

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

DANILO ALENCAR DE ABREU

Projeção *liquidus* do sistema Al-Ta-V

Lorena

2022

DANILO ALENCAR DE ABREU

Projeção *liquidus* do sistema Al-Ta-V

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais na área de concentração de Materiais Convencionais e Avançados.

Orientador: Prof. Dr. Gilberto Carvalho Coelho

Versão Corrigida

Lorena

2022

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTES TRABALHOS, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

de Abreu, Danilo Alencar
Projeção liquidus do sistema Al-Ta-V / Danilo
Alencar de Abreu; orientador Gilberto Carvalho
Coelho - Versão Corrigida. - Lorena, 2022.
92 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós
Graduação em Engenharia de Materiais na Área de
Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de
Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo.
2022

1. Ligas de elementos multiprincipais. 2.
Diagrama de fases. 3. Projeção liquidus. 4. Sistema
Al-Ta-V. I. Título. II. Coelho, Gilberto Carvalho,
orient.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço à minha mãe, Edmara, e ao meu pai, José Alencar, por todo apoio e suporte durante a realização do mestrado. Sou muito grato por todo esforço que fizeram e ainda fazem, principalmente em favor da minha formação acadêmica.

Agradeço a todos os familiares que me motivaram e contribuíram de alguma forma ao longo desses anos, em especial à minha irmã Daniele, aos meus tios Orlando e Maria Augusta e principalmente aos meus avós Fausto e Dirce, para os quais dedico este trabalho.

Agradeço ao Prof. Dr. Gilberto Carvalho Coelho por toda dedicação em compartilhar seu conhecimento ao longo dos últimos anos, por propiciar grandes oportunidades acadêmicas, por me orientar neste presente trabalho de mestrado, além de ser um grande amigo.

Agradeço ao Prof. Dr. Carlos Angelo Nunes, que me recebeu no grupo Phase em 2016, e que desde então vem contribuindo muito para a minha carreira acadêmica.

Agradeço a todos que contribuíram de forma significativa para minha evolução como mestrando em Ciência e Engenharia de Materiais. Em especial, destaco os meus amigos Antonio Augusto, Nabil, Luciano, Bruno Freitas, Lucas Corrêa, Lucas Moreira, Luciano, Thiago Dorini, Karoline, Júlio e Denis.

Agradeço também a todos os técnicos e funcionários do Demar, por todo conhecimento transmitido nas práticas experimentais ao longo dos últimos anos.

Por fim, agradeço também aos demais amigos que me acompanharam e ajudaram ao longo desta feliz trajetória. Cabe destacar aqui os amigos da República Buteco, Team Bavária e todos aqueles que contribuíram neste período.

“Quando achamos que temos todas as respostas,
vem a vida e muda todas as perguntas.”

Luis Fernando Veríssimo

RESUMO

de ABREU, D. A. **Projeção *liquidus* do sistema Al-Ta-V**. 2022. 92 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2022.

A determinação do equilíbrio de fases no sistema Al-Ta-V possui um papel importante para o desenvolvimento das ligas de elementos multiprincipais refratárias com a adição de Al. Para contribuir com os dados da literatura relativos a este sistema ternário e contribuir com o desenvolvimento destas ligas, a projeção *liquidus* do sistema Al-Ta-V é proposta pela primeira vez neste trabalho. As investigações experimentais foram acompanhadas pela caracterização microestrutural de vinte e cinco amostras no estado bruto de fusão, pelas análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) – elétrons retroespalhados (BSE), espectroscopia por energia dispersiva (EDS) e difratometria de raios X (XRD). Assim como é observado nos sistemas binários limítrofes ao ternário Al-Ta-V, bem como nas seções isotérmicas disponíveis, a região de precipitação primária da fase BCC é preponderante às demais fases. Não houve indício de uma separação de fases entre VAl_3 e $(\epsilon)\text{-TaAl}_3$, o que leva a sugerir uma fase $MeAl_3$ formada por uma solução sólida completa que conecta os diagramas (Al-Ta e Al-V). Todas as regiões de precipitação primária para teores de Al inferiores a 90 at.% (BCC, σ , $Ta_{39}Al_{69}$, V_5Al_8 , $MeAl_3$) foram identificadas. Duas reações invariantes de classe II e uma de classe III são sugeridas baseadas nos dados experimentais: $(U_I) \text{Liq} + \sigma \leftrightarrow \text{BCC} + Ta_{39}Al_{69}$, $(U_{II}) \text{Liq} + Ta_{39}Al_{69} \leftrightarrow V_5Al_8 + MeAl_3$ e $(P_I) \text{Liq} + \text{BCC} + V_5Al_8 \leftrightarrow Ta_{39}Al_{69}$, enquanto outras três reações invariantes (duas classes II e uma classe III) acima de 95 at.% foram baseadas na extrapolação termodinâmica dos binários: $(U_{III}) \text{Liq} + V_4Al_{23} \leftrightarrow MeAl_3 + V_7Al_{45}$, $(U_{IV}) \text{Liq} + V_7Al_{45} \leftrightarrow MeAl_3 + V_2Al_{21}$, $(P_{II}) \text{Liq} + MeAl_3 + V_2Al_{21} \leftrightarrow (Al)$. A fase ternária $\tau\text{-Al}_{35-48}\text{Ta}_{32-42}\text{V}_{17-30}$ (*oC28*) previamente reportada na literatura não foi observada nas microestruturas das amostras no estado bruto de fusão, sugerindo que sua formação ocorra por reação no estado sólido.

Palavras-chave: Ligas de elementos multiprincipais. Diagrama de fases. Projeção *liquidus*. Sistema Al-Ta-V.

ABSTRACT

de ABREU, D. A. ***Liquidus projection of the Al-Ta-V system***. 2022. 92 p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2022.

Phase equilibria in the Al-Ta-V system have an important role for designing Al-containing, refractory multiprincipal element alloys. In order to improve the literature data related to this system and contribute with the development of alloys with good microstructural stability and oxidation resistance, the *liquidus* projection of the Al-Ta-V system is proposed for the first time in the present work. The experimental investigations were carried out via microstructural characterization of twenty-five as-cast alloys using scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-ray diffractometry (XRD). The primary precipitation field of BCC is preponderant in relation to those of the other phases. No signal of phase separation was observed between VAl_3 and $(\epsilon)\text{-TaAl}_3$, which suggest a $MeAl_3$ solid solution connecting the Al-Ta and Al-V binary systems. All the primary precipitation fields for alloys with Al contents smaller than 90 at.% (BCC, σ , $Ta_{39}Al_{69}$, V_5Al_8 , $MeAl_3$) were determined. Two class II and one class III ternary invariant reactions are suggested based on experimental data: (U_I) $Liq + \sigma \leftrightarrow BCC + Ta_{39}Al_{69}$, (U_{II}) $Liq + Ta_{39}Al_{69} \leftrightarrow V_5Al_8 + MeAl_3$ and (P_I) $Liq + BCC + V_5Al_8 \leftrightarrow Ta_{39}Al_{69}$, while three other invariant reactions (two class II and one class III) for Al content higher than 95 at.% were based on thermodynamic extrapolated data from the binary systems: (U_{III}) $Liq + V_4Al_{23} \leftrightarrow MeAl_3 + V_7Al_{45}$, (U_{IV}) $Liq + V_7Al_{45} \leftrightarrow MeAl_3 + V_2Al_{21}$, (P_{II}) $Liq + MeAl_3 + V_2Al_{21} \leftrightarrow (Al)$. The ternary compound $\tau\text{-Al}_{35-48}\text{Ta}_{32-42}\text{V}_{17-30}$ reported in the literature was not observed in the microstructures of the as-cast alloys obtained in the present work, suggesting that its formations occurs from a solid-state reaction.

Keywords: Multiprincipal element alloys. Phase diagram. *liquidus* projection. Al-Ta-V system.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 — Entropia de mistura para ligas convencionais e ligas equiatômicas em um sistema ternário.....	20
Figura 2 – Estruturas cristalinas (i) ocupada por um único tipo de átomo e (ii) por vários átomos de forma desordenada.....	21
Figura 3 – Redução do limite de escoamento em função da temperatura para ligas convencionais e Ligas de Elementos Multiprincipais.....	21
Figura 4 – Relação entre ductilidade e resistência mecânica para ligas convencionais e Ligas de Elementos Multiprincipais.....	22
Figura 5 – Modelagem do sistema Al-V calculada por Saunders, Ansara e Dinsdale (1998).....	25
Figura 6 – Modelagem do sistema Al-V realizada por: (a) Gong <i>et al.</i> (2004), (b) Lindahl <i>et al.</i> (2015) e (c) Kroupa <i>et al.</i> (2017).....	26
Figura 7 – Modelagem do sistema Al-Ta realizada por Du e Fetzer (1996).....	28
Figura 8 – região de estabilidade da fase ϵ : (a) micrografia da liga 30.8 (at.% Ta) e (b) diagrama de fases na região entre 20-40 (at.%Ta).....	29
Figura 9 – Modelagem do sistema Al-Ta realizada por Witusiewicz <i>et al.</i> (2010).....	30
Figura 10 – Modelagem do sistema Ta-V realizada por Danon e Cervant (2004).....	32
Figura 11 – Modelagem do sistema Ta-V realizada por Pavlu <i>et al.</i> (2011).....	33
Figura 12 – Seção isotérmica a 1273K do sistema ternário Al-Ta-V: (a) Raman (1966) e (b) Bochvar (1995).....	35
Figura 13 – Fluxograma da metodologia experimental.....	36
Figura 14 – Extrapolação termodinâmica da projeção <i>liquidus</i> do sistema Al-Ta-V, com base nas modelagens propostas por Kroupa <i>et al.</i> (2017), Witusiewicz <i>et al.</i> (2010) e Pavlu <i>et al.</i> (2011).....	39
Figura 15 – Projeção <i>liquidus</i> do sistema Al-Ta-V.....	42
Figura 16 – Micrografia da amostra #2 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	44

Figura 17 – Difratoograma da amostra #2 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	45
Figura 18 – Micrografia da amostra #4 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	46
Figura 19 – Difratoograma da amostra #4 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	46
Figura 20 – Micrografia da amostra #6 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	47
Figura 21 – Difratoograma da amostra #6 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	48
Figura 22 – Micrografia da amostra #11 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	49
Figura 23 – Difratoograma da amostra #11 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	49
Figura 24 – Micrografia da amostra #12 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	50
Figura 25 – Difratoograma da amostra #12 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	51
Figura 26 – Micrografia da amostra #7 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	53
Figura 27 – Difratoograma da amostra #7 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	53
Figura 28 – Micrografia da amostra #10 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	54
Figura 29 – Difratoograma da amostra #10 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	55
Figura 30 – Micrografia da amostra #14 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	56
Figura 31 – Difratoograma da amostra #14 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	56
Figura 32 – Micrografia da amostra #25 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	58
Figura 33 – Difratoograma da amostra #25 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	58

Figura 34 – Micrografia da amostra #16 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	60
Figura 35 – Difratoograma da amostra #16 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	60
Figura 36 – Micrografia da amostra #13 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	62
Figura 37 – Difratoograma da amostra #13 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	62
Figura 38 – Micrografia da amostra #15 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	63
Figura 39 – Difratoograma da amostra #15 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	64
Figura 40 – Micrografia da amostra #17 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	65
Figura 41 – Difratoograma da amostra #17 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	66
Figura 42 – Micrografia da amostra #19 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	67
Figura 43 – Difratoograma da amostra #19 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	67
Figura 44 – Micrografia da amostra #21 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	68
Figura 45 – Difratoograma da amostra #21 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	69
Figura 46 – Micrografia da amostra #22 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	70
Figura 47 – Difratoograma da amostra #22 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	70
Figura 48 – Micrografia da amostra #23 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.....	71
Figura 49 – Difratoograma da amostra #23 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α}	72

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Dados cristalográficos das fases sólidas estáveis e os modelos termodinâmicos utilizado por (a) Gong <i>et al.</i> (2004), (b) Lindahl <i>et al.</i> (2015) e (c) Kroupa <i>et al.</i> (2017).....	27
Tabela 2 – Transformações invariantes no sistema Al-V com base nos parâmetros calculados por Kroupa <i>et al.</i> (2017).....	27
Tabela 3 – Dados cristalográficos das fases sólidas estáveis e os modelos termodinâmicos utilizados por Witusiewicz <i>et al.</i> (2010).....	30
Tabela 4 – Transformações invariantes no sistema Al-Ta com base nos parâmetros calculados por por Witusiewicz <i>et al.</i> (2010).....	31
Tabela 5 – Dados cristalográficos das fases sólidas estáveis e os modelos termodinâmicos utilizados por Pavlu <i>et al.</i> (2011).....	33
Tabela 6 – Transformações invariantes no sistema Ta-V com base nosparâmetros calculados por por Pavlu <i>et al.</i> (2011).....	33
Tabela 7 – Dados cristalográficos da fase ternária τ -Al ₃₅₋₄₈ Ta ₃₂₋₄₂ V ₁₇₋₃₀ obtidos por Harbrecht, Rheindorf e Wagner (1996).....	35
Tabela 8 – Reações invariantes ternárias sugeridas pela extrapolação com dados termodinâmicos calculados por Kroupa <i>et al.</i> (2017), Witusiewicz <i>et al.</i> (2010) e Pavlu <i>et al.</i> (2011).....	40
Tabela 9 – Composições nominais das amostras brutas de fusão e fases observadas por MEV/EDS e DRX.....	41
Tabela 10 – Reações invariantes ternárias propostas para o sistema Al- Ta-V envolvendo a fase líquida.....	43
Tabela 11 – Resultados de EDS da amostra #2 no estado bruto de fusão.....	45
Tabela 12 – Resultados de EDS da amostra #4 no estado bruto de fusão.....	46
Tabela 13 – Resultados de EDS da amostra #6 no estado bruto de fusão.....	48
Tabela 14 – Resultados de EDS da amostra #11 no estado bruto de fusão.....	50
Tabela 15 – Resultados de EDS da amostra #12 no estado bruto de fusão.....	51

Tabela 16 – Resultados de EDS da amostra #7 no estado bruto de fusão	54
.....	
Tabela 17 – Resultados de EDS da amostra #10 no estado bruto de fusão	55
.....	
Tabela 18 – Resultados de EDS da amostra #14 no estado bruto de fusão	57
.....	
Tabela 19 – Resultados de EDS da amostra #25 no estado bruto de fusão	59
.....	
Tabela 20 – Resultados de EDS da amostra #16 no estado bruto de fusão	61
.....	
Tabela 21 – Resultados de EDS da amostra #13 no estado bruto de fusão	63
.....	
Tabela 22 – Resultados de EDS da amostra #15 no estado bruto de fusão	64
.....	
Tabela 23 – Resultados de EDS da amostra #17 no estado bruto de fusão	66
.....	
Tabela 24 – Resultados de EDS da amostra #19 no estado bruto de fusão	68
.....	
Tabela 25 – Resultados de EDS da amostra #21 no estado bruto de fusão	69
.....	
Tabela 26 – Resultados de EDS da amostra #22 no estado bruto de fusão	71
.....	
Tabela 27 – Resultados de EDS da amostra #23 no estado bruto de fusão	72
.....	

LISTA DE SIGLAS

BCC	<i>Body Centered Cubic</i> (Cúbica de Corpo Centrada)
BSE	<i>Backscattered electrons</i> (Elétrons retro-espalhados)
CALPHAD	Calculation of Phase Diagrams
DRX	Difratometria de Raios X
EDS	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i> (Espectroscopia por Energia Dispersiva)
FCC	<i>Face Centered Cubic</i> (Cúbica de Face Centrada)
HEAs	<i>High Entropy Alloys</i> (Ligas de Alta Entropia)
HCP	<i>Hexagonal Close Packed</i> (Hexagonal Compacta)
MEAs	<i>Multiprincipal Element Alloys</i> (Ligas de elementos multiprincipais)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	19
2 OBJETIVOS	24
3 REVISÃO DA LITERATURA	25
3.1 DIAGRAMAS DE FASES BINÁRIOS.....	25
3.1.1 O Sistema Al-V	25
3.1.2 O Sistema Al-Ta	28
3.1.3 O Sistema Ta-V	31
3.2 SISTEMA TERNÁRIO Al-Ta-V.....	34
4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	36
4.1 FUSÃO A ARCO	37
4.2 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA.....	37
4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	37
4.4 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X	38
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
5.1 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DE BCC.....	44
5.2 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DA FASE SIGMA (σ).....	52
5.3 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DA FASE V_5Al_8	57
5.4 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DA FASE $Ta_{39}Al_{69}$	59
5.5 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DA FASE $MeAl_3$	65
6 CONCLUSÕES	74
7 PRÓXIMOS PASSOS E TRABALHOS FUTUROS.....	75
REFERÊNCIAS.....	76
APÊNDICE A	79
APÊNDICE B	85

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento e o aperfeiçoamento de novos materiais vêm acompanhando o desenvolvimento da civilização humana. Desde a pré-história, o homem primitivo buscou novas ferramentas para a sobrevivência, tanto para a caça de alimento quanto para a sua própria defesa. Diversos períodos históricos são relacionados de acordo com a classe de materiais predominante à época: Idades da pedra, do bronze e do ferro. O desenvolvimento dos materiais metálicos, especificamente ao longo de todo o progresso científico, é conduzido pela formação de ligas com um elemento principal, e os demais elementos minoritários atuam como elementos de liga.

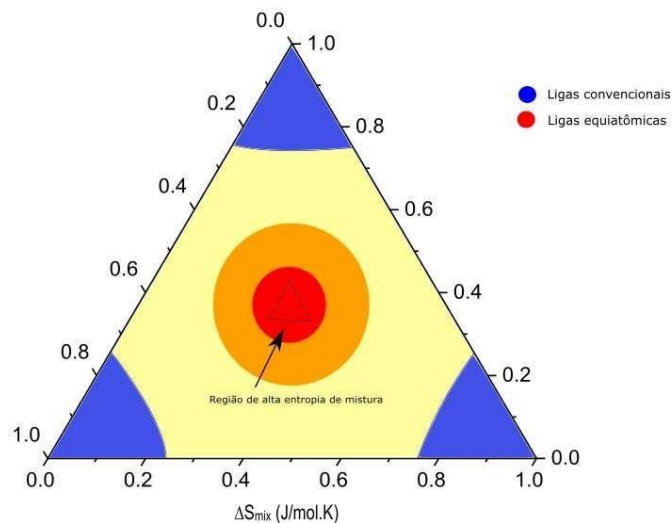
Um novo conceito de ligas metálicas vem se desenvolvendo e sendo amplamente estudado: as Ligas de Elementos Multiprincipais (Multiprincipal Element Alloys - MEAs), também conhecidas por Ligas de Alta Entropia (High Entropy Alloys - HEA), como são designadas por grande parte da comunidade científica. Yeh *et al.* (2004) definiram as Ligas de Elementos Multiprincipais como ligas contendo cinco ou mais elementos químicos com composições próximas à equimolaridade, com suas composições devendo estar contidas em um intervalo de 5 a 30 at.%. Posteriormente, Cantor *et al.* (2004) e Gao *et al.* (2016) sugeriram com suas análises que o aumento de entropia de mistura entre os componentes contribui para reduzir o número de fases, simplificando, portanto, a microestrutura da liga. Zhang *et al.* (2014), Ye *et al.* (2016) e Senkov *et al.* (2014) indicaram que o conceito de Ligas de Elementos Multiprincipais está ligado ao aspecto microestrutural, ou seja, devem ser consideradas MEAs apenas ligas com microestruturas contendo uma única solução sólida desordenada.

O aumento da entropia de mistura de uma fase conjuntamente com o aumento de temperatura reduz o segundo termo da equação 1.1 (contribuição da entropia de formação de uma solução ideal), tornando-o mais negativo, reduzindo a energia livre de Gibbs de mistura favorecendo, conseqüentemente, a formação de uma microestrutura monofásica (YEH *et al.*, 2004). Esta equação (1.1) mostra de uma forma mais abrangente a dependência da energia livre de mistura ($^{mix}\Delta G$) com a entalpia de mistura ($^{mix}\Delta H$), a entropia de mistura ($^{mix}\Delta S$) e a temperatura (T) na qual os elementos são misturados:

$$\text{mix}\Delta G = \text{mix}\Delta H - T \cdot \text{mix}\Delta S \quad (1.1)$$

A Figura 1 mostra uma representação esquemática do aumento de entropia de mistura no interior do triângulo de Gibbs análogo para regiões mais próximas da equimolaridade. É possível observar que na região azul encontram-se as ligas convencionais com um elemento majoritário, enquanto as ligas equiatômicas encontram-se nas regiões laranja e vermelho.

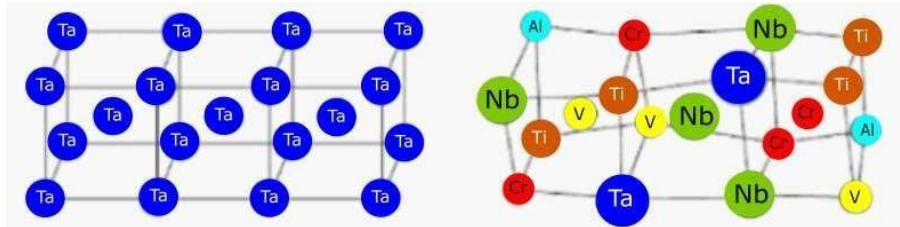
Figura 1 – Entropia de mistura para ligas convencionais e ligas equiatômicas em um sistema ternário.



Fonte: Adaptado de Ye *et al.* (2016).

Em termos de propriedades mecânicas, a formação de uma estrutura desordenada e monofásica pode levar a valores superiores de tenacidade à fratura e limite de resistência. As variações nas propriedades mecânicas podem ser em parte justificadas pelas distorções causadas pela ocupação de diferentes espécies na estrutura cristalina de uma solução sólida, como a apresentada esquematicamente na Figura 2, contribuindo para dificultar o movimento de discordâncias nestes materiais (GAO *et al.*, 2016). Além disso, Ye *et al.* (2016), Zhang *et al.* (2014) e Chen *et al.* (2014) explicam que as melhorias das propriedades mecânicas nessas ligas também se devem à não formação de compostos intermetálicos frágeis, que geralmente são prejudiciais ao comportamento mecânico.

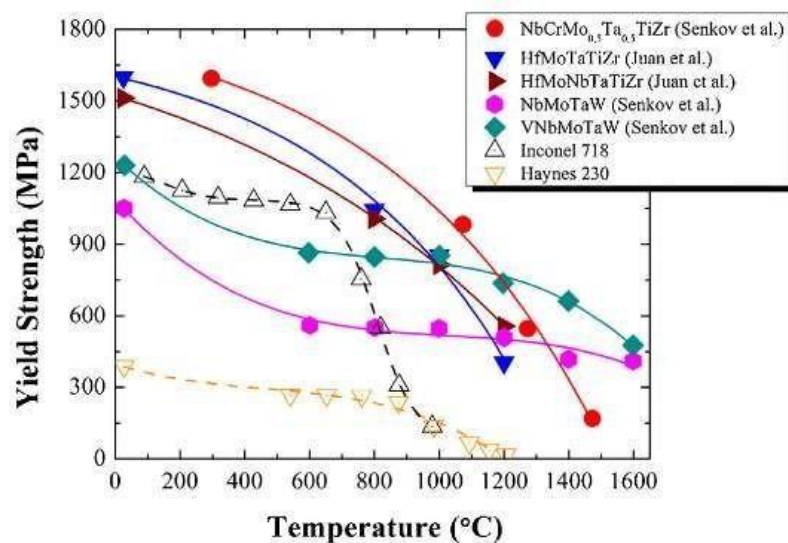
Figura 2 – Estruturas cristalinas (i) ocupada por um único tipo de átomo e (ii) por vários átomos de forma desordenada.



Fonte: Adaptado de Gao *et al.* (2016).

Para aplicações em altas temperaturas, uma considerável estabilidade microestrutural, justificada parcialmente pela baixa difusão dos componentes, pode levar à conservação das propriedades mecânicas (YE *et al.*, 2016; CHEN *et al.*, 2014; MURTY *et al.* 2019). A Figura 3 mostra a variação da tensão limite de escoamento com a temperatura para algumas superligas à base de Ni assim como para algumas MEAs formadas por elementos com alto ponto de fusão. É possível observar que as MEAs possuem uma maior estabilidade em termos de propriedades mecânicas (i.e., limite de escoamento) quando comparadas com as superligas à base de Ni, favorecendo sua aplicação em temperaturas superiores a 1000°C.

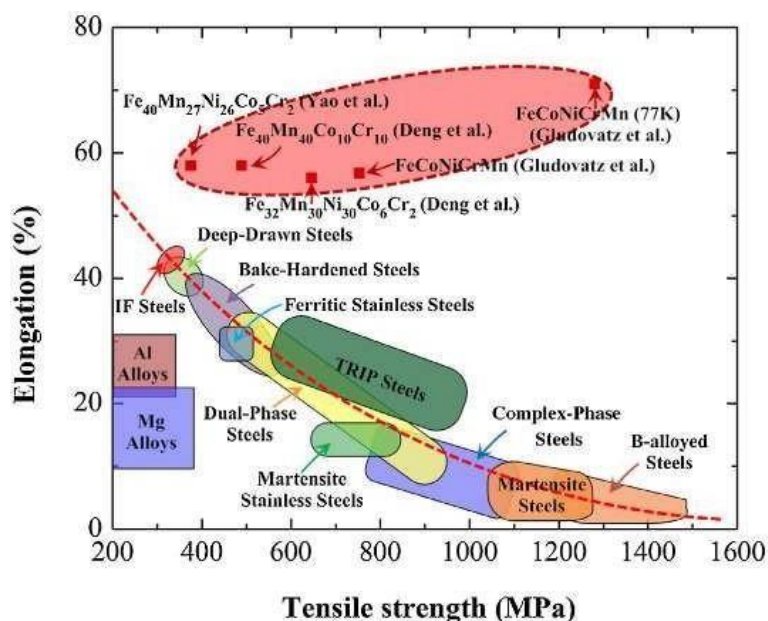
Figura 3 – Redução do limite de escoamento em função da temperatura para ligas convencionais e Ligas de Elementos Multiprincipais.



