



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MECÂNICA

INGRID MAYARA FIGUIEREDO DA COSTA

**ESTUDO DO EFEITO DO NIÓBIO COMO QUARTO ELEMENTO DA LIGA
ICOSAEDRAL QUASICRISTALINA Al-Cu-Fe**

Orientador: Prof. Dr. Bruno Alessandro Silva Guedes de Lima

João Pessoa – PB

2025

INGRID MAYARA FIGUEIREDO DA COSTA

**ESTUDO DO EFEITO DO NIÓBIO COMO QUARTO ELEMENTO DA
LIGA ICOSAEDRAL QUASICRISTALINA Al-Cu-Fe**

Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-Graduação Em Engenharia Mecânica
(PPGEM) da Universidade Federal da
Paraíba, em cumprimento às exigências
para obtenção do Grau de Mestre.

Orientador: Prof. Dr. Bruno Alessandro Silva Guedes de Lima

JOÃO PESSOA

Março 2025

**Catalogação na publicação
Seção de Catalogação e Classificação**

C838e Costa, Ingrid Mayara Figueiredo da.
Estudo do efeito do nióbio como quarto elemento da
liga icosaedral quasicristalina Al-Cu-Fe / Ingrid
Mayara Figueiredo da Costa. - João Pessoa, 2025.
98 f. : il.

Orientação: Bruno Alessandro Silva Guedes de Lima.
Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT.

1. Ligas quasicristalinas. 2. Quasicristais
icosaedral. 3. Al-Cu-Fe-Nb. 4. Fase Al₃Nb. I. Lima,
Bruno Alessandro Silva Guedes de. II. Título.

UFPB/BC

CDU 669.018(043)



Universidade Federal da Paraíba
 Centro de Tecnologia
 Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
 Mestrado e Doutorado

DECLARAÇÃO DE RECEBIMENTO

Versão Final da Dissertação ou Tese

Declaramos, como membros da banca examinadora, que recebemos a versão final da dissertação intitulada Estudo do efeito do nióbio como quarto elemento da liga icosaedral quasicristalina Al-Cu-Fe, defendida no dia 31/03, às 09 da manhã, pelo (a) discente Ingrid Mayara Figueiredo da Costa, regularmente matriculado (a) no curso de mestrado deste PPGEM, sob a matrícula nº 20221023354.

João Pessoa, _16_/_05_/_2025_

Documento assinado digitalmente
 BRUNO ALESSANDRO SILVA GUEDES DE LIMA
 Data: 12/06/2025 10:08:50-0300
 Verifique em <https://validar.itd.gov.br>

Bruno Alessandro Silva Guedes de Lima - UFPB

Documento assinado digitalmente
 DANIELLE GUEDES DE LIMA CAVALCANTE
 Data: 13/06/2025 11:06:11-0300
 Verifique em <https://validar.itd.gov.br>

Danielle Guedes de Lima Cavalcante UFPB

Documento assinado digitalmente
 FRANCISCO RICCELLY PEREIRA FEITOSA
 Data: 16/06/2025 14:21:27-0300
 Verifique em <https://validar.itd.gov.br>

Francisco Riccely P. Feitosa UFPB

Documento assinado digitalmente
 TIBÉRIO ANDRADE DOS PASSOS
 Data: 16/06/2025 16:26:53-0300
 Verifique em <https://validar.itd.gov.br>

Tibério Andrade dos Passos

DEDICATORIA

Dedico esse trabalho a Deus por ter me capacitado e me dado forças nos momentos mais difíceis, por não me deixar desistir e por permitir que cada sonho meu seja realizado.

Aos meus pais, Ana Lúcia Figueiredo da Silva e José Gírlan da Costa, que sempre me apoiaram, me incentivaram e nunca permitiram que eu desistisse do meu sonho.

Às minhas tias Aldilene e Ana Paula que sempre estiveram comigo em todos os momentos e acreditaram em mim nas situações mais difíceis.

À minha amada avó Elba Rodrigues, que sempre me encheu de força e bons conselhos e sempre me ajudou nos momentos que mais precisei para continuar o meu caminho.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por sempre está comigo e por jamais me deixar desistir dos meus sonhos permitindo todas as minhas conquistas atuais e as demais que estão por vir.

Agradeço imensamente aos meus pais por me apoiarem sempre, por ter me proporcionado uma boa educação e por se sacrificarem para que eu chegasse até aqui.

Agradeço demasiadamente as minhas tias Aldilene e Ana Paula por todo amor, cumplicidade e companheirismo.

Agradeço de coração a minha avó Elba por sempre me ajudar de todas as formas para que eu conseguisse realizar meus sonhos.

Não poderia deixar de agradecer a todos os meus amigos, que sempre me incentivaram e me apoiaram em especial Andrya Lays Freire Alves e Rafael Santana.

A meu orientador Dr. Bruno Guedes por sempre ter acreditado em mim me incentivado e proporcionado oportunidades incríveis dentro da minha Pós graduação.

A professora Dra. Danielle Guedes, por ter contribuído nessa minha caminhada acadêmica.

Ao professor Dr. Francisco Riccelly Pereira Feitosa, por ter contribuído nessa minha caminhada acadêmica.

Agradeço demasiadamente ao LSR-UFPB por proporcionar um ambiente de boas pesquisas, estudos e testes.

Agradeço á FAPESQ pela bolsa de mestrado que me permitiu desenvolver este trabalho, o apoio financeiro foi fundamental para a realização desta pesquisa e para meu crescimento acadêmico.

ESTUDO DO EFEITO DO NIÓBIO COMO QUARTO ELEMENTO DA LIGA ICOSAEDRAL QUASICRISTALINA Al-Cu-Fe

RESUMO

O desenvolvimento de novas ligas metálicas é essencial para atender às crescentes demandas da indústria moderna. Nesse contexto, a descoberta de ligas quasicristalinas representa um avanço significativo, pois essas estruturas apresentam propriedades únicas, tornando-as promissoras para aplicações em revestimentos. A pesquisa contínua nessas ligas abre novas possibilidades para a inovação tecnológica e a otimização de processos industriais. Esta dissertação investiga o impacto da adição de nióbio na estabilidade estrutural e nas propriedades microestruturais das ligas quasicristalinas do sistema AlCuFe. Através de análises termodinâmicas via PANDAT, verificou-se que a fase quasicristalina I-Qc é progressivamente substituída por fases aproximantes e pela fase Al_3Nb , conforme o teor de nióbio aumenta. Os resultados de difração de raios-X indicaram que a fase Al_3Nb se forma a partir de 0,5% de Nb, com crescimento progressivo conforme a concentração desse elemento aumenta. O tratamento térmico favoreceu a estabilidade da fase quasicristalina até 2,0% de Nb, mas para teores superiores, a estabilização da fase Al_3Nb competiu pelo alumínio disponível, reduzindo a fração da fase quasicristalina. A adição de Nb influenciou diretamente a temperatura de fusão das ligas, elevando-a progressivamente, de acordo com a formação da fase Al_3Nb . A fase quasicristalina predominou em ligas com até 2,0% de Nb, mas sua estabilidade foi reduzida com teores maiores devido à formação da fase Al_3Nb . Os testes eletroquímicos indicaram que o tratamento térmico melhora a estabilidade para certas composições, dependendo do teor de Nb. As ligas com 5% de Nb exibiram os menores valores de corrente de corrosão, sugerindo um limiar em que o Nb otimiza a resistência à corrosão sem comprometer a estabilidade da camada passiva. Os resultados demonstram que a adição controlada de nióbio pode otimizar as propriedades das ligas quasicristalinas Al-Cu-Fe-Nb, permitindo sua aplicação em revestimentos avançados e componentes estruturais de alto desempenho.

Palavras-chave: Ligas quasicristalinas, Al-Cu-Fe-Nb, fase Al_3Nb .

Study of the Effect of Niobium as the Fourth Element in the Icosahedral Quasicrystalline Alloy Al-Cu-Fe

ABSTRACT

The development of novel metallic alloys is essential to meet the increasing demands of modern industry. In this context, the discovery of quasicrystalline alloys represents a significant advancement, as these structures exhibit unique properties, making them promising for coating applications. Continuous research on these alloys opens new avenues for technological innovation and industrial process optimization. This dissertation investigates the impact of niobium addition on the structural stability and microstructural properties of quasicrystalline alloys in the Al-Cu-Fe system. Thermodynamic analyses via PANDAT revealed that the I-Qc quasicrystalline phase is progressively replaced by approximant phases and the Al₃Nb phase as the Nb content increases. X-ray diffraction (XRD) results indicated that the Al₃Nb phase forms at Nb concentrations as low as 0.5%, with progressive growth as Nb content increases. Heat treatment favored the stability of the quasicrystalline phase up to 2.0% Nb; however, for higher Nb levels, the stabilization of the Al₃Nb phase competed for the available aluminum, reducing the quasicrystalline phase fraction. The addition of Nb directly influenced the melting temperature of the alloys, progressively increasing it due to the formation of the Al₃Nb phase. The quasicrystalline phase predominated in alloys with up to 2.0% Nb, but its stability decreased at higher Nb levels due to Al₃Nb formation. Electrochemical tests indicated that heat treatment improves stability for certain compositions, depending on the Nb content. Alloys with 5.0% Nb exhibited the lowest corrosion current values, suggesting a threshold at which Nb optimizes corrosion resistance without compromising passive layer stability. The results demonstrate that controlled niobium addition can optimize the properties of Al-Cu-Fe-Nb quasicrystalline alloys, enabling their application in advanced coatings and high-performance structural components.

Keywords: Quasicrystalline alloys, Al-Cu-Fe-Nb, Al₃Nb phase.

Sumário

1. INTRODUÇÃO	15
2. OBJETIVO GERAL	17
2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	17
3.1 TEORIA DOS QUASICRISTAIS	17
3.2 ESTRUTURA ICOSAEDRAL	21
3.3 ESTRUTURA DECAGONAL	23
3.4 ESTRUTURAS DA LIGA ALCUFE	28
3.4.1 ALCUFE (ICOSAEDRAL)	28
3.5 LIGAS QUASICRISTALINAS COM ADIÇÃO DE UM QUARTO ELEMENTO	30
3.5.1 ALCUFEB	30
3.5.2 ALCUFESI	31
3.5.3 ALCRFE	32
3.5.4 ALCUFEMN	34
3.5.5 ALCUFEAG	35
3.5.6 ALNICO	36
4. MATERIAIS E MÉTODOS	37
4.1 MATERIAIS	37
4.2 PANDAT	39

<u>4.3</u>	<u>PRODUÇÃO DAS LIGAS</u>	<u>39</u>
<u>4.4</u>	<u>PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS</u>	<u>40</u>
<u>4.5</u>	<u>FUNDIÇÃO DE FORNO A ARCO</u>	<u>40</u>
<u>4.6</u>	<u>TRATAMENTO TÉRMICO</u>	<u>41</u>
<u>4.7</u>	<u>ANÁLISE CRISTALINA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)</u>	<u>41</u>
<u>4.8</u>	<u>ANÁLISE EM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS).</u>	<u>41</u>
<u>4.9</u>	<u>ANÁLISE TÉRMICA</u>	<u>42</u>
<u>4.10</u>	<u>MICRODUREZA</u>	<u>42</u>
<u>4.11</u>	<u>ENSAIO DE CORROSÃO</u>	<u>43</u>
<u>5.</u>	<u>RESULTADOS E DISCUSSÃO</u>	<u>44</u>
<u>5.1</u>	<u>PANDAT</u>	<u>44</u>
<u>5.2</u>	<u>CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS</u>	<u>49</u>
<u>5.2.1</u>	<u>DIFRAÇÃO DE RAIOS-X</u>	<u>49</u>
<u>5.2.2</u>	<u>ANÁLISE DE TGA/DTA</u>	<u>62</u>
<u>5.2.3</u>	<u>MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E ESPECTROSCOPIA DE DISPERSÃO DE ENERGIA (MEV/EDS).</u>	<u>67</u>
<u>5.3</u>	<u>MICRODUREZA VICKERS</u>	<u>77</u>
<u>5.4</u>	<u>CORROSÃO</u>	<u>81</u>
<u>6.</u>	<u>CONCLUSÕES</u>	<u>86</u>
	<u>REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS</u>	<u>90</u>

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Padrão de difração de elétrons do Al86Mn14 (Shechtmanita), ou fase icosaedral (DUBOIS, 2005).	18
Figura. 2a) poliedro de uma estrutura qc; b) idodecaedro, relacionado à estrutura de qc; c) projeção de um dodecaedro relacionado a simetria quasicristalina; d) de um poliedro de alta simetria, possivelmente um icosaedro característico de qc.	19
Figura 3. Sucessivas estruturas em casca de um aglomerado atômico de um quasicristal do tipo Triacontaedral Rômbico e suas aproximações (MIZUTANI et al., 2014a).	20
Figura 4. Padrões selecionados de difração de elétrons e difração de elétrons de feixe convergente obtidos ao longo de um eixo quíntuplo do Al75Cu15V10 iQc (Icosahedral clusters, icosaheral order and stability of quasicrystals—a view of metallurgy *Tsai, 2008).	22
Figura 5. Regiões de estabilidade de quasicristais decagonais (Steurer, W., Deloudi, S., 2008. Fascinating quasicrystals. Acta Crystallogr. A 64, 1–11.).	23
Figura 6. (a) 100 x 100 Seção Å da estrutura de d-Co-Ni-Al e (b) uma célula unitária de sua estrutura média periódica monoclinic.. A decoração química das superfícies atômicas ainda é visível após a projeção oblíqua (Steurer; Deloudi, 2008).	25
Figura 7. MEV da liga Al65Cu15Co20 solidificação convencional Fonte: Tsai, Inoue e Masumoto (1989).	25
Figura 8. Seção do diagrama de fase Al-Cu-Co da região rica em Al a 610°C (Phase Equilibria for the Aluminum-Rich Region of the Al-Cu-Co System at 883 K Kazennov et al., 2011).	27
Figura 9. Fotomicrografias obtivas em MEV de quasicristais estáveis: (a) liga icosaédrica de AlCuFe e (b) liga decagonal Al-Ni-Co (Beeli; Godecke; Luck, 1998; Tsai; Cui, 2015).	28
Figura 10. Diagrama de fases ternário de uma liga AlCuFe rica em alumínio (LIMA, 2011).	29
Figura 11. Provável estrutura decagonal nas imagens da liga AlCrFe com um aumento a) 15000x (à esquerda); b) 10000x (à direita).	33
Figura 12. Exemplo de uma liga decagonal. Fonte: Novel Materials.	33
Figura 13. Diagrama de fases ternário de uma liga AlCrFe.	34
Figura 14. Fluxograma de metodologia do trabalho.	38
Figura 15. Amostras da liga AlCuFeNb 0,5%, 1,0%, 2,0%, 3,0% e 5,0% em ordem crescente....	39
Figura 16. Forno a arco da marca com fonte migmag/Tig Digi Plus A7.	40
Figura 17. Fação de fase AlCuFe; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0% Nb.	47
Figura 18. Difratorgrama de raios-x para amostras de Nb brutas de fusão.	49

Figura 19. Difratogramas das ligas de Nb brutas de fusão.	51
Figura 20. Difratograma de raios-x para amostras de Nb tratadas por 24 horas.	52
Figura 21. Difratogramas das ligas de Nb tratadas por 24 horas.....	54
Figura 22. Raio-x comparativo com as amostras brutas de Al3Nb; 0% Nb; 5,0% Nb.	55
Figura 23. Raio-x comparativo com as amostras tratadas de Al3Nb; 0% Nb; 5,0% Nb.	56
Figura 24. Difratograma de raios x 0,5% de nióbio bruta de fusão e tratada por 24h.	57
Figura 25. Difratograma de raios x 1,0% de nióbio bruta de fusão e tratada por 24h.	58
Figura 26. Difratograma de raios x 2,0% de nióbio bruta de fusão e tratada por 24h.	59
Figura 27. Difratograma de raios x 3,0% de nióbio bruta de fusão e tratada por 24h.	60
Figura 28. Difratograma de raios x 5,0% de nióbio bruta de fusão e tratada por 24h.	61
Figura 29. Análise de DTA das ligas brutas de fusão.	62
Figura 30. MEV/EDS amostras com 0% de nióbio bruta de fusão.	67
Figura 31. MEV/EDS amostras com 0,5% de nióbio bruta de fusão.	68
Figura 32. MEV/EDS amostras com 1,0% de nióbio bruta de fusão.	69
Figura 33. MEV/EDS amostras com 2,0% de nióbio bruta de fusão.	70
Figura 34. MEV/EDS amostras com 3,0% de nióbio bruta de fusão.	71
Figura 35. MEV/EDS amostras com 5,0% de nióbio bruta de fusão.	71
Figura 36. MEV/EDS amostras com 0,5% de nióbio tratada termicamente.....	72
Figura 37. MEV/EDS amostras com 1,0% de nióbio tratada termicamente.....	73
Figura 38. MEV/EDS amostras com 2,0% de nióbio tratada termicamente.....	74
Figura 39. MEV/EDS amostras com 3,0% de nióbio tratada termicamente.....	74
Figura 40. MEV/EDS amostras com 5,0% de nióbio tratada termicamente.....	75
Figura 41. Microdureza Vickers das amostras bruta de fusão.....	77
Figura 42. Microdureza Vickers das amostras tratadas.....	78
Figura 43. Diferença entre a dureza das amostras antes e depois do tratamento.	79
Figura 44. Curvas obtidas das medidas de Potencial de Circuito Aberto (OCP, Open Circuit Potential) para amostras (a) AlCuFe, (b) AlCuFe-0,5Nb, (c) AlCuFe-3Nb e (d) AlCuFe-5Nb.....	83
Figura 45. Curvas obtidas das medidas da Varredura Potencialdinâmica Linear para amostras (a) AlCuFe, (b) AlCuFe-0,5Nb, (c) AlCuFe-3Nb e (d) AlCuFe-5Nb.....	85

INDICE DE TABELAS

Tabela 1. Propriedades das ligas AlCuFe (Souza, 2009).....	30
Tabela 2. Porcentagens da quantidade usada do elemento nióbio.	40
Tabela 3. Parâmetros utilizados para análise no Microscópio Eletrônico de Varredura.	42
Tabela 4. Resultados das ligas fornecidas pelo PANDAT pela técnica HTC.	44
Tabela 5. Regulados da análise das simulações.	45
Tabela 6. Composições e as porcentagens das ligas estudadas.	48
Tabela 7. Temperaturas de transição de fases para as ligas.	64
Tabela 8. Entalpias de transição de fases para as ligas.....	64
Tabela 9. Entalpias de transição de fases para as ligas obtidas por DTA.....	65
Tabela 10. Temperaturas e Entalpias de Fusão.	66
Tabela 11. composição das amostras obtidas por EDS.....	76
Tabela 12. Valores do aumento da dureza após o tratamento térmico.....	79
Tabela 13. Valores de Microdureza (500mN) da Literatura.	80
Tabela 14. Parâmetros eletroquímicos obtidos das curvas de Potencial de Circuito Aberto e Varredura Potencialdinâmica Linear para amostras AlCuFe, AlCuFe-0,5Nb, AlCuFe-3Nb e AlCuFe-5Nb.	85

LISTA DE SIMBOLOS

α – Al

at % – porcentagem atômica

Hv – Dureza

i – icosaedral

Kic – Tenacidade à Fratura

LMC - Ligas metálicas complexas

QC – Quasicristal

B + I – Al_{52,5}Cu38,7Fe8,8

β_2 -AlFe3

β_2 – Al_{50,75}Cu_{42,10}Fe_{7,15}

γ_2 – fase cristalina Al₃Fe

λ – Al₁₃Fe₄ – Monoclínica

λ – Al₇Fe₂ - ortorrómbica

τ – AlCu(Fe)

Ψ – Al₆Cu₂Fe - Icosaedral

ω – Al₇Cu₂Fe – Tetragonal

1. INTRODUÇÃO

Os metais desempenharam um papel crucial na história, a ponto de diferentes períodos do desenvolvimento humano serem identificados pelo domínio de materiais específicos, como a Idade do Bronze e a Idade do Ferro. Ao longo dos séculos, avanços significativos na ciência dos materiais impulsionaram o progresso das civilizações. No entanto, mais recentemente, a ascensão de materiais não convencionais, como polímeros e compósitos reforçados, tem levado a questionamentos sobre a conveniência e as vantagens dos metais em relação a essas alternativas. Como resultado, pesquisadores e engenheiros têm explorado a substituição parcial ou total de metais em diversos processos de fabricação e design de produtos (FRAGASSA; LESIUK; EPP, 2023).

Apesar desse movimento, os metais continuam a evoluir e a se adaptar, mantendo sua relevância tecnológica. O desenvolvimento de novas ligas tem sido um fator determinante nesse processo, possibilitando a ampliação de aplicações industriais. Em particular, a busca por ligas com maior resistência mecânica e superior desempenho à corrosão tem sido um dos principais focos da engenharia metalúrgica nos últimos anos (LIPIŃSKI, 2023).

Nesse contexto, as ligas quasicristalinas surgem como uma classe promissora de materiais metálicos, desafiando conceitos cristalográficos tradicionais. Descobertos em 1984 por Dan Shechtman, os quasicristais apresentam uma estrutura atômica ordenada, porém não periódica, violando as regras clássicas da cristalografia para sólidos metálicos. Essa configuração única confere a esses materiais propriedades distintivas, como elevada dureza, baixa condutividade térmica e elétrica, além de excelente resistência ao desgaste e à corrosão. Essas características tornam as ligas quasicristalinas particularmente atraentes para aplicações tecnológicas avançadas, como revestimentos de superfícies, materiais de fricção e até componentes estruturais de alto desempenho (MÜLLER-GÖTZMANN, 2009; SHECHTMAN et al., 1984).

São estas características incomuns na estrutura dos quasicristais que permitem estes materiais possuírem propriedades incomuns para materiais metálicos e ao mesmo tempo, muito importantes para indústria tecnológica. Uma das principais características dos materiais quasicristalinos é a sua elevada dureza e fragilidade. Esta fragilidade limita o uso dos quasicristais em forma de pó, sendo assim, um excelente material para ser aspergido termicamente como reforço de um substrato. As propriedades

superficiais e mecânicas dos QC's colocam estes materiais como uma excelente alternativa para o reforço de superfícies. Podemos citar exemplos como, aumentar a dureza de materiais com superfícies muito dúcteis e com pouca resistência ao desgaste, diminuir o atrito em superfícies que precisem entrar em contato com outras superfícies como rolamentos, para proteger superfícies de problemas de oxidação e reduzir problemas de superaquecimentos destas superfícies (BELIN-FERRÉ, 2008; HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Diferente dos materiais cristalinos e amorfos, os quasicristais não possuem uma estrutura periódica, mas apresentam um tipo de ordem. As distâncias entre seus átomos seguem a Sequência de Fibonacci, cujos termos estão relacionados à razão áurea, representada pela letra grega τ (tau), também conhecida como número de ouro. Isso significa que as distâncias atômicas aumentam conforme uma proporção definida por τ , criando uma estrutura única, sem repetição regular, mas ainda assim ordenada. Esse arranjo confere aos quasicristais certas semelhanças com os cristais, como padrões de difração bem definidos e superfícies facetadas. As ligas icosaedrais Al-Cu-Fe se destacam comercialmente por suas excelentes propriedades: baixo coeficiente de atrito, alta dureza e boa resistência mecânica. Além disso, apresentam baixa expansão térmica e um módulo de elasticidade (módulo de Young) comparável ao dos metais convencionais. Essas características, combinadas com a fragilidade típica dos quasicristais, tornam essas ligas ideais para revestimentos de superfícies que exigem maior resistência ao desgaste, baixo atrito e proteção contra corrosão. (DUBOIS, 2005a, 2008).

Neste trabalho, o elemento de maior interesse é o Nióbio que, é um metal de transição que possui bons atributos. O estudo da liga quasicristalina Al-Cu-Fe-Nb tem como objetivo avaliar como a adição de nióbio influencia a microestrutura e as propriedades da liga Al-Cu-Fe, que já se destaca por sua alta dureza, baixo atrito, boa resistência à corrosão e baixa expansão térmica. A introdução do nióbio busca melhorar o desempenho mecânico, estabilizar a fase quasicristalina e ampliar as possibilidades de aplicação, especialmente em revestimentos de superfícies expostas a desgaste e corrosão. Dessa forma, pretende-se desenvolver um material avançado que une as qualidades dos quasicristais com os benefícios do nióbio.

2. OBJETIVO GERAL

O objetivo do estudo é investigar como a adição de nióbio à liga Al-Cu-Fe afeta sua microestrutura e propriedades. A intenção é combinar as características dos quasicristais com as do nióbio, buscando melhorar o desempenho da liga resultante.

Para isso, as ligas Al-Cu-Fe serão produzidas com a adição de nióbio como quarto elemento, por meio de técnicas de fundição. Em seguida, serão utilizadas técnicas de caracterização para analisar as mudanças na microestrutura e nas propriedades causadas pela presença do nióbio.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produção das ligas quasicristalinas do sistema Al-Cu-Fe-Nb;
- Tratamento térmico nas ligas brutas de fusão para homogeneização e estabilização da fase icosaédral;
- Caracterizações microestruturais por microscopias eletrônicas de varredura (MEV), difração de raios-x (DRX) e análises térmicas (DTA, DSC);
- Caracterização das ligas por DTG/DTA;
- Produção das ligas por ensaio de microdureza;
- Analise de corrosão;

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 TEORIA DOS QUASICRISTAIS

Os quasicristais, que fazem parte do grupo de Ligas Metálicas Complexas, são caracterizadas (i) por sua fórmula química, (ii) o tamanho de sua célula unitária que são grandes e possuem até milhares de átomos em seu interior, e (iii) a variedade de conjuntos atômicos que esta célula unitária possui (DUBOIS, 2008), e encontram-se numa posição entre o cristal e o amorfo. Diferentemente dos cristais, os quasicristais têm estrutura complexa. Essa estrutura apresenta uma repetição quase-periodica no seu arranjo dos

átomos, quase-periodicidade estas causadas pelas simetrias rotacionais não permitidas pela cristalografia clássica. Os quasicristais são, portanto, estruturas ordenadas à longa distância sem periodicidade de translação. Detém, habitualmente, simetrias de ordem 5, 8,10 ou até 12 interditados pela cristalografia clássica.

Foi através da têmpera rápida de ligas de metais de transição ricas em alumínio que foram descobertas as primeiras fases quasicristalinas (TSAI, 1997). Os quasicristais foram descobertos pelo pesquisador israelense Dan Shechtman, descoberta que lhe rendeu o prêmio Nobel de 2012. Antes da descoberta dos quasicristais, Shechtman estava interessado em encontrar o limite de solubilidade máximo do manganês numa matriz de alumínio, que é bastante baixo em condições normais de solidificação (DUBOIS, 2005a). Para isso, lançou mão de condições drásticas de resfriamento da liga a fim de congelar a fase primitiva metaestável formada no estado líquido. Esta técnica de resfriamento brusco é hoje conhecida como Melt-Spinnig. Certa vez, quando testava uma liga contendo 75% de alumínio e 25% de manganês, Shechtman observou que o padrão de difração dos elétrons não condizia com o padrão esperado para uma rede cristalina de Al-Mn, não as conhecidas até então. O que ele encontrou foram pontos de difração que sugeriam ter vindo de um arranjo cristalino bem ordenado, formado por interferências construtivas, mas que certamente não se tratava de um cristal (Fig. 1). Além de apresentarem um padrão de simetria de ordem 5, os pontos de difração não eram igualmente espaçados; suas distâncias seguiam uma sequência de números crescentes, de razão τ (Useful QuasicrystalsDubois, 2005^a).

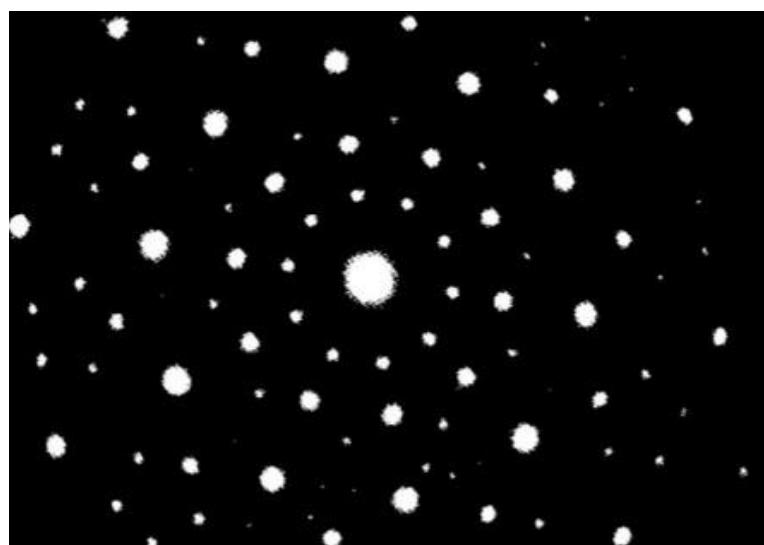


Figura 1. Padrão de difração de elétrons do Al86Mn14 (Shechtmanita), ou fase icosaedral (DUBOIS, 2005).

Os sistemas de ligas metálicas que podem formar quasicristais podem ser produzidos também a base de cobre, níquel, titânio, zinco, zircônio, entre outros (PASSOS, 2006). Os sistemas a base de alumínio são os mais estudados, mais especificamente os compostos por cobre e ferro, devido à facilidade de acesso aos elementos e também o baixo custo de produção destas ligas (LIMA, 2011). A têmpera é uma das muitas técnicas de solidificação rápidas existentes.

Os Quasicristais apresentam propriedades mecânicas, elétricas e tribológicas muito interessantes, a saber: elevada dureza à temperatura ambiente; baixa condutividade térmica e elétrica; baixo coeficiente de atrito e elevada resistência ao desgaste. Também, apresentam-se como materiais frágeis e, por isso, impossíveis de serem utilizados em forma de materiais maciços (LIMA, 2011). Por isso, as pesquisas em Quasicristais buscam desenvolver ligas que retornem características particulares conforme o elemento de liga que está sendo adicionado. A estrutura de um quasicristal apresenta uma repetição quase periódica no arranjo atômico, causada por simetrias rotacionais não permitidas pela cristalografia clássica: eixos de rotação de ordem 5, 8, 10 ou 12 (WOLF; AFONSO, 2014). O que define esta ordem são as unidades estruturais pelas quais são compostos, que podem ser poliedros icosaedrais, octaedrais, dodecaedrais e triacontaedrais.

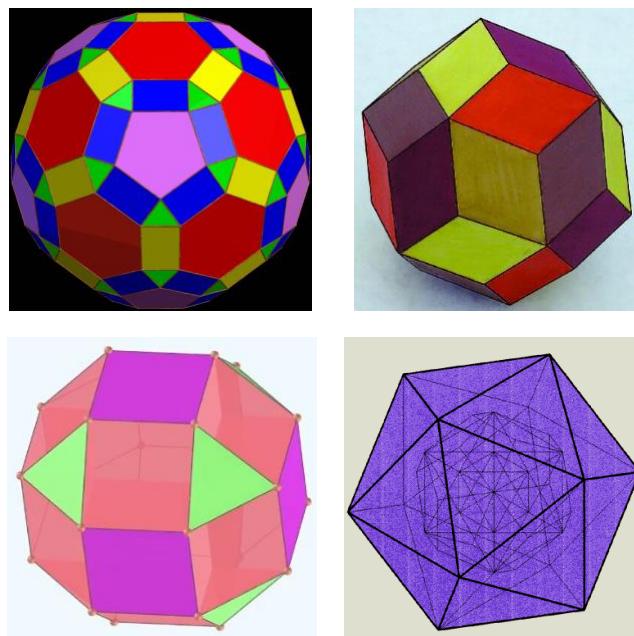


Figura. 2a) poliedro de uma estrutura qc; b) idodecaedro, relacionado à estrutura de qc; c) projeção de um dodecaedro relacionado a simetria quasicristalina; d) de um poliedro de alta simetria, possivelmente um icosaedro característico de qc.

As ligas quasicristalinas são consideradas ligas metálicas estruturalmente complexas (Complex Metallic Alloys – CMA), que abrangem uma classe de compostos intermetálicos que possuem células unitárias muito grandes e que podem conter desde dezenas até mais de 1000 átomos, dispostos em uma aglomeração bem definida (MIZUTANI et al., 2014a). Poucas destas estruturas podem ser resolvidas matematicamente, tanto pelo fato de sua célula unitária ser muito grande como por apresentarem grande quantidade de vacâncias e distorções na rede; porém, existem muitas CMAS com células contendo cerca de 20 a 500 átomos que não apresentam distúrbio químico ou vacâncias em sistemas de ligas binárias como, por exemplo, o icosaedro que possui 12 átomos, o dodecaedro que possui 20 átomos, e o icosaedro truncado que possui 60 átomos. A estrutura formada pela união das cascas anteriormente citadas é chamada de Triacontaedro Rômbico (MIZUTANI et al., 2014a).

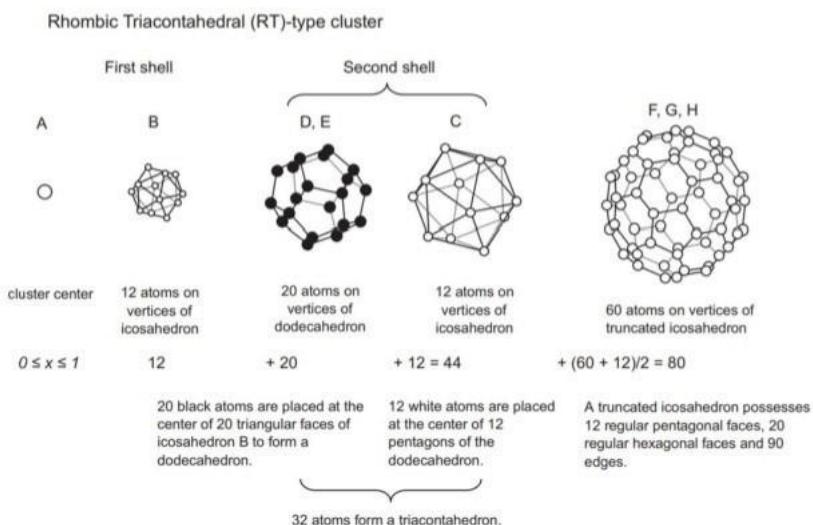


Figura 3. Sucessivas estruturas em casca de um aglomerado atômico de um quasicristal do tipo Triacontaedral Rômbico e suas aproximações (MIZUTANI et al., 2014a).

