

SÍNTESE POR COMBUSTÃO DE MISTURAS DE PÓS 25Nb75Al APÓS MOAGEM DE ALTA ENERGIA

*Leal Neto, R. M.; Rocha, C. J.; Alves, N. C.;
Dalzochio, M. C.; Venturacci, F. L. H.; Ambrozio Filho, F.*

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
Departamento de Engenharia de Materiais
Caixa Postal 11049 - CEP 05422-970 - São Paulo - SP – Brasil
Fax: +55 (011) 3816-9370
e-mail: lealneto@net.ipen.br

Resumo

Neste trabalho é investigada a influência da moagem de alta energia sobre a síntese por combustão de misturas de pós 25Nb75Al (estequiometria do NbAl₃). Com este fim, foram realizadas a análise térmica diferencial e a reação de amostras compactadas após a moagem. A moagem de alta energia foi conduzida num moinho vibratório, variando-se apenas o tempo de moagem, com o objetivo de refinar a dispersão dos pós de nióbio e alumínio sem que houvesse reação *in situ*. Uma amostra sem o tratamento prévio de moagem (mistura simples dos pós) foi testada para fins comparativos. A análise térmica diferencial foi conduzida sobre amostras não compactadas, a partir da temperatura ambiente até 1100°C, com taxa de aquecimento e fluxo de Argônio fixos (15°C/min e 5ml/min, respectivamente). Amostras compactadas (pastilhas cilíndricas) foram reagidas sob vácuo, com taxa de aquecimento similar. A densificação foi avaliada a partir da determinação da densidade das pastilhas antes e depois da reação. A difração de raios X e a microscopia eletrônica de varredura foram utilizadas para identificação de fases. Os resultados mostraram que há uma variação drástica da temperatura de ignição e na evolução da reação de síntese do NbAl₃ a medida que o tempo de moagem é aumentado. Tais alterações são discutidas juntamente com os dados de densificação das pastilhas.

Palavras Chave: Intermetálicos; Combustão; Moagem; Aluminetos; Metalurgia do Pó

Introdução

Os compostos intermetálicos a base de Nb-Al são materiais com potencialidade de aplicação em componentes estruturais para elevadas temperaturas, onde são desejáveis altos pontos de fusão e elevada resistência mecânica [1-4]. Entre eles, o trialumineto de Nióbio, $NbAl_3$, tem recebido especial atenção em razão da sua baixa densidade ($4,54 \text{ g/cm}^3$), resultante do seu alto teor de alumínio, e de sua elevada temperatura de fusão ($1680 \text{ }^\circ\text{C}$) [2,4,5]. A síntese por combustão, tema deste trabalho, é um processo mais simples e mais barato que os processos tradicionais de obtenção de $NbAl_3$, que envolvem temperaturas ou pressões muito elevadas e, portanto, demandam equipamentos mais caros [4,6-8]. Partindo-se da mistura dos pós dos elementos que constituem o intermetálico - numa proporção que em geral guarda a mesma estequiometria do produto, é possível obter o composto desejado mediante o aquecimento da mistura até uma temperatura onde a reação ocorre de maneira espontânea (ignição), gerando calor. Há dois modos básicos pelos quais a reação pode ser conduzida. No primeiro, a reação é iniciada localmente, sendo capaz de se autopropagar como uma onda de combustão através da mistura de reagentes em questão, convertendo-os no produto à medida da sua passagem. É o modo SHS propriamente dito (do inglês “Self-Propagating High-Temperature Synthesis”). No segundo, chamada comumente de “explosão térmica” [9] – ou mais apropriadamente de “combustão simultânea” [10] – a mistura é aquecida globalmente até a temperatura de ignição, a partir da qual a reação de combustão ocorre de maneira espontânea em toda a mistura.

Vários aspectos da síntese por combustão do $NbAl_3$ tem sido investigados nos últimos anos, como a taxa de aquecimento, o tamanho de partícula dos pós constituintes, a densidade a verde da mistura, desgaseificação prévia da mistura e o mecanismo de reação [11-14]. Restringindo-se apenas às variáveis pertinentes à mistura, o tamanho de partícula, ou o grau de dispersão dos reagentes, é a mais importante (evidentemente se os reagentes forem sólidos), pois afeta a conectividade dos reagentes e principalmente a cinética de reação [9,11]. Com partículas finas as distâncias de difusão são pequenas e o número de contatos (ou área de contato) entre os reagentes é grande o que é favorável do ponto de vista cinético, de homogeneidade do produto e do grau de completitude da reação. Uma mistura de reagentes bastante íntima e com elevado grau de dispersão pode ser obtida por meio da moagem de alta energia, uma técnica largamente empregada na mecano-síntese ou elaboração mecânica de ligas (do inglês “mechanical alloying”) [15,16]. Isto se torna possível em razão do forte impacto das bolas do moinho com as partículas dos pós envolvidos, o que provoca uma