Fonte: Ye *et al.* (2016).

Ye *et al.* (2016) também mostram que MEAs podem apresentar uma apreciável ductilidade concomitantemente com o aumento do limite de resistência à tração de forma oposta ao comumente observado em ligas metálicas, como apresentado na Figura 4, de forma agrupada, o alongamento percentual em ensaios uniaxiais de tração para diversos materiais. Em termos de fabricação de componentes estruturais por conformação mecânica, a boa ductilidade pode facilitar a produção dos componentes estruturais devido a boa capacidade do material se deformar plasticamente quando submetido aos esforços dos processos de conformação.

Figura 4 – Relação entre ductilidade e resistência mecânica para ligas convencionais e Ligas de Elementos Multiprincipais.



Fonte: Ye *et al.* (2016).

Posteriormente, Senkov *et al.* (2014) mostraram que a adição de Al, visando diminuir a massa específica das MEAs para aplicações na indústria aeroespacial, contribui também para um aumento de resistência à oxidação em altas temperatura, em razão da camada óxida formada sobre o substrato. Todavia, a adição de Al a metais com estrutura BCC tende a estabilizar aluminetos frágeis que podem vir a comprometer o comportamento mecânico do material em operação.

Há o interesse do nosso grupo de pesquisa (Grupo *Phase*) em contribuir para o desenvolvimento de MEAs com microestrutura monofásica formada por uma solução sólida BCC, compostas pelos elementos Al-Cr-Nb-Ta-Ti-V-Zr, visando uma possível aplicação estrutural em altas temperaturas na indústria aeroespacial. Esta contribuição deve se dar pela investigação das relações de equilíbrio de fases nesse sistema multicomponente, principalmente em seus subsistemas binários e ternários. Devido à ausência de dados experimentais na literatura para determinar o equilíbrio de fases no sistema Al-Ta-V, e visto que tal sistema é relevante para o desenvolvimento de uma base de dados termodinâmica de metais de alto ponto de fusão com adição de Al, o estudo da projeção *liquidus* é necessário para um melhor entendimento das microestruturas formadas durante a solidificação de ligas pertencentes a este ternário.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Investigar experimentalmente o sistema Al-Ta-V e determinar as relações de equilíbrio de fases deste ternário, visando contribuir para o desenvolvimento das Ligas de Elementos Multiprincipais com microestrutura monofásica BCC.

2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO

- Determinação experimental da projeção *liquidus* para o sistema Al-Ta-V, inexistente na literatura até o momento.

3 REVISÃO DA LITERATURA

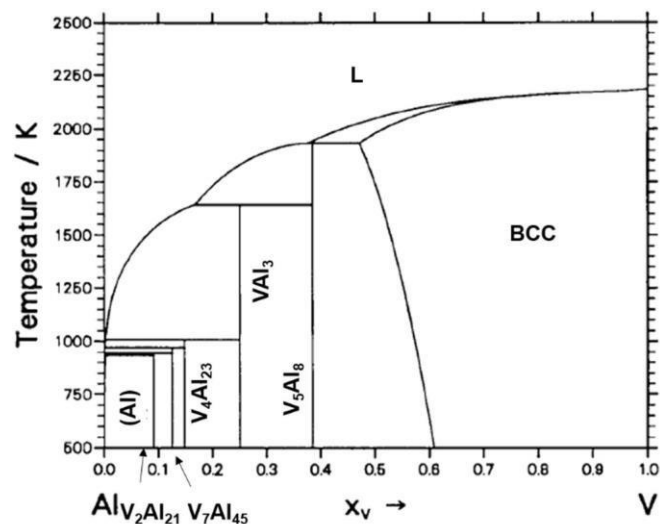
3.1 DIAGRAMAS DE FASES BINÁRIOS

Os sistemas binários limítrofes ao sistema ternário Al-Ta-V foram experimentalmente investigados e modelados termodinamicamente através do método CALPHAD por diversos grupos com base nestes resultados experimentais juntamente com outros calculados por métodos *ab-initio*. A descrição para cada sistema binário é apresentada na sequência. Algumas destas descrições foram utilizadas para planejar o primeiro conjunto de amostras neste trabalho com base em uma projeção *liquidus* calculada por extrapolação direta (ideal) para o sistema ternário.

3.1.1 O Sistema Al-V

A primeira modelagem crítica sobre o sistema Al-V foi realizada por Murray (1989), que utilizou dados experimentais de Carlson, Kennedy e Wilhelm (1955), Bailey, Carlson e Smith (1959) e Eremenko (1981) para otimizar o diagrama de fases. Posteriormente, Saunders, Ansara e Dinsdale (1998) remodelaram o sistema Al-V, como mostrado na Figura 5.

Figura 5 – Modelagem do sistema Al-V calculada por Saunders, Ansara e Dinsdale (1998).

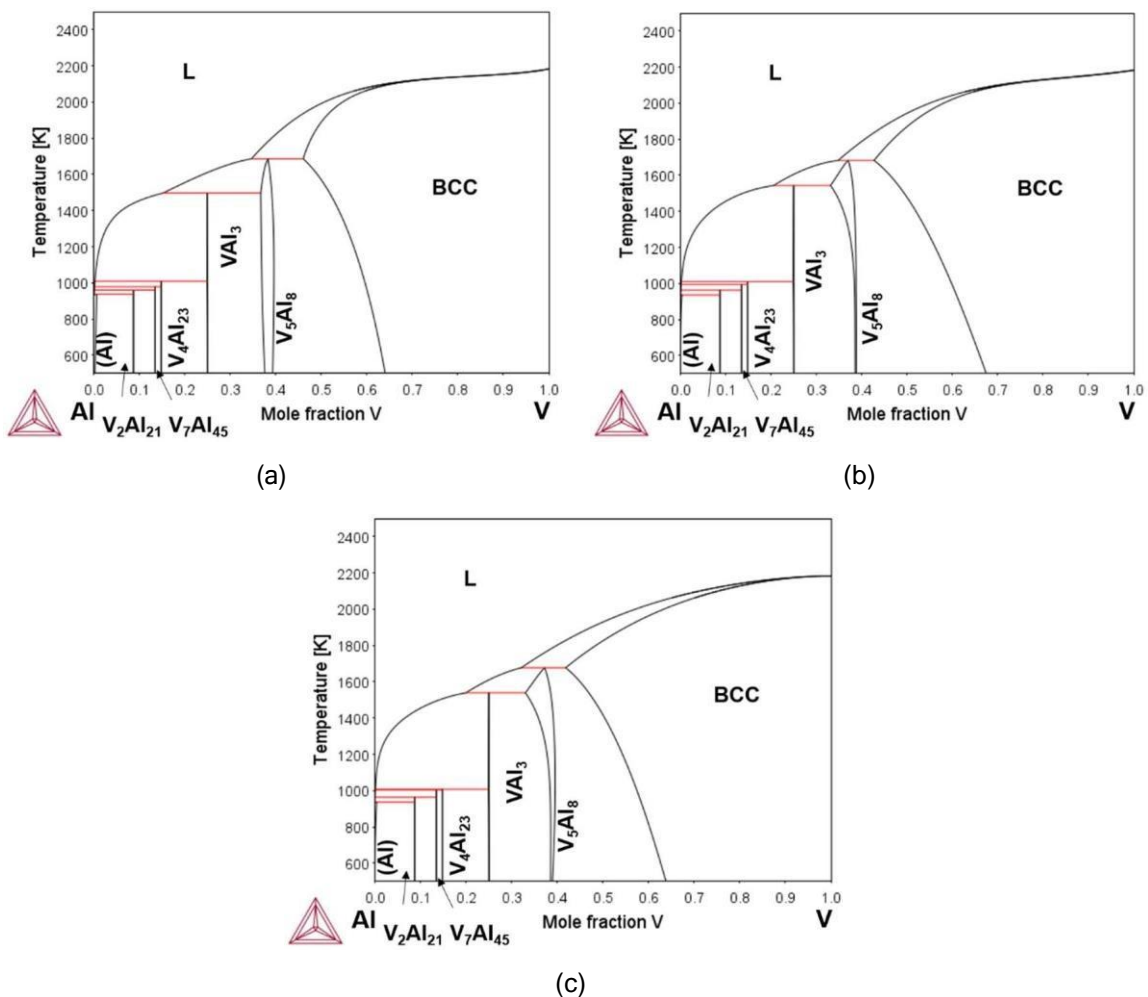


Fonte: Adaptado de Saunders, Ansara e Dinsdale (1998).

Este binário foi novamente estudado experimentalmente por Richter e Ipser (2000), partindo do Al puro até 50 %at. V através das técnicas de análise térmica diferencial (DTA), difratometria de raios X (DRX) e microanálise eletrônica (EPMA). Eles indicaram que as temperaturas das transformações peritéticas de formação das fases VAl_3 e V_5Al_8 são inferiores àquelas indicadas pelos experimentos anteriores e também mostraram que o composto V_5Al_8 não é estequiométrico, havendo a possibilidade um aumento do teor de Al nesta fase.

Recentemente, três modelagens termodinâmicas foram realizadas para o sistema Al-V (GONG *et al.*, 2004; LINDAHL *et al.*, 2015; KROUPA *et al.*, 2017), como apresentado na Figura 6.

Figura 6 – Modelagem do sistema Al-V realizada por: (a) Gong *et al.* (2004), (b) Lindahl *et al.* (2015) e (c) Kroupa *et al.* (2017).



Fonte: Adaptado de (a) Gong *et al.* (2004), (b) Lindahl *et al.* (2015) e (c) Kroupa *et al.* (2017).

As diferentes otimizações (Figura 6) levaram em consideração os resultados experimentais reportados por Richter e Ipser (2000). Lindahl *et al.* (2015) e Kroupa *et al.* (2017) remodelaram este binário devido a inconsistências nos parâmetros de excesso de Gong *et al.* (2004), quando estes foram utilizados para otimizações de sistemas ternários, como o Al-Ti-V (LINDAHL *et al.*, 2015) e o Al-Si-V (KROUPA *et al.*, 2017). As informações cristalográficas das fases sólidas estáveis e os modelos termodinâmicos de cada fase são mostrados na Tabela 1. As temperaturas das transformações invariantes são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 1 - Dados cristalográficos das fases sólidas estáveis e os modelos termodinâmicos utilizados por (a) Gong *et al.* (2004), (b) Lindahl *et al.* (2015) e (c) Kroupa *et al.* (2017).

Fase	Protótipo	Símbolo Pearson	Grupo espacial	Modelo termodinâmico
L	-	-	-	(Al,V)
(Al)	Cu	<i>cF4</i>	<i>Fm-3m</i>	(Al,V) ₁ :(Va) ₁
BCC	W	<i>cI2</i>	<i>Im-3m</i>	(Al,V) ₁ :(Va) ₃
V ₅ Al ₈	Cu ₅ Zn ₈	<i>cI52</i>	<i>I43m</i>	(Al) ₆ :(Al,V) ₂ :(Al,V) ₃ :(V) ₂
VAl ₃	TiAl ₃	<i>tI8</i>	<i>I4/mmm</i>	(Al) ₃ :(V) ₁
V ₄ Al ₂₃	Al ₂₃ V ₄	<i>hP54</i>	<i>P6₃/mmc</i>	(Al) ₂₃ :(V) ₄
V ₇ Al ₄₅	Al ₄₅ V ₇	<i>mC104</i>	<i>C2/m</i>	(Al) ₄₅ :(V) ₇
V ₂ Al ₂₁	AlV ₁₀	<i>cF176</i>	<i>Fd-3m</i>	(Al) ₂₁ :(V) ₂

Fonte: Autoria própria.

Tabela 2 - Transformações invariantes no sistema Al-V com base nos parâmetros calculados por Kroupa *et al.* (2017).

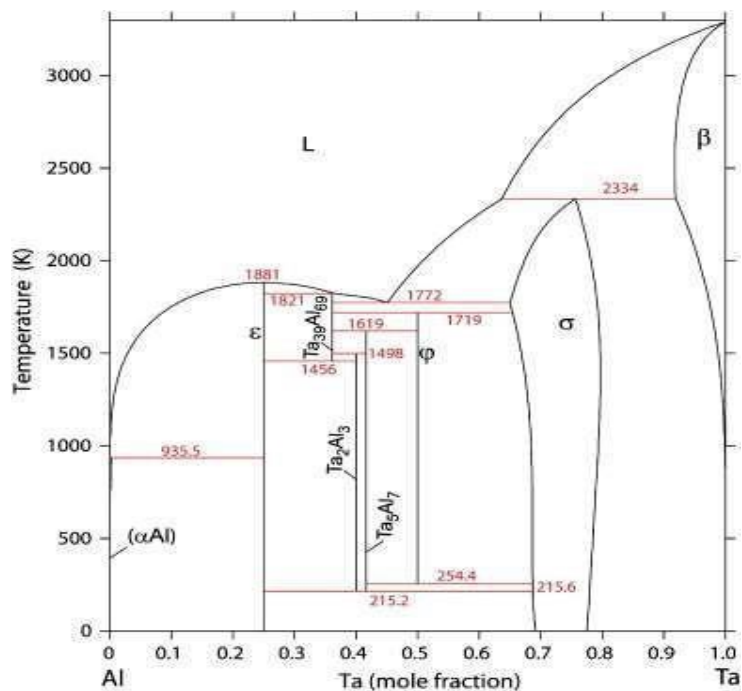
Transformação	Temp. K	Tipo
Al (0 at.% V) ↔ L (0 at.% V)	993	Fusão
V (100 at.% V) ↔ L (100 at.% V)	2183	Fusão
L (~1 at.% V) + V ₇ Al ₄₅ (13.7 at.% V) ↔ V ₂ Al ₂₁ (8.7 at.% V)	963	Peritética
L (28 at.% V) + BCC (46 at.% V) ↔ V ₅ Al ₈ (38.5 at.% V)	1680	Peritética
L (19 at.% V) + V ₅ Al ₈ (38.5 at.% V) ↔ VAl ₃ (25 at.% V)	1542	Peritética
L (~0.5 at.% V) + V ₄ Al ₂₃ (14.8 at.% V) ↔ V ₇ Al ₄₅ (13.7 at.% V)	1002	Peritética
L (~0.2 at.% V) + VAl ₁₀ (8.7 at.% V) ↔ (Al) (~0 at.% V)	936	Peritética
L (0.5 at.% V) + VAl ₃ (25 at.% V) ↔ V ₄ Al ₂₃ (14.8 at.% V)	1009	Peritética

Fonte: Autoria própria.

3.1.2 O Sistema Al-Ta

A primeira descrição termodinâmica do binário Al-Ta foi apresentada por Kaufmann (1991). Posteriormente, Du e Schmid-Fetzer (1996) remodelaram este sistema devido a divergências da proposta de Kaufmann (1991) em relação ao trabalho experimental realizado por Subramanian *et al.* (1990) sobre a natureza da formação dos compostos $Ta_{39}Al_{69}$ e ϵ ($TaAl_3$). A modelagem (Figura 7) de Du e Schmid-Fetzer (1996) engloba diversos trabalhos experimentais preliminares, aproximando bem da primeira versão experimental de Mahne *et al.* (1993). Todavia, os valores de entalpias de formação dos compostos ϵ ($TaAl_3$) Ta_5Al_7 e Ta_2Al_3 divergem em grande proporção dos determinados por técnicas calorimétricas obtidas por Nowotny e Neckel (1969) e Meschel e Kleppa (1993), levando a transformações no estado sólido a baixas temperaturas (215.2, 215.6 e 254.4 K, Fig. 7), que provavelmente não ocorrem.

Figura 7 – Modelagem do sistema Al-Ta realizada por Du e Schmid-Fetzer (1996).

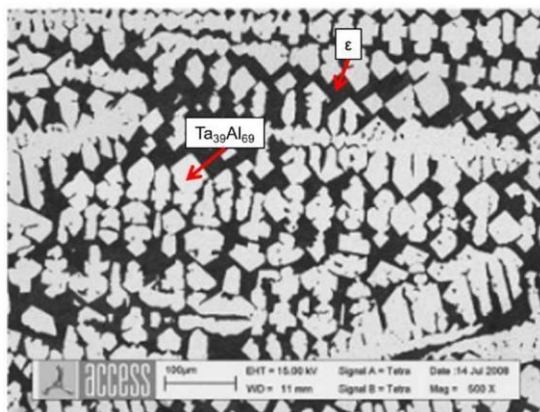


Fonte: Du e Schmid-Fetzer (1996).

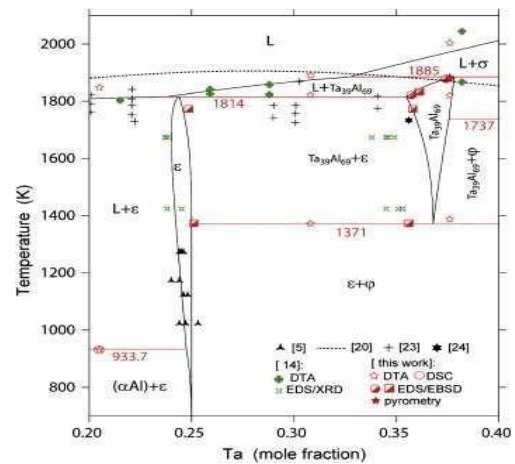
Posteriormente, Witusiewicz *et al.* (2010) propuseram uma nova modelagem englobando tanto os resultados experimentais previamente reportados, quanto os obtidos pelo seu grupo com amostras brutas de fusão e tratadas termicamente. Na modelagem desse grupo, a transformação do tipo eutética $Liq \leftrightarrow \sigma + Ta_{39}Al_{69}$ proposta por Du e Schmid-Fetzer (1996) mostrou-se inconsistente com as

microestruturas obtidas por Witusiewicz *et al.* (2010), passando a ser descrita como uma transformação peritética $Liq+\sigma\leftrightarrow Ta_{39}Al_{69}$. Embora a reação de formação da fase ϵ ($TaAl_3$) esteja no limite entre uma transformação do tipo eutética ou peritética, uma amostra com 30.8 (at.% Al) caracterizada por Witusiewicz *et al.* (2010) apresentou uma microestrutura peritética, Figura 8(a). Os resultados obtidos por Witusiewicz *et al.* (2010) são coerentes com os resultados obtidos por Subramanian *et al.* (1990) e a região entre 20-40 (at.% Ta) é descrita como apresentada na Figura 8(b). A partir dos resultados de amostras tratadas, Witusiewicz *et al.* (2010) verificaram a presença de uma maior região de estabilidade das fases $Ta_{39}Al_{69}$ e ϕ . Os resultados das amostras tratadas termicamente também mostraram que as fases Ta_2Al_3 e Ta_5Al_7 podem ser estabilizadas por impurezas, visto que ϕ e ϵ foram as únicas fases observadas em três amostras caracterizadas por Witusiewicz *et al.* (2010) nesta região do diagrama Al-Ta.

Figura 8 – Região de estabilidade da fase ϵ : (a) micrografia da liga 30.8 at.% Ta e (b) diagrama de fases na região entre 20-40 (at.% Ta).



(a)



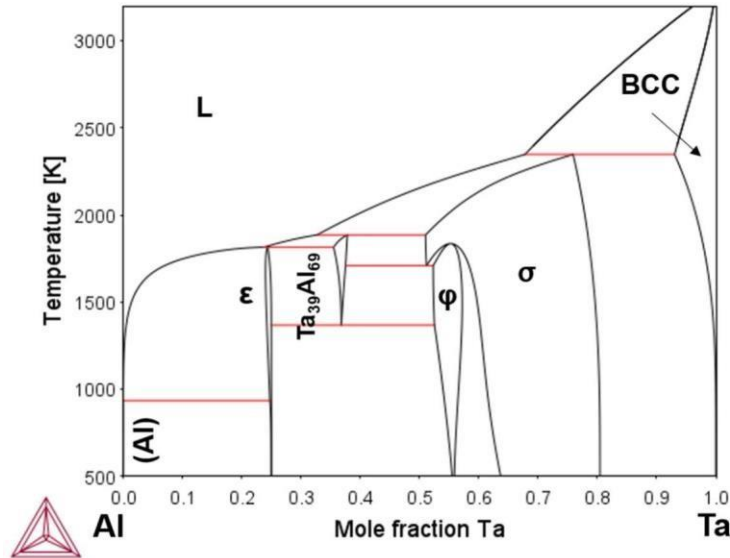
(b)

Fonte: Adaptado de Witusiewicz *et al.* (2010).

A Figura 9 apresenta o diagrama calculado por Witusiewicz *et al.* (2010). As informações cristalográficas das fases sólidas estáveis e os modelos utilizados são apresentados na Tabela 3. Os dados da literatura mostram que os compostos intermetálicos σ , $Ta_{39}Al_{69}$ e ϵ -($TaAl_3$) se formam a partir de reações do tipo peritéticas e a fase ϕ é formada a partir de uma transformação congruente no estado sólido ($\sigma \leftrightarrow \phi$). Há também duas reações de decomposição eutetóide neste

sistema ($Ta_{39}Al_{69} \leftrightarrow \varphi + \varepsilon$ e $\sigma \leftrightarrow Ta_{39}Al_{69} + \varphi$). As temperaturas destas transformações são apresentadas na Tabela 4.

Figura 9 – Modelagem do sistema Al-Ta realizada por Witusiewicz *et al.* (2010).



Fonte: Adaptado de Witusiewicz *et al.* (2010).

Tabela 3 - Dados cristalográficos das fases sólidas estáveis e os modelos termodinâmicos utilizados por Witusiewicz *et al.* (2010).

Fase	Protótipo	Símbolo Pearson	Grupo espacial	Modelo termodinâmico
L	-	-	-	(Al,Ta)
(Al)	Cu	<i>cF4</i>	<i>Fm-3m</i>	(Al,Ta) ₁ :(Va) ₁
BCC_A2	W	<i>cI2</i>	<i>Im-3m</i>	(Al,Ta) ₁ :(Va) ₃
ε (TaAl ₃)	TiAl ₃	<i>tI8</i>	<i>I4/mmm</i>	(Al) _{0.75} :(Al,Ta) _{0.25}
Ta ₃₉ Al ₆₉	Ta ₃₉ Al ₆₉	<i>cF432</i>	<i>F-43m</i>	(Al,Ta) _{0.6389} :(Al,Ta) _{0.3611}
φ (Ta ₄₈ Al ₃₈)	Ta ₄₈ Al ₃₈	<i>mP86</i>	<i>P21/c</i>	(Al,Ta) _{0.8837} :(Al,Ta) _{1.1163}
σ (Ta ₂ Al)	σ (FeCr)	<i>tP30</i>	<i>P42/mnm</i>	(Al,Ta) _{0.533} :(Al,Ta) _{0.333} :(Ta) _{0.134}

Fonte: Autoria própria [17].

Tabela 4 - Transformações invariantes no sistema Al-Ta com base nos parâmetros calculados por Witusiewicz *et al.* (2010).

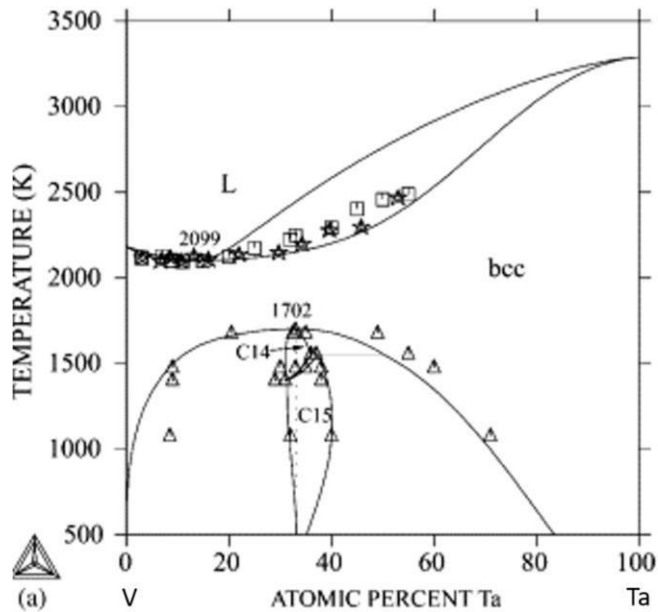
Transformação	Temp. K	Tipo
Al (0 at.% Ta) ↔ L (0 at.% Ta)	993	Fusão
Ta (100 at.% Ta) ↔ L (100 at.% Ta)	3269	Fusão
L (67.8 at.% Ta) + BCC (93.0 at.% Ta) ↔ σ (75.9 at.% Ta)	2347	Peritética
L (32.7 at.% Ta) + σ (51.0 at.% Ta) ↔ Ta ₃₉ Al ₆₉ (37.8 at.% Ta)	1885	Peritética
σ (55.2 at.% Ta) ↔ φ (55.2 at.% Ta)	1854	Congruência
L (23.7 at.% Ta) + Ta ₃₉ Al ₆₉ (35.5 at.% Ta) ↔ ε (24.4 at.% Ta)	1814	Peritética
σ (51.1 at.% Ta) ↔ Ta ₃₉ Al ₆₉ (37.6 at.% Ta) + φ (52.2 at.% Ta)	1737	Eutetóide
Ta ₃₉ Al ₆₉ (36.8 at.% Ta) ↔ ε (25.0 at.% Ta) + φ (52.4 at.% Ta)	1371	Eutetóide
L (~0 at.% Ta) + ε (24.7 at.% Ta) ↔ (Al) (~0 at.% Ta)	933	Peritética

Fonte: Autoria própria.

