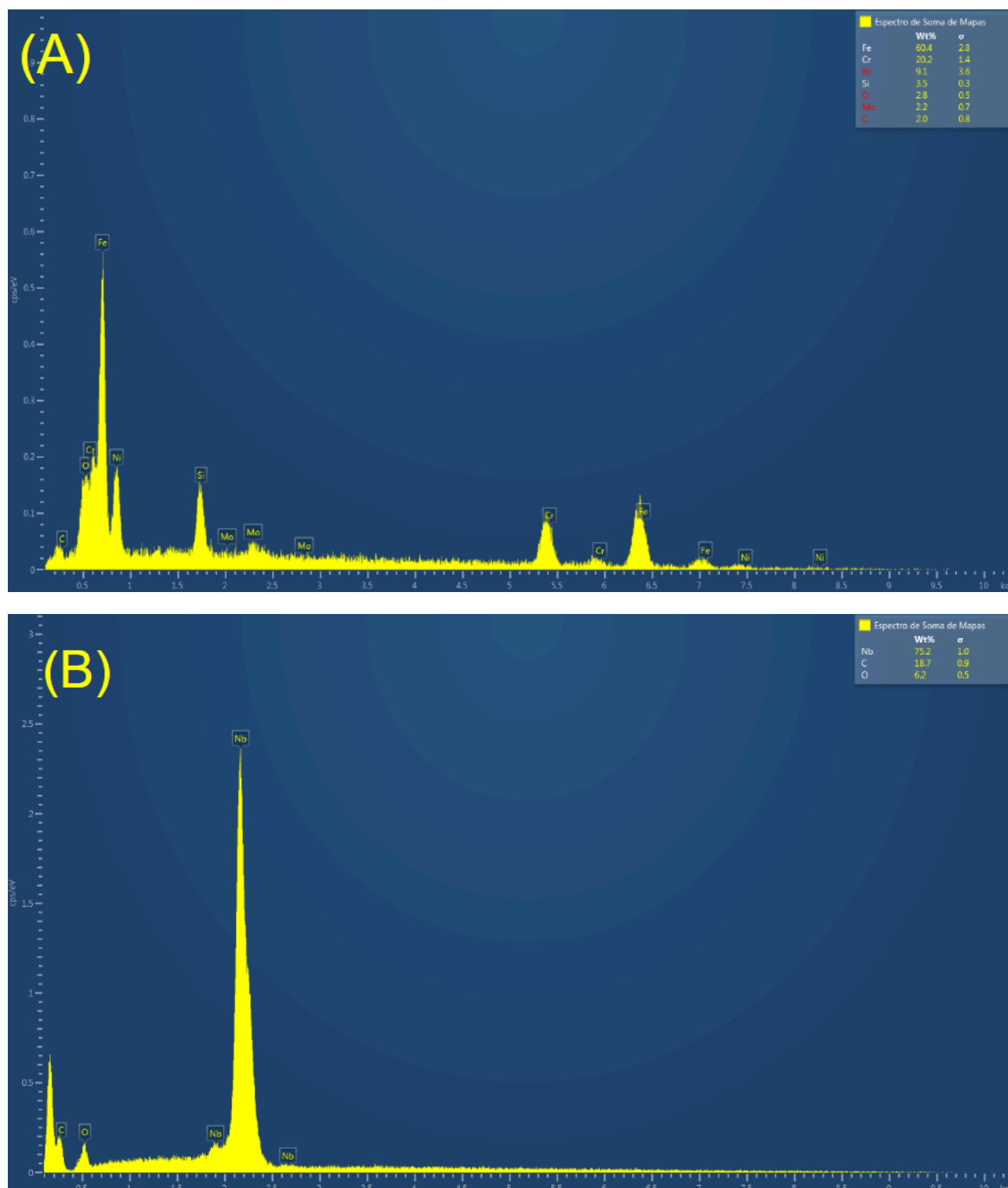
Figura 19 - Morfologia do pó de 316L (a) e pó de NbC (b).



Fonte: Autor (2026).

Os resultados de EDS demonstraram de maneira qualitativa os elementos presentes em cada pó, a liga de 316L obteve o esperado, uma liga de Ferro, Cromo, Níquel e pouco Carbono, com adição de Molibdênio e Silício, o Oxigênio também é um elemento previsto, dado ao fato que durante a atomização é possível que sejam gerados alguns tipos de óxidos. O pó de NbC também seguiu o esperado, contendo apenas Nióbio, Carbono e Oxigênio, do qual pode ter vindo pelo método de processamento do Carbetto de Nióbio.

Figura 20 - EDS do pó de 316L (a) e pó de NbC (b).

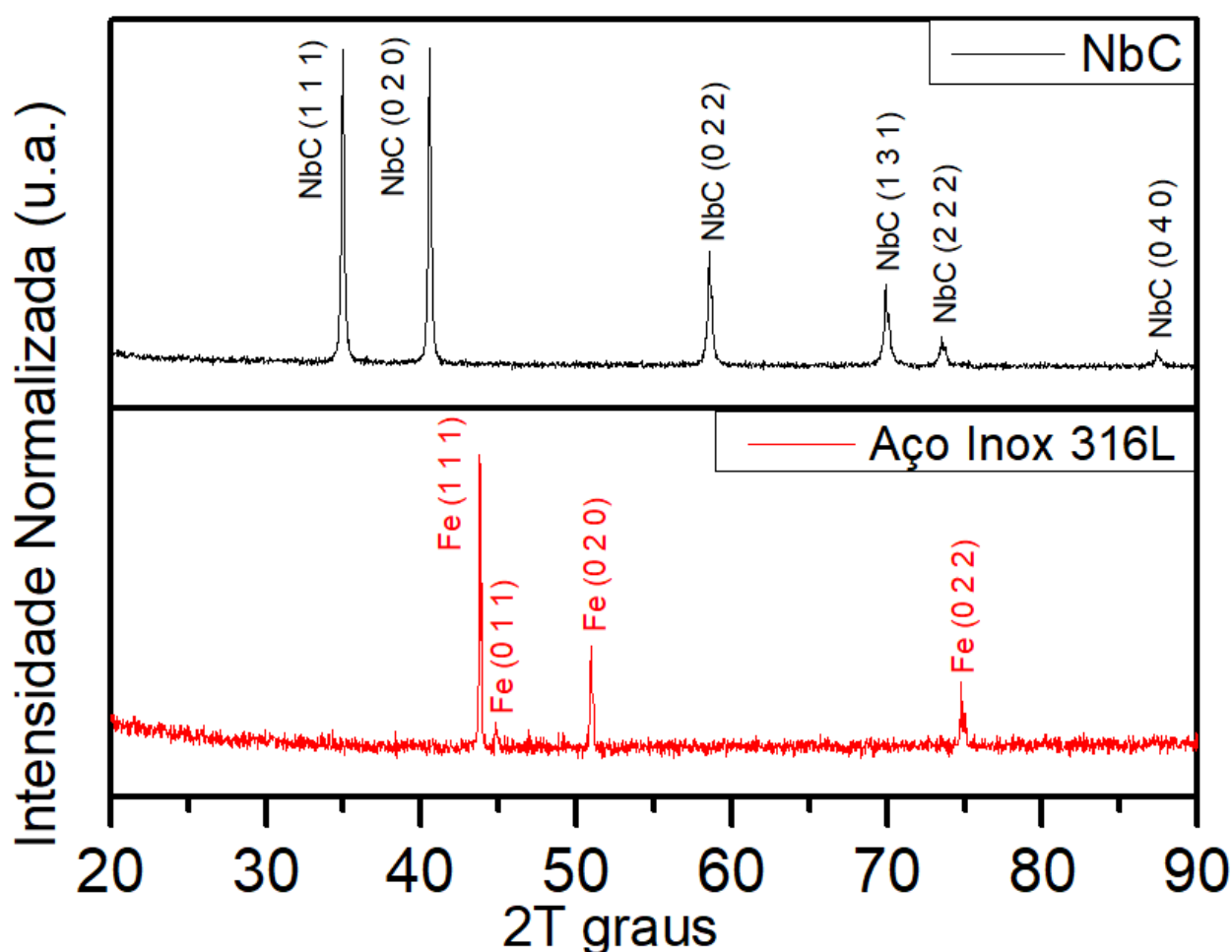


Fonte: Autor (2026).

A difração de raios-x foi utilizada para averiguar as fases presentes nos pós iniciais, a figura 21 apresenta o difratograma obtido. Para o aço inoxidável 316L os picos foram identificados seguindo as cartas padrões 96-901-6292, da qual demonstra

que os picos nos ângulos 43° (1 1 1), 50° (0 2 0) e 74° (0 2 2) são pertencentes ao ferro em sua fase austenítica, o esperado do aço inoxidável 316L, e 96-901-3415 demonstra um pico no ângulo de 44° (0 1 1), que pode ser atribuído a ferrita residual vinda do processo de atomização a água. Os picos do carbeto de nióbio foram identificados a partir da carta padrão 96-900-8683, sendo estes em 34° (1 1 1), 40° (0 2 0), 58° (0 2 2), 69° (1 3 1), 73° (2 2 2) e 87° (0 4 0).

Figura 21 - Difratogramas de DRX dos pós partidas, NbC e Aço Inoxidável 316L, respectivamente.