sucessão alternada de eventos de fratura e soldagem das partículas, promovendo uma mistura. Quando pós metálicos dúcteis são processados, como o alumínio, é comum o emprego de aditivos (chamados de agentes controladores de processo) que inibem a excessiva soldagem, estabelecendo um balanço entre o caldeamento e a fratura de partículas. As propriedades dos materiais processados são muito sensíveis às condições experimentais tais como o tipo de moinho, o tempo de moagem, a potência dos impactos ou choques das bolas (dependente por sua vez da energia cinética das bolas e da frequência de choques [17]), o material de que são feitas as bolas (por afetar a elasticidade do choque [18]), tipo e a quantidade do aditivo, a atmosfera de moagem, etc.

As reações de combustão auto sustentáveis (SHS) podem ser efetuadas em moinhos de alta energia de modo a permitir a síntese de uma vasta gama de materiais, entre os quais os compostos intermetálicos. A técnica é comumente denominada de moagem reativa (do inglês “reactive milling”). A ignição é favorecida não apenas por um aquecimento local, provocado pela colisão das bolas, mas também pela obtenção de uma mistura íntima e refinada dos reagentes.

Pós de $NbAl_3$, assim como outros intermetálicos do sistema Nb-Al, tem sido obtido a partir da moagem dos pós de Nb e Al, para produzir pós amorfos ou nanocristalinos deste composto. [19-22]. Recentemente, uma variação do processo SHS foi aplicada ao $NbAl_3$ por Gauthier *et al.* [23,24]. O processo foi chamado MASHS (do inglês “Mechanically Activated SHS”). Trata-se de ativar mecanicamente a mistura de pós por meio da moagem e, numa segunda etapa, efetuar a reação. Uma série de defeitos cristalinos são produzidos em razão da ativação mecânica, aumentando a taxa de difusão e multiplicando os núcleos de reação [25]. No presente trabalho, foi realizada a ativação mecânica de misturas 25Nb75Al (% atômica) seguida da síntese por reação no modo combustão simultânea.

Parte Experimental

Amostras de pó nióbio (grau de pureza 99%, -325 mesh) e de alumínio (grau de pureza 99,7%, - 325 mesh) foram individualmente pesadas (10 g) de acordo com a composição nominal do $NbAl_3$. A moagem foi realizada num moinho do tipo vibratório (SPEX® 8000), refrigerado a ar, utilizando-se um recipiente e bolas de aço inoxidável (7,14 mm de diâmetro). A razão entre a massa de bolas e de pó foi 10:1. Como agente controlador de processo foi adicionado o ácido esteárico na proporção de 1% em peso. O carregamento, o fechamento e a abertura do recipiente de moagem foram sempre realizados numa caixa de luvas sob

atmosfera de argônio. As amostras foram moídas por 1, 2 e 3 horas. A difração de raios X e a microscopia eletrônica de varredura foram empregadas na caracterização das amostras moídas. Amostras de 100 mg foram submetidas à análise térmica diferencial (ATD), sob fluxo de argônio (5 ml/min) e com taxa de aquecimento de 15 °C/min. Esta taxa de aquecimento foi escolhida com base em trabalhos anteriores de síntese por combustão do NbAl₃ sem moagem prévia, para efeito de comparação [12,26]. A partir das misturas moídas, pastilhas cilíndricas foram compactadas uniaxialmente (prensa hidráulica), em matriz flutuante ($\varnothing = 14$ mm), lubrificada com estearato de zinco. O elevado encruamento dos pós obrigou demandou uma etapa prévia de granulação, que consistiu de uma compactação com 100 MPa, seguida de fragmentação manual, e recompactação com cerca de 300 MPa. A densidade a verde das pastilhas foi obtida a partir da determinação das massas e das dimensões. A reação das pastilhas foi realizada num forno resistivo tubular de aquecimento automático. As reações foram conduzidas sob vácuo (10^{-3} a 10^{-4} Pa) produzido por um sistema de bombas mecânica e turbomolecular. Como retorta, utilizou-se um tubo de quartzo selado em uma das extremidades. Além do termopar de controle do forno, um termopar adicional foi posicionado do lado externo do tubo, junto à pastilha. Foi realizado um tratamento para retirada do ácido esteárico e desgaseificação do pó durante o aquecimento, constituído de um patamar isotérmico a 400 °C por 4 h. A taxa de aquecimento antes do patamar foi de 5 °C/min. Após o patamar empregou-se inicialmente a taxa de 15 °C/min e posteriormente de 30 °C/min. Foi possível constatar a ocorrência da reação de síntese do lado externo do forno, a partir de três eventos praticamente simultâneos. Primeiro, pela queda do nível de vácuo, lenta a princípio e logo depois intensa e rápida. Segundo, pela luz procedente da pastilha no interior do tubo de quartzo no momento da reação (coincidindo com a queda brusca do nível de vácuo). Por último, por uma pequena elevação da temperatura, detectada pelo termopar externo ao tubo. O aquecimento do forno, após a reação, prolongou-se apenas até 900 °C, desligando-se o forno em seguida. As pastilhas foram resfriadas no interior da retorta, então extraída do forno. A densidade aparente das pastilhas reagidas foi determinada com base na sua massa e dimensões geométricas. A caracterização microestrutural foi feita por microscopia eletrônica de varredura, auxiliada pela análise dispersiva de raios X (EDS).