3.1.3 O Sistema Ta-V

O sistema binário Ta-V foi calculado pela primeira vez por Danon e Cervant (2004) a partir de resultados experimentais próprios e os obtidos por Eremenko *et al.* (1960), Nefedov *et al.* (1964) e Savitskii e Efimov (1972). Quatro fases são reportadas estáveis para este sistema: líquido, BCC, C15 e C14. Savitskii e Efimov (1972) confirmaram experimentalmente a presença de uma transformação congruente por volta de 12 %at. Ta (Liq. ↔ BCC). Na modelagem de Danon e Cervant (2004), mostrada na Figura 10, a fase de Laves C14 é apresentada apenas em temperaturas superiores a 1396K.

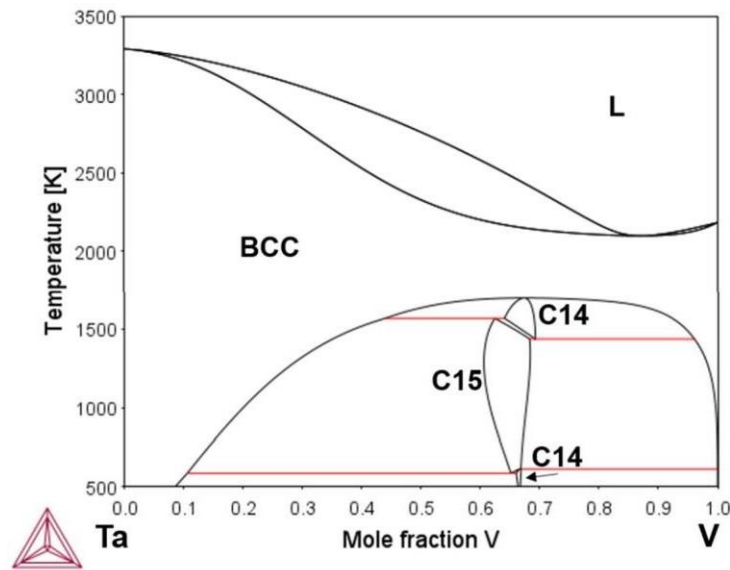
Figura 10 – Modelagem do sistema Ta-V realizada por Danon e Cervant (2004).



Fonte: Adaptado de Danon e Cervant (2004).

Posteriormente, na modelagem mais recente deste sistema, proposta por Pavlu *et al.* (2011), foi sugerida a presença da fase TaV_2 com estrutura C14 em baixas temperaturas com base em cálculos *ab-initio* a 0 K. A Figura 11 apresenta o diagrama calculado por Pavlu *et al.* (2011). As informações cristalográficas das fases sólidas estáveis e os modelos termodinâmicos reportados por Pavlu *et al.* (2011) são exibidos na Tabela 5, enquanto as reações invariantes e suas respectivas temperaturas são apresentadas na Tabela 6.

Figura 11 – Modelagem do sistema Ta-V realizada por Pavlu *et al.* (2011).



Fonte: Adaptado de Pavlu *et al.* (2011).

Tabela 5 - Dados cristalográficos das fases sólidas estáveis e os modelos termodinâmicos utilizados por Pavlu *et al.* (2011).

Fase	Protótipo	Símbolo Pearson	Grupo espacial	Modelo termodinâmico
L	-	-	-	(Ta,V)
BCC	W	<i>cI2</i>	<i>Im-3m</i>	(Ta,V) ₁ :(Va) ₃
C14	MgZn ₂	<i>hP12</i>	<i>P63/mmc</i>	(Ta,V):(Ta,V) ₂ (V) ₂ :(Ta,V) ₄ :(Ta,V) ₆
C15	MgCu ₂	<i>cF24</i>	<i>Fd-3m</i>	(Ta,V):(Ta,V) ₂

Fonte: Autoria própria.

Tabela 6 - Transformações invariantes no sistema Ta-V com base nos parâmetros calculados por Pavlu *et al.* (2011).

Transformação	Temp. K	Tipo
Ta (100 at.% Ta) ↔ L (100 at.% Ta)	3269	Fusão
V (100 at.% V) ↔ L (100 at.% V)	2183	Fusão
L (12.0 at.% Ta) ↔ BCC (12.0 at.% Ta)	2114	Congruência
BCC (33.0 at.% Ta) ↔ C14 (33.0 at.% Ta)	1702	Congruência
C14 (36.0 at.% Ta) + BCC (55.0 at.% Ta) ↔ C15 (37.0 at.% Ta)	1553	Peritetóide
C14 (29.0 at.% Ta) ↔ C15 (31.0 at.% Ta) + BCC (9.0 at.% Ta)	1398	Eutetóide
C15 (34.0 at.% Ta) + BCC (0 at.% Ta) ↔ C14 (33.0 at.% Ta)	623	Peritetóide
C15 (36.0 at.% Ta) ↔ C14 (34.0 at.% Ta) + BCC (90.0 at.% Ta)	583	Eutetóide

Fonte: Autoria própria.

3.2 SISTEMA TERNÁRIO Al-Ta-V

A seção isotérmica a 1273K do sistema ternário Al-Ta-V, Figura 12(a), foi estudada experimentalmente por Raman (1966) a partir de análises de resultados obtidos apenas por DRX. Foi sugerida a existência de um único composto ternário (Ta_2VAI_3), além de uma solubilidade de Al na fase BCC crescente com o teor de V. Uma revisão não experimental da proposta de Raman (1966) para a seção isotérmica a 1273K foi apresentada por Bochvar (1995), Figura 12(b), incluindo algumas modificações dos limites das regiões monofásicas.

Ambas as seções isotérmicas (RAMAN, 1966; BOCHVAR, 1995) indicam que há solubilidade entre os três elementos na estrutura da fase ternária Ta_2VAI_3 . As propostas de Raman (1966) e Bochvar (1995) não reportam os dados cristalográficos da fase ternária. A estrutura cristalográfica do composto ternário foi obtida posteriormente por Harbrecht, Rheindorf e Wagner (1996). Neste último trabalho, diferentes amostras brutas de fusão foram tratadas termicamente no intervalo de temperatura entre 1073K e 2123K. As amostras foram caracterizadas por DRX ($Cu-k\alpha$) e por difração de elétrons em Microscópio eletrônico de Transmissão. A presença do composto ternário não foi observada para temperaturas superiores a 1273K, indicando que esta sua formação é proveniente de uma reação do estado sólido. As informações cristalográficas desta fase são dadas na Tabela 7.

Em ambas as seções isotérmicas a 1273K, a fase σ apresenta uma considerável solubilidade de V (acima de 20 at.%). A seção reportada por Bochvar (1995) diverge da seção apresentada por Raman (1966) quanto à solubilidade de V e Ta nas fases isoestruturais ϵ ($TaAl_3$) e VAI_3 , respectivamente. Tanto Raman (1966) quanto Bochvar (1995) consideram que V e Ta se substituem mutuamente na estrutura dessa fase com Al constante a 75 at.%. A fase V_5Al_8 apresenta pouca solubilidade de Ta, ficando confinada na região próxima ao binário Al-V.

De acordo com as seções isotérmicas a 1273K, a fase BCC é a única estável em toda extensão do binário Ta -V. Porém, esta proposta não é compatível com a estabilidade da fase de Laves C15 a 1273K no sistema binário Ta-V (Figura 10 e Figura 11).

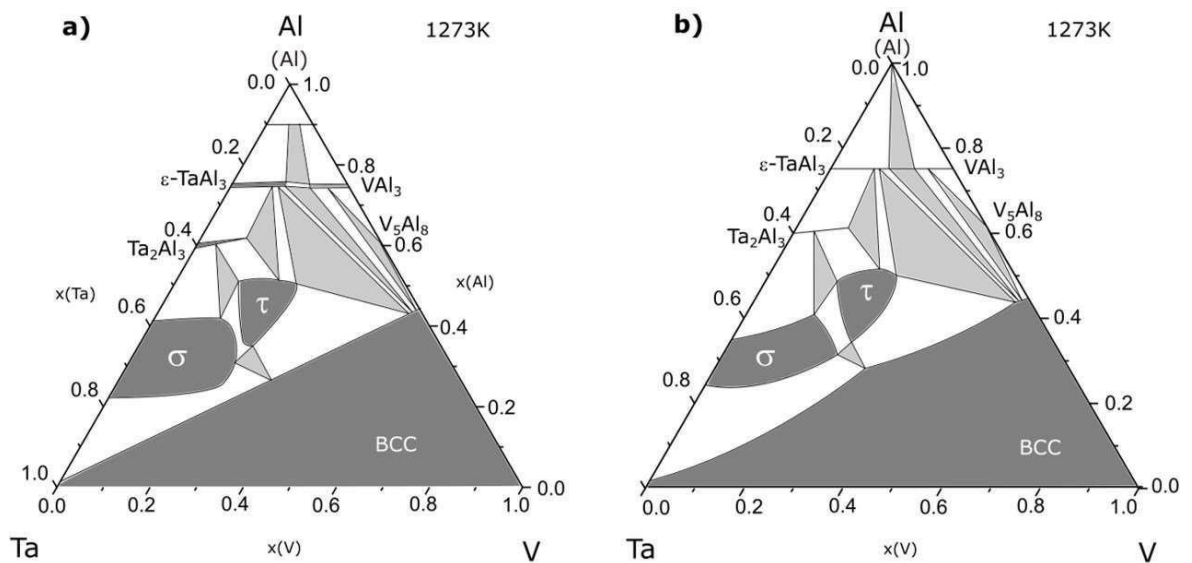
Nenhuma versão de projeção *liquidus* ou seções isotérmicas experimentais em outras temperaturas (diferentes de 1273K) são apresentadas na literatura para o sistema Al-Ta-V.

Tabela 7 - Dados cristalográficos da fase ternária τ -Al₃₅₋₄₈Ta₃₂₋₄₂V₁₇₋₃₀ obtidos por Harbrecht, Rheindorf e Wagner (1996).

Fase	Protótipo	Símbolo Pearson	Grupo espacial	Modelo termodinâmico
τ	τ -Ta ₂ VAl ₃	<i>oC28</i>	<i>Cmca</i>	*

Fonte: Autoria própria.

Figura 12 – Seção isotérmica a 1273K do sistema ternário Al-Ta-V: (a) Raman (1966) e (b) Bochvar (1995).

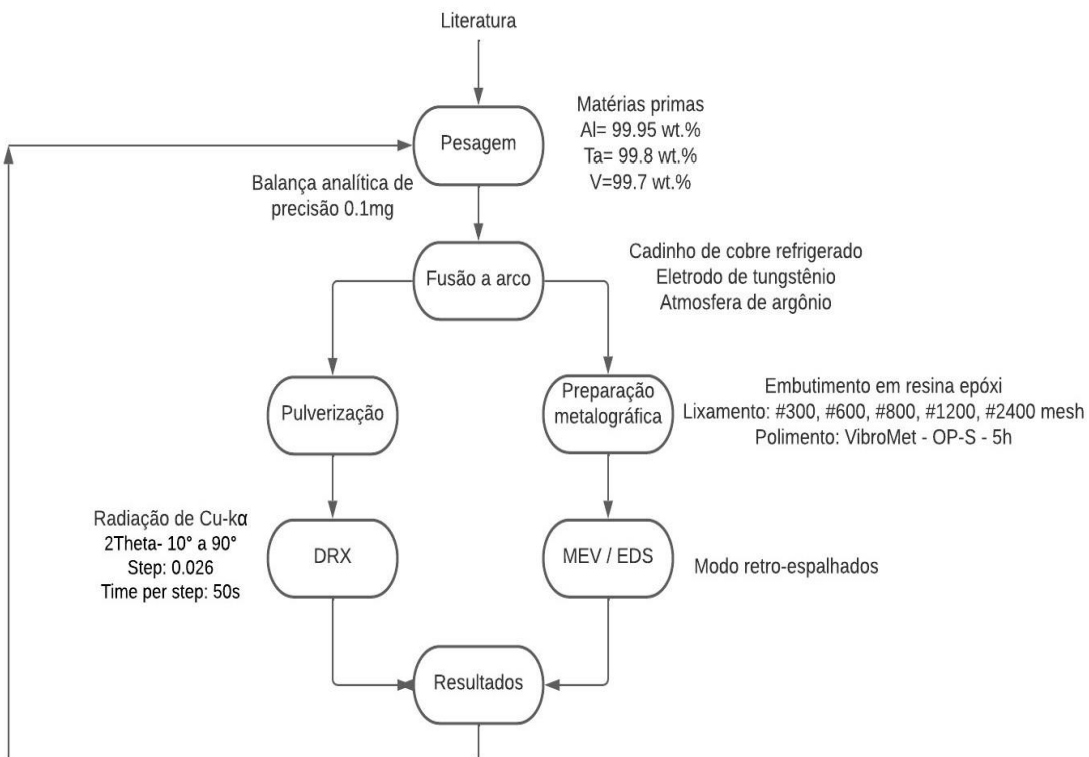


Fonte: Adaptado de (a) Raman (1966) e (b) Bochvar (1995).

4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

As matérias-primas com alto grau de pureza (Al = 99.95 wt.%, Ta = 99.8 wt.% e V = 99.7 wt.%) foram pesadas em uma balança analítica com precisão de 0,1 mg. Posteriormente, as matérias-primas foram fundidas em um forno a arco e com eletrodo não consumível de tungstênio sob atmosfera de argônio (min. 99.995 wt.%). Após esta etapa, as amostras, com aproximadamente 2g, foram cortadas em duas partes, aproximadamente iguais. Uma das partes foi preparada metalograficamente para ser analisada por microscopia eletrônica de varredura e a outra parte foi pulverizada para análise de difratometria de raios X. Para uma melhor visualização da metodologia experimental, um fluxograma contendo os procedimentos é apresentado na Figura 13.

Figura 13 – Fluxograma da metodologia experimental.



Fonte: Autoria própria.

4.1. FUSÃO A ARCO

As matérias primas previamente pesadas, de acordo com as composições nominais determinadas, foram fundidas em um forno a arco voltaico com um eletrodo de tungstênio não consumível sobre um cadinho de cobre refrigerado a água sob atmosfera de argônio. Para garantir homogeneidade de composição e microestrutura, cada lingote foi virado e fundido no mínimo quatro vezes. Previamente à primeira fusão, realizou-se vácuo e purgas com argônio por três vezes e foi fundido um *getter* de titânio previamente a cada fusão para minimizar o teor de impurezas gasosas no forno.

4.2. PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

As amostras brutas de fusão foram embutidas a quente em resina epóxi, para um melhor manuseio na etapa de lixamento. Estas amostras embutidas foram lixadas na seguinte ordem 300, 600, 800, 1000, 1200 e 2400 mesh, sempre rotacionando em 90° a cada troca de lixa. Após esta etapa, as amostras foram polidas utilizando suspensão de sílica coloidal com tamanho de partícula médio de 0,05µm em uma politriz automática do tipo VibroMet 2 - Buehler, onde cada amostra permaneceu no mínimo por 5h.

4.3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As micrografias obtidas neste trabalho foram obtidas utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) de bancada modelo TM3000 – Hitachi no modo de elétrons retro-espalhados (BSE – *Backscattered Electron*) em 15kV. Foram realizadas medidas de composição química tanto pontuais como de áreas, através da técnica de espectroscopia por energia dispersiva (EDS). Para determinar as composições das fases foram realizadas nove medidas pontuais em cada fase, sendo três medidas em cada fase em três diferentes regiões da amostra. De forma similar, a composição global de cada amostra foi determinada por três medidas em área para diferentes regiões da amostra (uma medida por região). Para

um grupo de amostras (13, 19 e 21) as micrografias foram obtidas também por MEV de alta resolução (Full Emission Gun Philips XL30) no modo BSE em 20kV.

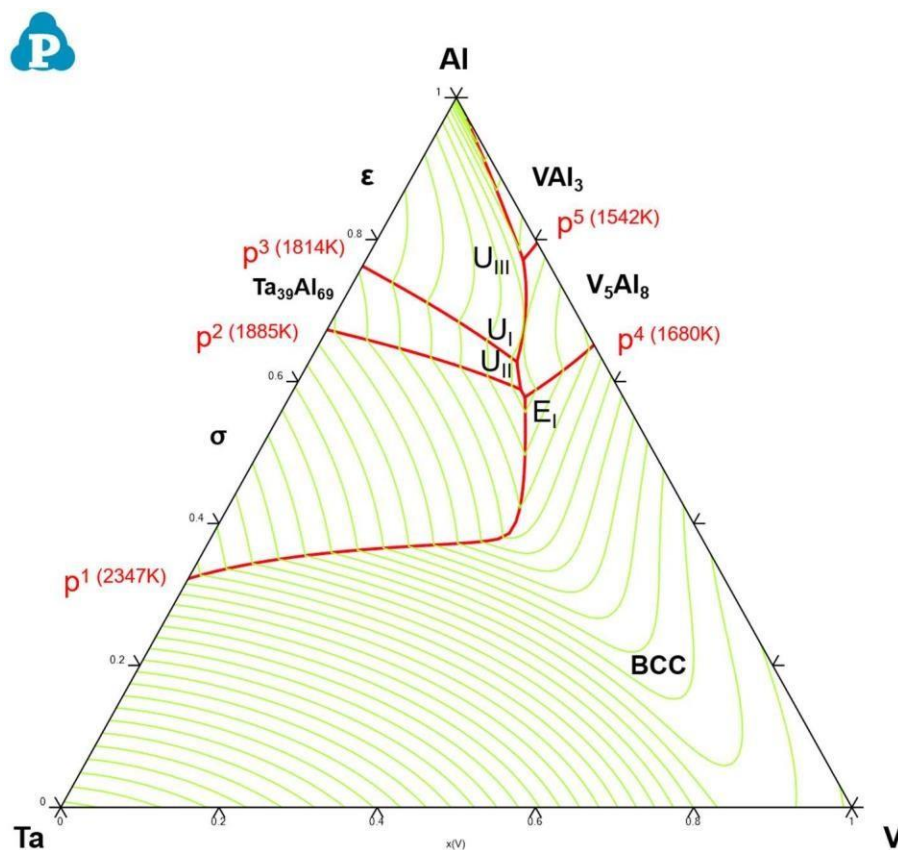
4.4. DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

A técnica de difratometria de raios X foi utilizada neste trabalho para a identificação das fases presentes nas microestruturas de cada amostra, de forma complementar à técnica de MEV/EDS. As amostras foram pulverizadas em um pilão de aço e posteriormente cominuídas em um almofariz de ágata. Eventuais contaminações do pilão de aço foram minimizadas pelo uso de um imã. O ensaio foi realizado com radiação de Cu-k_α , ângulo de varredura entre 10° e 90° , passo angular de $0,02^\circ$ e tempo de contagem de 50s por passo. Os padrões de difração das fases foram obtidos através dos dados cristalográficos disponíveis em Villars e Calvert (2007) e simulações realizadas com o software *PowderCell* (KRAUS; NOLZE, 1996).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com base nos resultados das modelagens termodinâmicas obtidos por Kroupa *et al.* (2017), Witusiewicz *et al.* (2010) e Pavlu *et al.* (2011) para os sistemas binários limítrofes Al-V, Al-Ta e Ta-V, respectivamente, foi calculada uma projeção *liquidus* para o ternário Al-Ta-V (Figura 14) por extrapolação dos parâmetros termodinâmicos desses binários (Apêndice A) para estimar as dimensões dos campos de precipitação primária das fases, bem como os posicionamentos das linhas monovariantes e das transformações invariantes e suas naturezas. As reações invariantes ternárias sugeridas pela extrapolação, suas temperaturas e composições são apresentadas na Tabela 8. Foram encontradas ao todo, seis reações de classe II, uma reação de classe I e uma reação de classe III.

Figura 14 – Extrapolação termodinâmica da projeção *liquidus* do sistema Al-Ta-V, a partir dos parâmetros binários otimizados por Kroupa *et al.* (2017), Witusiewicz *et al.* (2010) e Pavlu *et al.* (2011).



Fonte: Autoria própria.

Os resultados da extrapolação mostram que a região de precipitação primária da fase BCC é predominante neste ternário. As regiões de precipitações primárias dos aluminetos de Ta também possuem relevantes estabilidades no interior do ternário. A declividade da superfície *liquidus* sugere que o caminho de solidificação das ligas segue em direção ao binário Al-V após a precipitação das fases primárias, à exceção das ligas posicionadas na região de precipitação primária de BCC próxima ao canal formado nessa superfície em função do ponto de mínimo no binário Ta-V. Nas vizinhanças de E_I esse caminho de solidificação também é contrário ao esperado para as outras ligas em função de um ponto de máximo (m_I) na monovariante U_I-U_{III}. Vale ressaltar que não foi admitida solubilidade completa entre os compostos VAl₃ e ε-(TaAl₃).

Tabela 8 – Reações invariantes ternárias sugeridas pela extrapolação com dados termodinâmicos calculados por Kroupa *et al.* (2017), Witusiewicz *et al.* (2010) e Pavlu *et al.* (2011).

ID	Reação	T (K)	Estimativa da composição do líquido		
			Al	Ta	V
U _I	Liq + ε ↔ V ₅ Al ₈ + Ta ₃₉ Al ₆₉	1561	64.0	11.0	25.0
U _{II}	Liq + Ta ₃₉ Al ₆₉ ↔ V ₅ Al ₈ + σ	1553	59.0	12.0	29.0
E _I	Liq ↔ BCC + V ₅ Al ₈ + σ	1552	58.0	12.0	30.0
U _{III}	Liq + V ₅ Al ₈ ↔ VAl ₃ + ε	1525	77.0	3.0	20.0
U _{IV}	Liq + VAl ₃ ↔ V ₄ Al ₂₃ + ε	1010	99.9	0.4	0.4
U _V	Liq + V ₄ Al ₂₃ ↔ ε + V ₇ Al ₄₅	1002	99.9	0.2	0.3
U _{VI}	Liq + V ₇ Al ₄₅ ↔ ε + V ₂ Al ₂₁	963	~ 100.0	-	-
P _I	Liq + ε + V ₂ Al ₂₁ ↔ (Al)	936	~ 100.0	-	-

Fonte: Autoria própria.

As composições das amostras processadas neste trabalho foram selecionadas com base na extrapolação da projeção *liquidus* apresentada na Figura 14, e nas seções isotérmicas a 1273K estudadas por Raman (1966) e Bochvar (1995), para uma possível identificação da fase ternária τ-Al₃₅₋₄₈Ta₃₂₋₄₂V₁₇₋₃₀. A Tabela 9 apresenta as composições nominais das amostras processadas e as possíveis variações de composição depois da fusão, atribuindo a variação de massa para cada elemento separadamente. As perdas de massa no processo de fusão foram inferiores a 0.95 wt.%. Também são mostradas as fases identificadas nas microestruturas das amostras brutas de fusão por análises de MEV/EDS e DRX. A fase primária de cada amostra é identificada com um símbolo de asterisco.

Tabela 9 – Composições nominais das amostras brutas de fusão e fases observadas por MEV/EDSe DRX.