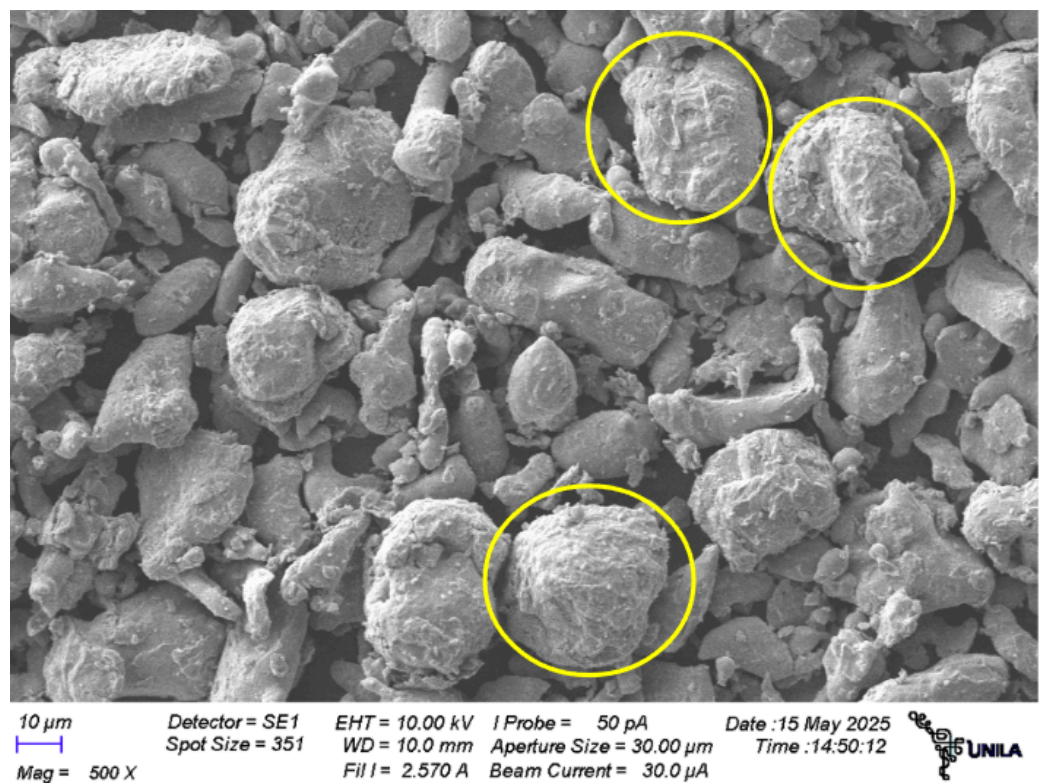


Fonte: Autor (2026).

4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS OBTIDOS PELA MOAGEM

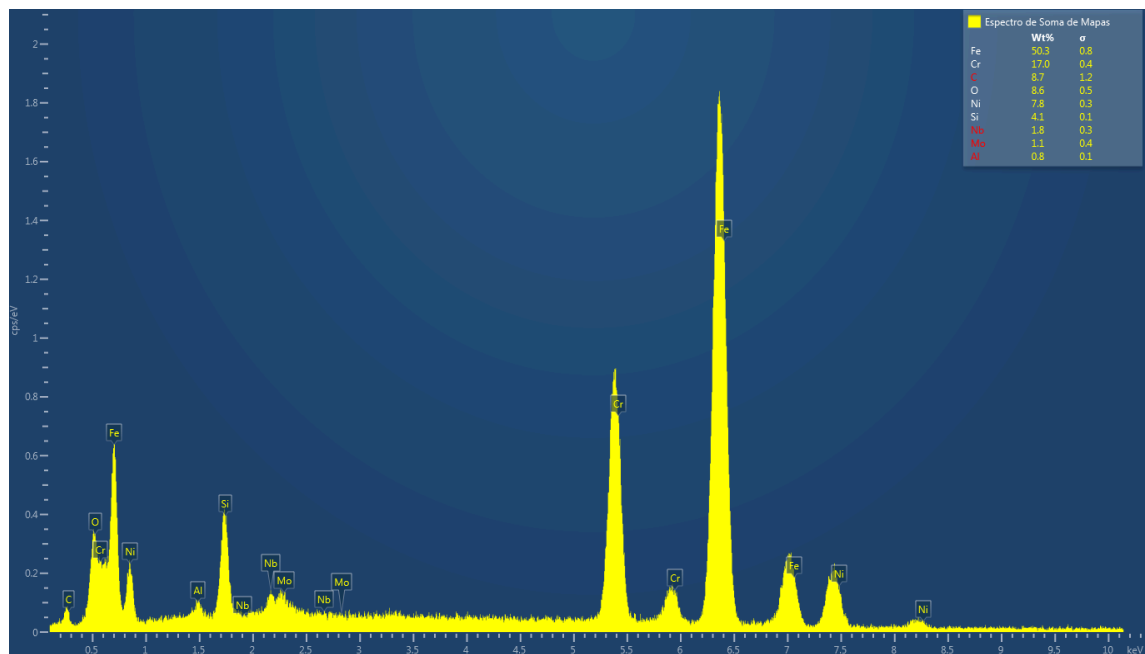
A amostra 1 foi exposta ao menor tempo de moagem, por causa disso não se observam mudanças significativas na morfologia do pó, somente algumas “ranhuras” na superfície do pó de 316L. A análise de EDS comprova a distribuição homogênea das partículas de NbC sobre o 316L e contaminação por alumina.

Figura 22 - Morfologia da amostra 1 com ampliação de 500x, as ranhuras geradas pelas 2 h de moagem são circuladas em amarelo.



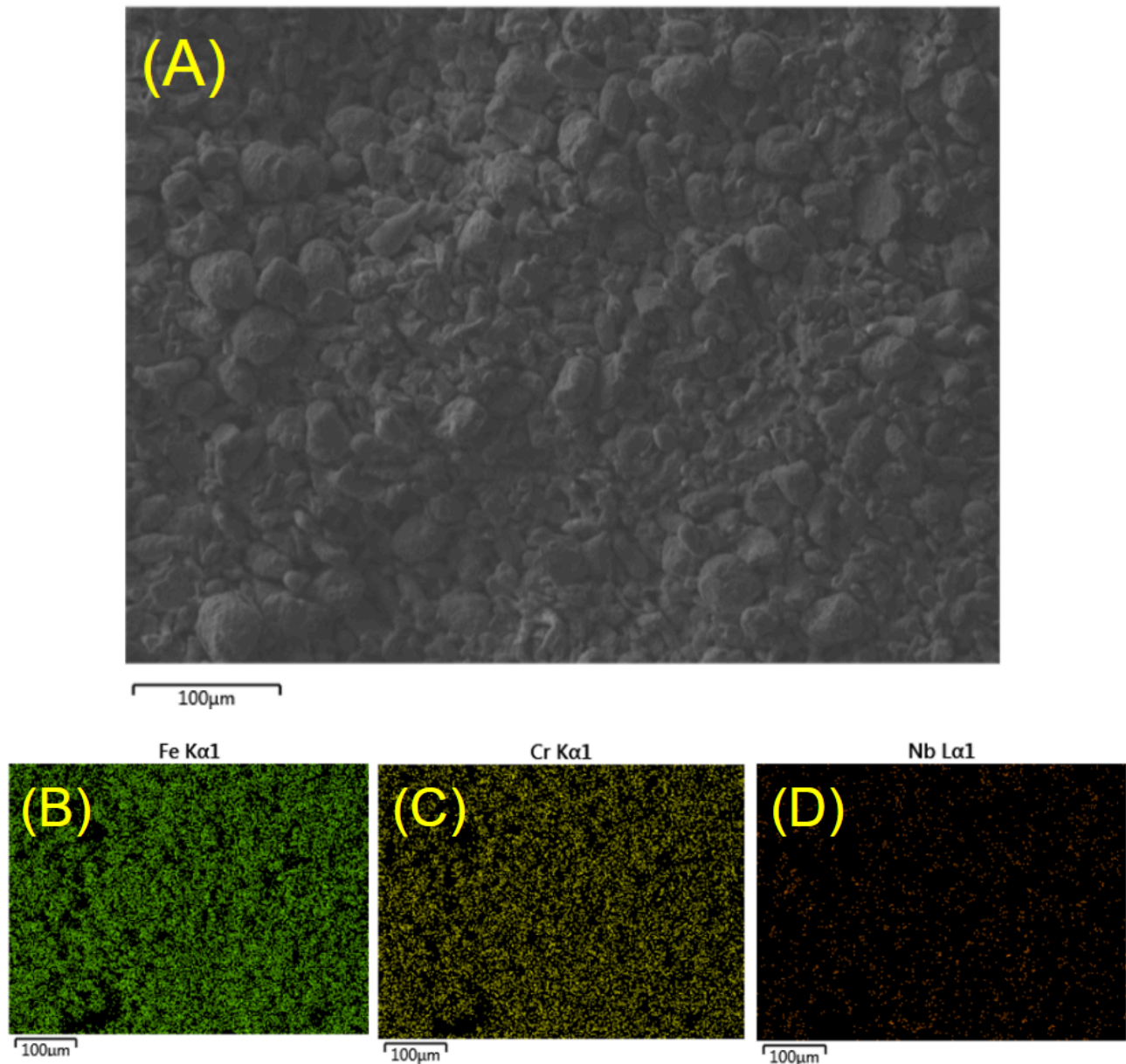
Fonte: Autor (2026).

Figura 23 - EDS da amostra 1.



Fonte: Autor (2026).

Figura 24 - Microscopia para a análise de EDS da amostra 1 com ampliação de 200x (a), abaixo seguem os mapas dos principais elementos do compósito, Ferro (b), Cromo (c) e Nióbio (d).