Já foram observados mais de 100 sistemas de ligas aptas a formarem quasicristais, demonstrando que estas estruturas não são uma exceção. A descoberta de ligas estáveis de quasicristais levou a um aumento no estudo, compreensão e desenvolvimento de um novo grupo de materiais cristalinos (TSAI, 1997).

De maneira geral, as ligas quasicristalinas apresentam uma faixa de composição bastante restrita e sua composição se assemelha a algumas fases de cristais periódicos. Essas fases cristalinas não apenas têm composições bastante similares, mas também estruturas que se assemelham à do quasicristal verdadeiro. Por esses motivos, são referidas como fases "aproximadas". Normalmente, essas fases se formam a partir de células unitárias com simetrias baixas, como as ortorrômbicas e monoclinas, e possuem retículos cristalinos que contêm um número elevado de átomos (Dubois, 2005; Wolf et al., 2018). Assim, qualquer desvio na

composição das ligas quasicristalinas pode resultar na conversão dessas fases em fases "aproximadas".

Por conta de sua estrutura distinta, os quasicristais apresentam uma variedade de propriedades notáveis, incluindo baixa condutividade térmica com coeficiente térmico positivo, baixo coeficiente de atrito, baixa adesão e excelente resistência à corrosão e oxidação. A fraqueza desses materiais normalmente se manifesta como alta fragilidade em temperatura ambiente, o que inviabiliza seu uso em aplicações estruturais. Contudo, a combinação de suas características físicas e químicas faz deles candidatos promissores para uso em revestimentos de superfícies (Zhou et al., 2006) e como reforços em matrizes dúcteis (Fan & Inoue, 2001; J. L. Lu et al., 2020; Wolf et al., 2017).

3.2 ESTRUTURA ICOSAEDRAL

Um padrão de difração indicando simetria icosaédrica, até então proibida na cristalografia tradicional, da liga Al-Mn, preparada por uma técnica de resfriamento rápido da fusão, chocou o mundo da ciência dos materiais (BANCEL et al., 1985; ROSAS; PEREZ, 1998; TSAI, 2013). A nova fase gera uma matriz não periódica de picos de difração no padrão de difração, indicando um arranjo aperiódico de átomos. Tradicionalmente, uma estrutura cristalina é definida por uma repetição periódica de uma célula unitária, e a periodicidade é outra definição para simetria translacional, a forma mais estrita de ordem de longo alcance (HU et al., 2024; MUKHOPADHYAY; YADAV, 2022). Por outro lado, um icosaedro é localmente o arranjo mais densamente compactado, mas uma simetria icosaédrica é incompatível com a simetria translacional porque o motivo icosaédrico sozinho não pode preencher completamente o espaço em três dimensões.

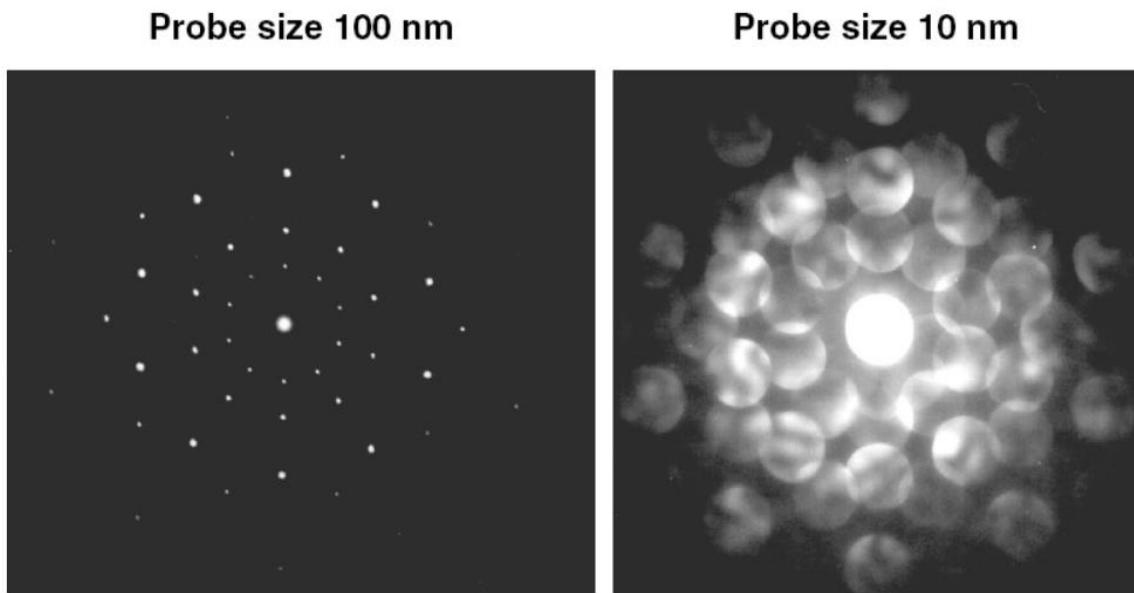


Figura 4. Padrões selecionados de difração de elétrons e difração de elétrons de feixe convergente obtidos ao longo de um eixo quíntuplo do Al75Cu15V10 iQc (icosahedral clusters, icosahedral order and stability of quasicrystals—a view of metallurgy *Tsai, 2008).

O primeiro IQC estável a ser descoberto pertenceu ao sistema Al–Li–Cu. Ele foi previamente atribuído a uma fase desconhecida, designada T2 no diagrama de fases (REYNOLDS et al., 1990; SHEN; SHIFLET; POON, 1988). Este IQC estável tem uma morfologia triacontaédrica rômbica que tem simetria icosaédrica. Grãos únicos têm comprimentos de correlação (z) estimados a partir de larguras de pico de difração de acordo com $z = p/\text{HWHM}$ (HWHM: metade da largura na metade do máximo) na faixa aproximada de 500–1000 Å.

Ao longo das últimas décadas, mais de cem ligas (FUJITA et al., 2024; JANSSEN, 1986) foram verificadas como quasicristais icosaédricos estáveis (iQcs). Sem dúvida, o quasicristal não é mais uma forma única de sólido; ele existe universalmente em muitas ligas metálicas e alguns polímeros (TSAI, 2008). Exceto pelo sistema Al–Li–Cu, todos os iQcs estáveis são bem ordenados em estrutura e quase livres de defeitos e desordem, como evidenciado por estudos de difração de raios X e elétrons, onde iQcs estáveis revelam larguras de pico tão nítidas quanto as de cristais perfeitos como Si, o que permite estudar a estrutura em detalhes. Acredita-se que a estrutura do iQc metaestável contenha unidades estruturais que também existem no iQc estável e no estado líquido. Portanto, o iQc metaestável pode ser considerado um intermediário entre os dois últimos estados e, ao incorporar informações estruturais dos três estados, pode-se obter uma visão sobre o porquê de a natureza preferir a estrutura quasicristalina.

Para um iQc AlPdMn estável, a ordem icosaédrica é observada no estado líquido logo acima da temperatura de fusão (KLEIN et al., 1997). Para um Al–Mn iQc metaestável a ordem icosaédrica é observada no estado líquido sub-resfriado (NUTKINS, 1958b). Ordens icosaédricas observadas em ligas amorfas de AlCuV e AlMnSi são outra prova de que a ordem icosaédrica existe no líquido sub-resfriado. Recentemente, houve um relato interessante da observação de uma ordem icosaédrica de curto alcance aprimorada com sub-resfriamento em líquidos ti 39,5 Zr 39,5 Ni 21 que formam iQcs após rápida solidificação, em uma gota levitada eletrosticamente (NUTKINS, 1958a).

3.3 ESTRUTURA DECAGONAL

Existem muitos QC's decagonais estáveis e metaestáveis conhecidos, a maioria deles baseados em Al (Figura 5). Todos são fases ternárias e alguns deles têm uma ampla faixa de estabilidade composicional indicando contribuições entrópicas para sua estabilidade por desordem química (STEURER, 2014).

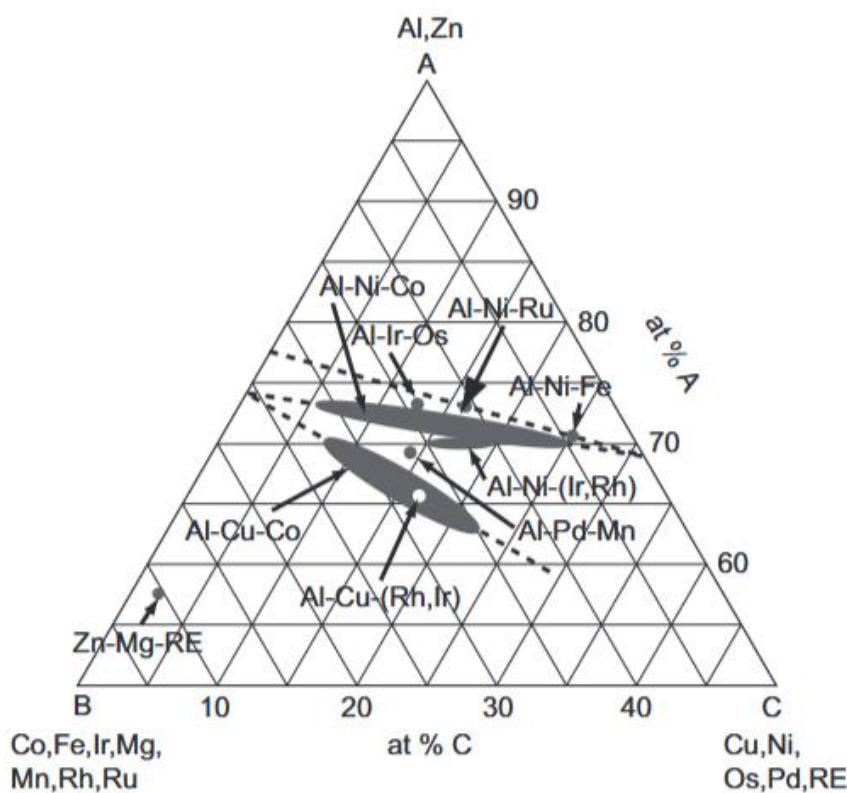


Figura 5. Regiões de estabilidade de quasicristais decagonais (Steurer, W., Deloudi, S., 2008. *Fascinating quasicrystals. Acta Crystallogr. A* 64, 1–11.).

Geometricamente, suas estruturas podem ser vistas como empilhamento periódico de camadas atômicas quasiperiódicas ou como cobertura de mosaicos quasiperiódicos 2D por aglomerados colunares parcialmente sobrepostos (cf. Seção 1.2.2.4). Os aglomerados colunares, geralmente baseados em decágonos Gummelt, podem exibir periodicidade de 2, 4, 6 ou 8 camadas. É preciso ter em mente, no entanto, que os QC decagonais não são de forma algumas estruturas de camadas e que os aglomerados colunares são meras unidades estruturais de construção. Os mosaicos subjacentes à maioria das estruturas de QC decagonais estão intimamente relacionados ao PT 2D em uma de suas variantes: o PT romb, o PT pentagonal ou o mosaico hexágono-barco-estrela (HBS). Os aproximadamente 20 QC decagonais estáveis conhecidos até agora podem ser atribuídos às seguintes classes (Steurer, 2004; Steurer, W., 2004. Twenty years of structure research on quasicrystals. Part 1. Pentagonal, octagonal, decagonal and dodecagonal quasicrystals (STEURER, 2004).

1. Two-layer periodicity (sometimes with twofold superstructure along the periodic direction leading to a four-layer period).
 - d-Co-Ni-Al type: Me-Cu-Al (Me = Co, Rh, Ir), Me-Ni-Al (Me = Co, Fe, Rh, Ru).
 - d-Dy-Mg-Zn type: RE-Mg-Zn (RE = Y, Dy, Ho, Er, Tm, Lu).
2. Six-layer periodicity.
 - d-Mn-Pd-Al type: Mn-Pd-Al, Mn-Fe-Al-Ge, Co-Cu-Ga, Cu-Fe-Ga-Si, V-Ni-Ga-Si.
3. Eight-layer periodicity.
 - d-Os-Pd-Al type: Ru-Ni-Al, Me-Pd-Al (Me = Fe, Ru, Os), Os-Ir-Al.

Um exemplo de uma estrutura QC decagonal é mostrado na Figura 6 (a). O arranjo de superaglomerados dos aglomerados colunares fundamentais de ≈ 20 Å de diâmetro (decágonos sombreados) é indicado. Se a estrutura QC infinita for tomada módulo uma célula unitária do PAS, a imagem mostrada na Figura 6 (b) é obtida. Ela também resulta da projeção oblíqua da célula unitária 5D, também pode ser vista como sua sombra do hiperespaço. No espaço 5D, os domínios de ocupação distorcidos do PAS têm simetria pentagonal (5m), a decoração química com átomos de Al e TM é claramente visível. Uma discussão detalhada das estruturas de vários QC decagonais baseados em Al podem ser encontrados em Deloudi e Steurer (2011) (DELOUDI; FLEISCHER; STEURER, 2011).

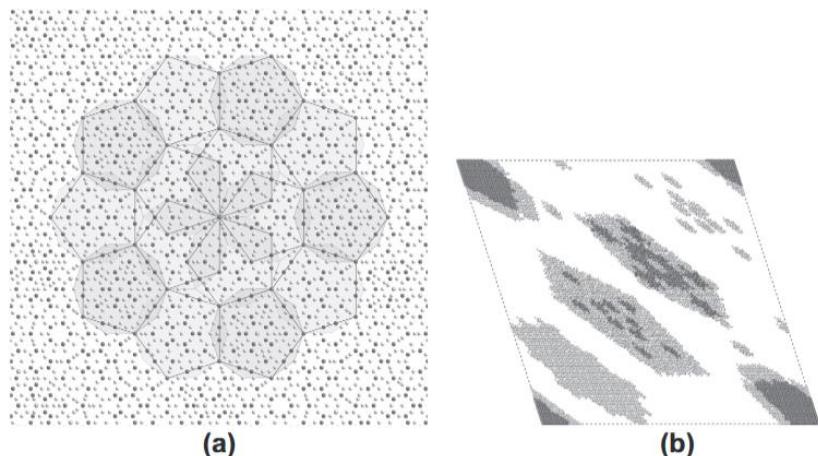


Figura 6. (a) 100 x 100 \AA Seção da estrutura de d-Co-Ni-Al e (b) uma célula unitária de sua estrutura média periódica monoclinic.. A decoração química das superfícies atômicas ainda é visível após a projeção oblíqua (Steurer; Deloudi, 2008).

Em um estudo de Tsai, Inoue e Masumoto (1989), analisando o efeito da substituição do ferro por cobalto na composição Al₆₅Cu₂₀Fe_{15-x}Co_x (x = 0, 5, 10, 15 e 20% at), verificaram que a fase icosaedral e decagonal coexistiam, porém, com o aumento do teor de cobalto na liga, a fase decagonal aparecia com maior evidência. Essa estrutura decagonal, agora estável, apresentou uma morfologia colunar que é significativamente diferente da morfologia pentagonal encontrada na simetria icosaedral. O comprimento dessas colunas foi estimado em cerca de 0,05 a 0,15 mm Figura 4 (TSAI, 2008).

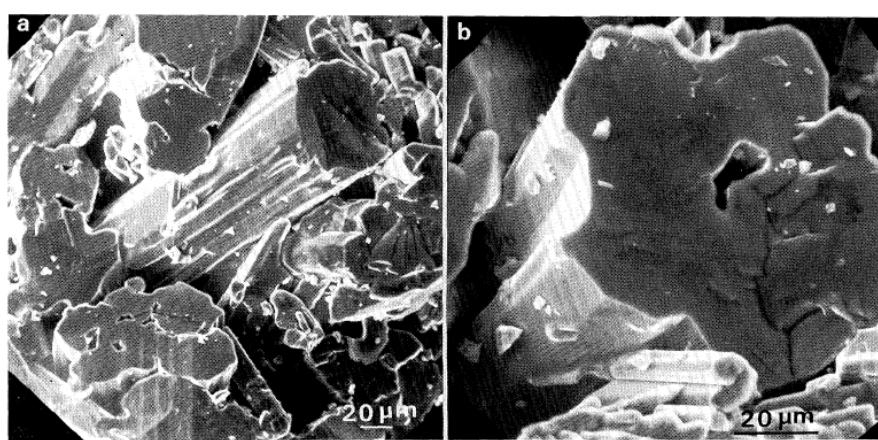


Figura 7. MEV da liga Al₆₅Cu₁₅Co₂₀ solidificação convencional Fonte: Tsai, Inoue e Masumoto (1989).

A fase decagonal resulta de uma reação peritética entre a fase cúbica B2-Al (Cu, Co) e o líquido remanescente durante a solidificação (GRUSHKO; URBAN, 1991).

Atualizações acerca do diagrama AlCuCo foram reportadas por Kazennov et al (2011) (KAZENNOV et al., 2011a). Os estudos numa região rica em alumínio a 610 °C apontaram dois grupos de fases, as quais algumas eram compostas por outras binárias e ternárias. As fases binárias compreendem principalmente a fase B2-CoAl (cúbico tipo CsCl) com parâmetro de rede cerca de 0,29139 nm e composição de aproximadamente 52,9% Al e 43,6% at de Cu. Já a fase monoclinica m-Co₄Al₁₃ com 7% at de cobre. Quatro fases formam o conjunto de fase ternária, a fase decagonal D com uma composição de aproximadamente Al₆₅Cu₁₇Co₁₈, a fase hexagonal H- Al₆₀Cu₂₆Co₁₄, a fase tetragonal ω com composição variável de 68,5-69,1 % Al, 10,8-13,2 % Co e 17,1-20,6% at. de Cu e, por último, a fase cúbica β' que ocorre em torno da composição Al₅₇Cu₃₅Co₈.

De acordo com Kazennov et al (2011), a fase decagonal quasicristalina mostrou-se termodinamicamente estável, pois não houve a ocorrência de nenhuma mudança estrutural ou de composição mesmo depois de recozida a 610 °C por 1000h. Ela forma linhas de ligação com B2, m-Co₄Al₁₃, m-Co₂Al₉, H- Al₆₀Cu₂₆Co₁₄, e a fase tetragonal ω (Figura 8).

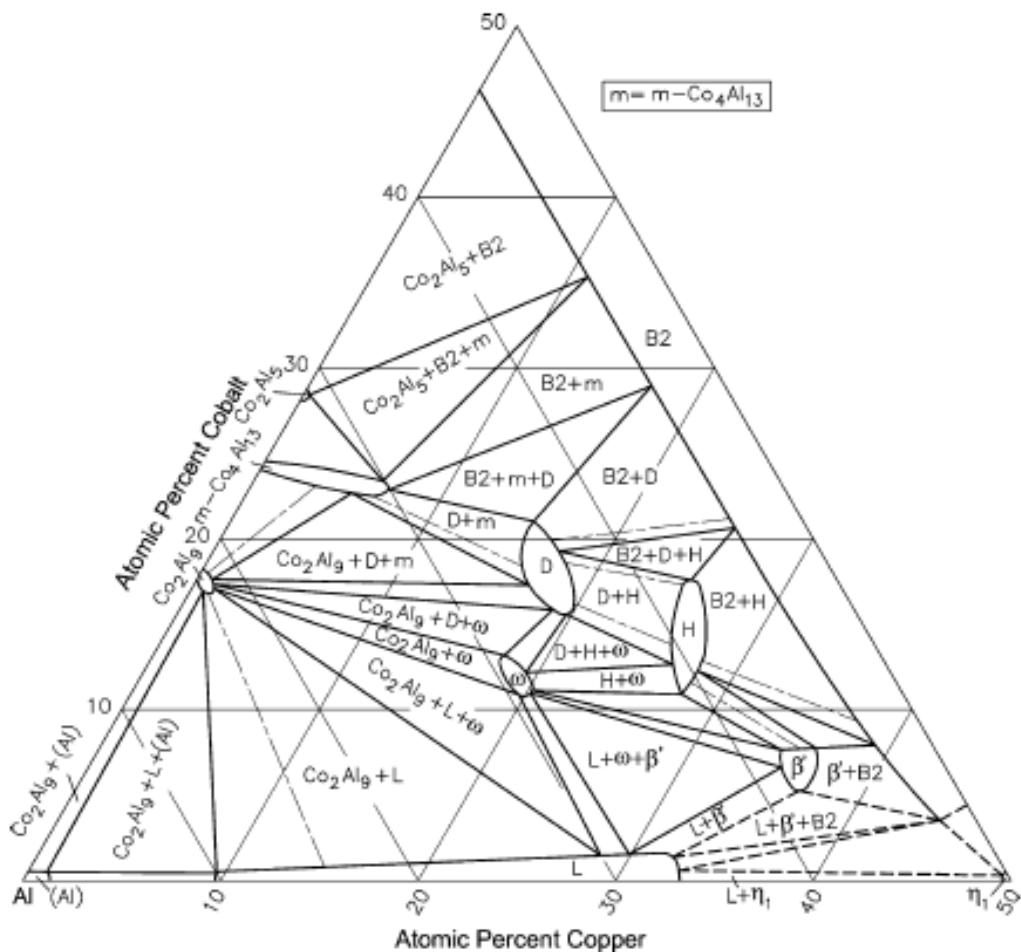


Figura 8. Seção do diagrama de fase Al-Cu-Co da região rica em Al a 610°C (KAZENNOV et al., 2011b).

O primeiro DQC estável foi descoberto no sistema Al–Cu–Co (He et al., 1988); mais tarde, a existência de DQCs estáveis nos sistemas Al–Cu–Rh (Tsai et al., 1989) e Al–Cu–Ir (Athanasios, 1997) foi relatada, abrindo caminho para estudar estruturas DQC que diferem apenas por um elemento substituído isomorficamente. O Al–Cu–Co decagonal foi refinado anteriormente apenas com base em dados de difração de raios X internos (Steurer & Kuo, 1990), enquanto d(ecagonal)-Al–Cu–Rh e d-Al–Cu–Ir não foram estudados ainda por difração de raios X de cristal único. Até agora apenas algumas estruturas de DQCs foram quantitativamente analisadas com base em grandes conjuntos de dados de difração de raios X sincrotron : o d-Al–Ni–Co rico em Ni básico foi refinado usando a técnica de modelagem de superfícies atômicas de cinco dimensões (Cervellino et al., 2002), o método de incorporação de cluster de cinco dimensões (Takakura et al., 2001), bem como pelo conceito de célula unitária média (AUC) do espaço físico (Wolny, 1998), que também é usado no presente artigo (Wolny et al., 2008; Kuczera et al., 2010). Co-rico d-Al–Ni–Co, uma superestrutura dupla de básico Ni-rico d-Al–Ni–Co ao longo

da direção periódica, foi determinado usando a abordagem de incorporação de cluster de cinco dimensões (STRUTZ; YAMAMOTO; STEURER, 2009, 2010), enquanto o tipo de superestrutura foi refinado empregando o conceito AUC (KUCZERA; WOLNY; STEURER, 2012).

3.4 ESTRUTURAS DA LIGA ALCUFE

Destacaremos aqui duas das diversas estruturas encontradas em quasicristais à base de alumínio: a estrutura icosaédral, referente às ligas AlCuFe; e a estrutura decagonal, em ligas AlCuCo. A primeira, com eixo de rotação de ordem 5, dá origem a um icosaedro, um poliedro regular convexo composto por 20 faces triangulares. A segunda, com eixo de ordem 10, retorna uma estrutura de morfologia colunar; quer dizer, ao longo do eixo de rotação, na direção normal a este, forma-se um empilhamento periódico de planos decagonais (DOLINŠEK; SMONTARA, 2011b).

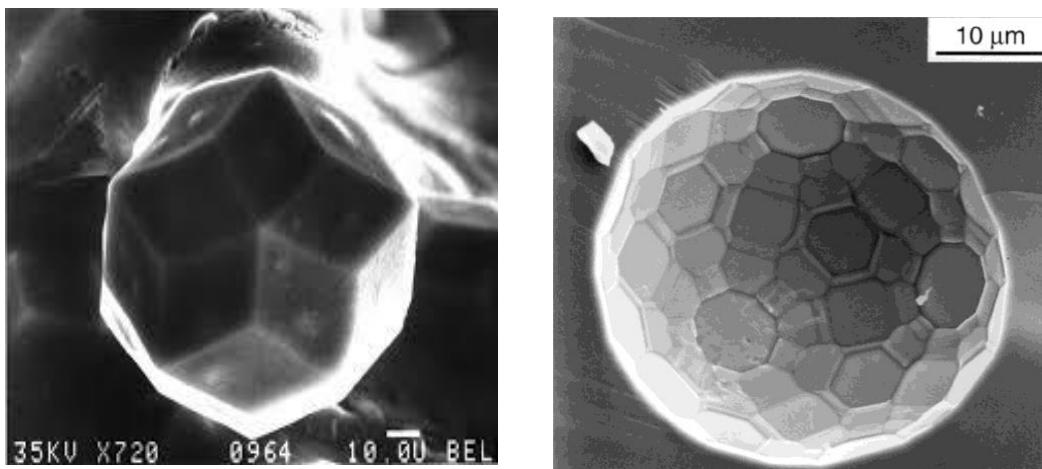


Figura 9. Fotomicrografias obtivas em MEV de quasicristais estáveis: (a) liga icosaédrica de AlCuFe e (b) liga decagonal Al-Ni-Co (Beeli; Godecke; Luck, 1998; Tsai; Cui, 2015).

3.4.1 ALCUFE (ICOSAEDRAL)

Bradley e Goldsmith foram os primeiros a observarem uma correlação entre composição e formação de uma fase quasicristalina icosaedral, em uma liga do sistema ternário AlCuFe (SILVANA; VIANA; PESSOA -PARAÍBA, 2009). Eles identificaram uma fase a qual chamaram de Ψ (psi), composta por Al₆Cu₂Fe, que seria resultado de uma reação peritética entre a fase β_2 -AlFe₃ e o líquido remanescente de uma liga Al₆₅Cu_{22,5}Fe_{12,5} (BRUNO; SILVA; DE LIMA, 2015). A Figura 10 mostra o diagrama de fases ternário de uma liga AlCuFe rica em alumínio (%at. Al > 50).

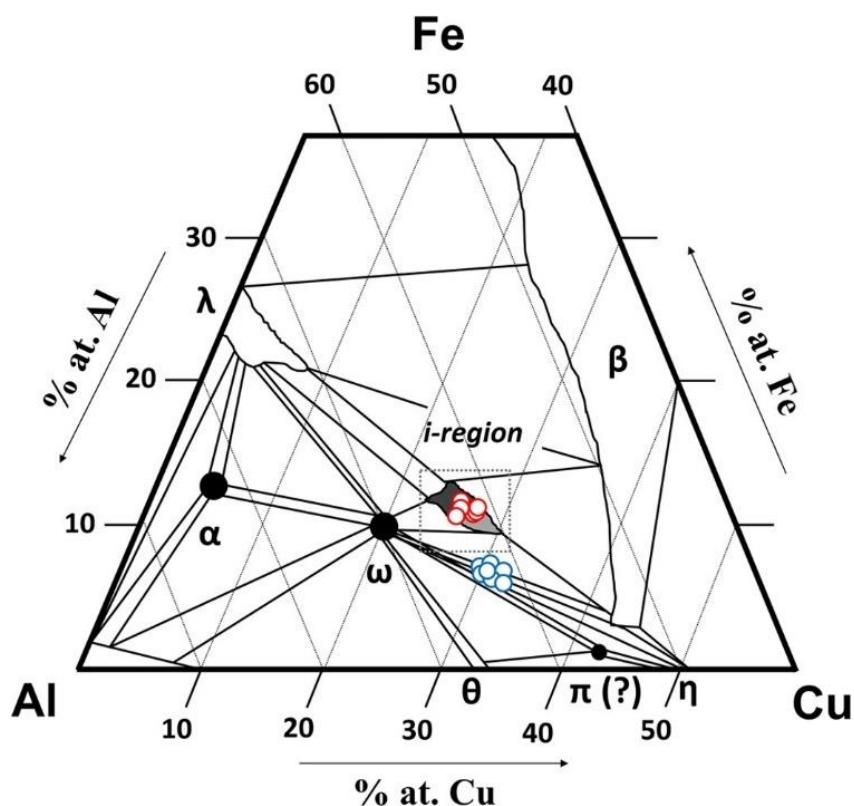


Figura 10. Diagrama de fases ternário de uma liga AlCuFe rica em alumínio (LIMA, 2011).

Através do diagrama acima podemos observar que a fase quasicristalina só pode existir em uma pequena faixa de composição, o que torna a produção de uma liga de boa qualidade em escala industrial um grande desafio. A tabela 1 mostra algumas propriedades da liga AlCuFe de fase icosaédral.

Tabela 1. Propriedades das ligas AlCuFe (Souza, 2009)

Módulo de elasticidade	118 – 148 (GPa)
Dureza	818 – 1000 (HV)
Coeficiente de Atrito	0,05 – 0,2
Tenacidade à Fratura	1Mpa.m ^{1/2}
Condutividade Térmica	2W/m.K
Energia Superficial	24 – 25 (mJ/m ²)

3.5 LIGAS QUASICRISTALINAS COM ADIÇÃO DE UM QUARTO ELEMENTO

3.5.1 AlCuFeB

Várias pesquisas demonstram que a maioria dos quasicristais são bastante vulneráveis a temperaturas normais e podem ser facilmente fraturadas, mesmo com deformações mínimas. Quando expostas a temperaturas elevadas, as ligas A1-Cu-TM (TM = Fe-B, Cr, Si) apresentam uma plasticidade considerável após serem comprimidas. No que diz respeito às ligas quasicristalinas de Al-Cu-Fe, a adição de uma pequena quantidade de boro pode alterar sua estrutura e melhorar de forma significativa a resistência à fratura desses materiais. Em geral, como os quasicristais não possuem uma deformação plástica em temperatura ambiente, a análise da tenacidade à fratura desses materiais é mais complexa em comparação com outras ligas convencionais (GOLDMAN ALAN I GOLDMAN; SORDELET DANIEL J SORDELET; DUBOIS JEAN-MARIE DUBOIS; THIEL PATRICIA ANN THIEL, 1997; JANOT, 1998a; SORDELET; BESSER; LOGSDON, 1998). O aumento da concentração de Boro na liga AlCuFe, promove a formação da transformação das fases i-AlCuFeB → ω -Al7Cu2Fe em função da fase cúbica β -Al13Cu4Fe3, e uma provável contribuição do boro para a estabilidade da fase icosaédrica. Em relação a liga produzida por Melt-Sppin, a adição de 5%at de Boro facilita a obtenção de fitas com melhor definição dos picos associados às fases i-AlCuFeB → ω -Al7Cu2Fe (NASCIMENTO, 2021)

O Boro, quando acrescentado a liga icosaédral AlCuFe, afeta notavelmente os valores de microdureza e, o valor de resistividade elétrica em temperatura ambiente, para a liga pertence Al 59 Cu 25,5 Fe 12,5 B 3 atinge um valor de 553 μ .cm, o que pode ser atribuído principalmente à presença da fase quasicristalina (AMINI et al., 2020). As

análises espectrais de absorância e transmitância indicam que a presença do Boro, pode melhorar a absorância da luz solar provavelmente melhor do que filmes finos de TiO₂ (AMINI et al., 2020).

Logo utilizaram a técnica de indentaçāo Vickers para determinar o módulo de elasticidade, a microdureza e a tenacidade à fratura da liga quasicristalina Al59Cu25,5Fe12,5B3, obtendo valores de 134 GPa, 6,5 GPa e 1,36 MPa·m^{1/2}, respectivamente. Foi notado que o tamanho radial das fissuras geradas é aproximadamente de 250 a 500 nm. A partir desses dados, concluíram que a formação de fissuras e sua propagação dependem da microestrutura do material, que contém microfissuras pré-existentes e um número reduzido de poros. A fratura desse quasicristal, provocada pela indentaçāo, pode ter sido influenciada pela presença de falhas intergranulares e transgranulares (XI-YING; PEI-YAO; SHI-QIANG, 2003).

3.5.2 AlCuFeSi

A liga AlCuFeSi tem se destacado na área da ciência dos materiais devido às suas características únicas e ampla aplicabilidade em tecnologias diversas, essa liga reúne elementos que proporcionam propriedades mecânicas, térmicas e resistência à corrosão superiores. A presença do silício é crucial para a alteração da microestrutura e para a melhoria das qualidades do sistema AlCuFe, tornando-a mais adequada para determinadas aplicações. O alumínio proporciona leveza e resistência à corrosão, enquanto o cobre contribui para a resistência mecânica e a eficácia na condução elétrica (MITKA; GÓRAL; LITYŃSKA-DOBRZYŃSKA, 2021).

O ferro e o silício, por sua vez, são utilizados para fortalecer a criação de fases intermetálicas, o que resulta em maior dureza e resistência ao desgaste. Essa liga é amplamente adotada em várias indústrias, incluindo as do setor automotivo e aeroespacial, além de ser usada na produção de componentes estruturais e peças fundidas.

A performance da liga pode oscilar conforme a fração de cada elemento presente na composição, permitindo alterações específicas para diferentes finalidades. Além disso, a liga AlCuFeSi pode ser manipulada através de várias técnicas metalúrgicas, como moldagem e tratamento térmico, ajustando suas características a cada requisito (LI et al., 2014).

3.5.3 AlCrFe

Enquanto investigavam o efeito de elementos substitucionais na morfologia de uma liga quasicristalina icosaedral de AlCuFe, TSAI et al. (1989) descobriram que qualquer substituição de cobre por ferro na liga Al₆₅Cu₁₅Fe₂₀ provoca a formação de uma fase decagonal na microestrutura, tanto quando obtidos por fusão convencional e tratamento térmico como quando obtidos por solidificação rápida (INOUE; TSAI; MASUMOTO, 1990a). Todos os quasicristais decagonais estáveis são constituídos por fases ternárias, onde os elementos de maior concentração (>50%at) correspondem ao Al ou ao Zn (STEURER, 2014).

Esta fase se apresenta com um padrão de difração com eixo de rotação de ordem 10, onde os planos decagonais se apresentam empilhados ao longo do eixo normal ao plano. Ou seja, “a estrutura pode ser descrita como um empilhamento periódico dos planos aperiodicamente ordenados”. Por causa destas características, a fase decagonal possui propriedades anisotrópicas quando aferidas através de diferentes direções cristalográficas, sejam físicas, elétricas ou tribológicas (DOLINŠEK; SMONTARA, 2011a).