ID	Composição nominal			Perda de massa (wt.%)	Possível intervalo de composição			Fases identificadas por MEV/EDS e DRX
	Al	Ta	V		Al	Ta	V	
#1	38.0	40.0	22.0	0.49	36.9 – 38.3	39.9 – 40.1	21.3 – 22.4	*BCC
#2	35.0	40.0	25.0	0.91	32.9 – 35.6	39.7 – 41.3	23.7 – 25.8	*BCC
#3	35.0	30.0	35.0	0.67	33.7 – 35.4	29.7 – 30.6	34.3 – 35.7	*BCC
#4	45.0	15.0	40.0	0.73	44.1 – 45.4	14.8 – 15.2	39.5 – 40.6	*BCC
#5	51.0	11.0	38.0	0.06	51.0 – 51.1	11.0 – 11.0	37.9 – 38.0	*BCC
#6	57.0	6.0	37.0	0.95	56.3 – 57.5	5.8 – 6.1	36.4 – 37.6	*BCC + V ₅ Al ₈
#7	45.0	50.0	5.0	0.04	45.0 – 45.1	49.9 – 50.0	4.9 – 5.0	*σ + Ta ₃₉ Al ₆₉
#8	40.0	35.0	25.0	0.51	38.9 – 40.3	34.9 – 35.6	24.4 – 25.5	*BCC
#9	40.0	25.0	35.0	0.52	39.2 – 40.4	24.8 – 25.3	34.5 – 35.5	*BCC
#10	50.0	38.0	12.0	0.84	48.6 – 50.8	37.7 – 39.1	10.7 – 12.3	*σ + BCC + Ta ₃₉ Al ₆₉
#11	50.0	30.0	20.0	0.06	49.9 – 50.1	30.0 – 30.1	19.9 – 20.0	BCC + Ta ₃₉ Al ₆₉
#12	50.0	20.0	30.0	0.40	49.1 – 50.4	19.8 – 20.3	29.4 – 30.5	*BCC + Ta ₃₉ Al ₆₉
#13	60.0	20.0	20.0	0.87	59.6 – 60.3	19.9 – 20.2	19.6 – 20.2	*Ta ₃₉ Al ₆₉ + BCC
#14	60.0	35.0	5.0	0.26	59.0 – 60.9	34.7 – 35.9	3.7 – 5.1	*σ + Ta ₃₉ Al ₆₉ + MeAl ₃
#15	58.0	12.0	30.0	0.34	57.8 – 58.1	11.9 – 12.1	29.8 – 30.2	*Ta ₃₉ Al ₆₉
#16	62.0	28.0	10.0	0.52	61.5 – 62.5	27.8 – 28.4	9.4 – 10.2	*Ta ₃₉ Al ₆₉ + MeAl ₃
#17	70.0	20.0	10.0	0.34	69.6 – 70.5	19.8 – 20.3	9.4 – 10.1	*MeAl ₃ + V ₅ Al ₈
#18	66.0	14.0	20.0	0.35	65.7 – 66.2	13.9 – 14.1	19.7 – 20.2	*MeAl ₃ + Ta ₃₉ Al ₆₉
#19	67.0	6.0	27.0	0.18	66.9 – 67.1	6.0 – 6.0	16.9 – 27.0	*MeAl ₃ + V ₅ Al ₈
#20	72.0	4.0	24.0	0.61	71.8 – 72.4	3.9 – 4.0	23.6 – 24.2	*MeAl ₃ + (Al)
#21	70.0	10.0	20.0	0.31	69.8 – 70.2	9.9 – 10.0	19.8 – 20.1	*MeAl ₃ + V ₅ Al ₈
#22	75.0	15.0	10.0	0.15	74.9 – 75.1	14.9 – 15.0	9.9 – 10.0	*MeAl ₃ + (Al)
#23	80.0	10.0	10.0	0.22	79.9 – 80.1	9.9 – 10.0	9.8 – 10.0	*MeAl ₃ + (Al)
#24	80.0	3.0	17.0	0.12	80.0 – 80.1	3.0 – 3.0	16.9 – 17.0	*MeAl ₃ + (Al)
#25	65.0	4.0	31.0	0.35	64.8 – 65.2	3.9 – 4.0	30.8 – 31.2	*V ₅ Al ₈ + MeAl ₃

* Fase primária

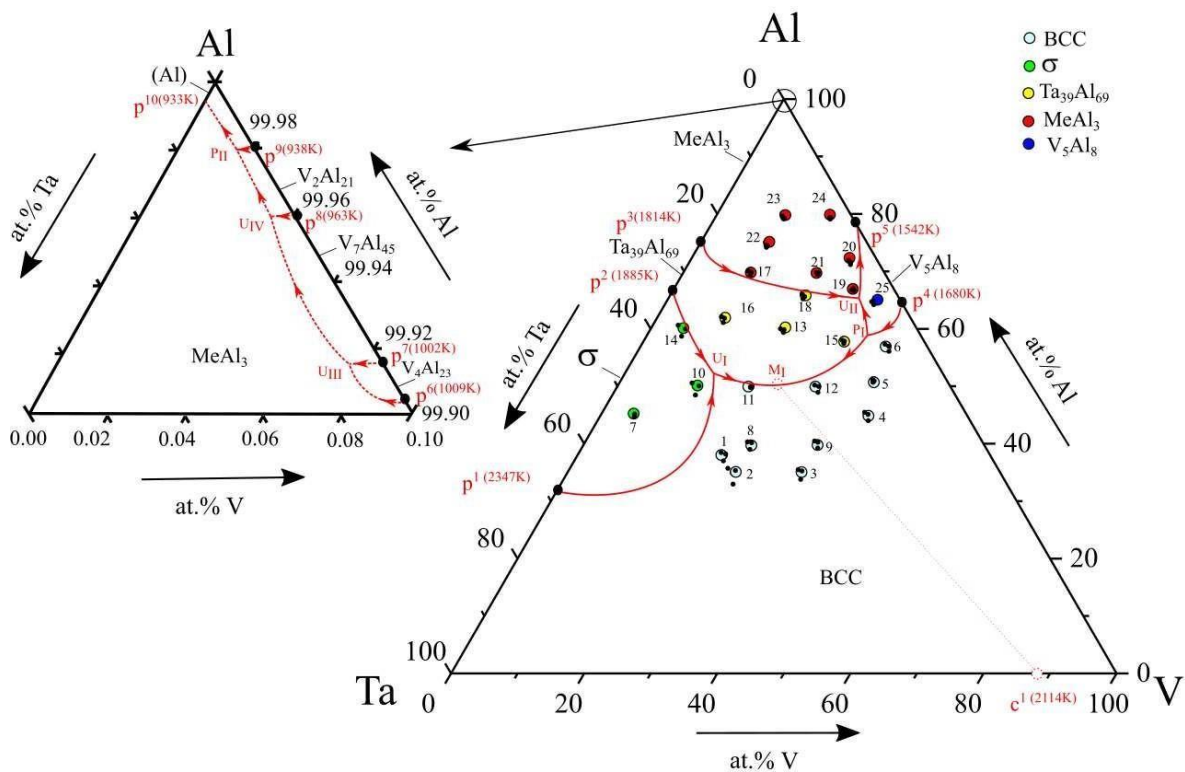
Fonte: Autoria própria.

A projeção *liquidus* do sistema Al-Ta-V, após análise de um conjunto de vinte e cinco amostras brutas de fusão, é mostrada na Figura 15. As técnicas de caracterização microestrutural por MEV/BSE, EDS e DRX foram usadas para determinar as extensões dos campos de precipitação primária de cada fase, bem como a natureza das linhas monovariantes e das reações invariantes ternárias. Devido a dificuldades experimentais, amostras acima de 95 at.% de Al não foram consideradas para a determinação das reações invariantes ternárias próximas a (Al) tendo sido usadas as reações invariantes baseadas na projeção *liquidus* calculada por extrapolação, como mostra a ampliação na Figura 15. As composições nominais das amostras foram plotadas usando diferentes símbolos para uma melhor distinção das fases primárias observadas em cada composição

de amostra. Três pequenos símbolos (círculos escuros) são plotados na Figura 15 para denotar os possíveis intervalos de composição para cada amostra após os cálculos acima descritos. Os símbolos indicados por p^y representam as composições do líquido nas reações peritéticas dos binários, enquanto os símbolos indicados por U e P correspondem a reações invariantes ternárias de classe II e de classe III, respectivamente. As setas nas linhas monovariantes indicam a direção de variação da composição do líquido com a diminuição de temperatura.

Todas as amostras foram produzidas com composições localizadas nas regiões de precipitação primária das fases BCC, σ , V_5Al_8 , $Ta_{39}Al_{69}$ e $MeAl_3$. Os compostos isoestruturais VA_3 e $\epsilon-(TaAl_3)$, ver Tabelas 2 e 4, são tratados como $MeAl_3$ no restante deste trabalho, visto que a separação de fases não foi observada nas microestruturas das amostras no estado bruto de fusão. A predominância da região de precipitação primária da fase BCC é esperada em função de sua estabilidade nos binários limítrofes a este sistema ternário.

Figura 15 – Projeção *liquidus* do sistema Al-Ta-V.



Fonte: Autoria própria.

A natureza das reações invariantes ternárias (quatro classes II, e duas classes III) bem como as composições da fase líquida estimadas são detalhadas na Tabela 10, levando em consideração as microestruturas obtidas neste trabalho nas amostras no estado bruto de fusão e a projeção *liquidus* calculada por extrapolação para composições acima de 95 at.% de Al.

Tabela 10 – Reações invariantes ternárias propostas para o sistema Al-Ta-V envolvendo a fase líquida.

ID	Reação	Estimativa da composição do líquido (at.%)		
		Al	Ta	V
U _I	Liq + σ \leftrightarrow BCC + Ta ₃₉ Al ₆₉	53.00	34.00	13.00
P _I	Liq + BCC + V ₅ Al ₈ \leftrightarrow Ta ₃₉ Al ₆₉	59.00	8.00	33.00
U _{II}	Liq + Ta ₃₉ Al ₆₉ \leftrightarrow V ₅ Al ₈ + MeAl ₃	66.00	7.00	27.00
*U _{IV}	Liq + V ₄ Al ₂₃ \leftrightarrow MeAl ₃ + V ₇ Al ₄₅	99.92	0.02	0.06
*U _V	Liq + V ₇ Al ₄₅ \leftrightarrow MeAl ₃ + V ₂ Al ₂₁	99.96	0.01	0.03
*P _{II}	Liq + MeAl ₃ + V ₂ Al ₂₁ \leftrightarrow (Al)	99.98	0.01	0.01

* Reações invariantes ternárias sugeridas pela extrapolação com dados termodinâmicos calculados por Kroupa *et al.* (2017), Witusiewicz *et al.* (2010) e Pavlu *et al.* (2011).

Fonte: Autoria própria.

Os resultados de caracterização microestrutural das amostras no estado bruto de fusão são apresentadas a seguir, organizados de acordo com as fases primárias observadas nessas amostras. A fase τ -Al₃₅₋₄₈Ta₃₂₋₄₂V₁₇₋₃₀ não foi identificada nas amostras confeccionadas neste trabalho, o que comprova que sua formação se dá por reações no estado sólido, como foi sugerido previamente por Harbrecht, Rheindorf e Wagner (1996).

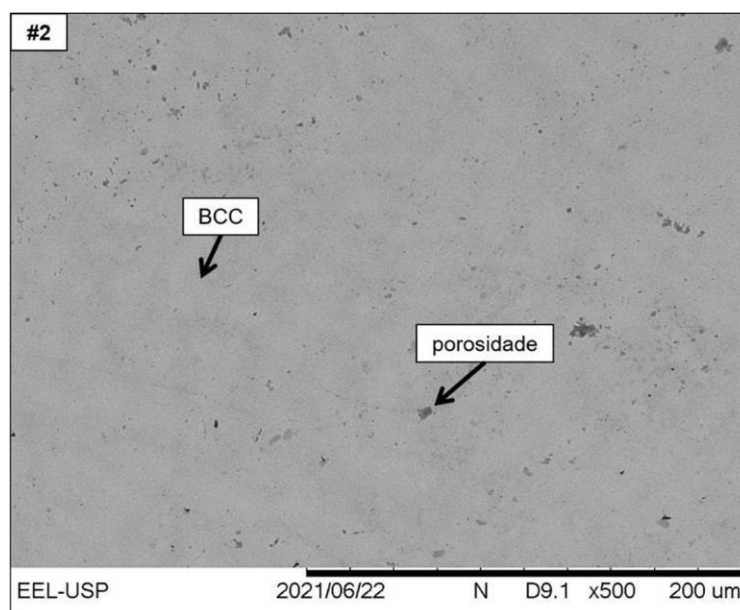
5.1 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DE BCC

As amostras #1 - #6, #8 - #9 e #12 apresentaram precipitação primária da fase BCC. As micrografias (MEV/BSE) e os resultados obtidos por EDS e DRX das amostras #2, #4, #6, #11 e #12 são apresentados e discutidos nas próximas seções enquanto os resultados obtidos para as demais amostras (#1, #3, #5, #8 e #9) são apresentados no Apêndice B.

5.1.1 Amostra #2 (35.0 Al – 40.0 Ta – 25.0 V)

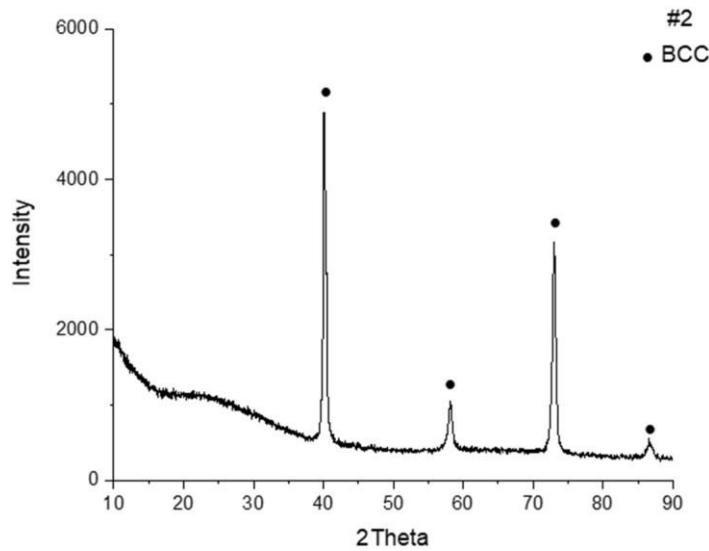
De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 16), EDS (Tabela 11) e DRX (Figura 17), é possível observar a existência de uma microestrutura monofásica (BCC) para a composição da amostra #2. Há um pequeno contraste de cinza na micrografia da Figura 16, o que sugere um crescimento dendrítico da fase primária BCC com maiores concentrações iniciais de Ta e V. À medida que a solidificação avança, ocorre a rejeição de soluto para o líquido, que passa a conter maiores teores de Al. Por fim, uma densidade considerável de porosidade é formada próxima à última região a ser solidificada. A ausência de outras fases na microestrutura indica que a solidificação é finalizada sem que o líquido atinja alguma linha monovariante.

Figura 16 – Micrografia da amostra #2 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 17 – Difratoograma da amostra #2 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α} .



Fonte: Autoria própria.

Tabela 11 – Resultados de EDS da amostra #2 no estado bruto de fusão.

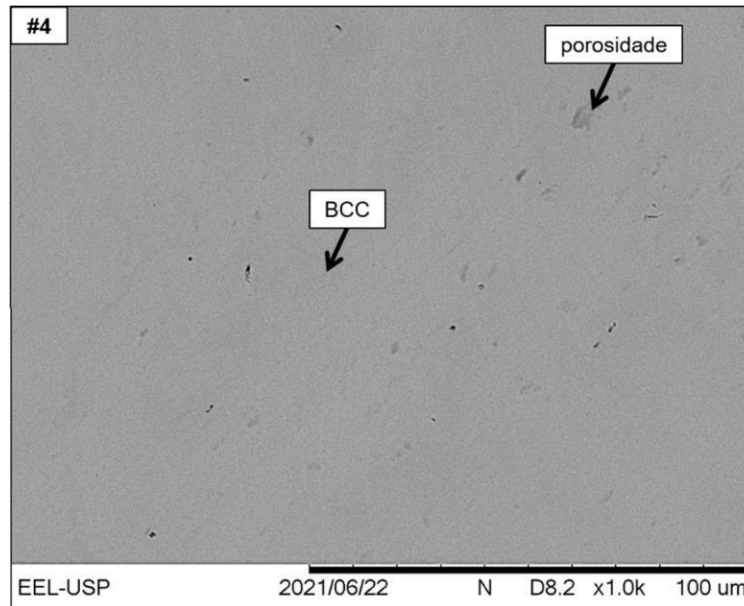
#2 (Al ₃₅ Ta ₄₀ V ₂₅)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	30,76 ± 0,40	42,67 ± 0,50	26,57 ± 0,77
BCC	30,49 ± 0,63	43,44 ± 1,21	26,07 ± 0,58

Fonte: Autoria própria.

5.1.2 Amostra #4 (45.0 Al – 15.0 Ta – 40.0 V)

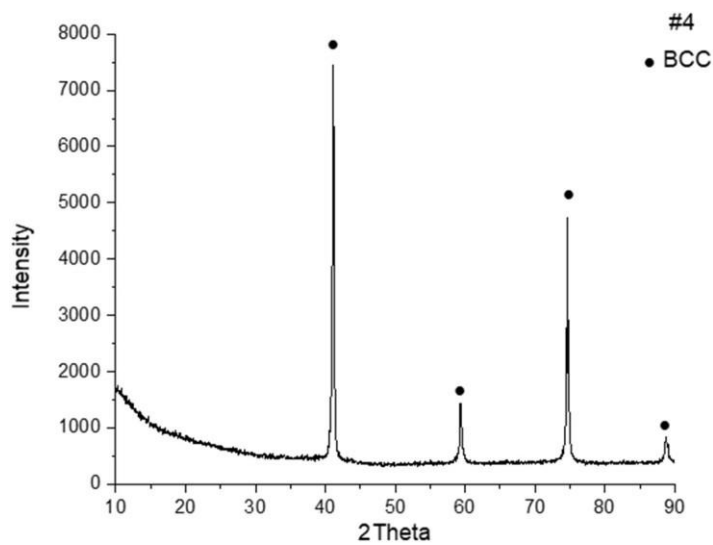
De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 18), EDS (Tabela 12) e DRX (Figura 19), é possível observar a existência de uma microestrutura monofásica (BCC) para a composição da amostra #4. A mesma interpretação foi adotada para as amostras #1 - #3, #5 e #8 - #9 (ver Apêndice B).

Figura 18 – Micrografia da amostra #4 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 19 – Difratograma da amostra #4 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu-K α .



Fonte: Autoria própria.

Tabela 12 – Resultados de EDS da amostra #4 no estado bruto de fusão.

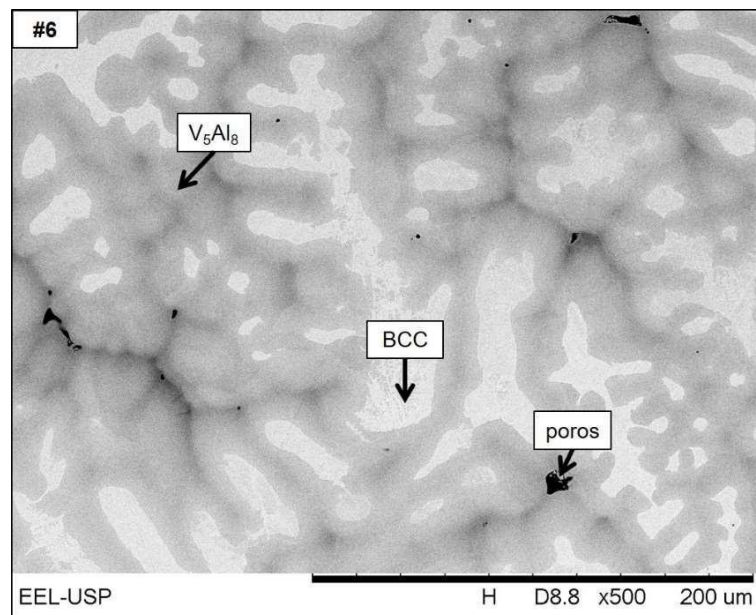
#4 (Al ₄₅ Ta ₁₅ V ₄₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	41,43 ± 0,68	16,69 ± 0,70	41,88 ± 0,04
BCC	42,47 ± 0,21	16,34 ± 0,72	41,19 ± 0,59

Fonte: Autoria própria.

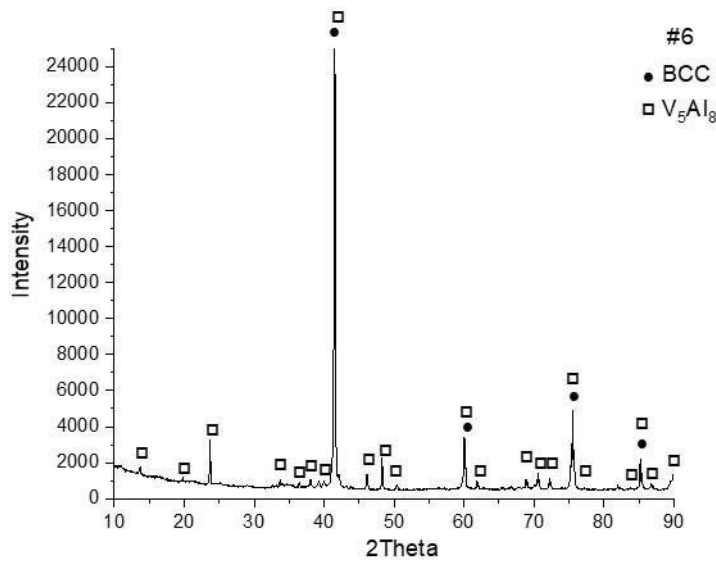
5.1.3 Amostra #6 (57.0 Al – 6.0 Ta – 37 V)

Os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 20), EDS (Tabela 13) e DRX (Figura 21) para amostra #6 no estado bruto de fusão indicam a formação de uma microestrutura com precipitação primária de BCC. A solidificação desta amostra caminha na direção da monovariante p^4-P_1 , onde ocorre a formação peritética da fase V_5Al_8 . Durante esse crescimento da fase V_5Al_8 ocorre um enriquecimento de Al no líquido, o que justifica a tonalidade de cinza mais escura observada na última região a solidificar. Sendo assim, é possível propor que a solidificação caminha em direção ao binário Al-V, visto que há um empobrecimento do teor de Ta entre as regiões microsegregadas da fase V_5Al_8 .

Figura 20 – Micrografia da amostra #6 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 21 – Difratoograma da amostra #6 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu-k α .

Fonte: Autoria própria.

Tabela 13 – Resultados de EDS da amostra #6 no estado bruto de fusão.

#6 (Al ₅₇ Ta ₆ V ₃₇)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	58,04 ± 0,19	6,04 ± 0,07	35,92 ± 0,14
BCC	47,83 ± 0,35	7,20 ± 0,04	44,97 ± 0,36
V ₅ Al ₈	59,89 ± 0,30	5,59 ± 0,30	34,53 ± 0,19

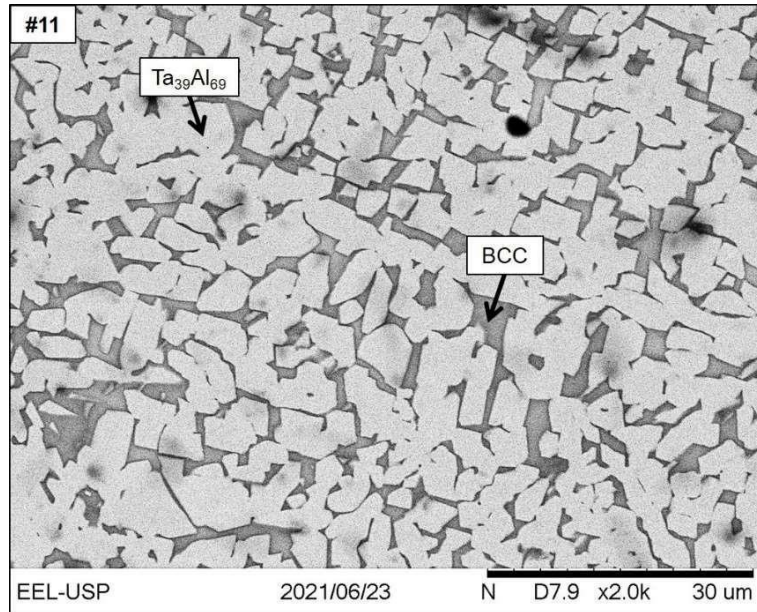
Fonte: Autoria própria.

5.1.4 Amostra #11 (50.0 Al – 30.0 Ta – 20.0 V)

De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 22), EDS (Tabela 14) e DRX (Figura 23), é possível sugerir que solidificação desta amostra é iniciada com a precipitação simultânea das fases BCC e Ta₃₉Al₆₉. Portanto, a monovariante indicada por U₁-M₁, associada ao equilíbrio do líquido e BCC com a fase Ta₃₉Al₆₉, deve possuir natureza do tipo eutética. A solidificação caminha em direção ao ponto de mínimo porém encerra-se antes de atingi-lo. Em função da morfologia poligonal da fase cinza clara na micrografia apresentada na Figura 22, esta região é identificada como a fase Ta₃₉Al₆₉, enquanto a região cinza

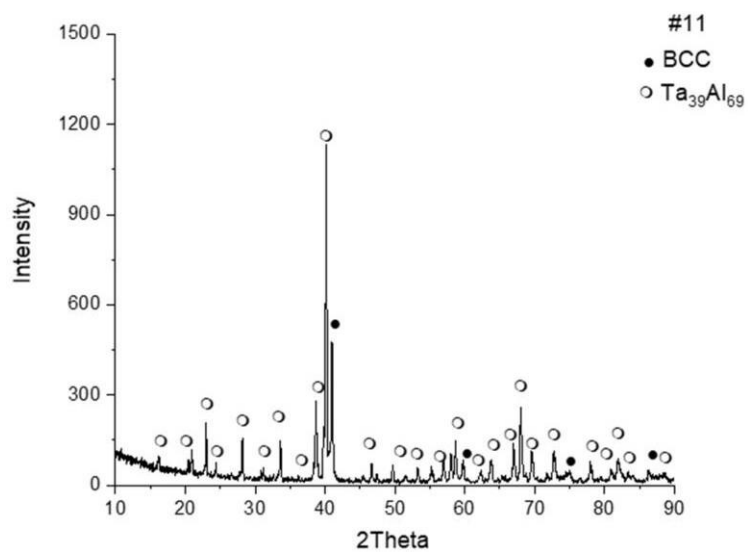
escuro é identificada como BCC, sugerindo que a concentração de Ta deve ser superior na fase $Ta_{39}Al_{69}$ em comparação com seu teor na fase BCC.

Figura 22 – Micrografia da amostra #11 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 23 – Difratograma da amostra #11 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α} .



Fonte: Autoria própria.

Tabela 14 – Resultados de EDS no estado bruto de fusão da amostra #11.