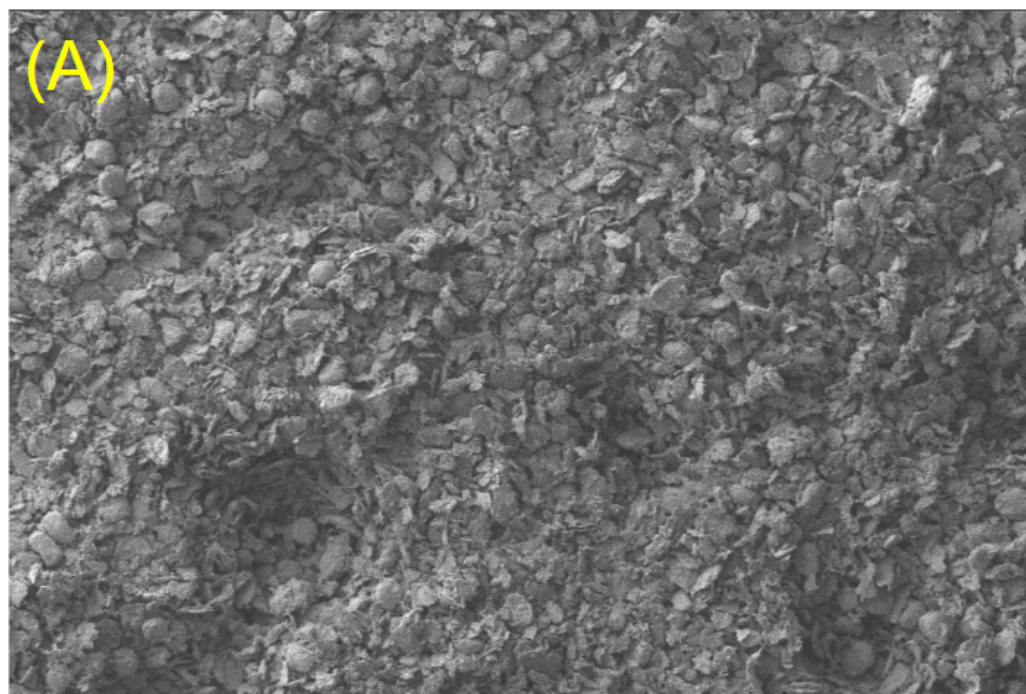
Fonte: Autor (2026).

A amostra 2, com 40 horas de moagem total, já apresenta mudanças significativas na morfologia do pó.

Devido ao sistema dúctil-frágil dos pós, é possível notar a formação de placas devido a soldagem a frio, que acontece por causa da quantidade de choque mecânico entre as esferas de moagem e o pó compósito. Após o achatamento das partículas, cada choque posterior favorece o encruamento delas, até o momento que elas tornam-se frágeis e traturam.

A análise de EDS também demonstrou a contaminação por alumina, vinda dos elementos de moagem, porém sem grandes alterações em relação ao tempo de 2 h.

Figura 25 - Morfologia da amostra 2 com ampliação de 100x (a) e 2000x (b).



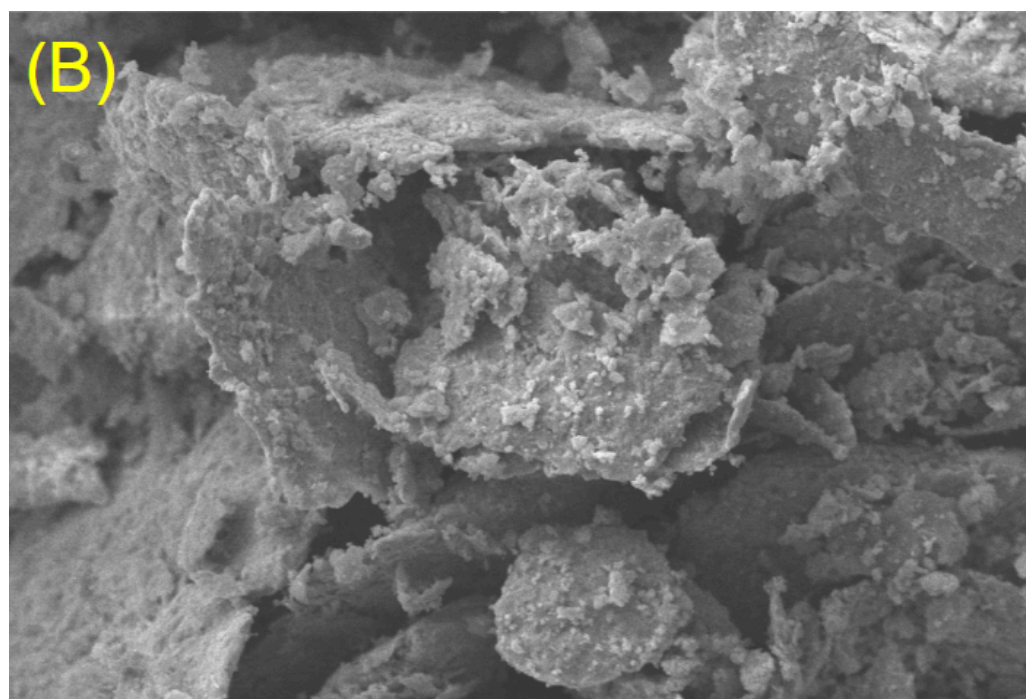
100 μ m
Mag = 100 X

Detector = SE1
Spot Size = 351

EHT = 10.00 kV
WD = 10.0 mm
Fil I = 2.570 A

I Probe = 50 pA
Aperture Size = 30.00 μ m
Beam Current = 30.0 μ A

Date : 15 May 2025
Time : 15:02:04



2 μ m
Mag = 2.00 K X

Detector = SE1
Spot Size = 351

EHT = 10.00 kV
WD = 10.0 mm
Fil I = 2.570 A

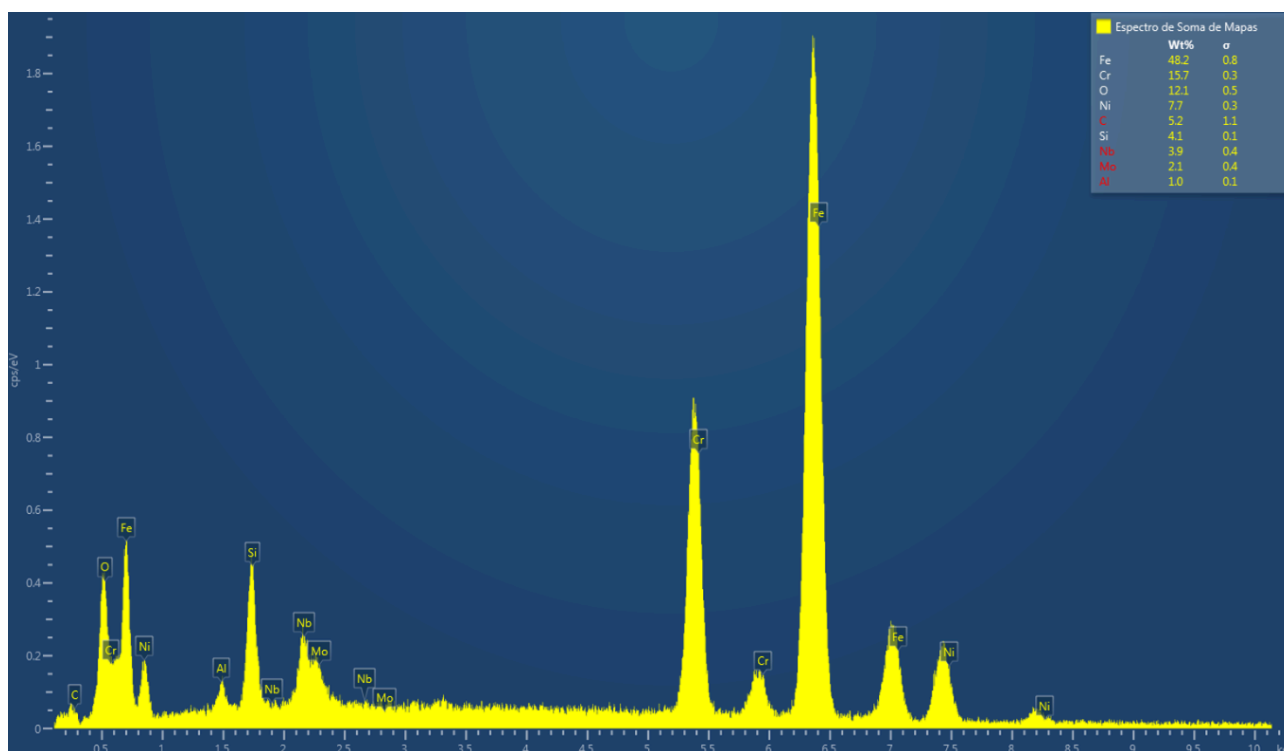
I Probe = 50 pA
Aperture Size = 30.00 μ m
Beam Current = 30.0 μ A

Date : 15 May 2025
Time : 14:59:27



Fonte: Autor (2026).

Figura 26 - EDS da amostra 2.