O quase-cristal do tipo Al-Cu-Fe, tem sido o mais utilizado e investigado (ROSAS; PEREZ, 1998), devido à baixa toxicidade e custo de material comparado a outros. Porém, as pesquisas sobre o quase-cristal do tipo Al-Cr-Fe não sejam tão abundantes, elas levam a discussões a respeito da presença do Cr junto com os elementos Al e Fe. As técnicas utilizadas na obtenção da fase quasicristalina desse tipo de quase-cristal, apresentadas na literatura, são a deposição (DEMANGE et al., 2002; LI et al., 2015b, 2015c), “melt-spinning” ou solidificação rápida (LI et al., 2015a) e o jato de plasma no vácuo (CAI et al., 2006).

Observou-se em alguns estudos, que através do processamento possibilitou o aumento de fase quasicristalina, sendo este um método a ser utilizado nesse estudo para obter a fase quasicristalina icosaedral e decagonal, logo abaixo nas imagens podemos perceber prováveis estruturas decagonais

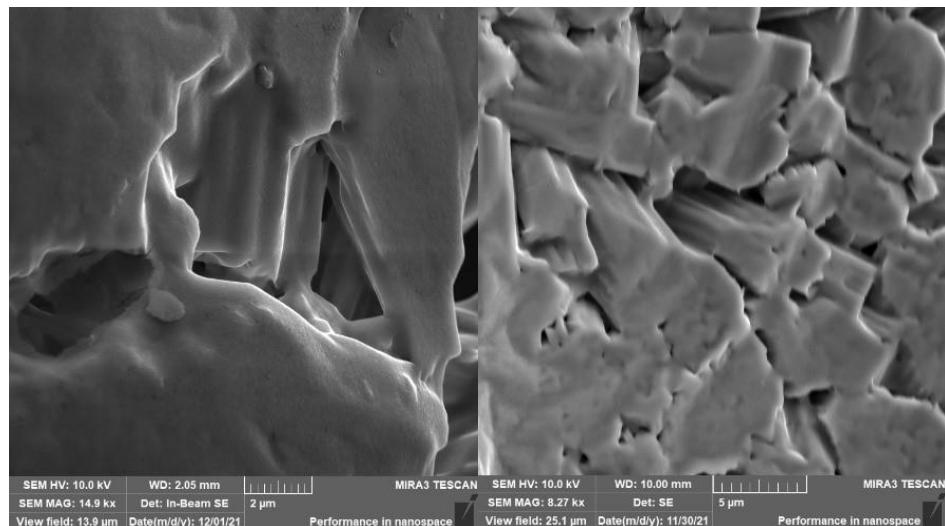


Figura 11. Provável estrutura decagonal nas imagens da liga AlCrFe com um aumento a) 15000x (à esquerda); b) 10000x (à direita).

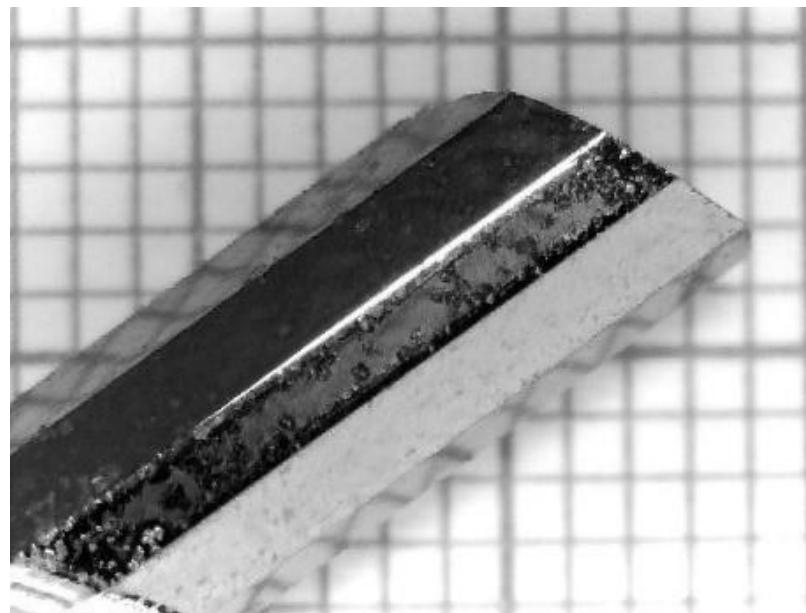


Figura 12. Exemplo de uma liga decagonal. Fonte: Novel Materials.

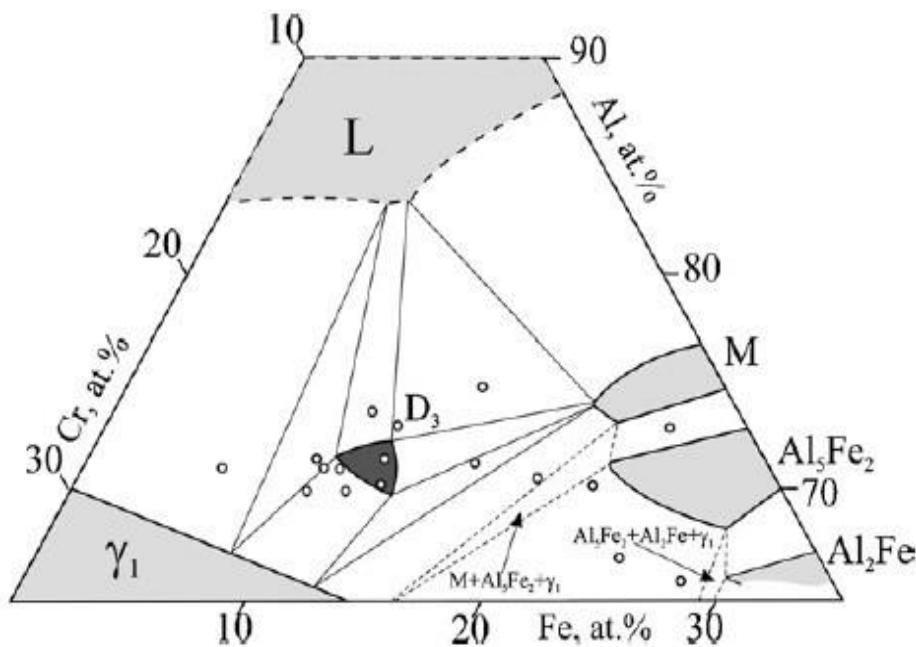


Figura 13. Diagrama de fases ternário de uma liga AlCrFe.

Observamos que numa certa faixa de temperatura cerca de 1065º graus a liga AlCrFe após ser recozida gera uma fase estável de periodicidade decagonal logo (uma fase em equilíbrio “perfeição” meio que uma estrutura completamente empacota e estável (GHOSH et al., 2008).

O recozimento em 1020º e 950ºC resultou em uma estrutura decagonal de alta qualidade, (ordenadas) então a faixa boa de ter a estrutura decagonal estável é na temperatura de recozimento entre 1020º e 950º (abaixo disso já vira desordenada) já perde as propriedades dessa fase, onde já não é mais viável recozimento abaixo de 950º, ou seja, essa liga vai depender da temperatura que vai ser usada (pois ele perde a propriedade estável e ordenada com a variação da temperatura) ela depende da temperatura (LI et al., 2016).

3.5.4 AlCuFeMn

O Manganês é adicionado às ligas de alumínio cristalinas como um aditivo que visa aumentar a resistência da liga. Ele pode estar dissolvido na matriz ou contribuir para o surgimento de precipitados finos, oferecendo fortalecimento na solução sólida e promovendo benefícios no endurecimento por precipitação, conforme destacado por J. Lu et al. em 2021 (WANG; PENG; GOURLAY, 2024; YE et al., 2021).

O Manganês é um elemento que pode ser encontrado no alumínio reciclado. Por essa razão, é fundamental avaliar como esse elemento influencia as ligas quasicristalinas derivadas desses materiais reciclados. Observa-se uma falta de publicações que tratem da liga quasicristalina do sistema AlCuFe com a incorporação de Manganês, o que resulta em uma escassez de informações sobre a microestrutura e as transformações de fase dessa liga. Entretanto, é reconhecido que, ao se adicionar Mn, a fase icosaédrica do sistema AlCuFe apresenta instabilidade, o que favorece a formação de uma fase quasicristalina decagonal, segundo Yadav et al. em 2010 (INOUE; TSAI; MASUMOTO, 1990b; YADAV et al., 2010).

3.5.5 AlCuFeAg

A liga composta por AlCuFeAg tem atraído a atenção de pesquisadores em razão de suas propriedades distintas e do seu potencial para usos avançados. Formada por alumínio (Al), cobre (Cu), ferro (Fe) e prata (Ag), essa liga une elementos que proporcionam características mecânicas, térmicas e de resistência à corrosão de alta qualidade. O elemento prata, em especial, é fundamental para a alteração da microestrutura e para a melhoria das propriedades do sistema AlCuFe, o que a torna mais apropriada para determinadas aplicações.

A composição quasicristalina da liga AlCuFeAg é uma de suas principais distinções. Ao contrário dos materiais cristalinos convencionais, que apresentam uma organização atômica regular, os quasicristais possuem uma ordem a longo alcance sem intervalos previsíveis. Essa configuração peculiar resulta em características como elevada dureza, baixa capacidade de condução térmica e excelente resistência à corrosão. A inclusão de prata na liga facilita o surgimento de fases intermetálicas, que fortalecem a estrutura e aumentam tanto a estabilidade térmica quanto a mecânica do material.

As características da liga são influenciadas pela proporção de seus componentes e pelos métodos de fabricação empregados. Por exemplo, a incorporação de prata pode elevar a resistência ao desgaste e à oxidação, tornando-a adequada para condições adversas. Além disso, a liga se destaca por sua boa ductilidade e resistência mecânica, sendo apropriada para uso em elementos estruturais e camadas protetoras. As principais utilizações da liga AlCuFeAg incluem áreas como a indústria aeroespacial, onde suas propriedades leves e resistência a altas temperaturas são cruciais, além da indústria

automotiva, para a produção de componentes que necessitam de durabilidade e resistência ao desgaste. Sua baixa capacidade de condução térmica também a torna atraente para atividades relacionadas a isolamentos térmicos e componentes eletrônicos.

Em síntese, a liga AlCuFeAg simboliza um progresso significativo no domínio dos materiais quasicristalinos, reunindo propriedades mecânicas, térmicas e resistência à corrosão que a qualificam para uma variedade de aplicações industriais (NASCIMENTO, 2024).

3.5.6 AlNiCo

A liga Al-Ni-Co é conhecida por formar fases quasiperiódicas, ou quasicristalinas, que exibem propriedades únicas e têm sido objeto de diversos estudos científicos. Joseph et al. analisaram sistematicamente as fases decagonais Al-Ni-Co e identificaram que apenas a fase decagonal rica em Ni apresenta uma estrutura quasiperiódica ideal, enquanto as demais exibem estruturas cristalinas e aleatórias. Essa fase ideal é estável apenas acima de 800 °C, transformando-se em uma fase decagonal e fases cristalinas em temperaturas mais baixas (YAN; PENNYCOOK; TSAI, 1998).

A aplicação potencial de quasicristais para catálise foi investigada pela primeira vez por Nosaki et al. Catalisadores preparados a partir de quasicristais mostraram altas atividades catalíticas e altas seletividades em relação ao butanal (na hidrogenação do crotonaldeído) e à etilamina (na hidrogenação do acetonitrila) (NGOC et al., 2009). Essas ligas, após tratamento alcalino, fornecem catalisadores metálicos dispersos de NiCo em uma forma esquelética com alto grau de redução. Por lixiviação alcalina, essas ligas quasicristalinas podem ser usadas como precursores para catalisadores de hidrogenação altamente ativos comparáveis ou mais ativos do que um catalisador de Ni Raney de referência. Este tipo de catalisadores baseados em níquel e cobalto é muito ativo em reações de hidrogenação de crotonaldeído e acetonitrila. Para a reação de acetonitrila, os catalisadores QC apresentam atividades semelhantes aos catalisadores de níquel Raney, mas exibem uma maior seletividade em relação ao produto desejado (NGOC et al., 2009). Alguns estudos fundamentais de adsorção e/ou reatividade de moléculas simples (por exemplo, CO, CH₃OH e H₂) na superfície de quasicristais como Al-Pd-Mn, Al-Ni-Co e Ti-Zr-Ni também foram relatados (JENKS; LOGRASSO; THIEL, 1998; JENKS; THIEL, 1998; MCGRATH et al., 2002; SADOC et al., 2003).

A tenacidade à fratura de ligas AlNiCo D-QC é de cerca de $1,01 \pm 0,09 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, indicando a alta fragilidade do material. Além disso, o limite de escoamento foi avaliado em $\sim 2,88 \text{ GPa}$, que pode ser considerado a resistência à tração final do material (LIU; YANG; FAN, 2003).

Trabalhos já mostraram que compósitos de matriz metálica combinada com a liga de reforço quasicristalina Al₆₅Co₂₀Cu₁₅ promove maior resistência à corrosão dos revestimentos compostos produzidos por infiltração sem pressão em soluções de ácido sulfúrico e nítrico e a matriz BrOTs combinada com a liga de reforço Al₇₂Co₁₈Ni₁₀ em soluções de ácido clorídrico e ortofosfato. A menor taxa de corrosão em ambientes ácidos é devido a uma combinação das propriedades de inibição de corrosão dos quasicristais decagonais e da matriz de bronze (SUKHOVA; POLONSKYY, 2021).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

A Figura 14 mostra o fluxograma indicando a metodologia empregada na primeira etapa do trabalho, que foi realizada no LRS/UFPB. Nos sub-capítulos seguintes, mostrasse a descrição detalhada dos materiais utilizados e da metodologia empregada.

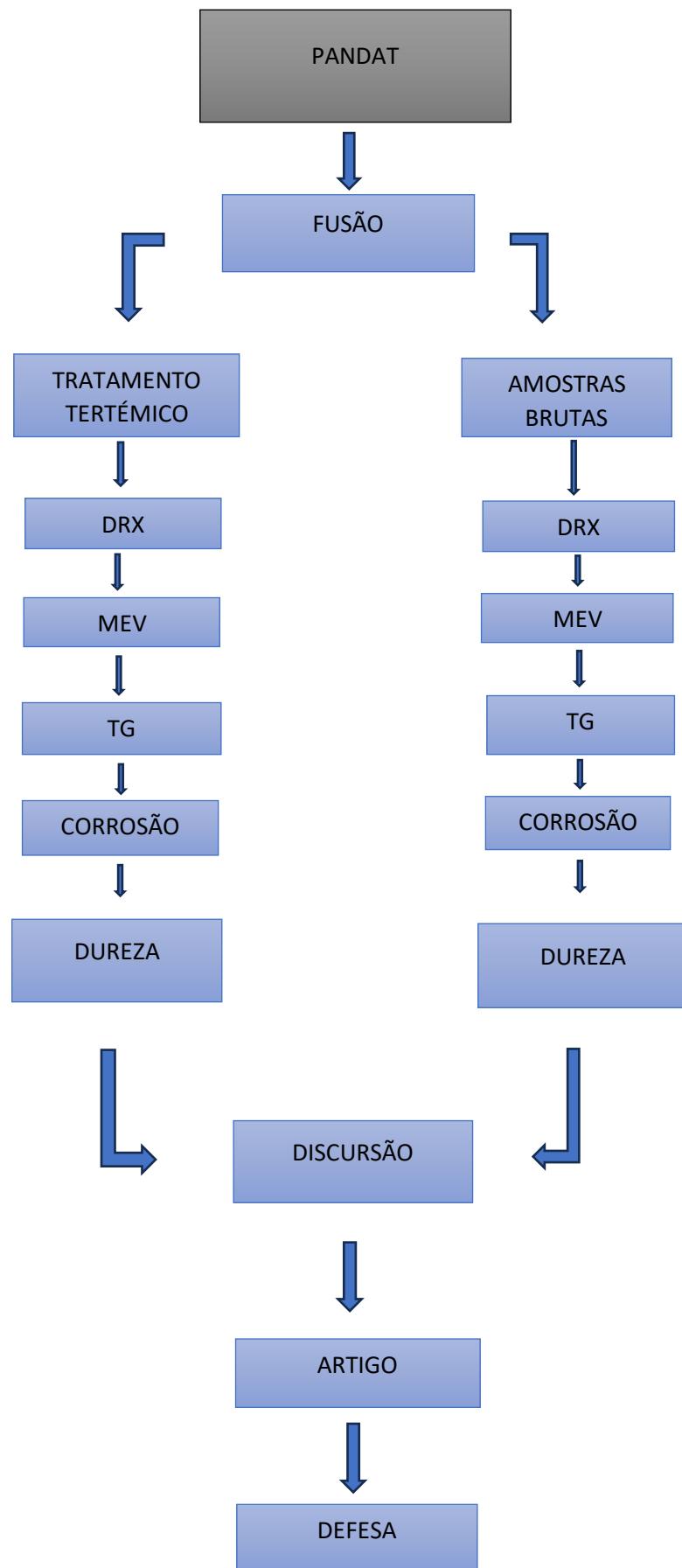


Figura 14. Fluxograma de metodologia do trabalho.

4.2 PANDAT

A seleção das composições investigadas neste estudo foi baseada em simulações realizadas por meio do software PANDAT. Esse recurso computacional foi empregado para prever a influência da adição de Nióbio à liga Al-Cu-Fe, permitindo a análise termodinâmica do sistema. A partir das simulações, foram obtidos gráficos de entalpia em função da temperatura, bem como diagramas de fração de fase em relação à concentração de Nióbio. Essas informações forneceram um direcionamento fundamental para a definição das composições experimentais. As simulações foram conduzidas utilizando a versão 2022 do PANDAT (ID: 602-1722002664-13984-608).

4.3 PRODUÇÃO DAS LIGAS

Os elementos de liga utilizados neste trabalho são o alumínio, o cobre, o ferro e o nióbio, sendo com o grau de pureza onde, Al (99,97%), Cu (99,98%), Fe (99,98%) e Nb (99,99%). As amostras foram processadas em atmosfera inerte, no forno de indução e para efetuar a limpeza das amostras após o corte, foi utilizado banho ultrassônico com as amostras imersas em Álcool Absoluto 99,3%.

Ao todo foram produzidas 20 amostras da liga AlCuFeNb sendo elas com a porcentagem Nb 05%, Nb 1,0%, Nb 2,0%, Nb 3,0% e Nb 5,0%. As amostras brutas de fusão são obtidas no forno de indução e possuem uma geometria esferoidal.



Figura 15. Amostras da liga AlCuFeNb 0,5%, 1,0%, 2,0%, 3,0% e 5,0% em ordem crescente.

4.4 PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

Para a pesagem das ligas foi utilizada uma balança de precisão de 04 casas decimais, devido às faixas de composição serem muito estreitas. As massas foram calculadas de acordo com o percentual atômico de cada elemento, de modo a obter-se uma liga de 20g.

Tabela 2. Porcentagens da quantidade usada do elemento nióbio.

AlCuFeNb (20g)				
	Al	Cu	Fe	Nb
Nb 0,5%	8,48794	7,9326	3,34634	0,23312
Nb 1,0%	8,38918	7,8403	3,3074	0,46314
Nb 2,0%	8,19552	7,65932	3,23104	0,914132
Nb 3,0%	8,00688	7,48302	3,15668	1,353448
Nb 5,0%	7,64386	7,14376	3,01356	2,19882

4.5 FUNDIÇÃO DE FORNO A ARCO

Para obter a liga bruta de fusão foi utilizado o forno a arco, da marca XXXX, modelo XXX. A fusão foi realizada em atmosfera controlada, utilizando o gás argônio. Para a fusão foi utilizada uma corrente 450A. Na fundição das ligas, foram realizadas três lavagens para garantir o mínimo de contaminação com oxigênio e as ligas foram refundidas por três vezes para melhor homogeneidade.



Figura 16. Forno a arco da marca com fonte migmag/Tig Digi Plus A7.

4.6 TRATAMENTO TÉRMICO

O processo de solidificação no forno a arco gera uma liga heterogênea de fases cristalinas e quasicristalina. Para aumentar a quantidade da fase quasicristalina na liga, foram feitos tratamentos térmicos, a fim de fornecer energia para a transformação peritética das fases. Para isso, utilizou-se um forno de resistência do tipo tubular, mantendo a amostra por 24h a uma temperatura de 750°C com uma taxa de aquecimento de 30°C/min, até o patamar, a fim de verificar o efeito do tempo sobre a formação da fase quasicristalina. Amostras foram tratadas sob vácuo.

4.7 ANÁLISE CRISTALINA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

As amostras das ligas brutas sem tratamento térmico e com tratamento térmico foram analisadas em um equipamento de difração de raios-x da marca Bruker, modelo D8 ADVANCE. Nesse ensaio utilizou-se um tubo de Cu com comprimento de onda de 1,5406Å com tensão de 40kV, corrente de 40mA, passo de 0,01°, tempo por passo de 3s e o ângulo 2θ (2-theta) variando de 20 a 100 graus. As amostras brutas de fusão e tratadas foram trituradas e peneiradas, logo em seguida foram feitas análises cristalográficas em DRX a fim de observarmos as microestruturas obtidas.

4.8 ANÁLISE EM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS).

A microestrutura das ligas e morfologia foram analisadas utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura do tipo LEO 1430. Utilizou-se nas imagens o detector de elétrons secundários. Um detector de elétrons secundários (SE) captura a reflexão dos elétrons, transformando em imagem. As imagens foram obtidas utilizando-se uma distância focal (WD) entre 12 e 18mm, uma tensão entre 5 e 20kV e o Tamanho do ponto (spot size) que variou entre 100 e 350μm. Para isso, as amostras foram lixadas e polidas com pasta de diamante, em seguida, limpas com álcool isopropílico no aparelho

de ultrassom tipo 3L fabricado pela DABI ATLANTE. Outro dispositivo importante é o back-scattered (QBSD), com ele consegue-se detectar os elétrons retro-espalhados que foram arrancados das camadas de átomos da amostra. Nesse processo, utilizou-se uma tensão entre 15 e 20kV, distância focal (WD) entre 10 e 18mm, spot size entre 200 e 350. O microscópio eletrônico é equipado, também, com um espectrômetro de energia dispersiva (EDS) da marca Bruker, que faz análise da composição química das fases. Utilizou-se uma tensão de 20kV, distância focal de 18mm e o tamanho do ponto (spot size) de 500 nas amostras. Usou-se o Cobalto como padrão de análise. A Tabela 3 resume os dados utilizados para as análises.

Tabela 3. Parâmetros utilizados para análise no Microscópio Eletrônico de Varredura.

Detector	Tensão (KV)	Tamanho do ponto (Spot-size)	WD(mm)
SE	5-20	100-350	12-16
QSDB	15-20	200-350	10-16
EDS	20	500	20

4.9 ANÁLISE TÉRMICA

As amostras moídas foram submetidas a análises térmicas (DTA), para o que se utilizou o equipamento TG/DTA da marca Shimadzu, modelo DTG-60H. As amostras em pó foram colocadas em panelas de alumina e a referência foi uma panela vazia do mesmo material. As análises transcorreram sob fluxo de nitrogênio (150 mL/min) à taxa de aquecimento de 10°C/min, num intervalo de temperatura entre 25 e 1200°C.

4.10 MICRODUREZA

Os valores de Dureza das superfícies foram determinados a partir dos ensaios de microdureza. Para isto as amostras dos compósitos sintetizados foram lixadas, em água, com papéis abrasivos de sic, até 4000 e polidas em pasta de diamantes de 3, 1 e 1/4m μ . Em seguida elas foram limpas em banhos ultra-sônicos (99,5%) com ultra-som Spencer do Laboratório de Solidificação Rápida. Com o objetivo de evitar defeitos de superfície, que pudessem interferir nos valores obtidos nos ensaios, a qualidade do tratamento da superfície e da limpeza das amostras era sempre confirmada no microscópio ótico, antes de serem submetidas aos ensaios de microdureza. Foram realizados ensaios do tipo

Vickers, com um diamante piramidal de base quadrada utilizada como penetrador. Os métodos foram realizados com cargade de 500mN.

4.11 ENSAIO DE CORROSÃO

Os testes eletroquímicos foram realizados em um Potencistato/Galvanostato OrigaFlex-OGF01A com módulo de impedância. O eletrólito utilizado foi uma solução aquosa de NaCl a 3,5% em peso, com pH aproximado de 6,5 e temperatura de 298 K. Amostras cilíndricas com área superficial de 1 cm² foram moldadas em resina epóxi para os testes eletroquímicos. Foi utilizada uma célula de três eletrodos para os testes de polarização/potenciodinâmica, na qual o eletrodo de referência foi um eletrodo de prata/cloreto de prata (Ag/AgCl) em solução de KCl 3M, o eletrodo auxiliar foi uma placa de platina e a amostra atuou como eletrodo de trabalho. As medições de polarização foram iniciadas após a imersão das amostras na solução por 60 minutos sob condições de potencial de circuito aberto. As curvas de polarização potenciodinâmica (PP) foram obtidas com uma taxa de varredura de 1 mV s-1(ALVES et al., 2023; LEE et al., 2021; LI et al., 2016).

5. RESULTADOS E DISCURSSÃO

5.1 PANDAT

Antes de analisar os resultados, é fundamental esclarecer as fases correspondentes às siglas fornecidas pelo PANDAT, conforme apresentado na tabela a seguir.

Tabela 4. Resultados das ligas fornecidas pelo PANDAT pela técnica HTC.

Nome	Composição aproximada	FASE
Al13M4	(0.6275) (0.235) (0.1375)	Al, Cu, Fe
Al2Fe	(2)(1)	Al, Fe
Al5Fe2	(5)(2)	Al, Fe
AlCu_Delta	(0.4) (0.6)	Al, Cu
AlCu_Eta	(0.5) (0.5)	Al, Cu
AlCu_Gamma	(0.667) (0.333)	Al, Cu
AlCu_Zeta	(0.45) (0.55)	Al, Cu
Bcc_B2	(0.5) (0.5) (3)	Al, Cu, Fe
D0_22	(0.75) (0.25)	Al, Nb

Para investigar de forma eficiente os amplos espaços compostionais e microestruturais em sistemas de ligas multicomponentes, foi empregada a técnica de Cálculo de Alto Rendimento (HTC), visando reduzir o tempo e a complexidade associados aos métodos experimentais e computacionais convencionais [(11); (12)]. Em termos de HTC um lote de cálculos termodinâmicos e cinéticos ou simulações com multivariáveis (mais de duas, como composições multicomponentes e temperaturas diferentes), é realizado para projetar as ligas multicomponentes de alto desempenho de forma eficiente. No contexto do Cálculo de Alto Rendimento (HTC), um conjunto de cálculos termodinâmicos e cinéticos, ou simulações envolvendo múltiplas variáveis (como composições multicomponentes e diferentes temperaturas), é realizado para projetar de maneira eficiente ligas multicomponentes de alto desempenho (CHEN et al., 2003). Neste estudo, os cálculos foram realizados mantendo a temperatura constante em 25°C e variando a concentração de Nb entre 0 e 10%. Durante as simulações, o nióbio foi adicionado à liga ternária Al63Cu25Fe12, enquanto as quantidades de Al, Cu e Fe foram ajustadas proporcionalmente para manter a composição total inalterada. Os

cálculos resultaram na simulação de 194 composições, abrangendo desde a liga inicial sem Nb até a liga final com 10%at. de nióbio, cuja composição foi Al56,7Cu22,5Fe10,8Nb10. A análise das simulações revelou que a fase quasicristalina, identificada como Al13M4 no software PANDAT, estava presente apenas nas composições com menos de 5% de Nb. Com base nesse critério, foram selecionadas cinco composições para este estudo, correspondentes a 0,6%, 0,9%, 2,15%, 3,075% e 4,65% de nióbio, conforme descrito na tabela abaixo. Para fins práticos, foram produzidas para este trabalho, ligas com 0,5%, 1,0%, 2,0%, 3,0% e 5,0% de nióbio.

Tabela 5. Regulados da análise das simulações.

x(Al)	x(Cu)	x(Fe)	x(Nb)	f(@Al13M4)	f(@AlCu_Eta)	f(@AlCu_Zeta)	f(@D0_22)	f(@AlCu_Delta)
63	25	11.4	0.6	0.48	0.40	0.084	0.024	
63	25	11.1	0.9	0.47	0.42	0.076	0.036	
63	23.75	11.1	2.15	0.47	0.12	0.32	0.086	
63	23.125	10.8	3.075	0.45		0.42	0.123	
61.425	23.125	10.8	4.65	0.39			0.186	0.38

Além da fase Al13M4 (IQc), as composições com 0,6% e 0,9% de nióbio apresentaram a fase AlCu_Eta, que corresponde à fase cristalina aproximante β , em quantidades comparáveis à fase quasicristalina. Esse comportamento é esperado para ligas icosaedrais quasicristalinas obtidas por fusão sem tratamento térmico (BAMILAS et al., 2020; EVANGELISTA; CAVALCANTE, 2021; ROSAS; PEREZ, 1998). Para as ligas contendo 2,15% e 3,075% de Nb, observou-se um aumento substancial da fase AlCu_Zeta, indicando que, à medida que a concentração de nióbio cresce, as fases IQc e β tornam-se progressivamente menos estáveis. A partir de 0,6% de Nb, a fase D0_22, correspondente à fase Al3Nb, já se faz presente e tende a crescer com o aumento do teor de nióbio. Essa fase pode ser responsável pela desestabilização das fases IQc e β , possivelmente devido à sua afinidade pelo alumínio, promovendo a sua segregação e consequente redução na estabilidade dessas fases.

Com base nas composições selecionadas, foi realizada uma nova simulação no PANDAT, resultando em gráficos de fração de fase em função da temperatura (Figura 17). Esses gráficos permitem avaliar a estabilidade das fases presentes e sua evolução térmica, fornecendo informações essenciais para a compreensão do comportamento das ligas em diferentes condições termodinâmicas. O software foi utilizado considerando apenas o equilíbrio termodinâmico, sem a influência do tempo, o que foi viabilizado pelo módulo de cálculo de fases do PANDAT. Dessa forma, as frações de fase foram determinadas sob condições de equilíbrio, sem considerar efeitos cinéticos.

Os resultados indicam que a fase Al13M4 (quasicristalina) é estável desde a temperatura ambiente até aproximadamente 800°C para as ligas com até 2,0% de Nb, desaparecendo completamente em temperaturas próximas a 900°C. Esses resultados corroboram com estudos de análise térmica de ligas de AlCuFe encontrado na literatura, comprovando a eficiência da análise simulado no PANDAT (AMINI et al., 2021; SILVANA; VIANA; PESSOA -PARAÍBA, 2009; TIBERIO ANDRADE DOS PASSOS, 2006). Para a liga com 3,0% de Nb, a fração da fase IQc permanece estável até cerca de 620°C, desaparecendo entre 700 e 750°C. Já na liga com 5,0% de Nb, a fase quasicristalina se torna instável em temperaturas próximas a 700°C. A presença da fase Al3Nb pode estar influenciando a redução da fração da fase quasicristalina (IQc) e diminuindo a temperatura na qual ela desaparece. Isso pode ser atribuído ao fato de a fase Al3Nb consumir alumínio, desestabilizando a fase quasicristalina.

As frações da fase IQc a temperatura ambiente se mantém ligeiramente acima de 0,5% até a liga com 1,0% de Nb, reduzindo para um valor um pouco abaixo de 0,5% na liga com 2,0% de Nb e aproximando-se de 0,4% na liga com 3,0% de Nb. Esses resultados estão em concordância com os obtidos nos cálculos HTC e apresentados na Tabela 5. Entretanto, para a liga com 5,0% de Nb, a fração de IQc foi inferior a 0,5%, destoando dos cálculos HTC, o que pode indicar um efeito adicional da fase Al3Nb na estabilização das demais fases presentes no sistema.

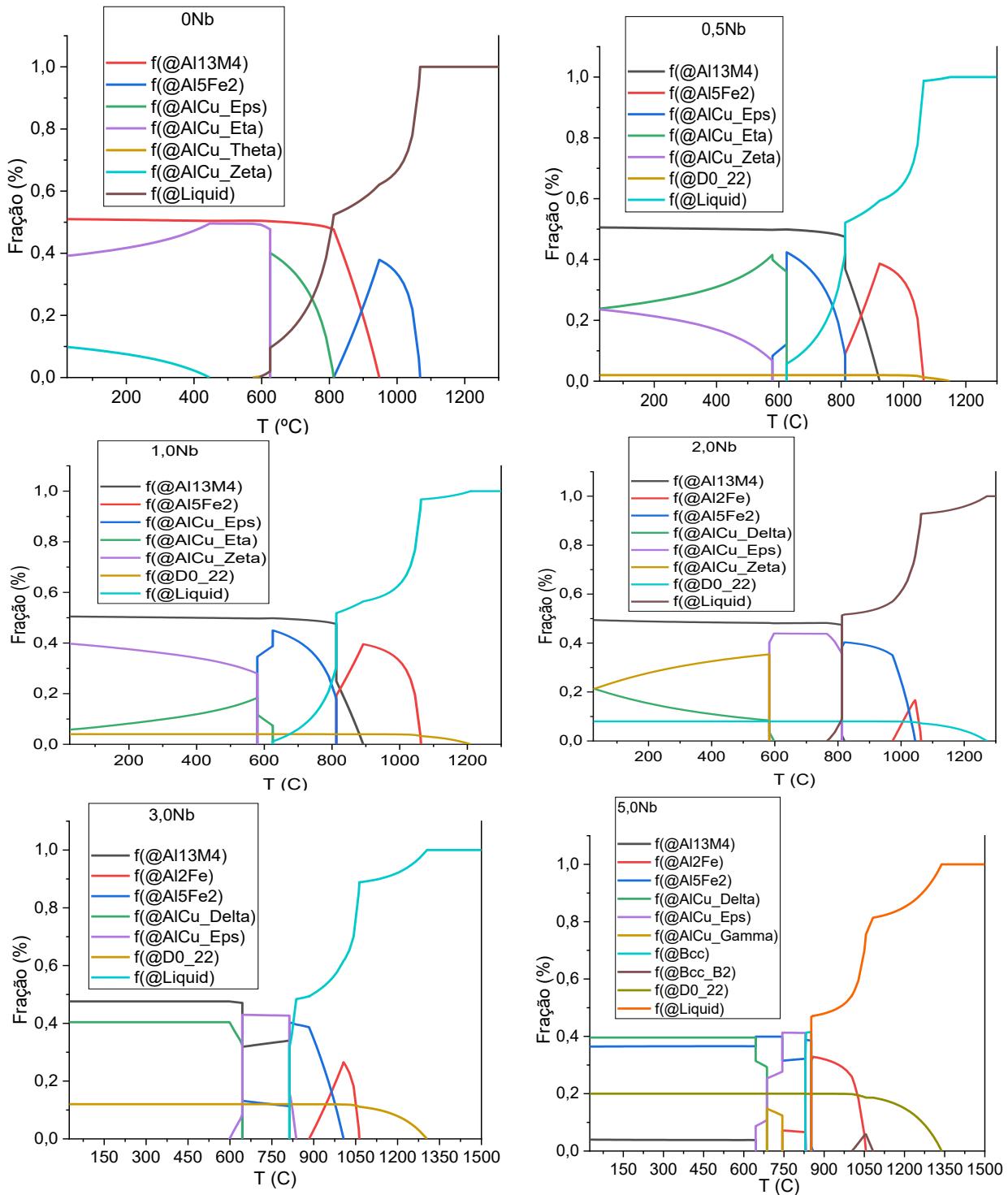


Figura 17. Fazão de fase AlCuFe; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0% Nb.

