

ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE TRAÇÃO DE UMA LIGA DE ALTA ENTROPIA BIFÁSICA CrCoNiAlTi VIA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DE SINCROTRÃO IN SITU

FILIPE MIGUEL RAMOS RIBEIRO
Licenciado em Engenharia de Materiais

MESTRADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS
Universidade NOVA de Lisboa
outubro, 2023

ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE TRAÇÃO DE UMA LIGA DE ALTA ENTROPIA BIFÁSICA CrCoNiAlTi VIA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DE SINCROTRÃO IN SITU

FILIPPE MIGUEL RAMOS RIBEIRO

Licenciado em Engenharia de Materiais

Orientador: Professor Doutor João Pedro de Sousa Oliveira
Professor Auxiliar com Agregação, FCT-NOVA

Co-orientador: João Lopes
Estudante de Doutoramento

Júri:

Presidente: Professor Doutor Rui Jorge Cordeiro Silva,
Professor Associado, FCT-NOVA

Arguentes: Professor Doutor Ivan Rodolfo Pereira Garcia de Galvão,
Professor Auxiliar, ISEL

Orientador: Professor Doutor João Pedro de Sousa Oliveira,
Professor Auxiliar com Agregação, FCT-NOVA

MESTRADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

Universidade NOVA de Lisboa
outubro, 2023

**Análise do Comportamento de Tração de uma Liga de Alta Entropia Bifásica CrCoNiAlTi via
Difração de Raios-X de Sincrotrão In Situ**

Copyright © Filipe Ribeiro, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade NOVA de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade NOVA de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerci-

Este documento foi criado com o processador de texto Microsoft Word e o template NOVATHESIS Word [11].

AGRADECIMENTOS

Apenas depois de ter iniciado esta dissertação sob a orientação do professor João Pedro Oliveira, me apercebi da sua proeminência e volume de trabalho publicado nesta área. Não só por isto, mas também pela ajuda e disponibilidade que demonstrou ao longo deste meu percurso, fico profundamente agradecido por ter trabalhado sob a sua orientação.

Sem menos relevância, queria destacar o aluno de doutoramento João Lopes, co-orientador desta dissertação. Incansável ao longo deste período. Sempre disponível, estivesse em Portugal ou no Canadá. Muito obrigado, João. Foi um prazer trabalhar contigo.

Um reconhecimento especial aos meus colegas e amigos, Gonçalo, António, Rodrigo, Xue, Pedro e Duarte. O meu percurso académico foi feito de altos e baixos. Os altos aconteceram sempre quando lá estavam vocês. Os baixos foram ultrapassados graças a vocês. Sei que quando lerem isto, se vão rir e gozar comigo. Mas vindo de vocês, até ficaria ofendido se fosse de outra forma.

Aos meus pais e irmã, um agradecimento não chega. Acreditam e apoiam-me incondicionalmente. Sempre. Sinto uma dívida de gratidão enorme por ser vosso filho e irmão. Sei que queriam que eu terminasse esta etapa tanto quanto eu, e espero, melhor ou pior, ter-vos deixado orgulhoso.

À minha Mariana, agradecer parece curto, mas é o que me resta fazer. Além de que já dei material suficiente para os meus amigos gozarem. Obrigado pela paciência, motivação, apoio e dedicação. Esta conquista, também é tua. Não só por isto, mas também porque me ajudaste a formatar as figuras. Não poderia estar a construir uma vida ao lado de alguém melhor.

Não é possível dar um reconhecimento individual a toda a gente, mas não queria deixar passar a oportunidade de agradecer à minha restante família e amigos, cujo papel na minha vida não é menos importante. Um sentido obrigado a todos.

RESUMO

As ligas metálicas de alta entropia são portadoras de excepcionais propriedades mecânicas, estando assim capacitadas para suportar condições extremas. Estas características distintivas têm promovido o seu estudo, principalmente ao nível das ligas precipitada-endurecidas de multi-componentes. Neste âmbito, foi criada uma liga com a seguinte constituição e composição: $\text{Cr}_{29.7}\text{Co}_{29.7}\text{Ni}_{35.4}\text{Al}_{4.0}\text{Ti}_{1.2}$ (at%). Trata-se de uma liga recente, sem investigação realizada em relação ao seu comportamento cristalográfico, através de difração de raios-X por sincrotrão in situ (SDRX). Esta dissertação pretendeu precisamente levar a cabo uma análise SDRX da liga quando sujeita a um Ensaio de Tração.

À margem dos dados do ensaio de tração, que foram coletados diretamente pelo software da máquina aquando da realização do mesmo, os restantes dados foram tratados recorrendo ao software xrdfit. Este software permitiu realizar o *fitting* dos picos e extrapolar outros parâmetros subjacentes, para as orientações de 0° , 90° e *Full Azimuthal*. Foram apresentadas curvas de Tensão vs Deformação, difratograma com os principais picos da liga [(100), (200), (220) e (311)], todos com presença da fase FCC ordenada, γ' , e FCC desordenada, γ e evolução da largura a meia altura (FWHM), Intensidade e *Lattice Strain* ao longo da macro deformação da amostra.

A partir dos resultados experimentais retiraram-se algumas conclusões relevantes. Em primeiro lugar, é corroborada a premissa de que os precipitados concedem a esta liga elevada resistência mecânica e ductilidade. O plano (111) caracteriza-se por ser o mais duro na orientação longitudinal à tração (90°). Por outro lado, visto que o plano (222) é o mais macio em 0° e 90° , conclui-se que suporta grande parte da deformação a que o material está sujeito. Os planos (311) e (200) revelaram uma taxa de alargamento de FWHM bastante elevada, pelo que é presumível que sejam os maiores promotores do aparecimento de defeitos e/ou deslocações.

Palavas chave: In Situ SDRX, Liga de Alta Entropia, Liga Bifásica, Ensaio de Tração, Método Halder-Wagner

ABSTRACT

High-entropy alloys exhibit exceptional mechanical properties, enabling them to withstand extreme conditions. These distinctive characteristics have driven their study, particularly in multi-component precipitate-hardened alloys. In that regard, the Cr_{29.7}Co_{29.7}Ni_{35.4}Al_{4.0}Ti_{1.2} (at%) alloy was developed, being composed by two primary phases: ordered FCC phase (γ'), and disordered FCC phase (γ). This is a recent alloy without prior investigation regarding its crystallographic behavior using in situ Synchrotron X-ray Diffraction (SDRX). This dissertation aimed to conduct an SDRX analysis of the alloy when subjected to a Tensile Test.

The tensile test data was directly collected by the machine's software during the test, while the remaining raw data was processed using the xrdfit software. This software facilitated peak fitting and extrapolation of underlying parameters for 0°, 90°, and Full Azimuthal orientations. Some of these data processing resulted in Stress vs. Strain curves, diffractograms showing major peaks of the alloy [(100), (200), (220), and (311)], and the behavior of the Full Width at Half Maximum (FWHM), Intensity, and Lattice Strain throughout the macrostrain of the sample.

Some conclusions were taken from the experimental results. Firstly, high mechanical strength and ductility were confirmed. The (111) plane is the hardest one towards the Tensile Test orientation (90°). Conversely, the (222) plane is the softest one for the 0° and 90° orientation, displaying its role as the plane responsible for accommodating the most significant portion of the material's deformation. The (311) and (200) planes revealed a significantly high peak broadening rate, suggesting they might be major contributors to the emergence of defects and/or dislocations.

Keywords: In Situ SDRX, High Entropy Alloy, Dual Phase Alloy, Tensile Test, Halder-Wagner Method

ÍNDICE

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	Ligas de Alta entropia.....	1
1.2	Difração de Raios-X (DRX)	3
1.3	Difração de Sincrotrão In Situ	5
1.4	Liga CrCoNiAlTi.....	6
2	MATERIAIS E MÉTODOS	9
2.1	Material - Liga de Alta Entropia.....	9
2.2	Ensaio de Difração de Raios-X por Sincrotrão in Situ e Ensaio de Tração	9
2.3	Softwares e Metodologia de Processamento de Dados.....	10
2.4	Halder-Wagner Method	11
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	13
3.1	Ensaio de Tração.....	13
3.2	SDRX.....	15
3.2.1	Difratograma em <i>Load 0 - Full Azimuthal (FA)</i>	15
3.2.2	Evolução do Difratograma ao longo do Ensaio de Tração	16
3.2.3	Evolução da Intensidade, FWHM e <i>Lattice Strain</i> ao longo do Ensaio de Tração	18
3.3	Densidade de Deslocações.....	23
4	CONCLUSÃO	25

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Configuração cristalográfica de LEA's de 5 elementos diferentes. (a)-estrutura CCC; (b)-estrutura FCC [4]	2
Figura 2 - Representação geométrica da Lei de Bragg [7]	3
Figura 3 – Difratoograma de wurtzite CdS para diferentes tamanhos cristalinos [6]	4
Figura 4 – Difratoograma de wurtzite CdS e representação da rede cristalina dos três primeiros picos (100), (002) e (101) [6]	4
Figura 5 – Montagem de um ensaio de difração por sincrotrão [12].....	5
Figura 6 – Difratoograma da liga Cr _{29.7} Co _{29.7} Ni _{35.4} Al _{4.0} Ti _{1.2} (at%) após tratamento da solução e envelhecimento	7
Figura 7 – Microdureza da liga em estudo ao longo do processo de envelhecimento	7
Figura 8 – Ensaio de Tração (Tensão vs Deformação) da LAE CrCoNiAlTi.....	14
Figura 9 – Difratoograma da LAE CrCoNiAlTi (<i>Load 0</i>), com a identificação dos principais picos característicos	15
Figura 10 – Comportamento dos picos característicos dos planos (111), (200), (220) e (311) no <i>Load 0</i>	17
Figura 11 – Comportamento dos picos (111), (200), (220) e (311), em FA, segundo os parâmetros FWHM normalizado (a), Intensidade Normalizada (b) e <i>Lattice Strain</i> (c) em função da Macrostrain. d) Tensão vs Lattice Strain.....	19
Figura 12 – Comportamento dos picos (111), (200), (220) e (311), a 90°, segundo os parâmetros FWHM normalizado (a), Intensidade Normalizada (b) e <i>Lattice Strain</i> (c) em função da Macrostrain. d) Tensão vs Lattice Strain.....	20
Figura 13 – Comportamento dos picos (111), (200), (220) e (311), em 0°, segundo os parâmetros FWHM normalizado (a), Intensidade Normalizada (b) e <i>Lattice Strain</i> (c) em função da Macrostrain. d) Tensão vs Lattice Strain.....	22

Figura 14 – Evolução da Densidade de Deslocações ao longo da Deformação da liga, em <i>Full Azimuthal</i>	24
---	----

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Parâmetros do ensaio de tração à liga metálica CrCoNiAlTi	13
--	----