Resultados e Discussão

Caracterização das misturas após a moagem

As observações realizadas no microscópio eletrônico de varredura (Fig. 1) permitiram verificar o efeito do tempo de moagem sobre o grau de mistura (dispersão) e a formação de agregados das partículas dos reagentes. As áreas claras das micrografias são partículas de Nb enquanto que as áreas escuras são partículas de Al. Após 1 h de moagem (Fig. 1a), já se verifica a formação de agregados, bastante ricos em alumínio, contendo algumas partículas deformadas (camadas) de nióbio. A deformação das partículas de nióbio (fase minoritária) pode ser utilizada na monitoração do grau de mistura e deformação plástica resultante do impacto com as bolas do moinho. Na Fig. 1a verifica-se uma série de partículas de Nb isoladas, ou seja, desassociadas das partículas de Al. Com o aumento do tempo de moagem (2 e 3 h), a mistura é mais favorecida, o que se comprova pela redução do número de partículas isoladas de Nb (Fig. 1b e 1c). O tamanho dos agregados aumenta após 2 h e diminui após 3 h de moagem. Nesta última condição as partículas isoladas de Nb não são mais observadas. Na Fig 1d, de maior magnificação, pode-se notar o elevado grau de deformação da mistura. Não se constatou em nenhum caso a formação de $NbAl_3$, o que também foi comprovado por difração de raios X.

O aspecto dos agregados aqui obtidos revela-se bastante diferente do obtido por Gauthier *et al.* [23]. Naquele caso, os agregados de Nb e Al são denotam uma deformação plástica tão severa como a verificada aqui. Além disto, após 1 h de moagem, a maioria das partículas de nióbio estão isoladas, exibindo pouca ou nenhuma deformação.

As curvas de análise térmica diferencial das amostras após moagem são mostradas na Fig. 2. A curva de uma amostra não moída (mistura simples) foi adicionada para fins comparativos. Na mistura simples, há um pico endotérmico a 660 °C, seguido de um evento exotérmico iniciado a aproximadamente 850 °C, com pico em 950 °C. Os eventos endotérmico e exotérmico são decorrentes da fusão do alumínio e da reação de síntese do $NbAl_3$, respectivamente, conforme já verificado anteriormente [11,12]. Após 1 hora de moagem, duas exotermas podem ser vistas. Uma delas ocorre logo após a fusão do alumínio e a outra se inicia à cerca de 800 °C. Esta Segunda exoterma é menos pronunciada que a exoterma da mistura simples e parece ser formada por dois eventos consecutivos. Após 2 h de moagem, a primeira exoterma é relativamente mais intensa do que a endoterma de fusão do Al, cujo pico