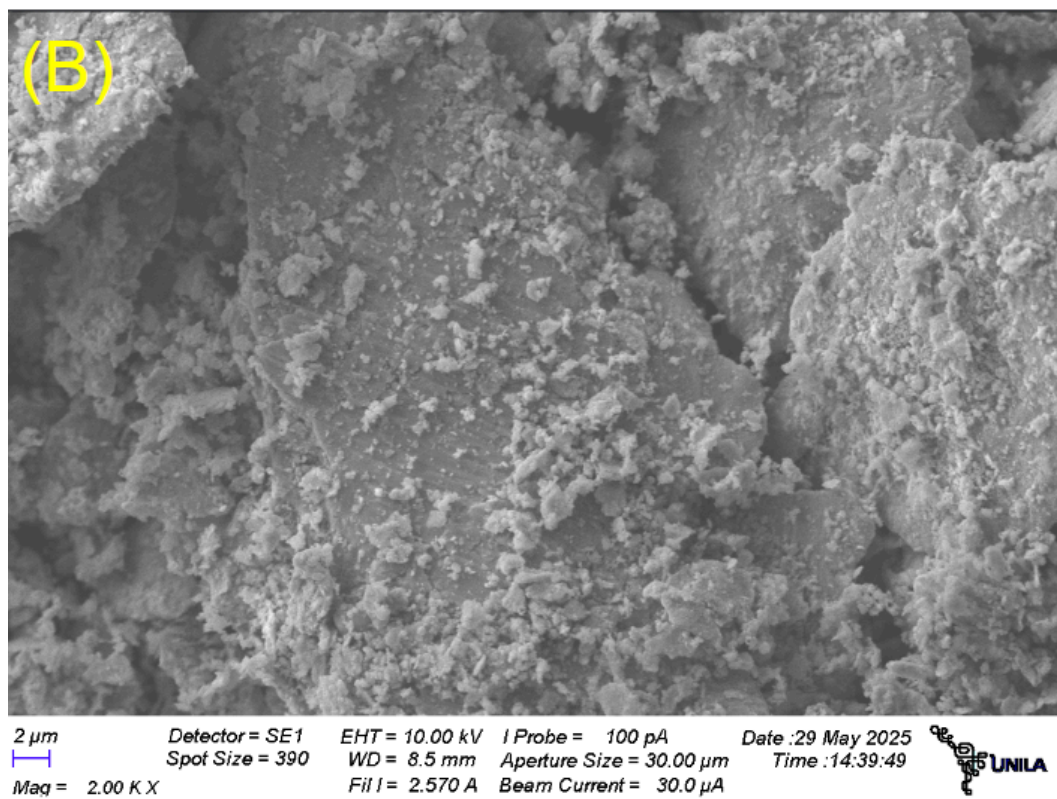
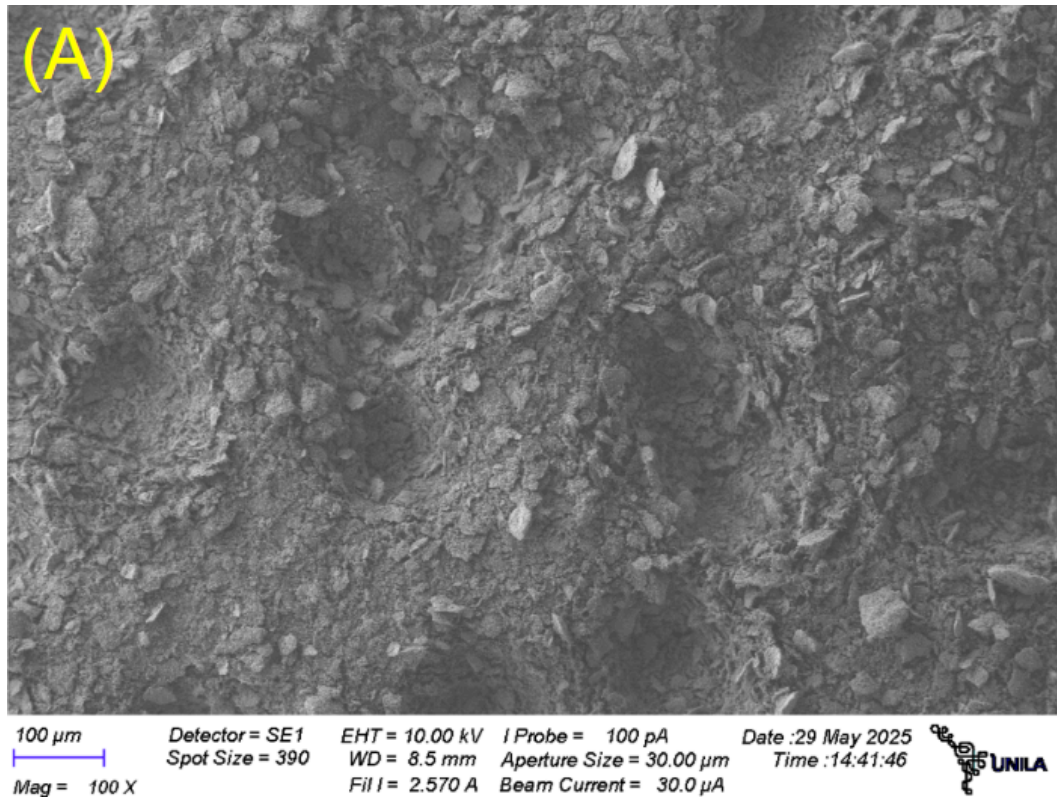


Fonte: Autor (2026).

A amostra 3, com 80 horas de moagem total a úmido, começou a apresentar o início das fraturas frágeis, porém ainda é possível visualizar diversas placas na morfologia das partículas. Sendo assim é necessário um processo com maior energia para a fragmentação total delas. É possível visualizar a comparação entre as morfologia das amostras 1, 2 e 3 na figura 99.

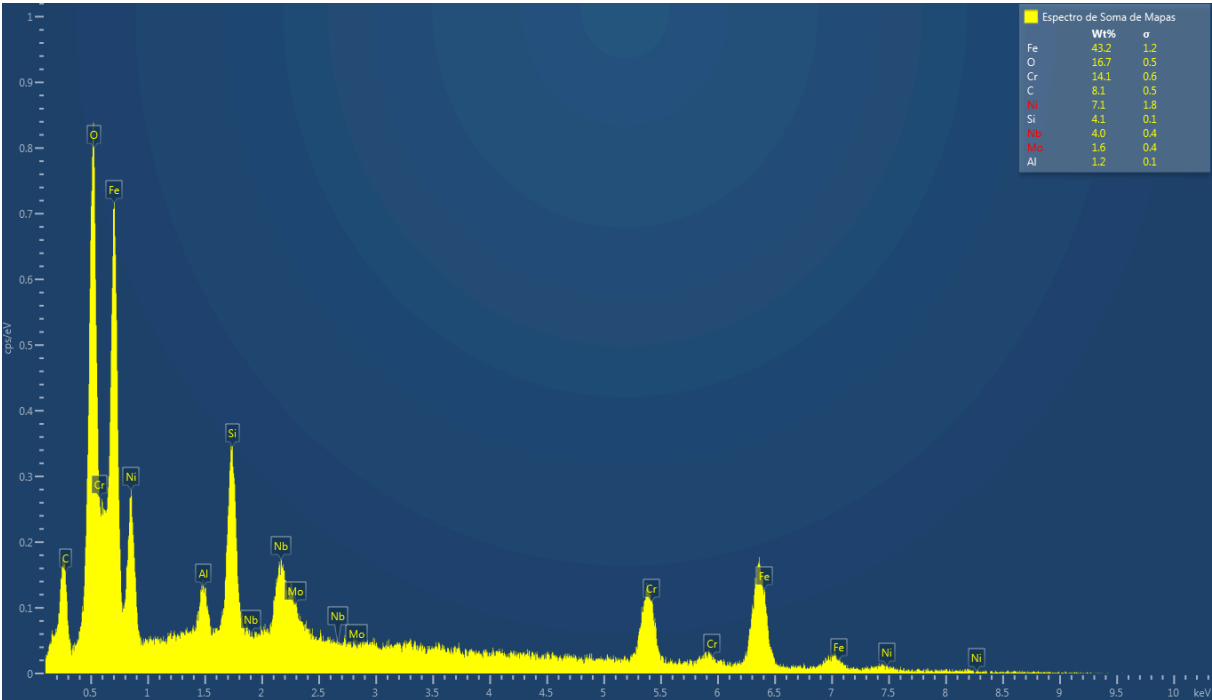
A análise de EDS também demonstrou a contaminação por alumina, vinda dos elementos de moagem, porém sem grandes alterações em relação ao tempo de 2 h ou 40 h.

Figura 27 - Morfologia da amostra 3 com ampliação de 100x (a) e 2000x (b).



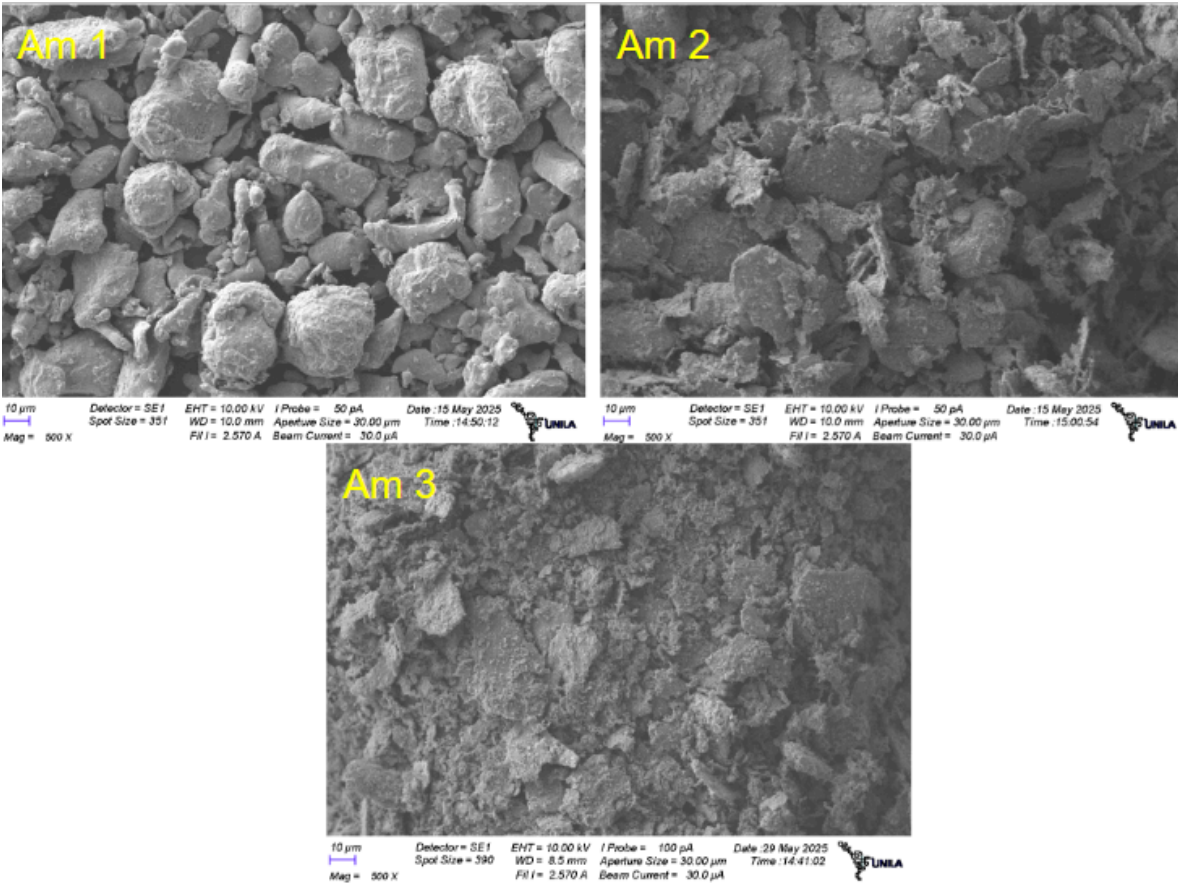
Fonte: Autor (2026).