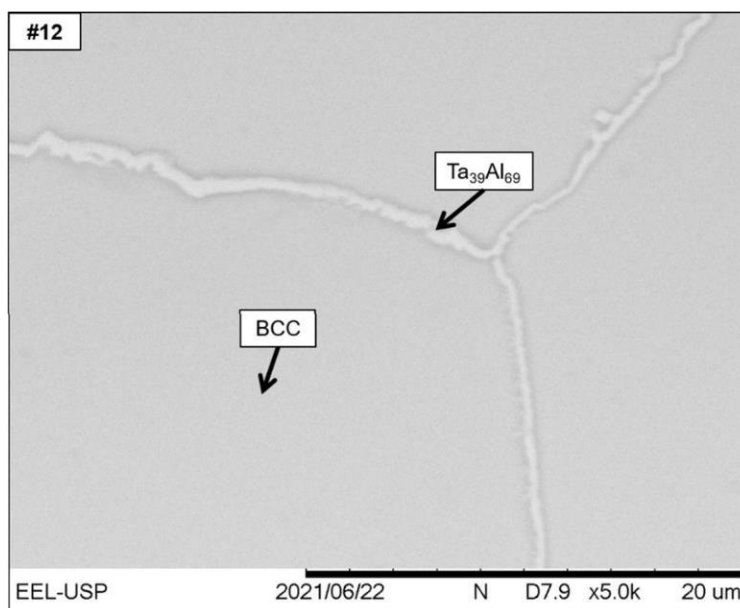
#11 (Al ₅₀ Ta ₃₀ V ₂₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	50,41 ± 0,33	29,54 ± 1,35	20,05 ± 1,32
Ta ₃₉ Al ₆₉	48,86 ± 0,52	35,28 ± 1,09	13,86 ± 0,58
BCC	52,86 ± 0,19	34,34 ± 0,03	12,80 ± 0,16

Fonte: Autoria própria.

5.1.5 Amostra #12 (50.0 Al – 20.0 Ta – 30.0 V)

De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 24), EDS (Tabela 15) e DRX (Figura 25), é possível observar a existência de uma microestrutura com precipitação primária de BCC. A medida em que a solidificação avança, esses precipitados de BCC crescem e consomem todo líquido. Por fim, uma transformação no estado sólido é observada em possíveis regiões de contorno de grão. Devido à baixa fração volumétrica desta fase, os picos associados a mesma possuem baixa intensidade no difratograma apresentado na Figura 25. Pela mesma razão, as medidas pontuais de EDS não foram realizadas para esta fase.

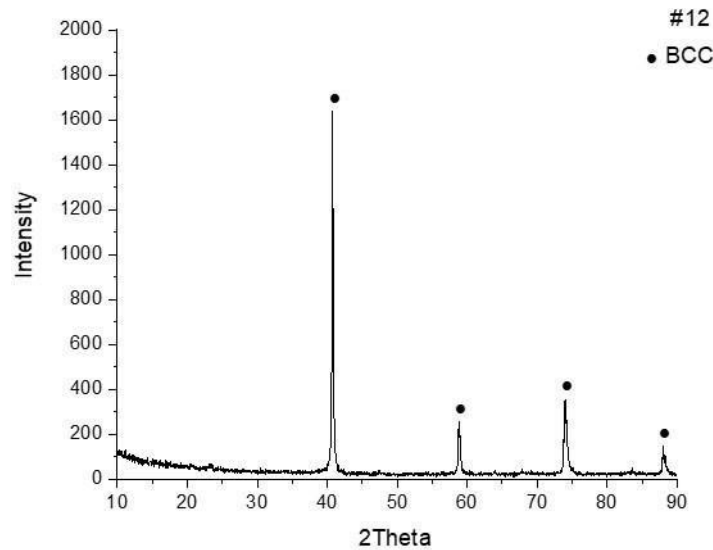
Figura 24 – Micrografia da amostra #12 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Desta forma, de acordo com o contraste de cinza observado na micrografia, espera-se que esta fase seja mais rica em Ta do que a fase BCC, o que levou-nos a identificá-la como $Ta_{39}Al_{69}$, embora exista a possibilidade de ser também a fase ternária.

Figura 25 – Difratograma da amostra #12 no estado bruto de fusão obtido com radiação $Cu-K\alpha$.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 15 – Resultados de EDS da amostra #12 no estado bruto de fusão.

#12 ($Al_{50}Ta_{20}V_{30}$)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	$47,32 \pm 0,51$	$21,57 \pm 0,32$	$31,11 \pm 0,42$
BCC	$47,19 \pm 0,72$	$21,57 \pm 0,58$	$31,24 \pm 0,65$

Fonte: Autoria própria.

Um total de nove amostras apresentaram precipitação primária da fase BCC (#1 - #6, #8 - #9 e #12), enquanto a amostra #11 apresentou precipitação simultânea da fase BCC com a fase $Ta_{39}Al_{69}$. As amostras de #1 a #5, bem como as amostras as amostras #8 e #9 possuem microestruturas monofásicas, contendo apenas a fase BCC. É possível sugerir que as solidificações destas amostras se encerraram antes da composição do líquido alcançar as linhas monovariantes que vão de U_I até M_I e de M_I até P_I .

A amostra #6 apresentou precipitação primária da fase BCC e sua solidificação caminhou para a linha monovariante p^4-P_1 , onde ocorreu a formação peritética da fase V_5Al_8 .

A microestrutura da amostra #11 possui precipitação simultânea da fase BCC com a fase $Ta_{39}Al_{69}$, formando uma microestrutura do tipo eutético. Sua solidificação se dá na monovariante indicada U_1-M_1 , porém a mesma é encerrada antes do líquido atingir a composição indicada por M_1 . Estes resultados sugerem que estas linhas monovariantes, U_1-M_1 e p^4-P_1 , possuem naturezas eutética e peritética, respectivamente. É possível também sugerir que a transformação invariante de classe III (indicada por P_1 na Figura 13) possui o seguinte equilíbrio: $L + BCC + V_5Al_8 \leftrightarrow Ta_{39}Al_{69}$.

Nota-se que quando comparada a projeção *liquidus* experimental do sistema Al-Ta-V (Figura 14) com a extrapolação (Figura 13) dos dados termodinâmicos obtidos por Kroupa *et al.* (2017), Witusiewicz *et al.* (2010) e Pavlu *et al.* (2011), a região de estabilidade da fase BCC admite uma maior solubilidade de Al, o que é interessante para o desenvolvimento das MEAs com microestrutura monofásica BCC.

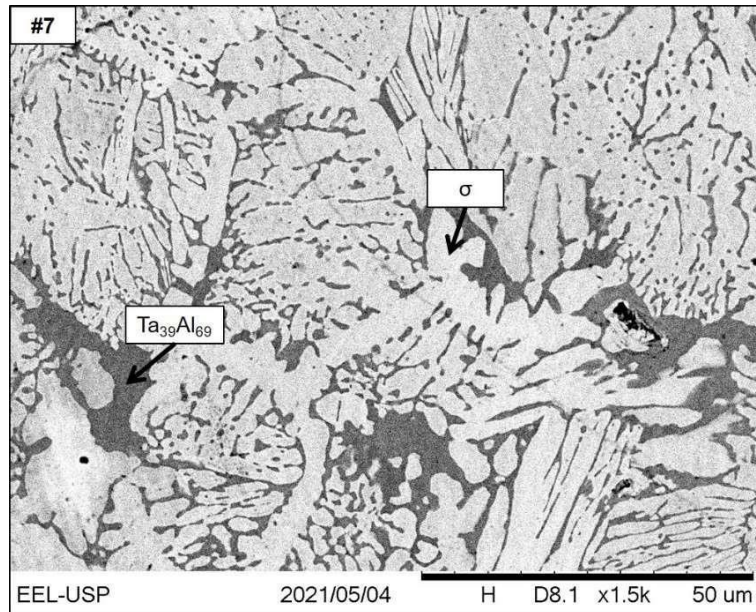
5.2 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DA FASE SIGMA (σ)

Na sequência são apresentadas as micrografias obtidas por MEV/BSE das amostras #7, #10 e #14, bem como os resultados obtidos por EDS e DRX de amostras contidas na região de precipitação primária da fase σ .

5.2.1 Amostra #7 (45.0 Al – 50.0 Ta – 5.0 V)

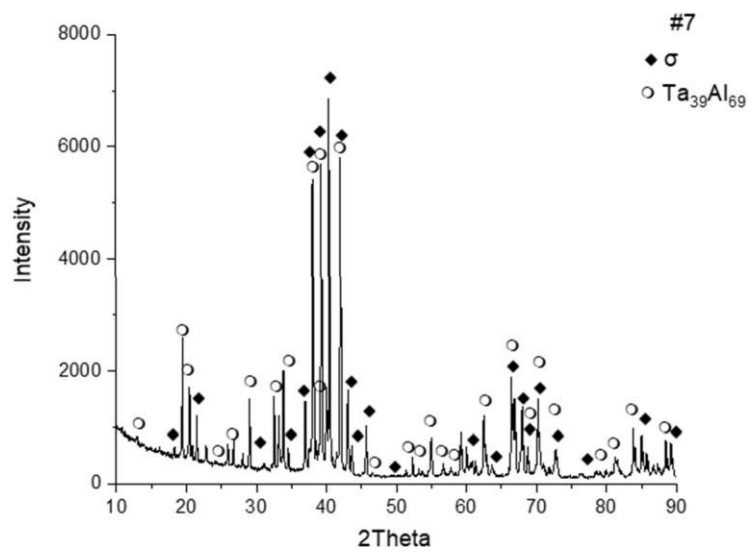
Para a composição da amostra #7, foi verificada a existência de uma microestrutura com precipitação primária da fase σ . De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 26), EDS (Tabela 16) e DRX (Figura 27), a solidificação desta amostra caminha para a monovariante p^2-U_1 , onde ocorre a formação peritética da fase $Ta_{39}Al_{69}$.

Figura 26 – Micrografia da amostra #7 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 27 – Difratograma da amostra #7 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- k_{α} .



Fonte: Autoria própria.

Tabela 16 – Resultados de EDS da amostra #7 no estado bruto de fusão.

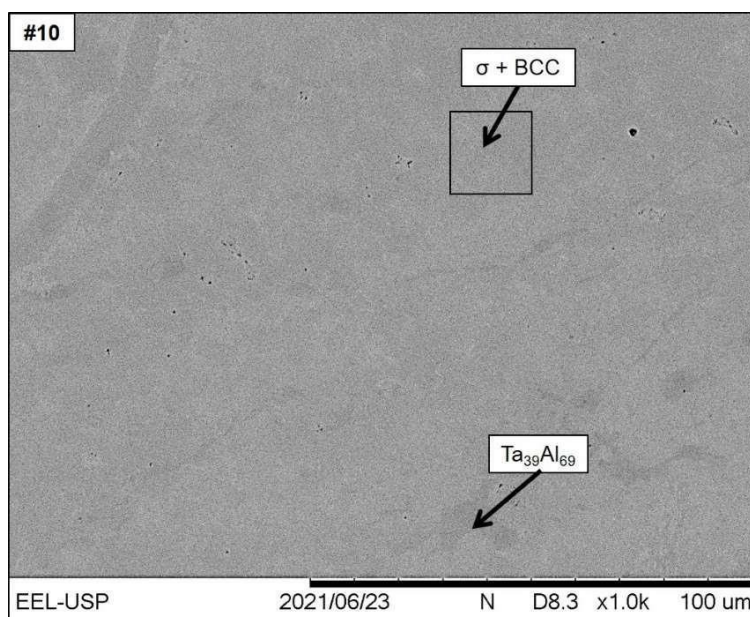
#7 (Al ₄₅ Ta ₅₀ V ₅)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	45,66 ± 0,90	47,49 ± 0,87	7,52 ± 0,96
σ	44,68 ± 0,26	48,66 ± 0,12	6,66 ± 1,09
Ta ₃₉ Al ₆₉	53,41 ± 0,09	39,51 ± 0,03	7,08 ± 0,11

Fonte: Aatoria própria.

5.2.2 Amostra #10 (50.0 Al – 38.0 Ta – 12.0 V)

Para a composição da amostra #10, foi verificada a existência de uma microestrutura com precipitação primária da fase σ . De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 28), EDS (Tabela 17) e DRX (Figura 29), a solidificação desta amostra caminha para a monovariante p^1-U_1 , onde ocorre a formação da fase BCC. Como as composições destas fases são próximas, não é possível observar um significativo contraste na Figura 28. Porém, os resultados obtidos por DRX sugerem a presença da fase BCC.

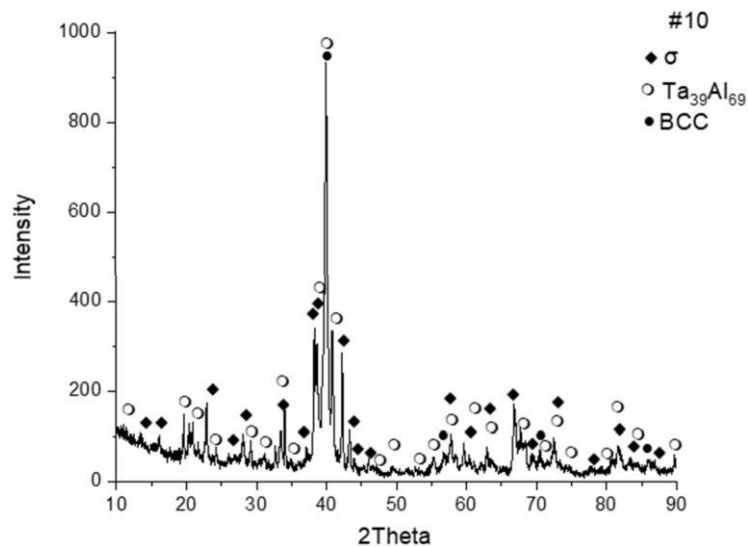
Figura 28 – Micrografia da amostra #10 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Aatoria própria.

Posteriormente, a composição do líquido remanescente caminha em direção a monovariante peritética U_I-U_{II} onde ocorre a formação peritética da fase $Ta_{39}Al_{69}$ na última região solidificada.

Figura 29 – Difratograma da amostra #10 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- $k\alpha$.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 17 – Resultados de EDS da amostra #10 no estado bruto de fusão.

#10 ($Al_{50}Ta_{38}V_{12}$)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	46,44 ± 0,41	41,46 ± 0,53	12,10 ± 0,53
σ + BCC	46,36 ± 1,29	41,75 ± 1,03	11,83 ± 1,57
$Ta_{39}Al_{69}$	-	-	-

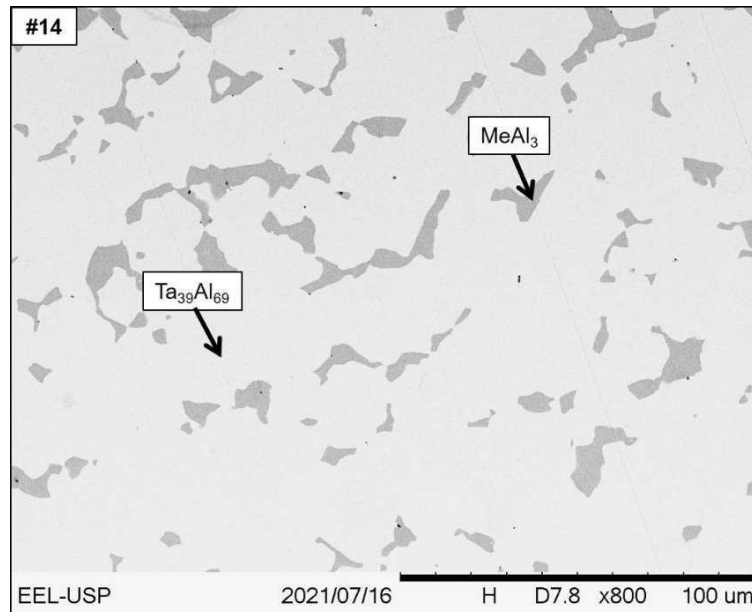
Fonte: Autoria própria.

5.2.3 Amostra #14 (60.0 Al – 35.0 Ta – 5.0 V)

De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 30) e EDS (Tabela 18), a formação primária da fase σ é sugerida apenas com base nos resultados obtidos por DRX (Figura 31). Como a composição desta amostra deve estar próxima a linha monovariante p^2-U_I é possível que os precipitados primários não estejam visíveis na micrografia.

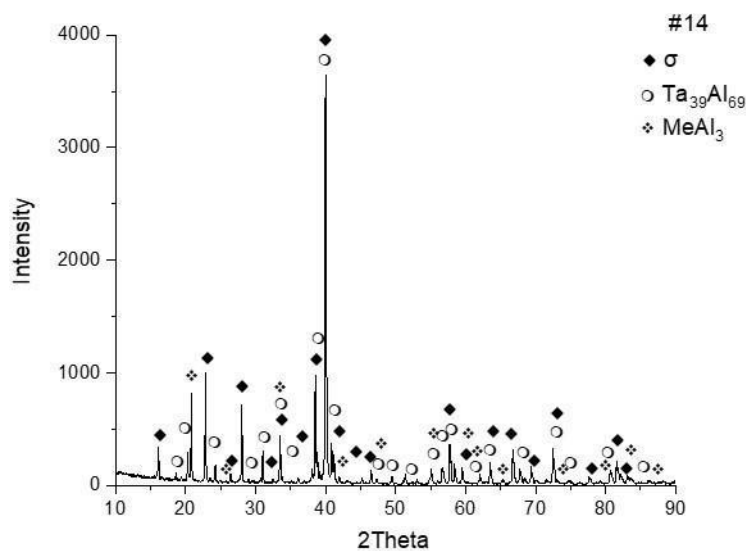
A solidificação desta amostra atravessa a região de estabilidade primária da fase $Ta_{39}Al_{69}$ e encerra-se com a formação peritética da fase $MeAl_3$ na direção da monovariante p^3-U_{III} .

Figura 30 – Micrografia da amostra #14 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 31 – Difratoograma da amostra #14 no estado bruto de fusão obtido com radiação $Cu-K\alpha$.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 18 – Resultados de EDS da amostra #14 no estado bruto de fusão.

#14 (Al ₆₀ Ta ₃₅ V ₅)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	57,42 ± 0,21	36,79 ± 0,01	5,79 ± 0,21
Ta ₃₉ Al ₆₉	56,30 ± 0,31	37,87 ± 0,37	5,83 ± 0,26
MeAl ₃	70,38 ± 0,24	23,75 ± 0,78	5,87 ± 0,94

Fonte: Autoria própria.

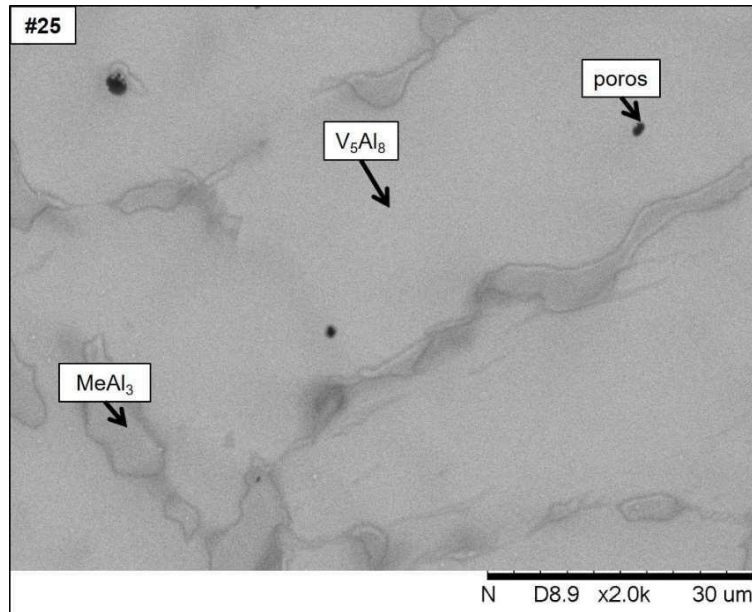
Um conjunto de três amostras (#7, #10 e #14) apresentaram precipitação primária da fase σ . Pelo fato da amostra #11 ter apresentado precipitação primária da fase BCC, e da amostra #10 apresentar precipitação primária da fase σ , a linha monovariante que vai de p^1 até U_I está posicionada entre estas duas composições.

Os resultados experimentais obtidos mostram que a composição da amostra #14 está próxima a monovariante peritética p^2-U_I enquanto a composição da amostra #10 deve se aproximar mais em relação a monovariante p^1-U_I , visto que ocorre a formação da fase BCC em sua solidificação.

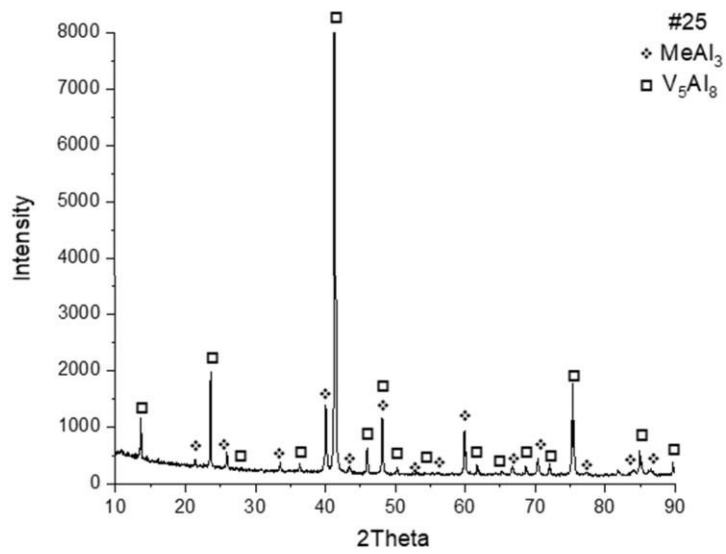
5.3 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DA FASE V_5Al_8

De acordo com os resultados obtidos por MEV/BSE (Figura 32), DRX (Figura 33) e EDS (Tabela 19), a precipitação primária da fase V_5Al_8 foi observada na amostra #25, cuja composição nominal é Al₆₄Ta₄V₃₁. A solidificação caminha em direção ao binário Al-V, e a formação da fase MeAl₃ deve ocorrer próxima a reação peritética indicada por p^5 na Figura 15.

Figura 32 – Micrografia da amostra #25 obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 33 – Difratoograma da amostra #25, obtido com radiação $\text{Cu-K}\alpha$.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 19 – Resultados de EDS da amostra #25.

#25 (Al ₆₅ Ta ₄ V ₃₁)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	65.80 ± 0.10	4.95 ± 0.01	29.25 ± 0.10
V ₅ Al ₈	64.34 ± 0.59	5.69 ± 0.13	29.97 ± 0.70
MeAl ₃	73.08 ± 0.26	4.22 ± 0.51	22.70 ± 0.52

Fonte: Autoria própria.

Esta região de precipitação primária possui baixa estabilidade no interior do ternário (Figura 15), ficando confinada próxima ao binário Al-V. Portanto, espera-se que em altas temperaturas a fase V₅Al₈ dissolva um baixo teor de Ta.

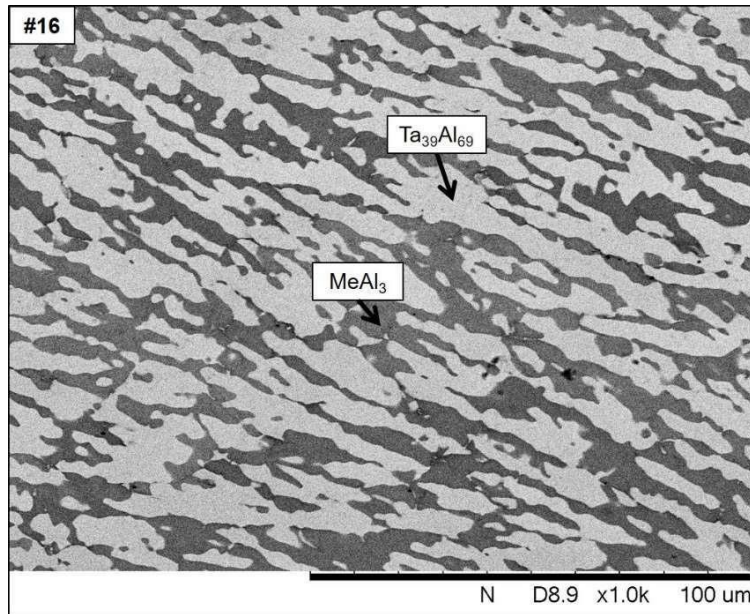
5.4 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DA FASE Ta₃₉Al₆₉

Na sequência são apresentadas as micrografias obtidas por MEV/BSE das amostras #13, #15 e #16 bem como os resultados obtidos por EDS e DRX destas amostras contidas na região de precipitação primária da fase Ta₃₉Al₆₉. Os resultados obtidos para a amostra #18 encontram-se no Apêndice B.

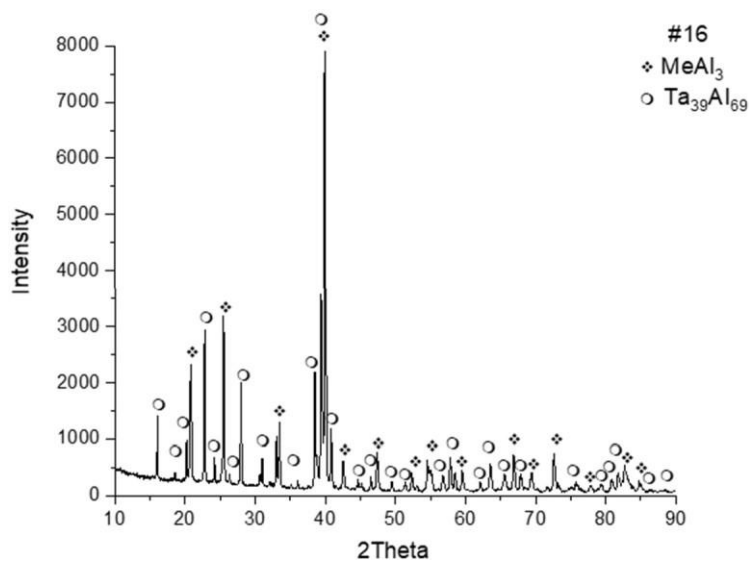
5.4.1 Amostra #16 (62.0 Al – 28.0 Ta – 10.0 V)

Para a composição da amostra #16, foi verificada a formação de uma microestrutura com precipitação primária da fase Ta₃₉Al₆₉. De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 34), EDS (Tabela 20) e DRX (Figura 35), a solidificação desta amostra caminha para a linha monovariante p³-U_{III}, onde ocorre a formação peritética da fase MeAl₃.