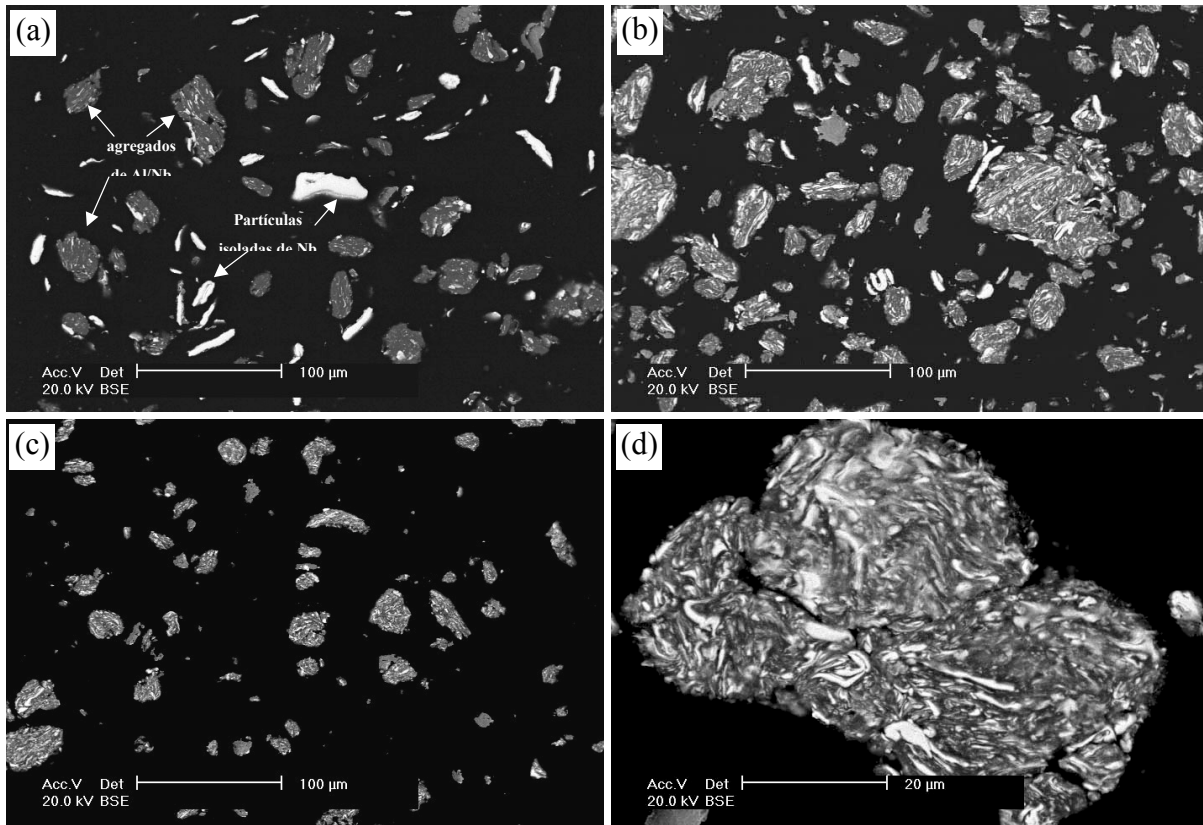


Figura 1 – Micrografias das misturas 25Nb7Al após moagem por (a) 1 h, (b) 2 h, (c) e (d) 3 h.

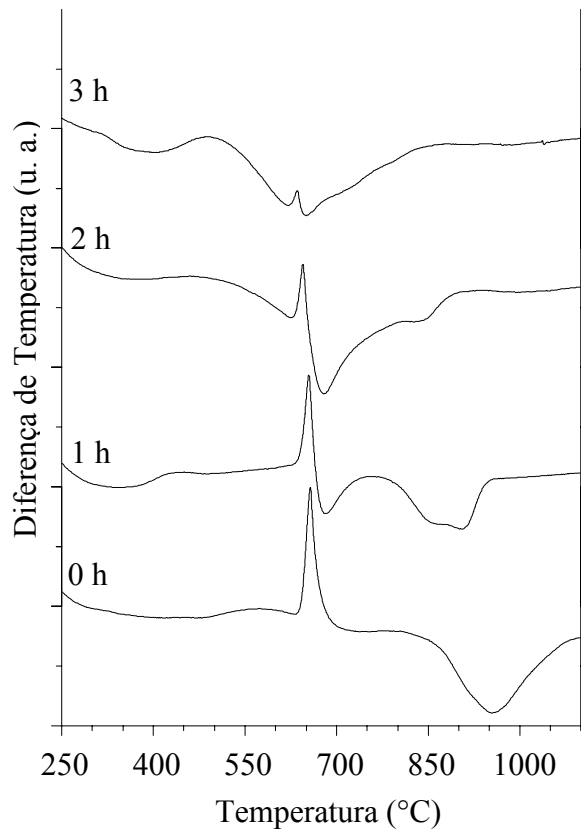


Figura 2 – ATD de amostras 25Nb75Al após moagem por 0 h (mistura simples) 1 h, 2 h e 3 h.

agora é deslocado para uma temperatura um pouco menor (cerca de 640 °C). A segunda exoterma apresenta intensidade sensivelmente diminuída nesta condição de moagem. Após 3 h de moagem uma alteração ainda mais drástica ocorre. A primeira exoterma inicia-se claramente antes da fusão do Al, à cerca de 500 °C, o qual se funde durante o evento exotérmico. A endoterma associada é, entretanto, de menor intensidade e deslocada para cerca de 630 °C. O segundo evento exotérmico, verificado nas amostras anteriores, não é mais observado.

Para se identificar o fenômeno associado ao primeiro evento exotérmico, foi realizado um aquecimento parcial das amostras até 750 °C no próprio equipamento de análise térmica. Esta temperatura foi escolhida por estar entre o primeiro e o segundo evento exotérmico. Os difratogramas de raios X das amostras resultantes são apresentados na Fig. 3. O NbAl₃ é formado parcialmente na amostra moída por 1 h, restando ainda Al e Nb não reagidos. Após 2 h, a formação de NbAl₃ é praticamente completa, ainda se verificando picos de intensidade bem baixa, referentes às reflexões das planos (111)_{Al} e (110)_{Nb}. Na amostra semiaquecida por 3 h, a reação do NbAl₃ foi completa. Dois picos de pequena intensidade não foram identificados nas amostras moídas por 2 e 3 h.

