



## AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À OXIDAÇÃO DO COMPOSTO DE ELEMENTOS MULTIPRINCIPAIS A BASE DE Cu-Mo-Nb-Ti-W MANUFATURADOS POR METALURGIA DO PÓ.

**Palavras-chave:** [MULTICOMPONENTES], [CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS], [DIFRATOMETRIA]

**Autora:**  
**ADRIELY TURA CARVALHO [UNICAMP]**  
**Prof. Dr. AUDINIR DANILO BORTOLOZO (Orientador) [UNICAMP]**

---

### 1. INTRODUÇÃO

Novas classes de materiais estruturais vem atraindo a atenção de comunidades científicas desde 2004, estas são denominadas como ligas de alta e média entropia (LAEs e LMEs), ou também conhecidas como ligas de múltiplos elementos principais (LMEPs) [1,2]. Tais ligas possuem microestruturas únicas e apresentam certa complexidade química decorrente da mistura de pelo menos três elementos em concentrações equiatômicas ou pelo menos em condições próximas. Além disso, possuem propriedades mecânicas que superam a das ligas tradicionais, como por exemplo, elevada dureza e excelente resistência à corrosão, fadiga, oxidação e altas temperaturas [3-7]. Desta forma, o presente estudo foi baseado na análise das características mecânicas de três ligas de múltiplos elementos principais, onde houve a variação de composição e tempo de duração do tratamento térmico, o que permitiu analisar a influência de tais fatores.

### 2. METODOLOGIA

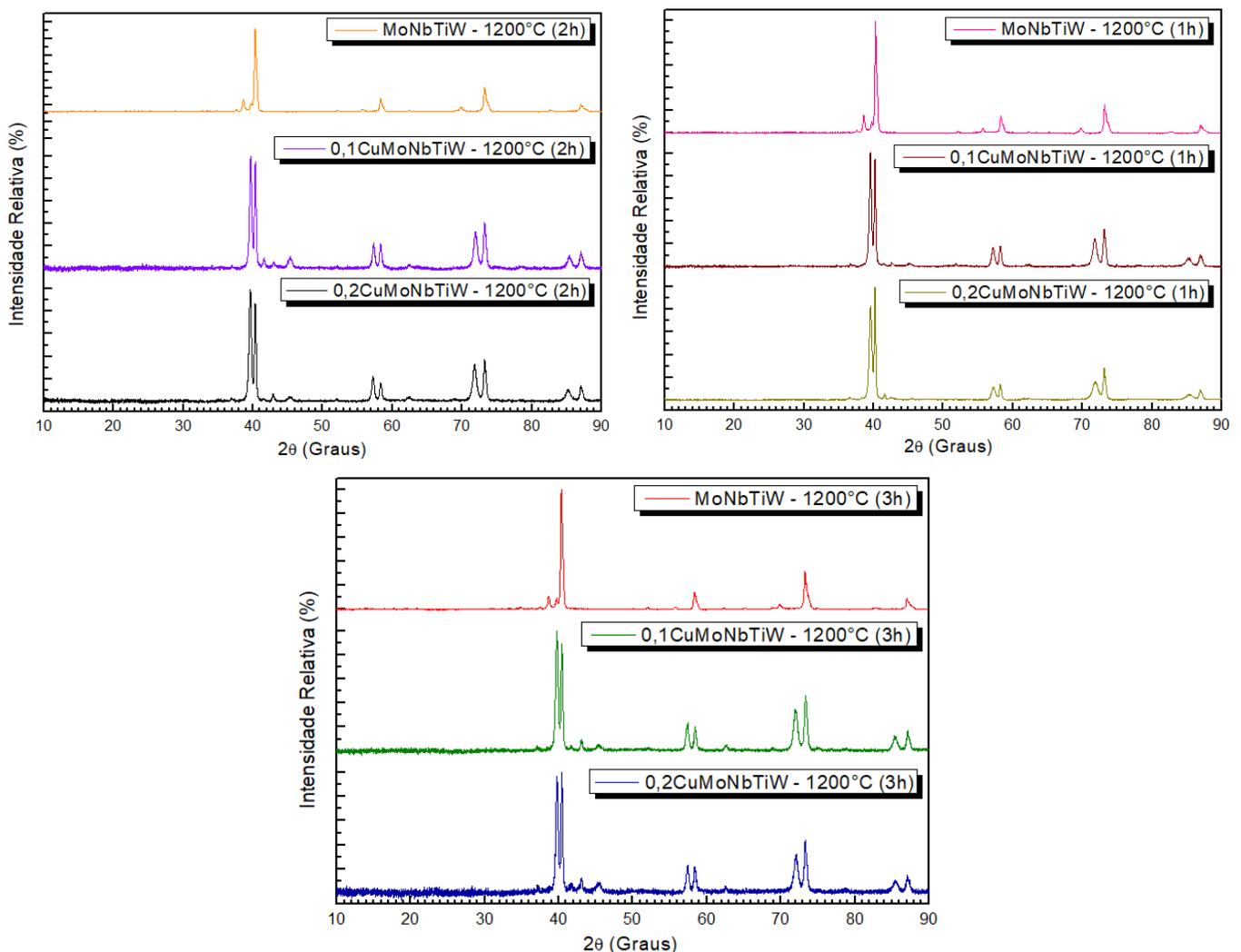
O estudo foi baseado na análise do difratograma de nove amostras. Tais amostras foram manufaturadas através da rota de processamento por metalurgia do pó e apresentaram variação na composição do elemento cobre e no tempo de duração do tratamento térmico. Três dessas amostras eram constituídas por Mo, Nb, Ti e W em proporções equiatômicas, já nas demais a adição de Cu se deu em proporções de 10% e 20% para três amostras cada, o que possibilitou a análise da influência do cobre nessas ligas. Em relação ao tratamento térmico, todas as amostras foram tratadas à 1200°C com variação do tempo entre 1, 2 e 3 horas. O processo de resfriamento foi realizado de maneira rápida (*quenching* - amostra resfriada em água à 0 °C).

A difratometria de raio X (DRX) foi obtida através do método de pó (geometria  $\theta - 2\theta$ ) a temperatura ambiente e com a utilização do filtro de Ni e radiação Cu-K $\alpha$ , com comprimento de onda de 0,15418 nm, tensão de 45kV e corrente 40mA. Para tal, o intervalo angular medido foi entre 10° e 90°, com o tempo de contagem de 10s e o passo angular de 0,008°.

A caracterização das amostras foi dada através do *software Origin* por meio do método de refinamento desenvolvido por Rietveld aplicado nas difratometrias de raios X. Através das informações obtidas nessa análise, calculou-se a densidade de deslocamento, microdeformação e o tamanho dos cristalitos que compunham tais ligas. Posteriormente, ainda no *software Origin*, o gráfico de Williamson-Hall (1953) foi projetado, desta forma, foi possível analisar de forma simultânea o tamanho dos cristalitos e a microdeformação.

### 3. RESULTADOS

Os difratogramas das amostras estudadas estão representados pela *Figura 01*. Houve a variação do tempo de tratamento térmico entre essas amostras, de 1 a 3 horas, e na composição do cobre, de 0%, 10% e 20%. Permitindo assim, analisar a influência desses dois fatores nas ligas estudadas.



**Figura 01. A-** Difratomogramas das amostras MoNbTiW, 0.1CuMoNbTiW e 0.2CuMoNbTiW tratadas à 1200°C por 1 hora. **B-** Difratomogramas das amostras MoNbTiW, 0.1CuMoNbTiW e 0.2CuMoNbTiW tratadas à 1200°C por 2 horas. **C-** Difratomogramas das amostras MoNbTiW, 0.1CuMoNbTiW e 0.2CuMoNbTiW tratadas à 1200°C por 3 horas.

Conforme pode ser observado na *Figura 01* a adição de Cu promove a formação de duas fases de estruturas cristalinas cúbicas de corpo centrado, sendo representadas pela definição de dois picos principais nos difratogramas. Já o prolongamento do tempo de tratamento térmico influencia na definição desses picos, observa-se o crescimento de tais picos para durações maiores de tratamento.

Após a aplicação do método de refinamento desenvolvido por Rietveld no *software Origin*, foi possível formular a *Tabela 01* com a média dos valores calculados do tamanho dos cristalitos (L) e da microdeformação ( $\epsilon$ ).