Figura 28 - EDS da amostra 3.



Fonte: Autor (2026).

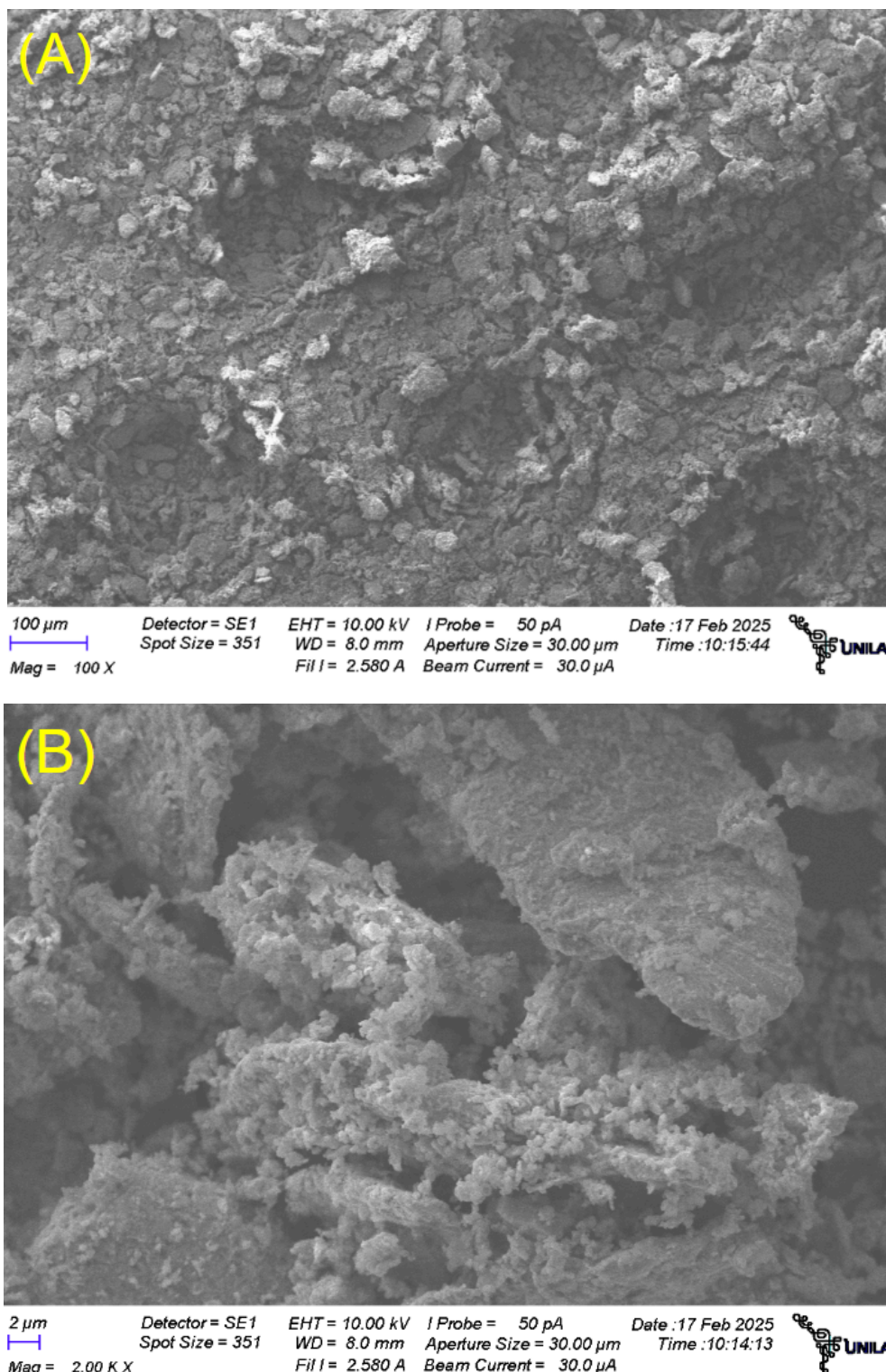
Figura 29 - Comparação entre a morfologia da amostra 1, 2 e 3, ampliação 500x.



Fonte: Autor (2026).

A amostra 4, que se diferenciou por ter sido feita a seco e por 80 horas totais, seguiu o mesmo padrão da amostra 3, tendo partículas fragilizadas e quebradas ao mesmo tempo das placas. Sendo assim, a utilização do ciclohexano não impactou na morfologia do pó, a comparação direta das duas pode ser visualizada na figura ZZ.

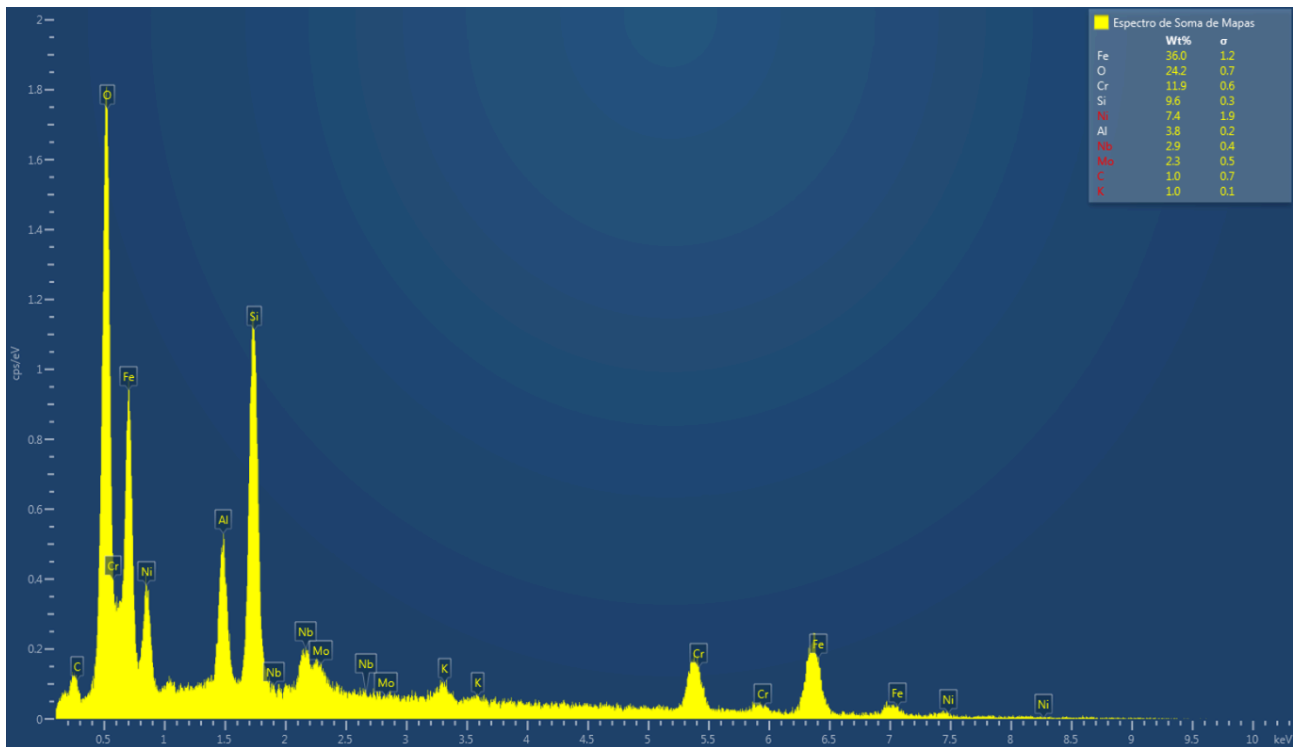
Figura 30 - Morfologia da amostra 4 com ampliação de 100x (a) e 2000x (b).



Fonte: Autor (2026).