Figura 34 – Micrografia da amostra #16 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 35 – Difratoograma da amostra #16 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- $k\alpha$.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 20 – Resultados de EDS da amostra #16 no estado bruto de fusão.

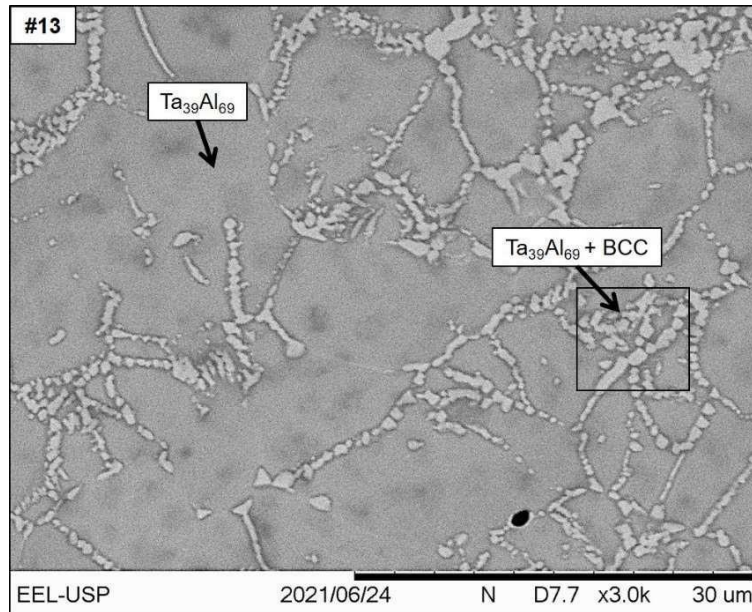
#16 (Al ₆₂ Ta ₂₈ V ₁₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	62.04 ± 0.54	29.41 ± 0.55	8.55 ± 0.21
Ta ₃₉ Al ₆₉	55.35 ± 0.69	35.17 ± 0.66	8.48 ± 1.04
MeAl ₃	69.34 ± 0.35	23.92 ± 0.34	6.74 ± 0.24

Fonte: Autoria própria.

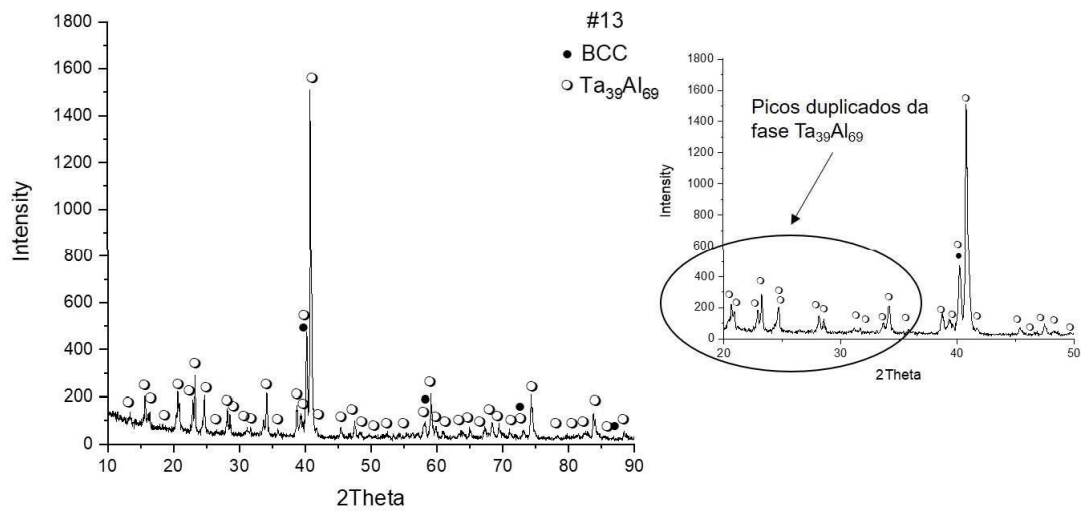
5.4.2 Amostra #13 (60.0 Al – 20.0 Ta – 20.0 V)

Para a composição da amostra #13, foi verificada a formação de uma microestrutura com precipitação primária da fase Ta₃₉Al₆₉. De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 36), EDS (Tabela 21) e DRX (Figura 37), é possível observar uma fase com contraste de cinza mais claro, indicada por BCC. Esta fase é formada simultaneamente com a fase BCC em um microconstituente com característica eutética. Ao contrário da amostra 11, a fase BCC é representada pela região indicada por cinza claro, enquanto a fase Ta₃₉Al₆₉ é indicada pela região cinza escuro. Isto sugere que há um enriquecimento de Ta no líquido durante a solidificação, e que esta possui um sentido inverso a solidificação da liga 11. Sendo assim, é possível propor a existência de um ponto de mínimo (indicado por M_I) resultante da congruência observada no sistema Ta-V. Além dos picos da fase BCC, observou-se com os dados obtidos por DRX (Figura 37) a presença de picos duplicados da fase Ta₃₉Al₆₉. Isto pode estar associado a variação dos teores entre os elementos na fase Ta₃₉Al₆₉ que se forma primariamente e que se forma na monovariante eutética P_I-M_I.

Figura 36 – Micrografia da amostra #13 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 37 – Difratoograma da amostra #13 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu- $k\alpha$.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 21 – Resultados de EDS da amostra #13 no estado bruto de fusão.

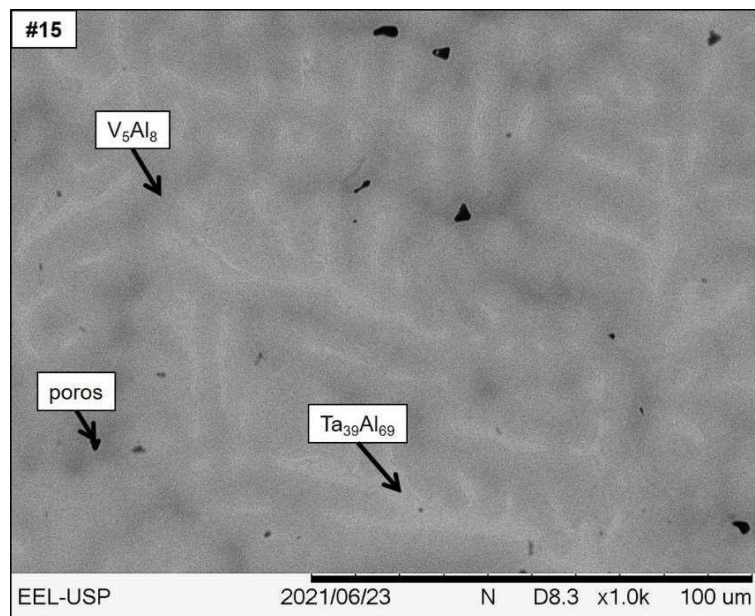
#13 (Al ₆₀ Ta ₂₀ V ₂₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	57,65 ± 0,36	21,21 ± 0,27	21,14 ± 0,46
Ta ₃₉ Al ₆₉	58,25 ± 0,49	20,53 ± 0,83	21,22 ± 0,99
φ + Ta ₃₉ Al ₆₉	57,53 ± 0,81	18,20 ± 0,74	24,27 ± 0,08

Fonte: Autoria própria.

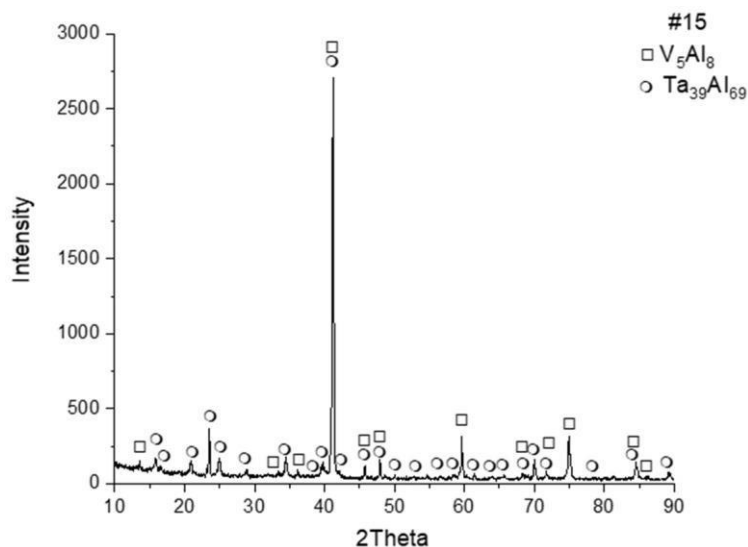
5.4.3 Amostra #15 (58.0 Al – 12.0 Ta – 30.0 V)

Para a composição da amostra #15, foi observada a formação primária da fase Ta₃₉Al₆₉. De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 38), EDS (Tabela 22) e DRX (Figura 39), a solidificação desta amostra deve caminhar para maiores teores de V, correspondente a formação peritética da fase V₅Al₈ em direção da monovariante P_I-U_{II}. Devido ao baixo contraste de cinza entre as diferentes regiões presentes nesta microestrutura, as composições pontuais das fases não foram obtidas por EDS.

Figura 38 – Micrografia da amostra #15 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 39 – Difratoograma da amostra #15 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu-K α .

Fonte: Autoria própria.

Tabela 22 – Resultados de EDS da amostra #15 no estado bruto de fusão.

#15 (Al ₅₈ Ta ₁₂ V ₃₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	60,45 ± 0,62	10,32 ± 0,60	29,23 ± 0,84
Ta ₃₉ Al ₆₉	±	±	±

Fonte: Autoria própria.

Diferentes caminhos de solidificação foram observados nas amostras pertencentes a este campo de precipitação primária. A amostra #13 solidifica em Ta₃₉Al₆₉ e posteriormente avança em direção a monovariante P_I-M_I, onde ocorre a formação do microconstituente eutético BCC + Ta₃₉Al₆₉. Para a amostra #16, a solidificação avança até a linha monovariante de natureza peritética p³-U_{II}, onde a solidificação caminha para a formação da fase MeAl₃, na interface da fase primária Ta₃₉Al₆₉. A amostra #15 apresentou uma microestrutura peritética com a formação da fase V₅Al₈ em direção a monovariante P_I-U_{II}. Por fim, embora não seja possível a visualização dos precipitados da fase Ta₃₉Al₆₉ na micrografia apresentada no Apêndice B, picos correspondentes a essa fase foram observados no difratograma desta amostra, sugerindo que tal composição está próxima a linha monovariante indicada por p³-U_{II}.

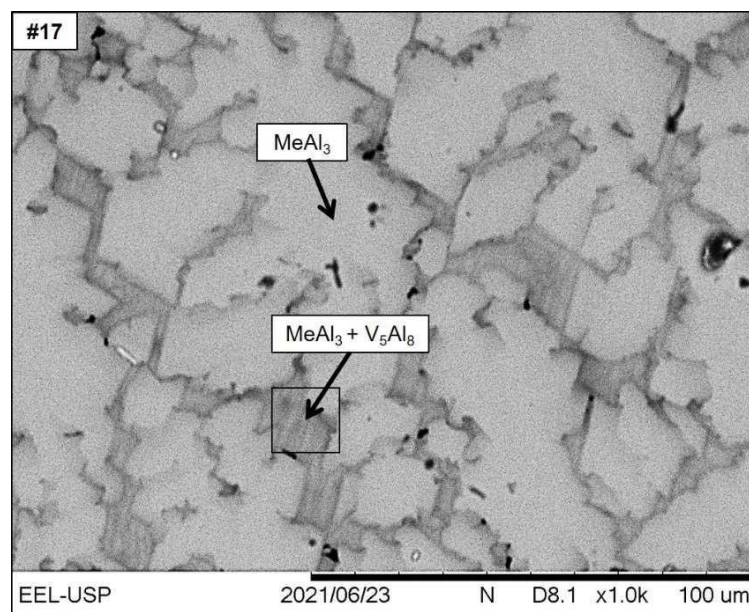
5.5 REGIÃO DE PRECIPITAÇÃO PRIMÁRIA DA FASE MeAl_3

Na sequência são apresentadas as micrografias obtidas por MEV/BSE das amostras #17, #19, #21, #22 e #23, bem como os resultados obtidos por EDS e DRX destas amostras contidas na região de precipitação primária da fase MeAl_3 . Os resultados obtidos para demais amostras (#18, #20 e #24) que estão contidas neste campo de precipitação primária são apresentados no Apêndice B.

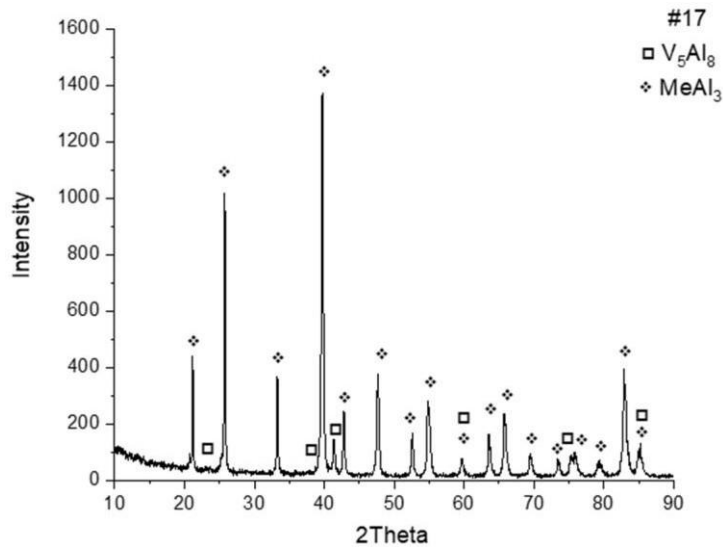
5.5.1 Amostra #17 (70.0 Al – 20.0 Ta – 10.0 V)

Para a composição da amostra #17, foi verificada a formação de uma microestrutura com precipitação primária da fase MeAl_3 . De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 40), EDS (Tabela 23) e DRX (Figura 41), a solidificação desta amostra caminha em direção a linha monovariante U_{III-p}^5 , onde ocorre a formação do microconstituente eutético $\text{MeAl}_3 + \text{V}_5\text{Al}_8$.

Figura 40 – Micrografia da amostra #17 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 41 – Difratoograma da amostra #17 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu-K α .

Fonte: Autoria própria.

Tabela 23 – Resultados de EDS da amostra #17 no estado bruto de fusão.

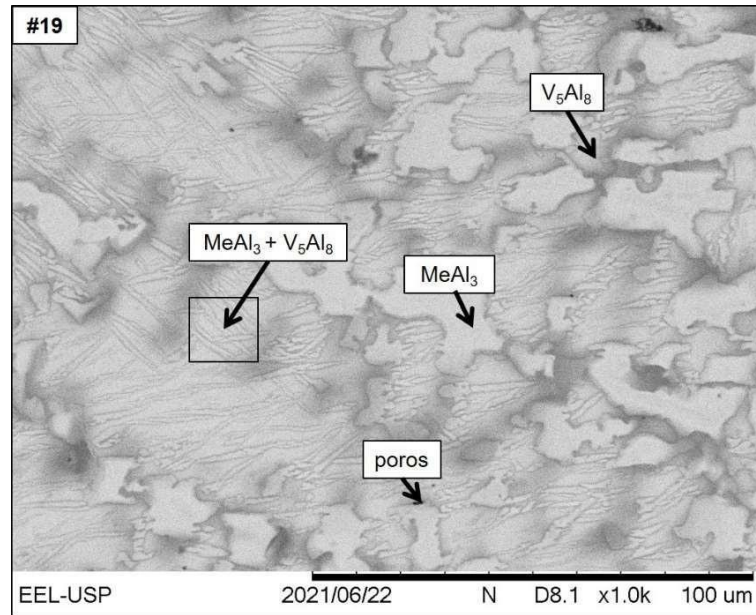
#17 (Al ₇₀ Ta ₂₀ V ₁₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	68,48 ± 1,09	20,20 ± 0,20	11,32 ± 1,01
V_5Al_8	57,20 ± 0,94	15,18 ± 0,43	27,62 ± 1,20
$MeAl_3$	70,00 ± 0,35	24,14 ± 0,34	5,86 ± 0,35

Fonte: Autoria própria.

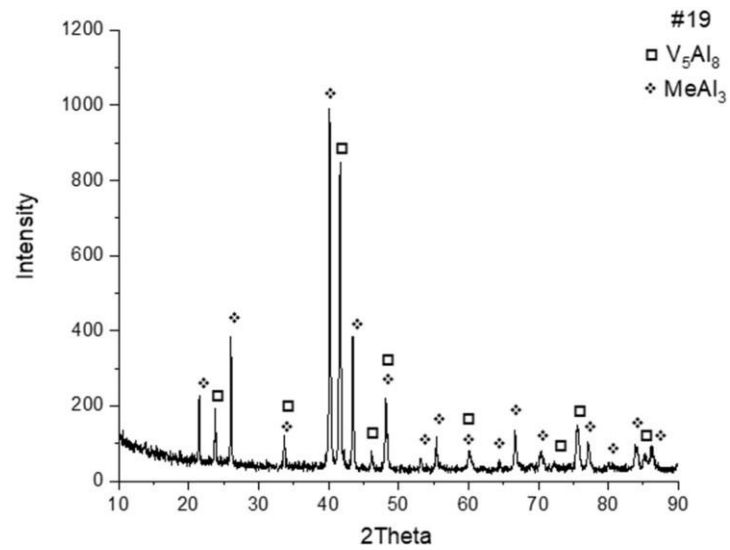
5.5.3 Amostra #19 (66.0 Al – 6.0 Ta – 27.0 V)

Para a composição da amostra #19, foi verificada a formação de uma microestrutura com precipitação primária da fase $MeAl_3$. De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 42), EDS (Tabela 24) e DRX (Figura 43), a solidificação desta amostra caminha em direção a linha monovariante U_{III-p}^5 , onde ocorre a formação do microconstituente eutético $MeAl_3 + V_5Al_8$.

Figura 42 – Micrografia da amostra #19 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 43 – Difratograma da amostra #19 no estado bruto de fusão obtido com radiação $Cu-K\alpha$.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 24 – Resultados de EDS da amostra #19 no estado bruto de fusão.

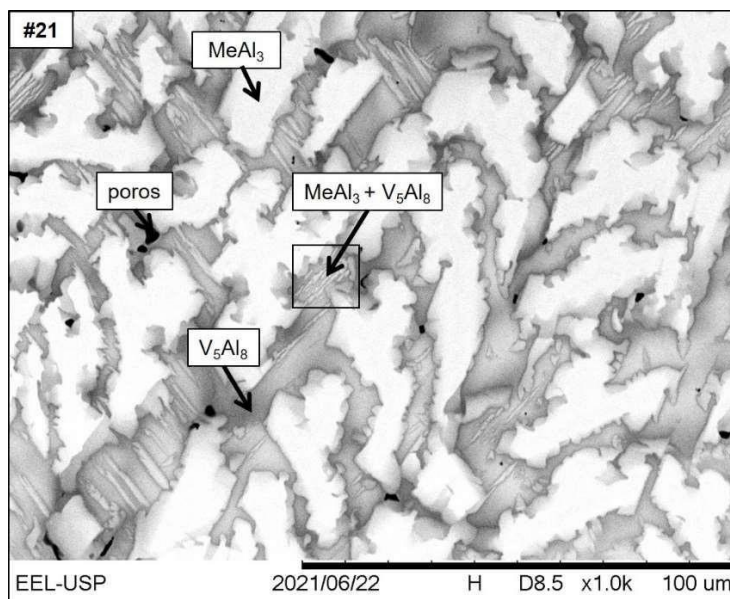
#19 (Al ₆₇ Ta ₆ V ₂₇)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	67,10 ± 0,06	6,67 ± 0,17	26,23 ± 0,21
V ₅ Al ₈	62,90 ± 0,36	3,70 ± 0,52	33,40 ± 0,74
MeAl ₃	71,85 ± 0,29	9,53 ± 0,35	18,96 ± 0,26

Fonte: Aatoria própria.

5.5.5 Amostra #21 (70.0 Al – 20.0 Ta – 10.0 V)

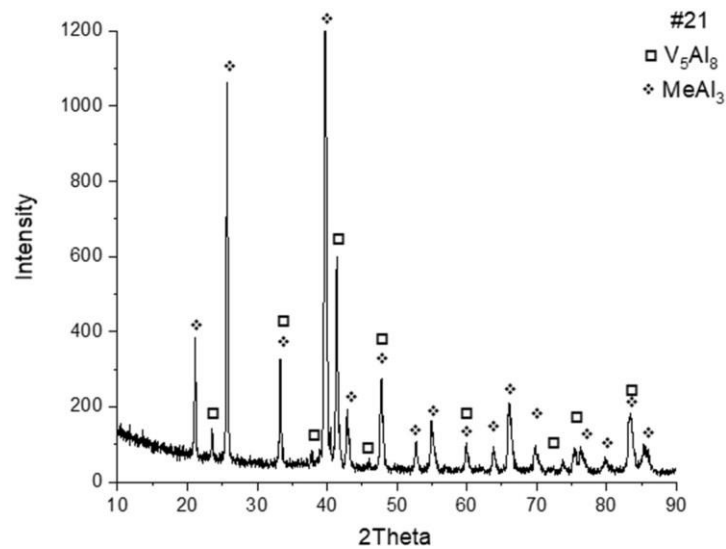
Para a composição da amostra #21, foi verificada a formação de uma microestrutura com precipitação primária da fase MeAl₃. De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 44), EDS (Tabela 25) e DRX (Figura 45), a solidificação desta amostra caminha em direção a linha monovariante U_{III}-p⁵, onde ocorre a formação eutética da fase V₅Al₈.

Figura 44 – Micrografia da amostra #21 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Aatoria própria.

Figura 45 – Difratograma da amostra #21 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu-K α .



Fonte: Autoria própria.

Tabela 25 – Resultados de EDS da amostra #21 no estado bruto de fusão.

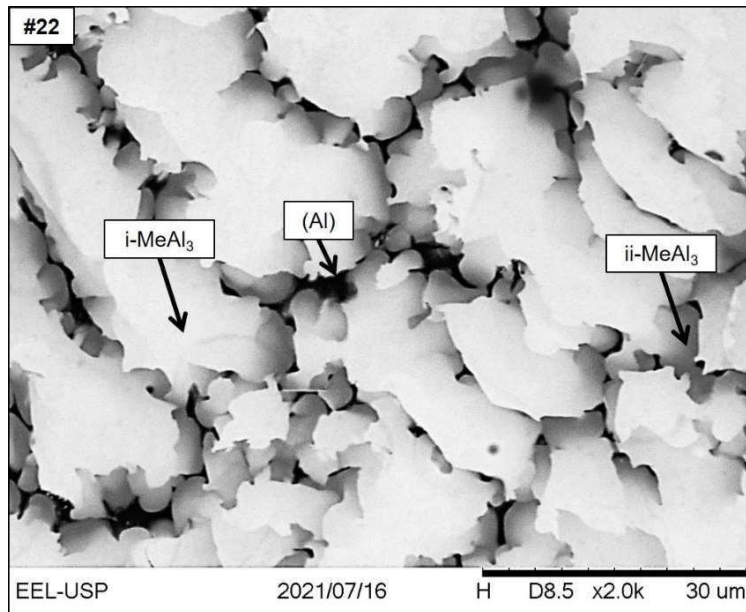
#21 (Al ₇₀ Ta ₁₀ V ₂₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	68,27 ± 0,22	9,56 ± 0,06	22,17 ± 0,28
V ₅ Al ₈	62,56 ± 0,31	6,39 ± 1,11	31,05 ± 1,03
MeAl ₃	71,36 ± 0,38	14,42 ± 0,08	14,22 ± 0,39

Fonte: Autoria própria.

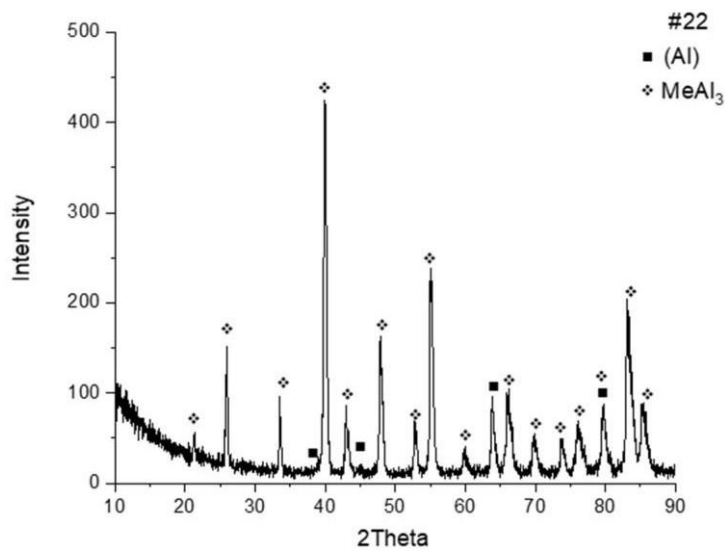
5.5.6 Amostra #22 (75.0 Al – 15.0 Ta – 10.0 V)

Para a composição da amostra #22, foi observada a formação de uma microestrutura com precipitação primária da fase MeAl₃. De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 46), EDS (Tabela 26) e DRX (Figura 47), a solidificação desta amostra caminha em direção ao binário Al- V. A solidificação é encerrada com a formação da fase (Al). É possível observar na micrografia da Figura 46, que durante a solidificação da fase primária MeAl₃ ocorre uma expulsão de soluto para a interface sólido / líquido, tornando esta região mais rica em vanádio, o que justifica o caminho de solidificação acima descrito. As composições da fase MeAl₃ para os dois contrastes de cinza foram medidos por EDS e estão também apresentados na Tabela 26.

