UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

# ESTUDO DA SOLIDIFICAÇÃO, REFUSÃO A LASER, PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA AO DESGASTE DE LIGAS AISi10MgXNi (X=0,1,2,3)

Danusa Araújo de Moura

São Carlos-SP 2024

# UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

# ESTUDO DA SOLIDIFICAÇÃO, REFUSÃO A LASER, PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA AO DESGASTE DE LIGAS AISi10MgXNi (X=0,1,2,3)

Danusa Araújo de Moura

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de DOUTORA EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. José Eduardo Spinelli Agência Financiadora: CNPq - Processo: (141256/2020-6) Agência Financiadora: CNPq/SWE - Processo: (200107/2022-4)

> São Carlos-SP 2024

# DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho primeiramente a Deus, por ser essencial em minha vida.

Aos meus pais,

### Elimar Ferreira de Moura e Mônica Martins Araújo de Moura;

Aos meus irmãos,

### Daniel Araújo de Moura e Danilo Araújo de Moura;

A minha família paterna e materna.

### VITAE

Mestra em Engenharia Mecânica com ênfase em Processos de Fabricação pela Universidade Federal da Paraíba – UFPB – Campus João Pessoa (2020) Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal da Paraíba UFPB – Campus João Pessoa (2018).



# UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

### Folha de Aprovação

Defesa de Tese de Doutorado da candidata Danusa Araújo de Moura, realizada em 01/03/2024.

### Comissão Julgadora:

Prof. Dr. José Eduardo Spinelli (UFSCar)

Prof. Dr. Carlos Alberto Della Rovere (UFSCar)

Prof. Dr. Guilherme Zepon (UFSCar)

Prof. Dr. Cláudio Alves de Siqueira Filho (UFPB)

Prof. Dr. Luiz Carlos Casteletti (USP)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

#### AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, por me dar forças, coragem e estimulo para nunca desistir dos meus objetivos e permitir que eu chegasse até aqui.

Ao meu orientador, Prof. José Eduardo Spinelli, pelo exemplo de profissional, pela paciência, dedicação e por todo o conhecimento compartilhado para o desenvolvimento deste trabalho.

A minha base, Mônica e Elimar, que sempre foram pais maravilhosos, amorosos, companheiros e que sempre acreditaram em mim e me apoiaram em todas as minhas decisões.

Aos meus irmãos Danilo e Daniel por serem os melhores irmãos que Deus me concedeu. E por toda a minha família em geral que torcem para que eu alcance os meus objetivos.

Aos amigos que fiz no laboratório de Microestrutura e Propriedades em Processos de Solidificação – M2PS, por toda ajuda e conhecimento compartilhado e por todo momento de descontração.

A colaboração do Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM) do Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa/UFSCar pela parceria no preparo das amostras refundidas a laser, cujos resultados encontram-se incorporados no presente trabalho.

A Universidade Federal de São Carlos, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Ao CNPq - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo apoio financeiro para realização desse trabalho com bolsa de estudos, processo: 141256/2020-6.

Ao CNPq/SWE - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico/Doutorado Sanduíche no Exterior pelo apoio financeiro para realização desse trabalho com bolsa de estudos, processo: 200107/2022-4.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. iv

#### RESUMO

As ligas AlSi10Mg desempenham um papel significativo em indústrias como aeroespacial, automotiva e microeletrônica devido a uma combinação de propriedades e características que incluem baixa densidade, boas propriedades mecânicas, resistência à corrosão e custo de aplicação acessível. Embora amplamente utilizadas, ainda há espaço para aprimorar suas propriedades mecânicas. Dentro desse contexto, o presente estudo teve como objetivo investigar a influência da adição de Ni (1, 2, e 3% em peso) na liga AlSi10Mg solidificadas direcionalmente (SD), em taxas de resfriamento mais baixas e refundidas superficialmente a laser (RSL), em taxas mais altas, na microestrutura, resistência à tração, dureza, nanodureza e resistência ao desgaste. As taxas de resfriamento foram determinadas para as amostras SD e estimadas com extrapolação para as amostras RSL. Arranjos dendríticos α-Al foram encontrados na microestrutura de todas as ligas testadas (SD e RSL), envoltas pelo constituinte eutético. A microestrutura das ligas quaternárias foi constituída pelas fases α-Al+Si+Al<sub>3</sub>Ni, sendo que a fase Al<sub>3</sub>Ni apresentou formato predominante de espinha de peixe sendo encontrada em maiores proporções como resultado do resfriamento lento e aumento do teor de Ni. A liga AlSi10Mg-1Ni apresentou os melhores resultados de tração, atingindo 4,6% de alongamento específico e resistência de 208 Mpa, atribuídos ao fino espaçamento dendrítico (< 18 µm) e mistura do Al<sub>3</sub>Ni com morfologia de espinha de peixe e placas. Os agrupamentos de fases identificados nas regiões tratadas a laser foram relacionados aos constituintes α-AI, AI+Si e AI+Si+AI<sub>3</sub>Ni. Em geral, a dureza da região tratada a laser aumentou com o aumento do teor de Ni, devido ao aumento da fração do intermetálico Al<sub>3</sub>Ni. A liga AlSi10Mg-1Ni apresentou a maior resistência ao desgaste entre todas as amostras DS no teste de desgaste de curto prazo (10 min/0,5 N), enquanto as amostras RSL apresentaram resistências ao desgaste semelhantes, independentemente do teor de Ni.

**Palavras-chave**: Solidificação; Refusão superficial a laser; Microestrutura; Liga AlSi10Mg, Propriedades de aplicação.

#### ABSTRACT

# STUDY OF SOLIDIFICATION, LASER REMELTING, MECHANICAL PROPERTIES AND WEAR RESISTANCE OF AISi10MgXNi ALLOYS (X=0,1,2,3)

The AISi10Mg alloys play a significant role in industries such as aerospace, automotive, and microelectronics due to a combination of properties and characteristics, including low density, good mechanical properties, corrosion resistance, and affordable application cost. Although widely used, there is still room for improvement in their mechanical properties. In this context, the present study aimed to investigate the influence of Ni addition (1, 2, and 3% by weight) on directionally solidified (DS) AISi10Mg alloy, at lower cooling rates, and laser surface remelted (RSL) alloy, at higher rates, on microstructure, tensile strength, hardness, nanohardness, and wear resistance. Cooling rates were determined for DS samples and estimated by extrapolation for RSL samples. α-Al dendritic arrangements were found in the microstructure of all tested alloys (DS and RSL), surrounded by the eutectic constituent. The microstructure of guaternary alloys consisted of α-Al+Si+Al<sub>3</sub>Ni phases, with Al<sub>3</sub>Ni having a predominant fishbone morphology found in higher proportions due to slow cooling and increased Ni content. The AlSi10Mg-1Ni alloy showed the best tensile results, reaching 4.6% elongation and a strength of 208 MPa, attributed to fine dendritic spacing (< 18 µm) and a mixture of Al<sub>3</sub>Ni with fishbone and plate morphology. Phase clusters identified in the melt pools were related to α-AI, AI+Si, and AI+Si+AI<sub>3</sub>Ni constituents. Overall, the melt pool hardness increased with higher Ni content, due to an increase in the AI3Ni intermetallic fraction. The AISi10Mg-1Ni alloy exhibited the highest wear resistance among all DS samples in the short-term wear test (10 min/0.5 N), while RSL samples showed similar wear.

**Keywords**: Solidification; Laser surface remelting; Microstructure; Alloys AlSi10Mg; Application properties

viii

#### PUBLICAÇÕES

- DE MOURA, DANUSA ARAÚJO; DE GOUVEIA, GUILHERME LISBOA; GOMES, LEONARDO FERNANDES; SPINELLI, JOSÉ EDUARDO. Understanding the effect of Ni content on microstructures and tensile properties of AlSi10Mg alloy samples under a variety of solidification rates. JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, v. 924, p. 166496, 2022.

- MOURA, D. A.; GOUVEIA, G. L.; FIGUEIRA, G.; GARCIA, A.; GARGARELLA, P.; SPINELLI, J. E.. Laser remelting of AlSi10Mg(-Ni) alloy surfaces: influence of Ni content and cooling rate on the microstructure. INTERNATIONAL JOURNAL OF ADVANCED MANUFACTURING TECHNOLOGY, v. 120, p. 8117-8132, 2022.

MOURA, D. A.; SPINELLI, J. E.; GOMES, L.; REYES, R. A. V.; SIQUEIRA, C.
A.. Efeito do teor de Bi na microestrutura e no desgaste de ligas Al-3%Cu-x%Bi.
In: 24º CBECiMat, 2022, Águas de Lindóia. 24º CBECiMat, 2022.

- MOURA, DANUSA; GOUVEIA, GUILHERME; SPINELLI, JOSÉ. Microstructure and Wear Resistance of Laser-Treated and Slow Cooled AlSi10Mg-(x)Ni Alloys. Metals, v. 13, p. 1426, 2023.

- MOURA, DA; GOUVEIA, GL; FIGUEIRA, G; GARGARELLA, P; SPINELLI, JE. Understanding Ni-modified AlSi10Mg alloys from slow to rapid solidification. IOP CONFERENCE SERIES: MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING, v. 1274, p. 012016, 2023.

- MOURA, DANUSA ARAÚJO DE; GOMES, LEONARDO FERNANDES; SIQUEIRA, CLAUDIO ALVES; GARCIA, AMAURI; SPINELLI, JOSÉ EDUARDO. Understanding solidification and wear behaviour of AI-3Cu-Bi alloys. MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY, v. 39, p. 694-704, 2023.

- MOURA, D. A; SPINELLI, J. E; SINCLAIR, D.; KUMAR, A.; CHAWLA, N. Laser resolidification of AlSi10Mg alloys modified with Ni: microstructure and

nanohardness evolutions. Artigo em estágio de finalização em parceria com pesquisadores da Purdue University.

# SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO	v
ABSTRACT	. vii
PUBLICAÇÕES	ix
SUMÁRIO	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xv
ÍNDICE DE FIGURAS	xvii
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS	xix
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Objetivos	4
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	7
2.1 Conceitos de Solidificação	7
2.1.1 Transferência de Calor na Solidificação	9
2.1.2 Solidificação em condições de equilíbrio e fora do equilíbrio	. 11
2.1.3 Microestruturas de solidificação	. 12
2.1.4 Relação Entre Parâmetros Térmicos de Solidificação e Microestrutura	ı 18
2.2 Processamento laser de ligas de Al	. 20
2.3 Ligas AlSi10Mg: solidificação rápida e convencional	. 31
2.4 Modificação de ligas AlSi10Mg	. 42
2.5 Adição de Ni em ligas base Al-Si: resistências mecânica e ao desgaste	. 46
3 MATERIAIS E MÉTODOS	. 55
3.1 Análise termodinâmica utilizando o software Thermo-calc®	. 57
3.2 Materiais utilizados e preparação das ligas	. 57
3.3 Dispositivo De Solidificação Vertical Ascendente	. 60
3.4 Determinação das variáveis térmicas de solidificação	. 63
3.4.1 Tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i> (t <sub>L</sub> )	. 63
3.4.2 Velocidade da isoterma <i>liquidus</i> (VL)	. 64
3.4.3 Taxas de resfriamento (TL)	. 65
3.5 Seccionamento dos lingotes solidificados de forma vertical ascendente.	66
3.6 Refusão superficial a laser (RSL)	. 67

3.7 (	Caracterização das estruturas de solidificação70
3.7.1	Caracterização da macroestrutura de solidificação70
3.7.2	Caracterização das microestruturas de solidificação direcional
3.7.3	Caracterização das estruturas de solidificação laser
3.8 E	Difração de raios-X (DRX)74
3.9 N	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)75
3.10	Ensaios de Tração77
3.11	Ensaios de desgaste78
3.12	Ensaios de microdureza Vickers
3.13	Ensaios de nanodureza81
4 RE	ESULTADOS E DISCUSSÕES 83
4.1 A	Análise pelo método CALPHAD83
4.2 (	Curvas de resfriamento85
4.3 F	Perfis térmicos e parâmetros térmicos de solidificação nas amostras
solidif	icadas direcionalmente (SD)86
4.4 (	Caracterização macroestrutural e microestrutural das amostras
solidif	icadas direcionalmente (SD)90
4.4.1	Macroestruturas das amostras solidificadas direcionalmente (SD) 90
4.4.2	Microestruturas ópticas das amostras solidificadas direcionalmente (SD)
	91
4.4.3	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das amostras solidificadas
direcio	onalmente (SD)97
4.4.4	Identificação de fases por Difração de Raios-X (DRX) das amostras
solidif	icadas direcionalmente (SD)
4.4.5	Leis experimentais de crescimento dendrítico das amostras solidificadas
direcio	onalmente (SD)
4.4.6	Análise morfológica do Si e Al <sub>3</sub> Ni das amostras solidificadas
direcio	onalmente (SD)
4.5 F	Propriedades mecânicas de tração das amostras solidificadas
direcio	onalmente (SD) 111
4.6 0	Caracterização microestrutural das amostras refundidas a laser (RSL) 115