A fase D0_22 (Al_3Nb) já é detectável na liga com 0,5% de nióbio e sua fração aumenta proporcionalmente com o teor de Nb na liga, conforme esperado. Essa fase se mostra altamente estável, desaparecendo a aproximadamente 1150°C na liga com 0,5% de Nb, a cerca de 1200°C na liga com 1,0% de Nb, por volta de 1250°C nas ligas com 2,0% e 3,0% de Nb, e em torno de 1350°C na liga com 5,0% de Nb. As temperaturas

elevadas nas quais a fase Al_3Nb se desestabiliza, juntamente com o fato de suas frações permanecerem praticamente constantes até sua completa dissolução, indicam sua alta estabilidade térmica. Esse comportamento reforça a hipótese de que a fase Al_3Nb contribui para a desestabilização das fases quasicristalina (IQc) e β , possivelmente devido à sua afinidade com o alumínio, reduzindo sua disponibilidade para a formação dessas fases. Vários trabalhos encontrados na literatura reforçam que a fase Al_3Nb é altamente estável, apresentando elevada resistência térmica e significativa influência na microestrutura das ligas Al–Nb. Estudos recentes demonstram que essa fase mantém sua estabilidade estrutural até temperaturas elevadas (verificado nos resultados apresentados neste trabalho, figura 17 acima), com um comportamento consistente em diferentes composições. Além disso, sua presença contribui para o aumento da resistência mecânica e térmica das ligas, tornando-a uma fase de interesse para aplicações de alta temperatura. Trabalhos baseados em cálculos termodinâmicos e experimentais indicam que a fase Al_3Nb atua como um reforço na matriz de alumínio, influenciando diretamente as propriedades mecânicas e de corrosão das ligas (NICHOLSON et al., 1990; WITUSIEWICZ et al., 2009; ZHU et al., 2008). Há relatos de que a fração volumétrica da fase intermetálica Al_3Nb controla as propriedades mecânicas por meio da microdureza, atuando como um reforço da matriz α -Al, semelhante a um material compósito. Essa fase também atua como uma precaução contra a corrosão por piteamento do alumínio, variando de acordo com o teor de nióbio e a distribuição da fase intermetálica (LAYACHI; DEBILI; BEDBOUDI, 2022). Segundo estudos a liga Al_3Nb age como um potente refinador de grãos para ligas de Alumínio. (WANG et al., 2014b).

Desta forma, concluindo esta discussão, as composições selecionadas para o trabalho, que foram produzidas, caracterizadas e consequentemente estudadas, foram as seguintes:

Tabela 6. Composições e as porcentagens das ligas estudadas.

Porcentagem de nióbio	Composição final
0%	$\text{Al}_{63}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}$
0,5%	$\text{Al}_{62,7}\text{Cu}_{24,9}\text{Fe}_{11,9}\text{Nb}_{0,5}$
1,0	$\text{Al}_{62,37}\text{Cu}_{24,75}\text{Fe}_{11,88}\text{Nb}_{1,0}$
2%	$\text{Al}_{61,74}\text{Cu}_{24,5}\text{Fe}_{11,76}\text{Nb}_{2,0}$
3%	$\text{Al}_{61,11}\text{Cu}_{24,25}\text{Fe}_{11,64}\text{Nb}_{3,0}$
5%	$\text{Al}_{59,85}\text{Cu}_{23,75}\text{Fe}_{11,4}\text{Nb}_{5,0}$

5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS

5.2.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Nesta etapa, serão discutidos os resultados obtidos por difração de raios-x. Na figura abaixo é apresentado os resultados de difração para as amostras brutas de fusão. A análise das fases foi realizada através do TOPAS e de referências bibliográficas, em especial o diagrama ternário do trabalho de V. Raghavan, 2010 (RAGHAVAN, 2010).

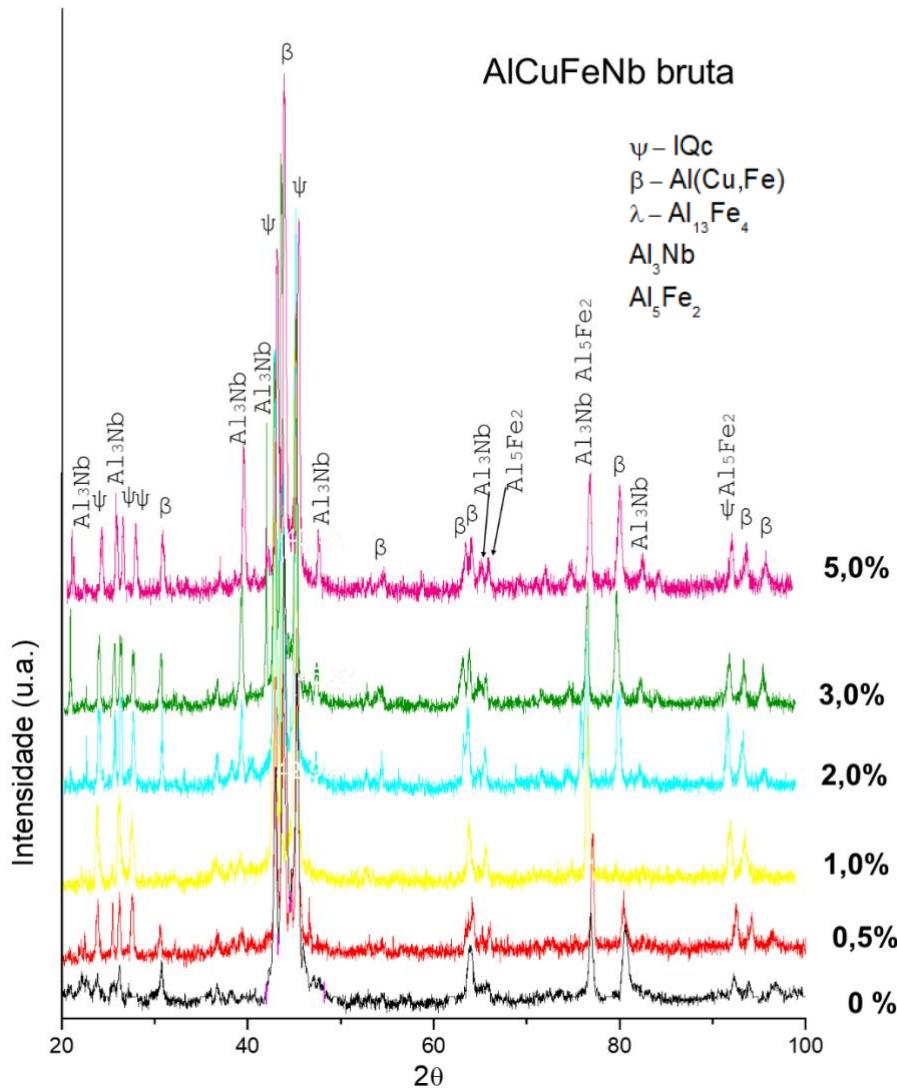


Figura 18. Difratograma de raios-x para amostras de Nb brutas de fusão.

A partir da adição de 0,5% de nióbio, observa-se o surgimento da fase Al_3Nb , com um pico característico próximo a 40° . Com o aumento da concentração de Nb, verifica-se um crescimento tanto na intensidade quanto na quantidade de picos associados a essa fase. A identificação da fase Al_3Nb foi realizada utilizando o software de refinamento TOPAS (código de referência: 00-013-0146) e confirmada por meio de pesquisa na literatura (LOPES et al., 2019; VILAR; CONDE; FRANCO, 1999; WANG et al., 2014a; YANG; LEE, 1999).

No mesmo gráfico, nota-se uma desestabilização da fase quasicristalina acompanhada pelo aumento das fases β ($\text{Al}(\text{CuFe})$), $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e Al_5Fe_2 . Para composições contendo até 1,0% de Nb, os difratogramas não apresentam diferenças significativas em relação à liga sem nióbio, sugerindo uma possível solubilização da fase Al_3Nb na matriz quasicristalina.

Entretanto, para as amostras com 2,0%, 3,0% e 5,0% de Nb, há uma maior desestabilização da fase quasicristalina, com o aumento das fases aproximantes $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, Al_5Fe_2 e β , além de um crescimento expressivo da fase tetragonal Al_3Nb . Esse comportamento pode estar relacionado à interação do Nb com o alumínio, promovendo a segregação deste elemento e reduzindo sua disponibilidade na formação da fase quasicristalina. Esses resultados estão em concordância com as previsões realizadas por meio da simulação computacional utilizando o software PANDAT.

Na figura abaixo, é possível observar a evolução e a desestabilização das fases com a adição de nióbio. Para a liga com 0% de Nb, as fases predominantes são a β ($\text{Al}(\text{CuFe})$) e a quasicristalina icosaédrica (IQc), um resultado consistente com a literatura (BRUNO; SILVA; DE LIMA, 2015; DUBOIS, 2005a). Um aspecto que merece destaque é o fato de que, em comparação com a liga sem Nb, há um aumento dos picos da fase quasicristalina, enquanto a fase β apresenta uma redução e a fase Al_3Nb se torna mais evidente para as amostras com 0,5%, 1,0% e 2,0% de nióbio. Esse comportamento sugere que o Nb pode estar estabilizando a fase quasicristalina em certas concentrações, ao mesmo tempo em que promove a formação da fase Al_3Nb . Um resultado particularmente interessante é que, mesmo nas amostras brutas de fusão, a fase quasicristalina icosaédrica se mantém como uma das principais. Esse efeito pode, na prática, eliminar ou reduzir a necessidade de tratamentos térmicos posteriores para estabilização da fase quasicristalina, o que representa uma vantagem significativa do ponto de vista do processamento da liga.

Nas amostras com 3,0% e 5,0%, o resultado de DRX é muito parecido com o de 0%Nb, mas com a fase Al_3Nb bem evidente e estabilizada.

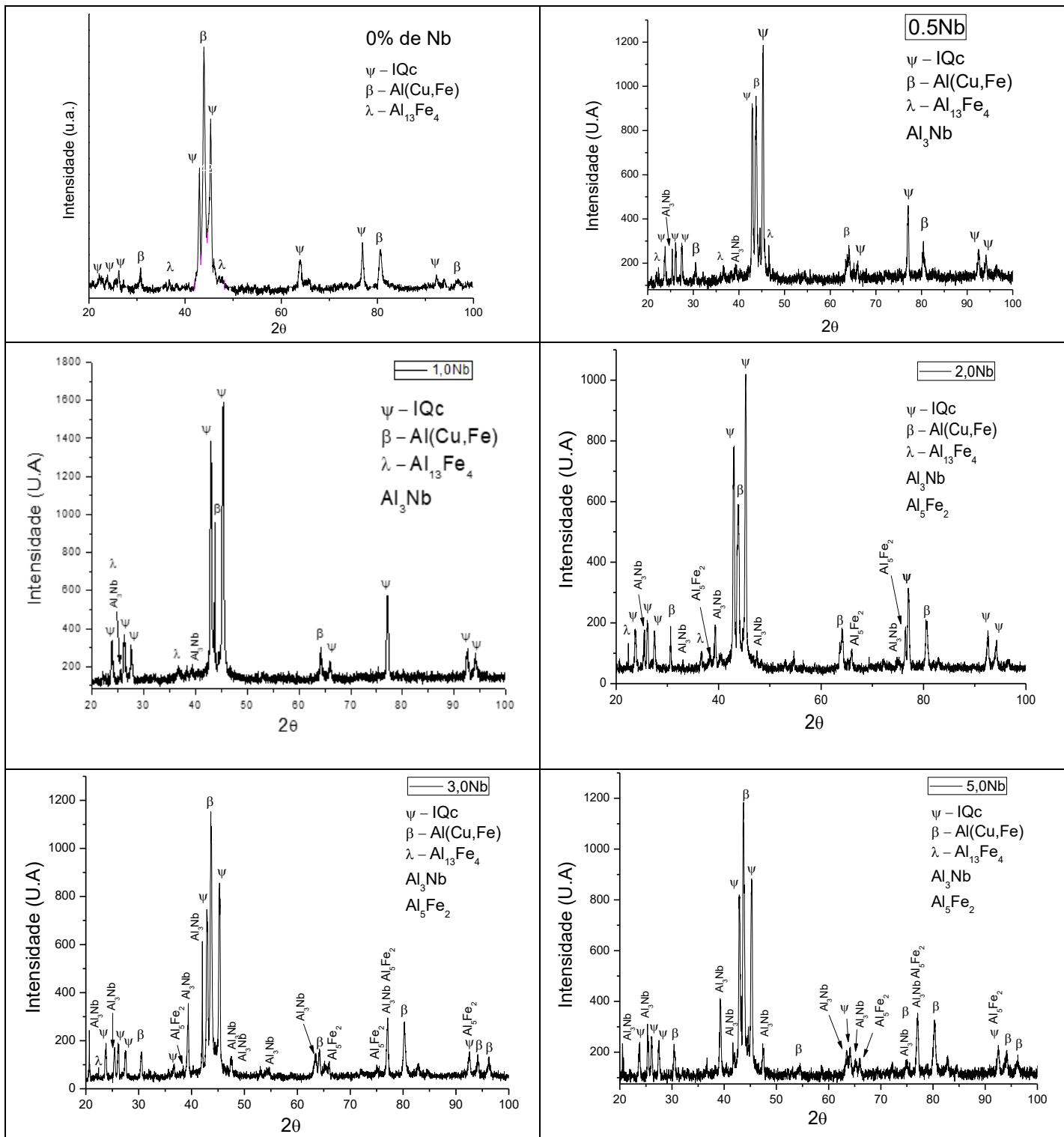


Figura 19. Difratogramas das ligas de Nb brutas de fusão.

Para as ligas tratadas termicamente por 24 h, observa-se que, para a amostra com 0% de Nb, o difratograma apresenta um comportamento esperado e consistente com a literatura, ou seja, com a fase quasicristalina predominante e pequenas quantidades da fase β . À medida que o teor de nióbio aumenta, a fase quasicristalina é progressivamente desestabilizada, enquanto há um aumento nas fases β e Al_3Nb .

Um aspecto interessante é que, para as amostras brutas de fusão com 0,5%, 1,0% e 2,0% de Nb, a fração de fase quasicristalina é maior do que nas amostras submetidas ao tratamento térmico. Esse comportamento pode indicar que o tratamento térmico de 24 h favoreceu principalmente a estabilização da fase Al_3Nb , consumindo parte do alumínio disponível na fase icosaédrica e, consequentemente, desestabilizando-a. Diante desse cenário, seria interessante investigar a influência de tempos de tratamento térmico distintos para determinar as condições ideais que maximizem a fração da fase quasicristalina na liga AlCuFeNb .

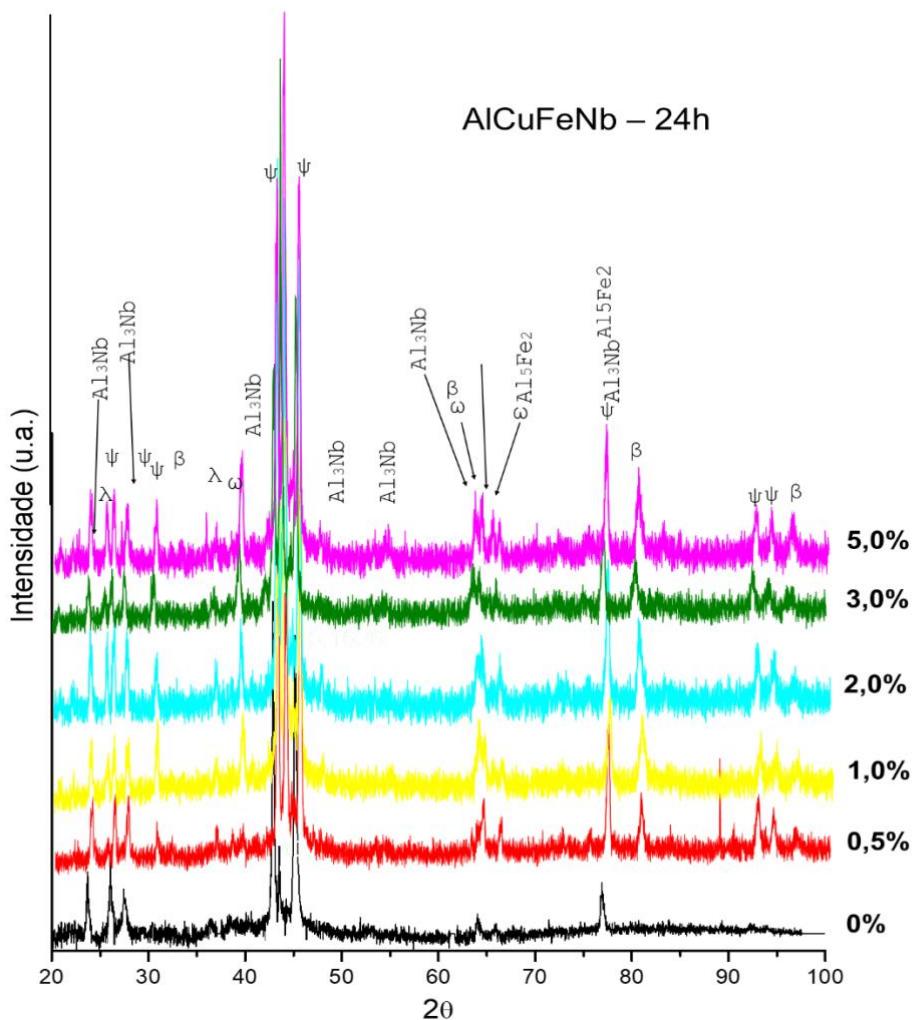


Figura 20. Difratograma de raios-x para amostras de Nb tratadas por 24 horas.

Para a amostra com 0% de Nb submetida a tratamento térmico (figura abaixo), observa-se que a fase β foi quase completamente desestabilizada, resultando em uma microestrutura predominantemente quasicristalina. Esse comportamento indica que o tratamento térmico favorece a estabilização da fase icosaédrica (IQc), promovendo a conversão da fase β para a estrutura quasicristalina. As amostras contendo 0,5% e 2,0% de nióbio apresentam como fases principais a β e a ψ , além de um aumento na quantidade da fase Al_3Nb . No caso da amostra com 1,0% de Nb, verifica-se uma desestabilização da fase quasicristalina, o que pode estar associado a possíveis inconsistências durante o tratamento térmico, uma vez que a amostra com 2,0% de Nb apresentou uma maior fração de fase quasicristalina. Para as amostras com 3,0% de Nb, os difratogramas exibem padrões semelhantes aos obtidos para as amostras sem tratamento térmico. Esse resultado sugere a necessidade de otimização dos parâmetros de tratamento térmico, seja por meio de um tempo de tratamento prolongado, uma temperatura de aquecimento mais elevada ou a combinação de ambos, a fim de favorecer a estabilização da fase quasicristalina. Os difratogramas das amostras tratadas também indicam uma estabilização da fase Al_3Nb , sugerindo a necessidade de tempos de tratamento térmico mais longos para a completa dissolução dessa fase na microestrutura quasicristalina. Esse comportamento pode estar relacionado à baixa taxa de difusão do Nb, tornando o processo de dissolução mais lento e exigindo parâmetros de tratamento térmico mais rigorosos para alcançar uma distribuição homogênea da fase na liga.

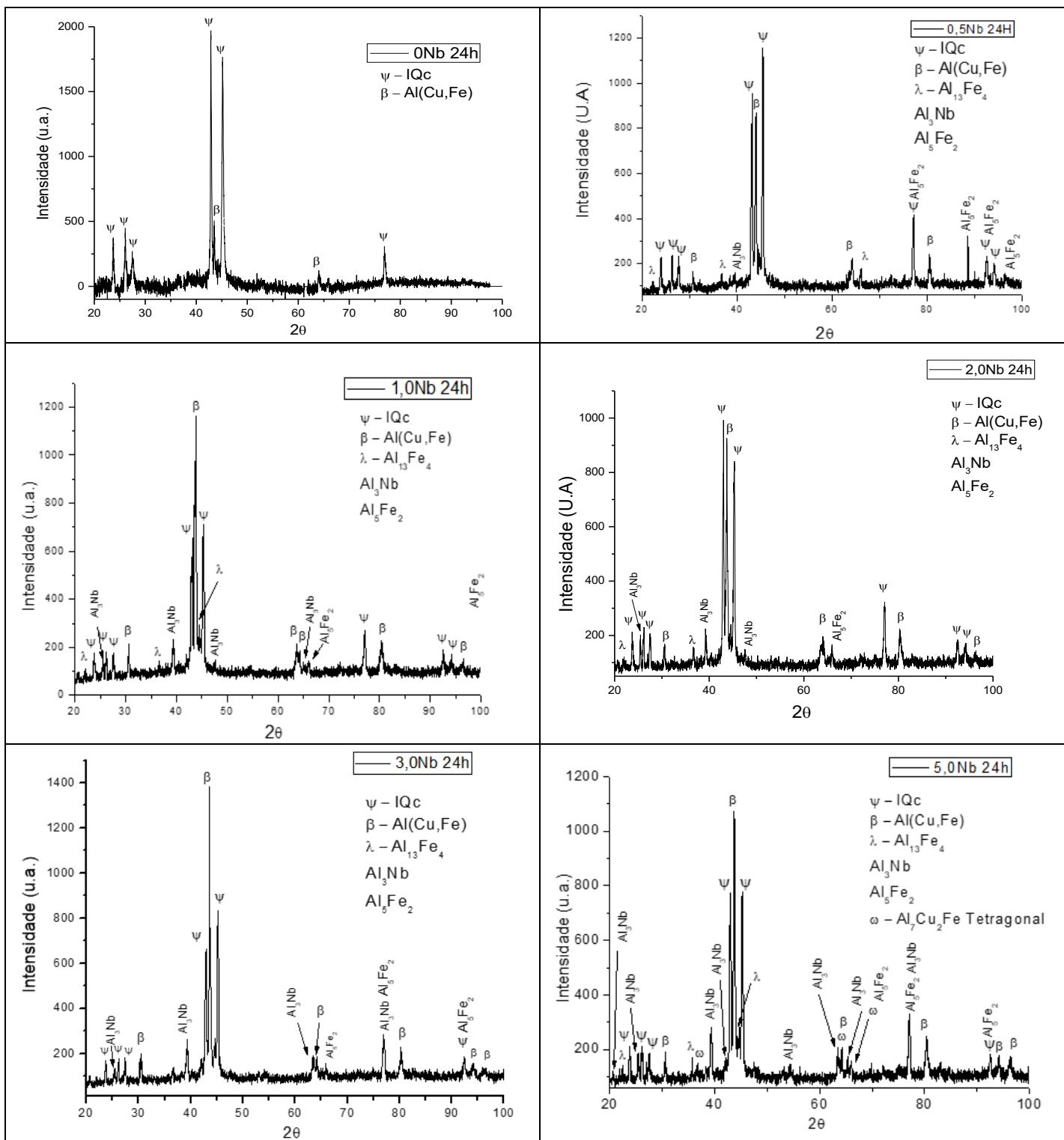


Figura 21. Difratogramas das ligas de Nb tratadas por 24 horas.

Foi produzida e analisada por difração de raios X uma liga Al_3Nb . Na figura abaixo, observa-se que os picos do difratograma dessa liga coincidem com os picos correspondentes da fase Al_3Nb presentes na amostra com 5,0% de Nb, enquanto estão

ausentes na liga sem nióbio (0%). Esse resultado reforça a evidência da formação da fase Al_3Nb nas amostras contendo Nb. A comparação foi realizada especificamente com a amostra de 5,0% de Nb, pois, conforme demonstrado nos gráficos anteriores, a fase Al_3Nb já começa a surgir a partir de 0,5% de Nb, mas seus picos tornam-se mais bem definidos e intensos na amostra com 5,0% de Nb, permitindo uma confirmação mais clara da presença dessa fase.

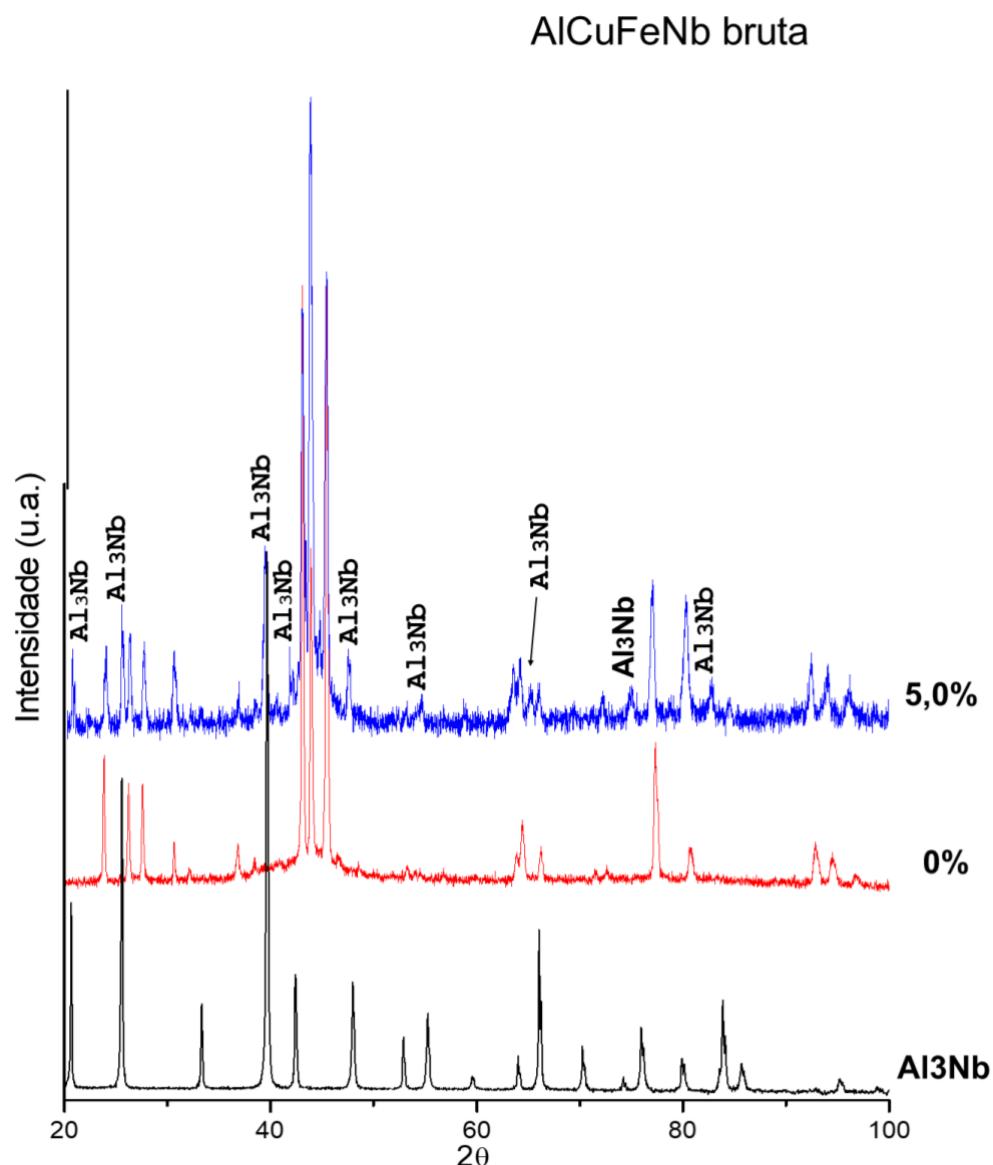


Figura 22. Raio-x comparativo com as amostras brutas de Al_3Nb ; 0% Nb; 5,0% Nb.

O mesmo procedimento foi realizado para as amostras tratadas termicamente, e os resultados obtidos em relação à fase Al_3Nb são bastante semelhantes aos das amostras brutas de fusão. Esse comportamento reforça a alta estabilidade da fase Al_3Nb , indicando que, mesmo após o tratamento térmico, sua presença e distribuição na microestrutura da liga permanecem praticamente inalteradas. Essa estabilidade pode estar associada à baixa mobilidade dos átomos de nióbio na matriz da liga, dificultando sua dissolução mesmo em condições prolongadas de tratamento térmico. Tais conclusões são corroboradas por trabalhos encontrados na literatura (KOUTNÁ et al., 2019; KUMAR; AGARWAL; O'REILLY, 2014; LAYACHI; DEBILI; BEDBOUDI, 2022).

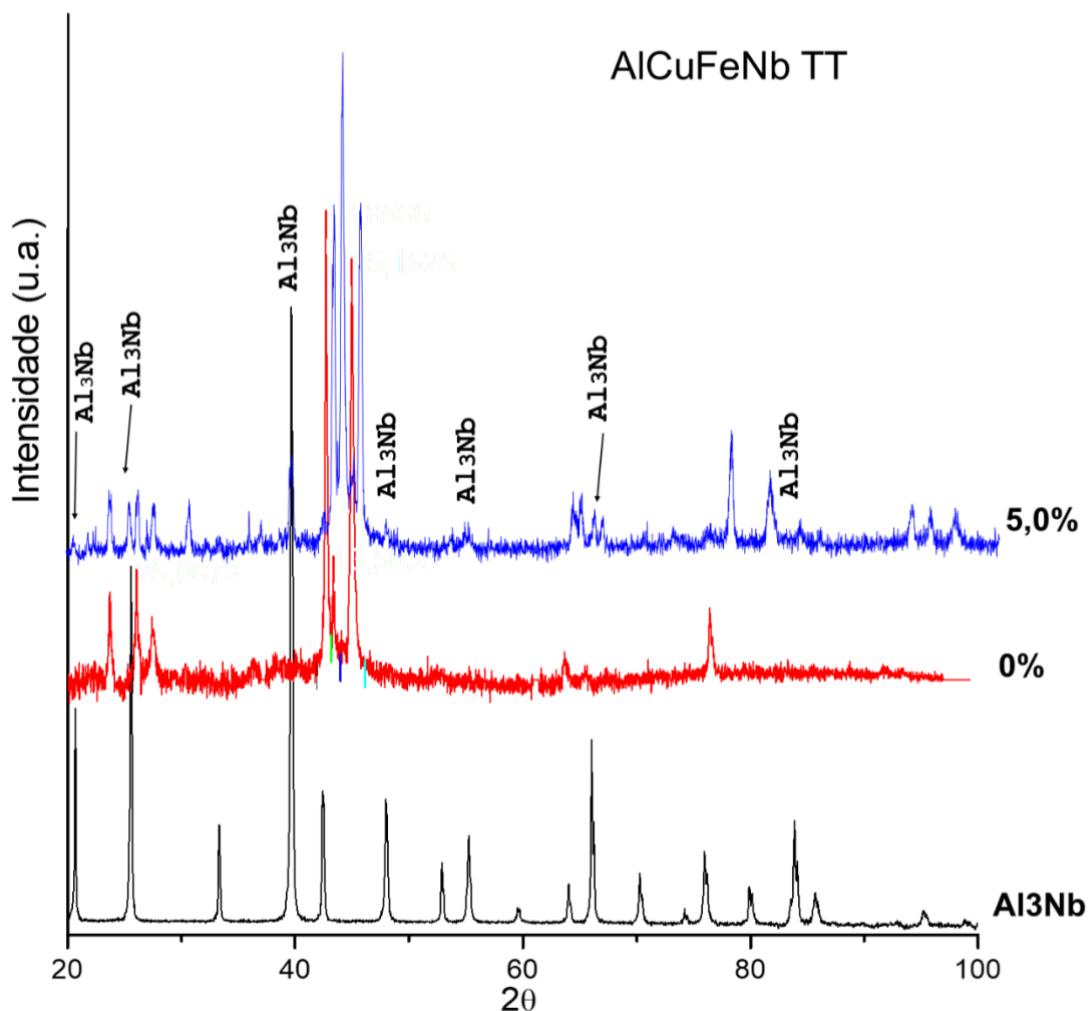


Figura 23. Raio-x comparativo com as amostras tratadas de Al_3Nb ; 0% Nb; 5,0% Nb.

O gráfico abaixo mostra os difratograma da liga com 0,5% de nióbio, bruta de fusão e tratada por 24h. É possível notar que os raios-x apresentam poucas diferenças em relação as intensidades dos picos e possuem as mesmas fases, o que reforça que a amostra bruta de fusão apresenta um ótimo resultado na medida que possui como fase principal a fase quasicristalinas.

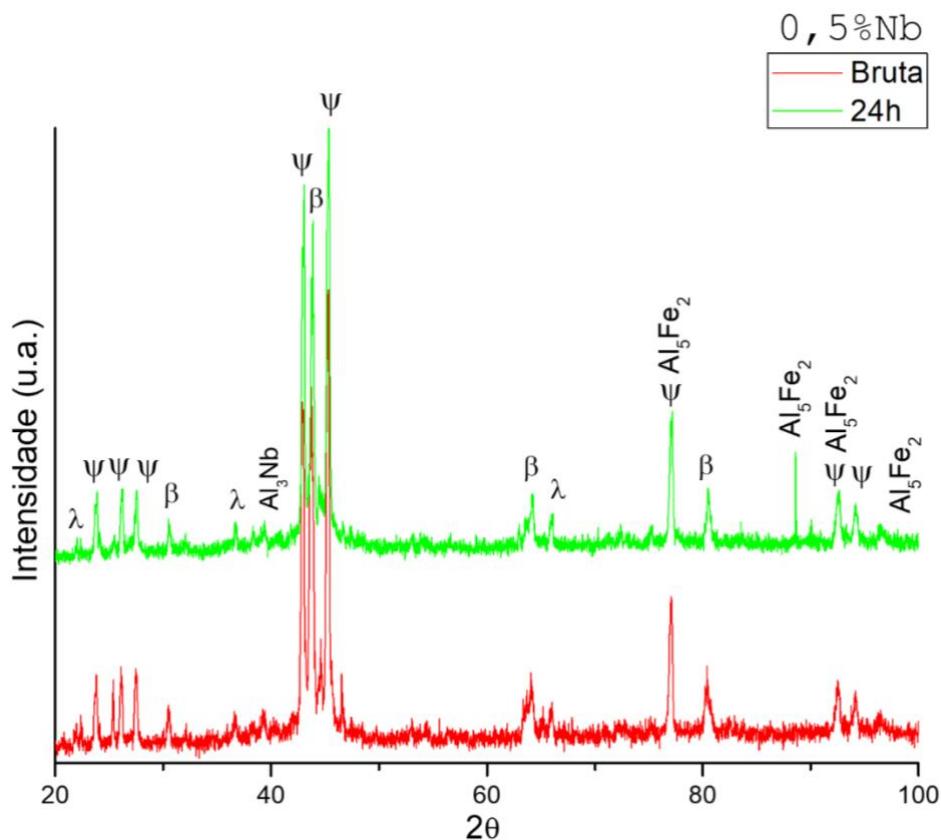


Figura 24. Difratograma de raios x 0,5% de nióbio bruta de fusão e tratada por 24h.