Figura 46 – Micrografia da amostra #22 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 47 – Difratoograma da amostra #22 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu-K α .

Fonte: Autoria própria.

Tabela 26 – Resultados de EDS da amostra #22 no estado bruto de fusão.

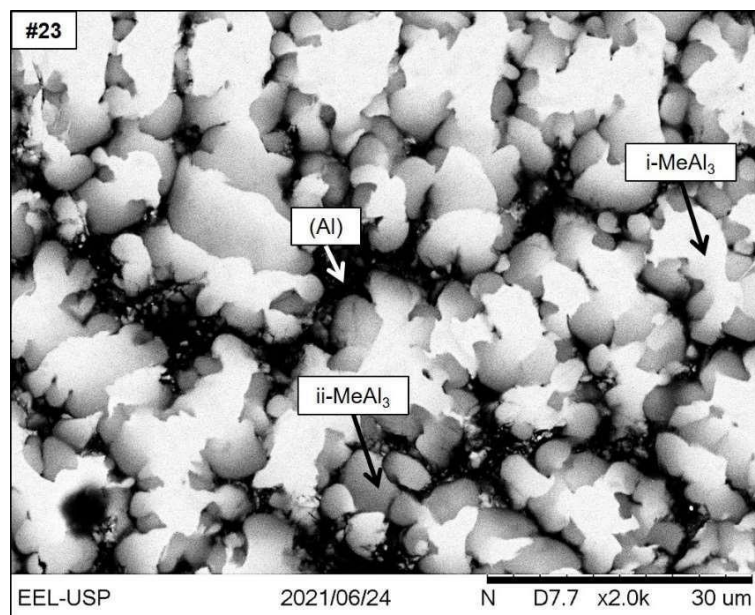
#22 (Al ₇₅ Ta ₁₅ V ₁₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	72,87 ± 0,50	16,09 ± 0,26	11,04 ± 0,37
(Al)	98,15 ± 0,63	0,21 ± 0,06	1,64 ± 0,52
i-MeAl ₃	69,73 ± 0,51	23,99 ± 0,81	6,28 ± 0,34
ii- MeAl ₃	70,19 ± 0,80	15,39 ± 2,55	14,42 ± 2,09

Fonte: Autoria própria.

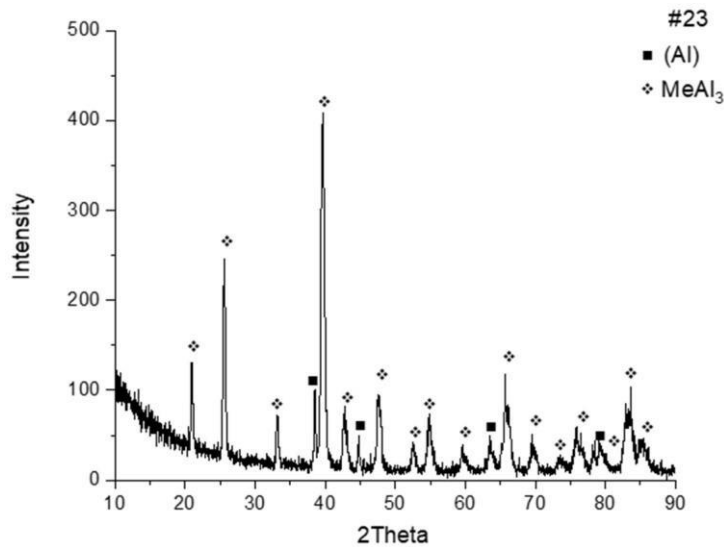
5.5.7 Amostra #23 (80.0 Al – 10.0 Ta – 10.0 V)

Para a composição da amostra #23, foi verificada uma microestrutura com precipitação primária da fase MeAl₃. De acordo com os resultados experimentais obtidos por MEV/BSE (Figura 48), EDS (Tabela 27) e DRX (Figura 49), a solidificação desta amostra caminha em direção ao binário Al-V. A solidificação é encerrada com a formação da fase (Al). É possível observar na micrografia da Figura 48, que durante a solidificação da fase primária MeAl₃ ocorre uma expulsão de soluto para a interface sólido / líquido, tornando esta região mais rica em vanádio, o que justifica o caminho de solidificação acima descrito. As composições da fase MeAl₃ para os dois contrastes de cinza foram medidos por EDS e estão também apresentados na Tabela 27.

Figura 48 – Micrografia da amostra #23 no estado bruto de fusão obtida por MEV/BSE.



Fonte: Autoria própria.

Figura 49 – Difratoograma da amostra #23 no estado bruto de fusão obtido com radiação Cu-k α .

Fonte: Autoria própria.

Tabela 27 – Resultados de EDS no estado bruto de fusão da amostra #23.

#23 (Al ₈₀ Ta ₁₀ V ₁₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	78,94 ± 0,74	10,12 ± 0,19	10,94 ± 0,56
(Al)	98,16 ± 0,32	0,70 ± 0,16	1,14 ± 0,28
i-MeAl ₃	71,79 ± 0,72	20,32 ± 0,18	7,99 ± 0,54
ii- MeAl ₃	75,26 ± 1,36	8,90 ± 2,00	15,84 ± 1,91

Fonte: Autoria própria.

Um conjunto de oito amostras (#17 - #24) apresentaram precipitação primária da fase MeAl₃. As seções isotérmicas a 1273K propostas por Raman (1966) e Bochvar (1995) sugerem separação entre os compostos VAl₃ e ϵ -TaAl₃. Como foi observado um enriquecimento de V na interface sólido líquido durante o resfriamento, é possível sugerir uma solubilidade completa (MeAl₃) entre os compostos isoestruturais VAl₃ e ϵ -TaAl₃. Em adição, picos duplicados desta fase não foram observados nos resultados obtidos por DRX. Cabe ressaltar que a mesma hipótese de solubilidade completa da fase MeAl₃ foi sugerida na projeção *liquidus* do sistema Al-Nb-V (SANTOS *et al.*, 2020) com o auxílio de resultados experimentais obtidos com pares de difusão.

As solidificações das amostras #17, #19 e #21 caminharam para a linha monovariante de natureza $U_{III}-p^5$, onde ocorreu a formação da fase V_5Al_8 . Todavia, a solidificação da amostra #25 contida na região de precipitação primária da fase V_5Al_8 apresentou a formação peritética da fase $MeAl_3$. Sendo assim, é possível supor que há uma mudança de natureza da linha monovariante $U_{III}-p^5$, onde microestruturas eutéticas são observadas para composições próximas a U_{III} e microestruturas peritéticas são obtidas em composições próximas a p^5 . Esta mudança de natureza da linha monovariante envolvendo as fases V_5Al_8 e $MeAl_3$ foi observada na projeção *liquidus* pertencente ao sistema Al-Nb-V (SANTOS *et al.*, 2020), previamente estudada por nosso grupo.

Para as demais amostras (#20, #22 - #24), um enriquecimento de V e um empobrecimento de Ta foram observados em volta dos precipitados primários de $MeAl_3$, sugerindo que suas solidificações evoluíram em direção ao binário Al-V. Posteriormente, o líquido remanescente caminhou em direção ao (Al), região de menor temperatura da superfície *liquidus*. Vale ressaltar que a formação da fase (Al) se dá de forma peritética, como previsto nos sistemas binários Al-V e Al-Ta. Em função das dificuldades experimentais, os equilíbrios envolvendo os aluminetos ricos em Al (V_2Al_{21} , V_7Al_{45} e V_2Al_{23}) foram determinados apenas com base na extrapolação dos parâmetros termodinâmicos pertencentes aos binários limítrofes.

6 CONCLUSÕES

Um total de vinte e cinco amostras brutas de fusão foram confeccionadas e caracterizadas por MEV/BSE, EDS e DRX para esta primeira proposta de projeção *liquidus* experimental para o sistema ternário Al-Ta-V. Não foi observada a presença do composto ternário ($\tau\text{-Al}_{35-48}\text{Ta}_{32-42}\text{V}_{17-30}$), reportado nas seções isotérmicas estudadas por Raman e Bochvar a 1273K, sugerindo que sua formação ocorra por transformações no estado sólido. A região de precipitação primária da fase BCC possui uma maior estabilidade na projeção *liquidus* em comparação as demais fases provenientes do líquido. As fases σ e $\text{Ta}_{39}\text{V}_{69}$ apresentam considerável solubilidade, ocupando regiões de precipitação primária importantes neste sistema. Não foi evidenciada uma separação de fases entre as fases VAl_3 e $\epsilon\text{-TaAl}_3$, sendo a hipótese de solubilidade completa destas fases mais provável. Duas reações invariantes ternárias de classe II e uma de classe III são sugeridas de acordo com as análises experimentais dos caminhos de solidificação observados, enquanto outras duas reações invariantes de classe II e uma reação invariante de classe III são sugeridas pela extrapolação com os parâmetros termodinâmicos disponíveis na literatura para os sistemas binários.

7 PRÓXIMOS PASSOS E TRABALHOS FUTUROS

- a) Confeccionar amostras nas regiões de precipitação primária das fases BCC, $Ta_{39}Al_{69}$ e σ , para um melhor posicionamento das linhas monovariantes entre estas fases na projeção *liquidus*.
- b) Investigação de uma seção isotérmica a 1100°C.
- c) Modelagem termodinâmica através do método CALPHAD para contribuir com o desenvolvimento das MEAs.

REFERÊNCIAS

- BAILEY, J.F.; CARLSON, D.M.; SMITH, O.N. The Aluminium–Vanadium system. **Transactions of the American Society of Metals**, v. 5, p. 1097–1102, 1959.
- BOCHVAR, A. Handbook of ternary alloy phase diagrams. Ohio: **ASM International**, 1995.
- CANTOR, B.; CHANG, I.T.H.; KNIGHT, P.; VINCENT, A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 375, p. 213–218, 2004.
- CARLSON, H.; KENNEY, O.N.; WILHEM, D.J. The Aluminium–Vanadium Alloys. **Transactions of the American Society of Metals**, v. 47, p. 520–536, 1955.
- CHEN, S.Y.; YANG, X.; DAHMEN, K.A.; LIAW, P.K.; ZHANG, Y. Microstructures and crackling noise of Al_xNbTiMoV high entropy alloys. **Entropy**, v. 16, p. 870–884, 2014.
- DANON, C.A.; SERVANT, C. A thermodynamic evaluation of the Ta-V system. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 366, p. 191–200, 2004.
- DU, Y.; SCHMID-FETZER, R. Thermodynamic modeling of the Al-Ta system. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, v. 17, p. 311–324, 1996.
- EREMENKO, R.I.; TRETYACHENKO, V.N.; YAKHIMOVICH, L.A. Phase equilibria in Tantalum-Vanadium system. **Russian Journal of Inorganic Chemistry**, v. 5, p. 1100, 1960.
- EREMENKO, V.N.; NATANZON, Y.N.; TITOV, V.P. Kinetics of Dissolution of Vanadium in Liquid Aluminum. **Russian Metallurgy**, v. 5, p. 34–37, 1981.
- GAO, M.C.; YE, J.-W.; LIAW, P.K.; ZHANG, Y. High-entropy alloys: Fundamentals and Applications. Cham: **Springer International Publishing AG**, 2016.
- GONG, W.; YONG, D.; BAIYUN, H.; HONGHUI, X.; SCHMID-FETZER, R.; CHUANFU, Z. Thermodynamic reassessment of the Al-V. **Journal of Materials Research**, v. 95, p. 978–986, 2004.
- HARBRECHT, B.; RHEINDORF, N.; WAGNER, V. τ -Al_{2.9}Ta_{2.7}V_{1.4}, a new type of pentagonal antiprismatic columnar structure. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 234, p. 6–11, 1996.
- KAUFMAN, L. Calculation of multicomponent tantalum-based phase diagrams. **Calphad**, v. 15, p. 261–282, 1991.
- KRAUS, W.; NOLZE, G. POWDER CELL - a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns. **Journal of Applied Crystallography**, v. 29, p. 301–303, 1996.

- KROUPA, A.; MAZALOVÁ, M.; RICHTER, K.W. The reassessment of the Al-V system and new assessment of the Al-Si-V system. **Calphad**, v. 59, p. 47–60, 2017.
- LINDAHL, B.; LIU, X.L.; LIU, Z.-K.; SELLEBY, M. A thermodynamic re-assessment of Al-V toward an assessment of the ternary Al-Ti-V system. **Calphad**, v. 51, p. 75–88, 2015.
- MAHNE, S.; KRUMEICH, F.; HARBRECHT, B. Phase relations in the Al-Ta system: on the translational symmetries of Al₃Ta₂ and AlTa. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 201, p. 167–174, 1993.
- MESCHEL, S.V.; KLEPPA, O.J. Standard enthalpies of formation of 5d aluminides by high-temperature direct synthesis calorimetry. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 197, p. 75–81, 1993.
- MURRAY, J.L. Al-V (Aluminum-Vanadium). **Bulletin of Alloy Phase Diagrams**, v. 10, p. 351–357, 1989.
- MURTY, B.S.; YEH, J.-W.; RANGANATHAN, S.; BHATTACHARJEE, P.P. High-entropy alloys. Amsterdam: **Elsevier**, 2019.
- NEFEDOV, N.N.A.; SOKOLOVSKAYA, A.P.; GRIGOREV, E.M.; SOKOLOVA, A.T., GUZEI, I. The Ta-V system. **Russian Journal of Inorganic Chemistry**, v. 9, p. 486, 1964.
- NOWOTNY, A.; NECKEL, H. Chemical bonding in interstitial compounds. **Journal of the Institut of Metals**, v. 97, p. 161–164, 1969.
- PAVLU, J.; VRESTAL, J.; CHEN, X.-Q.; ROGL, P. Thermodynamic modeling of Laves phases in the Ta-V system: Reassessment using first-principles results. **Calphad**, v. 35, p. 103–108, 2011.
- RAMAN, A. Röntgenographische Untersuchungen in einigem T-T5- Al-systemen. **Zeitschrift für Metallkunde**, v. 57, p. 535–540, 1966.
- RICHTER, K.; IPSER, H. Al-V phase diagram between 0 and 50 atomic percent vanadium. **Zeitschrift für Metallkunde**, v. 5, p. 383–388, 2000.
- SANTOS, J.C.P.; CHAIA, N.; BOROWSKI, K.E.; SILVA, A.A.A.P.; BARROS, D.F.; ABREU, D.A.; NUNES, C.A.; COELHO, G.C. Liquidus projection of the Al-Nb-V system. **Calphad**, v. 71, p. 102196, 2020.
- SAUNDERS, N.; ANSARA, I.; DINSDALE, A.T. COST 507 (Concerted Action Materials Sciences) - Definition of thermochemical and thermophysical properties to provide a database for the development of new light alloys. 2nd ed. Luxembourg: European Commission, Res. Dev. L-2920, 1998. p. 241–244.

SAVISTKII, J.; EFIMOV, E.M. Superconducting metallic compounds and their alloys. **Monatshefte für Chemie**, v. 103, p. 270-287, 1972.

SENKOV, O.N.; SENKOVA, S. V.; WOODWARD, C. Effect of aluminum on the microstructure and properties of two refractory high-entropy alloys. **Acta Materialia**, v. 68, p. 214–228, 2014.

SUBRAMANIAN, P.R.; MIRACLE, D.B.; MAZDIYASNI, S. Phase relationships in the Al-Ta system, **Metallurgy Transactions A.**, v. 21, p. 539–545, 1990.

VILLARS, P.; CENZUAL, K. Pearson's crystal data: crystal structure database for inorganic compounds. Ohio: **ASM International Materials Park**, 2007.

WITUSIEWICZ, V.T.; BONDAR, A.A.; HECHT, U.; ZOLLINGER, J.; PETYUKH, V.M.; FOMICHOV, O.S.; VOBLIKOV, V.M.; REX, S. Experimental study and thermodynamic re-assessment of the binary Al-Ta system. **Intermetallics**, v. 18, p. 92–106, 2010.

YE, Y.F.; WANG, Q.; LU, J.; LIU, C.T.; YANG, Y. High-entropy alloy: challenges and prospects. **Materials Today**, v. 19, p. 349–362, 2016.

YEH, J.-W.; CHEN, S.-K.; LIN, S.-J.; GAN, J.-Y.; CHIN, T.-S.; SHUN, T.-T.; TSAU C.-H.; CHANG, S.-Y. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes. **Advanced Engineering Materials**, v. 6, p. 299–303, 2004.

ZHANG, Y.; ZUO, T.T.; TANG, Z.; GAO, M.C.; DAHMEN, K.A.; LIAW, P.K.; LU, Z.P. Microstructures and properties of high-entropy alloys. **Progress in Materials Science**, v. 61, p. 1–93, 2014.

Apêndice A – Base de dados termodinâmica com os parâmetros calculados por Kroupa *et al.* (2017), Witusiewicz *et al.* (2010) e Pavlu *et al.* (2011).

\$ From database: PURE5

ELEMENT /-	ELECTRON_GAS	0.0000E+00	0.0000E+00	0.0000E+00!
ELEMENT VA	VACUUM	0.0000E+00	0.0000E+00	0.0000E+00!
ELEMENT AL	FCC_A1	2.6982E+01	4.5773E+03	2.8322E+01!
ELEMENT TA	BCC_A2	1.8095E+02	5.6819E+03	4.1472E+01!
ELEMENT V	BCC_A2	5.0941E+01	4.5070E+03	3.0890E+01!

FUNCTION GLIQAL 298.15 +GHSERAL#+11005.045-11.84185*T+7.9337E-20*T**7;

933.47 Y

-795.991+177.430209*T-31.748192*T*LN(T); 2900 N !

FUNCTION GHSERAL 298.15 -7976.15+137.093038*T-24.3671976*T*LN(T)

-0.001884662*T**2-8.77664E-07*T**3+74092*T**(-1); 700 Y

-11276.24+223.048446*T-38.5844296*T*LN(T)+.018531982*T**2

-5.764227E-06*T**3+74092*T**(-1); 933.47 Y

-11278.361+188.684136*T-31.748192*T*LN(T)-1.230622E+28*T**(-9); 2900 N

!

FUNCTION GBCCAL 298.15 +GHSERAL#+10083-4.813*T; 2900 N !

FUNCTION GHCPAL 298.15 +GHSERAL#+5481-1.8*T; 2900 N !

FUNCTION GLIQTA 298.15 +21875.086+111.561128*T-23.7592624*T*LN(T)

-0.002623033*T**2+1.70109E-07*T**3-3293*T**(-1); 1000 Y

+43884.339-61.981795*T+.0279523*T*LN(T)-.012330066*T**2

+6.14599E-07*T**3-3523338*T**(-1); 3290 Y

-6314.543+258.110873*T-41.84*T*LN(T); 6000 N !

FUNCTION GFCCTA 298.15 +GHSERTA#+16000+1.7*T; 6000 N !

FUNCTION GHSERTA 298.15 -7285.889+119.139857*T-23.7592624*T*LN(T)

-0.002623033*T**2+1.70109E-07*T**3-3293*T**(-1); 1300 Y

-22389.955+243.88676*T-41.137088*T*LN(T)+.006167572*T**2

-6.55136E-07*T**3+2429586*T**(-1); 2500 Y

+229382.886-722.59722*T+78.5244752*T*LN(T)-.017983376*T**2

+1.95033E-07*T**3-93813648*T**(-1); 3290 Y

-1042384.01+2985.49125*T-362.159132*T*LN(T)+.043117795*T**2

-1.055148E-06*T**3+5.54714342E+08*T**(-1); 6000 N !

FUNCTION GHCPVA 298.15 +GHSERVA#+12000+2.4*T; 6000 N !

FUNCTION GLIQVV 298.15 +GHSERVV#+20764.117-9.455552*T-5.19136E-22*T**7;
2183 Y

-19617.51+311.055983*T-47.43*T*LN(T); 4000 N !

FUNCTION GFCCVV 298.15 +GHSERVV#+7500+1.7*T; 4000 N !

FUNCTION GHSERVV 298.15 -7930.43+133.346053*T-24.134*T*LN(T)-.003098*T**2
+1.2175E-07*T**3+69460*T**(-1); 790 Y

-7967.842+143.291093*T-25.9*T*LN(T)+6.25E-05*T**2-6.8E-07*T**3; 2183 Y

-41689.864+321.140783*T-47.43*T*LN(T)+6.44389E+31*T**(-9); 4000 N !

FUNCTION GHCPVV 298.15 +GHSERVV#+4000+2.4*T; 4000 N !

FUNCTION UN_ASS 298.15 +0; 300 N !

TYPE_DEFINITION % SEQ *!

DEFINE_SYSTEM_DEFAULT ELEMENT 2 !

DEFAULT_COMMAND DEF_SYS_ELEMENT VA /- !

PHASE LIQUID % 1 1.0 !

CONSTITUENT LIQUID :AL,TA,V : !

PARAMETER G(LIQUID,AL;0) 298.15 +GLIQAL#; 2900 N REF2!

PARAMETER G(LIQUID,TA;0) 298.15 +GLIQTA#; 6000 N REF2!

PARAMETER G(LIQUID,V;0) 298.15 +GLIQVV#; 4000 N REF2!

PARAMETER G(LIQUID,AL,TA;0) 298.15 -55024.6+9.4894*T; 6000 N REF10!

PARAMETER G(LIQUID,AL,TA;1) 298.15 32750.1+19.6888*T; 6000 N REF10!

PARAMETER G(LIQUID,AL,TA;2) 298.15 26570-4.667*T; 6000 N REF10!

PARAMETER G(LIQUID,TA,V;0) 298.15 3707.72+0.285*T; 6000 N REF11 !

PARAMETER G(LIQUID,AL,V;0) 298.15 57725+9*T; 2900 N REF2 !

PARAMETER G(LIQUID,AL,V;1) 298.15 18000+8*T; 2900 N REF2 !

PARAMETER G(LIQUID,AL,V;2) 298.15 +34300-13.92*T; 2900 N REF2 !

TYPE_DEFINITION & GES A_P_D BCC_A2 MAGNETIC -1.0 ... 4.00000E-01 !

PHASE BCC_A2 %& 2 1 3 !

CONSTITUENT BCC_A2 :AL,TA,V : VA : !

PARAMETER G(BCC_A2,AL:VA;0) 298.15 +GBCCAL#; 2900 N REF2!

PARAMETER G(BCC_A2,TA:VA;0) 298.15 +GHSERTA#; 6000 N REF1!

PARAMETER G(BCC_A2,V:VA;0) 298.15 +GHSERVV#; 4000 N REF1!

PARAMETER G(BCC_A2,AL,TA:VA;0) ... 298.15 -5.7890066E+02; 6000 N REF10!

PARAMETER G(BCC_A2,TA,V:VA;0) 298.15 5476.65; 6000 N REF11 !

PARAMETER G(BCC_A2,TA,V:VA;1) 298.15 16527.68; 6000 N REF11 !

PARAMETER G(BCC_A2,AL,V:VA;0) 298.15 89400+16.46*T; 4000 N REF2 !

PARAMETER G(BCC_A2,AL,V:VA;1) 298.15 6000; 4000 N REF2 !

TYPE_DEFINITION (GES A_P_D FCC_A1 MAGNETIC -3.0 ... 2.80000E-01 !

PHASE FCC_A1 %(2 1 1 !

CONSTITUENT FCC_A1 :AL,TA,V : VA : !

PARAMETER G(FCC_A1,AL:VA;0) 298.15 +GHSERAL#; 2900 N REF1!

PARAMETER G(FCC_A1,TA:VA;0) 298.15 GFCCVV#; 6000 N REF10!

PARAMETER G(FCC_A1,AL,V:VA;0) 298.15 69947.2+12.33*T; 2900 N

REF2 ! PARAMETER G(FCC_A1,AL,TA:VA;0) 298.15 125394.8+78.85*T; 6000 N REF10!

PARAMETER G(FCC_A1,AL,V:VA;0) 298.15 64732; 6000 N REF12!

PHASE EPSILON % 2 0.75 0.25 !

CONST EPSILON : AL : AL,TA : !

PARAMETER G(EPSILON,AL:AL;0) 298.15 20000+GHSERAL; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(EPSILON,AL:TA;0) 298.15 29950+6.576*T+0.75*GHSERAL
+0.25*GHSERTA; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(EPSILON,AL:AL,TA;0) 298.15 -1494-10.6211*T; 6000 N REF10 !

PHASE TA39AL69 % 2 0.6389 0.3611 !

CONST TA39AL69 : AL,TA : AL,TA : !

PARAMETER G(TA39AL69,AL:AL;0) 298.15 3000+GHSERAL; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(TA39AL69,TA:TA;0) 298.15 9000+GHSERTA; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(TA39AL69,AL:TA;0) 298.15 25904+3.502*T +0.6389*GHSERAL
+0.3611*GHSERTA; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(TA39AL69,TA:AL;0) 298.15 0.6389*GHSERTA+0.3611*GHSERAL;
6000 N REF10 !