Caracterização de pastilhas reagidas

A microestrutura das pastilhas reagidas, conforme observação no MEV (elétrons retroespalhados), pode ser apreciada na Fig. 4. O NbAl₃ é a fase majoritária em todos os casos. Da mesma forma, foram sempre encontradas uma fase rica em Al (provavelmente alumínio não reagido) nos contornos de grão (fase cinza escuro da Fig. 4d), e partículas finamente dispersas no interior dos grãos, ricas em nióbio (provavelmente Nb não reagido), conforme resultados da análise por EDS. Em outras regiões, não mostradas na Fig. 4, verificou-se a presença de partículas ricas em alumínio e oxigênio (provavelmente Al₂O₃), particularmente na pastilha proveniente da mistura moída por 3 h. Uma identificação mais precisa por esta técnica não foi possível em virtude da fina distribuição destas fases. A difração de raios X, que poderá ser útil nesta etapa, ainda não foi realizada, assim como a microscopia eletrônica de transmissão. Conforme pode ser observado nas Fig. 4a e 4b, a porosidade nas pastilhas com 1 e 2 h é finamente distribuída, ocorrendo poucos poros grosseiros resultantes de gases ou vapores retidos. Os poros finos estão presentes nos contornos de grão do NbAl₃, associados à fase rica em alumínio. Já a porosidade da pastilha com 3 h de moagem é maior e interconectada, revelando uma densificação deficiente.

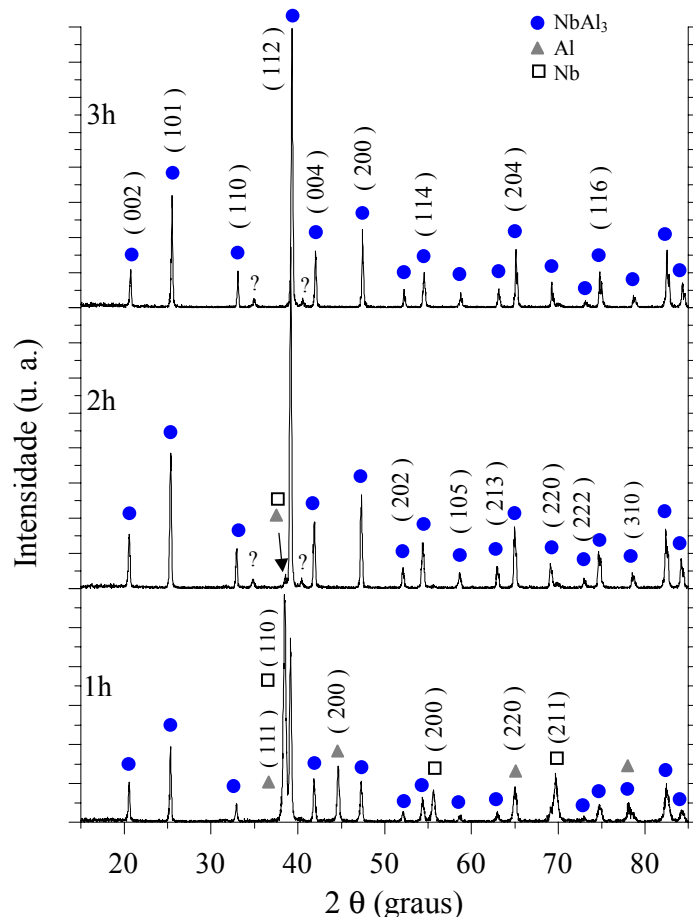


Figure 3 – Difratomogramas de misturas moídas por 1 h, 2 h e 3 h e aquecidas até 750 °C.