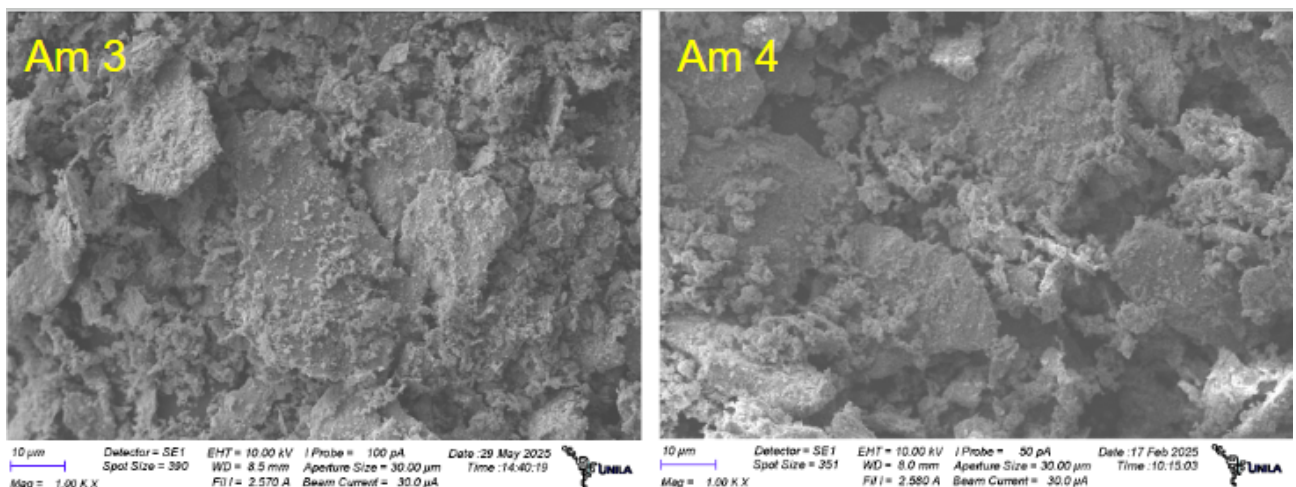
Todas as amostras seguiram o mesmo padrão de distribuição das partículas de NbC, do mesmo modo que todas apresentaram contaminação por partículas de alumina, proveniente do material das esferas de moagem e o jarro do moinho, porém a amostra 4 demonstrou maiores presenças de alumina, em relação às outras, e contaminação por potássio possivelmente vindo produtos de limpeza ou outra amostra utilizada no moinho.

Figura 31 - EDS da amostra 4.



Fonte: Autor (2026).

Figura 32 - Comparação da morfologia da amostra 3 e 4, ampliação 1000x.



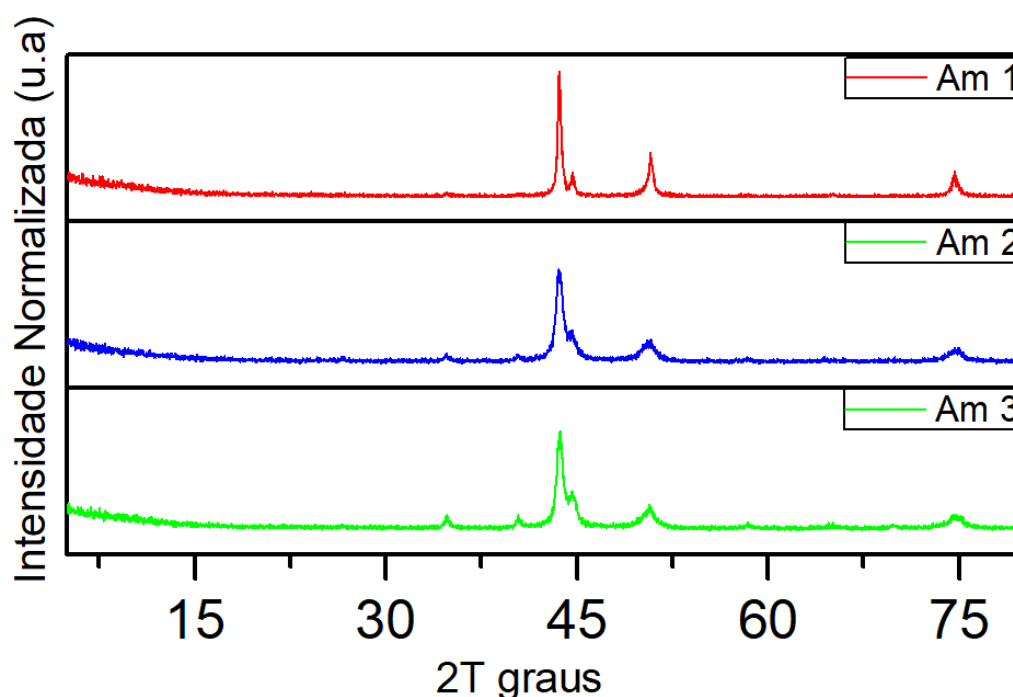
Fonte: Autor (2026).

A difração de raio-x foi utilizada para averiguar as fases presentes nos pós após as moagens.

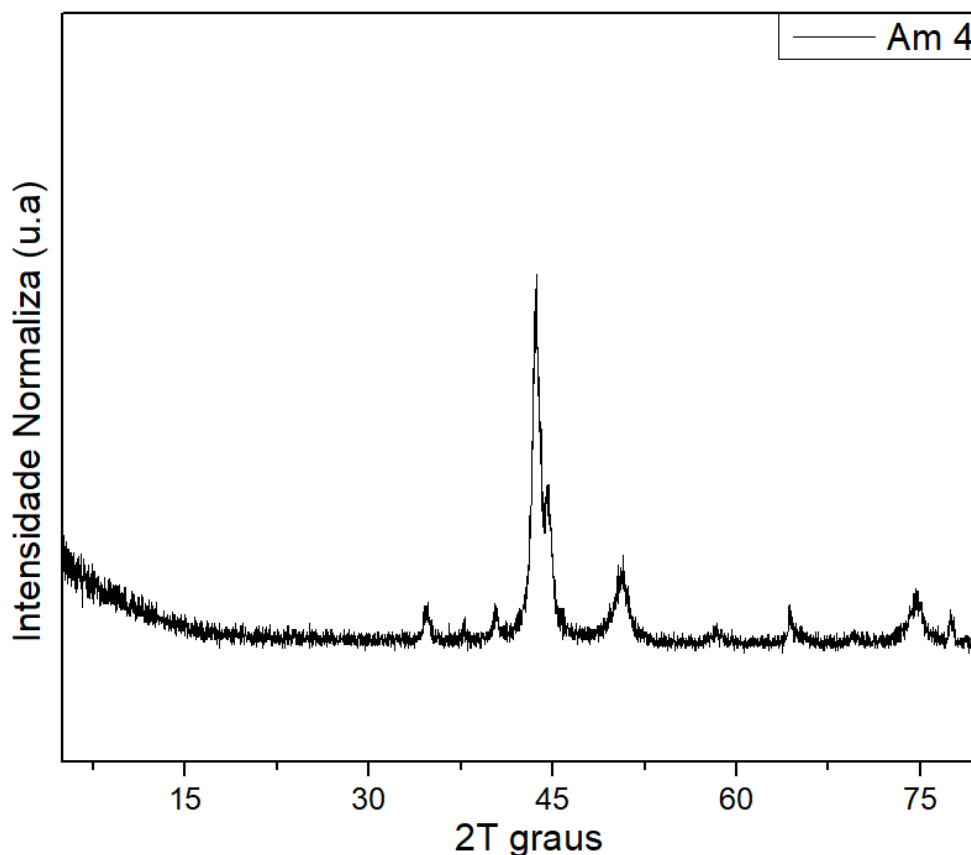
Para as amostras 1, 2 e 3, as quais foram moídas com adição do fluido de ciclohexano, conforme o tempo de moagem foi aumentando, é possível observar o alargamento do pico em 44° (0 1 1) e 64° (2 0 0), indicando a formação de martensita devido às deformações plásticas sofridas pelo material durante a moagem.

Para a amostra 4, que foi moída a seco, é visualizado o alargamento esperado e também a formação de novos picos, que foram identificados seguindo a carta padrão 96-900-2328, da qual demonstra que os picos nos ângulo 36° (1 3 1) e 64° (0 4 4) podem ser pertencentes a magnetita, fase oxidada do ferro. O pico presente no ângulo 64° pertence também a martensita e o pico ao $77,5^\circ$ não pode ser identificado com clareza.

Figura 33 - Difratogramas de DRX dos pós referentes às amostras 1, 2 e 3.



Fonte: Autor (2026).

Figura 34 - Difratoograma de DRX do pó referente à amostra 4.

Fonte: Autor (2026).