PHASE PHI % 2 0.44185 0.55815 !

CONST PHI : AL,TA : AL,TA : !

PARAMETER G(PHI,AL:AL;0) 298.15 250+GHSERAL; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(PHI,TA:TA;0) 298.15 11250+GHSERTA; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(PHI,AL:TA;0) 298.15 -24650+2.5105*T+0.44185*GHSERAL
+0.55815*GHSERTA; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(PHI,TA:AL;0) 298.15 0.44185*GHSERTA+0.55815*GHSERAL; 6000
N REF10!

PARAMETER G(PHI,AL:AL,TA;0) 298.15 -26000+1.63946E+01*T; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(PHI,AL,TA:TA;0) 298.15 -13947.8+4.25025*T; 6000 N REF10 !

PHASE SIGMA % 3 0.533 0.333 0.134 !

CONST SIGMA : AL,TA : AL,TA : TA : !

PARAMETER G(SIGMA,AL:AL:TA;0) 298.15 -11403+7.0992*T+0.866*GHSERAL
+0.134*GHSERTA; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(SIGMA,TA:AL:TA;0) 298.15 0.667*GHSERTA+0.333*GHSERAL-22048
+3.0651*T; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(SIGMA,AL:TA:TA;0) 298.15 0.533*GHSERAL+0.467*GHSERTA; 6000
N REF10 !

PARAMETER G(SIGMA,TA:TA:TA;0) 298.15 2.4499*T+GHSERTA; 6000 N REF10 !

PARAMETER G(SIGMA,AL,TA:AL:TA;0) 298.15 -22068.5;6000 N REF10 !

PHASE LAVES_C15 % 2 0.3333 0.6667 !

CONST LAVES_C15 : TA,V : TA,V : !

PARAMETER G(LAVES_C15,V:V;0) 298.15 GHSERVV+11234.33; 2896.0 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C15,TA:TA;0) 298.15 GHSERTA+10938.33; 2896.0 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C15,TA:V;0) 298.15 0.6667*GHSERVV+0.3333*GHSERTA-10175
+0.0594*T-0.0633*T*LN(T)+0.001966*T**2; 4000.0 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C15,V:TA;0) 298.15 0.6667*GHSERTA+0.3333*GHSERVV+48111.67;
4000.0 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C15,V:TA,V;0) 298.15 0.0; 6000 N REF11!

PARAMETER G(LAVES_C15,TA:TA,V;0) 298.15 337; 6000 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C15,TA,V:V;0) 298.15 -2041.33; 6000 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C15,TA,V:TA;0) 298.15 0.0; 6000 N REF11 !

PHASE LAVES_C14 % 2 0.3337 0.6667 !

CONST LAVES_C14 : V,TA : V,TA: !

PARAMETER G(LAVES_C14,V:V;0) 298.15 9813.33+GHSERVV; 6000 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C14,TA:TA;0) 298.15 9346+GHSERTA; 6000 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C14,TA:V;0) 298.15 0.6667*GHSERVV+0.3333*GHSERTA-11406.33
-0.5233*T+0.5233*T*LN(T); 4000 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C14,V:TA;0) 298.15 0.6667*GHSERTA+0.3333*GHSERVV+46687;
4000 N REF11 !

\$PARAMETER G(LAVES_C14,V:TA,V;0) 298.15 0; 4000 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C14,TA:TA,V;0) 298.15 4933.33; 4000 N REF11 !

PARAMETER G(LAVES_C14,TA,V:V;0) 298.15 -1400; 4000 N REF11 !

\$PARAMETER G(LAVES_C14,TA,V:TA;0) 298.15 0; 4000 N REF11 !

PHASE AL21V2 % 2 0.913 0.087 !

CONSTITUENT AL21V2 :AL : V : !

PARAMETER G(AL21V2,AL:V;0) 298.15 -9384.1+1.3830*T
+0.913*GHSERAL#+0.087*GHSERVV#; 4000 N REF2 !

PHASE AL3V % 2 0.75 0.25 !

CONSTITUENT AL3V :AL : V : !

PARAMETER G(AL3V,AL:V;0) 298.15 -27047.38+5.1464*T
+0.75*GHSERAL#+0.25*GHSERVV#; 4000 N REF2 !

PHASE AL23V4 % 2 0.852 0.148 !

CONSTITUENT AL23V4 :AL : V : !

PARAMETER G(AL23V4,AL:V;0) 298.15 -15989.37+2.6724*T
+0.852*GHSERAL#+0.148*GHSERVV#; 4000 N REF2 !

PHASE AL45V7 % 2 0.8654 0.1346 !

CONSTITUENT AL45V7 :AL : V : !

PARAMETER G(AL45V7,AL:V;0) 298.15 -14536.7+2.3531*T

+0.8654*GHSERAL#+0.1346*GHSERVV#; 4000 N REF2 !

PHASE AL8V5 % 4 0.4616 0.1538 0.2308 0.1538 !

CONSTITUENT AL8V5 :AL : AL,V : AL,V : V : !

PARAMETER G(AL8V5,AL:AL:AL:V;0) 298.15 -11700+0.8462*GHSERAL#

+0.1538*GHSERVV#; 4000 N REF2 !

PARAMETER G(AL8V5,AL:V:AL:V;0) 298.15 -5000+0.6924*GHSERAL#

+0.3076*GHSERVV#; 4000 N REF2 !

PARAMETER G(AL8V5,AL:AL:V:V;0) 298.15 -23390+0.372*T+0.6154*GHSERAL#

+0.3846*GHSERVV#; 4000 N REF2 !

PARAMETER G(AL8V5,AL:V:V:V;0) 298.15 -18000+0.4616*GHSERAL#

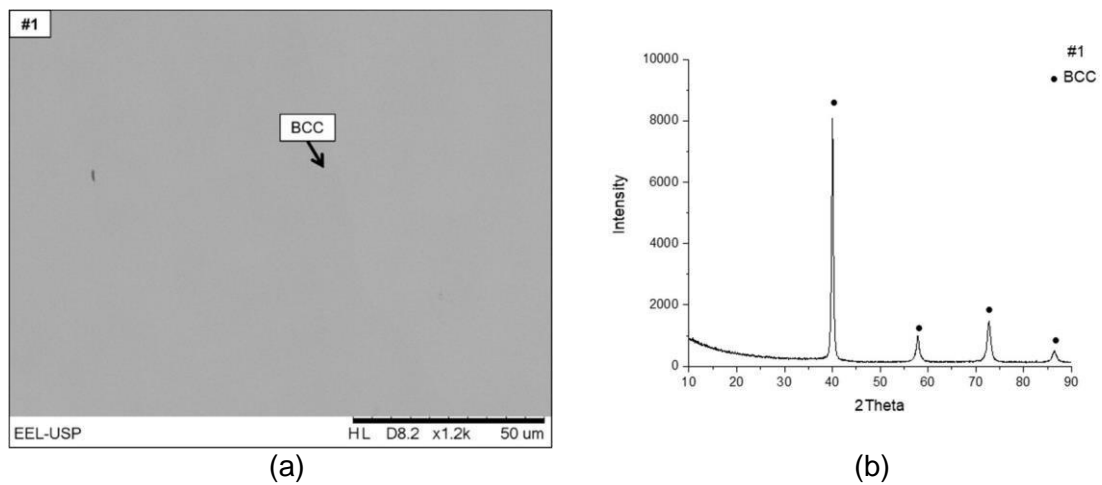
+0.5384*GHSERVV#; 4000 N REF2 !

\$A fase Phi deve ser suspensa para cálculo da projeção *liquidus*.

Apêndice B – Micrografias obtidas por MEV/BSE, análises composicionais obtidas por EDS e resultados obtidos por DRX com radiação Cu- k_{α} de amostras brutas de fusão não apresentadas durante o texto.

- Amostra #1 (38.0 Al – 40.0 Ta – 22.0 V)

Figura 1 – Micrografia obtida por MEV/BSE (a) e difratograma obtido com radiação Cu- k_{α} da amostra #1 no estado bruto de fusão.



Fonte: Autoria própria.

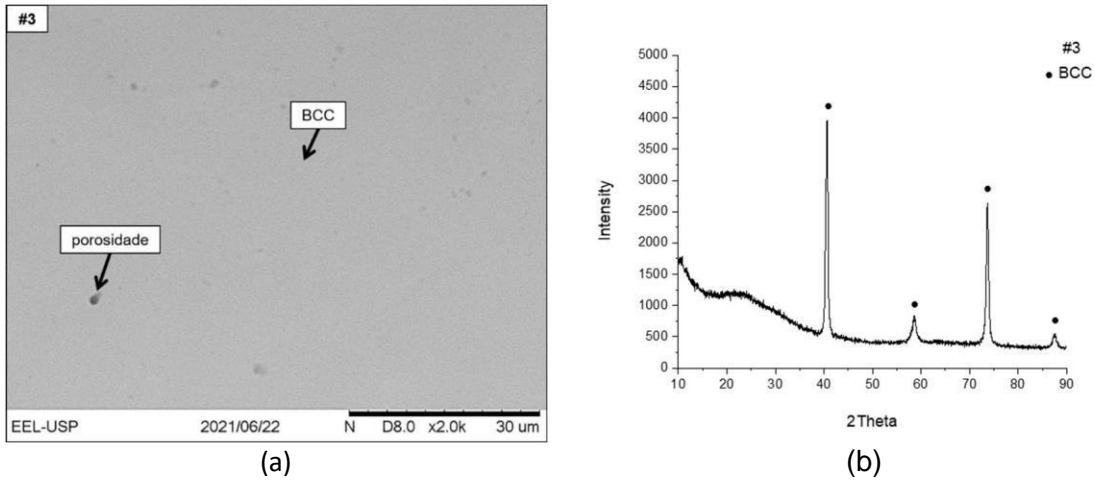
Tabela 1 – Resultados de EDS da amostra #1 no estado bruto de fusão.

#1 (Al ₃₈ Ta ₄₀ V ₂₂)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	36,74 ± 0,48	41,07 ± 0,56	22,19 ± 0,88
BCC	36,24 ± 0,26	41,01 ± 0,50	22,75 ± 0,30

Fonte: Autoria própria.

- Amostra #3 (35.0 Al – 30.0 Ta – 35.0 V)

Figura 2 – Micrografia obtida por MEV/BSE (a) e difratograma obtido com radiação Cu- k_{α} da amostra #3 no estado bruto de fusão.



Fonte: Autoria própria.

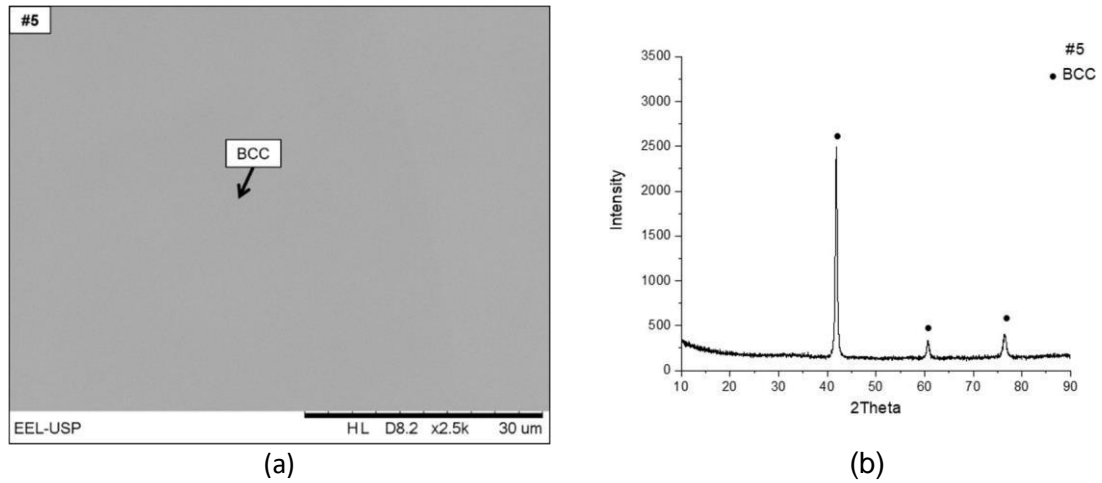
Tabela 2 – Resultados de EDS da amostra #3 no estado bruto de fusão.

#3 (Al ₃₅ Ta ₃₀ V ₃₅)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	31,68 ± 0,47	32,61 ± 0,89	35,71 ± 0,51
BCC	31,17 ± 0,74	32,75 ± 0,61	36,08 ± 1,14

Fonte: Autoria própria.

- Amostra #5 (51.0 Al – 11.0 Ta – 38.0 V)

Figura 3 – Micrografia obtida por MEV/BSE (a) e difratograma obtido com radiação Cu- k_{α} da amostra #5 no estado bruto de fusão.



Fonte: Autoria própria.

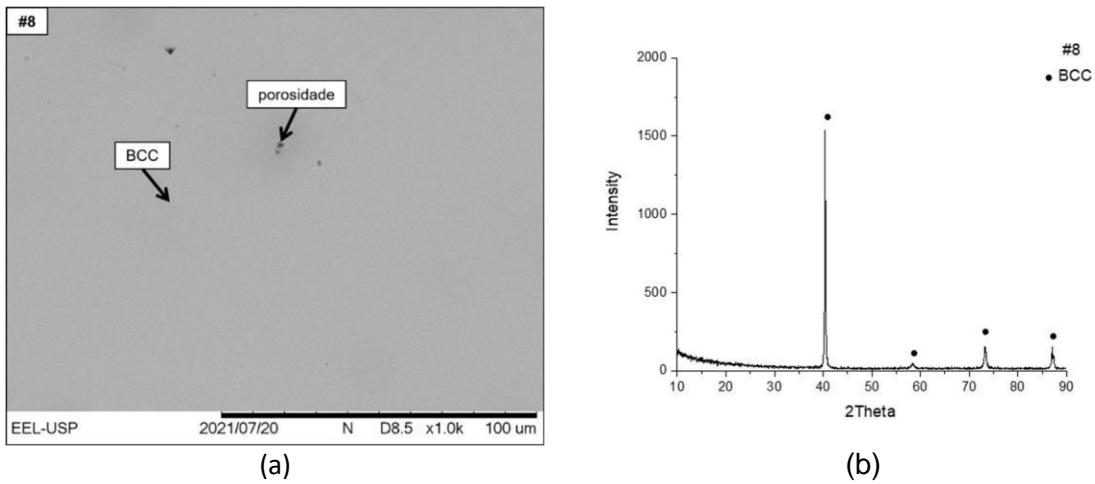
Tabela 3 – Resultados de EDS da amostra #5 no estado bruto de fusão.

#5 (Al ₅₁ Ta ₁₁ V ₃₈)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	47.34 ± 0,74	12.42 ± 0,52	40.24 ± 0,93
BCC	47.65 ± 0,28	11.98 ± 0,45	40.37 ± 0,36

Fonte: Autoria própria.

- Amostra #8 (40.0 Al – 35.0 Ta – 25.0 V)

Figura 4 – Micrografia obtida por MEV/BSE (a) e difratograma obtido com radiação Cu- k_{α} da amostra #8 no estado bruto de fusão.



Fonte: Autoria própria.

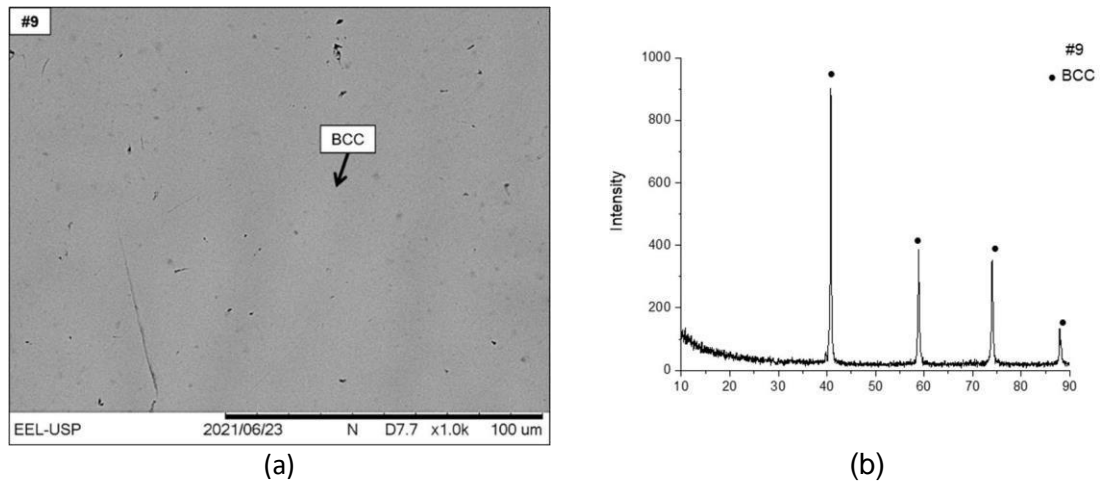
Tabela 4 – Resultados de EDS da amostra #8 no estado bruto de fusão.

#8 (Al ₄₀ Ta ₃₅ V ₂₅)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	39,24 ± 0,37	34,84 ± 0,21	25,92 ± 0,16
BCC	39,08 ± 0,64	33,60 ± 0,55	27,32 ± 0,17

Fonte: Autoria própria.

- Amostra #9 (40.0 Al – 25.0 Ta – 35.0 V)

Figura 5 – Micrografia obtida por MEV/BSE (a) e difratograma obtido com radiação Cu- k_{α} da amostra #9 no estado bruto de fusão.



Fonte: Autoria própria.

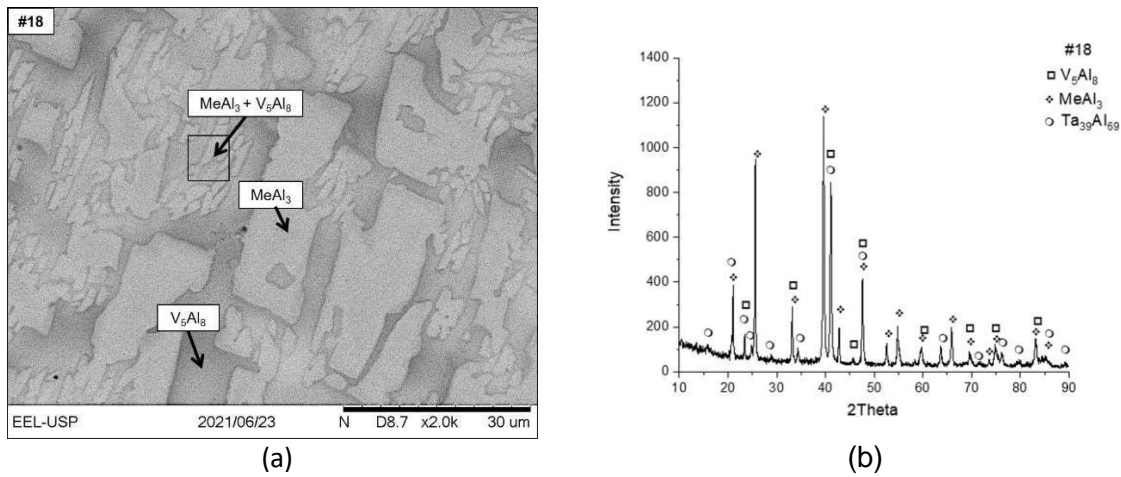
Tabela 5 – Resultados de EDS da amostra #9 no estado bruto de fusão.

#9 (Al ₄₀ Ta ₂₅ V ₃₅)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	36,37 ± 0,59	26,63 ± 0,29	37,00 ± 0,87
BCC	35,90 ± 0,97	26,82 ± 0,18	37,28 ± 0,80

Fonte: Autoria própria.

- Amostra #18 (66.0 Al – 14.0 Ta – 20.0 V)

Figura 6 – Micrografia obtida por MEV/BSE (a) e difratograma obtido com radiação Cu-K α da amostra #18 no estado bruto de fusão.



Fonte: Autoria própria.

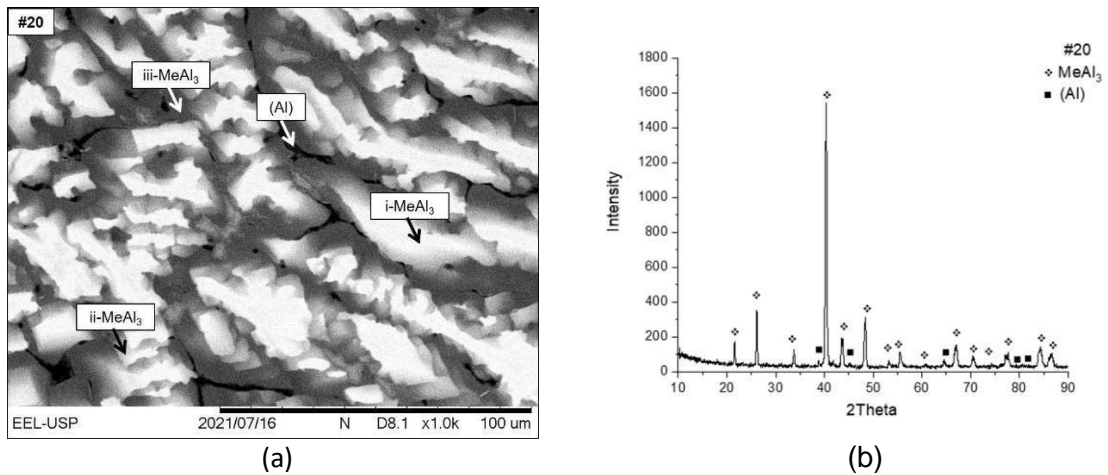
Tabela 6 – Resultados de EDS da amostra #18 no estado bruto de fusão.

#18 (Al ₆₆ Ta ₁₄ V ₂₀)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	64,33 ± 0,30	14,91 ± 0,10	20,76 ± 0,39
Ta ₃₉ Al ₆₉ + V ₅ Al ₈	59,84 ± 0,82	11,69 ± 1,14	28,47 ± 1,57
MeAl ₃	71,04 ± 0,30	16,73 ± 0,23	12,23 ± 0,52

Fonte: Autoria própria.

- Amostra #20 (72.0 Al – 4.0 Ta – 24.0 V)

Figura 7 – Micrografia obtida por MEV/BSE (a) e difratograma obtido com radiação Cu- k_{α} da amostra #20 no estado bruto de fusão.



Fonte: Autoria própria.

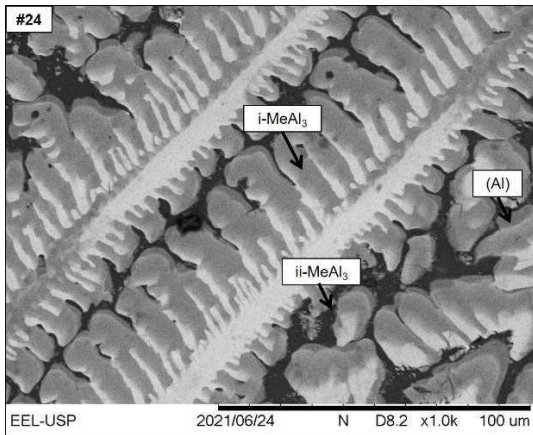
Tabela 7 – Resultados de EDS da amostra #20 no estado bruto de fusão.

#20 ($Al_{72}Ta_4V_{24}$)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	73,66 ± 0,14	3,94 ± 0,05	22,40 ± 0,09
(Al)	98,05 ± 0,60	0,37 ± 0,02	1,57 ± 0,58
i-MeAl ₃	72,24 ± 0,06	8,15 ± 0,27	19,61 ± 0,26
ii- MeAl ₃	74,01 ± 0,43	2,96 ± 0,65	23,03 ± 1,08
lii- MeAl ₃	74,01 ± 0,05	0,95 ± 0,10	24,74 ± 0,50

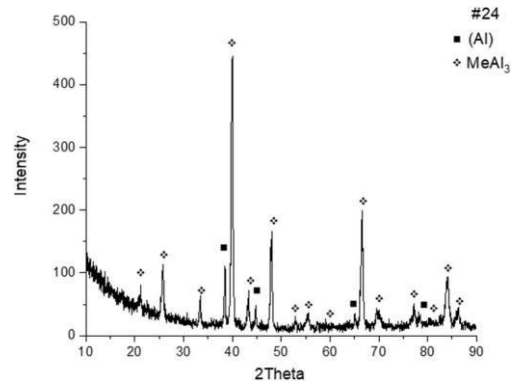
Fonte: Autoria própria.

- Amostra #24 (80.0 Al – 3.0 Ta – 17.0 V)

Figura 8 – Micrografia obtida por MEV/BSE (a) e difratograma obtido com radiação Cu- k_{α} da amostra #24 no estado bruto de fusão.



(a)



(b)

Fonte: Autoria própria.

Tabela 8 – Resultados de EDS da amostra #24 no estado bruto de fusão.

#24 (Al ₈₀ Ta ₃ V ₁₇)	Al (at.%)	Ta (at.%)	V (at.%)
Global	79,59 ± 0,30	2,99 ± 0,17	17,42 ± 0,41
(Al)	93,33 ± 2,41	2,84 ± 2,49	3,84 ± 2,47
i-MeAl ₃	73,33 ± 0,33	8,49 ± 0,14	18,18 ± 0,47
ii- MeAl ₃	73,98 ± 0,12	2,66 ± 0,56	23,36 ± 0,68

Fonte: Autoria própria.