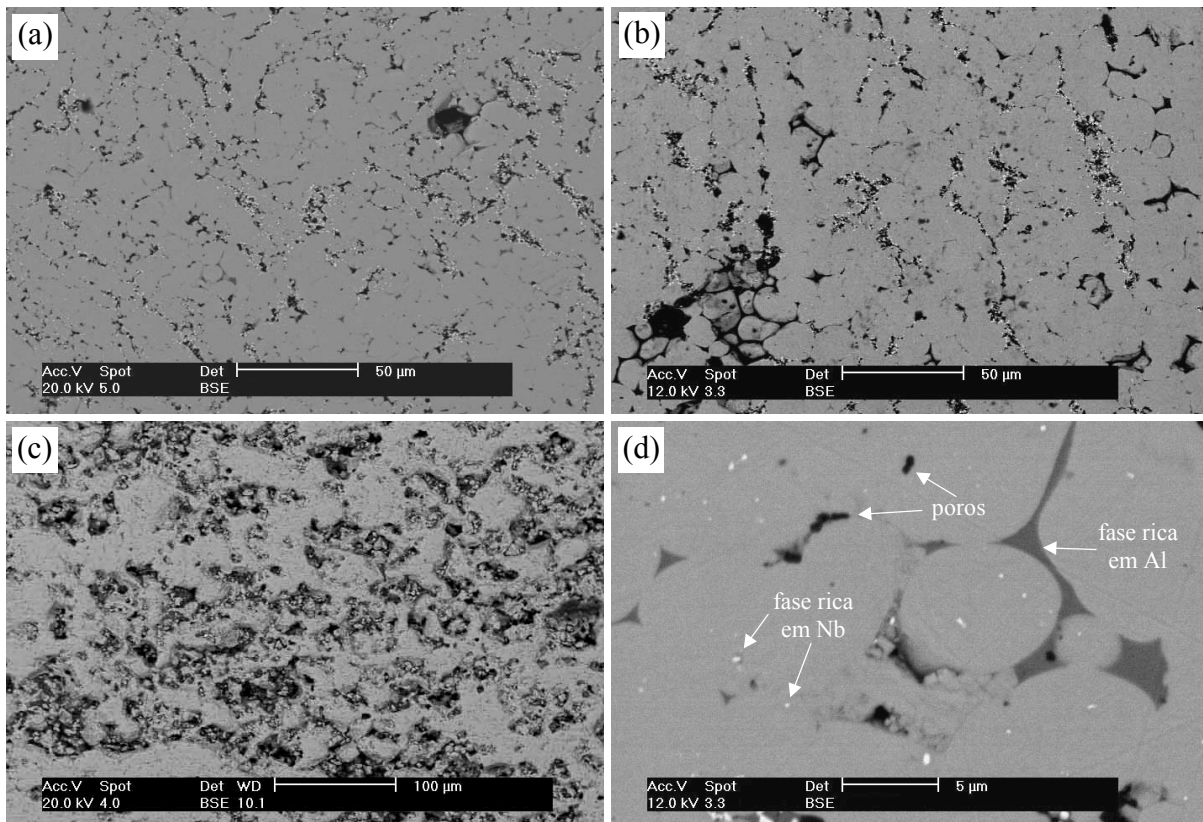


Figure 4 - Micrografias de pastilhas reagidas de misturas moídas por 1h (a), 2h (b) e 3h (c) e (d).

Na Tabela I estão reunidos os resultados de densificação das pastilhas reagidas, bem como os intervalos de temperatura de ignição. As temperaturas de ignição mencionadas referem-se às leituras de temperatura do termopar do forno no instante em que foi observada a ignição da pastilha. A densificação, D , foi definida como a variação da densidade das pastilhas reagidas em relação à máxima variação de densidade possível [27]. Os dados da tabela I foram obtidos com pastilhas reagidas com taxa de aquecimento, após o patamar de desgaseificação, de 30 °C/min. Testes preliminares com taxa de aquecimento de 15 °C/min em pastilhas provenientes de misturas moídas por 1 h, resultaram em inchamento uniforme e reação incompleta.

Tabela I – Densidade a verde (ρ_g), densidade após reação (ρ_r) e temperatura de ignição (T_{ig}) de pastilhas originadas dos pós moídos com 1, 2 e 3 h (dados provenientes de três pastilhas por mistura).

Condição da mistura	ρ_g (g/cm ³)	ρ_r (g/cm ³)	$D = \frac{\rho_r - \rho_g}{\rho_t - \rho_g}$	T_{ig} (°C)
Moagem por 1 h	2,98 ± 0,03	4,20 ± 0,08	0,78 ± 0,03	680-700
Moagem por 2 h	3,01 ± 0,03	4,21 ± 0,07	0,78 ± 0,02	680-700
Moagem por 3 h	2,87 ± 0,03	3,19 ± 0,10	0,19 ± 0,04	500-530

ρ_t = densidade teórica do NbAl₃ (4,54 g/cm³)

As densidades e densificações obtidas neste trabalho são todas inferiores às obtidas com pastilhas reagidas a partir da mistura simples dos pós de Nb e Al (4,45 g/cm³ e 0,96 , respectivamente), conforme obtido anteriormente [26]. Neste trabalho, entretanto, as distorções dimensionais das pastilhas reagidas foram mínimas, ao contrário do observado em pastilhas reagidas de misturas simples. Com 1 e 2 h obteve-se densificação semelhante, ocorrendo um queda acentuada com 3 h de moagem.

Uma análise global dos resultados aqui apresentados permite comprovar uma forte influência da ativação mecânica na reação de síntese do NbAl₃. Uma primeira alteração já é notada nos experimentos termoanalíticos. A reação que ocorre em apenas uma estágio na mistura simples, passa a ocorrer em dois estágios (1 e 2 h de moagem), voltando a ocorrer em

um único estágio com a moagem de 3 h, conforme indicam os experimentos de semiaquecimento a 750 °C. A temperatura do primeiro evento exotérmico das curvas termoanalíticas diminui à medida que o tempo de moagem aumenta, havendo uma queda mais brusca com 3 h de moagem. Tendência semelhante ocorre na ignição da reação nas pastilhas, embora a temperatura medida não seja a real (interior da pastilha), e sim a do forno. De qualquer modo, a reação de pastilhas sempre ocorreu como um único evento exotérmico, ao contrário do observado na termoanálise. Isto é explicado por diferentes condições térmicas entre o pastilha e a amostra de ATD. As perdas térmicas na amostra são sensivelmente maiores em relação à sua massa. Na pastilha a reação do primeiro evento exotérmico faz com que a sua temperatura se eleve até pelo menos a temperatura do segundo evento exotérmico, completando a reação. A redução na temperatura de ignição pode ser explicada pelo íntimo contato dos reagentes, conforme verificado na Fig. 1. Duas são as conseqüências deste fato. Primeiro a redução das distâncias de difusão, conforme já dito [25], o que também foi verificado por outros autores [23], mediante a diminuição do tamanho de cristalito, favorecendo a cinética da reação. A expansão das pastilhas reagidas com taxa de aquecimento de 15 °C/min pode ser explicada por formação do intermetálico por difusão (o que não ocorre na mistura simples), gerando uma grande quantidade de poros (efeito Kirkendall) consumido parte dos reagentes, antes que a temperatura de ignição fosse atingida. Experimentos específicos de interrupção do aquecimento em pastilhas deverão ser realizados para comprovar esta assertiva. Entretanto, os melhores resultados obtidos com o aumento da taxa de aquecimento para 30 °C/min, são indícios favoráveis. Um segundo aspecto se refere à formação de fase líquida (alumínio) e sua molhabilidade em relação às partículas de nióbio. Na combustão em sistemas formados por reagentes sólidos a formação de fase líquida é oportuna para a melhoria da densificação, uma vez que a ação capilar do líquido favorece o contato entre os reagentes, o que é particularmente importante no caso de aluminetos [11,13,28]. Trabalhos anteriores de síntese por combustão do NbAl₃ reportaram um intervalo de temperatura grande entre a fusão do alumínio e a ignição da reação [11-13]. Constatou-se que o alumínio fundido não molha inicialmente as partículas de Nb, o que só ocorre instantes antes da ignição. A explicação mais provável é a dependência do ângulo de contato com a temperatura [13]. A redução da temperatura de ignição, aqui observada, para valores próximos à da fusão do alumínio, ou mesmo abaixo desta temperatura, sugere que a molhabilidade, ou foi melhorada nas misturas moídas onde a ignição ocorreu após a temperatura de fusão do Al, ou não é necessária para a ignição, como na amostra moída por 3 h. Entretanto, neste último

caso, a densificação foi pequena, aparentemente em razão de uma menor quantidade de fase líquida formada. O aumento da cinética de difusão, resultante da moagem, faz com que haja menos tempo para a ação capilar do líquido. Isto pode explicar a presença da fase rica em alumínio, em alguns contornos de grão. Note-se os contornos arredondados dos grãos de NbAl_3 . Outra explicação para a diminuição da densificação com o tempo de moagem está no balanço térmico do sistema, pois maiores temperaturas de combustão são atingidas com maiores temperaturas iniciais dos reagentes [29]. Uma vez que a ignição ocorreu em temperaturas menores, a temperatura máxima atingida pela pastilha foi menor, comprometendo a sinterização, e portanto a densificação.

Comentários Finais

Neste trabalho ficou evidenciada a grande influência que a moagem de alta energia exerce sobre a síntese do NbAl_3 , por combustão simultânea de seus elementos constituintes (Al e Nb) particulados. Algumas questões levantadas aqui carecem de uma investigação mais profunda, o que deverá ser feito proximamente. Embora não se tenha atingido os mesmos níveis de densificação de pastilhas obtidas a partir da reação de mistura simples dos reagentes, os resultados aqui apresentados revelaram que é possível densificar o produto final com pequena distorção dimensional. Em trabalhos futuros, deverá ser investigada também a alteração da densidade a verde das pastilhas para um valor mais alto, com o intuito de melhorar a densidade final. Isto provavelmente prejudicará a queima do ácido esteárico, e demandará talvez uma etapa adicional de retirada deste material ainda na mistura, antes da compactação.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio que receberam do Laboratório de Análise Térmica (Divisão de Materiais Cerâmicos), financiado pela FAPESP, e também dos laboratórios da Divisão de Caracterização Física (MEV, Metalografia e Difração de raios X).