4.6.1 Aspectos gerais das regiões tratadas a laser das amostras refundidas a
laser (RSL) 115
4.6.2 Microestruturas ópticas das amostras refundidas a laser (RSL) 119
4.6.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das amostras refundidas a
laser (RSL) 125
4.6.4 Identificação de fases por Difração de Raios-X (DRX) das amostras
refundidas a laser (RSL)135
4.6.5 Evolução do crescimento dendrítico e das fases nas regiões tratadas a
laser das amostras refundidas a laser (RSL) 137
4.7 Análise de dureza das amostras solidificadas direcionalmente (SD) e
refundidas a laser (RSL)154
4.7.1 Dureza Vickers
4.7.2 Nanodureza das amostras refundidas a laser (RSL) 157
4.8 Resistência ao desgaste e análises de superfícies desgastadas 161
5 CONCLUSÕES
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 177
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

xiv

# ÍNDICE DE TABELAS

Pág
Tabela 2.1 – Limite de resistência a tração ( $\sigma_u$ ), limite de escoamento ( $\sigma_y$ ),
alongamento específico ( $\delta$ ), dureza Vickers (HV) e espaçamento dendrítico
secundário ( $\lambda_2$ ) das amostras fundidas (MP) e processadas a laser (RSL) da liga
Al-9%Si [69]26
Tabela 2.2 – Estudos envolvendo o processamento via tratamento laser de ligas
AlSi10Mg42
Tabela 3.1 - Composições químicas (% em peso) dos metais utilizados na
produção das ligas AI-Si-Mg-Ni (dados do fornecedor)58
Tabela 3.2 – Condições operacionais que foram utilizadas na RSL das ligas Al-
Si-Mg(-Ni)
Tabela 4.1 - Medidas de largura e profundidade das regiões tratadas a laser
para todas as condições testadas por refusão superficial a laser (RSL) para as
ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni118
Tabela 4.2 – Dados extraídos para todas as regiões tratadas a laser examinadas
das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni refundidas a laser (RSL)150
Tabela 4.3 – Propriedades termofísicas da liga Al-Si [207, 208]153
Tabela 4.4 – Ângulos ( $\theta$ ) estimados ao longo da região tratada a laser usados
na modelagem de $\lambda_2$

xvi

## **ÍNDICE DE FIGURAS**

Pág.
Figura 2.1 - Encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal
[7]8
Figura 2.2 - Modos de transferência de calor atuantes em um sistema de
solidificação vertical ascendente refrigerado a água. Adaptado de [7, 18]10
Figura 2.3 – Formação de região SRC no líquido próximo à interface
sólido/líquido (S/L). Adaptado de [22]13
Figura 2.4 – Representação esquemática dos espaçamentos celulares ( $\lambda_c$ ),
espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ) e terciários ( $\lambda_3$ )
[23]13
Figura 2.5 – Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência
na formação das estruturas de solidificação. Adaptado de [7]14
Figura 2.6 – Comparação dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ )
experimentais e teóricos em função da velocidade de solidificação (VL) para as
ligas AI-Si solidificadas de forma direcional ascendente [29]15
Figura 2.7 – Comparação dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ )
experimentais e teóricos em função da velocidade de solidificação (V∟) para as
ligas AI-Si solidificadas de forma direcional descendente [30]16
Figura 2.8 – Comparação dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ )
experimentais e teóricos em função da velocidade de solidificação (V∟) para as
ligas AI-Si: (a) solidificadas de forma direcional ascendente [29] e (b) solidificadas
de forma direcional horizontal [31]17
Figura 2.9 – Principais partes do laser. Adaptado de [56]21
Figura 2.10 – Previsão do uso de alumínio na manufatura aditiva (MA) até 2028
[59]22
Figura 2.11 - Microestruturas de seções transversais da liga Al-9%Si: (a) como
fundida e (b) processada por RSL [69]26
Figura 2.12 - Imagens MEV mostrando a morfologia representativa na região
tratada a laser formada utilizando uma potência de 1200 W e velocidade de

tratada a laser formada utilizando uma potência de 1200 W e velocidade de varredura do laser de 30 mm/s para a liga Al-20%Si (em peso): (a) Estrutura heterogênea (dendritas primárias de Al e eutético Al-Si ultrafino) em maior

ampliação e (b) Estrutura heterogênea em menor ampliação
[70]27
Figura 2.13 – (a) Microestrutura óptica típica da liga fundida AI-20%Si (em peso),
consistindo de silício primário maciço embebido em agulhas ou eutético Al-Si,
com morfologia de placas e (b) Imagem MEV da liga Al-17%Si (em peso)
processada a laser na potência de 2.500 W e velocidade de varredura de 5 mm/s
(as regiões pretas são dendritas de AI e as áreas brancas referem-se ao silício
[71]29
Figura 2.14 - Perfis de microdureza em função da distância a partir da superfície
da região tratada a laser: (a) liga Al-17%Si (em peso) processada em diferentes
velocidades de varredura e (b) amostras da liga Al-20%Si imersas em nitrogênio
e refundidas a laser em diferentes velocidades de varredura [71]30
Figura 2.15 - Imagem de microscopia óptica da liga AI-8%Si-0,36%Mg
mostrando as fases presentes na microestrutura de uma liga comercial
solidificada convencionalmente. Adaptado de [79]32
Figura 2.16 - Fase intermetálica frágil rica em Fe presente na liga AlSi10Mg na
condição fundida [79]33
Figura 2.17 – Microestruturas das amostras AISi10Mg0,6 fundida: a) sob pressão
e b) em moldes permanentes. Adaptado de [85]34
Figura 2.18 – Propriedades mecânicas das amostras AlSi10Mg0,6 fundidas em
molde permanente e sob pressão: (a) perfil normalizado de dureza ao longo da
seção transversal e (b) propriedades de tração. As propriedades de tração da
amostra fundida sob pressão foram retiradas de [89]. d: distância de uma borda
à outra; d <sub>max</sub> : espessura da amostra [85]35
Figura 2.19 – (a) Valores da dureza Vickers da superfície para o interior da região
tratada a laser com uma distância inicial de 50 µm; e (b) relação entre taxa de
desgaste e tempo para as regiões de superfície e base da liga AlSi10Mg
[67]
Figura 2.20 - Micrografia evidenciando a micromorfologia da liga AlSi10Mg
obtida por FSL. Adaptado de [78]38

Figura 2.21 – Análise de espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS) na microestrutura da liga AlSi10Mg na condição fundida convencionalmente (a-Figura 2.22 - (a) superfície seccionada de amostra processada por RSL e (b) Microdureza das amostras AlSi10Mg (conforme fabricadas e processadas por RSL) [94]......41 Figura 2.23 – Curvas de tensão x deformação de engenharia para amostras das ligas AlSi10Mg e Cu-AlSi10Mg [106].....43 Figura 2.24 – Microestruturas das ligas (a) AlSi10Mg e (b) AlSi10Mg modificada com Sc processadas na mesma condição [108]......44 Figura 2.25 – Microestruturas: a) da liga Al-11%Si com cristal primário de Si e b) da amostra com ataque profundo evidenciando o Si irregular em forma de placa; c) da liga AI-5%Ni e d) da amostra com ataque profundo mostrando o AI3Ni com morfologia de fibras; e) da liga Al-11%Si-5%Ni, sendo fase escura o Si e a fase cinza claro o Al3Ni e f) da amostra com ataque profundo mostrando Si irregular na forma de placa e o Al3Ni. Adaptado de [132].....48 Figura 2.26 – Imagem MEV da liga eutética Al-11,1%Si-4,2%Ni (% em peso). A fase da matriz é  $\alpha$  –Al, a fase preta é Si e a fase cinza é Al3Ni [134]......49 Figura 2.27 – Efeito da adição de Ni no limite de resistência a tração ( $\sigma_u$ ) e no limite de escoamento ( $\sigma_y$ ) da liga A380 [135]......50 Figura 2.28 – Variação da fração volumétrica dos intermetálicos com a adição de Ni na liga A380 [135]......50 Figura 2.29 – Taxa de desgaste da liga Al-Si em função do teor de Ni para distâncias de deslizamento de 250 e 500 m.....51 Figura 2.30 – Propriedades mecânicas das amostras AlSi10Mg com diferentes teores de Ni em % em peso: (a) resistência à tração e alongamento específico e (b) microdureza Vickers [137].....52 Figura 2.31 - Coeficiente de atrito médio (COF) e volume desgastado das amostras AlSi10Mg com diferentes teores de Ni em % em peso [137].....54 Figura 3.1 – Fluxograma do procedimento experimental do presente Doutorado......56

Figura 3.2 - Esquema do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente, adaptado de [147]: 1. Aquisição via computador; 2 Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida; 5. Termopares tipo K; 6. Registrador de dados térmicos; 7. Câmara de refrigeração; 8. Rotâmetro; 9. Controle de potência do forno; 10. Metal líquido......61 Figura 3.3 - Fotografia do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente, adaptado de [147.....62 Figura 3.4 – Lingoteira de aço inoxidável AISI 310 revestida com material refratário e chapa-molde de aço carbono 1020.....63 Figura 3.5 – a) Perfil térmico com indicação do tempo de passagem da isoterma liquidus e b) deslocamento da posição da isoterma liquidus em função do tempo. Adaptado de [148].....64 Figura 3.6 - Representação esquemática da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição [148].....65 Figura 3.7 - Representação esquemática da sequência de cortes que foram executados para obtenção das amostras. T = transversal e L = longitudinal....66 Figura 3.8 – Esquema representativo da aplicação da RSL na produção de trilhas simples (isoladas) das ligas Al-Si-Mg(-Ni).....69 Figura 3.9 – Esquema representativo da aplicação da RSL na produção de uma camada refundida sobreposta (tratada).....70 Figura 3.10 – Esquema representativo do método do triângulo utilizado para quantificar o espaçamento dendrítico primário [80].....71 Figura 3.11 – Esquema representativo do método do intercepto utilizado para quantificar os espaçamentos dendríticos secundário ( $\lambda_2$ ) a partir das amostras longitudinais e terciário ( $\lambda_3$ ) a partir das amostras transversais [80].....72 Figura 3.12 - (a) Ilustração e (b) exemplo de microestrutura dendrítica da seção transversal de amostra tratada a laser representando as regiões base, centro e Figura 3.13 - Ilustração mostrando a correlação geométrica entre a velocidade de solidificação (VL) e a velocidade do feixe de laser (v)......73

Figura 3.14 – Exemplo de projeto criado no software Avizo 3D para a determinação da fração e do tamanho das fases.....76 Figura 3.15 – Exemplo de: (a) Micrografia óptica da liga AlSi10Mg-3Ni processada a laser a 400 J/mm<sup>2</sup>, (b) separação de objetos referente às fases Al3Ni e (c) Si. Nas figuras (b) e (c) as regiões coloridas representam as fases Figura 3.16 – Seguimentos seccionados e dimensões (em mm) dos corpos de prova a partir dos lingotes solidificados direcionalmente......78 Figura 3.17 – Representação esquemática das regiões selecionadas para teste de microdureza nas superfícies tratadas a laser......80 Figura 4.1 – Evolução da fração volumétrica x temperatura para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni sob condições de equilíbrio (gráficos à esquerda) e Scheil (à direita)......84 Figura 4.2 – Curvas de resfriamento registradas para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni......85 Figura 4.3 – Perfis Térmicos durante a solidificação direcional (SD) das ligas 0Ni, Figura 4.4 – Deslocamento da frente de solidificação das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD).....88 Figura 4.5 – Evolução da (a) taxa de resfriamento e (b) da velocidade de solidificação a partir da base refrigerada para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD)......90 Figura 4.6 – Macrografias das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD)......91 Figura 4.7 – Micrografias ópticas de amostras transversais e longitudinais das posições 5 mm, 25 mm e 75 mm da liga 0Ni solidificada direcionalmente Figura 4.8 - Micrografias ópticas de amostras transversais e longitudinais das posições 4 mm, 25 mm e 89 mm da liga 1Ni solidificada direcionalmente 

Figura 4.9 – Micrografias ópticas de amostras transversais e longitudinais das posições 4 mm, 24 mm e 89 mm da liga 2Ni solidificada direcionalmente Figura 4.10 – Micrografias ópticas de amostras transversais e longitudinais das posições 5 mm, 24 mm e 89 mm da liga 3Ni solidificada direcionalmente Figura 4.11 – Imagens de MEV e resultados de EDS para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) considerando amostras solidificadas a baixas taxas de resfriamento......98 Figura 4.12 – Mapeamento MEV-EDS de amostra da liga 1Ni (7,6 °C/s) Figura 4.13 – Difratogramas de raios-X de amostras das ligas solidificadas direcionalmente (SD): (a) 0Ni; (b) 1Ni; (c) 2Ni e (d) 3Ni, referentes a uma taxa de resfriamento de 0,7 °C/s.....102 Figura 4.14 – Espaçamento dendrítico primário em função da taxa de resfriamento para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD). R<sup>2</sup> é o coeficiente de determinação.....104 Figura 4.15 – Espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade de solidificação para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD). R<sup>2</sup> é o coeficiente de determinação.....105 Figura 4.16 – Espaçamento dendrítico terciário em função da taxa de resfriamento para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD). R<sup>2</sup> é o coeficiente de determinação.....106 Figura 4.17 – Correlações experimentais e teóricas do espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade de solidificação para ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD).....107 Figura 4.18 – Imagens de MEV para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) após ataque profundo, evidenciando as fases Al3Ni e Si......109 Figura 4.19 – Micrografias ópticas das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) após ataque profundo, evidenciando as fases Al3Ni e Si.....110