SIGLAS

CCC	Cúbica de Corpo Centrado
DRX	Difração de Raios-X
FA	<i>Full Azimuthal</i>
FCC	Cúbica de Faces Centradas
FWHM	Largura de Pico a Meia Altura
LAE's	Ligas de Alta Entropia
SDRX	Difração de Raios-X por Sincrotrão in situ
UTS	Tensão Máxima

SÍMBOLOS

d	Distância Interplanar
ε	<i>Lattice Strain</i>
D	Tamanho dos Cristalitos
γ	Fase FCC desordenada
γ'	Fase FCC desordenada com precipitados
λ	Comprimento de Onda
θ	Posição Angular
ρ	Densidade de Deslocações

INTRODUÇÃO

1.1 Ligas de Alta entropia

Ligas de Alta entropia (LAE's) podem ser definidas como ligas compostas por cinco ou mais elementos, normalmente compreendidos entre 5 a 35 at% [1]. Como se sabe pela teoria da Termodinâmica, a energia de Gibbs (G) influencia o equilíbrio de um sistema. O equilíbrio tende a ser alcançado quando a energia de Gibbs é mínima. Esta energia é determinada pela relação entre a entalpia (H) e a entropia (S), a uma determinada temperatura (T), como demonstrado pela equação 1. A entropia pode ser calculada através da equação 2, em que R representa a constante universal dos gases perfeitos e n, o número de elementos equimolares [2].

$$G = H - TS \quad (1)$$

$$S = R \ln(n) \quad (2)$$

Tendo por base estes princípios, Yeh menciona no artigo [2] que uma liga de baixa entropia tem um ou dois elementos, uma liga de média entropia possui 2 a 4 elementos e, tal como já referido, uma liga de alta entropia é caracterizada pela existência de pelo menos 5. O número mínimo de elementos, para que se forme fases de solução sólida, é 5, pois a partir desse valor a entropia é elevada o suficiente para contrabalançar a entalpia do sistema. Referir ainda que as LAE's apresentam, principalmente, estruturas cúbicas de face centrada (FCC) e cúbicas de corpo centrado (CCC). Estes materiais podem exibir 4 efeitos característicos relevantes a explorar. A primeira a destacar é o Efeito de Alta Entropia. Seguindo a regra de fase de Gibbs, o número de fases (P) é calculado pela equação 3, C representa o número de elementos, e F, os graus de liberdade). Obter-se-iam, segundo a Metalurgia teórica, fases intermetálicas. Contudo, os estudos revelam que se podem observar apenas fases de

solução sólida. Neste seguimento, sumariza-se que este efeito estabiliza fases de alta entropia, ou fases de solução sólida, e que serão formadas menos fases comparativamente ao número de fases intermetálicas que a regra de Gibbs prevê [3].

$$P = C + 1 - F \quad (3)$$

O segundo efeito a destacar é a ocorrência de difusão lenta. A cooperação entre elementos de liga que a difusão requer, juntamente com a distorção da rede atômica podem explicar estes índices baixos de difusão [2]. Comparativamente com metais puros e aços, as LAE's apresentam coeficientes de difusão inferiores. Este efeito é causador do aparecimento de precipitados de reduzidas dimensões, devido à inibição de separação de fases que estas ligas sofrem quando fundidas, durante o arrefecimento a temperaturas mais elevadas [2].

A distorção severa da rede atômica também constitui um efeito característico das LAE's. Na Figura 1 são apresentadas uma estrutura CCC e outra FCC, que demonstram a organização cristalina de uma LAE com 5 elementos, onde é visível os diferentes tamanhos atômicos de cada uma. Esta variação de tamanho confere redes bastante distorcidas, que nos casos em que este efeito é mais pronunciado, poderão originar estruturas amorfas [4]. A distorção severa da rede também pode estar relacionada com a elevada resistência mecânica de LAE's com FCC, fragilidade mecânica, cinética lenta, entre outras propriedades [2], [3].

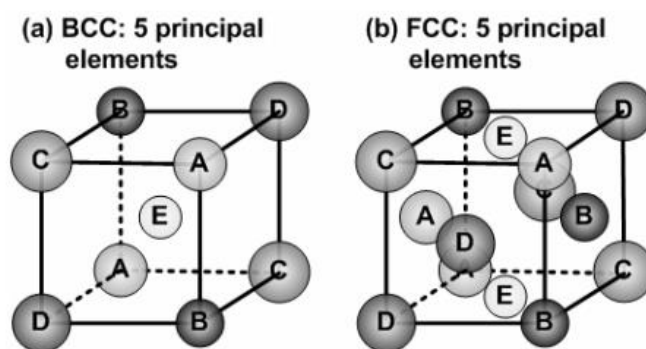


Figura 1 - Configuração cristalográfica de LEA's de 5 elementos diferentes. (a)-estrutura CCC; (b)-estrutura FCC [4]

O *cocktail effect* trata-se do último efeito que urge destacar. Uma LAE vai apresentar as características dos seus elementos constituintes. Ou seja, caso se pretenda melhorar uma determinada propriedade dever-se-á adicionar o elemento que proporciona estas características [3], [5].

1.2 Difração de Raios-X (DRX)

O DRX é uma técnica de caracterização não destrutiva, responsável pela identificação de fase, pureza da amostra, tamanho de grão, tensões residuais e/ou morfologia [6]. O DRX, além de não danificar a amostra, pode ser realizada em sistema aberto, e os seus resultados resultam da informação média da região incidida da mostra, visto que o diâmetro da radiação é da ordem dos micrómetros a milímetros [7]. Durante o DRX a produção de raios-X pode ocorrer através de ampola – os elétrons acelerados provenientes de um filamento embatem no material em estudo e ao sofrerem uma grande desaceleração voltam ao estado fundamental, libertando raios-X – ou por desaceleração – mesmo princípio, mas em que os elétrons são emitidos de forma contínua.

Caso não houvesse difração, os feixes de raios-X deslocar-se-iam em todas as direções, no entanto, ao embater num material sólido, as suas direções e intensidade serão características dos planos cristalinos testados. Este fenómeno denomina-se por difração de raios-X. A lei de Bragg traduz as condições de difração para cada plano cristalino. Tal como representado na Figura 2, a reflexão de Bragg é obtida quando a onda é refletida por dois planos de rede simétricos, em que a onda de dispersão do plano inferior é mais longa do que a do plano acima. Realçar que, quanto maior o ângulo de incidência menor será a intensidade do pico de reflexão. Na equação de lei de Bragg, d , representa a distância entre os planos da rede, θ , o ângulo incidente e λ , o comprimento de onda incidente e difratada [7], [8].

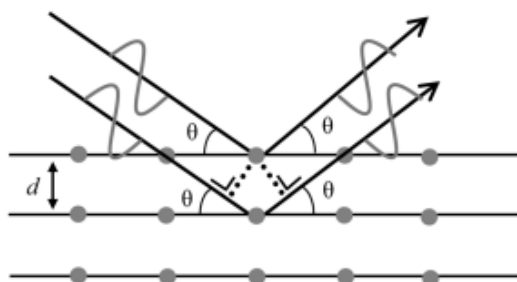


Figura 2 - Representação geométrica da Lei de Bragg [7]

$$2d \sin \theta = n\lambda \text{ (Lei de Bragg) (4)}$$

As informações sobre a célula unitária de uma rede cristalina estão associadas às posições angulares observadas nos picos de difração. Na Figura 4, a título exemplificativo, estão visíveis as diversas posições de picos de wurtzite CdS, e um esquema

dos planos cristalográficos correspondente aos primeiros três picos do difratograma [6]. A equação de Scherrer (equação 5) descreve o tamanho das cristalites de um material (D), em função largura do pico a meia altura (FWHM ou β , tal como aparece na equação 5), do ângulo de difração (Θ) e do comprimento de onda da radiação(λ). A Figura 3 apresenta o difratograma de wurtzite CdS para diferentes tamanhos de cristalites. Fica demonstrado que a largura dos picos a meia altura diminui para tamanhos cristalinos maiores, tal como era expectável pela equação 5 [6]. Contudo, a largura a meia altura depende de três componentes: alargamento instrumental, tamanho de grão e microdeformação, sendo este último responsável pelo aparecimento de defeitos, como deslocações e falhas de empilhamento [9]. É ainda relevante abordar a forma com a tensão pode influenciar a posição dos picos. Os picos sofrem um decréscimo da posição 2θ e um aumento do tamanho de rede, quando o material é sujeito a tração. Por outro lado, quando sujeitos a compressão, regista-se o efeito oposto [10].

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (5)$$

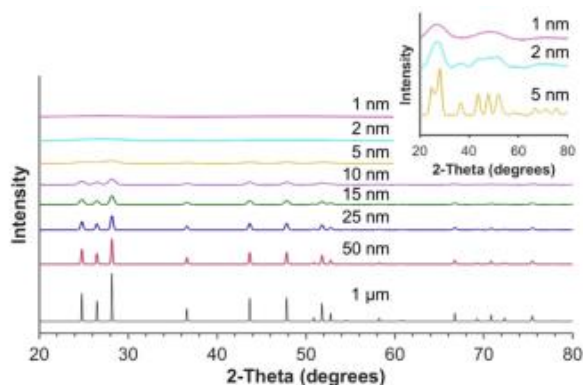


Figura 3 – Difratograma de wurtzite CdS para diferentes tamanhos cristalinos [6]

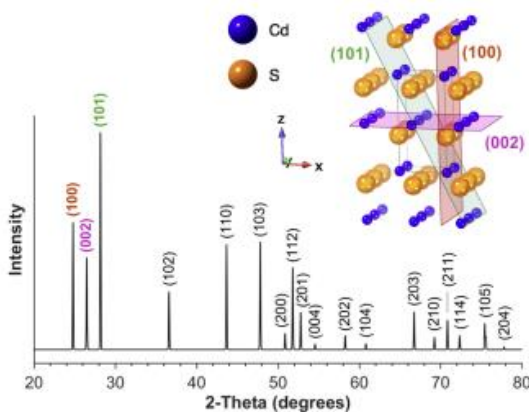


Figura 4 – Difratograma de wurtzite CdS e representação da rede cristalina dos três primeiros picos (100), (002) e (101) [6]

1.3 Difração de Sincrotrão In Situ

Apesar de todas as vantagens e utilidade já mencionadas, existem alguns problemas associados ao DRX, caso seja necessário analisar variações microestruturais/deformações, informações relacionadas com profundidade de penetrações ou experiências in situ. Nas técnicas de difração convencionais, o *background noise* também pode limitar a análise de picos de baixas intensidades. Para estes casos, a difração de raios-X por sincrotrão in situ (SDRX) apresenta melhores resultados, pois permite uma elevada resolução angular e um *background noise* bem mais reduzido [5]. Segundo *Staron et al.*, este tipo de difração fornece informações acerca da relação tensão-deformação, permitindo, por exemplo, compreender os danos causados por fadiga [11].