Para a liga com 1,0% de nióbio, após o tratamento, há um decréscimo da fase quasicristalina. Pode ter ocorrido uma desestabilização da fase ψ por inconsistências durante o tratamento térmico, uma vez que esse resultado não está seguido a mesma lógica dos resultados para as outras concentrações de nióbio.

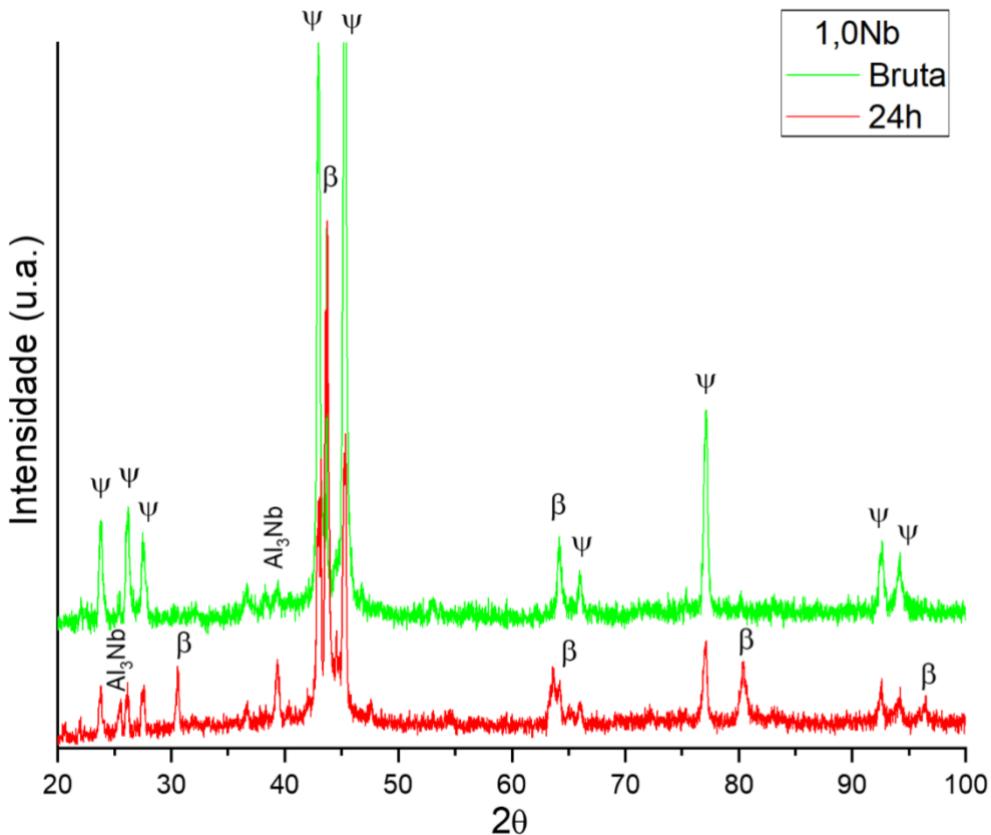


Figura 25. Difratograma de raios x 1,0% de nióbio bruta de fusão e tratada por 24h.

Para as amostras com 2,0% de nióbio, tanto nas condições bruta de fusão quanto tratada termicamente, os difratogramas de raios X apresentam um comportamento semelhante ao observado para a liga com 0,5% de nióbio. Ou seja, mesmo após o tratamento térmico, as frações das fases β e quasicristalina (IQc), avaliadas com base nas intensidades dos picos, permanecem similares. Esse resultado indica que, apesar do aumento substancial na concentração de nióbio, a fase quasicristalina mantém sua estabilidade mesmo antes do tratamento térmico. Além disso, a fase Al_3Nb também se mostra bastante estável, apresentando pouca variação após o tratamento. Esses achados sugerem que a introdução do nióbio na liga AlCuFe não compromete significativamente a estabilidade da fase quasicristalina, ao menos até a concentração de 2,0% de Nb.

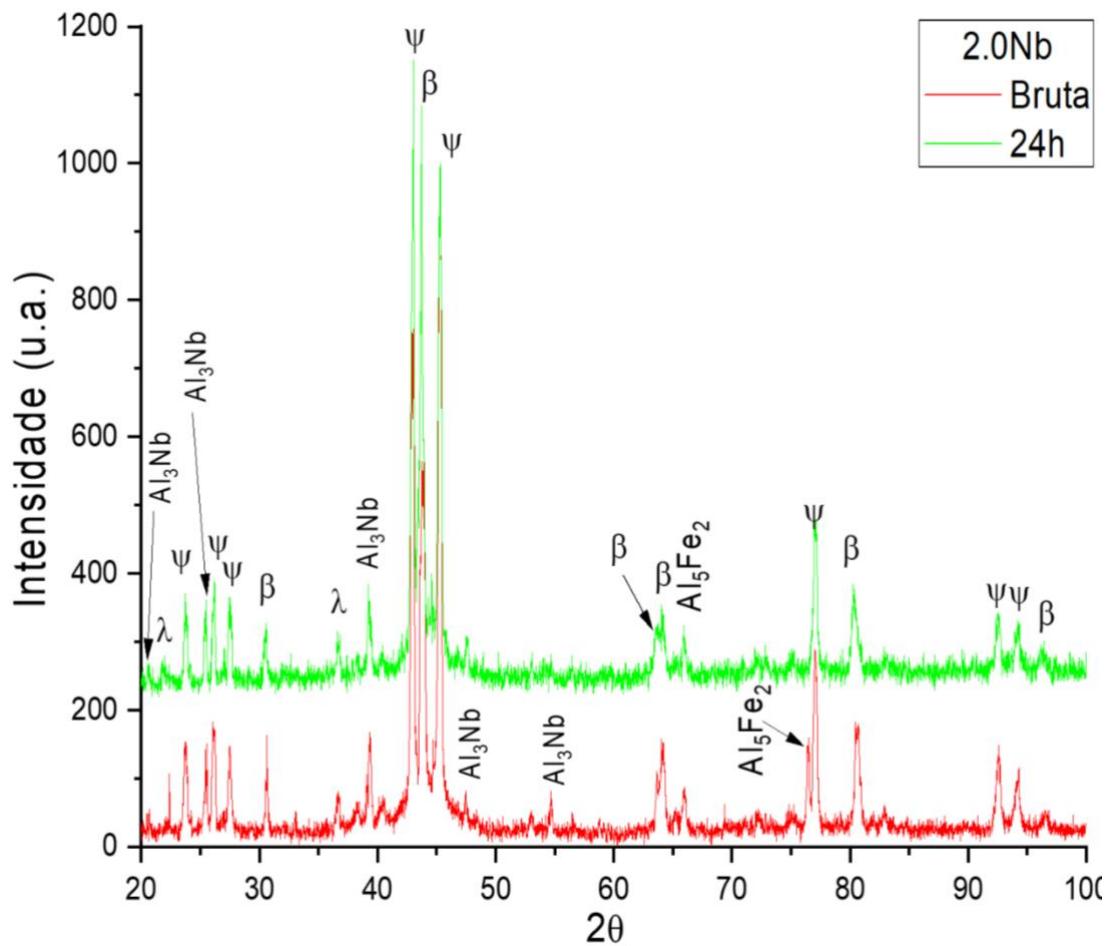


Figura 26. Difratograma de raios x 2,0% de nióbio bruta e tratada por 24h.

Para a liga com 3,0% de nióbio, observa-se uma desestabilização mais acentuada da fase quasicristalina (IQc). Mesmo após o tratamento térmico, a fase β apresenta maior intensidade nos difratogramas, sugerindo um aumento em sua fração volumétrica. Além disso, a fase Al_3Nb permanece estável após o tratamento, reforçando sua alta estabilidade térmica. Esse comportamento indica que a formação da fase Al_3Nb consome parte do alumínio disponível na liga, o que contribui para a desestabilização da fase quasicristalina. Esse efeito já era esperado ao se analisar o diagrama ternário da liga quasicristalina Al-Cu-Fe, que demonstra a influência da composição química na estabilidade das fases presentes.

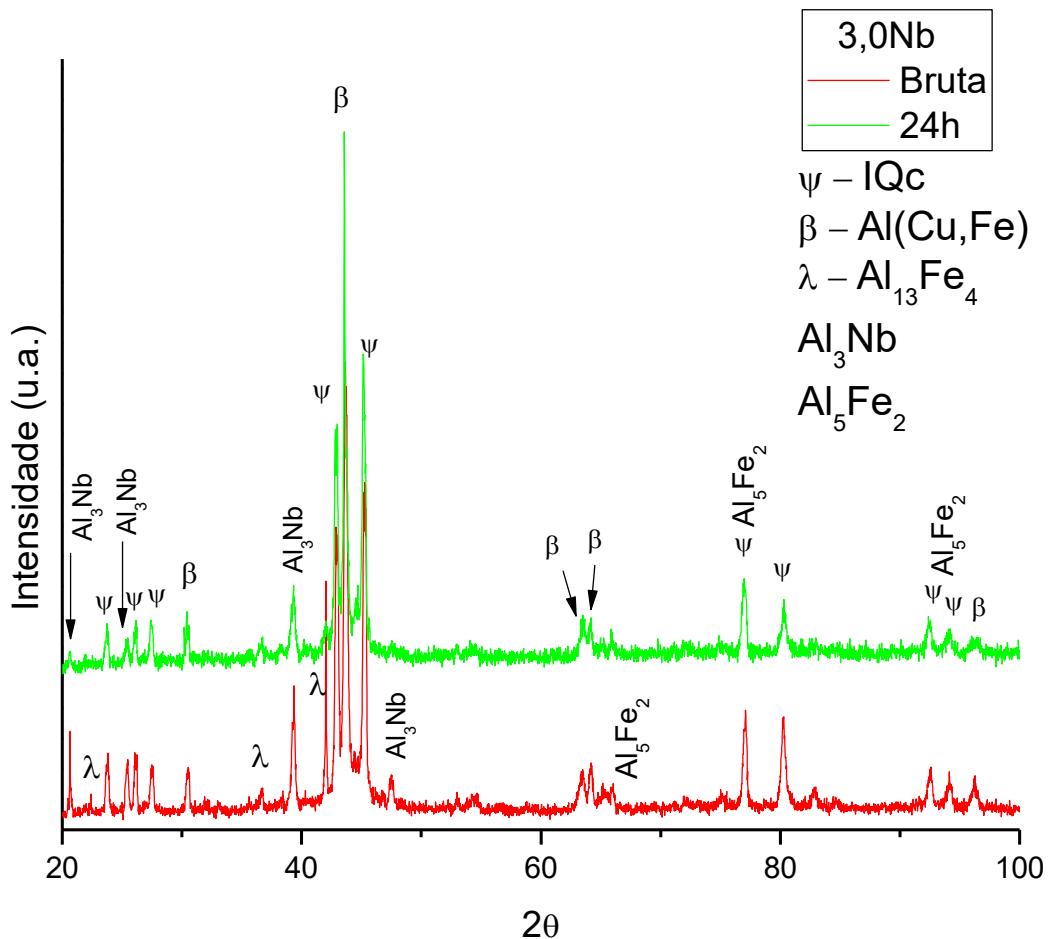


Figura 27. Difratograma de raios x 3,0% de nióbio bruta de fusão e tratada por 24h.

Para a liga com 5,0% de nióbio, os resultados são semelhantes aos observados para a liga com 3,0% de Nb. Há uma redução ainda mais significativa na fração da fase quasicristalina em comparação com as ligas contendo 0,5% e 1,0% de Nb. Além disso, os difratogramas das amostras com e sem tratamento térmico apresentam diferenças mínimas, confirmando a elevada estabilidade da fase Al_3Nb . Outro aspecto notável é o surgimento de uma fração da fase tetragonal $\text{Al}_4\text{Cu}_2\text{Fe}$ na liga com 5,0% de Nb. Esse comportamento pode ser explicado pela maior migração de alumínio para a formação da fase Al_3Nb , reduzindo a disponibilidade desse elemento na matriz e promovendo a estabilização de novas fases ricas em cobre e ferro.

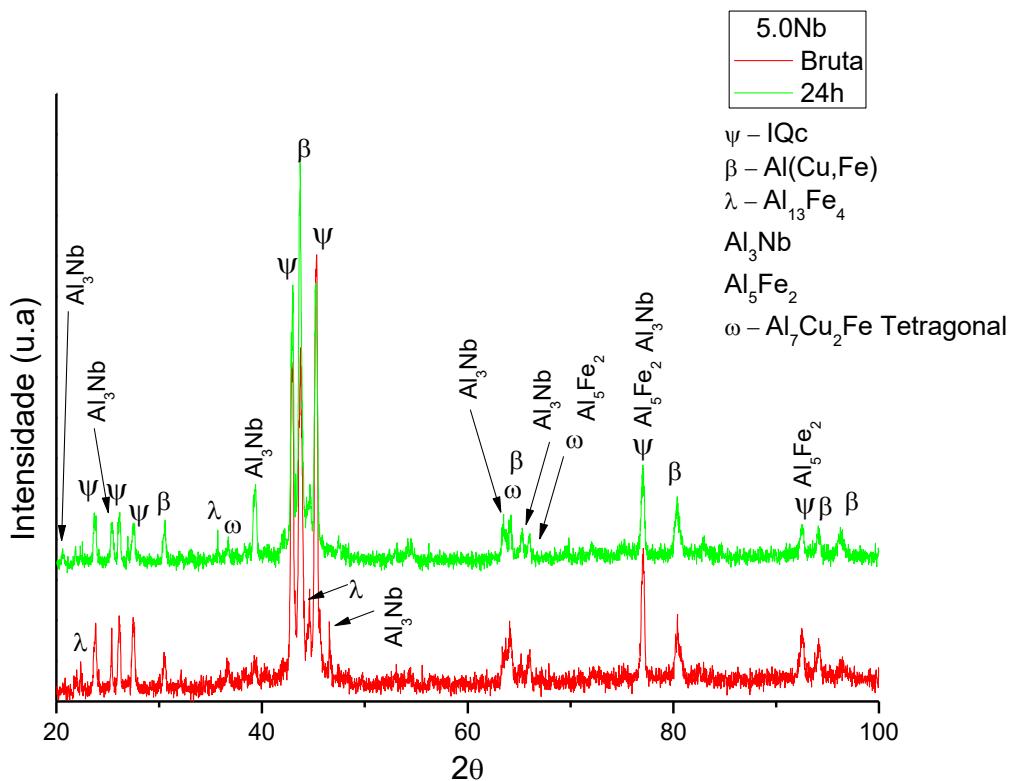


Figura 28. Difratorama de raios x 5,0% de nióbio bruta de fusão e tratada por 24h.

5.2.2 ANÁLISE DE TGA/DTA

No gráfico abaixo é possível visualizar as análises de DTA realizadas nas ligas brutas de fusão.

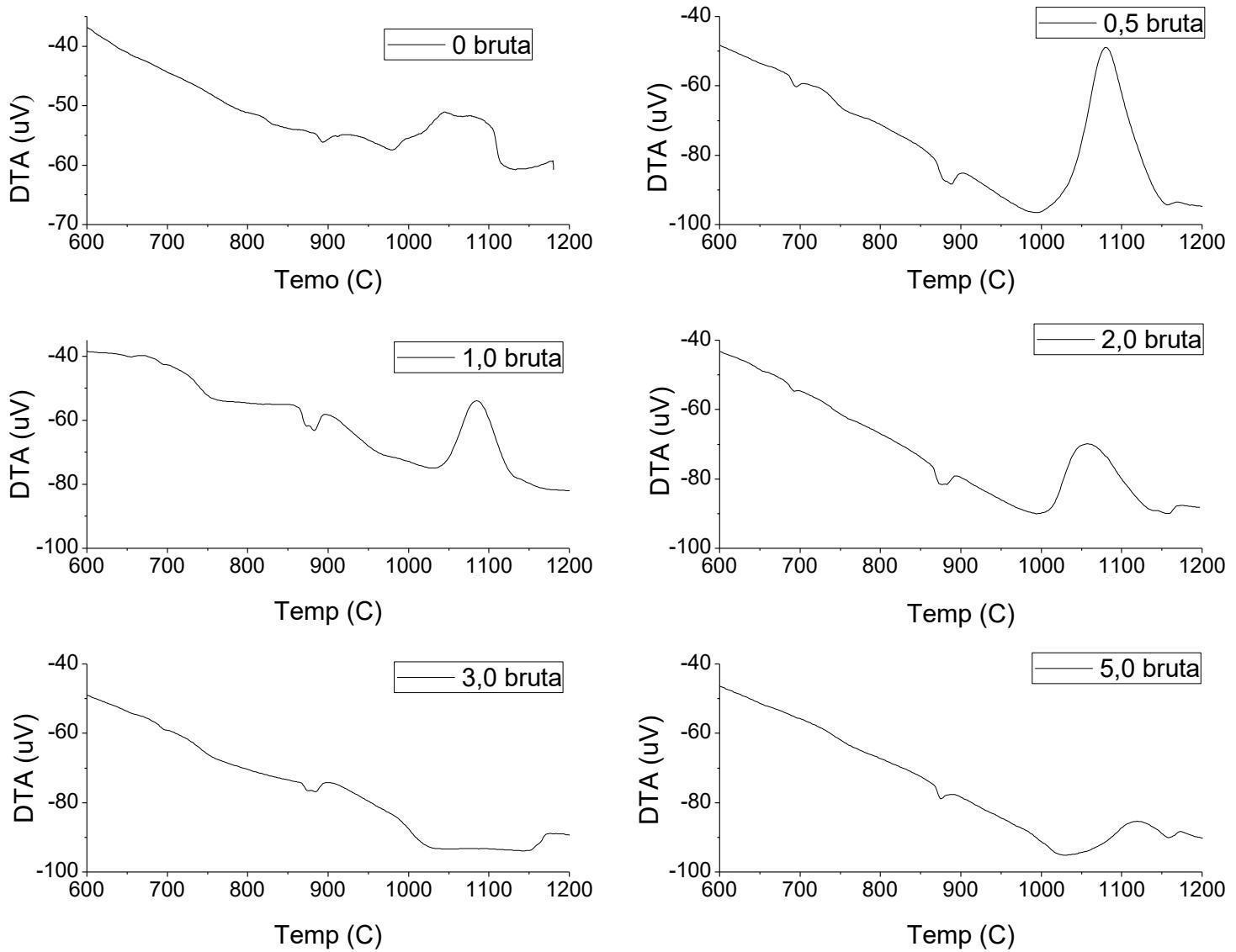


Figura 29. Análise de DTA das ligas brutas de fusão.

Observa-se a presença de um pico endotérmico entre 800 e 900 °C em todas as composições analisadas. Para auxiliar na identificação desse pico, foram investigadas as transformações de fase e suas respectivas temperaturas calculadas pelo software PANDAT. Os dados obtidos estão apresentados nas tabelas abaixo, que descrevem as transformações associadas à fase Al14M4, previamente identificada como a fase

quasicristalina. Conforme demonstrado nos resultados, uma fração da fase quasicristalina já está presente à temperatura ambiente. Assim, as tabelas a seguir apresentam as temperaturas nas quais essa fase desaparece, a fase responsável por sua desestabilização e as temperaturas envolvidas no processo. Para as ligas contendo 0%, 0,5%, 1,0% e 2,0% de nióbio, a fase quasicristalina desaparece completamente em temperaturas entre 820 e 947 °C. Nessas composições, a desestabilização ocorre devido à formação da fase Al_5Fe_2 , uma fase aproximante, conforme indicado no diagrama ternário reportado por V. Raghavan em 2010 (RAGHAVAN, 2010). Além disso, observa-se que as entalpias associadas a essas transições apresentam valores semelhantes. Para a liga contendo 3,0% de nióbio, a fase quasicristalina é totalmente desestabilizada pela formação da fase líquida, com uma variação entálpica aproximadamente vinte vezes superior à observada na transição $Al_{13}M_4 \rightarrow Al_5Fe_2$. Já na amostra com 5,0% de nióbio, a fase quasicristalina é consumida pela fase $AlCu_EPS$, correspondente à estrutura $Al_{0,5}Cu_{0,5}$, e a energia envolvida na transição situa-se entre os valores observados para as transições $Al_{13}Fe_4 \rightarrow Al_5Fe_2$ e $Al_{13}M_4 \rightarrow$ líquido nas demais composições. Comparando com os resultados obtidos pelo DTA, figura acima, verifica-se que picos endotérmicos entre 800 e 900°, que levando em consideração as informações obtidas pelo PANDAT, representam os picos onde a fase IQc desaparece, ou para a fase Al_5Fe_2 , ou para a fase líquida ou para a fase $Al_{0,5}Cu_{0,5}$.

A tabela 7 representa as energias calculadas nos gráficos das análises de DTA. Pelos resultados obtidos pelo pandat, é provável que as temperaturas e energias de transição da fase quasicristalina, estejam representadas pelos pontos P2, P4 e P2 para as ligas com 0,5%, 1,0% e 2,0% respectivamente. Apesar de não ser possível fazer comparações entre os valores, observa-se o mesmo comportamento no que diz respeito ao fato de os valores de energias envolvidos serem muito próximos e as temperaturas serem em média, as mesmas representadas pelo PANDAT.

Tabela 7. Temperaturas de transição de fases para as ligas.

	TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO DE FASE (°C)					
	Temperatura Inicial			Temperatura Final		
LIGAS	Al13Fe4 → Al5Fe2	Al13M4 → Liq.	Al13M4 → AlCu_EPS			
0	812,9042	947,4798	--	--	--	--
0,5	812,899791	923,279356	--	--	--	--
1,0	812,899791	892,325063	--	--	--	--
2,0	812,899791	820,8452	--	--	--	--
3,0	--	--	812,899791	812,899796	--	--
5,0	--	--	--	--	644,4969381	644,4969429

Tabela 8. Entalpias de transição de fases para as ligas.

	ENTALPIAS DE TRANSIÇÃO DE FASE (J/mol)		
	Al13Fe4 → Al5Fe2	Al13M4 → Liq	Al13M4 → AlCu_EPS
0	986,3821053	--	--
0,5	987,022032	--	--
1,0	988,4177856	--	--
2,0	989,514635	--	--
3,0	--	23659,35406	--
5,0	--	--	10226,43285

Tabela 9. Entalpias de transição de fases para as ligas obtidas por DTA.

Amostra	Ponto	Temp. Inicial(C°)	Temp. Final(C°)	Entalpia (J/g)	Entalpia J/mol
Nb (0,5%)	P1	685,92	703,93	1,51	5977,562
	P2	864,58	902,03	7,05	27908,48
	P4	1090,9	1154,16	185,35	733735,8
Nb (1,0%)	P1	647,43	657,33	0,08	316,692
	P2	685,55	700,51	0,35	1385,528
	P3	726,5	773,71	4,04	15992,95
	P4	863,9	891,45	6,7	26522,96
	P5	949,2	986,25	1,47	5819,216
	P6	1033,8	1120,07	56,72	224534,6
Nb (2,0%)	P1	685,88	700,62	0,71	2810,642
	P2	867,99	895,08	5,38	21297,54
	P3	1014,97	1135,99	0,15	593,7975
Nb (3,0%)	P1	687,19	700,24	0,5	1979,325
	P2	885,29	893,03	4,55	18011,86
	P3	987,9	1037,32	6,63	26245,85
Nb (5,0%)	P1	866,26	882,58	2,52	9975,798
	P2	990,43	1075,39	25,24	99916,33
	P3	1146,01	1172,04	3,07	12153,06

As temperaturas de fusão também foram estimadas por meio de simulações no software PANDAT e comparadas com os valores obtidos por análise térmica. Para as ligas contendo 0% e 0,5% de nióbio, a última fase sólida a se fundir é a fase Al₅Fe₂, a temperaturas próximas de 1100 °C. Já para as ligas com 1,0%, 2,0%, 3,0% e 5,0% de nióbio, a última fase a se fundir é a fase D0_22, correspondente à estrutura Al₃Nb, com

temperaturas variando entre 1210°C para a liga com 1,0% de Nb e 1339 °C para a liga com 5,0% de Nb.

Esse comportamento também pode ser observado nos gráficos de DTA, onde as temperaturas de fusão, representadas por picos endotérmicos, iniciam em aproximadamente 1000 °C para as ligas sem nióbio e com 0,5% e 1,0% de Nb. Para teores de nióbio acima de 2,0%, essas temperaturas aumentam progressivamente, a ponto de não serem mais visíveis devido à limitação da faixa de temperatura do equipamento, sugerindo que a fusão ocorre acima de 1200 °C. Esses resultados estão em concordância com as previsões obtidas pelo PANDAT. Desta forma, pode-se concluir que a medida que o nióbio é acrescentado na liga icosaedral AlCuFe, sua temperatura de fusão aumenta.

Tabela 10. Temperaturas e Entalpias de Fusão.

LIGAS	Al5Fe2 → LIQ		D0_22 → Liq	
	Temperatura	H	Temperatura	H
0	1068,9	25692,3	--	--
0,5	1064,6	26205,5	--	--
1,0	--	--	1210,6	32170,0
2,0	--	--	1271,8	32163,5
3,0	--	--	1304,7	32145,6365
5,0	--		1338,8	32362,95738

5.2.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E ESPECTROSCOPIA DE DISPERSÃO DE ENERGIA (MEV/EDS).

Agora, serão apresentados os resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS) obtidos para as amostras produzidas. As imagens de MEV permitem identificar, por meio do contraste das fases, a morfologia e distribuição dos constituintes da liga. A análise de EDS possibilita a determinação da composição química das diferentes regiões identificadas, associando-as às fases presentes. Para corroborar essas identificações, os respectivos difratogramas de raios X são apresentados, permitindo a confirmação das fases cristalinas por meio da análise dos picos difratados. As fases foram identificadas com base na literatura, em especial, através do trabalho de V. Raghavan, 2010 (BRUNO; SILVA; DE LIMA, 2015; GOLDMAN ALAN I GOLDMAN; SORDELET DANIEL J SORDELET; DUBOIS JEAN-MARIE DUBOIS; THIEL PATRICIA ANN THIEL, 1997; RAGHAVAN, 2010).

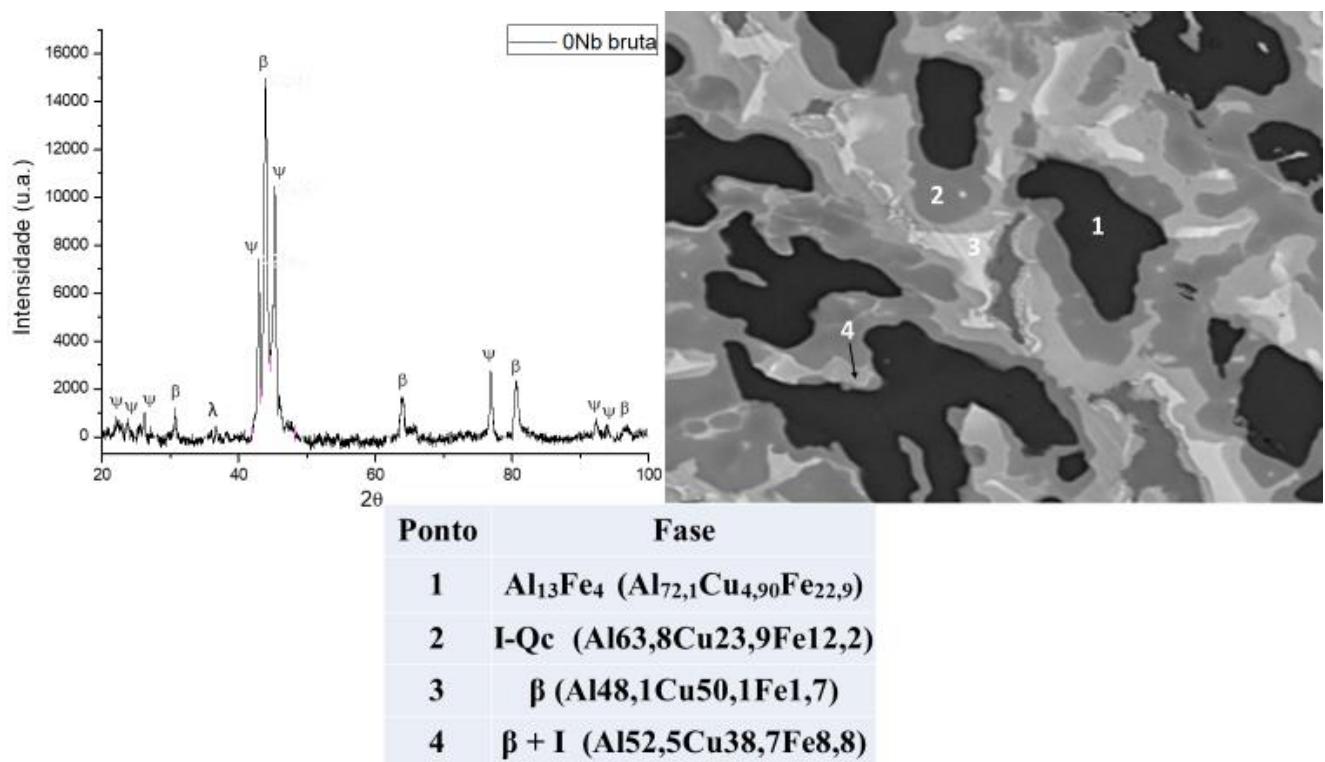


Figura 30. MEV/EDS amostras com 0% de nióbio bruta de fusão.

Na imagem abaixo é apresentada os resultados para a amostras bruta de fusão com 0,5% de nióbio.

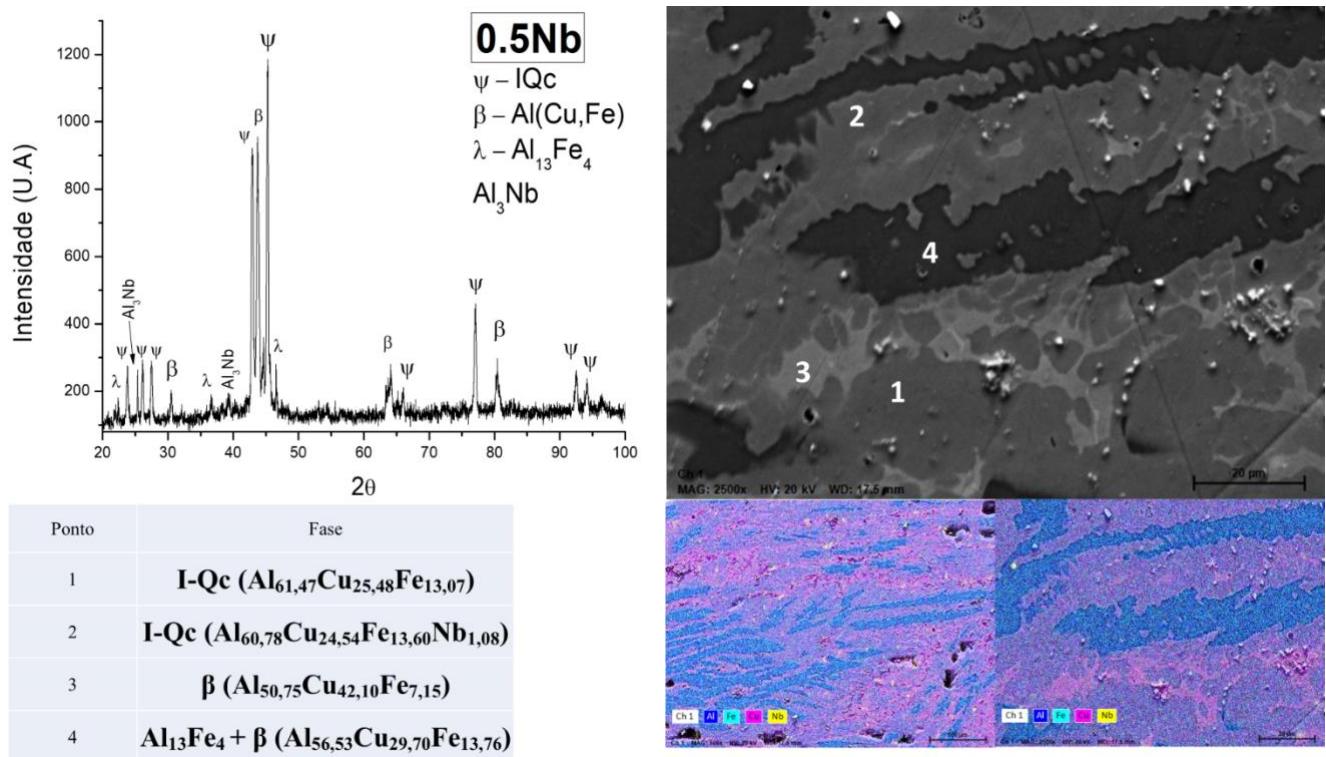


Figura 31. MEV/EDS amostras com 0,5% de nióbio bruta de fusão.

Nas amostras contendo 0,5% de nióbio, é possível distinguir três fases distintas com base nas variações de tonalidade de cinza observadas nas imagens de MEV. A análise por EDS permitiu a identificação dessas fases como I-Qc, β e uma composição correspondente a $\text{Al}_{56},\text{Cu}_{29},\text{Fe}_{13,76}$. De acordo com o diagrama ternário do sistema Al-Cu-Fe, essa última composição é associada à coexistência da fase monoclinica $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e da fase $\beta\text{-Al}_5(\text{Cu,Fe})_5$. A difração de raios X das amostras corrobora as análises de EDS, confirmando a presença dessas fases. Apesar da fase Al_3Nb já ter sido detectado por DRX para a composição com 0,5%Nb, o eds não conseguiu visualizar a fase Al_3Nb , mas uma composição icosaedral quasicristalina com 1,0% de Nb ($\text{Al}_{60,78}\text{Cu}_{24,54}\text{Fe}_{13,60}\text{Nb}_{1,08}$).