Composição	1 hora		2 horas		3 horas	
	L (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	L (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	L (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$
MoNbTiW	21,31±3,70	3,65±0,97	20,04±3,46	3,68±0,71	21,22±5,11	3,59±0,83
0,1CuMoNbTiW	20,17±6,38	3,73±0,96	20,58±5,21	3,60±0,70	20,59±4,42	3,70±0,82
0,2CuMoNbTiW	18,98±8,84	4,20±1,71	20,40±5,53	3,66±0,87	21,32±5,89	3,45±0,78

**Tabela 01.** Valor médio do tamanho dos cristalitos e microdeformação para todas as ligas.

Analisando a *Tabela 01*, é possível notar que o melhor resultado apresentado foi para a liga com concentração de 20% Cu tratada à 1200°C por 1 hora, a mesma ganhou destaque quando comparamos com as outras nove ligas examinadas. Os valores apresentados por tal liga, foi de  $4,20 \times 10^{-3} \pm 1,71$  para a microdeformação e  $18,98 \pm 8,84$  nm para o tamanho do cristalito.

Outra forma de análise que foi realizada para tais difratogramas, foi através da projeção do gráfico de Williamson-Hall. Este método utiliza  $\sin \theta / \lambda$  como abscissa do gráfico e  $(\beta \cos \theta) / \lambda$  como ordenada. A função gerada fornece o valor aproximado para a microdeformação, através do coeficiente angular, e para o tamanho do cristalito, através do inverso do coeficiente linear.

A *Figura 02* representa as projeções obtidas para as nove amostras estudadas, utilizando o método gráfico de Williamson-Hall.