Figura 4.20 – Curvas Tensão-Deformação de engenharia representativas para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD)......111 Figura 4.21 – Propriedades mecânicas de tração das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas directionalmente (SD): (a)  $\sigma_u vs \lambda_2$ ; (b)  $\delta vs \lambda_2$ ; e (c)  $\sigma_v vs \lambda_2$ .....114 Figura 4.22 – Imagens das regiões tratadas a laser obtidas por microscopia óptica de todas as condições testadas por refusão superficial a laser (RSL) para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni. Linha tracejada delimita fração da base e fração do topo......117 Figura 2.23 – Esquema com imagens de microscopia óptica evidenciando as regiões das poças de fusão formadas a partir da refusão superficial a laser Figura 4.24 – Micrografias ópticas de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> (esquerda) e 100 J/mm<sup>2</sup> (direita)......121 Figura 4.25 – Micrografias ópticas de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> (esquerda) e 100 J/mm<sup>2</sup> (direita)......122 Figura 4.26 – Micrografias ópticas de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> (esquerda) e 100 J/mm<sup>2</sup> (direita)......123 Figura 4.27 – Micrografias ópticas de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> (esquerda) e 100 J/mm<sup>2</sup> (direita).....124 Figura 4.28 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região Figura 4.29 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região Figura 4.30 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região Figura 4.31 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região 

Figura 4.32 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser......130 Figura 4.33 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser......131 Figura 4.34 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser......132 Figura 4.35 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região Figura 4.36 – Exemplo de mapeamento MEV-EDS de amostra refundida a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> incluindo os elementos AI, Si, Mg e Ni......134 Figura 4.37 – Comparação entre os difratogramas de raios-X das amostras solidificadas direcionalmente (SD) denominadas de substrato e das amostras refundidas a laser (RSL) processadas a 400 J/mm<sup>2</sup> e 100 J/mm<sup>2</sup> para as ligas: (a) 0Ni; (b) 1Ni; (c) 2Ni e (d) 3Ni......137 Figura 4.38 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a Figura 4.39 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a Figura 4.40 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si; cinza -Al<sub>3</sub>Ni.....140 Figura 4.41 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a

400 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si; cinza -Al<sub>3</sub>Ni......141 Figura 4.42 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si; cinza -Al₃Ni......142 Figura 4.43 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si; cinza -Al₃Ni......143 Figura 4.44 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si; cinza -Al₃Ni.....144 Figura 4.45 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si; cinza -Al₃Ni......145 Figura 4.46 – Evoluções da fração de fase a partir de dados experimentais e de cálculos CALPHAD em amostras refundidas a laser (RSL) das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni 3Ni da região е na base. centro е topo tratada а laser.....147 Figura 4.47 – Esquema mostrando a evolução da microestrutura e os efeitos da dinâmica do fluxo através da região tratada a laser explicando a reversão de  $\lambda$ em direção ao topo: (a) poça completamente fundida; (b) crescimento inicial das dendritas em direção ao topo; (c) crescimento de dendritas mais finas na região central e transporte de fragmentos sólidos; e (d) estágio final de solidificação formando a camada superior. Os subscritos b, c e t no desenho ilustrativo significam base. centro е topo da região tratada а laser......151

Figura 4.48 – Exemplo de refusão superficial à laser (RSL) da liga 3Ni processada a 2000 J/mm<sup>2</sup> resultando em estrutura eutética grosseira no topo da região tratada a laser ......152 Figura 4.49 – Correlações experimentais e teóricas do espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade de solidificação para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni refundidas a laser (RSL).....154 Figura 4.50 – Perfil de dureza Vickers para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni obtidas por solidificação direcional (SD) e refundidas a laser (RSL). P1, P2 e P3 referemse às posições dos termopares, sendo P1 a posição mais próxima da base refrigerada e P8 a posição mais distante.....155 Figura 4.51 – Imagem típica de (a) MEV e (b) mapa de clusters de dureza para a amostra refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni no centro da região tratada a laser processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. Os círculos coloridos na sobreposição correspondem ao agrupamento de três fases na microestrutura. Observe que a cor dos símbolos do cluster circular não se correlaciona com o espectro de cores......157 Figura 4.52 – Comparação de histogramas de nanoindentação para as amostras refundidas a laser (RSL) das ligas: (a) 0Ni; (b) 1Ni; (c) 2Ni; e (d) 3Ni processadas a 100 J/mm<sup>2</sup>. Estes resultados referem-se às regiões do topo da região tratada Figura 4.53 – Comparação de histogramas de nanoindentação para as amostras refundidas a laser (RSL) das ligas: (a) 0Ni; (b) 1Ni; (c) 2Ni; e (d) 3Ni processadas a 400 J/mm2. Estes resultados referem-se às regiões do topo da região tratada a laser......160 Figura 4.54 – Largura e comprimento do Si em função da nanodureza da região Al+Si para as ligas refundidas a laser 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni, considerando as regiões do topo da região tratada a laser.....161 Figura 4.55 – Esquema de imagens de microscópio óptico evidenciando a seção transversal de uma camada refundida sobreposta da liga 3Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>......162 Figura 4.56 - Imagens das calotas típicas obtidas através dos ensaios de desgaste para a liga 3Ni: (a) RSL - 100 J/mm<sup>2</sup>: 10 min - 0,5 N; (b) SD: 10 min -

Figura 4.57 – Evolução do volume desgastado em relação ao espaçamento microestrutural: (a) amostras solidificadas direcionalmente (SD) para o tempo de ensaio de 60 min e carga de 1 N, e (b) amostras solidificadas direcionalmente (SD) e refundidas a laser (RSL) para o tempo de ensaio de 10 min e carga de Figura 4.58 – Imagens MEV e dados EDS das amostras das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) mostrando superfícies е desgastadas.....168 Figura 4.59 – Imagens MEV no modo elétrons secundários (SE): (a) sem ataque; e (b) após ataque profundo com mapas EDS das amostras refundidas a laser (RSL) das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni processadas a 100 J/mm<sup>2</sup> antes dos testes de desgaste.....170 Figura 4.60 – Imagens MEV e dados EDS das amostras refundidas a laser (RSL) das ligas 0Ni e 3Ni processadas a 100 J/mm<sup>2</sup> mostrando morfologias de superfície desgastadas.....172

xxviii

## SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

ASTM American Standard for Testing of Materials AI Alumínio Fator de calibração  $a_2$ Ce Cério Concentração de soluto ou composição da liga  $C_0$ Ceut Composição eutética C∟ Composição do líquido COF Coeficiente de atrito Cs Composição do sólido Cu Cobre DE Densidade de energia DL Coeficiente de difusão de soluto no líquido DRX Difração de raios-X Е Módulo de Young EDS Espectroscopia de energia dispersiva FSL Fusão seletiva a laser G Gradiente térmico Н Coeficiente interfacial de transferência de calor metal/molde ΗV Dureza vickers Coeficiente de partição do soluto k<sub>0</sub> MA Manufatura aditiva MEV Microscopia eletrônica de varredura Mg Magnésio

Mn	Manganês
Мо	Molibidênio
Ni	Níquel
Ρ	Posição
Q	Potência do laser
Si	Silício
S/L	Sólido/Líquido
RSL	Refusão superficial a laser
Sc	Escândio
SD	Solidificação direcional
SRC	Super-resfriamento constitucional
Sn	Estanho
Т	Tempo
т	Temperatura
Τ*	Temperatura de interface
Ť	Taxa de resfriamento
TCE	Transição colunar para equiaxial
T <sub>f</sub>	Temperatura de fusão
t∟	Tempo de passagem da isoterma liquidus
TL	Temperatura liquidus
ts∟	Tempo local de solidificação
Τv	Temperatura de vazamento
V	Velocidade de solidificação
V	Vanádio
- Zr Zircônio
- ZTA Zona termicamente afetada
- δ Alongamento Específico
- ΔT<sub>V</sub> Superaquecimento
- λ Espaçamento microestrutural
- λ<sub>1</sub> Espaçamento dendrítico primário
- λ<sub>2</sub> Espaçamento dendrítico secundário
- λ<sub>3</sub> Espaçamento dendrítico terciário
- σ Tensão
- $\sigma_y$  Limite de escoamento
- σ<sub>u</sub> Limite de resistência à tração
- *θ* Ângulo
- Γ Coeficiente de Gibbs-Thomson

# 1 INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio (AI) são essenciais na indústria de transformação devido à sua capacidade de combinar baixa densidade e resistência em um único material. A compreensão e controle das relações entre composição, processamento, microestrutura e propriedades são aspectos fundamentais na aplicação desse material.

Dentre as ligas à base de Al, a liga AlSi10Mg é uma liga tradicional de fundição, que vem sendo amplamente utilizada em processos de solidificação rápida, especialmente na manufatura aditiva. Essa tecnologia emprega fonte de laser para produzir componentes de geometria complexa com alta precisão em curto prazo e praticamente sem perda de material. Fluidez elevada, estreito intervalo de solidificação e baixa contração volumétrica são características benéficas no processamento das ligas AlSi10Mg, o que diminui a probabilidade de aparecimento de trincas de solidificação [1].

As ligas com elevado teor de silício oferecem uma fundibilidade excepcional, atribuída à notável fluidez do metal fundido, especialmente em composições próximas ao ponto eutético. Essa característica possibilita a fabricação de produtos com geometrias mais complexas. A fluidez, entendida como a capacidade do metal líquido de se deslocar para dentro de um molde e preencher completamente a área antes da solidificação, desempenha um papel crucial nesse processo.

Aumentar o teor de silício constitui-se numa estratégia eficaz para intensificar a fluidez do metal fundido. No entanto, é importante notar que partículas de silício primário têm o potencial de obstruir o fluxo quando o teor desse elemento ultrapassa 18-20%. Portanto, a maioria das ligas de fundição Al-Si mantém teores de silício abaixo desse limiar. Essas ligas são amplamente empregadas na indústria de fundição devido às suas notáveis propriedades. Além da excelente capacidade de lingotamento, as ligas Al-Si apresentam um baixo coeficiente de expansão térmica, excelente resistência ao desgaste e à corrosão [2]. Essas características as tornam escolhas preferenciais para aplicações onde a fundibilidade, durabilidade e integridade estrutural são fundamentais. Um exemplo de ligas convencionais base Al-Si é a AlSi10Mg, denominadas como ligas 'Aural', desenvolvidas e patenteadas pela ALCAN. Estas ligas apresentam aproximadamente 10% de silício (Si), 0,3-0,6% de magnésio (Mg) e 0,4% de manganês (Mn), sendo este último adicionado com o propósito de reduzir a tendência à soldagem da liga no molde metálico. Com níveis de ferro inferiores a 0,2% em peso, essas ligas são comumente empregadas em processos de fundição em moldes permanentes. Elaboradas com foco específico em componentes de matriz estrutural que demandam alta integridade, as ligas 'Aural' oferecem uma extensa gama de propriedades para assegurar durabilidade em serviço e atender a requisitos de desempenho. Essas ligas podem ser perfeitamente tratadas a laser e já foram testadas em uma ampla gama de processos de solidificação rápida.

Nos procedimentos de solidificação rápida, a utilização de fontes de laser implica em elevadas taxas de resfriamento em regiões localizadas e superficiais (em virtude da grande massa da peça em comparação às pequenas regiões tratadas), em virtude da uma prática amplamente conhecida e aplicada em várias condições. Essas taxas de resfriamento elevadas desempenham um papel crucial na otimização da microestrutura, influenciando tanto o tamanho de grão quanto o espaçamento dendrítico. É importante destacar que as medições diretas da taxa de resfriamento tornam-se desafiadoras devido à natureza do processo laser.

Os tratamentos superficiais a laser emergem como uma estratégia eficaz para modificar localmente as características mecânicas e químicas de ligas metálicas. No âmbito industrial, as aplicações de laser destacam-se devido à sua eficiência, limpeza, alta velocidade e automação efetiva. Essa versatilidade torna os tratamentos superficiais a laser uma escolha competitiva para aprimorar propriedades específicas em ligas metálicas, atendendo a demandas precisas e promovendo avanços em diversas aplicações industriais.

Outra técnica de interesse tanto acadêmico quanto industrial consiste na solidificação direcional transiente, a qual destaca-se como um processo fundamental para esclarecer as inter-relações entre as taxas de resfriamento e os parâmetros microestruturais em ligas de alumínio. Em um único experimento,

torna-se possível abranger uma extensão significativa de condições de processo, permitindo a caracterização de diversas rotas de processamento de interesse. Parâmetros térmicos cruciais durante a solidificação, como o gradiente térmico (G), a velocidade de solidificação (V) e a taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ), exercem controle tanto na microestrutura dendrítica quanto na morfologia e escala microestrutural de produtos metálicos.

Nota-se, portanto, que o estudo completo de novas ligas de Al passa pela submissão dessas a processamentos diversos como, por exemplo, o tratamento a laser e a solidificação direcional, cujos resultados complementares podem auxiliar no mapeamento de microestruturas e propriedades.

Uma estratégia amplamente reconhecida para alcançar propriedades mecânicas satisfatórias em aplicações industriais envolve a otimização e controle da microestrutura de ligas à base de AI-Si. Nesse contexto, a introdução de elementos adicionais, como Mg, Cu e Mn, nas ligas AI-Si tem sido uma prática comum, visando aprimorar suas propriedades mecânicas.