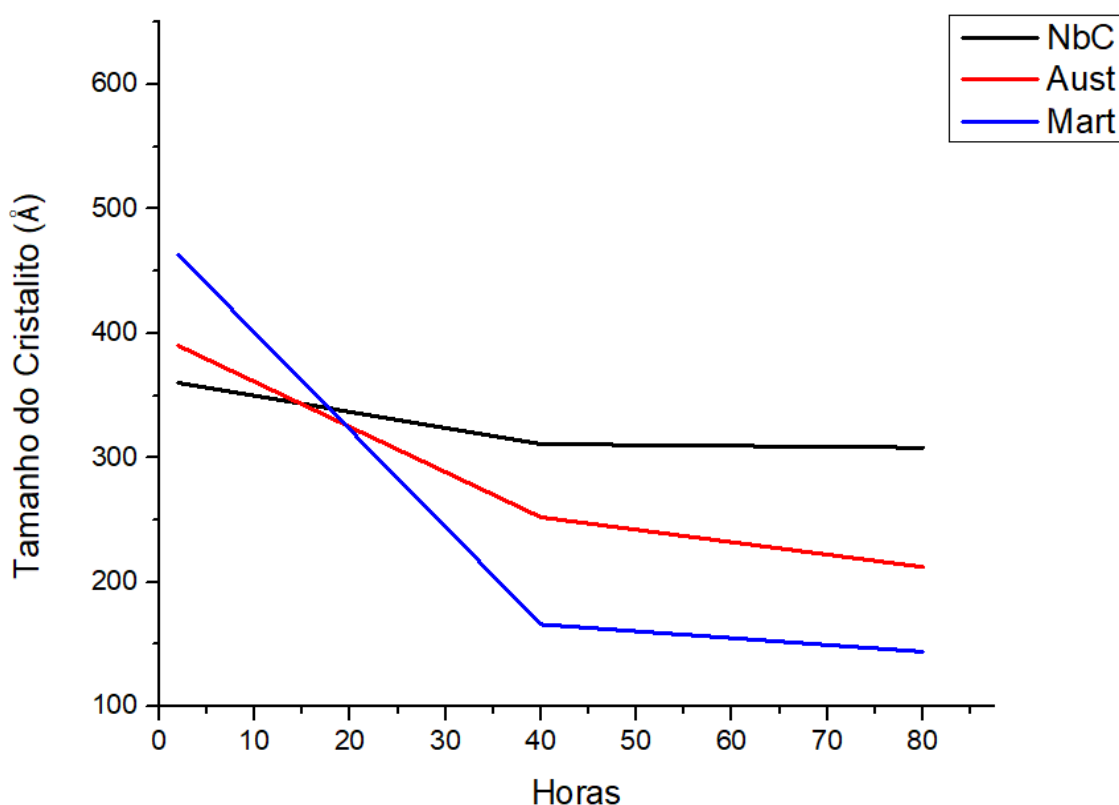
O refinamento pelo método de Rietveld demonstrou o comportamento da formação de novas fases entre as amostras, nota-se após as duas horas de moagem cerca de 10% do peso do material sendo constituído de martensita, enquanto para as 40 horas o valor está em cerca de 20% e para 80 horas em cerca de 25% na moagem a úmido. Para a moagem a seco de 80 horas, é observável a presença de quase 40% de martensita, indicando maiores deformações na rede cristalina da austenita. A Tabela 6 abaixo demonstra esse comportamento, que quanto maior foi o tempo de moagem, maior a formação de martensita induzida por deformação plástica, sendo a amostra 4, moída a seco, com maior taxa de transformação martensítica.

Tabela 6 – Porcentagem em peso das principais fases encontradas.

	Austenita	Martensita	NbC
Amostra 1	88,77	9,91	1,31
Amostra 2	76,77	20,40	2,81
Amostra 3	69,90	24,95	5,14
Amostra 4	56,81	38,04	5,14

Fonte: Autor (2026).

Para o tamanho dos cristalitos, foram analisadas as amostras 1, 2 e 3. Começando pela diferença entre a moagem de 2 horas e 40 horas, é possível observar a queda do tamanho dos cristalito para os componentes metálicos (a martensita de 450 para 190 Å, e austenita de 390 para 250 Å), enquanto o NbC sofre pequena variação de tamanho (de 350 até 310 Å). Para finalizar, da moagem de 40 horas até 80 horas nota-se a estabilidade geral nos tamanhos de grãos, com pouca variação nos tamanhos de cristalitos.

Figura 35 - Variação do tamanho de cristalito das amostras 1, 2 e 3.

Fonte: Autor (2026).

5. CONCLUSÕES

Os dados coletados durante o trabalho demonstraram o comportamento do pó compósito de aço inoxidável 316L com adição de Carbetto de Nióbio pelo processo de moagem mecânica de baixa energia, com adição e sem adição do fluido de ciclo-hexano.

Para a morfologia do pó, foi constatado via microscopia eletrônica de varredura que a moagem a úmido de 2 horas não apresentou mudanças significativas, enquanto na moagem a úmido de 40 horas foi constatado a formação de placas encruadas e o começo do processo de quebra delas em partículas menores. Ambas as moagens de 80 horas, a seco e a úmido, obtiveram resultados análogos, demonstrando a fragmentação das placas encruadas em partículas menores, porém ainda sendo possível observar diversas placas, desta maneira é possível afirmar que 80 horas não teve energia suficiente para alcançar a completa homogeneização do pó em partículas menores.

Para a análise química via espectrometria de dispersão atômica, foi possível observar a contaminação das amostras com alumina, material utilizado no jarro e nas esferas moedoras, sendo as amostras moídas a úmido com menor grau de contaminação, enquanto a amostra a seco demonstrou maiores graus de contaminação e também oxidação da amostra.

Para os difratogramas obtidos pela difração de raios-x, foi observado o achatamento dos picos presentes e o aumento na intensidade dos picos referentes a martensita, sendo este aumento mais perceptível na amostra moída a seco, da qual também foi observada a oxidação do ferro para a fase de magnetita. Utilizando o método de refinamento de Rietveld, foi observado a porcentagem em peso das fases pelo tempo de moagem, e conforme o tempo aumentava foi constatado o aumento da porcentagem de martensita induzida por deformação plástica, com a amostra de 80 horas moída a seco indicando maiores porcentagem, 38,04%, contra 24,69% da amostra de 80 horas moída a úmido. Utilizando o mesmo método de refinamento, foi observado a diminuição do tamanho de cristalito de ambas as fases até a moagem de 40 horas, enquanto a moagem de 40 horas até 80 horas o tamanho do cristalito permaneceu estável.

5.1 PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

Como propostas para trabalhos futuros envolvendo o mesmo material, sugiro:

- Avaliar as variáveis de processamento das próximas etapas da metalurgia do pó, como a força de compactação, temperatura e atmosfera do forno de sinterização para obter o melhor processamento e porosidade residual.
- Caracterizar as propriedades mecânicas, como limite de escoamento, dureza e microdureza do material sinterizado.
- Avaliar a microestrutura e o efeito do carbeto de nióbio na susceptibilidade de corrosão intergranular do aço inox 316L.

REFERÊNCIAS

ALMANGOUR, B. Powder metallurgy of stainless steel: State-of-the art, challenges, and development. **Nova Science, Inc.** Jan, 2015. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/298083929_Powder_metallurgy_of_stainless_steel_State-of-the_art_challenges_and_development>. Acesso em: 19 jul, 2023.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5601: Aços inoxidáveis — Classificação por composição química**. Rio de Janeiro, 12 dez. 2011.

AVILA, D, S. **Desenvolvimento de compósito de matriz ferrosa reforçado por carvão de nióbio formado in situ durante a sinterização**. 2020. 149 f. Tese (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis. 2020.

BROOKS, C. R., **Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys**. 1ª ed. ASM, 1982.

CALLISTER, W, D., **Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais**. Uma abordagem integrada. 2ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2006.

CARVALHO, W, D. **Estudo da moagem de alta energia e sinterização de pós compósitos W-Cu**. 2008. 71 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal. 2008.

CHIAVERINI, Vicente. **Metalurgia do pó**. 3ª ed. São Paulo: ABM, 1992.

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

FOGAGNOLO, J, B. **Estudo do Processo de Fabricação de Materiais Compósitos de Matriz de Alumínio por Metalurgia do Pó via Moagem de Alta Energia e Extrusão**. 2000. 256 f. Tese (Doutorado). Universidade Estadual de Campinas. Campinas. 2000.

FOLKHARD, E. **Welding Metallurgy Of Stainless Steels**. 1. ed. 1988, 289 p.

GILAPA, L, C, M. **Efeito do teor de cobre e dos caminhos de deformação na conformabilidade e na martensita induzida por deformação no aço inoxidável austenítico AISI 304**. Joinville, 2011. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Santa Catarina. 2011.

HOFFMAN, P, R. **INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE CORTE NA INTEGRIDADE SUPERFICIAL DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 316L SUBMETIDO À PROCESSO DE TORNEAMENTO CILÍNDRICO EXTERNO**. 2023. 94 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2023.

KAN, Wen Hao et al. Fabrication and characterization of microstructure of stainless steel matrix composites containing up to 25 vol% NbC. **Materials Characterization**. 22 jul,

2016. Disponível em:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1044580316302200?via%3Dihub>
 . Acesso em: 05 ago, 2023.

KINAST, Éder Julio. **REFINAMENTO ESTRUTURAL COM O MÉTODO RIETVELD: IMPLEMENTAÇÃO E ENSAIOS COM O PROGRAMA FULLPROF**. 2000. 95 f. Dissertação (Mestrado em Física) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. Porto Alegre, abr. 2000.

KOTECKI, J; LIPPOLD, C. **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels**. Wiley-Interscience.

LISCHKA, F, T. **EFEITO DO COBRE E DA DEFORMAÇÃO NO EFEITO TRIP DE UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 304, AVALIADO POR DIVERSOS MÉTODOS DE ANÁLISE**. 2013. 116 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2013.

MENDONÇA, P, S, C. **PRODUÇÃO DO COMPÓSITO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX-CARBETOS POR MEIO DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA**. 2018. 179 f. Tese (Doutorado em Materiais para Engenharia). Universidade Federal de Itajubá. Itajubá, 2018.

MOTA, E. V. **Análise Quantitativa e Refinamento De Estruturas Cristalinas Pelo Método De Rietveld Para Minerais Presentes Em Solo Argiloso E Suas Frações**. 2008. 118 f. Dissertação (Mestrado) Departamento de Ciências Naturais, Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, 2008.

MURTY, B. S.; RANGANATHAN, S. Novel materials synthesis by mechanical alloying/milling. **International Materials Reviews**. v. 43, n. 3, p.101-141, 1998. Disponível em:
https://www.researchgate.net/profile/Srinivasa-Ranganathan/publication/233568082_Novel_materials_synthesis_by_mechanical_alloyingmilling/links/0c96052bdd76a2cb4b000000/Novel-materials-synthesis-by-mechanical-alloying-milling.pdf. Acesso em: 07 nov, 2023.

NETO, N, S, G. **CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL 316L FABRICADO POR MANUFATURA ADITIVA PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS**. 2021. 96 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica).- Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”. Ilha Solteira. 2021.

OLIVEIRA, C, F. **Caracterização estrutural e microestrutural de cerâmica PZT dopados com Nióbio**. 1998. 102 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista. Araraquara. 1998.