Na Figura 5, está um exemplo de uma montagem da técnica de difração de sincrotrão in situ. O tamanho do feixe é de cerca de 0,5 a 1 mm de diâmetro, e o detetor foi posicionado a uma distância de cerca de 1850 mm da amostra. A faixa angular depende da distância a que a amostra está do detetor [12]. A radiação por sincrotrão é muito mais brilhante que em DRX, conseguindo, assim, obter uma radiação de difração mais precisa e analisar a microestrutura da amostra – trabalha em modo de transmissão [5], [12].

Para esta dissertação, visto que se pretende analisar uma liga enquanto sofre um ensaio de tração, a difração de sincrotrão in situ é a técnica que mais se adequa.

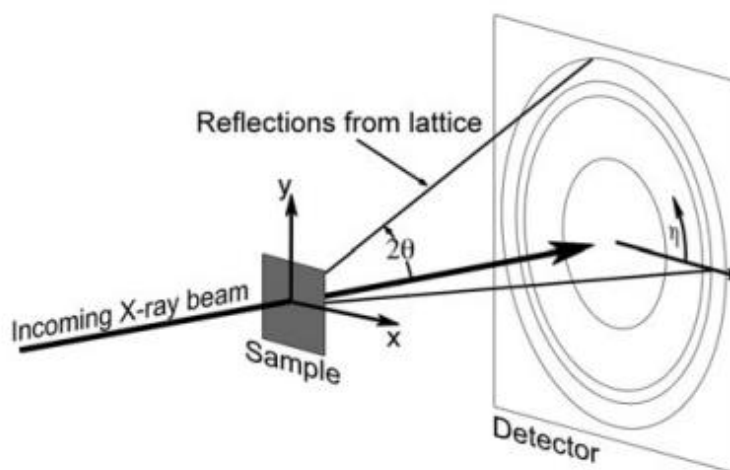


Figura 5 – Montagem de um ensaio de difração por sincrotrão [12]

1.4 Liga CrCoNiAlTi

Estudos recentes têm-se focado menos nas LAE's tradicionais, para dar lugar ao estudo das denominadas superligas de alta entropia (SLAE's). Trata-se de ligas precipitadas-endurecidas, cujo conhecimento do seu processo de nucleação e crescimento de grão ainda é bastante limitado. Neste sentido, *Santana et al* [13], produziram uma liga precipitada-endurecida de multi-componentes, com a seguinte constituição e composição: $\text{Cr}_{29.7}\text{Co}_{29.7}\text{Ni}_{35.4}\text{Al}_{4.0}\text{Ti}_{1.2}$ (at%). É composta por uma matriz CrCoNi e precipitados L12. A fase γ , FCC desordenada, corresponde à matriz CrCoNi, enquanto a fase γ' , FCC ordenada, corresponde à fase com os precipitados da liga. A matriz FCC é caracterizada por ter elevada resistência mecânica, ductilidade e resistência à corrosão [13], [14].

Após a sua produção, a liga foi sujeita a diversos tratamentos térmicos, destacando-se entre estes, o envelhecimento a 850 °C. Na Figura 6, pode ser comparado o DRX efetuado sobre a liga, tanto após o tratamento da solução como depois de ter sido envelhecido a 850 °C. Ambas as fases (γ e γ') têm parâmetros de rede - (111) (200) (220) – e posições de picos de difração semelhantes. Não foi observado mais nenhum pico de difração, devido ao *background noise* [13]. Na dissertação levada a cabo, esta análise será mais aprofundada e esclarecedora, pois será utilizada difração de sincrotrão in situ. É expectável observar o pico (311) [15]. Na Figura 7, observa-se a evolução da dureza da liga com o envelhecimento, em que fica patente que, entre as 10 e 48 h, se regista uma dureza constante, a rondar os 248 HV. A liga em estudo apresenta melhor estabilidade térmica comparativamente a outras superligas, por possuir uma taxa de crescimento de grão inferior. O crescimento é controlado pelo mecanismo de difusão.

Santana et al [13], pretenderam prever as contribuições do endurecimento para a tensão de cedência da liga $\text{Cr}_{29.7}\text{Co}_{29.7}\text{Ni}_{35.4}\text{Al}_{4.0}\text{Ti}_{1.2}$ (at%). A diferentes condições de envelhecimento, os modelos utilizados previram satisfatoriamente a tensão de cedência, visto que o valor experimental deste parâmetro é semelhante. Os resultados obtidos podem ser extrapolados para o sistema de ligas CrCoNiAlTi [15].

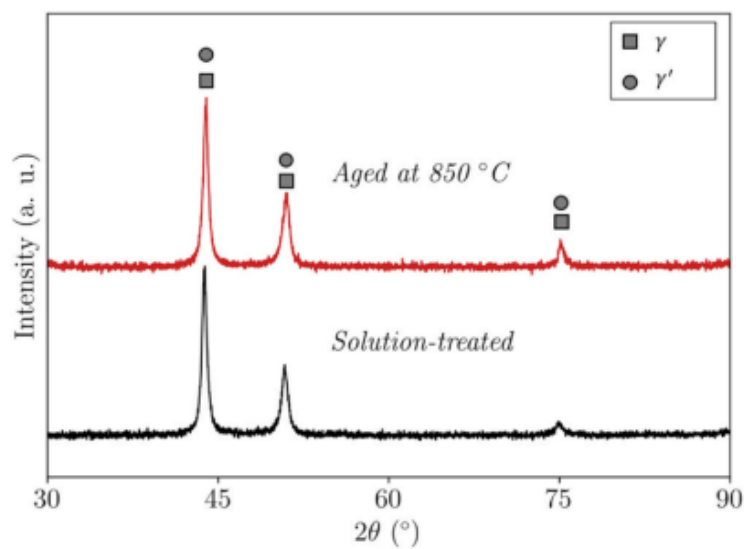


Figura 6 – Difratoograma da liga $\text{Cr}_{29.7}\text{Co}_{29.7}\text{Ni}_{35.4}\text{Al}_{4.0}\text{Ti}_{1.2}$ (at%) após tratamento da solução e envelhecimento [13]

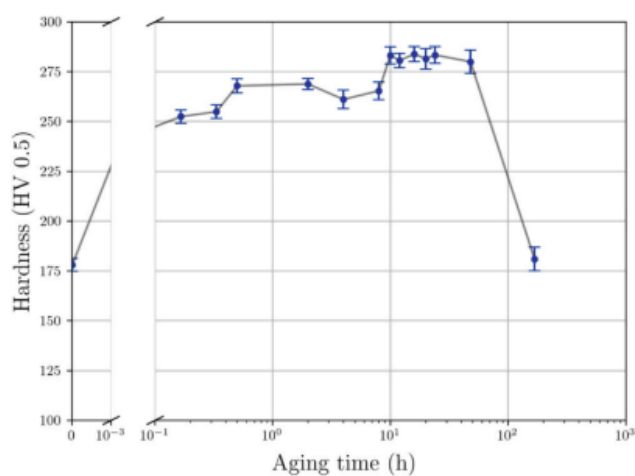


Figura 7 – Microdureza da liga em estudo ao longo do processo de envelhecimento [13]

MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Material - Liga de Alta Entropia

Neste ensaio foi utilizado um material que pertence a uma classe de ligas de alta entropia, ainda pouco profundamente analisada. A amostra submetida a teste trata-se da liga $\text{Cr}_{29.7}\text{Co}_{29.7}\text{Ni}_{35.4}\text{Al}_{4.0}\text{Ti}_{1.2}$ (at%), desenhada para ser composta por uma matriz FCC com precipitados L_{12} . Para realizar essa análise, elementos comerciais de alta pureza, mais concretamente com mais de 99% de pureza, foram misturados num recipiente feito de mulita e, conseqüentemente, submetidos a fusão por indução. O bloco resultante foi, posteriormente, sujeito a um processo de homogeneização a 1200 °C, durante 4 horas, e rapidamente arrefecido em água. De seguida, o material passou por várias etapas de laminação a frio até atingir uma redução de 50%, procedido por um tratamento térmico de recristalização a 1100 °C, durante 1 hora. Estes procedimentos foram repetidos até que a placas inicial de 20 mm de diâmetro fosse transformada numa lâmina, com aproximadamente 2,17 mm de espessura, 1,84 de largura e 24 de comprimento. Por fim, a placa final foi submetida a um processo de recozimento, de 5 minutos, em solução a 1100 °C e arrefecida rapidamente em água. O recozimento em solução eliminou completamente os efeitos do processo de laminação a frio anterior.

2.2 Ensaio de Difração de Raios-X por Sincrotrão in Situ e Ensaio de Tração

Realizou-se uma análise por difração de raios-X utilizando um acelerador sincrotrão na P07 beamline, em PETRAIII/DESY (Alemanha), durante um ensaio de Tração. A análise de difração raios-X foi executada no modo de transmissão, com ondas

de energia de 87,1 keV, o que corresponde a 0,14235 Å de comprimento da mesma. Os anéis de difração de Debye-Scherrer foram capturados por um detector rápido 2D Perkin Elmer XRD 1622. A distância entre a amostra e o detector, determinada através de pó de calibração LaB₆, foi permanentemente de 1334 mm. Os dados brutos foram processados utilizando o software DIOPTAS [16], permitindo a integração completa ao longo do ângulo azimutal ϕ , ou seja, de 0 a 360. Para compreender a dependência da evolução da microestrutura, durante o teste de tração, com a orientação do ângulo, os anéis de difração foram divididos em 36 partes, correspondendo a um ângulo azimutal de 10°.

Relativamente ao ensaio de tração, este foi executado utilizando um equipamento de teste de tração Autograph Shimadzu AG50kNG. O teste foi levado a cabo desde o momento 0, no qual nenhuma força era aplicada à amostra, até ao momento da fratura da mesma. As avaliações experimentais foram conduzidas aplicando uma força de tração na direção longitudinal da amostra e uma taxa de deslocamento de 1 mm/min, o que equivale a uma taxa de deformação de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

2.3 Softwares e Metodologia de Processamento de Dados

Antes de referir alguns dos softwares utilizados, urge escarpelizar quais os parâmetros que requeriam extrapolação dos dados brutos provenientes dos ensaios acima abordados. Dados como a força aplicada ao material, o alongamento a que foi sujeito e o momento da sua fratura, foram retirados diretamente do software associado à máquina de tração. Tensão de Cedência, Tensão Máxima (UTS), Deformação à Tensão Máxima e Deformação à Fratura foram alguns dos parâmetros determinados após tratamento de dados. Relativamente à extrapolação de parâmetros provenientes dos anéis de Debye-Scherrer, foi utilizado um software de Python, denominado xrdfit [17]. Este software permitiu delinear o *fitting* dos dados para os picos de difração de SDRX (entre os quais, os picos (111), (200), (220) e (311)), e determinar parâmetros como FWHM, Posição (2θ) e Intensidade para cada pico, para os ângulos 0° (transversal à amostra), 90° (longitudinal à amostra) e Full Azimuthal (integração de todos os ângulos). Através das equações 4 e 6, calcularam-se também o d (distância entre planos de rede) e a deformação da rede (lattice strain), respetivamente.

$$\varepsilon = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} \quad (6)$$

2.4 Halder-Wagner Method

De modo a calcular a densidade de deslocações das fases γ e γ' , foi utilizado o método Halder-Wagner, que possibilita extrapolar linearmente a dimensão das cristalites destas fases e, conseqüentemente a densidade de deslocações (ρ) através da equação 7 [18].

$$\rho = \frac{1}{D^2} \quad (7)$$

O método Halder-Wagner assume uma dilatação do pico simétrica, onde os perfis de deformação e tamanho das cristalites são descritos pelo andamento de uma curva de Gauss e Lorentziana. Este método proporciona mais peso aos picos nas zonas de baixos e médios ângulos, onde a sobreposição dos picos de difração é bastante menor [18]–[20].

$$\beta^* = \frac{FWHM \cdot \cos(\theta)}{\lambda} \quad (8)$$

$$d^* = \frac{2 \cdot \sin(\theta)}{\lambda} \quad (9)$$

$$\left(\frac{\beta_{hkl}^*}{d_{hkl}^*} \right) = \frac{1}{D} \cdot \frac{\beta_{hkl}^*}{d_{hkl}^{*2}} + \left(\frac{\varepsilon}{2} \right)^2 \quad (10)$$

A equação 10 relaciona, portanto, o tamanho das cristalites (D) e a *lattice strain* (ε) de acordo com este método. Trata-se de uma equação linear do tipo $y=mx+b$, em que o declive, m , é $1/D$ e a ordenada na origem, b , é $(\varepsilon/2)^2$. Determinando os vários pontos de y e x , poder-se-á obter D através do declive da linha de tendência da equação 10 [18]–[20].

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir deste momento serão discutidos os resultados dos objetivos que foram propostos no início desta dissertação. Inicialmente será discutido o ensaio de tração a que o material foi sujeito e o difratograma correspondente a partir de uma perspectiva macro, e a partir daí analisar-se-á mais detalhadamente o comportamento microestrutural do mesmo. É relevante referir que ao longo da discussão todos os gráficos serão constituídos por 36 pontos. Cada ponto corresponde a cada momento (*Load*) de registo do ensaio, mais precisamente 36 momentos, desde *Load 0* (momento inicial do ensaio) e *Load 35* (quando em que ocorre a fratura do material).

3.1 Ensaio de Tração

Na Figura 8 pode ser observado o gráfico correspondente ao ensaio de tração efetuado à LAE bifásica $\text{Cr}_{29,7}\text{Co}_{29,7}\text{Ni}_{35,4}\text{Al}_{4,0}\text{Ti}_{1,2}$. Na Tabela 1 são apresentados os diversos parâmetros provenientes da análise à curva de tração, entre os quais se destacam, a Tensão de Cedência, Tensão Máxima (UTS), Deformação à Tensão Máxima e Deformação à Fratura.

Tabela 1 – Parâmetros do ensaio de tração à liga metálica CrCoNiAlTi

Tensão de Cedência (MPa)	UTS (MPa)	Deformação em UTS (%)	Deformação à Fratura (%)
388	833,3	50	54

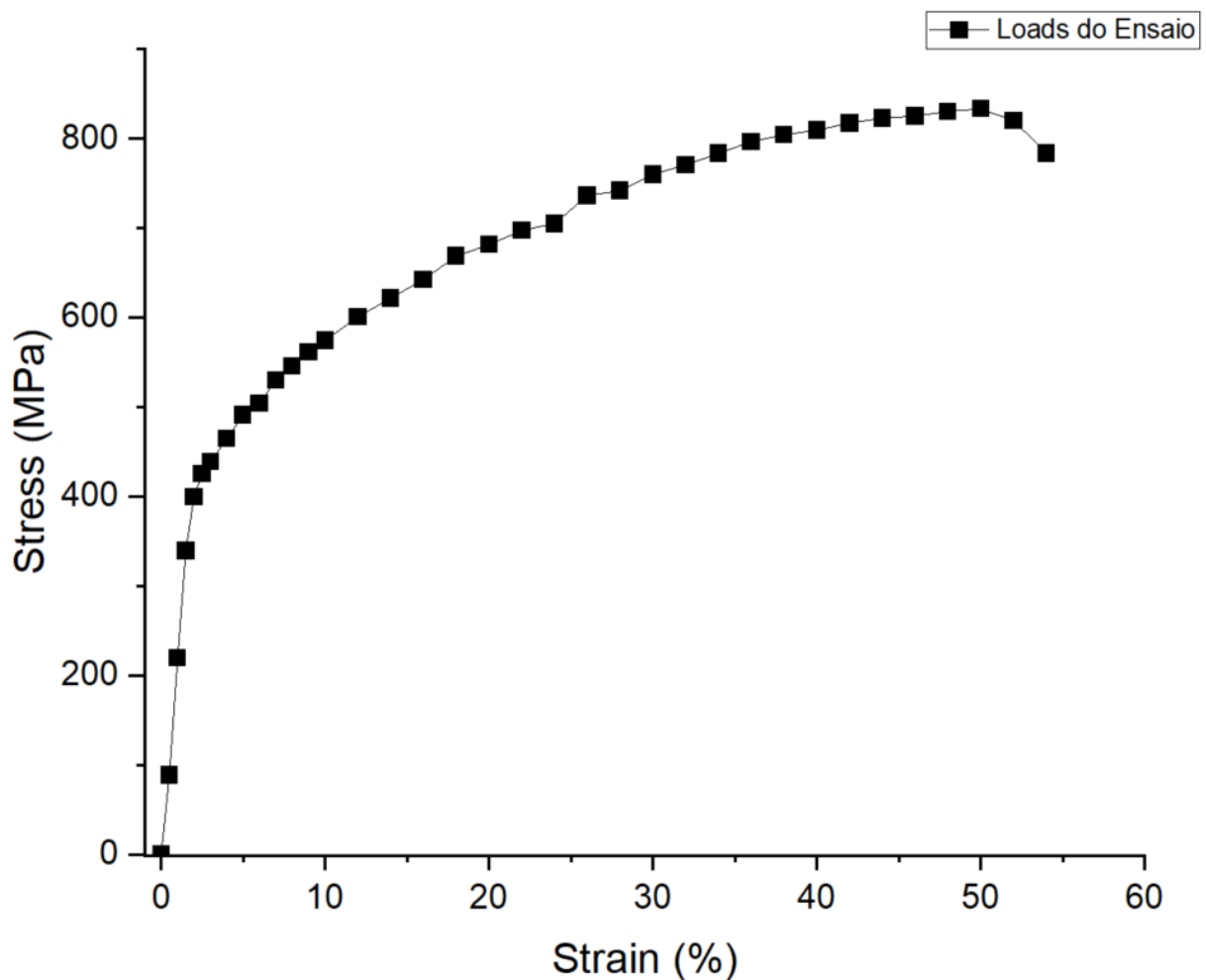


Figura 8 – Ensaio de Tração (Tensão vs Deformação) da LAE CrCoNiAlTi

Tendo em conta os valores da Figura 8, confirma-se que a liga metálica de alta entropia em estudo possui uma excelente resistência mecânica e ductilidade.

A liga em estudo foi produzida segundo as mesmas condições que *Lopes et al.* [14] produziram as suas amostras, pelo que se torna pertinente executar uma comparação de parâmetros. Entre os quais, realça-se a Tensão Máxima e Deformação à fratura, que neste estudo correspondem 833,3 MPa e 54% (Tabela 1), respetivamente. Por outro lado, no artigo acima mencionado, verificam-se cerca de 830 MPa e 57% para os mesmos parâmetros [13], constituindo assim, uma congruência experimental a nível do comportamento mecânico, para ambos os trabalhos. No que ao estudo levado a cabo por *D.A. Santana* [21] diz respeito, verifica-se que na última etapa do processo de produção das amostras homogeneizadas, estas foram sujeitas a um tratamento térmico numa solução a 1200°C durante 1h, ao invés dos 1100 °C durante 5 minutos. Resultaram indicadores mecânicos de menor ordem de grandeza, nomeadamente ao nível da tensão de cedência e UTS, que são consideravelmente inferiores aos que se apresentam na Tabela 1. Presume-se, portanto, que as diferenças no método de produção poderão estar na origem das divergências quantitativas na comparação destes parâmetros.

3.2 SDRX

3.2.1 Difratoograma em *Load 0 - Full Azimuthal (FA)*

Tal como já mencionado, foi realizada um teste de SDRX durante um ensaio de tração, pelo que urge escarpelizar a evolução dos parâmetros provenientes do difratograma ao longo da deformação da liga metálica.