E importante destacar que existe um interesse atual no desenvolvimento de ligas alternativas à base de AI para os processos mencionados, que é principalmente focado na modificação de ligas comercialmente disponíveis. Diante desse cenário, torna-se interessante realizar estudos aprofundados sobre ligas específicas, como as AISi10Mg(-Ni), e compreender suas características microestruturais. A complexidade das variações microestruturais apresenta uma correlação direta com as propriedades mecânicas da liga de interesse. Portanto, investigações minuciosas são essenciais para elucidar como essas modificações microestruturais impactam o desempenho mecânico, possibilitando a formulação de estratégias de aprimoramento na busca por ligas com propriedades adequadas para aplicações específicas na indústria.

A revisão bibliográfica realizada para a elaboração desta Tese de Doutorado revelou a ausência de testes utilizando o elemento Ni em ligas AlSi10Mg processadas por solidificação direcional e refundidas a laser. A obtenção de peças com maior resistência mecânica torna-se viável, devido à formação de intermetálicos Al<sub>3</sub>Ni. Embora o Ni tenha solubilidade quase nula no Al, a melhoria da resistência mecânica está relacionada principalmente com a morfologia do intermetálico Al<sub>3</sub>Ni, sua interação com as demais fases presentes e distribuição uniforme ao longo da microestrutura. Vale ressaltar, que abaixo de 500 °C, tais intermetálicos são termicamente estáveis, conforme evidenciado por estudos prévios [3–5]. A expectativa é que essa incorporação não apenas aprimore as propriedades mecânicas, mas também ofereça estabilidade térmica, um atributo particularmente valioso para aplicações em ambientes de alta temperatura.

Não foram encontrados registros do emprego de ligas AlSi10Mg em componentes de alto desempenho, devido às suas propriedades consideradas inferiores em comparação com outras ligas disponíveis. Neste contexto, a presente pesquisa concentra-se na modificação da liga AlSi10Mg por meio da adição de diferentes teores de Ni. O Ni, como elemento de liga promissor, é particularmente interessante devido à possível formação dos intermetálicos Al<sub>3</sub>Ni, sugerindo potencial melhoria nas propriedades mecânicas da liga. Além disso, para uma compreensão abrangente, essas ligas alternativas devem ser examinadas detalhadamente, gerando amostras sob baixas e altas taxas de resfriamento de solidificação. Essa abordagem permitirá refinar a aplicação dessas ligas para diversas condições de processamento, abrangendo um amplo espectro de possibilidades industriais, desde métodos de solidificação convencional até processos de solidificação rápida. Essa pesquisa visa não apenas preencher lacunas no conhecimento existente, mas também abrir novas perspectivas para a aplicação prática dessas ligas modificadas em diversos ambientes industriais.

## 1.1 Objetivos

O presente trabalho tem como objetivo investigar os efeitos e potenciais benefícios da adição de Ni (1, 2 e 3% em peso) na solidificação da liga Al-10%Si-0,45%Mg, considerando amostras geradas tanto por solidificação direcional quanto por refusão superficial a laser. O foco do Doutorado foi no levantamento de correlações entre microestrutura dendrítica e morfologia/frações de fases formadas, parâmetros térmicos de solidificação, densidade de energia do laser, resistência à tração, dureza, nanodureza e resistência ao desgaste,

possibilitando uma ampla avaliação dos impactos do Ni e dos parâmetros de processo na qualidade e na perspectiva de aplicação dessas ligas.

# 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 Conceitos de Solidificação

A solidificação é um processo de transformação de fase do estado líquido para o estado sólido, no qual o calor latente é liberado pelo material no estado líquido para possibilitar a nucleação e o crescimento da fase sólida, sendo considerada um processo de transferência de calor em regime transitório [6].

Dentre os atuais processos de manufatura de peças e componentes metálicos, o processo de solidificação é o mais utilizado, com exceção dos artigos produzidos por técnicas de metalurgia do pó. Ao fundir os metais, ocorre uma queda na viscosidade, de modo que o metal líquido ao ser vertido possa acomodar-se em um molde de determinada geometria para proporcionar o formato de uma peça semiacabada após solidificação, o que o torna o processo de conformação mais econômico de uma peça metálica, desde que o ponto de fusão não seja extremamente elevado [7]. Uma outra rota consiste na aplicação dos processos de solidificação rápida, os quais se apresentam como técnicas de processamento em potencial para sintetizar materiais novos ou melhorados [7, 8]. A solidificação também pode estar presente na etapa de acabamento do produto semiacabado, fazendo-se o uso, por exemplo, de processos de solidagem e refusão superficial a laser [7].

A estrutura que se forma na solidificação determina as propriedades do produto final. Aspectos microestruturais como: tamanho de grão, espaçamentos dendríticos, espaçamentos lamelares ou fibrosos, heterogeneidades de composição, tamanho, forma e distribuição de inclusões, porosidade formada, etc, influenciam diretamente nas propriedades mecânicas desse produto e dependem fortemente das condições de solidificação [7].

A Figura 2.1 relaciona os fenômenos que ocorrem durante a solidificação de um metal. Definida a composição química da liga metálica, a dinâmica do processo de solidificação é quem determinará a microestrutura resultante, como mencionado anteriormente. A temperatura de vazamento do metal líquido (T<sub>V</sub>) surge como a primeira variável de influência juntamente com a intensidade das correntes convectivas durante o preenchimento do molde. O molde atua como o principal meio de extração de calor do metal na transformação do líquido em

sólido. A velocidade com que ocorre a extração de calor vai depender da capacidade de absorção de calor pelo molde, com influência direta nas taxas de resfriamento (T) da peça. As condições termodinâmicas do processo irão impor uma rejeição de soluto ou de solvente à frente da interface sólido/líquido (S/L), que provocará um movimento de espécies associado à transferência de calor. Essa união de transferência de calor e massa proporcionará condições que definirão a morfologia de crescimento e a subsequente microestrutura [7].



Figura 2.1 - Encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal [7].

De acordo com Garcia [7], o estudo da solidificação é dividido em dois tipos: sistemas impondo condições estacionárias de fluxo de calor e aqueles relacionados a condições transitórias de fluxo de calor. Na solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor, o gradiente térmico (G) e a velocidade

de solidificação (V) são controlados independentemente e mantidos constantes ao longo do experimento, como no caso dos experimentos realizados com a técnica Bridgman/Stockbarger [8–13]. Em contrapartida, na solidificação em regime transitório de fluxo de calor tanto G quanto V variam livremente com o tempo e com a posição dentro do metal, sendo este de fundamental importância, uma vez que a grande maioria dos processos industriais se inclui nesta classe. A solidificação unidirecional é uma técnica capaz de refletir esta necessidade industrial, uma vez que permite mapear termicamente a solidificação com o objetivo de correlacionar variáveis características da evolução do processo com parâmetros da microestrutura formada. O conhecimento das influências que as variáveis térmicas têm sobre a formação das estruturas solidificadas permite estabelecer parâmetros de controle nas rotinas dos processos de fundição ou planejar previamente a produção, uma vez que essas estruturas determinam a qualidade dos produtos acabados e podem reduzir os custos de produção [7, 14]

## 2.1.1 Transferência de Calor na Solidificação

A análise da transferência de calor na solidificação tem como objetivo determinar a distribuição de temperaturas no sistema metal/molde e determinar a cinética de solidificação [7].

Alguns modos de transferência de calor se destacam:

Condução é o mecanismo pelo qual o calor é transferido entre uma região de maior temperatura para uma região de menor temperatura devido às interações entre partículas em um mesmo material ou que estejam em contato físico direto [7, 15–17].

Convecção consiste no transporte de energia térmica de um lugar para outro, pelo deslocamento de meio material através de correntes que se estabelecem no interior do meio em decorrência do gradiente térmico existente entre os pontos em questão, os quais apresentam densidades diferentes [6, 7]. Correntes convectivas de origem composicional também podem contribuir com este processo.

Radiação térmica é a energia emitida pela matéria por meio de ondas eletromagnéticas, que se encontra a uma temperatura acima do zero absoluto.

Este mecanismo diferentemente da condução e convecção possibilita a transferência de energia sem a necessidade de um meio material [6, 7, 15, 16].

Na interface entre o material solidificado e o molde existe uma resistência térmica que decorre de um complexo mecanismo de transferência de calor conhecido como transferência Newtoniana, que consiste na soma dos três modos de transferência de calor citados. Essa resistência de contato ocorre em decorrência de vários fatores, sendo eles: afinidade físico-química entre o material do molde e material a ser solidificado, a rugosidade interna do molde, a utilização de lubrificantes para facilitar a desmoldagem, contração de solidificação (para materiais que contraem na transformação de líquido para sólido), dentre outros fatores [7].

A Figura 2.2 apresenta um esquema ilustrativo que exemplifica os principais modos de transferência de calor que podem ocorrer, tomando como referência o processo de solidificação unidirecional.



Figura 2.2 – Modos de transferência de calor atuantes em um sistema de solidificação vertical ascendente refrigerado a água. Adaptado de [7, 18].

#### 2.1.2 Solidificação em condições de equilíbrio e fora do equilíbrio

A solidificação em condições de equilíbrio está associada ao avanço suficiente lento da interface S/L, o qual permite que o soluto rejeitado seja misturado ao volume de líquido por difusão e por movimentação do fluído de forma uniforme. Além disso, permite que o movimento de soluto no sólido formado seja capaz de manter sua composição uniforme e em equilíbrio com a composição do líquido. Na prática, isso ocorre se a cinética de avanço da interface S/L for de menor intensidade quando comparada à cinética de difusão de soluto no sólido e se a distância de difusão for pequena. Neste caso, a solidificação ocorre como o previsto pelo diagrama de equilíbrio de fases [7].

Em casos de solidificação onde a redistribuição de soluto na interface S/L é mais lenta que a velocidade de deslocamento da interface S/L (v), haverá a formação de uma camada enriquecida de soluto localmente, já que a difusão no sólido e no líquido não são rápidas o suficiente para manter a concentração uniforme, formando gradientes de concentração, e assim solidificando fora das condições de equilíbrio termodinâmico, como é o caso dos processos de solidificação em escala industrial [7, 17].

A solidificação fora do equilíbrio pode ocorrer das seguintes formas: mistura de soluto no líquido apenas por difusão, mistura completa de soluto no líquido sem difusão no sólido, mistura completa de soluto no líquido com difusão no sólido e mistura parcial de soluto no líquido [7].

A equação 2.1 é a Equação de Scheil e permite quantificar o perfil de concentração de soluto no sólido (C<sub>s</sub>) formado para o caso de mistura completa no líquido e ausência de difusão no sólido [7, 19].

$$C_s = KC_0(1 - f_s)^{(k-1)}$$
 (Eq. 2.1)

Outro caso é o de mistura completa de soluto no líquido com difusão no sólido, em que a alteração contínua na concentração de soluto do sólido que ocorre à medida que a solidificação avança, deve ser levada em consideração na quantificação final do perfil de soluto. A difusão no sólido é conhecida como

difusão de retorno em função de ocorrer em sentido contrário ao da evolução da solidificação [7].

Por fim, temos a mistura parcial de soluto no líquido, onde, à medida que a solidificação evolui, ocorre a rejeição progressiva de soluto, tendo como decorrência um aumento de sua concentração no líquido e um perfil crescente de soluto no sólido formado. Se o processo não ocorre de forma lenta, os átomos do soluto são rejeitados pela progressão do sólido a uma taxa maior do que a necessária para que sejam difundidos através do volume do líquido, provocando um acumulo de soluto a frente da interface S/L. É esta região rica em soluto que determinará sua taxa de incorporação ao sólido [7].

### 2.1.3 Microestruturas de solidificação

As microestruturas resultantes do processo de solidificação são dependentes da forma da interface S/L, que em condições ideais deveriam permanecer plana, mas, em virtude de alterações nos parâmetros constitucionais e térmicos do sistema metal/molde que ocorrem durante o progresso da frente de solidificação, se instabiliza, dando origem às microestruturas [20].

A instabilidade da frente de solidificação é resultante da termodinâmica do processo que impõe segregação de soluto ou solvente à frente da interface S/L, provocando uma redistribuição não uniforme no líquido à frente dessa interface. Essa rejeição de soluto ou solvente a frente da interface S/L promove a formação de um gradiente térmico,  $G_T$ , à frente dessa interface menor que o gradiente térmico do perfil de temperatura *liquidus* (G<sub>L</sub>), dando origem ao super-resfriamento constitucional (SRC) [20–22], como pode ser visto na Figura 2.3, onde T\* é temperatura de interface e T<sub>L</sub> é a temperatura *liquidus*.

Dependendo da magnitude do SRC, essa instabilidade dará origem a diferentes morfologias e que, por ordem crescente desse valor, são denominadas por, planar (própria dos metais puros), celular e dendrítica [7, 20, 21].



Figura 2.3 – Formação de região SRC no líquido próximo à interface sólido/líquido (S/L). Adaptado de [22].

As distâncias entre centros de células e de ramificações ou braços dendríticos são definidas como espaçamentos intercelulares e interdendríticos, que são muito utilizados para caracterizar os efeitos das condições de solidificação sobre a microestrutura formada. A Figura 2.4 apresenta um esquema representativo dos espaçamentos celulares ( $\lambda_c$ ), espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ) e terciários ( $\lambda_3$ ).



Figura 2.4 – Representação esquemática dos espaçamentos celulares ( $\lambda_c$ ), espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ) e terciários ( $\lambda_3$ ) [23].