PHILLIPS, D, H. **Welding Engineering An Introduction**. 1ª ed. Wiley, 2016.

PIERSON, Hugh O. **Handbook of Refractory Carbides and Nitrides: properties, characteristics, processing and applications**. Westwood: Noyes Publications, 1996.

SANTOS, C, O, P. **Estudos de cerâmica piezelétricas pelo método de Rietveld com dados de difração de raios X**. 1990. Tese (Doutorado em Ciência Física Aplicada) - Instituto de Física e Química de São Carlos, Universidade de São Paulo. 1990.

SILVA, A. L. V. DA C. E; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais**. 3ª ed. São Paulo: Editora Blucher, 2010.

SILVA, A, C, M. **SOLDAGEM DISSIMILAR ENTRE O AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX 2205 E DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO 420B POR MEIO DO PROCESSO TIG AUTÓGENO**. 2022. 125 f. Tese (Mestrado em Engenharia Metalurgia). -Universidade Federal Fluminense. Volta Redonda. 2022.

SILVA, E, N, D; NASCIMENTO, R, M, D; CAMPOS, J, D, R. Caracterização Química e Microestrutural de Um Aço Inoxidável Austenítico 316L para Equipamentos da Indústria de Petróleo. In: **ANAIS DO 11º CONGRESSO BRASILEIRO DE PETRÓLEO E GÁS**, 2022, Belém. Anais eletrônicos..., Galoá, 2022. Disponível em: <<https://proceedings.science/pdpetro-2022/trabalhos/caracterizacao-quimica-e-microestrutural-de-um-aco-inoxidavel-austenitico-316L-p?lang=pt-br>> Acesso em: 27 Maio. 2025.

SIMSEK, D; SIMSEK, I. Wear Performance of Ex-situ NbC and In-situ Al₄C₃ Reinforced A356 Matrix Hybrid Composites at High Temperatures. **Current Studies in Materials Science and Engineering**. p. 128-144. 2024. Disponível em: <https://www.researchgate.net/profile/Yusuf-Uzun-7/publication/387502354_Current_Studies_in_Materials_Science_and_Engineering/links/677126bafb9aff6eaaf3e74c/Current-Studies-in-Materials-Science-and-Engineering.pdf#page=137>. Acesso em: 1 nov, 2025.

SOUSA, A, B, F. **CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO AISI 410S SOLDADO PELO PROCESSO FRICTION STIR WELDING**. 2021. 72 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Metalúrgica e Materiais) - Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, 2021.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in Material Science**, v. 46, p. 1-184, 2001. Disponível em <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642599000109>>. Acesso em: 07 nov, 2023.

VIJAYA, J, D; SMART, R, S, D; WINS, L, D K; DHAS, D, S, E, J. Synergistic effect of niobium carbide and titanium nanoparticles on the mechanical and microstructural properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy hybrid composites. **Engineering Research Express**. 13 jun, 2024. Disponível em: <<https://iopscience.iop.org/article/10.1088/2631-8695/ad5304/meta>>. Acesso em: 1 nov, 2025.

WANG, Z; ZHOU, M; JIANG, Y; LIU, Z. Effects of in situ NbC on the microstructure and high-temperature friction wear properties of 4Cr5MoSiV1 steel. **Journal of Materials Research and Technology**. 28 Abr, 2023. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S223878542300916X>>. Acesso em: 1 nov, 2025.

WITKOWSKI, Vinicius. **REAPROVEITAMENTO DE CAVACOS DE USINAGEM UTILIZANDO A METODOLOGIA DE PROCESSAMENTO DA METALURGIA DO PÓ**. 2018. 57 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica)- Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2018.

YOUNG, R. A. **The Rietveld Method**. International Union of Crystallography. Georgia Institute of technology. Atlanta, 1995.

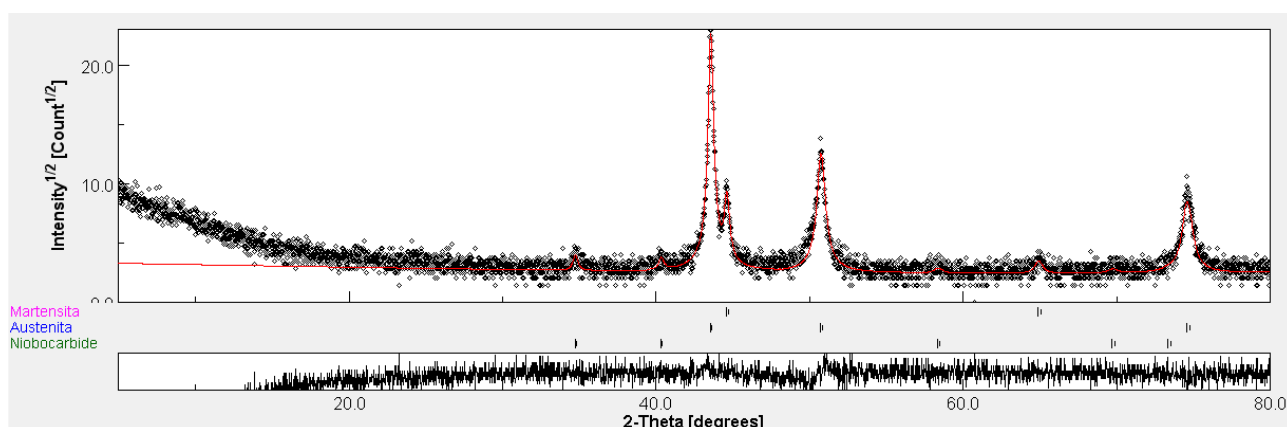
ANEXOS

ANEXO A - PARÂMETROS DE CONFIABILIDADE DO REFINAMENTO DE RIETVELD

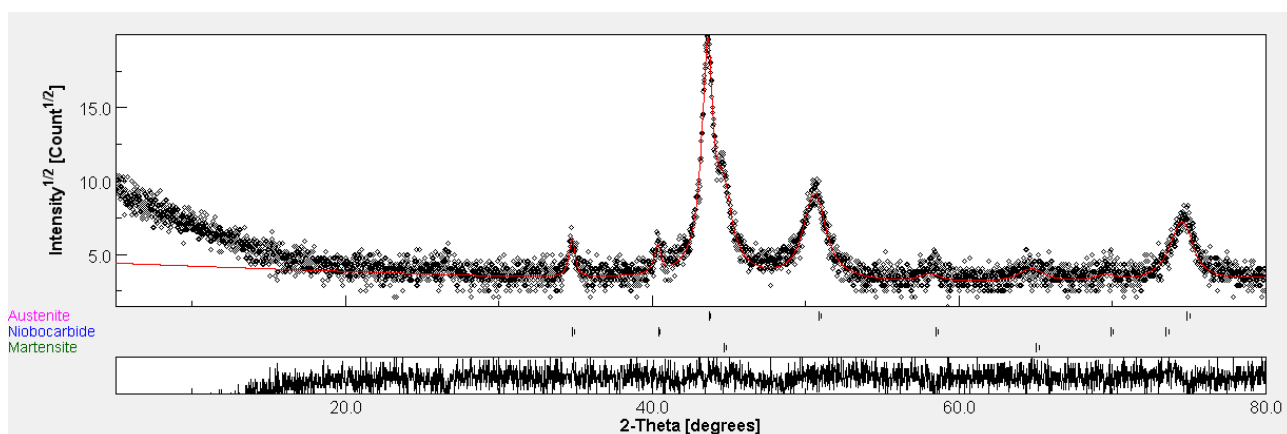
Parâmetros de confiabilidade:

	Rb	Rwp	Rexp	S
Amostra 1	41,42	28,31	29,67	0,95
Amostra 2	29,84	22,45	23,94	0,93
Amostra 3	37,26	25,28	24,18	1,04
Amostra 4	35,01	28,11	24,04	1,16

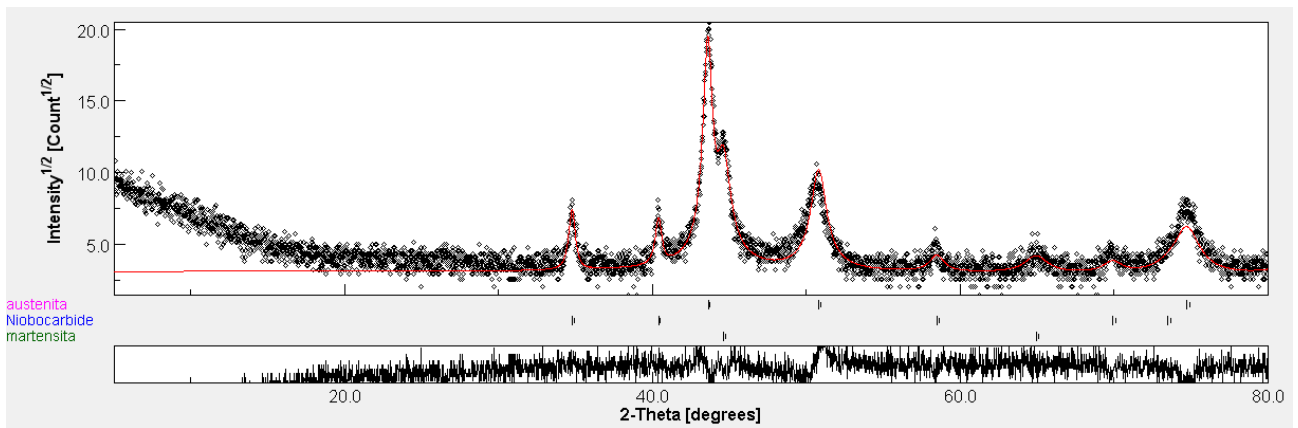
Amostra 1:



Amostra 2:



Amostra 3:



Amostra 4:

