

SÍNTESE DO INTERMETÁLICO NiAl POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA EM MOINHO ATTRITOR

Evaldo Toniolo Kubaski ¹
 Osvaldo Mitsuyuki Cintho ²
 José Deodoro Trani Capocchi ³

Resumo

Pós de Ni e Al foram misturados na composição Ni50Al50 (% atômica). As misturas de pós foram submetidas à moagem de alta energia em moinho *Attritor* e *Spex* por diversos tempos. No *Attritor*, moagens adicionais foram realizadas seguindo um planejamento fatorial em dois níveis e três variáveis. Monitorou-se a evolução da temperatura do jarro durante as moagens. Os produtos foram caracterizados utilizando-se difratometria de raios X e microscopia eletrônica de varredura. A análise dos difratogramas de raios X, em conjunto com as curvas da temperatura do jarro em função do tempo de moagem, indica a formação do composto NiAl tanto em pós processados em moinho *Spex* quanto *Attritor*. No entanto, no *Spex* a formação ocorre para tempos inferiores de moagem. O planejamento fatorial indica que menores poderes de moagem levam a um maior aproveitamento do pó de entrada no *Attritor*. As micrografias eletrônicas de varredura indicam que as amostras processadas no *Attritor* produziram partículas na forma de flakes e de menor tamanho em relação às aquelas processadas no *Spex*.

Palavras-chave: Moagem de alta energia; Intermetálico NiAl; Planejamento fatorial.

SYNTHESIS OF NiAl INTERMETALLIC USING HIGH-ENERGY MILLING IN AN ATTRITOR MILL

Abstract

Ni and Al powders were mixed at Ni50Al50 composition (%at). These mixtures were processed by high-energy milling using *Attritor* and *Spex* mills at several milling times. In the *Attritor* mill, additional millings following a 2³ factorial design were performed. Vial temperature during milling was measured. The milling products were characterized by X-ray diffraction (DRX) and scanning electron microscopy (SEM). Analysis of X-ray diffraction patterns, in addition to the evolution of vial temperature during milling, indicate NiAl intermetallic formation either in *Spex* or *Attritor*. However, in *Spex* this compound appears in lower milling times. The factorial design suggests that, when using an *Attritor* mill, lower ball-to-powder ratios promotes greater values of η . Observing SEM images, the *Attritor* samples show a flake-like morphology with finer particles as compared to those produced in the *Spex* mill.

Key words: High-energy milling; NiAl intermetallic compound; Factorial design.

1 INTRODUÇÃO

Relatos da literatura demonstram a possibilidade de obtenção do composto intermetálico NiAl utilizando moagem de alta energia, sendo que os tipos de moinhos mais utilizados para este fim são o moinho *Spex*^{1 (1-6)} e o moinho planetário.⁽⁷⁻¹²⁾ Com relação à utilização do moinho *Attritor*,² os relatos são mais escassos e, possivelmente, o primeiro relato de síntese de NiAl utilizando

este tipo de moinho é o trabalho de Nash et al.⁽¹³⁾ Este trabalho deu origem a uma série de estudos onde se verificou que a moagem de alta energia poderia promover uma mudança de textura no NiAl, ativando novos sistemas de deslizamento e promovendo melhoria na ductilidade do material processado.⁽¹⁴⁻¹⁷⁾

¹ *Spex* é marca registrada do Grupo Spex CertiPrep (EUA).

² *Attritor* é marca registrada da Union Process (EUA).

¹Engenheiro de Materiais. M.E. Aluno de Doutorado. Escola Politécnica da USP – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Av. Prof. Mello Moraes, 2463 - 05508-900 - São Paulo, SP, Brasil. evaldotk@usp.br

²Engenheiro de Materiais. M.E. Dr. Professor Adjunto. Universidade Estadual de Ponta Grossa – Departamento de Engenharia de Materiais. Av. Gal. Carlos Cavalcanti, 4748 - 84030-900 - Ponta Grossa, PR, Brasil. omcintho@uepg.br

³Engenheiro Metalúrgico. M.E. PhD. Professor Titular. Escola Politécnica da USP – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Av. Prof. Mello Moraes, 2463 - 05508-900 - São Paulo, SP, Brasil. jdtcapoc@usp.br

O objetivo deste trabalho é estudar variáveis que interferem no processamento de pós de Ni e Al por moagem de alta energia em moinho Attritor. As variáveis em estudo são: tempo de moagem, poder de moagem e o uso de agente controlador de processo (ACP).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Pós de níquel e alumínio foram misturados com a composição Ni₅₀Al₅₀ (% atômica), que corresponde à estequiometria do composto intermetálico NiAl. Utilizaram-se pós de níquel metálico, fornecido pela Vetec Química Fina LTDA, e alumínio metálico, fornecido pela Alcoa Alumínio S.A., ambos com pureza de 99,8%.

O moinho Attritor utilizado foi o modelo 01HD, marca Union Process, equipado com jarros de aço inoxidável e hastes também de aço inoxidável com braços de Colmonoy. As moagens nesse equipamento foram conduzidas sob atmosfera dinâmica de argônio, segundo um planejamento fatorial em dois níveis e três variáveis, conforme a metodologia descrita por Box, Hunter e Hunter.⁽¹⁸⁾ As esferas empregadas (corpos moedores) foram confeccionadas em aço SAE 52100. Para este caso, utilizou-se uma mistura de esferas de diâmetros 6,35 mm e 4,76 mm, em uma fração numérica igual a 0,5. As variáveis em estudo no planejamento fatorial foram: poder de moagem (PM), tempo de moagem (t) e quantidade de agente controlador de processo (ACP), que neste caso foi utilizado ácido esteárico. Os níveis utilizados para cada uma das variáveis e seu respectivo código estão mostrados na Tabela I. A resposta monitorada em cada experimento foi a relação entre a massa final e inicial de pós em cada corrida (η), sendo η (em %) obtido por meio da Equação 1, onde m_f é a massa final (g) e m_i é a massa inicial (g). A massa inicial de pó empregada foi de 100 g e 50 g para poderes de moagem iguais a 20:1 e 40:1, respectivamente, ou seja:

$$\eta = \frac{m_f}{m_i} \cdot 100\% \quad (1)$$

Tabela I. Níveis utilizados no planejamento fatorial para o moinho Attritor e seus respectivos códigos

	PM		t (min)		ACP (% peso)	
Níveis	20:1	40:1	80 min	120 min	0,75	1,5
Código	-	+	-	+	-	+

Além do planejamento fatorial descrito para o moinho Attritor, foram realizadas moagens de 4 h, 8 h, 15 h e 24 h. Estas moagens também foram conduzidas sob atmosfera dinâmica de argônio. O poder de moagem empregado nestas situações foi de 20:1 e 40:1. Para o poder de moagem 20:1 os pós foram processados por 4 h e 8 h, utilizando-se a mistura de esferas de diâmetro 6,35 mm e 4,76 mm já descrita (4 h, 8 h, 15 h e 24 h). Para as moagens com poder de moagem igual a 40:1 foram utilizadas esferas de 6,35 mm de diâmetro. A massa de esferas utilizadas em todas as moagens no Attritor, incluindo aquelas do planejamento fatorial, foi de 2 kg.

Durante as moagens em moinho Attritor foi realizado o monitoramento indireto da evolução da temperatura da moagem em função do tempo. O jarro desse moinho, quando em operação, é refrigerado por uma camisa d'água. A medição contínua da temperatura na entrada e na saída de água desse sistema de refrigeração permitiu a avaliação indireta da temperatura do jarro durante moagem. Para isto, fixaram-se termopares tipo K na entrada e saída de água e ambos os termopares foram conectados a um sistema de aquisição e armazenamento de dados do tipo Data Logger, marca Delta Ohm, modelo DO9416.

Para efeitos comparativos, também foram realizadas moagens em moinho Spex (marca Spex CertiPrep, modelo 8000 Mixer/Mill). Neste caso, as moagens foram conduzidas sob atmosfera de argônio, introduzida nos recipientes (jarros) de moagem através de uma glove box. Estes jarros foram confeccionados em aço ferramenta e os corpos moedores (duas esferas de diâmetro igual a 12,7 mm e quatro esferas de diâmetro igual a 6,35 mm) foram confeccionados em aço SAE 52100. Os tempos de moagem empregados foram: 62 min, 65 min, 2 h, 5 h e 15 h. O poder de moagem empregado foi de 7:1 e a massa inicial empregada em cada corrida foi de 3 g. Durante as moagens, monitorou-se a evolução da temperatura do jarro utilizando um termopar tipo K fixado no fundo deste em conjunto com o sistema de aquisição e armazenamento de dados já descrito.

Os produtos das moagens foram caracterizados por difratometria de raios X e microscopia eletrônica de varredura. Os difratogramas de raios X foram obtidos em um difratômetro marca Shimadzu, modelo XRD6000 e em um difratômetro marca Philips, modelo MPD 1880, ambos com radiação CuK α . As micrografias eletrônicas de varredura foram obtidas em microscópios marca Shimadzu, modelo SSX550, marca Leo, modelo 440 e marca FEI, modelo Quanta 600 FEG.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A composição em estudo corresponde à relação estequiométrica do composto intermetálico NiAl, que, conforme relatos anteriores,^(2-4,8) forma-se através de uma reação exotérmica repentina quando pós de níquel e alumínio são submetidos a moagem de alta energia. Durante o processo de moagem, a detecção da variação brusca da temperatura do jarro pode ser considerada como um indicativo da ocorrência de reações exotérmicas. A Figura 1 apresenta o monitoramento indireto da evolução das temperaturas dos jarros de moagem

para os moinhos *Spex* e *Attritor*, onde é possível observar uma elevação brusca de temperatura a aproximadamente 62 min de moagem, para o *Spex*, e 179 min e 304 min, para o *Attritor*, neste último utilizando-se poderes de moagem iguais a 40:1 e 20:1, respectivamente. A Figura 2 mostra difratogramas de raios X onde se verifica o aparecimento de picos do NiAl, para tempos superiores a 62 min (moinho *Spex*), e para tempos superiores a 3 h (moinho *Attritor*). Com base nestes resultados, pode-se sugerir que a formação de NiAl ocorre em tempos inferiores no moinho *Spex*, quando comparado ao moinho *Attritor*. Os moinhos *Spex* e *Attritor* têm características de moagem bastante distintas entre si; porém, importantes diferenças entre ambos referem-se à velocidade de impacto atingida por seus corpos moedores e à frequência de impacto média desses corpos. A velocidade de impacto no *Spex* pode ser assumida como igual a 4 m/s a uma taxa de 7/s por esfera,^(19,20) enquanto que, no *Attritor*, a velocidade e a frequência são de 0,5 m/s e 0,88/s.^(19,21) Estas características sugerem o motivo da formação de NiAl em menores tempos de moagem no moinho *Spex*. Ainda na Figura 1, pode-se observar que, quando um maior poder de moagem é empregado no moinho *Attritor*, há a tendência de que a reação exotérmica de formação de NiAl ocorra em menores tempos de moagem; isto é, quanto maior o poder de moagem empregado, menor o tempo de ignição da reação. Este resultado concorda com aquele obtido no trabalho de Kubaski et al.,⁽²²⁾ onde tempo médio de ignição passou de 67,6 min para 48,6 min, quando o poder de moagem foi alterado de 7:1 para 10:1 no moinho *Spex*. Utilizando também um moinho *Spex*, Cardellini et al.⁽²⁾ identificam a ocorrência da reação exotérmica de formação de NiAl após aproximadamente 3 h de moagem, ou seja, um tempo de ignição bastante superior ao encontrado neste trabalho. Hwang,⁽²³⁾ utilizando um moinho *Attritor*, descreve o início de formação de NiAl após 34 h de moagem, porém, não faz menção alguma à ocorrência de reações exotérmicas durante o processo de moagem. Utilizando um moinho planetário, os trabalhos de Murty et al.⁽⁷⁻¹¹⁾ relatam a formação de NiAl através de uma reação exotérmica após 8 h de moagem. Nota-se que entre os diversos relatos de literatura há divergência em relação ao tempo de formação do composto NiAl através de moagem de alta energia; estas diferenças podem ser explicadas verificando-se que as condições de moagem adotadas pelos diferentes grupos de pesquisa também diferem, conforme mostrado na Tabela 2.

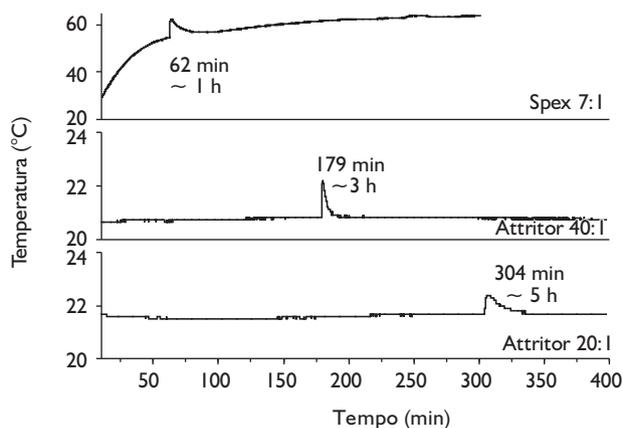


Figura 1. Curvas experimentais da evolução da temperatura durante a moagem da composição Ni50Al50 em moinho *Spex*⁽³⁾ e *Attritor*.

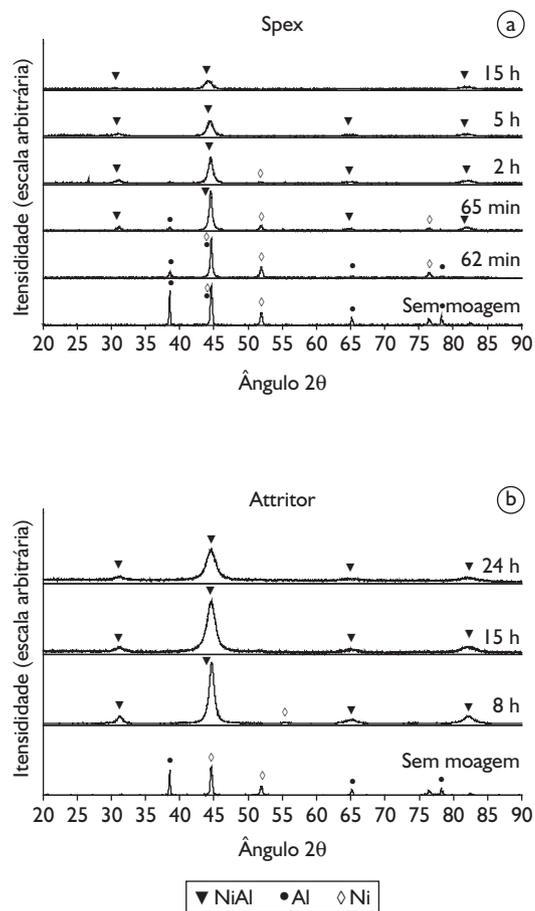


Figura 2. Difratogramas de raios X para amostras da composição Ni50Al50 em diversos tempos de moagem: a) Moinho *Spex*;⁽³⁾ b) Moinho *Attritor*, poder de moagem igual a 40:1.

Tabela 2. Variáveis de processo empregadas na moagem de pós de composição Ni50Al50 (% atômica)

Moinho	PM	Massa amostra (g)	ACP	Tempo de ignição (min)	Referência
<i>Spex</i>	7:1	3	Sem ACP	62	Este trabalho
<i>Spex</i>	5:1	2	(---)	180 (*)	(2)
<i>Attritor</i>	20:1	100	Ácido esteárico	~300	Este trabalho
<i>Attritor</i>	40:1	50	Ácido esteárico	~180	Este trabalho
<i>Attritor</i> (**)	20:1	(---)	Sem ACP (***)	(****)	(23)
Planetário	10:1	(---)	Tolueno	480	(7-11)

(*) Moagem conduzida em passos de 30 min com intervalos de 10 min para resfriamento.

(**) Modelo com 3 hastes; equipamento modificado pelos autores.

(***) Moagem criogênica nas duas primeiras horas de moagem.

(****) Sem relato de reação exotérmica.

(---) Não informado pelos autores.

Como o moinho *Attritor* possui uma maior capacidade de carga em comparação ao *Spex*, a sua utilização torna-se vantajosa quando se deseja a produção de maiores quantidades de pó; por exemplo, nos experimentos realizados, o *Spex* forneceu, em cada corrida, quantidades próximas a 3 g de material, enquanto que o *Attritor* gerou quantidades próximas a 50 g ou 100 g, dependendo do poder de moagem empregado. Durante a moagem de alta energia de pós-metálicos pode ocorrer soldagem do material no jarro e corpos moedores, diminuindo a quantidade de pós-obtida em relação à mistura inicial. Além disso, no *Attritor* existe ainda a possibilidade de que parte dos finos gerados no processo seja eliminada através da válvula de saída da atmosfera dinâmica de argônio. Por isso, no planejamento fatorial realizado, considerou-se como resposta de cada corrida a relação entre a massa final e inicial (η), com o objetivo de determinar condições de processamento que permitissem obter elevados valores de η no moinho *Attritor*, alterando-se as seguintes variáveis: poder de moagem (PM), tempo de moagem (t), e agente controlador de processo (ACP). A Tabela 3 apresenta o resultado obtido no planejamento fatorial.

Tabela 3. Resultado do planejamento fatorial

Ordem padrão	Ordem da corrida	PM	t (min)	ACP (%)	η (%)
1	4	-	-	-	96,0
2	5	+	-	-	95,6
3	7	-	+	-	98,2
4	8	+	+	-	97,0
5	1	-	-	+	90,9
6	2	+	-	+	73,4
7	6	-	+	+	97,2
8	3	+	+	+	73,3

Com bases nos resultados mostrados na Tabela 3, calcularam-se os efeitos principais e de interação, sendo que os valores calculados estão mostrados na Tabela 4, juntamente com seus respectivos erros padrão. Uma análise preliminar da Tabela 4 sugere que os efeitos principais do poder de moagem (PM) e do agente controlador do processo (ACP) e a interação entre eles (PM x ACP) requerem interpretação, pois são relativamente maiores que seus respectivos erros padrão. O gráfico de probabilidade normal dos efeitos principais e de interação, mostrado na Figura 3a, também confirma esta afirmação. Nesta figura, é possível observar que somente os efeitos principais PM e ACP e seu efeito de interação PM x ACP não estão sobre a reta ajustada do gráfico. O fato de estes efeitos estarem fora da reta ajustada do gráfico de probabilidade normal é indicativo que os mesmos devem ser analisados e sua ocorrência não pode ser considerada como mera coincidência.⁽¹⁸⁾ Além disso, como existe uma interação entre PM e ACP, os dois efeitos não podem ser interpretados isoladamente e, por isso, a análise é feita considerando-se o efeito de interação PM x ACP. Os demais efeitos mostrados na Tabela 4 não são significativos e não requerem uma análise mais aprofundada.

Tabela 4. Efeitos principais e de interação calculados

Efeito	Estimativa
Média aritmética de η	90,20 \pm 0,7
PM	-10,75 \pm 0,4
t	2,45 \pm 1,4
ACP	-13,00 \pm 1,4
PM x t	-1,80 \pm 1,4
PM x ACP	-9,95 \pm 1,4
t x ACP	0,65 \pm 1,4
PM x t x ACP	-1,40 \pm 1,4

O gráfico de interação PM x ACP (Figura 3b) mostra que, para teores mais baixos de ACP adicionados ao processo (representado como -1, na figura), não ocorre uma variação significativa de η quando se mudou o poder de moagem de 20:1 para 40:1 (isto é PM -1 para PM 1, de acordo com a notação codificada). Porém, quando as moagens foram conduzidas utilizando-se uma maior quantidade de ACP (situação codificada como 1), a diferença entre η quando os poderes de moagem são modificados é consideravelmente grande (aproximadamente 21%). Além disso, pode-se notar, ainda, na Figura 3b, que no caso do dois poderes de moagem empregados, ocorre uma queda em η quando se mudou a quantidade de agente controlador de processo; nessa situação, é possível perceber que a queda de η para PM 40:1 é muito superior à queda para PM 20:1.

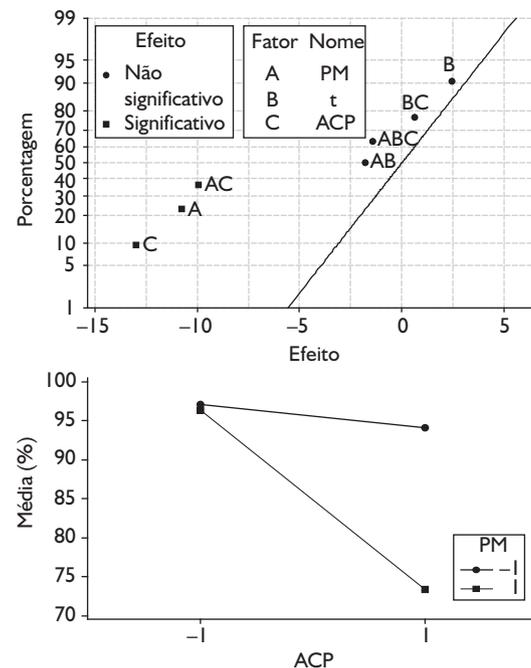


Figura 3. (a) Gráfico de probabilidade normal para os efeitos principais e de interação; (b) Gráfico de interação entre o poder de moagem e o agente controlador de processo (interação PM x ACP).

A diminuição de η está associada à perda de partículas finas devido ao arraste das mesmas pela atmosfera dinâmica de argônio que esteve presente durante todo o processamento dos pós. Segundo Suryanarayana,⁽²⁴⁾ o uso de ACP tende a ocasionar uma diminuição do tempo de moagem e/ou geração de pós mais finos, pois o ACP é adsorvido na superfície das partículas do pó que está sendo processado, minimizando a soldagem a frio entre as partículas e, além disso, inibindo a formação de aglomerados. Dessa forma, sugere-se que, devido à presença de uma maior massa de ACP, uma maior quantidade de partículas finas foi gerada e arrastada pelo fluxo de argônio diminuindo o valor de η em cada corrida. Esse efeito foi mais sensível para PM 40:1, pois neste caso a energia associada na moagem é superior que para o valor PM 20:1.

Os moinhos *Spex* e *Attritor* tendem a gerar pós de tamanhos e morfologias diferenciadas. A Figura 4 mostra micrografias eletrônicas de varredura, obtidas utilizando elétrons secundários de amostras processadas no *Spex* e no *Attritor*. As condições de processamento empregadas foram 62 min de moagem, poder de moagem 7:1, sem agente controlador de processo para o *Spex*; no *Attritor* as condições foram as seguintes: 120 min de moagem, poder de moagem 20:1 e com 1,5% (peso) de agente

controlador do processo. Observando-se as imagens nota-se que o pó obtido no *Spex* apresenta tamanho de partícula significativamente maior. Além disso, o *Attritor* produziu pós com a morfologia se aproximando mais do formato conhecido como *flakes*. Nas Figuras 4e e 4f pode-se perceber que, quando o tempo de processamento é aumentado no moinho *Attritor*, há uma tendência de mudança na morfologia das partículas, isto é, para maiores tempos de moagem a morfologia do tipo *flakes* deixa de ser observada.

4 CONCLUSÕES

A formação do composto intermetálico NiAl ocorre através de uma reação exotérmica quando misturas de pós de Ni e Al são processadas tanto em moinho *Spex* quanto em moinho *Attritor*. No entanto, para as condições de processamento empregadas, o tempo de moagem necessário para a formação de NiAl é menor no *Spex*.

O planejamento fatorial realizado permite determinar que, para a obtenção de maiores valores de η (relação entre as massas final e inicial) em cada corrida no *Attritor*, deve ser utilizado poder de moagem mais baixo (neste caso, 20:1).

Os dois tipos de moinhos produziram pós com tamanhos de partículas e morfologias diferenciadas. O *Spex* produziu pós com partículas maiores e o *Attritor* produziu pós com a forma conhecida como *flakes*.

Agradecimentos

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo auxílio à pesquisa concedido, processo FAPESP nº 07/50954-0, e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

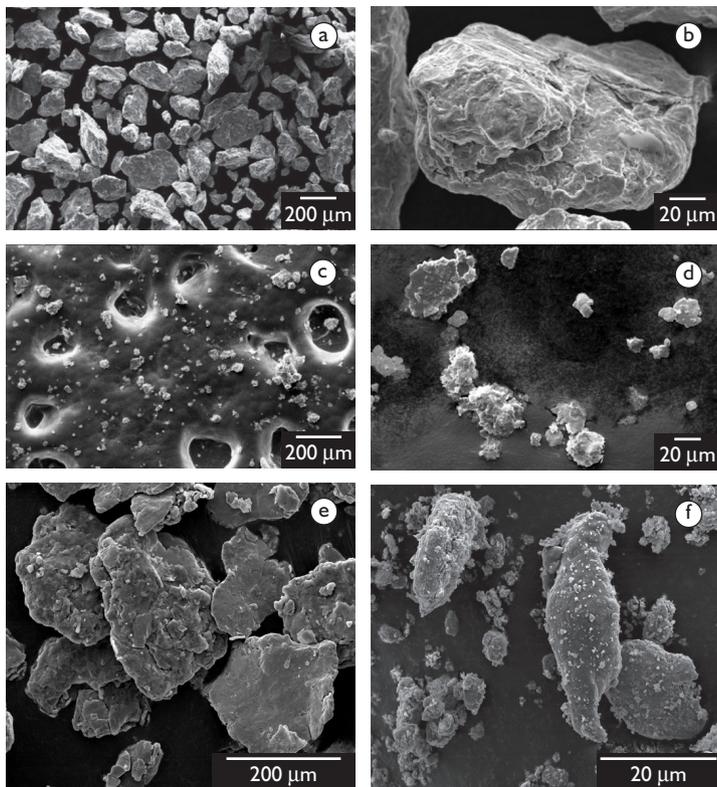


Figura 4. Micrografias eletrônicas de varredura (elétrons secundários), mostrando a diferença no tamanho e morfologia dos pós: (a) e (b) Moinho *Spex*, tempo: 62 min, poder de moagem: 7:1, sem ACP; (c) e (d) Moinho *Attritor*, tempo: 120 min, poder de moagem: 20:1, com 1,5% (peso) de ACP; (e) Moinho *Attritor*, tempo: 4 h, poder de moagem: 20:1, com 0,75% (peso) de ACP; (f) Mesmas condições que (e) para tempo igual a 8 h.