Apesar da forte influência do super-resfriamento constitucional, ele não é o único responsável pelas modificações que ocorrem na interface S/L, a velocidade de avanço da isoterma *liquidus*, gradientes de temperaturas e taxas de resfriamento assumem também um papel de elevada importância nesse fenômeno. A Figura 2.5 apresenta, de forma esquemática, a influência dos fatores: grau de super-resfriamento constitucional (SRC), concentração de soluto (C<sub>0</sub>), velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (V<sub>L</sub>), e o gradiente térmico (G<sub>L</sub>), para a instabilidade da interface S/L e, consequentemente, para a formação das microestruturas.





Ao longo dos anos, várias investigações teóricas foram realizadas com o intuito de alcançar o objetivo de caracterizar os espaçamentos dendríticos [24–27]. Entre os modelos teóricos existentes encontrados na literatura, apenas o de Bouchard e Kirkaldy [28] para espaçamentos secundários considera a solidificação sob condições de fluxo de calor em estado instável.

Para espaçamentos dendríticos secundários, Bouchard e Kirkaldy [28] derivaram uma expressão que é representada pela Equação 2.1:

$$\lambda_2 = 2\pi a_2 \left( \frac{4\Gamma}{C_0 (1-k_0)^2 T_F} \left( \frac{D}{V_L} \right)^2 \right)^{1/3}$$
(Eq. 2.1)

Onde  $a_2$  é o fator de calibração do espaçamento dendrítico secundário,  $T_F$  é a temperatura de fusão do solvente,  $\Gamma$  é o coeficiente de Gibbs-Thomson,  $k_0$  é o coeficiente de partição do soluto,  $C_0$  é a composição da liga, D é a difusividade do soluto no líquido, e V<sub>L</sub> é a velocidade de solidificação.

Peres *et al.* [29] compararam os resultados experimentais dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) das ligas Al-3%Si, Al-5%Si, Al-7%Si e Al-9%Si (% em peso) obtidos por solidificação direcional ascendente, com previsões teóricas fornecidas pelo modelo de Bouchard e Kirkaldy [28], conforme Equação 2.1, com fator de calibração (a<sub>2</sub>) igual a 9 para ligas Al-Si, conforme sugerido por estes autores [28]. Uma boa concordância foi observada para qualquer composição estudada, conforme pode ser visto na Figura 2.6.



Figura 2.6 – Comparação dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) experimentais e teóricos em função da velocidade de solidificação (V<sub>L</sub>) para as ligas AI-Si solidificadas de forma direcional ascendente [29].

Spinelli *et al.* [30] realizou o mesmo estudo para as ligas AI-5%Si, AI-7%Si e AI-9%Si (% em peso) mas solidificadas na forma direcional descendentes, e uma boa concordância com o modelo de Bouchard e Kirkaldy também foi observada para qualquer composição examinada (Figura 2.7).



Figura 2.7 – Comparação dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) experimentais e teóricos em função da velocidade de solidificação (V<sub>L</sub>) para as ligas AI-Si solidificadas de forma direcional descendente [30].

Goulart *et al.* [31] estudaram as ligas AI-5%Si e AI-9%Si (% em peso) solidificadas de forma direcional horizontal. Para este caso, o fator de calibração (a<sub>2</sub>) igual a 9 não se adequou bem aos resultados de  $\lambda_2$  experimentais, exceto no que diz respeito à inclinação da reta, como pode ser visto na Figura 2.8a. Dessa forma, um ajuste no fator de calibração sugerido pelos autores para as ligas AI-Si precisou ser considerado, com a<sub>2</sub> atribuindo um valor igual a 18. A Figura 2.8b mostra uma comparação entre os resultados experimentais de

Goulart [31] e Peres [29]. Podemos observar que a dispersão experimental situase na faixa de valores fornecida pelo modelo de Bouchard e Kirkaldy para  $a_2 =$ 18 (máximo) e  $a_2 = 9$  (mínimo).



Figura 2.8 – Comparação dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) experimentais e teóricos em função da velocidade de solidificação (V<sub>L</sub>) para as ligas AI-Si: (a) solidificadas de forma direcional ascendente [29] e (b) solidificadas de forma direcional horizontal [31].

# 2.1.4 Relação Entre Parâmetros Térmicos de Solidificação e Microestrutura

Na literatura, é fato comprovado que a morfologia exerce elevada influência nas propriedades químicas e mecânicas de produtos fundidos, como por exemplo, espaçamentos menores permitem que a microestrutura seja caracterizada por uma distribuição mais uniforme da segregação microscópica que existe entre as ramificações celulares ou dendríticas, o que favorece o comportamento mecânico, sendo que esses menores espaçamentos são obtidos com maiores velocidades de solidificação e taxas de resfriamento [13, 32-40]. Dessa forma, percebe-se a importância da determinação correta dos parâmetros térmicos que controlam esses espaçamentos durante a solidificação [7]. Nesse contexto, muitos trabalhos foram e vêm sendo desenvolvidos por vários pesquisadores com o objetivo de prever a microestrutura por meio de modelos matemáticos que relacionam parâmetros microestruturais (espaçamentos celulares ( $\lambda_c$ ), dendríticos primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ), terciários ( $\lambda_3$ ), eutéticos ou interfásicos( $\lambda$ )) e térmicos de solidificação (gradiente de temperatura (G), velocidade de solidificação (V), taxa de resfriamento (T) e tempo local de solidificação, t<sub>SL</sub>) [6, 7].

Considerando a solidificação em regime transitório de extração de calor, Bouchard e Kirkaldy [28] desenvolveram um modelo semiempírico, que incorpora a racionalidade e os parâmetros constitutivos dos modelos teóricos desenvolvidos para condições estacionárias de fluxo de calor [41, 42]. Este modelo correlaciona o  $\lambda_1$  com os parâmetros térmicos de solidificação. Este modelo foi desenvolvido para ligas binárias, não sendo aplicado para as ligas multicomponentes.

Rappaz e Boettinger [43] e mais recentemente Tiryakioglu [44], propuseram modelos para sistemas multicomponentes, no qual abordaram a correlação entre  $\lambda_2$  e t<sub>SL</sub>. A equação 2.2 apresenta a fórmula básica proposta pelos autores supracitados, que em ambos os casos, a expressão típica para ligas binárias é assumida como válida para ligas multicomponentes.

$$\lambda_2 = 5.5 \cdot (M \cdot t_{SL})^{1/3}$$
 (Eq. 2.2)

O fator M para ligas binárias pode ser obtido a partir da equação 2.3:

$$M = \frac{-\Gamma D ln\left(\frac{C_{eut}}{C_0}\right)}{m(1-k)(C_{eut}-C_0)}$$
(Eq. 2.3)

Onde:  $\Gamma$  é o coeficiente de Gibbs-Thomson (que relaciona a variação da temperatura de fusão com a curvatura do cristal); m é a inclinação da linha *liquidus*; k é o coeficiente de redistribuição de soluto; D é a difusividade de soluto no líquido; C<sub>0</sub> corresponde à composição nominal e C<sub>eut</sub> corresponde à composição eutética.

Relações entre parâmetros microestruturas e variáveis térmicas de solidificação na forma generalizada são traduzidas pela equação 2.4. São expressões caracterizadas como funções do tipo potência:

$$(\lambda_c, \lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \lambda) = C (G_L, V_L, \dot{T})^{-a}$$
(Eq. 2.4)

Onde, C é uma constante que depende da composição química da liga,  $\lambda_c$ ,  $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$ ,  $\lambda_3$  e  $\lambda$  são respectivamente, os espaçamentos celulares e dendríticos primários, secundários, terciários e eutético, G<sub>L</sub> é o gradiente de temperatura à frente da isoterma *liquidus*, V<sub>L</sub> é a velocidade de avanço da isoterma *liquidus*, T a taxa de resfriamento e "a" é um expoente que tem sido determinado experimentalmente na literatura para diversas ligas e para solidificação tanto em regime permanente quanto transitório [14, 20, 50–54, 33–35, 45–49].

As relações mais comuns na literatura são:

$$(\lambda_C, \lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, ) = C V_L^{-a}$$
 (Eq. 2.5)

$$(\lambda_C, \lambda_1, \lambda_2, \lambda_3,) = C \dot{T}^{-a}$$
 (Eq. 2.5)

Nos casos de espaçamentos celulares, dendríticos primário e terciário o expoente "a" adquire valores de -1,1 quando associados a V<sub>L</sub> e -0,55 quando associados a  $\dot{T}$  e de -2/3 e -1/3, respectivamente, para o caso de espaçamentos

dendríticos secundários. A utilização destes valores na parametrização das curvas experimentais tem sido utilizada de forma satisfatória em muitos estudos.

# 2.2 Processamento laser de ligas de Al

Os fundamentos de cinética, transferência de calor e evolução microestrutural na solidificação foram abordados nas seções anteriores por serem de grande importância para o presente Doutorado, servindo como base para análise das ligas de interesse. Nesta seção, a importância dos tratamentos laser e alguns resultados de processamento a laser em ligas Al-Si serão abordados.

O laser, uma fonte de calor de intensidade elevada, precisa, flexível e ambientalmente amigável, é empregado como uma ferramenta de fabricação em diversos setores industriais, incluindo elétrico, automotivo, saúde, aeroespacial, ferroviário, eletrônicos, entre outros. Emergindo como uma ferramenta de fabricação altamente versátil, o laser apresenta uma ampla variedade de aplicações devido às suas vantagens inerentes, como qualidade superior, alta produtividade, flexibilidade e repetibilidade nos processos e peças produzidas [55].

Uma fonte laser opera com base nos princípios da emissão estimulada de radiação. A parte central de um laser é o meio ativo, que pode ser um gás, líquido ou sólido. Esse meio contém átomos, íons ou moléculas que podem ser excitados a níveis de energia superiores. A energia é fornecida ao meio ativo por meio de um processo chamado bombeamento. Pode ser realizado por fontes de luz, eletricidade, combustão química ou outros métodos, dependendo do tipo específico de laser. Quando os átomos, íons ou moléculas no meio ativo são excitados, eles podem retornar a estados de energia mais baixos, liberando fótons no processo. Ocorre então a emissão estimulada, na qual um fóton incidente estimula a liberação de mais fótons com a mesma energia, fase e direção, como uma reação em cadeia.

O laser possui uma cavidade óptica composta por espelhos, onde um dos espelhos é parcialmente transparente, de forma a transmitir parcialmente a luz incidida sobre ele, proporcionando a saída do feixe, enquanto a maior quantidade

é refletida para o meio ativo. A luz reflete para trás e para frente entre esses espelhos, passando através do meio ativo várias vezes. Isso amplifica a luz por emissão estimulada. Ocorre a amplificação coerente, onde os fótons amplificados têm a mesma fase e direção. Isso resulta na emissão de luz laser características especiais, direcionalidade, coerente, que tem como monocromaticidade, brilho e coerência. Existem vários tipos de lasers, sendo diferenciados principalmente pelos meios ativos que utilizam e seus comprimentos de onda. Os principais são: lasers de estado sólido, lasers a gás, lasers semicondutores, lasers de fibra óptica, entre outros [56]. A Figura 2.9 mostra esquematicamente as partes do laser.



Figura 2.9 – Principais partes do laser. Adaptado de [56].

Com o avanço de lasers mais robustos, energeticamente eficientes, acessíveis e com menor impacto ambiental, a fabricação baseada em laser está experimentando um rápido crescimento. A técnica de processamento de materiais a laser está encontrando novas e significativas aplicações em diversos processos industriais, dando origem a muitos métodos inovadores de fabricação. Esses avanços têm o potencial de transformar significativamente a maneira como os produtos de engenharia são fabricados, permitindo a produção de peças que anteriormente não eram viáveis pelos métodos tradicionais de fabricação [55, 57].

Dentro dos processos que fazem uso de fonte de laser, a manufatura aditiva surge como um destaque, transformando rapidamente os cenários de produção em grande e pequena escala em diversos setores. Por meio desse método, é possível inovar e avaliar novas ligas de maneira rápida, com custos reduzidos e prazos de entrega consideravelmente mais curtos [58].

O cenário do mercado de materiais para manufatura aditiva metálica está evoluindo de ligas de alto custo e alto desempenho, como superligas de titânio e níquel, para materiais mais acessíveis, que ainda proporcionam desempenho adequado em produções em larga escala. Espera-se que o alumínio desempenhe um papel fundamental nessa transição para a produção em larga escala de bens de consumo. A SmarTech Publishing, uma empresa de análise do setor, prevê que o mercado de ligas de alumínio na manufatura aditiva se torne um segmento significativo na impressão 3D de metais e ligas, com receitas de materiais atingindo US\$ 300 milhões até 2028 [59].





Figura 2.10 – Previsão do uso de alumínio na manufatura aditiva (MA) até 2028 [59].

Os processos de manufatura aditiva podem resultar em defeitos superficiais, porosidades, trincas a quente, consequentemente, afetando o desempenho das peças. Dessa forma, a refusão superficial a laser (RSL) tornouse um pós-processamento muitas vezes necessário para peças fabricadas por meio de processos de manufatura aditiva. A aplicação de RSL pode resultar em excelentes propriedades mecânicas e superficiais. Para atingir certas propriedades mecânicas com a RSL, é essencial um conjunto otimizado de parâmetros de processamento a laser. Essa técnica tem se expandido rapidamente nos tempos atuais porque é precisa e economiza tempo, baseando-se totalmente em computador [60].