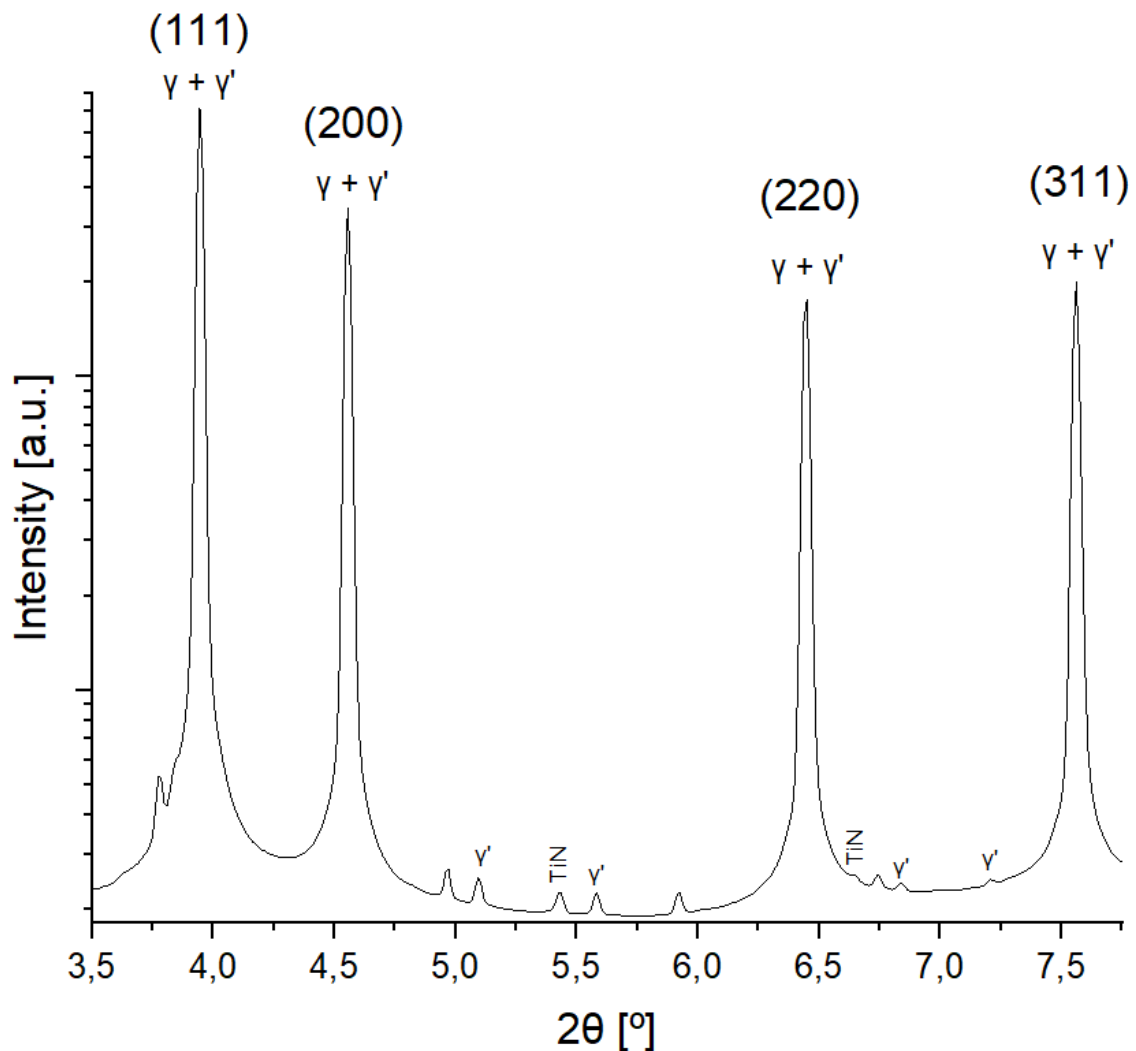


Figura 9 – Difratoograma da LAE CrCoNiAlTi (*Load 0*), com a identificação dos principais picos característicos

Em primeiro lugar, é relevante analisar o difratograma em *Load 0*, pois é neste momento que podemos averiguar os parâmetros da rede cristalina da liga em condições de repouso, sem intervenção de forças exteriores à mesma. Na Figura 9 pode-

mos ver representados os 4 principais planos desta LAE: (111), (200), (220) e (311). Já como esperado, através de SDRX é possível visualizar o pico (311) e outras fases correspondentes aos precipitados da liga. Contrariamente, *Santana et al.* [13] realizou um ensaio de DRX, que devido ao elevado *background noise* produzido, apenas permitiu a visualização dos picos (111), (200) e (220). No entanto, confirma-se a presença dos precipitados, resultantes da adição de Al e Ti à matriz FCC (γ'). Destacam-se assim, o precipitado γ' - o mais desejável e o que concede as características mecânicas pretendidas à liga -, TiN, σ e η . Os três últimos não serão analisados em detalhe nesta dissertação, contudo convém referir que estão presentes em baixíssimas quantidades, e cujo registo apenas é revelado pelo SDRX. Assinala-se ainda, que η poderá ter uma influência positiva nas propriedades mecânicas da liga [22], enquanto o aparecimento σ impacta negativamente a esse nível [23]. A nucleação de TiN é favorecida, não intencionalmente, durante a produção da liga [24], daí a sua presença no difratograma.

Por outro lado, a fase γ' , sendo uma das chaves para o interesse nesta LAE, é observável ao longo da Figura 9. Os picos de maior intensidade e característicos dos planos principais são comuns a ambas as fases γ e γ' , pelo que se encontram sobrepostos. Este facto constitui uma limitação, dificultando uma análise mais aprofundada acerca da influência que a fase γ' protagoniza. Tal como é visível, existem outros picos de menor intensidade característicos da fase γ' .

3.2.2 Evolução do Difratograma ao longo do Ensaio de Tração

A Figura 10 tem como intuito dar uma perspetiva visual da evolução dos principais picos característicos do material, ao longo do ensaio de tração, em *Full Azimuthal*. Foram escolhidos 4 momentos diferentes do ensaio: um momento sem força aplicada ao material (*Load 0*), outro dentro do domínio elástico (*Load 3*), um dentro do domínio plástico (*Load 15*) e, por fim, no momento de extensão à fratura (*Load 35*).

Os resultados da figura vão ao encontro do expectável do ponto de vista teórico, segundo a lei de Bragg. O aumento da deformação do material ao longo do ensaio, resulta numa deslocação dos picos para a esquerda, ou seja, para valores de 2θ menores [10]. O pico (111) revela um comportamento algo distinto comparativamente aos demais. Neste pico fica visível um alargamento de FWHM bem menos acentuado. Apenas, aquando da rutura (*Load 35*), se assinala, de forma evidente, um ligeiro alargamento do mesmo. Também se pode destacar a constância da sua intensidade

durante toda a tração. Por outro lado, os restantes picos têm, aparentemente, um comportamento mais semelhante. Apresentam um aumento do FWHM, maior influência da *microstrain* com a diminuição de 2θ , e redução da intensidade. A partir desta análise visual dos picos, é expectável que o plano (111) possua maior dureza do que os outros 4. Além disso, tendo em conta que estamos a analisar dados em *Full Azimuthal*, é congruente o aumento do FWHM com o decorrer do ensaio.

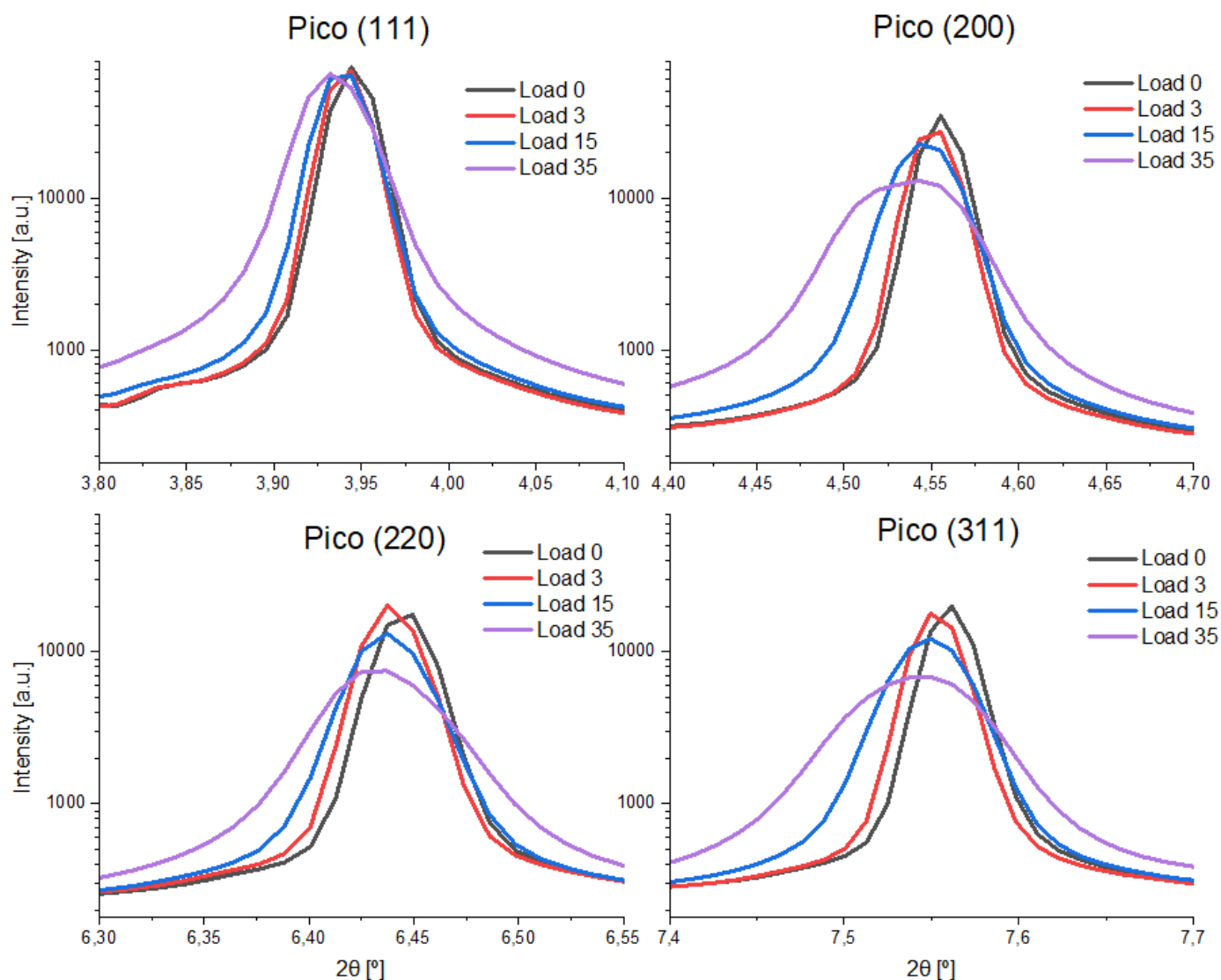


Figura 10 – Comportamento dos picos característicos dos planos (111), (200), (220) e (311) no *Load 0*

3.2.3 Evolução da Intensidade, FWHM e *Lattice Strain* ao longo do Ensaio de Tração

Neste segmento, analisar-se-á o comportamento dos picos (111), (200), (220) e (311), relativamente aos parâmetros da Intensidade, FWHM e *Lattice Strain*, para os ângulos FA, 90° e 0°. Alguns dos parâmetros estão normalizados. Isto significa que, por exemplo, o valor do FWHM normalizado resulta do FWHM naquele momento do ensaio a dividir pelo FWHM inicial ($FWHM_0$). Os gráficos estarão distribuídos segundo as seguintes posições:

- a) FWHM normalizado vs *Macrostrain*
- b) Intensidade Normalizada vs *Macrostrain*
- c) *Lattice Strain* vs *Macrostrain*
- d) *Stress* vs *Lattice Strain*