Referências

- [1] E. A. Loria, in International Symposium on Tantalum and Niobium, Tantalum-Niobium International Study Center, Brussels (1989), p. 631.
- [2] G. Sauthoff, Z. Metallkde. 81 (1990), p. 855.

- [3] E. P. Barth, J. K. Tien, S. Uejo and S. Kambara, *Mat. Sci. Eng. A* 153 (1992), p. 398.
- [4] C. -P. Reip and G. Sauthoff, *Intermetallics* 1 (1993), p. 159.
- [5] K. S. Kumar, *Intern. Mater. Rev.* 35 (1990), p.293.
- [6] J. H. Schneibel; P. F. Becher; J. A. Horton, *J. Mater. Res.* 3 (1988), p. 1272.
- [7] M. G. Hebsur; I. E. Locci; S. V. Raj and M. V. Nathal, *J. Mater. Res.* 7 (1992), p 1696.
- [8] R. Ray and R. Ayer, *J. Mater. Sci.* 27 (1992), p. 1642.
- [9] Z. A. Munir, *Am. Ceram. Soc. Bull.* 67 (1988), p. 342.
- [10] Z. A Munir, *Reviews Part. Mater.* 1 (1993), p. 41.
- [11] J. C. Murray and R. M German, *Metall. Trans. A* 23 (1992), p. 2357.
- [12] P. I. Ferreira and R. M. Leal Neto, *Int. J. Powder Metall.* 30 (1994), p. 313.
- [13] C. R. Kachelmyer; A. S. Rogachev and A. Varma, *J. Mater. Res.* 10 (1995), p. 2260.
- [14] R. M. Leal Neto and P. I. Ferreira, *J. Mater. Synth. Process* 7 (1999), p. 245.
- [15] J. S. Benjamin, *Metall. Trans.* 1 (1970), p. 2943.
- [16] J. S. Benjamin, *Mater. Sci. Forum* 88-90 (1992), p. 1.
- [17] M. Abdellaoui, M.; E. Gaffet, *Acta Metall. Mater.*, 43 (1995), p. 1087
- [18] A. Iasona; M. Magini, *Acta Mater.*, 44 (1996), p. 1109.
- [19] Z. Peng, C. Suryanarayana and F. H. Froes, *Scripta Metall. Mater.* 27 (1992), p. 475.
- [20] K. Isonishi and K. Okazaki, *J. Mat. Sci.* 28 (1993), p. 3829.
- [21] Z. Peng, C. Suryanarayana and F. H. Froes, *Metall. Trans.* 27A (1996), p. 41.
- [22] K. M. Lee, H. U. Yang and I. S. Ahn, in 1998 PM World Congress, EPMA (1998), p. 390.
- [23] V. Gauthier, C. Josse, F. Bernard, E. Gaffet, J. P. Larpin, *Mater. Sci. Eng. A265* (1999), p. 117.
- [24] V. Gauthier, F. Bernard, E. Gaffet, C. Josse, J. P. Larpin, *Mater. Sci. Eng. A272* (1999), p. 334.
- [25] L. Takacs, *Mater. Sci. Forum*, 269-272 (1998), p. 513.
- [26] R. M Leal Neto, Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo – IPEN, 1998, 115p.
- [27] B. H. Rabin; R. N Wright, *Metall. Trans. A*, 22A (1991), p. 277.
- [28] A. Bose; B. Moore, R. M. German, N. S. Stoloff, *J. Met.* 49 (1988), p. 14.
- [29] H. C. Yi; J. J Moore, *J. Mat. Sci.*, 25 (1990) p.1159.

Abstract

In this work, the influence of high-energy ball milling on combustion of 25Nb75Al powder mixtures (NbAl₃ synthesis) is investigated. For doing so, differential thermal analysis (DTA) and reaction of compacted pellets from milled samples were performed. A vibratory ball mill was used for milling the powders at different times, only to promote a highly refined dispersion aluminum and niobium, with no *in situ* reaction. A simple mixed sample was tested for comparison purposes. DTA was conducted on milled mixtures up to 1100 °C at a fixed heating rate (15 °C/min) under argon (5ml/min). Cylindrical pellets were reacted under vacuum at a heating rate of 30 °C/min. Densification were determined from densities measured before and after the reaction. X-Ray diffraction and SEM analysis were performed for phase identification. Results showed a drastic change in ignition temperature and in the evolution of the NbAl₃ synthesis reaction as the milling time is increased. These aspects are discussed along with densification behavior of the pellets.

Key words: Intermetallics; Combustion; Milling; Aluminides; Powder Metallurgy