Além de ser utilizada como um pós-processamento da manufatura aditiva, a RSL é extensivamente utilizada no aprimoramento da microestrutura e desintegração dos precipitados superficiais, os quais tendem a diminuir a resistência à corrosão. Reduz os espaçamentos entre as partículas, refina os grãos na superfície e distribui as partículas de maneira homogênea por toda a superfície, o que resulta em maior dureza. A RSL também ajuda a reduzir a porosidade e descamação da superfície, o que contribui para o aumento da microdureza e promove a formação de uma microestrutura superficial mais uniforme (diminuição da rugosidade superficial), resultando em maior resistência ao desgaste, além de promover tensões de compressão residuais que são benéficas para a resistência à fadiga dos materiais. Todos esses fatores contribuem para o aumento da vida útil das peças tratadas a laser [60].

As características da camada refundida são influenciadas pela composição química inicial da liga, pela microestrutura prévia das ligas antes do processo de refusão e pela quantidade de energia aplicada na superfície da amostra durante o processo [61].

O processo de refusão superficial a laser (RSL) gera uma fina região fundida na superfície do material, como consequência da rápida passagem de um feixe de laser contínuo e de alta densidade de energia sobre ela. Uma vez que a fonte de energia é retirada, a solidificação rápida da região fundida é obtida pela remoção de calor para a parte fria restante do material (substrato), que possui uma massa muito maior. Taxas de resfriamento de solidificação extremamente altas (de 10<sup>4</sup> a 10<sup>7</sup> °C/s) foram relatadas [62]. Além disso, a RSL provou produzir uma ampla gama de microestruturas e características de superfície únicas e intrigantes [63, 64]. A RSL pode produzir uma camada superficial com forte ligação metalúrgica ao substrato sob condições de fusão e solidificação rápidas. Refinamento de grão significativo e uniformidade

microestrutural com dendritas/células finas na camada superficial podem ser alcançados usando este processo [65]. Atualmente, há muito interesse em ligas de Al para pistões, manifolds, redutores, cárteres e chassis, todos construídos principalmente com ligas leves como aquelas à base de Al e Mg. Embora a densidade desses materiais permita uma economia significativa de peso e combustível, na maioria das aplicações, é necessário ajustar as características microestruturais da superfície, o que pode ser realizado por meio de tratamentos superficiais a laser.

Diversas variáveis podem influenciar as interações entre o feixe laser e a superfície da liga [66]. Dentro da faixa de condições de operação, uma combinação específica de densidade de potência e tempo de residência produz um regime operacional específico, resultando em efeitos únicos na superfície do material. As medições físicas de parâmetros cruciais, como campos de temperatura e velocidade de solidificação nas regiões tratadas a laser, também são difíceis devido à pequena área das zonas tratadas com laser e aos curtos períodos de tempo [67].

Na literatura pode ser encontrado uma vasta quantidade de trabalhos que analisaram a influência da RSL em ligas de Al com Si e outros elementos de liga [68–74].

A influência do tratamento por RSL em amostras das ligas AI-20%Si e AI-30%Si (% em peso) obtidas pelo processo de fundição sob pressão foi investigada por Tomida et al. [68]. Para a RSL foi utilizado um feixe laser de CO<sub>2</sub> e os parâmetros de processo utilizados foram: potência do laser de 5 kW e velocidade de varredura do laser de 100 mm/s. Foi observada uma diminuição significativa no tamanho das partículas primárias de Si, atingindo um diâmetro mínimo de 3 µm, que é bastante inferior àquele do metal base: 30 µm. O tamanho da partícula de Si teve influência direta na dureza e na resistência ao desgaste das amostras analisadas, sendo que amostras submetidas à RSL apresentaram maior dureza e maior resistência ao desgaste em comparação ao metal base, com os melhores resultados observados para amostras da liga Al-30%Si, em decorrência de apresentarem uma maior fração volumétrica de partículas de Si. Osório et al. [69] analisaram a influência da RSL na resistência à corrosão e propriedades mecânicas de ligas Al-9%Si (% em peso) obtidas por fundição convencional (molde permanente). Para a RSL foi utilizado um feixe laser de CO<sub>2</sub> e os parâmetros de processo utilizados foram: potência do laser de 1 kW e velocidade de varredura do laser de 16,66 mm/s. A Figura 2.11 evidencia que a RSL gerou um refinamento microestrutural significativo, apresentando valores de 2,5 µm para  $\lambda_2$  (2x10<sup>3</sup> a 3x10<sup>3</sup> °C/s), em comparação as amostras fundidas (2 a 12 °C/s), as quais apresentaram um mínimo de 15 µm para  $\lambda_2$ . Como consequência do refinamento microestrutural, as amostras RSL demonstraram melhorias na resistência a tração, limite de escoamento e dureza, quando comparadas com as amostras fundidas, conforme Tabela 2.1. As amostras fundidas apresentaram resistência à corrosão superior quando comparadas às amostras RSL. Esse resultado está associado ao refinamento da microestrutura das amostras tratada a laser, apresentando maior quantidade de contornos de grão e sendo mais susceptíveis à ação da corrosão.



(a)



(b)

Figura 2.11 - Microestruturas de seções transversais da liga Al-9%Si: (a) como fundida e (b) processada por RSL [69].

Tabela 2.1 – Limite de resistência a tração ( $\sigma_u$ ), limite de escoamento ( $\sigma_y$ ), alongamento específico ( $\delta$ ), dureza vickers (HV) e espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) das amostras fundidas (MP) e processadas a laser (RSL) da liga Al-9%Si [69].

Amostra	σ <sub>u</sub> (MPa)	σ <sub>y</sub> (MPa)	δ (%)	HV	λ₂ (mm)
MP	142	65	8	72	35
RSL	306	102	3	120	2,5

A evolução microestrutural da liga Al-20%Si (% em peso) refundida por tratamento superficial a laser (RSL) foi investigada por Lien et al. [70]. Inicialmente as amostras foram obtidas por fundição convencional (fundidas e resfriadas ao ar) e em seguida processadas por RSL utilizando um laser de disco de estado sólido Nd-YAG (Tumpf laser HDL 4.002) e os parâmetros de processo utilizados foram: potência do laser de 1200 W e velocidades de varredura do laser de 30 mm/s, 60 mm/s 90 mm/s e 120 mm/s. A maior velocidade de

varredura transmitiu menos energia total para a área tratada, aumentando assim a taxa de resfriamento. As microestruturas das amostras RSL evoluíram dentro de uma mesma região tratada a laser em função das diferentes taxas de resfriamento da base ao topo. Foi reportado que a taxa de resfriamento aumentou do fundo da região tratada a laser para o topo. Em resumo, três morfologias distintas foram observadas: (i) AI+Si ultrafino totalmente eutético, (ii) estrutura heterogênea com dendritas de AI primário incorporadas em AI-Si eutético ultrafino e (iii) estrutura heterogênea igual a (ii) mas com nanoprecipitados de Si em dendritas de AI primário. A Figura 2.12 mostra a morfologia da estrutura heterogênea de AI-Si a uma profundidade de 20 µm da superfície da região tratada a laser, formada com velocidade de varredura de 30 mm/s. A formação de dendritas ou de constituinte eutético em ligas AI-Si hipereutética pode ser explicada pelo conceito de crescimento acoplado, conforme reportado na literatura [75]



Figura 2.12 - Imagens MEV mostrando a morfologia representativa na região tratada a laser utilizando uma potência de 1200 W e velocidade de varredura do laser de 30 mm/s para a liga AI-20%Si (em peso): (a) Estrutura heterogênea (dendritas primárias de AI e eutético AI-Si ultrafino) em maior ampliação e (b) Estrutura heterogênea em menor ampliação [70].

A cavidade no canto superior esquerdo da Figura 2.12a representa uma porção da fase primária de AI que foi preferencialmente polida, e a fase primária de AI restante é observada no fundo da cavidade. As dendritas primárias de AI estão embebidas em um eutético ultrafino de AI-Si, ou seja, as dendritas de AI não estão interconectados, mas separados pela estrutura eutética de Al-Si ultrafino, como pode ser visto na Figura 2.12b.

Posteriormente, Abboud et al. [71] estudaram o efeito do resfriamento rápido no tamanho, distribuição e morfologia das partículas de silício de ligas hipereutéticas Al-17%Si e Al-20%Si após serem processadas por RSL. Dois tipos diferentes de lasers foram utilizados, um laser de CO<sub>2</sub> com potência de 1800 W e velocidades de varredura de 10 e 25 mm/s e um laser de disco de estado sólido Nd-YAG (Tumpf laser HDL 4.002) com potência de 2500 W e velocidades de varredura de 5, 50 e 100 mm/s. A RSL promoveu a formação de estruturas hipoeutéticas compostas por dendritas α-Al rodeadas por um eutético lamelar de morfologia irregular. O espaçamento do braço dendrítico secundário do  $\alpha$ -Al diminuiu de 3 µm para 0,5 µm e o espaçamento eutético interlamelar ( $\lambda$ ) reduziu de 10.000 nm para 30 nm à medida que a taxa de resfriamento aumentou de 6  $\times$  10<sup>3</sup> °C/s para 3,3  $\times$  10<sup>6</sup> °C/s. Houve uma mudança significativa na morfologia do silício, de maciço e semelhante a uma placa/agulha para uma mistura de flocos de cantos arredondados e fibrosos, conforme pode ser visto na Figura 2.13. Os resultados de microdureza para a liga Al-17%Si mostraram um aumento de 100% em comparação à amostra não tratada, atingindo o valor de 120 HV, sendo independente da velocidade de varredura, e atingindo valores de até 165 HV para a liga Al-20%Si, quando imersa em nitrogênio líquido para aumentar a taxa de resfriamento, conforme mostrado na Figura 2.14. Além disso, o resfriamento rápido promoveu um aumento significativo na solubilidade sólida do silício em alumínio em cerca de 5% em peso, em comparação com 0,5% em peso na condição de resfriamento lento.

Mais tarde, Abboud *et al.* [72] investigaram os impactos do processamento laser em ligas Al-25%Si e Al-30%Si, utilizando o laser de disco de estado sólido Nd-YAG (Tumpf laser HDL 4.002) com potência de 800 W e velocidade de varredura de 180 mm/s. Um maior refinamento estrutural foi alcançado à medida que o tamanho das partículas primárias de silício foi reduzido de 5-7 µm para tamanho inferior a 1 µm, os espaçamentos eutéticos fibrosos ( $\lambda$ ) também foram reduzidos para aproximadamente 10-15 nm. A alta taxa de resfriamento imposta pelo processo promoveu a redução significativa do tamanho e da quantidade de células/dendritas α-Al, especialmente aquelas que cercam o Si primário, estimulando assim o eutético fibroso ultrafino Al-Si a crescer de forma adjacente aos cristais primários de Si e se espalhar massivamente, o que por sua vez contribuiu ao aumento da dureza, atingindo 3,15 GPa em associação ao espaçamento de 10–15 nm.





(b)

Figura 2.13 – (a) Microestrutura óptica típica da liga fundida AI-20%Si (em peso), consistindo de silício primário maciço embebido em agulhas ou eutético AI-Si, com morfologia de placas e (b) Imagem MEV da liga AI-17%Si (em peso) processada a laser na potência de 2.500 W e velocidade de varredura de 5 mm/s (as regiões pretas são dendritas de AI e as áreas brancas referem-se ao silício [71].



(b)

Figura 2.14 - Perfis de microdureza em função da distância a partir da superfície da região tratada a laser: (a) liga Al-17%Si (em peso) processada em diferentes velocidades de varredura e (b) amostras da liga Al-20%Si imersas em nitrogênio e refundidas a laser em diferentes velocidades de varredura [71].

Ramos et al. [73] investigaram as alterações microestruturais e de dureza em amostras da liga eutética Al-11%Si-5%Ni (% em peso) submetidas a RSL utilizando um laser de CO<sub>2</sub>. Foram utilizadas seis combinações de parâmetros de velocidade de varredura (16,66 mm/s e 20,85 mm/s) e de potência (500 W, 750 W e 1000 W). Foi constatado que a RSL foi eficaz no refinamento da microestrutura, composta por dendritas  $\alpha$ -AI e região eutética interdendrítica, obtendo espaçamento  $\lambda_1$  mínimo de 0,86 µm e elevação da microdureza em até 88% se comparada à microestrutura bruta de fundição obtida em condições convencionais de resfriamento (solidificação unidirecional).

Os efeitos da RSL sobre a microestrutura e microdureza da liga AlSi12CuNiMg foram analisados por Sušnik *et al.* [74]. Foi utilizado um sistema com laser Nd:YAG, potência de 40 W e velocidade de varredura de 2,5 mm/s. Após a solidificação da camada superficial refundida, formou-se uma microestrutura dendrítica fina e homogênea e as microdurezas indicaram um aumento de cerca de 60 a 80% em relação à liga não tratada. O endurecimento da camada refundida pode ser atribuído a melhor distribuição da estrutura dendrítica e pela solução sólida supersaturada de alumínio com silício e outros elementos de liga. Além de uma distribuição mais fina e uniforme de compostos intermetálicos como Al<sub>6</sub>Cu<sub>3</sub>Ni, Al<sub>2</sub>Cu e Ni<sub>3</sub>Al.

## 2.3 Ligas AlSi10Mg: solidificação rápida e convencional

Embora aspectos do processamento laser e solidificação rápida já tenham sido abordados na seção anterior, esta seção prioriza resultados de solidificação com a liga AlSi10Mg, produzida em diferentes condições de processamento.