3.2.3.1 *Full Azimuthal*

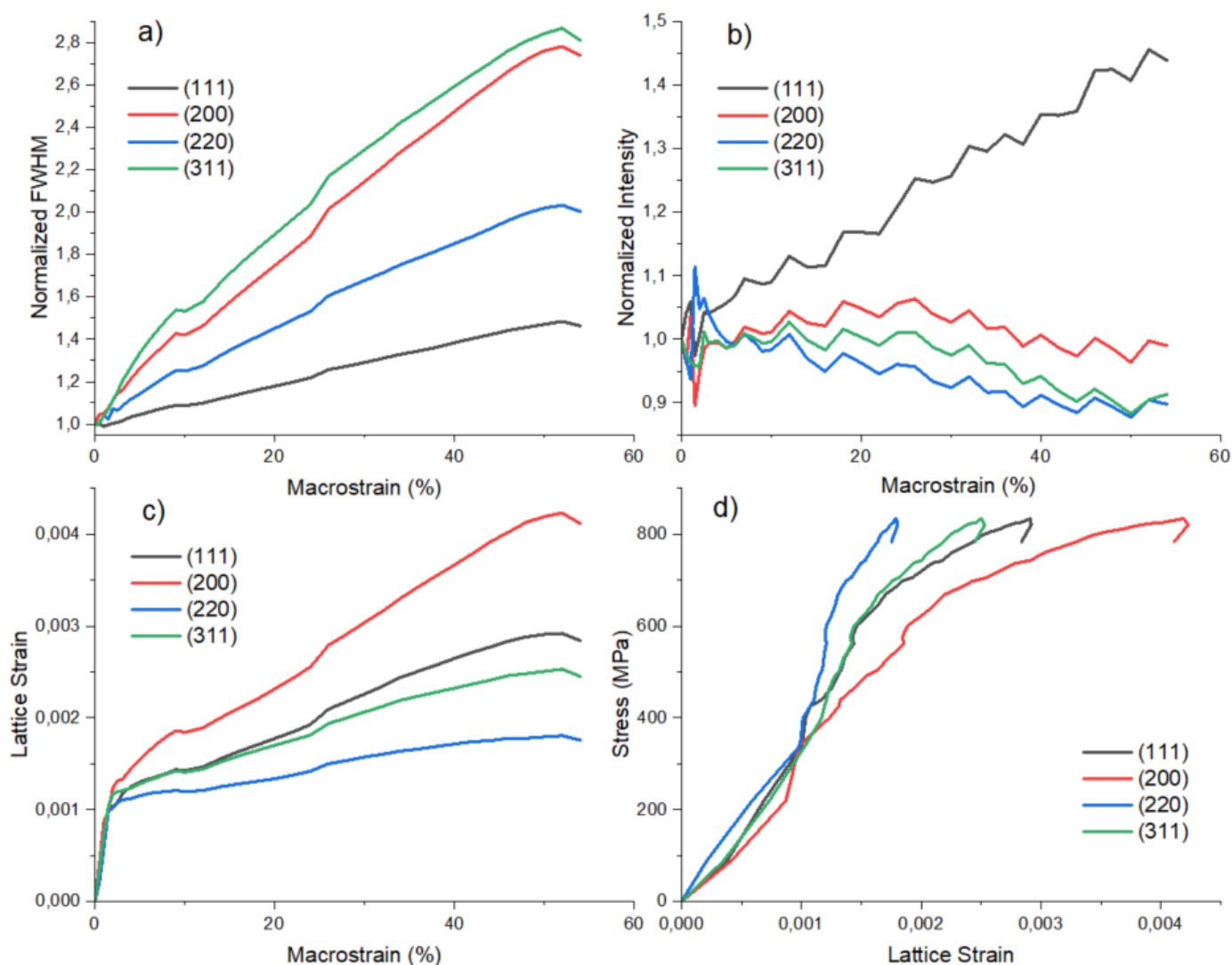
Começando pela Figura 11 a), podemos verificar que todos os picos sofrem um alargamento a meia altura ao longo do ensaio. O pico (111) apresenta o menor alargamento. Por outro lado, o pico (311), seguido do (200), apresentam os dois alargamentos mais significativos. Como referido na revisão de literatura, um dos três fatores que influenciam o FWHM é micro deformação, sendo que esta promove o aparecimento de defeitos, tais como deslocações e falhas de empilhamento [9]. Pode-se afirmar então que, os últimos dois picos referidos poderão promover mais o aparecimento de defeitos e deslocações, enquanto o plano (111) será menos suscetível a este fenómeno. (220) apresenta resultados intermédios em relações aos restantes. Confirma-se, por isso uma consonância entre a Figura 10 (Pico 111) e a Figura 11 a) no que a este parâmetro diz respeito.

Relativamente à Intensidade, a Figura 11 b) permite aferir que os picos (111) e (200) não possuem o mesmo tipo de comportamento tal como se deduz visualmente a partir da Figura 10. O primeiro, ao invés de se manter constante, aumenta ao longo da macro deformação da amostra. Provavelmente, dever-se-á ao facto de a textura do plano (111) ser favorecida em FA, e consequentemente, originar um aumento da intensidade [6].

Ao nível do comportamento mecânico destes planos, algumas conclusões podem ser retiradas dos gráficos da Figura 11 c) e d). Em primeiro lugar, todos os picos

são sujeitos uma deformação ao longo do ensaio, no entanto (200) é submetido a uma deformação bastante superior, destacando-se assim pela sua elevada ductilidade. Pela ordem decrescente, seguem-se (111), (311) e, por fim, (220).

Figura 11 – Comportamento dos picos (111), (200), (220) e (311), em FA, segundo os parâmetros FWHM normali-



zado (a), Intensidade Normalizada (b) e *Lattice Strain* (c) em função da Macrostrain. d) Tensão vs *Lattice Strain*

3.2.3.2 Orientação de 90°

A orientação de 90° caracteriza-se por ser longitudinal à direção do ensaio de tração. Isto torna o seu estudo extremamente relevante, pois permitirá avaliar as propriedades mecânicas dos quatro principais planos das fases γ e γ' na direção da força deformante.

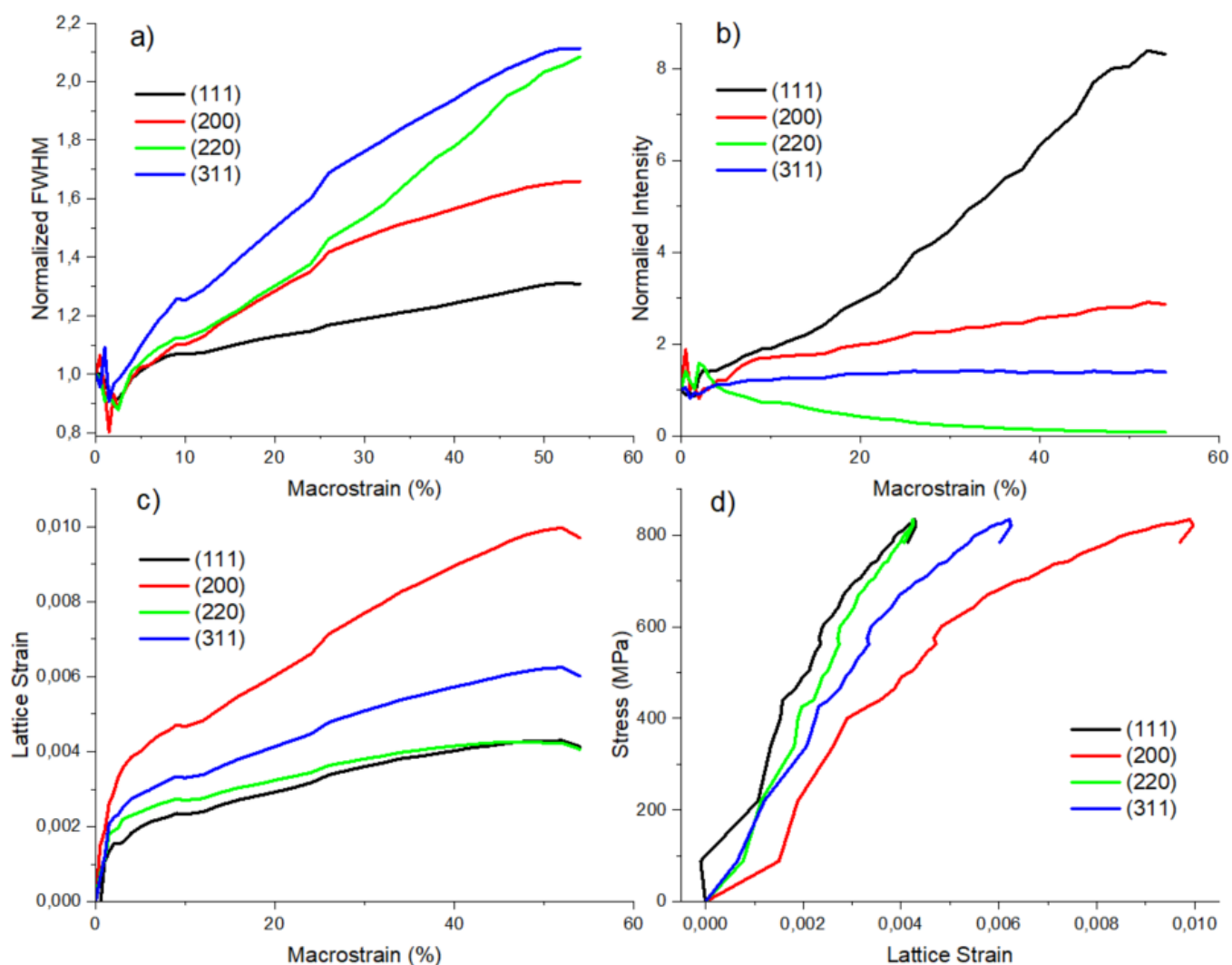


Figura 12 – Comportamento dos picos (111), (200), (220) e (311), a 90°, segundo os parâmetros FWHM normalizado (a), Intensidade Normalizada (b) e *Lattice Strain* (c) em função da Macrostrain. d) Tensão vs *Lattice Strain*

A partir da Figura 12 a) podemos, em primeiro lugar, verificar que o alargamento da largura a meia altura sofre algumas oscilações durante o domínio elástico do material, no entanto após a entrada no domínio plástico, o FWHM dos 4 picos alarga acima do $FWHM_0$. A partir desse momento, os picos apresentam efetivamente, um comportamento similar ao que sucede em FA. O plano (111) apresenta o menor alargamento de FWHM, enquanto os restantes demonstram uma taxa maior de alargamento, principalmente (311), e por isso, deduz-se que sejam os maiores promotores do aparecimento de defeitos [9].

A nível da intensidade na Figura 12, existe novamente um alinhamento em relação ao que sucede em FA. No entanto, desta vez o aumento da intensidade de (111) é bem mais significativa, sendo cerca de 8 vezes maior no final do ensaio do que no início do mesmo. No sentido inverso, a intensidade de (220) reduz de forma muito expressiva, levando em crer que a sua textura não é favorecida nesta orientação. Os outros dois picos mantêm valores relativamente constantes ao longo da deformação. A disparidade ao nível da intensidade de (111) comparativamente aos outros planos demonstra um amplo favorecimento da textura deste plano na orientação de 90° .