Para as amostras com 1,0% de nióbio, os resultados são apresentados abaixo.

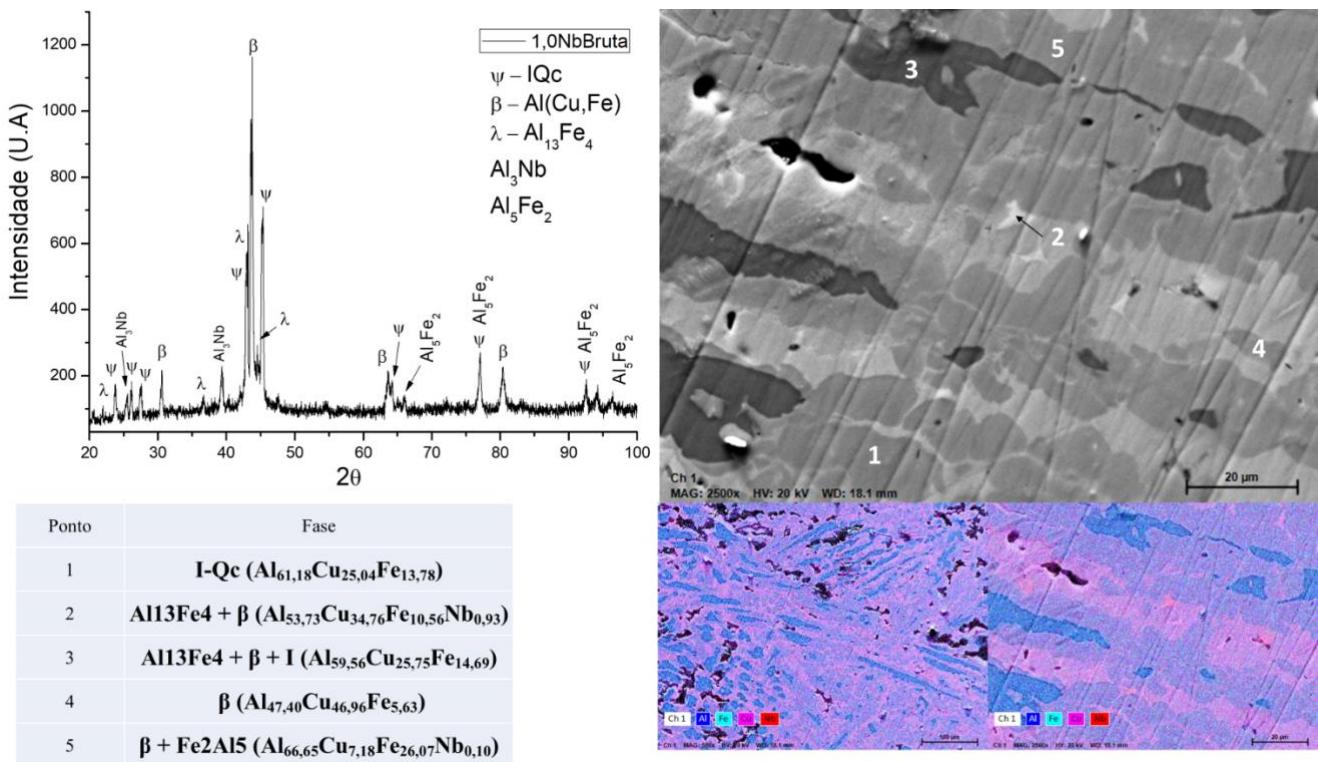


Figura 32. MEV/EDS amostras com 1,0% de nióbio bruta de fusão.

Para a amostra com 1,0%Nb a morfologia apresenta além as mesmas três tonalidades de cinza que foi visto na amostra com 0.5% de Nb. É interessante notar que a composição do ponto cinco se refere ao campo com as fases β e a Al_5Fe_2 monoclinica, que são aproximantes da fase quasicristalina. Nessa composição é possível verificar um pequeno percentual de Nb. Esse resultado também corroborou com o seu respectivo DRX.

A imagem abaixo apresenta os espectros de EDS e os difratogramas de raios X (DRX) da amostra contendo 2,0% de Nb. Os resultados obtidos são semelhantes aos observados nas amostras com 0,5% e 1,0% de nióbio. Nota-se que, mesmo com a elevação da concentração de Nb para 2,0%, a fase quasicristalina (Qc) continua sendo predominante em relação às fases aproximantes Al_5Fe_2 , β e $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. Embora a fase rica em nióbio, possivelmente Al_3Nb , tenha sido identificada por DRX, sua presença ainda não é claramente visível nas imagens de MEV. Esse comportamento pode estar relacionado à dissolução dessa fase na matriz da liga Al-Cu-Fe.

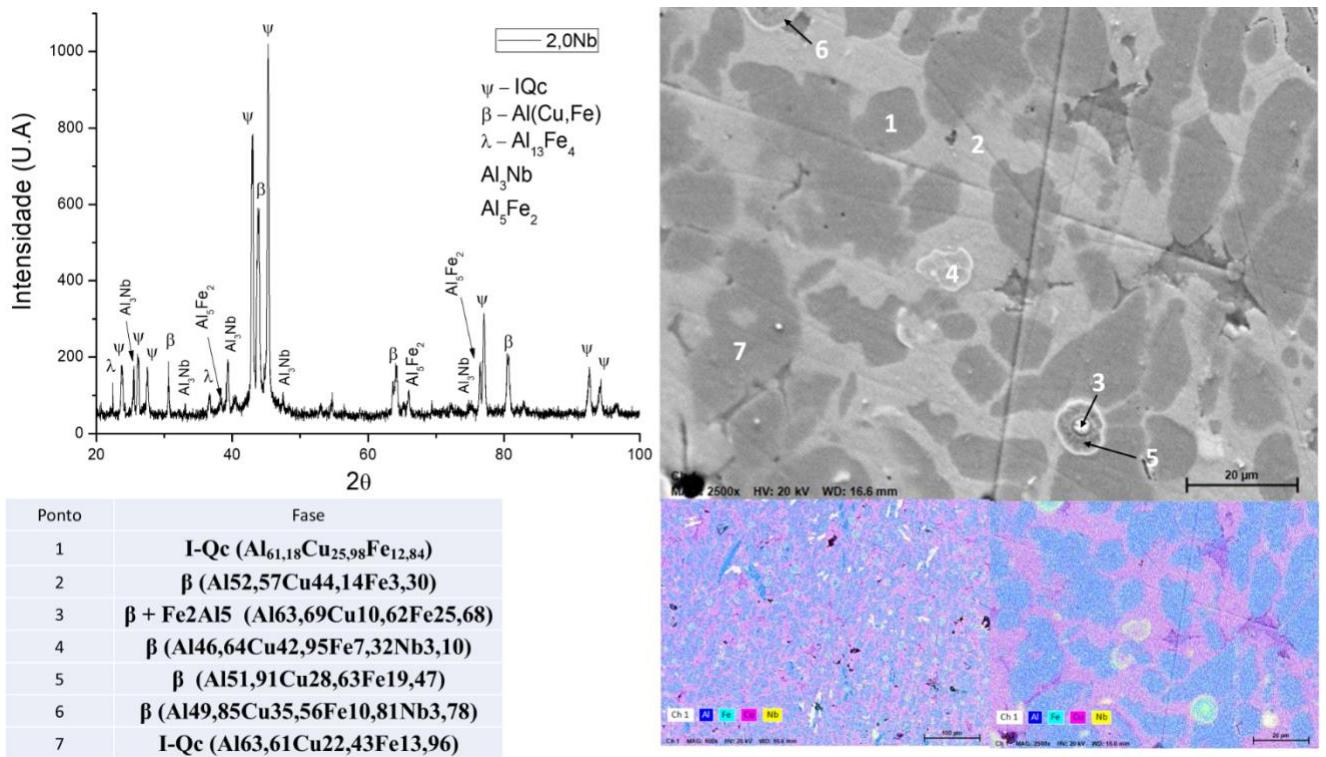


Figura 33. MEV/EDS amostras com 2,0% de nióbio bruta de fusão.

Na amostra contendo 3,0% de nióbio, além das fases previamente identificadas nas amostras com 0,5%, 1,0% e 2,0% de Nb, observa-se a presença de uma nova fase com composição $\text{Al}_{74,46}\text{Cu}_{2,92}\text{Fe}_{1,22}\text{Nb}_{21,40}$. Essa fase é rica em alumínio e nióbio, contendo pequenas quantidades de ferro e cobre, o que sugere sua correspondência com a fase Al_3Nb , detectada com maior intensidade no respectivo difratograma de raios X (DRX). Comparativamente às demais amostras, verifica-se uma desestabilização da fase quasicristalina, acompanhada por um aumento na fração da fase β . Essa desestabilização pode estar associada à maior concentração de nióbio, que interage com o alumínio para favorecer a formação da fase Al_3Nb , reduzindo a estabilidade da fase quasicristalina.

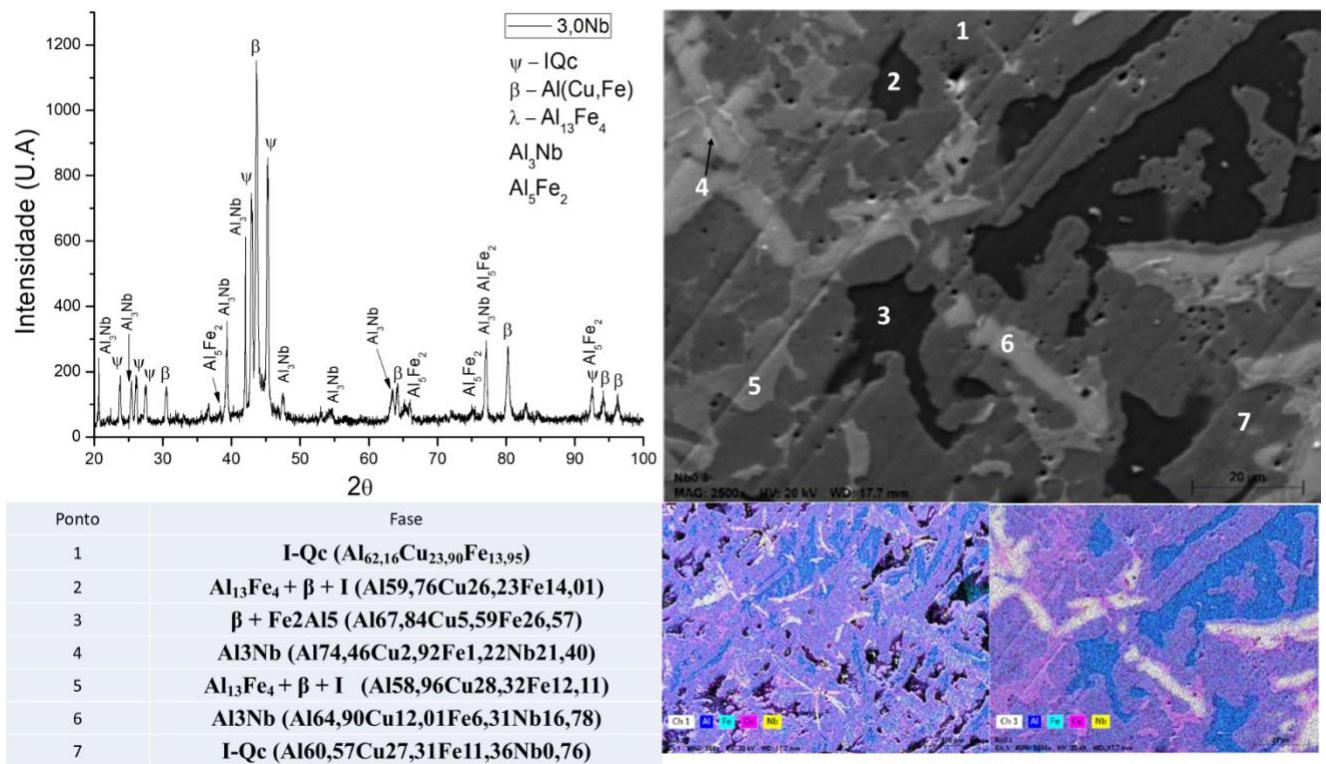


Figura 34. MEV/EDS amostras com 3,0% de nióbio bruta de fusão.

Finalmente, em relação as amostras brutas de fusão, verifica-se abaixo a última composição estudada, a com 5,0% de nióbio.

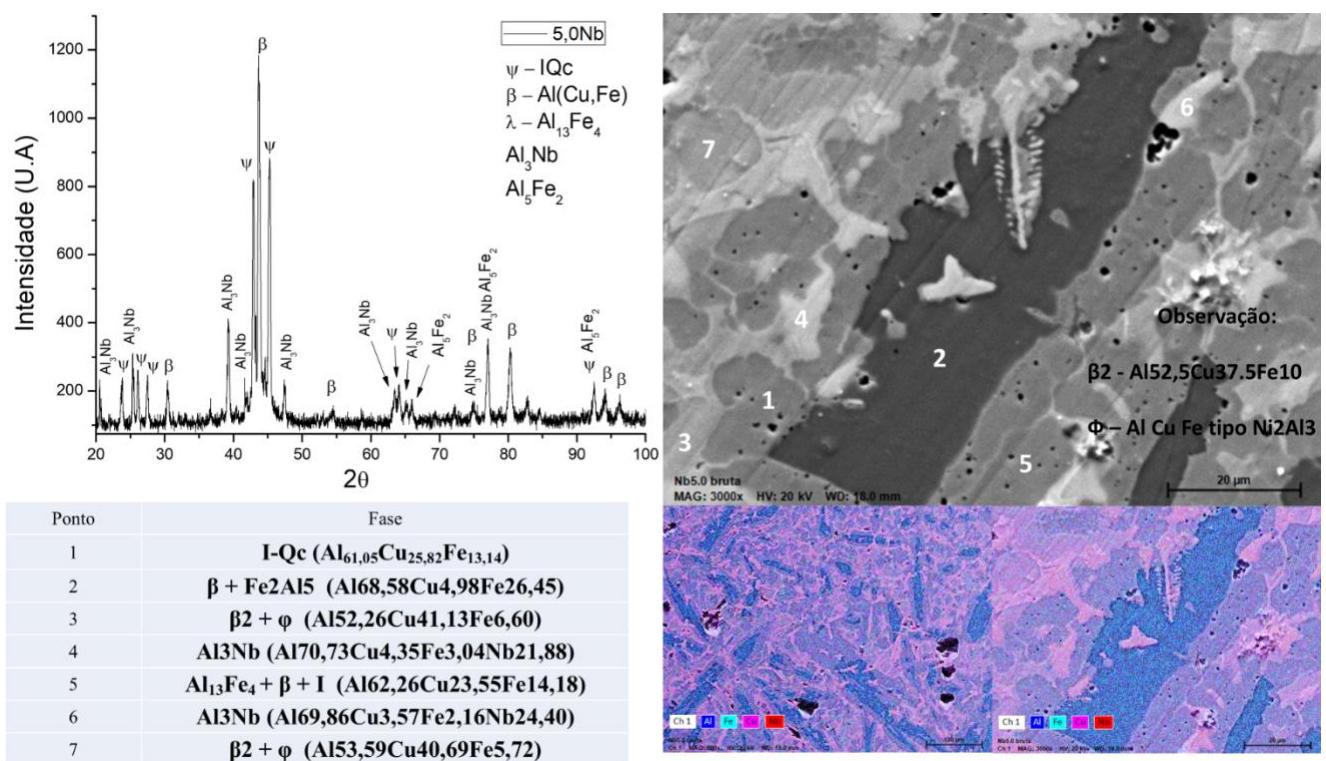


Figura 35. MEV/EDS amostras com 5,0% de nióbio bruta de fusão.

Conforme esperado devido ao maior teor de nióbio, a amostra apresenta uma maior fração da fase Al_3Nb , conforme evidenciado pelo difratograma de raios X (DRX). Além disso, observa-se uma desestabilização da fase quase-cristalina e o surgimento da fase β_2 , conhecida por sua alta estabilidade (DUBOIS, 2005b; GOMES et al., 2019; SILVA GUEDES DE LIMA et al., 2016), além da fase tetragonal $\text{Al}_{10}\text{Cu}_{10}\text{Fe}$. O aumento da concentração de nióbio reduz a fração da fase quasicristalina, promovendo o crescimento das fases aproximantes e da própria fase Al_3Nb . Esses resultados estão em concordância com as previsões termodinâmicas obtidas pelo software PANDAT.

Na figura 36, apresentamos a amostras com 0,5% de nióbio tratada termicamente. Após o tratamento, vemos apenas uma tonalidade de cor, diferente do que foi visto na amostra bruta de fusão, o que comprova que a liga foi homogeneizada. Assim como no seu DRX, vemos que a fase quasicristalina é predominante, seguida da fase β e resquícios da fase Al_3Fe_4 . No ponto quatro vemos uma composição que se encontra em um campo do diagrama que possui as fases $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, β e IQc , com uma pequena quantidade de nióbio.

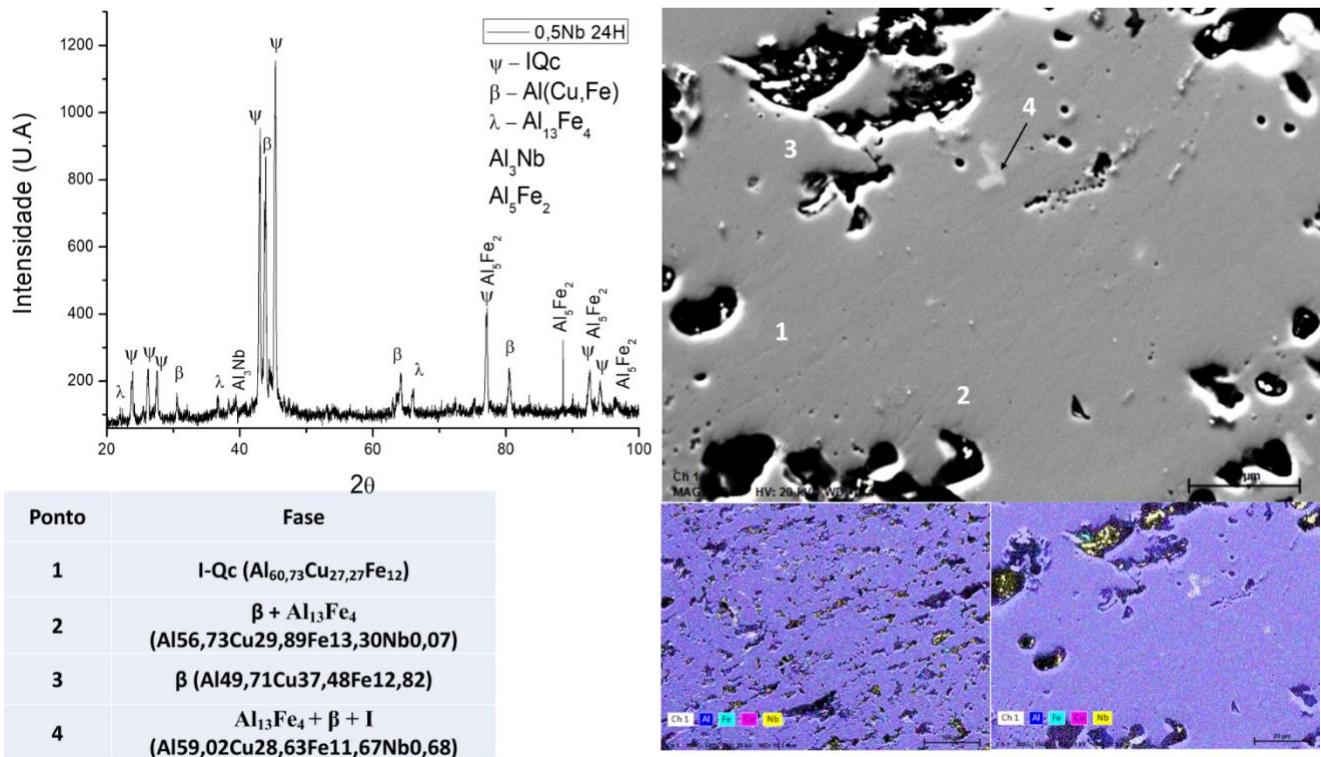


Figura 36. MEV/EDS amostras com 0,5% de nióbio tratada termicamente.

Esse resultado é, apesar do nióbio, está condizente ao encontrado na literatura, em ligas de icosaedrais AlCuFe tratadas termicamente (BRUNO; SILVA; DE LIMA, 2015; DUBOIS, 2001; JANOT, 1998b; TIBERIO ANDRADE DOS PASSOS, 2006).

Para amostra tratada termicamente com 1,0% de nióbio, pode ser visto uma segunda fase mais proeminente, como os pontos 3 que é a fase β e 5, que são as fases β e IQc. O ponto dois representa a fase quasicristalina com 1,34% de nióbio, quantidade próxima ao acrescentada na liga. Importante ressaltar que este resultado corrobora com o apresentado pelo seu DRX.

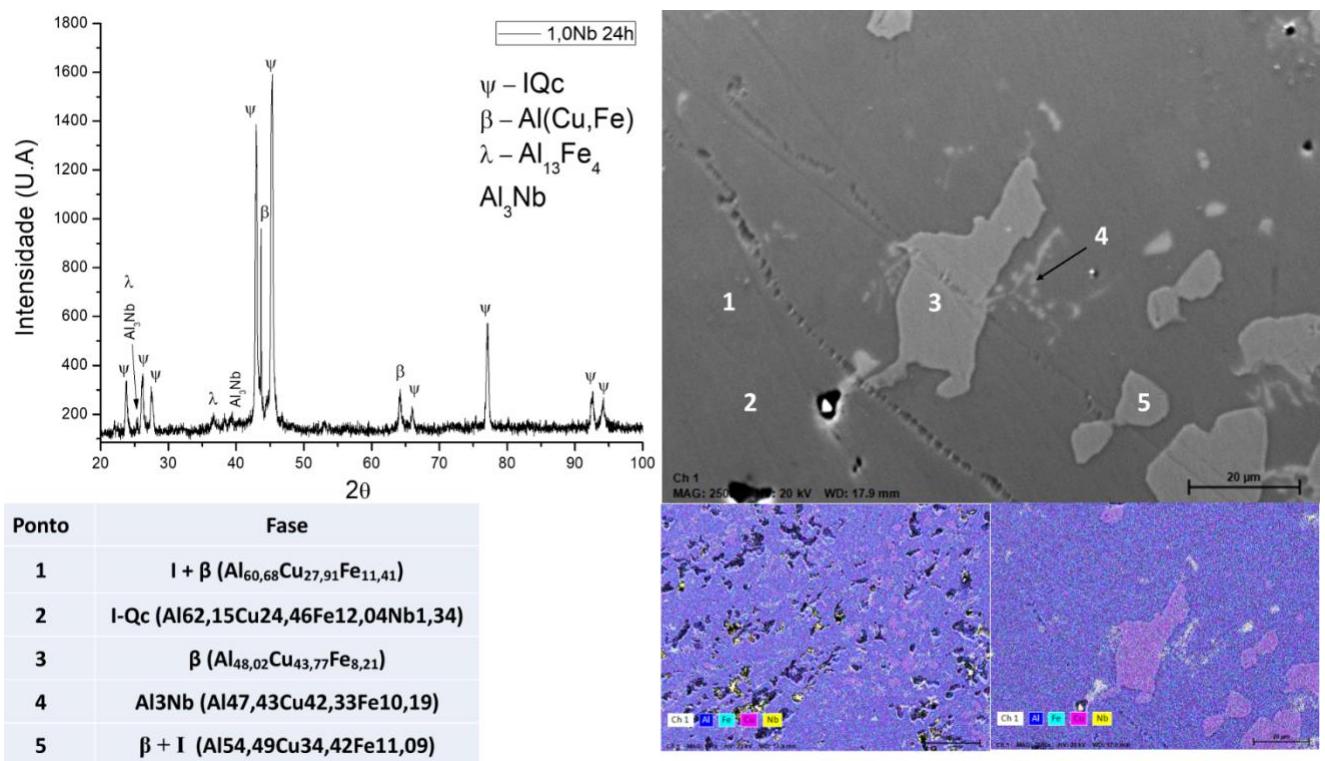


Figura 37. MEV/EDS amostras com 1,0% de nióbio tratada termicamente.

Para a amostra com 2,0% de nióbio é possível visualizar apenas uma tonalidade de cor se sobressaindo e uns veios na morfologia. O ponto três possui uma composição próxima do quasicristal, quando se olha para as quantidades de Al, Cu e Fe, mas com uma quantidade de nióbio de 9,89%. O ponto quatro possui uma composição quasicristalina com cerca de 1,66% de nióbio, próximo aos 2% da composição nominal.

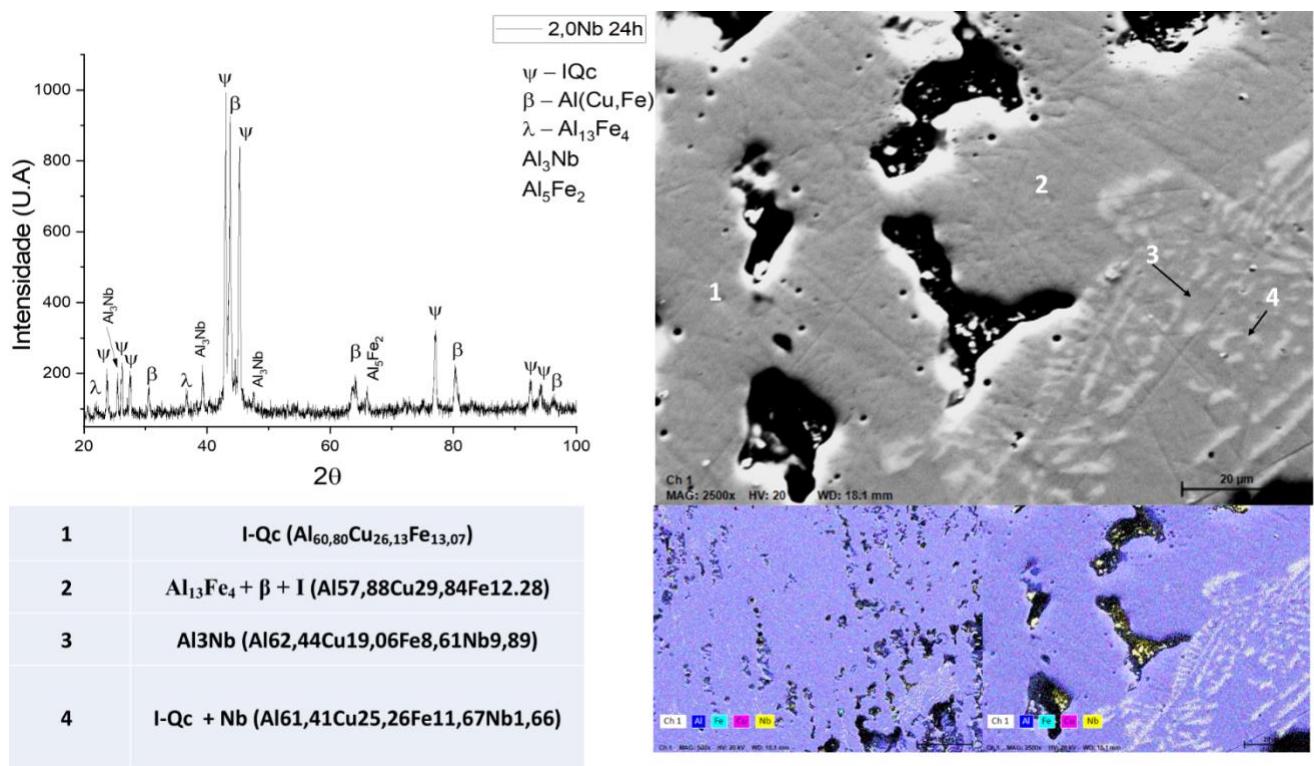


Figura 38. MEV/EDS amostras com 2,0% de nióbio tratada termicamente.

Abaixo apresentamos a liga com 3,0% de Nb tratada termicamente por 24h.

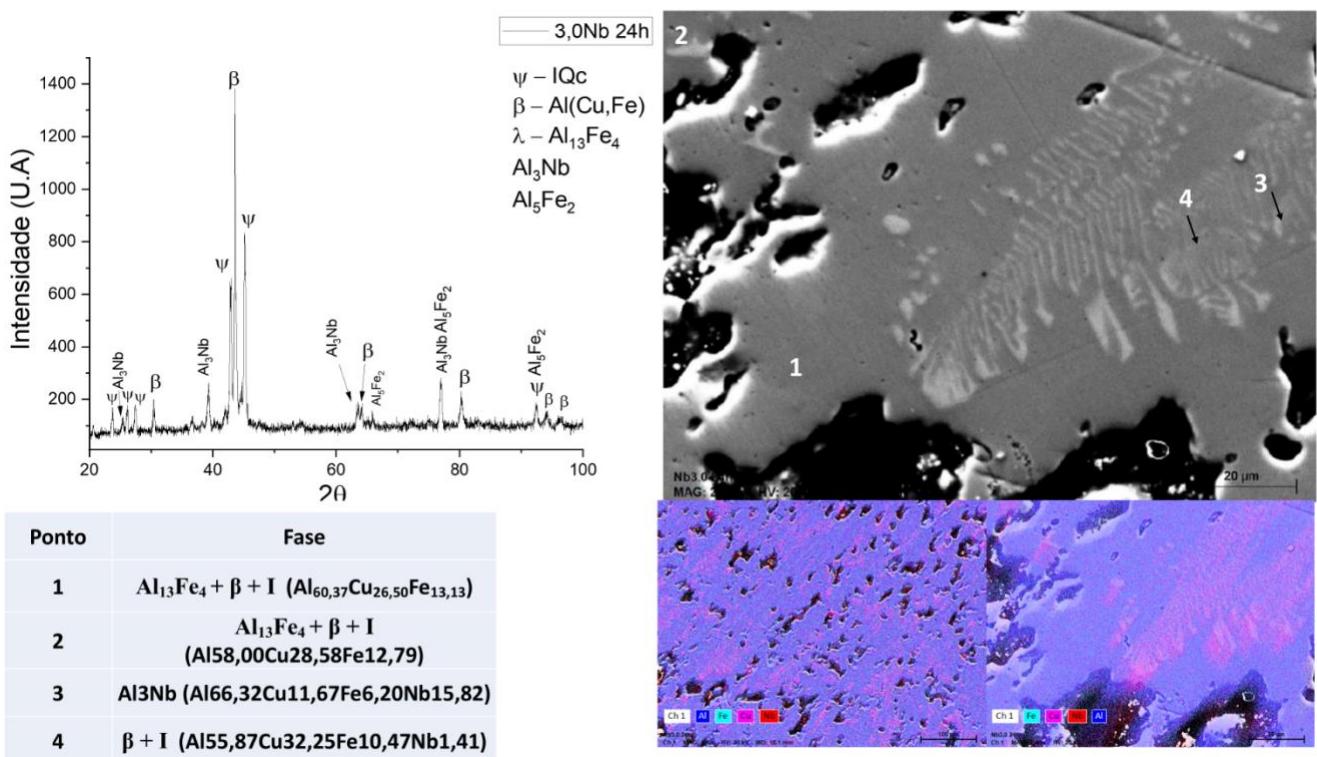


Figura 39. MEV/EDS amostras com 3,0% de nióbio tratada termicamente.

Para a amostras 3,0Nb TT, vemos a maior parte da amostra composta por apenas uma fase e uma segunda fase, no formato de veios. O ponto 3, representa a fase Al_3Nb F. Stein et al. 2015 (STEIN et al., 2015) os pontos um e dois, representa no diagrama ternário uma região com três fases, Al_3Fe_4 , β e IQc . Assim como pode ser visto nos resultados de DRX, a fase quasicristalina é desestabilizada, apresentado para esta composição, uma quantidade menor desta fase e uma maior quantidade de fase β e monoclinica $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. O que como já foi mencionada, possivelmente ocorre por conta do nióbio que tem uma boa afinidade com o alumínio, pegando uma parte do alumínio e consequentemente, desestabilizando a fase quasicristalina.

Na amostra contendo 5,0% de nióbio, além das fases já identificadas na liga com 3,0% de nióbio, observa-se a presença de uma região com contraste mais escuro na imagem de MEV, indicativa de uma fase rica em nióbio. Com base na literatura, essa região pode ser atribuída à fase Al_3Nb (STEIN et al., 2015). A análise do ponto 1, que exibe uma tonalidade mais clara, revela a coexistência das fases $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, β e Fe_2Al_5 , conforme previsto no diagrama ternário do sistema Al-Cu-Fe. O ponto 3 corresponde à composição típica de um quasicristal, enquanto o ponto 4 apresenta uma fase enriquecida em nióbio. Por fim, no ponto 5, verifica-se a presença simultânea das fases monoclinica Al_3Fe_4 e da fase aproximante β .