Dentre as ligas de alumínio, as ligas Al-Si-Mg são frequentemente utilizadas para fabricar componentes para os setores automotivo e aeroespacial devido à sua alta relação resistência-peso, capacidade de serem tratadas termicamente e por apresentarem excelente fundibilidade [76, 77], podendo também ser utilizadas para fundir peças estruturais finas e maciças devido à sua elevada fluidez [78]. As ligas de alumínio podem ser classificadas de acordo com o teor de silício (Si) na microestrutura, sendo divididas em três grupos: Ligas de alumínio hipoeutéticas contendo 5%-10% de Si (em peso), ligas eutéticas contendo 11% - 13% de Si e, ligas hipereutéticas contendo 14% - 20% de Si, sendo as hipoeutéticas as mais empregadas na indústria [79, 80]. Em ligas hipoeutéticas solidificadas fora do equilíbrio termodinâmico, a estrutura eutética se forma a partir do líquido retido entre os braços interdendríticos, podendo a dendrita ser chamada de fase primária ou pró-eutética, uma vez que foi formada antes da estrutura eutética [81].

As propriedades mecânicas das ligas de alumínio ricas em Si são provenientes principalmente da morfologia das partículas frágeis de Si na mistura eutética [82]. A presença do magnésio (Mg) permite que essas ligas sejam endurecíveis por precipitação devido a sua combinação com o Si formando o intermetálico Mg<sub>2</sub>Si, responsável pelo aumento da resistência mecânica destas ligas [77, 83, 84], o que pode ser conseguido de forma mais significativa após operações de tratamento térmico. A Figura 2.15 exemplifica a microestrutura de uma liga Al-Si-Mg solidificada de forma convencional em molde permanente. O ferro (Fe) é uma impureza frequentemente encontrada no alumínio comercial (Al), que leva à formação de fases intermetálicas contendo ferro em ligas Al-Si. Em teores superiores a 0,2% de ferro, este elemento induz uma melhora no limite de escoamento, mas reduz os valores de limite de resistência à tração e o alongamento específico em virtude das características frágeis da fase contendo Fe, e da sua morfologia de agulha (Figura 2.16) [80].



Figura 2.15 – Imagem de microscopia óptica da liga AI-8%Si-0,36%Mg mostrando as fases presentes na microestrutura de uma liga comercial solidificada convencionalmente. Adaptado de [80].



Figura 2.16 - Fase intermetálica frágil rica em Fe presente na liga AlSi10Mg na condição fundida [80].

Neste contexto, as ligas AlSi10Mg (Al-10% em peso de Si) são de grande interesse econômico devido aos altos teores de Si e adequado teor de Mg que permitem a ativação de mecanismos de endurecimento. A composição desta liga é próxima do ponto eutético, onde o ponto de fusão é menor e a faixa de intervalo de solidificação é mais estreita. Dessa forma, ligas fundidas do sistema Al-Si quase eutéticas têm boas características de fundição e menor porosidade de contração, o que as tornam adequadas para processos de solidificação rápida [85].

Essas ligas vêm sendo processadas por meio de uma variedade de processos convencionais envolvendo fusão e solidificação, como fundição sob pressão, fundição em molde permanente e cera perdida, apresentando grande potencial e versatilidade, além de ser uma das poucas ligas de AI empregadas com sucesso em manufatura aditiva (MA), que é um técnica que envolve várias particularidades de processamento [86–89]. Cabe ressaltar ser ainda necessária uma melhor compreensão dos efeitos das taxas de resfriamento na microestrutura e nas propriedades mecânicas dessas ligas.

Zhang *et al.* [86] analisaram e compararam as microestruturas e propriedades mecânicas das liga AlSi10Mg0,6 solidificadas em moldes permanentes e sob pressão. Para a amostra solidificada sob pressão, no qual

são impostas relativamente altas taxas de resfriamento (de até ~  $10^3$  °C/s), foi observado uma microestrutura refinada contendo dendritas α-Al envolvida pelo eutético (Al + Si) (Figura 2.17a). Analisando a seção transversal da amostra, percebe-se que o valor médio do espaçamento dendrítico secundário aumenta da superfície para o centro da amostra, com valores variando de 2,5 µm na superfície para 6 µm no centro. Comportamento semelhante é observado no tamanho dos grãos de alumínio, nas partículas eutéticas de Si e nos intermetálicos Mg<sub>2</sub>Si, que aumentam de tamanho com o aumento da distância da superfície ao centro da amostra, em virtude da alta taxa de resfriamento próxima à parede do molde.



Figura 2.17 – Microestruturas das amostras AlSi10Mg0,6 fundida: a) sob pressão e b) em moldes permanentes. Adaptado de [86].

Por outro lado, no processo de solidificação em moldes permanentes com imposição de taxas de resfriamento inferiores (< 10 °C/s), a microestrutura resultante é composta por uma matriz  $\alpha$ -Al com um arranjo dendrítico grosseiro (Figura 2.17b), com espaçamentos variando de 8,2 µm a 10,5 µm da superfície do molde para o centro, e regiões interdendríticas constituídas pelas fases  $\alpha$ -Al, Si e Mg<sub>2</sub>Si dentro da mistura eutética. Além disso, o tamanho do Si eutético e do intermetálico Mg<sub>2</sub>Si são maiores do que aqueles tipificados na amostra solidificada sob pressão. Essa diferença no tamanho das fases é refletida nas
propriedades mecânicas, sendo observada maior dureza e maior resistência à tração para as amostras solidificadas por fundição sob pressão, como pode ser visto na Figura 2.18.



Figura 2.18 – Propriedades mecânicas das amostras AlSi10Mg0,6 fundidas em molde permanente e sob pressão: (a) perfil normalizado de dureza ao longo da seção transversal e (b) propriedades de tração. As propriedades de tração da amostra fundida sob pressão foram retiradas de [90]. d: distância de uma borda à outra; d<sub>max</sub>: espessura da amostra [86].

As ligas AlSi10Mg também podem ser processadas a partir de fontes laser (taxas de resfriamento >  $10^4 \circ C/s$ ), devido às vantagens já mencionadas. Embora os resultados obtidos via manufatura aditiva não sejam necessariamente comparáveis com os resultados de RSL, alguns entendimentos são possíveis devido ao emprego de laser e das elevadas taxas de resfriamento em ambos os casos. Propriedades mecânicas de amostras de ligas AlSi10Mg fabricadas por fusão seletiva a laser (FSL) foram investigadas por Kempen et al. [91], e comparadas com amostras da mesma liga fundidas sob pressão. As amostras produzidas por FSL apresentaram propriedades mecânicas, como resistência à tração, alongamento específico, módulo de Young, tenacidade à fratura e dureza comparáveis ou mesmo superiores às amostras fundidas sob pressão. Elevada dureza e resistência mecânica em peças fundidas são alcançadas pela formação de precipitados Mg<sub>2</sub>Si durante o tratamento térmico. No caso das amostras produzidas por FSL, durezas e resistências mecânicas significativamente elevadas já são alcançadas na condição não tratada termicamente, como resultado da microestrutura refinada e da distribuição refinada do Si devido ao rápido resfriamento e solidificação, e também da possível presença do intermetálico Mg<sub>2</sub>Si, também com tamanho bastante reduzido. Elevada dureza e resistência mecânica são alcançadas pela formação de precipitados finos Mg<sub>2</sub>Si, durante o tratamento térmico de peças fundidas.

Liu *et al.* [67] investigaram a relação qualitativa entre as microestruturas da liga AlSi10Mg e as taxas de resfriamento de amostras produzidas por fusão seletiva a laser (FSL) com os seguintes parâmetros de processamento: potência do laser de 500 W, velocidade de varredura do laser de 1500 mm/s e espessura de camada de 30 µm. Foi observado um gradiente microestrutural na região tratada a laser como consequência da variação da taxa de resfriamento ao longo da região tratada a laser, atingindo valores de ~ 1,44 x 10<sup>6</sup> °C/s em áreas próximas à superfície superior da região tratada a laser e valores  $\leq 1 \times 10^3$  °C/s na base da região tratada. Nas regiões de maior taxa de resfriamento, a microestrutura foi composta por uma estrutura dendrítica refinada, partículas de Si mais finas distribuídas uniformemente, além da ocorrência de subgrãos, resultando em maior dureza e maior valor de resistência ao desgaste (Figura

2.19) quando comparada com regiões de taxas de resfriamento mais baixas, as quais apresentam uma microestrutura mais grosseira e Si segregado nas regiões interdendríticas.



Figura 2.19 – (a) Valores da dureza Vickers da superfície para o interior da região tratada a laser com uma distância inicial de 50  $\mu$ m; e (b) relação entre taxa de desgaste e tempo para as regiões de superfície e base da liga AlSi10Mg [67].

Uma análise microestrutural em amostras da liga AlSi10Mg foi estabelecida por Marola *et al.* [92] por meio de diferentes técnicas de solidificação rápida, sendo elas: Fusão Seletiva a Laser (FSL), Melt Spinning (MS) e Fundição em Molde de Cobre (FMC). Nas amostras MS e FMC foi observada uma microestrutura mista, primária + eutética, e ocorrendo uma mudança progressiva na morfologia do Si eutético de partículas dispersas para uma rede fibrosa e lamelar. A microestrutura foi considerada mais refinada na seguinte sequência: FSL > MS > FMC. Com relação ao aumento na fração de eutético, temos que: FSL ~ MS > FMC. Os autores não citaram valores para as taxas de resfriamento impostas nos processos, nem sua inter-relação direta com os parâmetros microestruturais, mas a partir de certas reflexões, foi indicado que à medida que a taxa de resfriamento aumenta, a supersaturação de Si aumenta e o tamanho de grão diminui.

Yan *et al.* [79] investigaram a influência da microestrutura nas propriedades mecânicas da liga AlSi10Mg fabricada tanto por fundição  $(10^{0} - 10^{1} °C/s)$  quanto por fusão seletiva a laser (FSL:  $10^{3} - 10^{6} °C/s$ ). Observou-se que a microestrutura da amostra fabricada aditivamente por FSL foi composta por uma estrutura celular delgada com células α-Al de tamanho inferior a 1 µm (Figura 2.20) e Si eutético distribuído nas regiões intercelulares, enquanto que na amostra fundida o Si estava distribuído ao longo da matriz rica em Al (Figuras 2.21).



Figura 2.20 – Micrografia evidenciando a micromorfologia da liga AlSi10Mg obtida por FSL. Adaptado de [79].



Figura 2.21 – Análise de espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS) na microestrutura da liga AlSi10Mg na condição fundida convencionalmente (a-c) e por FSL (d-f). Adaptado de [79].

Além disso, houve diferenças entre as fases precipitadas nos dois processos. Para a amostra fundida, ocorreu a nucleação da fase Al<sub>5</sub>SiFe lamelar na matriz α-Al, resultado da solidificação próxima do equilíbrio em baixas taxas de resfriamento, enquanto que a fase Al<sub>8</sub>Si<sub>6</sub>Mg<sub>3</sub>Fe foi identificada ao redor do Si eutético na amostra fabricada por FSL. Grandes diferenças de desempenho foram observadas entre a amostra fundida e aquela fabricada aditivamente. Esta última apresentou maior resistência à tração devido ao refinamento do grão e como reflexo das diferentes fases precipitadas.

Gandolfi *et al.* [32] exploraram e compararam o efeito da microestrutura nas propriedades de tração de ligas AlSi10Mg com base na variação da taxa de resfriamento e no teor de Mg (0,45 e 1% em peso) obtidas por solidificação direcional transiente. Foi constatado que a microestrutura de ambas as ligas é constituída por uma matriz de  $\alpha$ -Al com arranjo dendrítico e braços primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ) bem definidos, com regiões interdendríticas compostas pela mistura eutética:  $\alpha$ -Al, partículas de Si de morfologia lamelar e o intermetálico Mg<sub>2</sub>Si, como morfologia de escrita chinesa. Para ambas as ligas foi observado um decréscimo em  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  com o aumento da taxa de resfriamento, sendo que o espaçamento dendrítico secundário foi inferior para a liga contendo 1% de Mg, além de apresentar uma maior fração de ilhas eutéticas ternárias (AI + Si + Mg<sub>2</sub>Si) envolvendo a matriz dendrítica α-AI. Em virtude de um menor espaçamento dendrítico secundário e de uma maior fração de intermetálico Mg<sub>2</sub>Si, amostras contendo 1% de Mg apresentaram maiores resistência a tração e alongamento específico.

Kuai *et al.* [93] utilizaram a RSL com o intuito de melhorar a qualidade das peças da liga AlSi10Mg fabricadas por FSL, uma vez que, peças fabricadas por essa técnica apresentam elevada porosidade e rugosidade superficial. Foi utilizado um laser de fibra de itérbio, com potência do laser de 370 W, velocidade de varredura de 1300 mm/s e espessura da camada de 30 µm. De acordo com os resultados obtidos, com o aumento dos tempos de refusão, a qualidade superficial das amostras melhorou e a rugosidade foi reduzida, sendo esses resultados atribuídos ao fato de que o aumento nos tempos de refusão a laser aumenta a densidade de energia do laser, proporcionando a fusão das partículas de pó que não foram completamente fundidas, à melhor molhabilidade da matriz e à redução da esferoidização do pó. A esferoidização dificulta a formação de uma poça fundida contínua e lisa, o que por sua vez afeta o desempenho da peça fabricada. Além disso, com o aumento no número de refusões, os gases remanescentes no metal líquido escapam, reduzindo assim a porosidade das amostras e aumentando a densidade.