O comportamento de deformação da rede volta a ser coincidente com o que se verifica em FA. Neste caso, (111) apresenta os valores de micro deformação mais reduzidos. Este parâmetro é um dos fatores de alargamento dos picos, tornando congruente aferir que a baixa micro deformação influenciou o registo de um reduzido declive na FWHM vs *Macrostrain* [9]. Posto isto, o plano (111) distingue-se por ser mais duro da liga CrCoNiAlTi.

No sentido oposto, o plano (200) volta a destacar-se pela sua elevada ductilidade. Caracteriza-se por ser o mais macio entre os 4 principais planos, e suportar grande parte da deformação exercida no sentido longitudinal do material.

3.2.3.3 Orientação de 0°

w

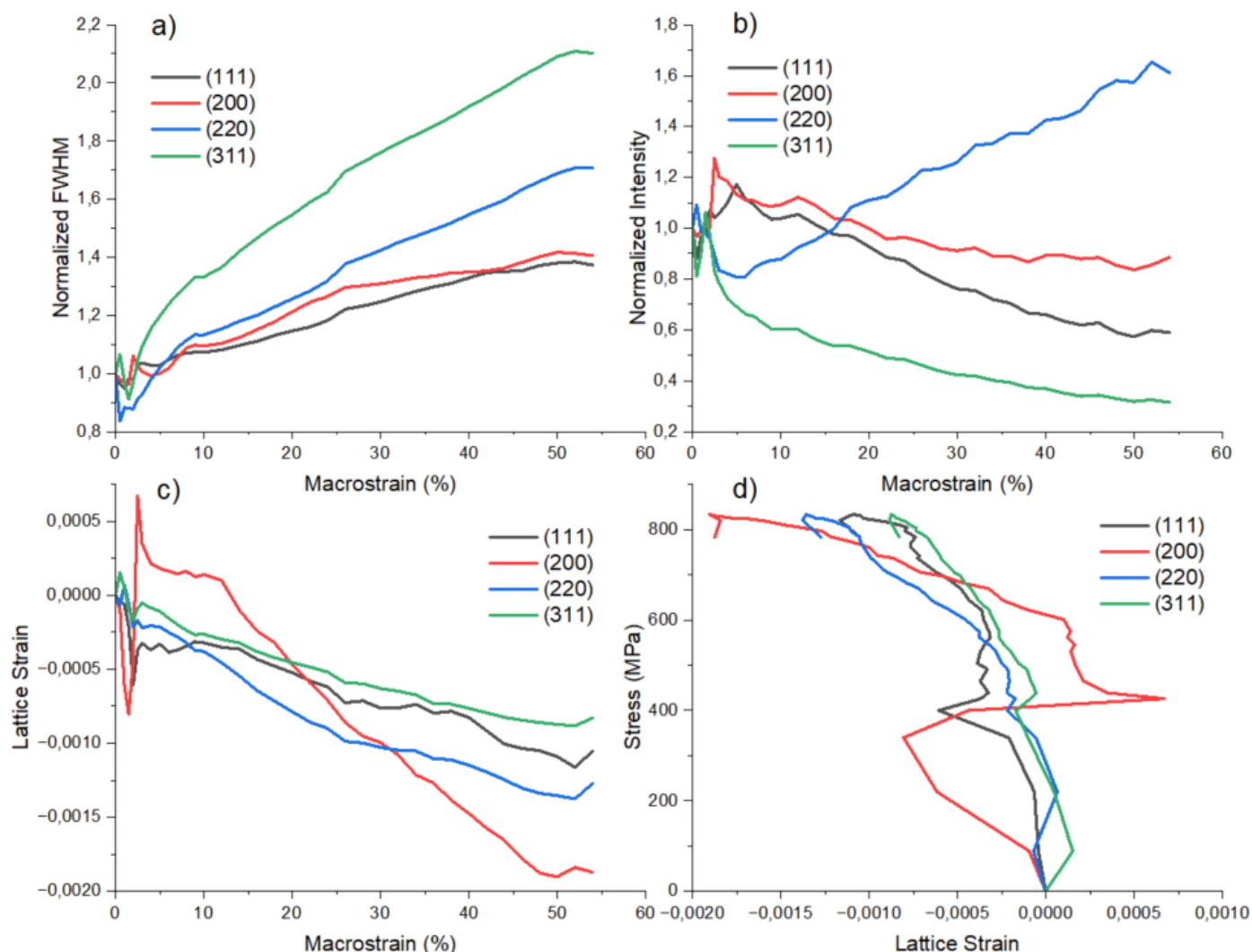


Figura 13 – Comportamento dos picos (111), (200), (220) e (311), em 0°, segundo os parâmetros FWHM normalizado (a), Intensidade Normalizada (b) e *Lattice Strain* (c) em função da Macrostrain. d) Tensão vs *Lattice Strain*

Na perspectiva da orientação transversal ao ensaio de tração (0°), serão retiradas conclusões algo diferentes comparativamente à orientação longitudinal. Contudo, o comportamento a nível do FWHM é relativamente similar entre ambos. O plano (311) volta a ser sujeito ao maior alargamento do seu pico, enquanto (111) volta a demonstrar que é o menos suscetível a originar defeitos e deslocações, tendo em consideração o baixo declive visível na Figura 13 a). No caso de (220) destaca-se que, contrariamente ao que sucede na orientação de 90°, a sua textura é bastante favorecida, tal como verificável através da Figura 13 b). Este plano demonstra também uma

elevada taxa deformante ao nível da sua rede. Isto, aliado ao favorecimento à sua textura e elevado declive no aumento de FWHM ao longo do ensaio, pode definir (220) como um grande propulsor do aparecimento de defeitos e deslocações [9].

Os gráficos c) e d) da Figura 13 possuem alguns desajustamentos de pontos, principalmente durante o domínio elástico. Uma limitação que também foi encontrada a 90°, mas que neste caso é ainda mais severa. Contudo, a partir do domínio plástico o problema vai sendo mitigado, permitindo pelo menos entender as tendências de deformação que cada pico sofre. Em primeiro lugar, é relevante referir que todos os planos são sujeitos a compressão nesta orientação. O plano (111) demonstra novamente sinais interessantes de resistência mecânica, contudo (311) é o que mais se distingue em termos de dureza, pois apresenta menos micro deformação compressiva na sua rede. Já (200) caracteriza-se por ser, novamente, o plano mais macio entre os demais.

3.3 Densidade de Deslocações

Em primeiro lugar, é relevante referir que a densidade de deslocações apenas será estudada para *Full Azimuthal*. Tendo por base os valores presentes na curva da Figura 14, pode-se afirmar que os valores estão dentro da ordem de grandeza de outras ligas da mesma matriz FCC, entre as quais, CrCoNi e CrCoNiFe [25][26]. Outra congruência que é relevante referir, é o facto de este parâmetro estar diretamente relacionado com a deformação do material [27]. O aumento do primeiro está dependente do aumento do segundo, pelo que o aumento da densidade de deslocações é favorecido ao longo do domínio plástico. Tendo em consideração esta premissa e que os primeiros pontos do gráfico correspondem ao domínio elástico, a evolução constante nos primeiros pontos era expectável. Mesmo já dentro do domínio plástico, até cerca de 10% de *macrostrain*, parece haver uma resistência do material à proliferação de deslocações e o valor permanece praticamente constante. A partir desse momento verifica-se um aumento gradual da curva até que a cerca de 24/25% de deformação, a taxa de aumento da densidade de deslocações aumente significativamente, apresentando um comportamento linear até chegar ao UTS do material. O gráfico demonstra, além de um aumento da densidade de deslocações ao longo de todo ensaio, um intervalo de valores bastante alargado. Isto deve-se ao carácter macio das redes cristalinas FCC [28], que consequentemente concede à liga CrCoNiAlTi elevada ductilidade.

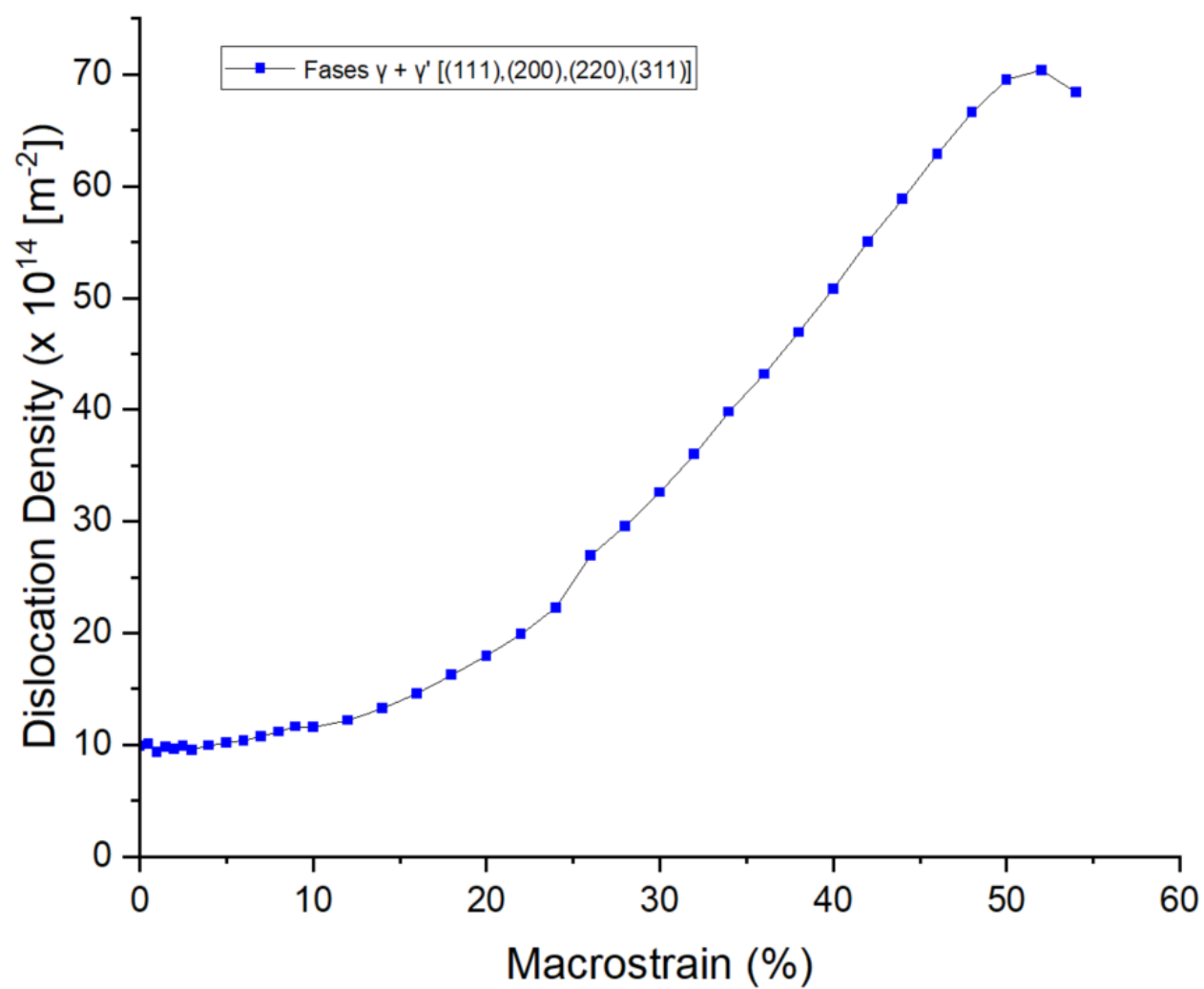


Figura 14 – Evolução da Densidade de Deslocações ao longo da Deformação da liga, em *Full Azimuthal*