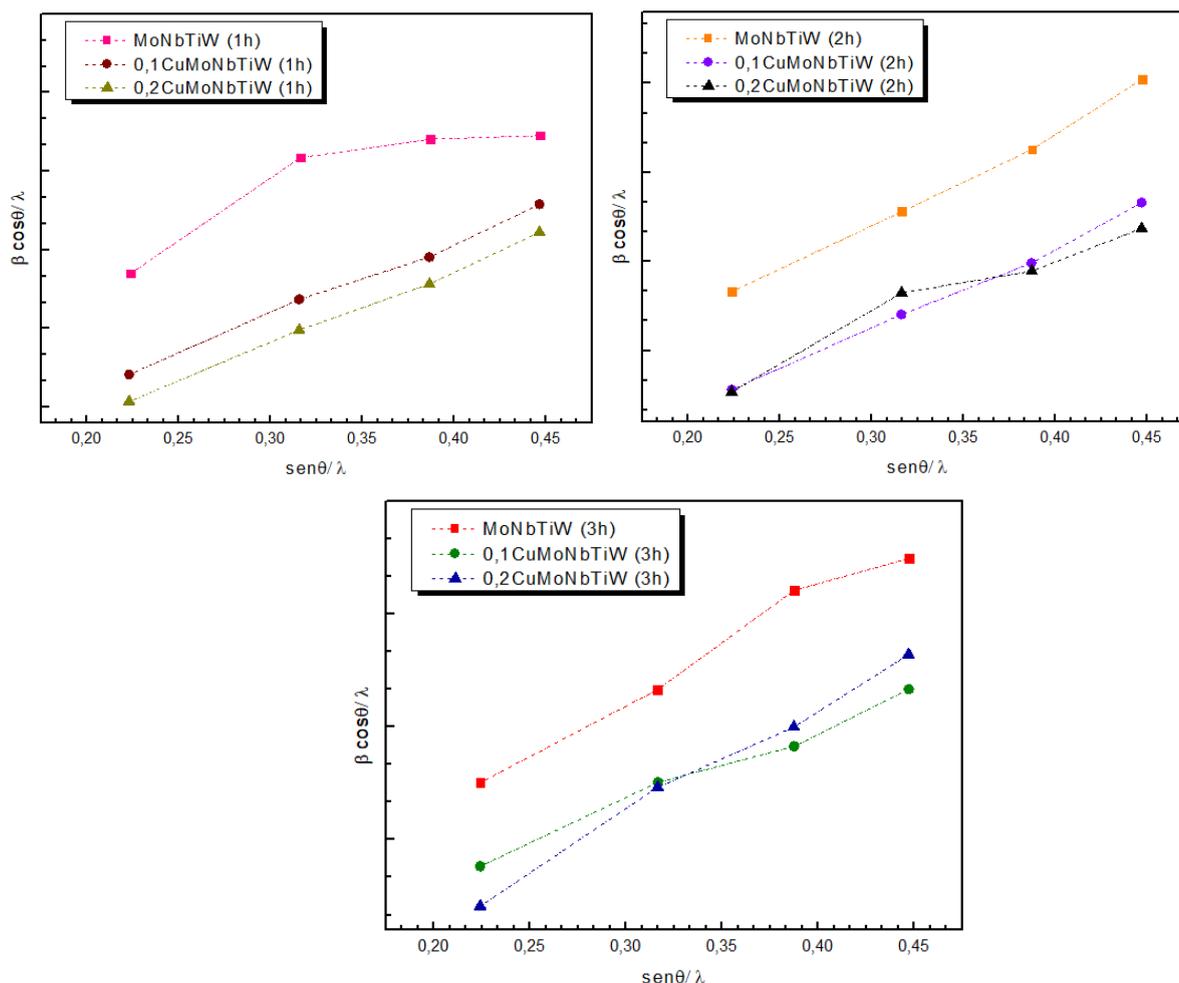


Figura 02. Gráfico de Williamson-Hall para as nove amostras analisadas.

A forma característica do gráfico semelhante a de uma parábola, pode ser um indicativo de não homogeneidade na amostra estudada, ou seja, suas partículas constituintes provavelmente não possuem formatos semelhantes. Como pode ser observado na *Figura 02* esse caso se repete para as amostras MoNbTiW tratada à 1200°C por 1 hora e para a 0,2CuMoNbTiW tratada à 1200°C por 2 horas.

Para as demais amostras foi possível obter os valores da microdeformação e do tamanho do cristalito através da equação da reta. A *Tabela 02*, é composta por tais informações.

Composição	1 hora		2 horas		3 horas	
	L (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	L (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$	L (nm)	$\epsilon \times 10^{-3}$
MoNbTiW	-	-	18,07±8,82	3,52±0,16	14,03±8,21	2,47±0,21
0,1CuMoNbTiW	21,02±7,98	1,04±0,36	20,87±5,81	2,56±0,22	11,66±8,81	3,46±0,24
0,2CuMoNbTiW	22,94±4,44	1,33±0,20	-	-	20,96±5,33	2,65±0,28

Tabela 02. Valor médio do tamanho dos cristalitos e microdeformação obtido pelo método gráfico de Williamson-Hall

Como é possível observar através da *Tabela 02*, a amostra 0,2CuMoNbTiW tratada a 1200°C por 1 hora é a que apresenta melhores resultados quando comparada às demais amostras. Ao analisar os gráficos projetados na *Figura 02*, também é notável a característica semelhante a de uma reta, indicando assim, uma provável homogeneidade da amostra estudada.

#### **4. CONCLUSÕES**

A liga que apresentou melhores resultados para ambos os métodos foi a 0,2CuMoNbTiW tratada por 1 hora. O aumento da composição do cobre em todas as amostras estudadas gerou melhorias em suas características mecânicas, em contrapartida, o prolongamento do tratamento térmico não apresentou impactos significativos. É válido ressaltar que devido a situação vivenciada do Covid-19, as visitas aos laboratórios ficaram restritas, impossibilitando assim, maiores variações das amostras analisadas.

#### **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- [1] JW Yeh , SK Chen , SJ Lin , JY Gan , TS Chin , TT Shun , CH Tsau , SY Chang. Ligas de alta entropia nanoestruturadas com vários elementos principais: novos conceitos de design de liga e resultados. *Adv. Eng. Mater.* , 6 ( 2004 ) , pp. 299 - 303
- [2] J .-. W. Sim. Estratégias de design de liga e tendências futuras em ligas de alta entropia. *JOM* , 65 ( 2013 ) , pp. 1759 - 1771
- [3] CJ Tong, MR Chen, SK Chen, JW Yeh, TT Shun, SJ Lin, et al. *Metall Mater Trans A*, 36A (2005), p.1263
- [4] YJ Zhou, Y. Zhang, YL Wang, GL Chen *Appl Phys Lett*, 90 (2007), pág. 181904
- [5] LH Wen, HC Kou, JS Li, H. Chang, XY Xue, L. Zhou *Intermetallics*, 17 (2009), p.266
- [6] ST Chen, WY Tang, YF Kuo, SY Chen, CH Tsau, TT Shun, et al. *Mater Sci Eng A*, 527 (2010), p. 5818
- [7] JM Zhu, HM Fu, HF Zhang, AM Wang, H. Li, ZQ Hu. *Mater Sci Eng A*, 527 (2010), p. 7210