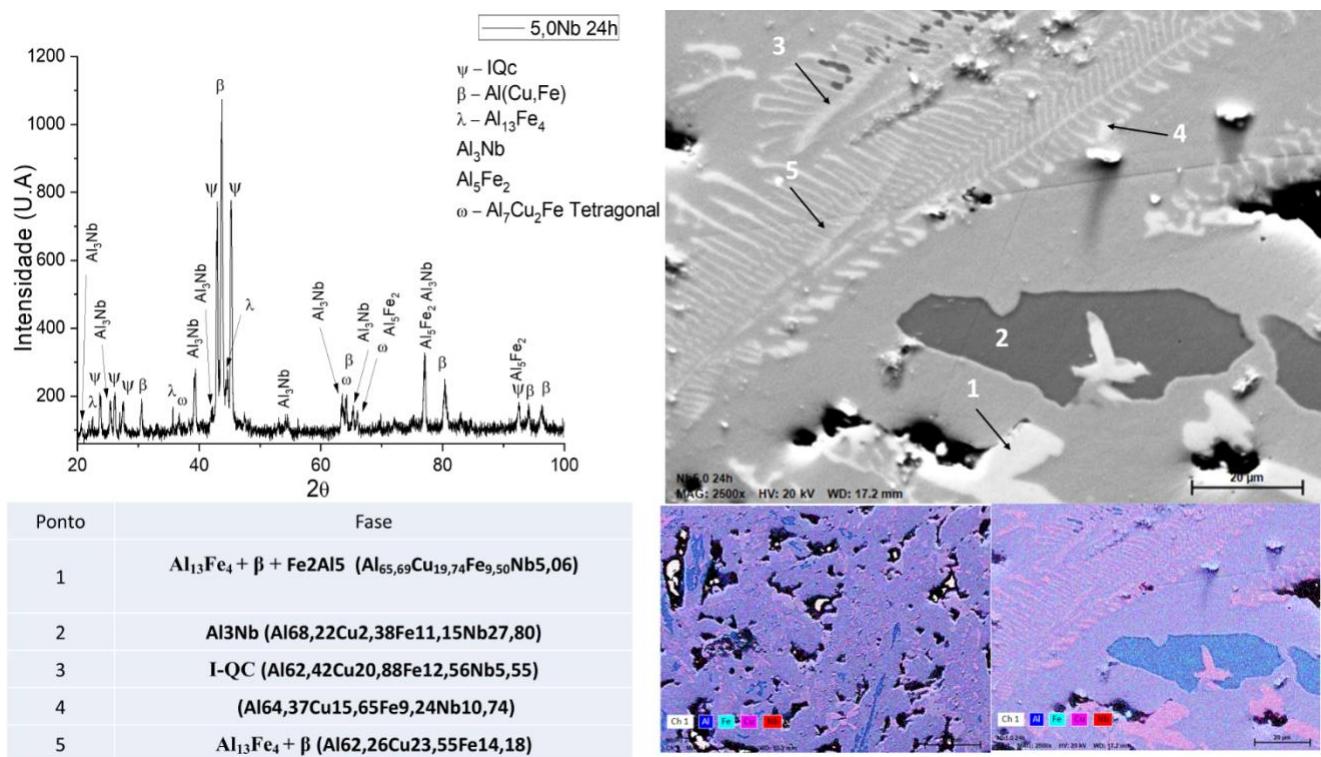


Figura 40. MEV/EDS amostras com 5,0% de nióbio tratada termicamente.

As composições das amostras contendo nióbio estão apresentadas na Tabela 10. As amostras brutas, independentemente do teor de nióbio, encontram-se dentro da faixa composicional característica da fase quasicristalina (DUBOIS, 2005a, 2008). Após o tratamento térmico, as composições mantêm-se próximas às das amostras brutas, com exceção da amostra contendo 3,0% Nb, que apresenta uma redução nos teores de alumínio e nióbio. Essa variação pode estar associada a possíveis intercorrências durante o tratamento térmico.

Destaca-se a redução significativa da concentração de nióbio em relação às amostras na condição inicial. Esse comportamento sugere que o nióbio pode ter sido incorporado à estrutura quasicristalina em solução sólida, além de contribuir para a formação da fase Al_3Nb , conforme discutido anteriormente. Para uma compreensão mais detalhada dessa redistribuição do nióbio, análises complementares, como microscopia eletrônica de transmissão (TEM) ou difração de elétrons retroespelhados (EBSD), seriam necessárias.

Tabela 11. composição das amostras obtidas por EDS.

Amostra	Composição da amostra bruta	Composição da amostra tratada
0,5	$Al_{62.56}Cu_{25.71}Fe_{13.34}Nb_{0.17}$	$Al_{60.74}Cu_{27.27}Fe_{11.77}Nb_{0.22}$
1,0	$Al_{60.92}Cu_{26.85}Fe_{13.28}Nb_{0.19}$	$Al_{59.31}Cu_{28.30}Fe_{11.88}Nb_{0.51}$
2,0	$Al_{59.39}Cu_{30.57}Fe_{9.66}Nb_{0.38}$	$Al_{59.54}Cu_{24.28}Fe_{15.45}Nb_{0.74}$
3,0	$Al_{61.86}Cu_{22.21}Fe_{13.23}Nb_{2.70}$	$Al_{57.77}Cu_{28.83}Fe_{12.35}Nb_{1.06}$
5,0	$Al_{62.56}Cu_{22.29}Fe_{13.28}Nb_{1.87}$	$Al_{60.0}Cu_{22.64}Fe_{14.14}Nb_{3.24}$

5.3 MICRODUREZA VICKERS

Na figura abaixo, é possível ver os resultados de microdureza para as amostras brutas de fusão.

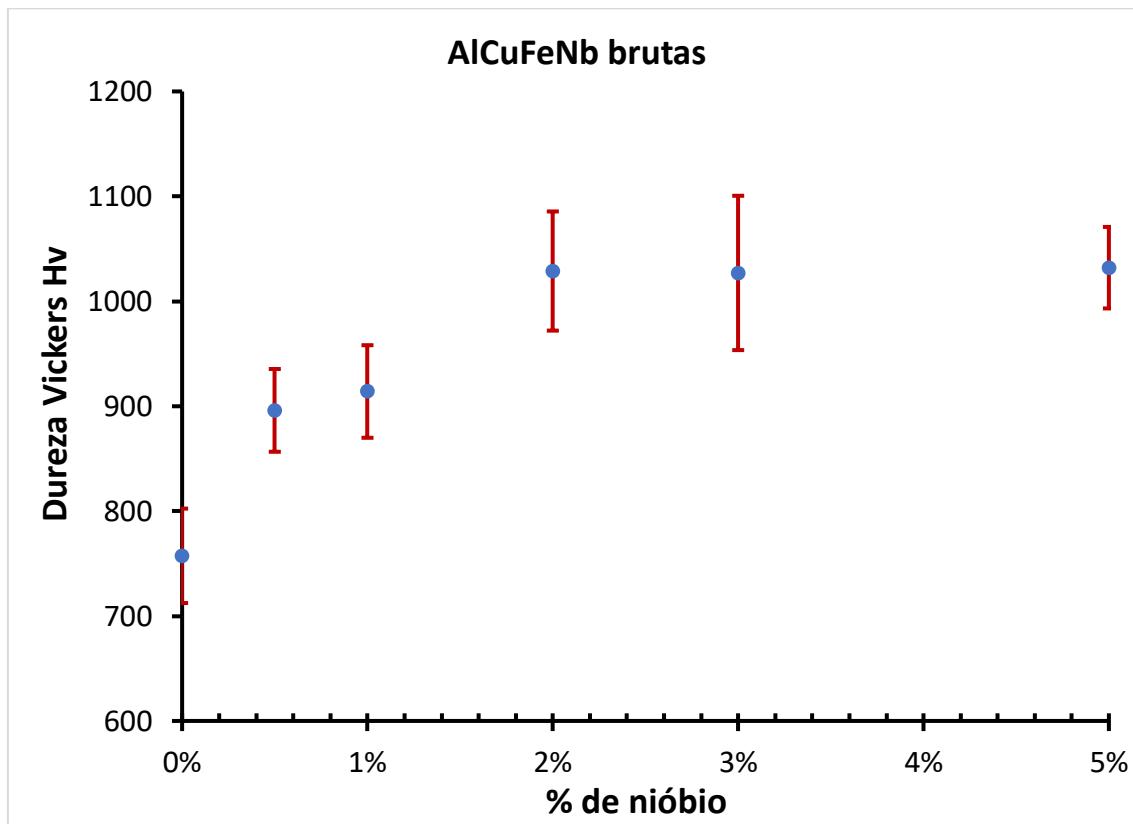


Figura 41. Microdureza Vickers das amostras bruta de fusão.

A análise do gráfico indica que a liga AlCuFeNb sem adição de nióbio apresenta uma dureza Vickers de aproximadamente 757 Hv, um valor elevado e compatível com dados reportados na literatura. Com a introdução de 0,5% de nióbio, usando um tempo de 10 segundos observa-se um incremento de aproximadamente 18% na dureza, atingindo cerca de 896 Hv. Esse aumento continua para as ligas com 1,0% e 2,0% de nióbio, cujas durezas atingem 914 Hv e 1028,8 Hv, correspondendo a aumentos de aproximadamente 21% e 35%, respectivamente, em relação à liga sem nióbio. Para teores mais elevados de nióbio, como 3,0% e 5,0%, a dureza estabiliza em torno de 1027 Hv e 1032 Hv, respectivamente, indicando uma tendência de saturação do efeito endurecedor do nióbio. Esse comportamento pode estar associado à formação da fase A3Nb, conhecida por sua elevada dureza (BAKHTEEVA et al., 2024; BRUNO; SILVA; DE LIMA, 2015; DE

LIMA, 2011; FEITOSA, 2018; WANG; YANG, 2024; WINTHER et al., 2024). Contudo, apesar do expressivo aumento na dureza com a introdução inicial de nióbio, o acréscimo de 2,0% para 5,0% não resulta em variações significativas dentro do erro experimental, sugerindo um limite na contribuição do nióbio para o endurecimento da liga.

A análise do gráfico abaixo revela que, após o tratamento térmico por 24 horas, a liga contendo 0,5% de nióbio apresentou um aumento expressivo de aproximadamente 35% na dureza em relação à liga sem nióbio. Esse aumento inicial indica que a adição de nióbio tem um impacto significativo no endurecimento da liga. No entanto, para concentrações de nióbio entre 0,5% e 5,0%, os valores de dureza permanecem relativamente constantes dentro da faixa de variação dos desvios padrão. Esse comportamento sugere que, após um determinado limite de adição de nióbio, o efeito de endurecimento se estabiliza, possivelmente devido à saturação da solução sólida ou à formação de fases endurecedoras que atingem um equilíbrio microestrutural.

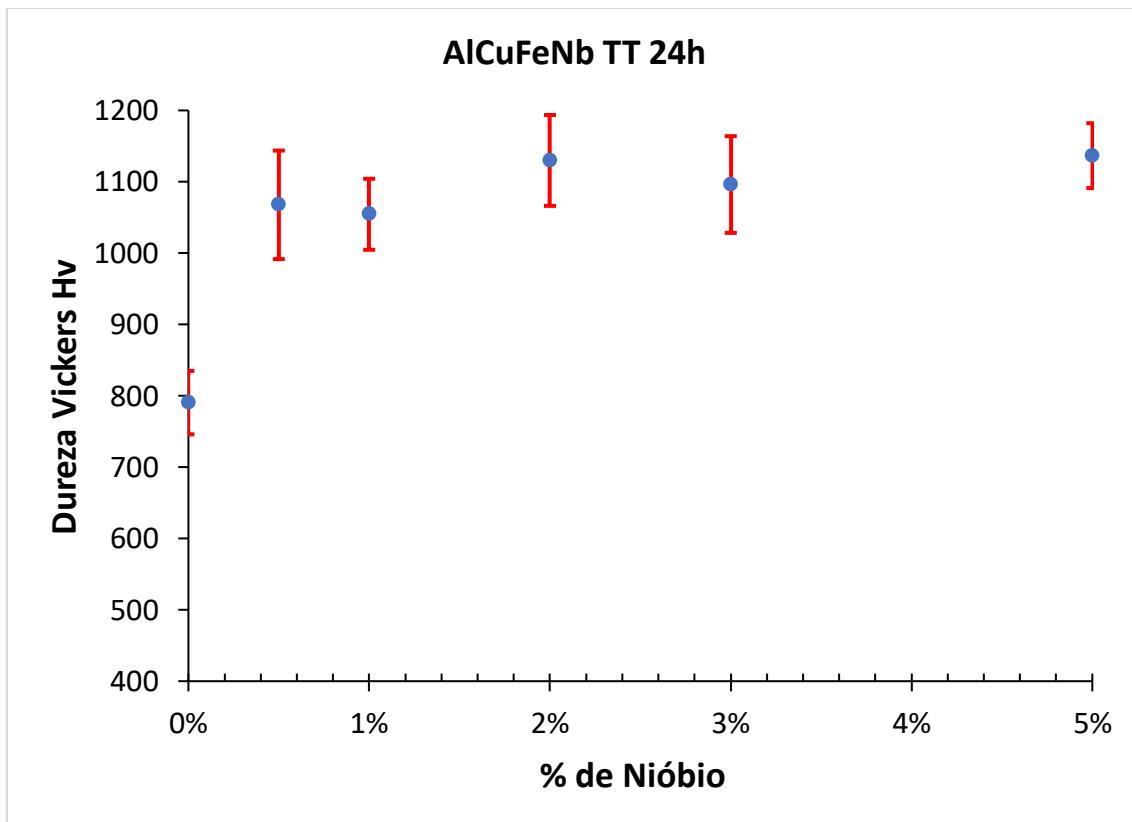


Figura 42. Microdureza Vickers das amostras tratadas.

A figura 43 abaixo, mostra a diferença de dureza entre as amostras brutas e tratadas. Após o tratamento, as durezas aumentaram, o que pode ter ocorrido pelo aumento da fração da fase quasicristalina, como foi verificado pelos difratogramas das ligas apresentados.

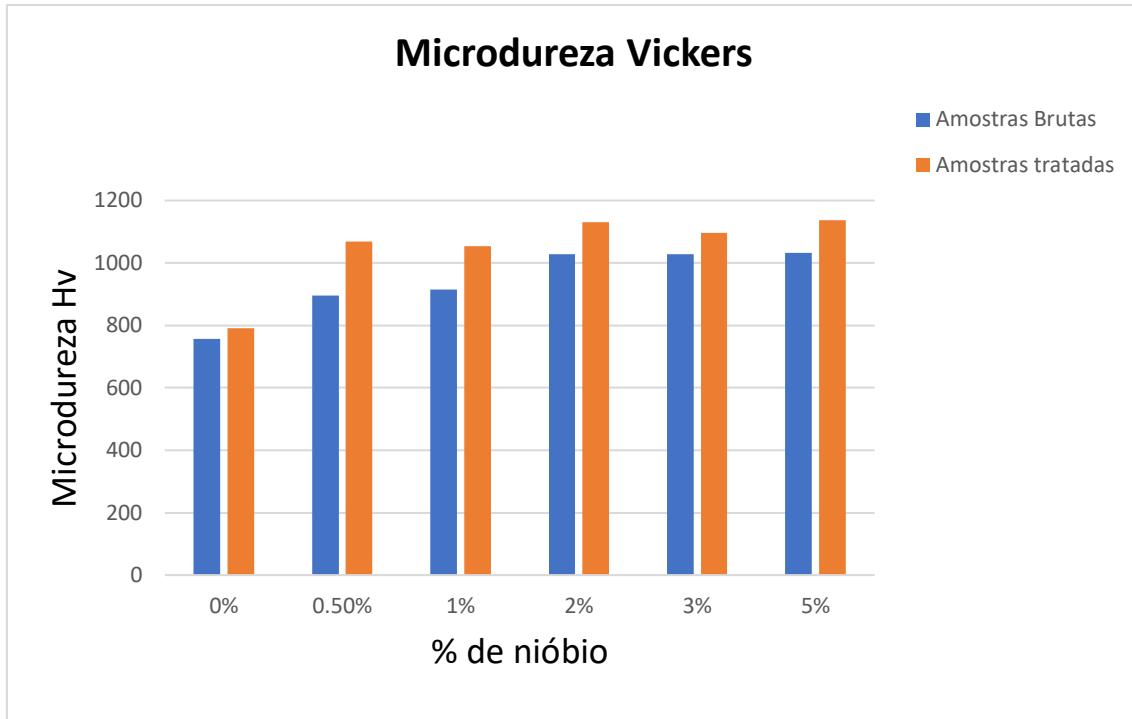


Figura 43. Diferença entre a dureza das amostras antes e depois do tratamento.

Na tabela abaixo é possível verificar os valores das durezas, assim como o aumento percentual da dureza após o tratamento térmico da liga.

Tabela 12. Valores do aumento da dureza após o tratamento térmico.

Amostra	Dureza Hv (Mpa) - Brutas	Dureza Hv (Mpa) - tratadas	Aumento percentual (%)
0%	757,36	790,45	4,36
0,50%	896	1067,67	19,16
1%	914	1054,63	15,38
2%	1028,82	1129,9	9,82
3%	1027	1096,11	6,73
5%	1032	1136,57	10,13

As diferenças entre as amostras sem nióbio não foram tão elevadas, onde a amostra tratada apresenta uma dureza cerca de 4% maior que a amostra bruta de fusão.

A análise dos difratogramas de raios X (DRX) indica que, na amostra bruta, as fases predominantes são a fase quasicristalina (Qc) e a fase β . Ambas apresentam propriedades mecânicas semelhantes, o que pode justificar a proximidade dos valores de dureza entre a amostra bruta e a tratada termicamente. Na amostra tratada, observa-se um aumento significativo na fração da fase quasicristalina, tornando-se praticamente a fase majoritária. Esse comportamento sugere que a estabilidade térmica da fase Qc pode estar relacionada à manutenção da dureza após o tratamento térmico, uma vez que os quasicristais são conhecidos por sua elevada resistência mecânica e dureza intrínseca. Para as amostras contendo nióbio, observa-se um aumento de dureza que varia aproximadamente entre 7% e 20%. Esse incremento mais acentuado nas amostras tratadas termicamente sugere que a presença da fase Al_3Nb desempenha um papel fundamental na melhoria das propriedades mecânicas. Assim, o aumento da dureza não é exclusivamente atribuído à maior fração da fase ψ , mas também à formação da fase Al_3Nb , que é reconhecida por sua elevada dureza e estabilidade térmica. Esse efeito indica que o nióbio pode atuar como um agente de reforço estrutural, contribuindo para o endurecimento da liga após o tratamento térmico (REIP; SAUTHOFF, 1993; ROBERT; FILHO, 1997). Os valores de dureza Vickers dos materiais produzidos e tratados termicamente neste estudo são apresentados na Tabela 13, juntamente com dados reportados na literatura para materiais de composição similar.

Tabela 13. Valores de Microdureza (500mN) da Literatura.

Liga	Hv (GPa)	Referência
$\text{Al}_{73}\text{Pd}_{20}\text{Mn}_7$	678.1 (6.65)	(GOLDMAN ALAN I GOLDMAN; SORDELET DANIEL J SORDELET; DUBOIS JEAN-MARIE DUBOIS; THIEL PATRICIA ANN THIEL, 1997)
$\text{Al}_{70}\text{Pd}_{15}\text{Mn}_{15}$	968 (9.50)	(TAKEUCHI; IWANAGA; SHIBUYA, 1991)
$\text{Al}_6\text{Li}_3\text{Cu}$	390 (3.82)	(WOLLGARTEN et al., 1993)
$\text{Al}_{64}\text{Cu}_{22}\text{Fe}_{14}$	1015 (9.95)	(WOLLGARTEN et al., 1993)
$\text{Al}_{63.5}\text{Cu}_{24}\text{Fe}_{12.5}$	800 (7.85)	(GIACOMETTI et al., 1999)
$\text{Al}_{59}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{13}\text{B}_3$	958 (9.4)	(DE LIMA, 2011)
$\text{Al}_{62}\text{Cu}_{25.5}\text{Fe}_{12.5}$	1060 (10.4)	(SRIVASTAVA et al., 2008)
Al–Cu–Co–Si	1071 (10.5)	(MUKHOPADHYAY; WEATHERLY; EMBURY, 2001)
$\text{Al}_{62}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{13}$ (reciclado)	600 (5.9)	(JÚNIOR et al., 2024)
$\text{Al}_{65}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}$	791 (7.8)	Este trabalho
$\text{Al}_{62.7}\text{Cu}_{24.9}\text{Fe}_{11.9}\text{Nb}_{0.5}$	1068 (10.5)	Este trabalho
$\text{Al}_{62.37}\text{Cu}_{24.75}\text{Fe}_{11.88}\text{Nb}_{1.0}$	1055 (10.4)	Este trabalho
$\text{Al}_{61.74}\text{Cu}_{24.5}\text{Fe}_{11.76}\text{Nb}_{2.0}$	1130 (11.1)	Este trabalho
$\text{Al}_{61.11}\text{Cu}_{24.25}\text{Fe}_{11.64}\text{Nb}_{3.0}$	1100 (10.8)	Este trabalho

Al _{59,85} Cu _{23,75} Fe _{11,4} Nb5.0	1137 (11.2)	Este trabalho
--	-------------	---------------

Observa-se que a dureza da amostra sem adição de nióbio está dentro da faixa média reportada na literatura. Para as amostras contendo nióbio, os valores de dureza obtidos situam-se entre os mais elevados encontrados em estudos prévios para teores de até 1,0% de nióbio. No entanto, para teores de 2,0%, 3,0% e 5,0%, os valores medidos superam as médias reportadas na literatura, alcançando um incremento de aproximadamente 10% em relação aos estudos previamente publicados. Esse aumento pode estar associado a mecanismos específicos, como formação de fases intermetálicas, refinamento de grão ou alterações na estrutura cristalina, dependendo do contexto do estudo.

5.4 CORROSÃO

O potencial de circuito aberto (E_{ocp}) é um parâmetro fundamental para entender o comportamento eletroquímico inicial das ligas metálicas em meio salino, pois reflete a estabilidade termodinâmica da superfície antes da aplicação de polarização externa. Todas as medidas foram realizadas em **solução aquosa de NaCl 3,5%**, um ambiente corrosivo amplamente utilizado para simular condições reais de degradação de ligas metálicas.

Os valores de E_{ocp} foram determinados na região do **platô estável**, considerando a média dos potenciais registrados **do experimento**. Essa abordagem garante uma avaliação mais precisa da estabilidade do material na solução corrosiva, minimizando a influência de flutuações iniciais e fenômenos transitórios (ZAID et al., 2008).

Analizando as curvas de OCP (Figura 44), observa-se que as amostras sem tratamento térmico (**brutas de fusão**) apresentaram potenciais mais negativos em comparação com as amostras tratadas termicamente (TT). Este comportamento sugere que o tratamento térmico influencia a estrutura superficial da liga, promovendo uma estabilização do potencial e possivelmente a formação de uma camada protetora mais homogênea (AMINI; TAYEBIFARD; BAHNEMIRI, 2025).

A liga **AlCuFe bruta de fusão** apresentou E_{ocp} de **-724,61 mV**, enquanto a amostra **AlCuFe TT** mostrou um potencial mais positivo de **-517,53 mV**, indicando um possível efeito protetor promovido pelo tratamento térmico. Para as ligas contendo **nióbio**, a adição de 0,5% Nb manteve valores de E_{ocp} relativamente similares à liga base

(-709,45 mV para 0,5Nb bruta e -726,13 mV para 0,5Nb TT), enquanto as ligas com teores maiores de Nb (3% e 5%) apresentaram comportamento distinto.

A liga **3Nb bruta** apresentou um E_{ocp} de **-795,35 mV**, valor significativamente mais negativo do que as demais composições, indicando maior tendência à corrosão inicial. No entanto, a liga **3Nb TT** sofreu um deslocamento para **-733,54 mV**, demonstrando que o tratamento térmico melhorou a estabilidade do material. Já a liga **5Nb bruta** apresentou um E_{ocp} de **-699,52 mV**, enquanto sua versão de sua amostra TT foi registrada em **-718,93 mV**, sugerindo que a influência do Nb na estabilidade eletroquímica pode ser dependente do seu teor e das interações metalúrgicas da liga.

A variação observada no E_{ocp} entre as ligas brutas e tratadas termicamente reforça a hipótese de que o tratamento térmico promove uma redistribuição dos elementos na microestrutura, alterando a formação da camada de passivação inicial e, consequentemente, impactando a resistência à corrosão.

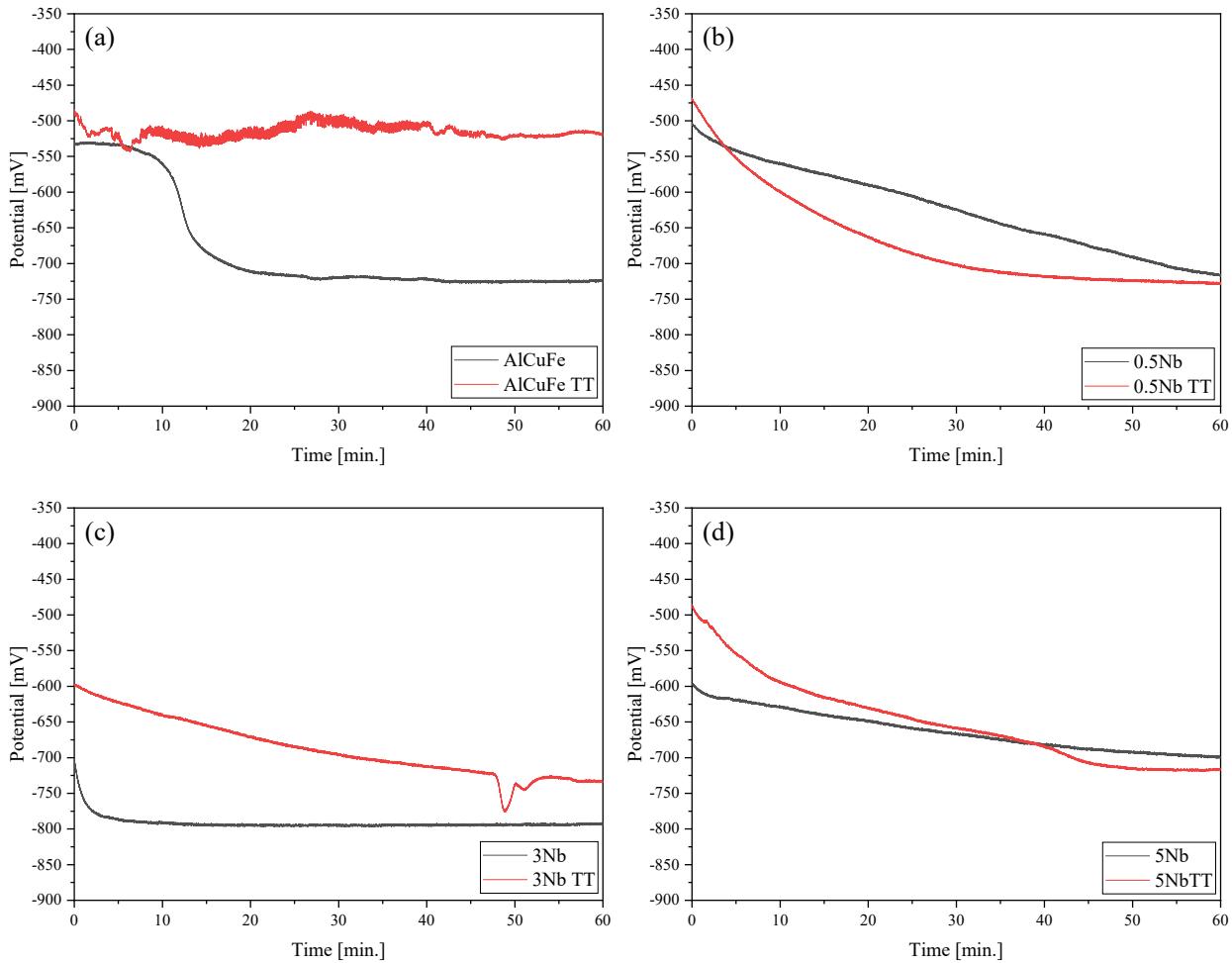


Figura 44. Curvas obtidas das medidas de Potencial de Circuito Aberto (OCP, Open Circuit Potential) para amostras (a) AlCuFe, (b) AlCuFe-0,5Nb, (c) AlCuFe-3Nb e (d) AlCuFe-5Nb.

As curvas de polarização potenciodinâmica (Figura 45) foram obtidas com compensação do OCP, permitindo a extração de E_{corr} (potencial de corrosão) e i_{corr} (densidade de corrente de corrosão) para cada liga. Os valores de E_{corr} e i_{corr} foram determinados pela metodologia da extração de Tafel, garantindo uma análise precisa das regiões anódica e catódica e da taxa de corrosão. A Tabela 14 mostra os parâmetros eletroquímicos obtidos.

Observa-se que, para a liga AlCuFe bruta de fusão, o E_{corr} foi de -849,35 mV com um i_{corr} de 0,042 mA, enquanto a versão da amostra tratada termicamente (TT) apresentou um E_{corr} ainda mais negativo (-883,50 mV), mas com uma redução significativa da i_{corr} para 0,004 mA, indicando que o tratamento térmico melhorou a resistência à corrosão, possivelmente por estabilizar a fase quasicristalina e reduzir a presença de fases intermetálicas menos nobres.

A adição de 0,5% Nb não promoveu alterações significativas no E_{corr} , mas uma leve redução na i_{corr} foi observada para a amostra TT, sugerindo que a incorporação de Nb não afeta drasticamente o comportamento eletroquímico inicial da liga, mas pode influenciar na taxa de corrosão a longo prazo.

Para a liga com 3% Nb, a amostra 3NbTT apresentou um E_{corr} mais positivo (-727,36 mV) em relação à liga base (3Nb), com um i_{corr} reduzido (0,016 mA). Entretanto, a liga 3Nb TT exibiu um deslocamento significativo do E_{corr} para -880,17 mV e um aumento da i_{cor} para 0,197 mA, indicando uma possível deterioração da camada passiva.

A liga com 5% Nb manteve um comportamento mais estável, com valores de E_{corr} em torno de -800,06 mV para a amostra bruta de fusão e -807,01 mV para a tratada termicamente, além de baixas densidades de corrente de corrosão (0,013 mA e 0,010 mA, respectivamente). Isso sugere que, para teores mais elevados de Nb, há um efeito protetor mais efetivo e estável sem modificações significativas entre a amostra 5Nb e 5NbTT, possivelmente devido à maior distribuição e homogeneidade de fases rica-AlNb mais estável e resistente à dissolução anódica (LAYACHI; DEBILI; BEDBOUDI, 2022).

Adicionalmente, observa-se que a região da camada de passivação diminui com a adição de Nb, o que pode ser atribuído ao mecanismo metalúrgico de difusão do Al da matriz rica-AlCuFe para a formação da fase Al_3Nb (AZEVEDO et al., 2024; DILLON et al., 2022). Esse efeito metalúrgico de difusão do Al da matriz quasicristalina pode levar formação da fase Al_3Nb e outros intermetálicos (Al_5Fe_2) durante a solidificação da liga, (ver Figura DRX), fazendo com que a matriz de AlCuFe fique menos suscetível à uma passivação pela ausência de Al e também de fases aproximantes baseadas em AlCu que são responsáveis por manter a camada de passivação estável (KWOLEK; KOŚCIELNIAK; WYTRWAL-SARNA, 2020; KWOLEK; WOJNICKI; CSAPÓ, 2021) Essa transição estrutural tem influência na proteção superficial, sendo um fator de determinante na estabilidade da camada passiva.

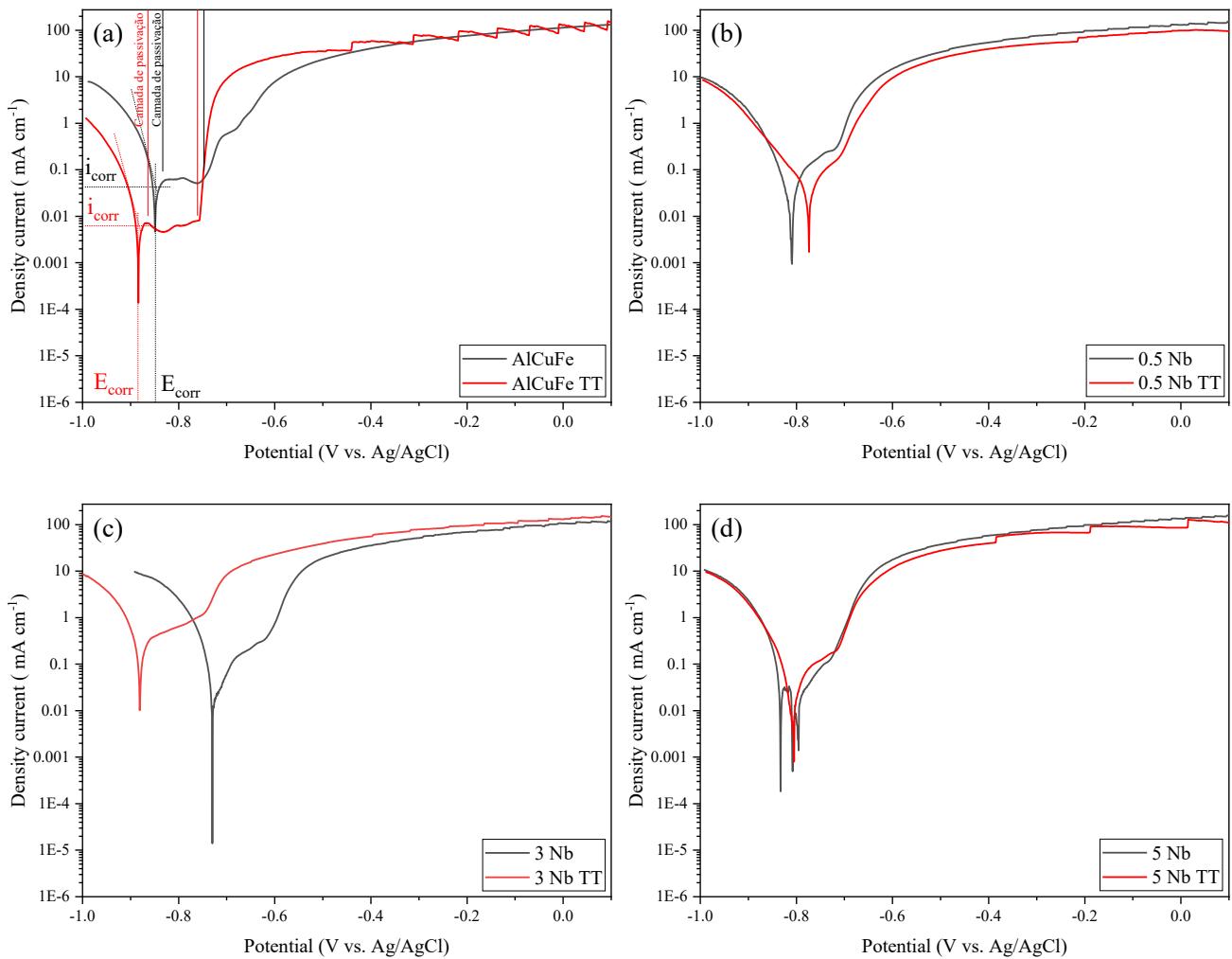


Figura 45. Curvas obtidas das medidas da Varredura Potencialdinâmica Linear para amostras (a) AlCuFe, (b) AlCuFe-0,5Nb, (c) AlCuFe-3Nb e (d) AlCuFe-5Nb.

Tabela 14. Parâmetros eletroquímicos obtidos das curvas de Potencial de Circuito Aberto e Varredura Potencialdinâmica Linear para amostras AlCuFe, AlCuFe-0,5Nb, AlCuFe-3Nb e AlCuFe-5Nb.