CONCLUSÃO

Após a execução desta dissertação é possível retirar algumas ilações dos resultados obtidos. *Santana et al* quando concebeu esta liga de alta entropia CrCoNiAlTi, introduziu precipitados à matriz FCC CrCoNi, caracterizada pela sua elevada resistência mecânica e ductilidade, de modo a inflacionar ainda mais estes parâmetros mecânicos. Esta dissertação, em primeira instância, corroborou esta intenção. O plano (111) demonstrou ser o mais duro entre os 4 principais picos característicos das fases γ e γ' , concedendo ao material elevada resistência mecânica na orientação do ensaio de tração (90°). O plano (200) registou, para a mesma direção, maior suscetibilidade a microdeformação, estabelecendo-se assim, como o plano mais macio. Conclui-se então, que este plano suporta a maior parte da deformação que o material está sujeito. Os planos (311) e (200) revelaram uma taxa de alargamento de FWHM bastante elevada, pelo que é presumível que sejam os maiores promotores do aparecimento de defeitos e/ou deslocações.

A nível de perspectivas futuras seria interessante que o trabalho levado a cabo nesta dissertação, também se estendesse ao estudo do comportamento cristalográfico das mesmas amostras, mas sujeitas a diferentes tratamentos térmicos. Também seria relevante, no mesmo contexto, que se determinasse o Módulo de Young de cada plano, algo que não foi abordado nesta dissertação devido a algum desacerto na fiabilidade dos pontos no domínio elástico. Outra sugestão, seria estender a análise desta dissertação para outros ângulos do alcance de Full Azimuthal, além de 0° e 90° . Isso permitira aprofundar o estudo e conhecimento acerca das propriedades da liga CrCoNiAlTi.

REFERÊNCIAS

- [1] J.-W. Yeh *et al.*, "Nanostructured High-Entropy Alloys with Multiple Principal Elements: Novel Alloy Design Concepts and Outcomes," *Adv Eng Mater*, vol. 6, no. 5, pp. 299–303, May 2004, doi: 10.1002/adem.200300567.
- [2] J. W. Yeh, "Recent progress in high-entropy alloys," *Annales de Chimie: Science des Materiaux*, vol. 31, no. 6, pp. 633–648, Nov. 2006, doi: 10.3166/acsm.31.633-648.
- [3] Y. Zhang *et al.*, "Microstructures and properties of high-entropy alloys," *Prog Mater Sci*, vol. 61, pp. 1–93, Apr. 2014, doi: 10.1016/J.PMATSCI.2013.10.001.
- [4] J. W. Yeh *et al.*, "Formation of simple crystal structures in Cu-Co-Ni-Cr-Al-Fe-Ti-V alloys with multiprincipal metallic elements," *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*, vol. 35 A, no. 8, pp. 2533–2536, 2004, doi: 10.1007/s11661-006-0234-4.
- [5] J. P. Oliveira *et al.*, "Gas tungsten arc welding of as-rolled CrMnFeCoNi high entropy alloy," *Mater Des*, vol. 189, p. 108505, Apr. 2020, doi: 10.1016/J.MATDES.2020.108505.
- [6] C. F. Holder and R. E. Schaak, "Tutorial on Powder X-ray Diffraction for Characterizing Nanoscale Materials," *ACS Nano*, vol. 13, no. 7. American Chemical Society, pp. 7359–7365, Jul. 23, 2019. doi: 10.1021/acsnano.9b05157.
- [7] K. Nagao, "Introduction to powder xray diffractometry," *Rigaku Journal*, vol. 2, no. 26, 2020.
- [8] H. Stanjek and W. Häusler, "Basics of X-ray Diffraction," *Hyperfine Interact*, vol. 154, no. 1–4, pp. 107–119, 2004, doi: 10.1023/B:HYPE.0000032028.60546.38.
- [9] J. Shen *et al.*, "Deformation behavior and strengthening effects of an eutectic AlCo-CrFeNi_{2.1} high entropy alloy probed by in-situ synchrotron X-ray diffraction and post-mortem EBSD," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 872, p. 144946, May 2023, doi: 10.1016/j.msea.2023.144946.
- [10] E. J. Mittemeijer and U. Welzel, "The 'state of the art' of the diffraction analysis of crystallite size and lattice strain," *Zeitschrift für Kristallographie*, vol. 223, no. 9, pp. 552–560, Sep. 2008, doi: 10.1524/zkri.2008.1213.
- [11] P. Staron *et al.*, "In Situ Experiments with Synchrotron High-Energy X-Rays and Neutrons," *Adv Eng Mater*, vol. 13, no. 8, pp. 658–663, Aug. 2011, doi: 10.1002/adem.201000297.

- [12] L. Lutterotti, R. Vasin, and H.-R. Wenk, "Rietveld texture analysis from synchrotron diffraction images. I. Calibration and basic analysis," *Powder Diffr*, vol. 29, no. 1, pp. 76–84, Mar. 2014, doi: 10.1017/S0885715613001346.
- [13] D. A. Santana, K. R. Santos, C. S. Kiminami, and F. G. Coury, "Design, phase equilibria, and coarsening kinetics of a new precipitation-hardened multi-principal element alloy," *J Alloys Compd*, vol. 882, p. 160729, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2021.160729.
- [14] J. G. Lopes *et al.*, "Impact of Arc-Based Welding on the Microstructure Evolution and Mechanical Properties in Newly Developed Cr_{29.7}Co_{29.7}Ni_{35.4}Al₄Ti_{1.2} Multi-Principal Element Alloy," *Adv Eng Mater*, vol. 25, no. 13, Jul. 2023, doi: 10.1002/adem.202300109.
- [15] D. de Araújo Santana, C. S. Kiminami, and F. G. Coury, "Mechanical properties and yield strength modeling of a medium entropy alloy containing L12 precipitates," *J Alloys Compd*, vol. 898, p. 162923, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.jallcom.2021.162923.
- [16] C. Prescher and V. B. Prakapenka, "DIOPTAS: A program for reduction of two-dimensional X-ray diffraction data and data exploration," *High Press Res*, vol. 35, no. 3, pp. 223–230, Jul. 2015, doi: 10.1080/08957959.2015.1059835.
- [17] P. Crowther and C. Daniel, "xrdfit: A Python package for fitting synchrotron X-ray diffraction spectra," *J Open Source Softw*, vol. 5, no. 52, p. 2381, Aug. 2020, doi: 10.21105/joss.02381.
- [18] S. K. Sen *et al.*, "X-ray peak profile analysis of pure and Dy-doped -MoO₃ nanobelts using Debye-Scherrer, Williamson-Hall and Halder-Wagner methods," *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 11, no. 2, Jun. 2020, doi: 10.1088/2043-6254/ab8732.
- [19] S. S. Jahil, I. A. Mohammed, A. R. Khazaal, K. A. Jasim, and K. H. Harbbi, "Application the Halder – Wagner to Calculation Crystal Size and Micro Strain by X-ray Diffraction Peaks Analysis," *NeuroQuantology*, vol. 20, no. 1, pp. 199–204, Apr. 2022, doi: 10.14704/nq.2022.20.1.nq22074.
- [20] M. K. Hossain *et al.*, "A comparative study on the influence of pure anatase and Degussa-P25 TiO₂ nanomaterials on the structural and optical properties of dye sensitized solar cell (DSSC) photoanode," *Optik (Stuttg)*, vol. 171, pp. 507–516, Oct. 2018, doi: 10.1016/j.ijleo.2018.05.032.
- [21] D. de Araújo Santana, "UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E

ENGENHARIA DE MATERIAIS DESIGN, PROCESSING, AND CHARACTERIZATION OF HIGH STRENGTH PRECIPITATION-HARDENED CrCoNiAlTi HIGH ENTROPY ALLOYS," 2023.

- [22] P.-K. Shen, H.-C. Liu, C.-Y. Huang, H.-W. Yen, J.-W. Yeh, and C.-W. Tsai, "Microstructure and mechanical properties of medium-entropy alloys with a high-density η -D024 phase," *Mater Charact*, vol. 185, p. 111713, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2021.111713.
- [23] S. Kou, *Welding Metallurgy*. Wiley, 2002. doi: 10.1002/0471434027.
- [24] S. K. Michelic, D. Loder, T. Reip, A. A. Barani, and C. Bernhard, "Characterization of TiN, TiC and Ti(C,N) in titanium-alloyed ferritic chromium steels focusing on the significance of different particle morphologies," *Mater Charact*, vol. 100, pp. 61–67, 2015, doi: 10.1016/j.matchar.2014.12.014.
- [25] W. Woo *et al.*, "Comparison of dislocation density, twin fault probability, and stacking fault energy between CrCoNi and CrCoNiFe medium entropy alloys deformed at 293 and 140K," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 781, Apr. 2020, doi: 10.1016/j.msea.2020.139224.
- [26] B. Wang *et al.*, "Deformation of CoCrFeNi high entropy alloy at large strain," *Scr Mater*, vol. 155, pp. 54–57, Oct. 2018, doi: 10.1016/j.scriptamat.2018.06.013.
- [27] J. Joseph, N. Stanford, P. Hodgson, and D. M. Fabijanic, "Understanding the mechanical behaviour and the large strength/ductility differences between FCC and BCC Alx-CoCrFeNi high entropy alloys," *J Alloys Compd*, vol. 726, pp. 885–895, Dec. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.08.067.
- [28] P. Shi *et al.*, "Enhanced strength–ductility synergy in ultrafine-grained eutectic high-entropy alloys by inheriting microstructural lamellae," *Nat Commun*, vol. 10, no. 1, Dec. 2019, doi: 10.1038/s41467-019-08460-2.



2023

FILIPPE RIBEIRO

ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE TRAÇÃO DE UMA LIGA DE ALTA
ENTROPIA BIFÁSICA CrCoNiAlTi VIA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DE SINCROTRÃO IN SITU