REFERÊNCIAS

- 1 ATZMON, M. In situ thermal observation of explosive compound-formation reaction during mechanical alloying. **Physical Review Letters**, v. 64, n. 4, p. 487, Jan. 1990.
- 2 CARDELLINI, F.; MAZZONE, G.; MONTONE, A.; VITTORI ANTISARI, M. Solid state reactions between Ni and Al powders induced by plastic deformation. **Acta Metallurgica et Materialia**, v.42, n.7, p.2445-51, July 1994.
- 3 KUBASKI, E.T. **Síntese de compostos intermetálicos do sistema Ni-Al utilizando moagem de alta energia**. 2005, 151 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2005.
- 4 KUBASKI, E.T.; MOINHOS, C.; MONLEVADE, E.F.; CAPOCCHI, J.D.T.; CINTHO, O.M. Síntese de intermetálicos do sistema Ni-Al por meio de moagem de alta energia. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 60., 2005, Belo Horizonte. **Anais...** São Paulo: ABM, 2005. p. 2168-77.
- 5 MARTIM, D.R.; PALLONE, E.M.J.A.; BOTTA FILHO, W.J.; TOMASI, R. Síntese de pós compósitos do sistema Al_2O_3 -AlNi usando moagem reativa de alta energia. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 16., 2004, Porto Alegre. **Anais...** Porto Alegre: UFRGS, 2004. p. 1-9.
- 6 MOSHKSAR, M.M.; MIRZAEI, M. Formation of NiAl intermetallic by gradual and explosive exothermic reaction mechanism during ball milling. **Intermetallics**, v. 12, n.12, p.1361-6, Dec. 2004.
- 7 MURTY, B.S.; SINGH, K.H.S.; PABI, S.K. Synthesis of nanocrystalline NiAl over a wide composition range by mechanical alloying. **Bulletin of Materials Science**, v. 19, n. 3, p. 565-71, June 1996.
- 8 PABI, S.K.; MURTY, B.S. Mechanism of mechanical alloying in Ni-Al and Cu-Zn systems. **Materials Science and Engineering A**, v. 214, n. 1-2, p. 146-52, Ago. 1996.
- 9 PABI, S.K.; JOARDAR, J.; MANNA, I.; MURTY, B.S. Nanocrystalline phases in Cu-Ni, Cu-Zn and Ni-Al systems by mechanical alloying. **Nanostructured Materials**, v. 9, n. 1-8, p. 149-52, 1997.
- 10 JOARDAR, J.; PABI, S.K.; MURTY, B.S. Milling criteria for the synthesis of nanocrystalline NiAl by mechanical alloying. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 429, n. 1-2, p. 204-10, Feb. 2007.
- 12 JOARDAR, J.; PABI, S.K.; FECHT, H.J.; MURTY, B.S. Stability of nanocrystalline disordered NiAl synthesized by mechanical alloying. **Philosophical Magazine Letters**, v. 82, n. 9, p.469-75, Sept. 2002.
- 12 MURTY, B.S.; JOARDAR, J.; PABI, S.K. Influence of Fe and Cr on the disordering behavior of mechanically alloyed NiAl. **Nanostructured Materials**, v. 7, n. 6, p.691-7, Ago. 1996.
- 13 NASH, P.; HIGGINS, G.T.; DILLINGER, N.; HWANG, S.J.; KIM, H. Mechanical alloying, characterization and consolidation of Ti-Al-Ni alloys. In: ADVANCES IN POWDER METALLURGY, 2., 1989, San Diego. **Proceedings...** Princeton: MPIF Metal Powder Industries Federation, 1989. p. 473-9.
- 14 DOLLAR, M.; DYMEK, S.; HWANG, S.J.; NASH, P. The occurrence of slip in NiAl. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 26, n. 1, p. 29-34, Jan. 1992.
- 15 DYMEK, S.; DOLLAR, M.; HWANG, S.J.; NASH, P. Deformation mechanisms and ductility of mechanically alloyed NiAl. **Materials Science and Engineering A**, v. 152, n. 1-2, p. 160-5, May 1992.
- 16 DYMEK, S.; HWANG, S.J.; DOLLAR, M.; KALLEND, J.S.; NASH, P. Microstructure and texture in hot-extruded NiAl. **Scripta metallurgica et materialia**, v. 27, n. 2, p. 161-6, July 1992.
- 17 PYO, S.G.; KIM, N.J.; NASH, P. Transmission electron microscopy characterization of mechanically alloyed NiAl powder and hot-pressed product. **Materials Science and Engineering A**, v. 181-2, p.1169-73, May 1994.
- 18 BOX, G. E. P.; HUNTER, W. G.; HUNTER, J. S. **Statistics for experimenters: an introduction to design, data analysis, and model building**. New York: John Wiley & Sons, 1978. 652 p.
- 19 MAURICE, D.; COURTNEY, T.H. Milling dynamics: Part. III. integration of local and global modeling of mechanical alloying devices. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27, n. 7, p. 1981-6, July 1996.
- 20 MAURICE, D.; COURTNEY, T.H. Milling dynamics: Part. II. dynamics of a SPEX mill and a one-dimensional mill. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27, n. 7, p. 1873-979, July 1996.
- 21 RYDIN, R.W.; MAURICE, D.; COURTNEY, T. H. Milling dynamics: part I. Attritor dynamics: results of a cinematographic study. **Metallurgical Transactions A**, v. 24, n. 1, p.175-85, Jan. 1993.
- 22 KUBASKI, E.T.; CAPOCCHI, J.D.T.; FARIAS, F.A.; MENDES, L.B.; CINTHO, O.M. Effect of the nickel particle size on the high-energy milled mixtures of nickel and aluminum powders. In: MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY (MS&T) 2008, 2008, Pittsburgh. **Proceedings...** Washington: MS&T Partner Societies, 2008. p. 2474-82.
- 23 HWANG, S.J. **The microstructure and mechanical properties of mechanically alloyed nickel aluminide based alloys**. 1992. 223 f. Tese (Doctor of Philosophy in Metallurgical and Materials Engineering) – Illinois Institute of Technology, Chicago, 1992.
- 24 SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science**, v. 46, n. 1-2, p.1-184, Jan. 2001.

Recebido em: 24/10/2008

Aceito em: 02/03/2009

Proveniente de: CONGRESSO ANUAL DA ABM - INTERNACIONAL, 63., 2008, Santos, SP. São Paulo: ABM, 2008.