	E_{ocp} (mV)	I_{corr} (mA)	E_{corr} (mV)
AlCuFe Bruta	-724,61	0,042	-849,35
AlCuFe TT	-517,53	0,004	-883,50
0,5Nb	-709,45	0,043	-812,12

0,5NbTT	-726,13	0,038	-774,47
3Nb	-795,35	0,016	-727,36
3NbTT	-733,54	0,197	-880,17
5Nb	-699,52	0,013	-800,06
5NbTT	-718,93	0,010	-807,01

6. CONCLUSÕES

6.1 PANDAT

- A análise termodinâmica mostrou que a fase quasicristalina I-Qc (Al13M4) só ocorre com menos de 5% de Nb, sendo gradualmente substituída pelas fases AlCu_ETA, AlCu_Zeta e D0_22 à medida que o teor de Nb aumenta. A fase D0_22 (Al3Nb) aparece já com 0,6% de Nb e cresce com sua concentração, sendo apontada como a principal responsável pela desestabilização das fases quasicristalina I-Qc e β , devido à sua forte afinidade com o alumínio, o que leva à segregação e redução da estabilidade dessas fases.
- Os resultados mostraram que a fase quasicristalina ψ (Al13M4) é estável até cerca de 800 °C em ligas com até 2,0% de Nb, mas desaparece por volta de 900 °C. Com 3,0% de Nb, sua estabilidade cai para cerca de 620 °C, sumindo entre 700 e 750 °C. Na liga com 5,0% de Nb, a instabilidade ocorre já por volta de 700 °C. Esse comportamento está relacionado ao aumento da fase Al₃Nb, que reduz a estabilidade da fase quasicristalina.
- A fase Al₃Nb mostrou alta estabilidade térmica, resistindo até temperaturas entre 1150 °C e 1350 °C, conforme o teor de Nb na liga. Sua presença influencia significativamente a estabilidade microestrutural, sendo fundamental no desenvolvimento de ligas Al-Cu-Fe-Nb para aplicações estruturais de alta temperatura e desempenho mecânico elevado.

6.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

- A introdução de nióbio na liga Al-Cu-Fe resultou na formação da fase Al_3Nb a partir de 0,5% de Nb, com crescimento progressivo conforme o teor de Nb aumentou.
- O Nb influenciou a estabilidade da fase quasicristalina (IQc): até 2,0%, melhorou a sua estabilidade e aumentou de fração após o tratamento térmico que foi acima de 3,0% e contribuiu para a sua desestabilização devido à formação da fase Al_3Nb .
- O tratamento térmico de 24h aumentou a fração da fase quasicristalina até 2,0% de Nb, porém não teve efeito significativo nas ligas com 3,0% e 5,0%. A fase de Al_3Nb mostrou-se estável, com leve redução nos picos, indicando assim que a sua estabilidade reduziu a fração quasicristalina devido à composição de alumínio.
- Para a liga com 5,0% de Nb, verificou-se o surgimento da fase tetragonal $\text{Al}_4\text{Cu}_2\text{Fe}$, indicando redistribuição dos elementos na matriz da liga.
- Os resultados sugerem que a escolha da concentração de Nb e das condições de tratamento térmico são fatores-chave para otimizar a fração da fase quasicristalina e minimizar a formação de fases secundárias.
- A estabilidade da fase Al_3Nb mesmo após tratamento térmico reforça seu papel na evolução da microestrutura da liga, com possíveis implicações para o processamento e aplicação desses materiais.

6.3 TG/DTG

- Os resultados da análise térmica e as simulações pelo PANDAT indicam que a fase quasicristalina ψ está presente à temperatura ambiente, mas se desestabiliza entre 820 e 947 °C, variando conforme a composição da liga. Para até 2,0% de nióbio, a transição ocorre com formação e composição da liga. Para até 2,0% de nióbio, a transição ocorre com a formação de fase Al_5Fe_2 ; com 3,0% de nióbio, forma-se fase líquida; e com 5,0%, surge a fase β . As energias de transição e os picos endotérmicos observados confirmam os dados simulados, validando a coerência entre os resultados experimentais e computacionais.

- Os resultados mostram que o nióbio eleva a temperatura de fusão da liga AlCuFe. Sem nióbio ou com 0,5%, a fase final a se fundir é a Al₅Fe₂ (~1100 °C). Com 1,0% a 5,0% de Nb, a fase final é a D0₂₂ (Al₃Nb), com fusão entre 1210 °C e 1339 °C. As análises térmicas confirmam esse aumento progressivo, alinhado às previsões do PANDAT, evidenciando a influência do nióbio na estabilidade térmica da liga.

6.4 MEV/EDS:

- As análises por MEV, EDS e DRX mostraram que a fase quasicristalina (IQc) predomina em amostras com até 2,0% de nióbio, junto às fases β , Al₅Fe₂ e Al₁₃Fe₄. Com 3,0% e 5,0% de Nb, forma-se Al₃Nb, levando à desestabilização da fase quasicristalina e ao crescimento de fases aproximantes. Os resultados confirmam a influência do nióbio na estabilidade e evolução das fases.
- Após o tratamento térmico, as amostras apresentam morfologia homogênea e estabilização da fase quasicristalina. Porém, com maior teor de Nb, houve redução da fase IQc e um aumento das fases β e Al₁₃Fe₄. A composição sugeriu possível incorporação do Nb na estrutura quasicristalina e sua participação na formação da fase Al₃Nb. Estudos complementares, como TEM e EBSD, são recomendados para aprofundar a compreensão do papel do Nb na estabilidade das fases.

6.5 MICRODUREZA:

- A adição de nióbio na liga AlCuFeNb promove um aumento significativo da dureza, especialmente para teores de até 2,0%, além dos quais ocorre uma estabilização do efeito endurecedor. Esse comportamento está associado à formação da fase A₃Nb, conhecida por sua elevada dureza. O tratamento térmico intensifica esse efeito, resultando em um aumento adicional na dureza, especialmente para as ligas contendo nióbio, devido à maior fração da fase quasicristalina e à formação da fase Al₃Nb. Assim, a combinação da adição de nióbio e do tratamento térmico demonstra ser uma estratégia eficiente para a otimização das propriedades mecânicas da liga.
- Os materiais contendo nióbio apresentaram valores de dureza entre os mais elevados reportados na literatura para teores de até 1,0%, enquanto para teores de 2,0% a 5,0%, os valores superaram as médias publicadas, com um incremento de aproximadamente 10%.

Esse aumento pode estar relacionado a mecanismos como formação de fases intermetálicas, refinamento de grão ou alterações na estrutura cristalina.

6.6 ENSAIO DE CORROSÃO

- Os testes de potencial de circuito aberto indicam que o tratamento térmico melhora a estabilidade eletroquímica para algumas composições, dependendo do teor de Nb. As curvas de polarização mostraram que o Nb pode atuar tanto na estabilização da camada passiva quanto na fragilização da proteção superficial, dependendo do seu teor e da condição metalúrgica da liga. As ligas com 5% de Nb apresentaram os menores valores de corrente de corrosão, sugerindo que há um limiar onde o Nb melhora a resistência à corrosão da liga AlCuFe sem comprometer a estabilidade da camada passiva.

SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- Estudo de Tenacidade a Fratura das ligas com Nióbio;
- Verificar o tempo de tratamento térmico em ligas quasicristalinas AlCuFeNb nas propriedades mecânicas e eletroquímicas;
- Testes de imersão de 1, 3 e 5 dias para analisar as propriedades eletroquímicas pós imersão e verificar a evolução da camada de passivação de ligas quasicristalinas AlCuFeNb;
- Investigar outros inibidores de corrosão baseados em metais de transição (Cr, V, Mn, Ti, Ag) para ligas quasicristalinas AlCuFe;
- Fazer estudo Catálise nas ligas com nióbio.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

ALVES, R. F. et al. Effect of small vanadium addition on the microstructure, transformation temperatures, and corrosion behavior of a Cu72Al17Mn11 shape memory alloy. **Journal of Materials Research and Technology**, [s. l.], v. 24, p. 6009–6021, 2023. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2238785423009080>>

AMINI, M. et al. Ultrafast synthesis of the nanostructured Al59Cu25.5Fe12.5B3 quasicrystalline and crystalline phases by high-energy ball milling: Microhardness, electrical resistivity, and solar cell absorptance studies. **Advanced Powder Technology**, [s. l.], v. 31, n. 10, p. 4319–4335, 2020.

AMINI, M. et al. An uncomplicated method for growing nano-quasicrystalline structures in the AlCuFeB quaternary alloy system: A short-time milling. **MethodsX**, [s. l.], v. 8, p. 101305, 2021.

AMINI, M.; TAYEBIFARD, S. A.; BAHNEMIRI, I. J. On electrochemical corrosion of mechano-activated and thermally processed Al Cr Ni 2D decagonal quasicrystalline structures and crystalline approximants. **Corrosion Communications**, [s. l.], v. 17, p. 44–56, 2025.

AZEVEDO, H. M. et al. Effects of solidification, solution and aging processes on an AlCuNb alloy: thermal and microstructural analysis, microhardness, electrical resistivity and conductivity. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. l.], v. 149, n. 3, p. 953–966, 2024.

BABILAS, R. et al. Structural Characterization of Al65Cu20Fe15 Melt-Spun Alloy by X-ray, Neutron Diffraction, High-Resolution Electron Microscopy and Mössbauer Spectroscopy. **Materials**, [s. l.], v. 14, n. 1, p. 54, 2020.

BAKHTEEVA, N. D. et al. Structure of Al82Cu7Fe11 Alloy After High-Speed Quenching. **Inorganic Materials: Applied Research**, [s. l.], v. 15, n. 2, p. 266–272, 2024. Disponível em: <<https://link.springer.com/10.1134/S2075113324020084>>

BANCEL, P. A. et al. Structure of Rapidly Quenched Al-Mn. **Physical Review Letters**,

[s. l.], v. 54, n. 22, p. 2422–2425, 1985. Disponível em:
<https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.54.2422>

BELIN-FERRÉ, E. Basics of Thermodynamics and Phase Transitions in Complex Intermetallics. [s.l.] : WORLD SCIENTIFIC, 2008. v. 1

BRUNO, P.; SILVA, A.; DE LIMA, G. **João Pessoa-Paraíba julho.** [s.l: s.n.].

CAI, F. et al. Wear behavior of low-pressure plasma-sprayed AlCuFe quasicrystalline coating on titanium alloy. **Vacuum**, [s. l.], v. 81, n. 1, p. 85–90, 2006. Disponível em:
<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0042207X0600114X>

CHEN, S.-L. et al. Calculating phase diagrams using PANDAT and panengine. **JOM**, [s. l.], v. 55, n. 12, p. 48–51, 2003. Disponível em:
<https://link.springer.com/10.1007/s11837-003-0010-5>

DE LIMA, B. A. S. G. Propriedades Mecânicas da Liga Al-Cu-Fe-B com Estrutura Icosaédral através da Técnica de Indentação Instrumentada. 2011. Federal University of Paraíba, [s. l.], 2011.

DELOUDI, S.; FLEISCHER, F.; STEURER, W. Unifying cluster-based structure models of decagonal Al–Co–Ni, Al–Co–Cu and Al–Fe–Ni. **Acta Crystallographica Section B Structural Science**, [s. l.], v. 67, n. 1, p. 1–17, 2011.

DEMANGE, V. et al. Optical conductivity of Al–Cr–Fe approximant compounds. **Physical Review B**, [s. l.], v. 65, n. 14, p. 144205, 2002. Disponível em:
<https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.65.144205>

DILLON, T. et al. Effects of Growth and Cooling Rates Via Horizontal Solidification of an AlCuNb Alloy: A Thermal, Microstructural and Mechanical Analysis. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, [s. l.], v. 75, n. 6, p. 1429–1439, 2022.

DOLINŠEK, J.; SMONTARA, A. Decagonal Quasicrystals and Approximants: Two-Dimensional or Three-Dimensional Solids? **Israel Journal of Chemistry**, [s. l.], v. 51, n. 11–12, p. 1246–1256, 2011. a.

DOLINŠEK, J.; SMONTARA, A. Decagonal Quasicrystals and Approximants: Two-Dimensional or Three-Dimensional Solids? **Israel Journal of Chemistry**, [s. l.], v. 51, n. 11–12, p. 1246–1256, 2011. b. Disponível em:
<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/ijch.201100132>

DUBOIS, J.-M. Quasicrystals. **Journal of Physics: Condensed Matter**, [s. l.], v. 13, n. 34, p. 7753–7762, 2001. Disponível em:
<https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0953-8984/13/34/318>

DUBOIS, J.-M. **Useful Quasicrystals.** [s.l.] : WORLD SCIENTIFIC, 2005. a.

DUBOIS, J.-M. **Useful Quasicrystals**. [s.l.] : WORLD SCIENTIFIC, 2005. b. Disponível em: <<https://www.worldscientific.com/worldscibooks/10.1142/3585>>

DUBOIS, J.-M. AN INTRODUCTION TO COMPLEX METALLIC ALLOYS AND TO THE CMA NETWORK OF EXCELLENCE. In: [s.l: s.n.]. p. 1–29.

DUBOIS, J.-M. Potential and marketed applications of quasicrystalline alloys at room temperature or above. **Rendiconti Lincei. Scienze Fisiche e Naturali**, [s. l.], v. 34, n. 3, p. 689–702, 2023. Disponível em: <<https://link.springer.com/10.1007/s12210-023-01170-4>>

EVANGELISTA, K. S.; CAVALCANTE, D. G. L. Use of XRD technique to investigate the stability of quasicrystalline phase in high-energy milled Al/AlCuFe powders. **Journal of Materials Research and Technology**, [s. l.], v. 15, p. 1496–1498, 2021.

FEITOSA, F. R. P. **Efeito da Relação Oxigênio/Combustível na Microestrutura e Propriedades de Revestimentos Quasicristalinos AlCuFeB e AlCoCu Produzidos por Hvof**. 2018. UFPB, [s. l.], 2018.

FRAGASSA, C.; LESIUK, G.; EPP, J. High-Performance Applications of Metals and Alloys: Material Properties, Behaviour Modeling, Optimal Design and Advanced Processes. **Metals**, [s. l.], v. 13, n. 8, p. 1485, 2023.

FUJITA, E. et al. Comprehensive experimental datasets of quasicrystals and their approximants. **Scientific Data**, [s. l.], v. 11, n. 1, p. 1211, 2024. Disponível em: <<https://www.nature.com/articles/s41597-024-04043-z>>

GHOSH, G. et al. Aluminium – Chromium – Iron. In: [s.l: s.n.]. p. 44–87.

GIACOMETTI, E. et al. Microindentation of Al-Cu-Fe icosahedral quasicrystal. **Scripta Materialia**, [s. l.], v. 41, n. 9, p. 989–994, 1999. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646299002420>>

GOLDMAN ALAN I GOLDMAN; SORDELET DANIEL J SORDELET; DUBOIS JEAN-MARIE DUBOIS; THIEL PATRICIA ANN THIEL. **New Horizons In Quasicrystals: Research And Applications - Proceedings Of The Conference**. Singapura: WORLD SCIENTIFIC, 1997.

GOMES, R. et al. Crack Detection in High-Velocity Oxygen-Fuel-Sprayed Al_{59.2}Cu_{25.5}Fe_{12.3}B₃ Quasicrystalline Coatings Using Piezoelectric Active Sensors. **Journal of Materials Engineering and Performance**, [s. l.], v. 28, n. 9, p. 5649–5660, 2019.

GRUSHKO, B.; URBAN, K. Solidification of Al₆₅Cu₂₀Co₁₅ and Al₆₅Cu₁₅Co₂₀

alloys. **Journal of Materials Research**, [s. l.], v. 6, n. 12, p. 2629–2636, 1991.

HU, J. et al. Quasicrystal synthesis by shock compression. **Communications Chemistry**, [s. l.], v. 7, n. 1, p. 232, 2024. Disponível em: <<https://www.nature.com/articles/s42004-024-01319-8>>

HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E. Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al–Cu–Fe alloys: a review. **Journal of Alloys and Compounds**, [s. l.], v. 363, n. 1–2, p. 154–178, 2004. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838803004456>>

INOUE, A.; TSAI, A.-P.; MASUMOTO, T. Stable decagonal and icosahedral quasicrystals. **Journal of Non-Crystalline Solids**, [s. l.], v. 117–118, p. 824–827, 1990.

a. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0022309390906556>>

INOUE, A.; TSAI, A.-P.; MASUMOTO, T. Stable decagonal and icosahedral quasicrystals. **Journal of Non-Crystalline Solids**, [s. l.], v. 117–118, p. 824–827, 1990.

b.

JANOT, C. J.-M. D. **Les quasicristaux Matières à paradoxes**. 1^a ed. Courtabœuf: EDP Sciences, 1998. a. Disponível em: <<https://laboutique.edpsciences.fr/produit/366/9782759802456/les-quasicristaux>>

JANOT, C. J.-M. D. **Les quasicristaux Matières à paradoxes**. 1^a ed. Courtabœuf: EDP Sciences, 1998. b.

JANSSEN, T. **Crystallography of quasi-crystals**. [s.l: s.n.]. v. 42

JENKS, C. J.; LOGRASSO, T. A.; THIEL, P. A. Surface Reactivity of a Sputter-Annealed Al–Pd–Mn Quasicrystal. **Journal of the American Chemical Society**, [s. l.], v. 120, n. 48, p. 12668–12669, 1998. Disponível em: <<https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ja981916x>>

JENKS, C. J.; THIEL, P. A. Comments on quasicrystals and their potential use as catalysts. **Journal of Molecular Catalysis A: Chemical**, [s. l.], v. 131, n. 1–3, p. 301–306, 1998. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1381116997002720>>

JÚNIOR, F. L. A. F. et al. Microstructure, mechanical properties and pseudo-passivation behavior of a recycled quasicrystal-forming Al–Cu–Fe alloy in saline solution. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. l.], v. 149, n. 17, p. 9175–9181, 2024. Disponível em: <<https://link.springer.com/10.1007/s10973-024-13387-y>>

KAZENNOV, N. V. et al. Phase Equilibria for the Aluminum-Rich Region of the Al-

Cu-Co System at 883 K. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, [s. l.], v. 32, n. 4, p. 320–328, 2011. a.

KAZENNOV, N. V. et al. Phase Equilibria for the Aluminum-Rich Region of the Al–Cu-Co System at 883 K. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, [s. l.], v. 32, n. 4, p. 320–328, 2011. b. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s11669-011-9906-x>>

KLEIN, H. et al. Icosahedral order in a liquid metallic alloy: Molten AlPdMn quasicrystal. **Physica B: Condensed Matter**, [s. l.], v. 241–243, p. 964–966, 1997.

KOUTNÁ, N. et al. Experimental Chemistry and Structural Stability of AlNb₃ Enabled by Antisite Defects Formation. **Materials**, [s. l.], v. 12, n. 7, p. 1104, 2019.

KUCZERA, P.; WOLNY, J.; STEURER, W. Comparative structural study of decagonal quasicrystals in the systems Al–Cu–Me (Me = Co, Rh, Ir). **Acta Crystallographica Section B Structural Science**, [s. l.], v. 68, n. 6, p. 578–589, 2012.

KUMAR, S.; AGARWAL, S.; O'REILLY, K. In Situ Al₃Nb Formation in Liquid Al by Nb Particle Addition. **Materials Science Forum**, [s. l.], v. 790–791, p. 515–515, 2014. Disponível em: <<https://www.scientific.net/MSF.790-791.515>>

KWOLEK, P.; KOŚCIELNIAK, B.; WYTRWAL-SARNA, M. Pentavalent Vanadium Species as Potential Corrosion Inhibitors of Al₂Cu Intermetallic Phase in the Sulfuric(VI) Acid Solutions. **Materials**, [s. l.], v. 13, n. 8, p. 1946, 2020.

KWOLEK, P.; WOJNICKI, M.; CSAPÓ, E. Mechanism of corrosion inhibition of intermetallic Al₂Cu in acidic solution. **Applied Surface Science**, [s. l.], v. 551, p. 149436, 2021.

LAYACHI, F.; DEBILI, M. Y.; BEDBOUDI, H. Structure and Corrosion Behaviour of Al–Nb Alloys. **Russian Journal of Electrochemistry**, [s. l.], v. 58, n. 5, p. 360–380, 2022.

LEE, K. et al. Corrosive behavior of multi-phased quasicrystal alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, [s. l.], v. 851, p. 156862, 2021.

LI, R. T. et al. Novel Ti based metal matrix composites reinforced with Al–Cr–Fe quasicrystals approximants. **Materials Science and Technology**, [s. l.], v. 31, n. 6, p. 688–694, 2015. a. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/1743284714Y.0000000645>>

LI, R. T. et al. Novel Ti based metal matrix composites reinforced with Al–Cr–Fe quasicrystals approximants. **Materials Science and Technology**, [s. l.], v. 31, n. 6, p. 688–694, 2015. b. Disponível em:

<<https://journals.sagepub.com/doi/10.1179/1743284714Y.0000000645>>

LI, R. T. et al. Microstructure characterization of Al–Cr–Fe quasicrystals sintered using spark plasma sintering. **Materials Characterization**, [s. l.], v. 110, p. 264–271, 2015. c. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580315300425>>

LI, R. T. et al. Comparative Study on the Corrosion Resistance of Al–Cr–Fe Alloy Containing Quasicrystals and Pure Al. **Journal of Materials Science & Technology**, [s. l.], v. 32, n. 10, p. 1054–1058, 2016. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1005030216301050>>

LI, Z. et al. Phase Equilibria of the Al-Rich Corner in the Al-Cu-Fe-Si System at 650 °C. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, [s. l.], v. 35, n. 3, p. 248–255, 2014. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s11669-014-0298-6>>

LIPIŃSKI, T. Quality, Microstructure, and Properties of Metal Alloys. **Materials**, [s. l.], v. 16, n. 8, p. 3019, 2023.

LIU, X. B.; YANG, G. C.; FAN, P. Mechanical properties of decagonal quasicrystal formed from undercooled Al72Ni12Co16 alloy. **Journal of Materials Science Letters**, [s. l.], v. 22, n. 8, p. 611–613, 2003.

LOPES, E. S. N. et al. Crystallographic features of the Al₃Nb, Nb₂Al and Nb(Ni₁–XAl_X)₂ phases in a directionally solidified ternary eutectic microstructure. **Materials Characterization**, [s. l.], v. 147, p. 303–310, 2019.

MCGRATH, R. et al. Quasicrystal surfaces: potential as templates for molecular adsorption. **Journal of Alloys and Compounds**, [s. l.], v. 342, n. 1–2, p. 432–436, 2002. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838802002700>>

MITKA, M.; GÓRAL, A.; LITYŃSKA-DOBRZYŃSKA, L. Synthesis and stability of quasicrystalline phase in Al-Cu-Fe-Si mechanically alloyed powders. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 56, n. 18, p. 11071–11082, 2021. Disponível em: <<https://link.springer.com/10.1007/s10853-021-05963-6>>

MUKHOPADHYAY, N. K.; WEATHERLY, G. C.; EMBURY, J. D. An analysis of microhardness of single-quasicrystals in the Al-CU-Co-Si system. **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], v. 315, n. 1–2, p. 202–210, 2001.

MUKHOPADHYAY, N. K.; YADAV, T. P. Quasicrystals: A New Class of Structurally Complex Intermetallics. **Journal of the Indian Institute of Science**, [s. l.], v. 102, n. 1, p. 59–90, 2022. Disponível em: <<https://link.springer.com/10.1007/s41745-022-00293-1>>

MÜLLER-GÖTZMANN, C. **Artifizielle Reproduktion und gleichgeschlechtliche Elternschaft**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009. v. 35

NASCIMENTO, M. C. Do. **ESTUDO DO EFEITO DA ADIÇÃO DO ELEMENTO PRATA EM LIGAS QUASICRISTALINAS DE Al-Cu-Fe EM SUAS PROPRIEDADES MICROESTRUTURAIS**. 2024. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2024.

NASCIMENTO, L. Synthesis of Quasicrystal Al₆₆Cu₂₈Fe₁₅B₇ by Melt-Spinning. **Orbital: The Electronic Journal of Chemistry**, [s. l.], v. 13, n. 3, 2021.

NGOC, B. P. et al. Quasicrystalline Structures as Catalyst Precursors for Hydrogenation Reactions. **Catalysis Letters**, [s. l.], v. 131, n. 1–2, p. 59–69, 2009. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s10562-009-0018-8>>

NICHOLSON, D. M. et al. The Effect of Scandium on the Phase Stability of Al₃Nb AND Al₃Zr. **MRS Proceedings**, [s. l.], v. 186, p. 229, 1990.

NUTKINS, M. A. E. Theory of Phase Transformations in Alkali Metals. **Proceedings of the Physical Society**, [s. l.], v. 72, n. 5, p. 810–822, 1958. a.

NUTKINS, M. A. E. Theory of Phase Transformations in Alkali Metals. **Proceedings of the Physical Society**, [s. l.], v. 72, n. 5, p. 810–822, 1958. b. Disponível em: <<https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0370-1328/72/5/317>>

RAGHAVAN, V. Al-Cu-Fe (Aluminum-Copper-Iron). **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, [s. l.], v. 31, n. 5, p. 449–452, 2010.

REIP, C.-P.; SAUTHOFF, G. Deformation behaviour of the intermetallic phase Al₃Nb with DO₂₂ structure and of Al₃Nb-base alloys: Part I. Physical properties and short-term behaviour. **Intermetallics**, [s. l.], v. 1, n. 3, p. 159–169, 1993. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/096697959390011J>>

REYNOLDS, G. A. M. et al. Isotropic elasticity of the Al-Cu-Li quasicrystal. **Physical Review B**, [s. l.], v. 41, n. 2, p. 1194–1195, 1990. Disponível em: <<https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.41.1194>>

ROBERT, M. H.; FILHO, S. L. U. Mechanical properties of Al_□NbAl₃ in situ composites. **Journal of Materials Processing Technology**, [s. l.], v. 64, n. 1–3, p. 335–341, 1997. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013696025848>>

ROSAS, G.; PEREZ, R. On the nature of quasicrystal phase transitions in AlCuFe alloys. **Materials Letters**, [s. l.], v. 36, n. 1–4, p. 229–234, 1998.

SADOC, A. et al. Local structure in hydrogenated Ti-Zr-Ni quasicrystals and

approximants. **Journal of Alloys and Compounds**, [s. l.], v. 356–357, p. 96–99, 2003. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838802012185>>

SHECHTMAN, D. et al. Metallic Phase with Long-Range Orientational Order and No Translational Symmetry. **Physical Review Letters**, [s. l.], v. 53, n. 20, p. 1951–1953, 1984.

SHEN, Y.; SHIFLET, G. J.; POON, S. J. Stability and formation of Al-Cu-(Li,Mg) icosahedral phases. **Physical Review B**, [s. l.], v. 38, n. 8, p. 5332–5337, 1988. Disponível em: <<https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.38.5332>>

SILVA GUEDES DE LIMA, B. A. et al. Self-lubricating, low-friction, wear-resistant Al-based quasicrystalline coatings. **Science and Technology of Advanced Materials**, [s. l.], v. 17, n. 1, p. 71–79, 2016. Disponível em: <<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/14686996.2016.1152563>>

SILVANA, P.; VIANA, G.; PESSOA -PARAÍBA, J. **PRODUÇÃO DA LIGA QUASICRISTALINA DO SISTEMA AlCuFe UTILIZANDO MOAGEM DE ALTA ENERGIA**. João Pessoa.

SORDELET, D. J.; BESSER, M. F.; LOGSDON, J. L. Abrasive wear behavior of Al–Cu–Fe quasicrystalline composite coatings. **Materials Science and Engineering: A**, [s. l.], v. 255, n. 1–2, p. 54–65, 1998. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509398007783>>

SRIVASTAVA, V. C. et al. Synthesis of single phase i-AlCuFe bulk quasicrystal by spray forming. **Zeitschrift fur Kristallographie**, [s. l.], v. 223, n. 11–12, p. 711–715, 2008.

STEIN, F. et al. Phase equilibria in the Fe–Al–Nb system: Solidification behaviour, liquidus surface and isothermal sections. **Intermetallics**, [s. l.], v. 59, p. 43–58, 2015. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0966979514003124>>

STEURER, W. Twenty years of structure research on quasicrystals. Part I. Pentagonal, octagonal, decagonal and dodecagonal quasicrystals. **Zeitschrift für Kristallographie - Crystalline Materials**, [s. l.], v. 219, n. 7, p. 391–446, 2004.

STEURER, W. Crystal Structures of Metallic Elements and Compounds. In: **Physical Metallurgy**. [s.l.] : Elsevier, 2014. p. 1–101.

STRUTZ, A.; YAMAMOTO, A.; STEURER, W. Basic Co-rich decagonal Al-Co-Ni: Average structure. **Physical Review B**, [s. l.], v. 80, n. 18, p. 184102, 2009. Disponível em: <<https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.80.184102>>

STRUTZ, A.; YAMAMOTO, A.; STEURER, W. Basic Co-rich decagonal Al-Co-Ni:

Superstructure. **Physical Review B**, [s. l.], v. 82, n. 6, p. 064107, 2010. Disponível em: <<https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.82.064107>>

SUKHOVA, O. V.; POLONSKYY, V. A. Corrosion-Resistant Composite Coatings Reinforced by Decagonal Quasicrystals. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, [s. l.], v. 60, n. 7–8, p. 472–479, 2021. Disponível em: <<https://link.springer.com/10.1007/s11106-021-00258-6>>

TAKEUCHI, S.; IWANAGA, H.; SHIBUYA, T. Hardness of Quasicrystals. **Japanese Journal of Applied Physics**, [s. l.], v. 30, n. 3R, p. 561, 1991. Disponível em: <<https://iopscience.iop.org/article/10.1143/JJAP.30.561>>

TIBERIO ANDRADE DOS PASSOS. ESTUDO DA VIABILIDADE TECNOLÓGICA DA FABRICAÇÃO DE COMPÓSITOS ALUMÍNIO-QUASICRISTAL POR EXTRUSÃO A QUENTE LIMA. 2006. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2006.

TSAI, A.-P. Discovery of stable icosahedral quasicrystals: progress in understanding structure and properties. **Chemical Society Reviews**, [s. l.], v. 42, n. 12, p. 5352, 2013.

TSAI, A. P. Metallurgy of Quasicrystals: Alloys and Preparation. **MRS Bulletin**, [s. l.], v. 22, n. 11, p. 43–47, 1997.

TSAI, A. P. Icosahedral clusters, icosahedral order and stability of quasicrystals—a view of metallurgy *. **Science and Technology of Advanced Materials**, [s. l.], v. 9, n. 1, p. 013008, 2008.

VILAR, R.; CONDE, O.; FRANCO, S. Crystallographic structure of Al₃Nb in laser-processed Al–Nb alloys. **Intermetallics**, [s. l.], v. 7, n. 11, p. 1227–1233, 1999.

WANG, D.; PENG, L.; GOURLAY, C. M. Al-Mn-based decagonal quasicrystal in AZ magnesium alloys and its nucleation on Al₈Mn₅ during solidification. **Scripta Materialia**, [s. l.], v. 241, p. 115886, 2024. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646223006073>>

WANG, F. et al. Crystallographic study of grain refinement of Al by Nb addition. **Journal of Applied Crystallography**, [s. l.], v. 47, n. 2, p. 770–779, 2014. a.

WANG, F. et al. Crystallographic study of Al₃Zr and Al₃Nb as grain refiners for Al alloys. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, [s. l.], v. 24, n. 7, p. 2034–2040, 2014. b.

WANG, J.; YANG, Z. The Interfacial Reaction Traits of (Al₆₃Cu₂₅Fe₁₂)₉₉Ce₁ Quasicrystal-Enhanced Aluminum Matrix Composites Produced by Means of Hot Pressing. **Coatings**, [s. l.], v. 14, n. 11, p. 1411, 2024. Disponível em:

<<https://www.mdpi.com/2079-6412/14/11/1411>>

WINTHER, A. S. et al. Microstructural, mechanical, and sliding wear characterization of an Al90Cu4Fe2Cr4 spray-formed alloy. **Materials Today Communications**, [s. l.], v. 40, p. 109942, 2024. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2352492824019238>>

WITUSIEWICZ, V. T. et al. The Al–B–Nb–Ti system. **Journal of Alloys and Compounds**, [s. l.], v. 472, n. 1–2, p. 133–161, 2009.

WOLLGARTEN, M. et al. Direct evidence for plastic deformation of quasicrystals by means of a dislocation mechanism. **Physical Review Letters**, [s. l.], v. 71, n. 4, p. 549–552, 1993. Disponível em: <<https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.71.549>>

XI-YING, Z.; PEI-YAO, L.; SHI-QIANG, Q. Evaluation of fracture toughness of Al-Cu-Fe-B quasicrystal. **Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.**, [s. l.], v. 18, n. 3, p. 46–49, 2003. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/BF02838457>>

YADAV, T. P. et al. Evolution and structural transition of quasicrystalline phases in Al-Fe-Cu-Cr and Al-Fe-Cu-Mn alloys during high energy ball milling. **Journal of Physics: Conference Series**, [s. l.], v. 226, p. 012009, 2010. Disponível em: <<https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1742-6596/226/1/012009>>

YAN, Y.; PENNYCOOK, S. J.; TSAI, A. P. Direct Imaging of Local Chemical Disorder and Columnar Vacancies in Ideal Decagonal Al-Ni-Co Quasicrystals. **Physical Review Letters**, [s. l.], v. 81, n. 23, p. 5145–5148, 1998. Disponível em: <<https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.81.5145>>

YANG, H.-U.; LEE, K.-M. Effects of ma processing variables on the fabrication of nanocrystalline Al₃Nb powders. **Metals and Materials**, [s. l.], v. 5, n. 2, p. 171–174, 1999.

YE, G. et al. Synthesis of manganese ore/Co₃O₄ composites by sol–gel method for the catalytic oxidation of gaseous chlorobenzene. **Journal of Saudi Chemical Society**, [s. l.], v. 25, n. 5, p. 101229, 2021. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S131961032100034X>>

ZAID, B. et al. Effects of pH and chloride concentration on pitting corrosion of AA6061 aluminum alloy. **Corrosion Science**, [s. l.], v. 50, n. 7, p. 1841–1847, 2008.

ZHU, Z. et al. Experimental identification of the degenerated equilibrium and thermodynamic modeling in the Al–Nb system. **Journal of Alloys and Compounds**, [s. l.], v. 460, n. 1–2, p. 632–638, 2008.