A RSL foi utilizada por Boschetto *et al.* [94] como operação de acabamento para peças da liga AlSi10Mg fabricadas por FSL. Foi utilizado um laser contínuo de fibra de itérbio e as combinações dos parâmetros do processo utilizados forneceram densidades de energia volumétrica entre 45 e 222 J/mm<sup>3</sup>. Os autores concluíram que a RSL reduziu significativamente a rugosidade média para todas as combinações de parâmetros investigadas, mas que altos valores de densidade de energia devem ser evitados porque produzem a formação de defeitos por incorporação de gases atribuídos ao fluxo turbulento do metal fundido abaixo da superfície.

O efeito da RSL na microestrutura e nas propriedades mecânicas da liga AlSi10Mg fabricada por FSL utilizando um laser de Yb foi investigado por Han *et*  *al.* [95]. Os parâmetros de processo utilizados na RSL foram: potência do laser de 20 W e velocidade de varredura do laser de 300 mm/s e espessura de camada de 10 µm. Foi verificado que a RSL contribuiu para melhorias no acabamento superficial, além de promover um aumento de aproximadamente 19,5% na microdureza, como resultado do refinamento microestrutural, quando comparado com amostras FSL como fabricadas, conforme Figura 2.22.



(b)

Figura 2.22 - (a) superfície seccionada de amostra processada por RSL e (b) Microdureza das amostras AlSi10Mg (conforme fabricadas e processadas por RSL) [95].

A Tabela 2.2 resume os trabalhos citados nesta subseção. Nota-se que existe uma quantidade razoável de pesquisas realizadas acerca das ligas

AlSi10Mg, mas são escassos os estudos das ligas Al-Si-Mg envolvendo RSL, além disso, existe um interesse atual no desenvolvimento de ligas alternativas à base de Al para os processos mencionados, sendo focado principalmente na modificação de ligas comercialmente disponíveis.

Tabela 2.2 – Estudos envolvendo o processamento via tratamento laser de ligas AlSi10Mg.

Liga	Processo de fabricação Referência	
AlSi10Mg	Fusão seletiva a laser	[67]
AlSi10Mg	Solidificação direcional	[32]
AlSi10Mg	Fusão seletiva a laser	[79]
AlSi10Mg	Moldes permanentes Sob pressão	[86]
AlSi10Mg	Fusão seletiva a laser Sob pressão	[91]
AlSi10Mg	Fusão seletiva a laser Melt Spinning Molde de cobre	[92]
AlSi10Mg	Fusão seletiva a laser + refusão superficial a laser	[93]
AlSi10Mg	Fusão seletiva a laser + refusão superficial a laser	[94]
AlSi10Mg	Fusão seletiva a laser + refusão superficial a laser	[95]

# 2.4 Modificação de ligas AlSi10Mg

As ligas AlSi10Mg, apesar de serem amplamente utilizadas nos setores automotivo e aeroespacial devido à vantagens, como alta relação resistênciapeso, boa resistência à corrosão e baixa tendência a trincas de solidificação [96– 98], apresentam fatores como resistência mecânica limitada, tenacidade e estabilidade térmica, os quais limitam a sua aplicação em componente, principalmente em ambientes severos [99, 100]. Devido a isso, alternativas vêm sendo buscadas para melhorar o desempenho mecânico dessa liga comercial, como adição de elementos modificadores [101], indução de partículas de fase secundárias duras [102, 103] e tratamentos térmicos [104–106].

No contexto de adição de elementos modificadores, Garmendia *et al.* [107] analisaram a influência da adição de 1% em peso de cobre (Cu) à liga AlSi10Mg. Microestruturalmente, o material consiste em uma matriz de células  $\alpha$ -Al com Si eutético nas regiões intercelulares. Além disso, o cobre é segregado nos contornos de grãos. As amostras AlSi10Mg contendo Cu apresentaram um aumento de 51 MPa no limite de resistência à tração quando comparadas com amostras AlSi10Mg, conforme pode ser visto na Figura 2.23. Isso é atribuído ao mecanismo de endurecimento Orowan, onde os precipitados de Cu contribuem para dificultar o movimento das discordâncias. Já Marola *el al.* [108] analisaram a influência da adição de 4% em peso de Cu em amostras obtidas por diferentes processos e constataram um aumento na dureza das amostras com adição de Cu em relação àquelas da liga não modificada AlSi10Mg.



Figura 2.23 – Curvas de tensão x deformação de engenharia para amostras das ligas AlSi10Mg e Cu-AlSi10Mg [107].

A influência da adição de escândio (Sc) na liga AlSi10Mg foi investigada por Chen *et al.* [109]. Notou-se que a adição do Sc promoveu o refino da estrutura eutética (α-Al + Si), conforme pode ser visto na Figura 2.24, além de propiciar a

formação de partículas primárias Al<sub>3</sub>Sc que atuam como locais de nucleação heterogênea na matriz, o que pode aumentar a nucleação e formar maior densidade de núcleos α-Al, promovendo o refino de grão. Essas alterações microestruturais em decorrência da adição de Sc refletiram no aumento da resistência à tração, onde houve uma melhora em cerca de 23% em comparação com resultados da liga não modificada.



Figura 2.24 – Microestruturas das ligas (a) AlSi10Mg e (b) AlSi10Mg modificada com Sc processadas na mesma condição [109].

Yakubov *et al.* [110] modificaram a liga AlSi10Mg com 4% em peso de cério (Ce) produzidas por FSL. As microestruturas das amostras obtidas foram semelhantes àquelas caracterizadas na liga AlSi10Mg, apresentando uma estrutura celular-dendrítica fina nas regiões de alta taxa de resfriamento, uma microestrutura celular-dendrítica grosseira nas regiões de baixa taxa de resfriamento e uma zona termicamente afetada (ZTA). O tamanho de grão e a dureza da liga modificada com Ce foram semelhantes ao relatado para a liga não modificada. Porém, os intermetálicos contendo Ce apresentaram pouca mudança no tamanho e na morfologia após tratamento térmico, o que o torna uma fase promissora para o desenvolvimento de ligas com propriedades mecânicas estáveis em altas temperaturas.

Arici *et al.* [80] avaliaram a influência de pequenas adições de elementos de transição, como vanádio (V), zircônio (Zr) e molibdênio (Mo) à liga AlSi10Mg em diferentes combinações. Em geral, tanto as ligas modificadas quanto as não modificadas apresentaram microestruturas compostas por dendritas ricas em Al, formação de eutético (Al + Si), fase Mg<sub>2</sub>Si, como também diferentes tipos de fases intermetálicas. A adição simultânea de V e Zr resultou em um grande aumento no limite de escoamento, no limite de resistência à tração e alongamento específico, enquanto que a adição simultânea de V, Zr e Mo proporcionou aumento no limite de escoamento e no limite de resistência à tração, mas resultou em uma redução na ductilidade em comparação aos resultados da liga AlSi10Mg não modificada. Esta melhoria nas propriedades de tração pode ser atribuída ao endurecimento por solução sólida e modificações microestruturais, a exemplo da modificação do eutético proporcionado pela adição de Zr e V, como também da formação de intermetálicos gerados pela presença dos elementos de transição.

A partir dos estudos supracitados, verifica-se que a modificação da liga AlSi10Mg pode ser explorada para melhoraria das propriedades de peças processadas por diferentes técnicas de solidificação.

Farkoosh *et al.* [111] avaliaram a influência do Ni na microestrutura e precipitação de fases em ligas Al-7Si-0,35Mg-0,5Cu com Ni variando entre 0,1 a 1,0 % em peso. O Ni tem uma solubilidade muito baixa em Al, mesmo em altas temperaturas (~0,05% em peso) [112], sendo que o Ni praticamente não se dissolve na matriz de Al durante a solidificação. Dessa forma, o teor de Ni governa a formação de intermetálicos contendo Ni durante a solidificação, mesmo se houver diferenças na concentração de outros elementos no líquido. A presença do Ni induziu a formação das fases: Al<sub>5</sub>FeNi, Al<sub>9</sub>FeNi, Al<sub>3</sub>Ni, Al<sub>3</sub>(CuNi)<sub>2</sub>, Al<sub>7</sub>Cu<sub>4</sub>Ni, sendo as três primeiras termodinamicamente estáveis. A fase Al<sub>3</sub>Ni só foi observada para a liga com teor de 1% Ni. O espaçamento dendrítico secundário (29  $\pm$  2  $\mu$ m) não sofreu alteração com a adição de Ni e nem com a variação do seu teor.

# 2.5 Adição de Ni em ligas base Al-Si: resistências mecânica e ao desgaste

No sentido de ampliar o espectro do impacto do Ni como elemento modificador, foi criada esta subseção, focando em aspectos microestruturais, de resistência, e relacionados ao desgaste superficial.

As ligas de fundição multicomponentes à base de AI-Si são utilizadas para uma variedade de aplicações na engenharia. Suas propriedades incluem boa fundibilidade, resistência mecânica suficiente, baixo peso, boa resistência ao desgaste e baixa expansão térmica. Essas propriedades levaram à aplicação dessas ligas na indústria automobilística, aeroespacial e militar, substituindo constantemente muitas ligas convencionais, como as ligas ferrosas. Com o intuito de melhorar ainda mais essas propriedades, modificações nos elementos de liga estão continuamente sendo realizadas, de forma que essas ligas sejam capazes de operar em temperaturas cada vez mais elevadas [113–116].

A resistência mecânica das ligas eutéticas Al-Si é proveniente da transferência de carga da matriz dúctil α-Al para o rígido Si eutético, semelhante ao mecanismo de endurecimento característico dos compósitos reforçados com fibras [117]. Dependendo do gradiente térmico e da velocidade de solidificação, o Al-Si eutético pode se solidificar nas regiões interdendríticas na forma de uma rede tridimensional interconectada de plaquetas de Si incorporadas na matriz dúctil de α-Al. Essa interconexão é responsável pelo aumento da resistência dessas ligas devido a transferência de carga da matriz para a rede 3D de lamelas de Si [118–120]. Mas se essas ligas forem submetidas a altas temperaturas, o Si eutético se desintegra e/ou esferoidiza [121, 122], dessa forma, limitando seu uso em aplicações de altas temperaturas [123].

O Ni é considerado um importante elemento de liga que pode ser utilizado para aumentar a resistência das ligas Al-Si em altas temperaturas [123]. Os compostos intermetálicos de Ni aprimoram as propriedades mecânicas a altas temperaturas em ligas Al-Si em decorrência principalmente da morfologia do intermetálico Al<sub>3</sub>Ni e sua distribuição uniforme [124, 125].

O intermetálico Al<sub>3</sub>Ni possui estrutura cristalina ortorrômbica, módulo de elasticidade que varia entre 116 GPa e 152 GPa, resistência à tração de 2160 MPa [126–128]. O Al<sub>3</sub>Ni possui elevada resistência e dureza, sendo estável termicamente até ~ 500 °C [3–5]. As partículas de Al<sub>3</sub>Ni são formadas por reação eutética durante a solidificação [129]. Em ligas binárias Al-Ni este intermetálico pode se apresentar na forma de fibras [81, 130], podendo fornecer reforço à matriz dúctil de alumínio tanto por meio do mecanismo Orowan [131] quanto por transferência de carga [132].

Neste contexto, a influência de reforços isolados de partículas de Si tipo placa e de fibras Al<sub>3</sub>Ni para ligas binárias Al-11%Si (% em peso de Si) e Al-%5Ni (5% em peso de Ni), respectivamente, foi investigada por Kakitani *et al.* [133], além da interação simultânea de ambas as fases de reforço por meio da avaliação da liga ternária Al-11%Si-5%Ni. As microestruturas de solidificação das ligas binárias foram compostas por uma matriz α-Al de morfologia dendrítica com a mistura eutética localizada na região interdendrítica, com cristais de Si primários também presentes na microestrutura da liga Al-11%Si.

Na Figura 2.25 apresenta-se as microestruturas eutéticas das ligas binárias e da liga ternária, sendo possível observar a matriz  $\alpha$ -Al e partículas de Si tipo placa para a liga Al-11%Si, matriz  $\alpha$ -Al e fibras Al<sub>3</sub>Ni para a liga Al-5%Ni e matriz  $\alpha$ -Al, partículas de Si tipo placa e de Al<sub>3</sub>Ni para a liga Al-11%Si-5%Ni. Na liga ternária, o intermetálico Al<sub>3</sub>Ni foi caracterizado por uma morfologia em forma de placa em vez de fibras devido ao crescimento facetado do Si que inibe a formação de estruturas eutéticas regulares.

Para o caso das ligas binárias, foi demonstrado um desempenho semelhante no bloqueio de discordâncias, promovido pelo reforço (Si ou Al<sub>3</sub>Ni), sem qualquer influência da escala da matriz dendrítica (espaçamento dendrítico secundário variando de 5 a 30  $\mu$ m), resultando em uma dureza constante de aproximadamente 48 HV. Para o caso da liga ternária, a interação simultânea de ambas as fases de reforço formando as regiões interdendríticas e a escala dos braços dendríticos secundários (de 5 a 10  $\mu$ m) se mostraram favoráveis para uma considerável melhora na dureza da liga ternária, atingindo valores de até ~ 83 HV.



Figura 2.25 – Microestruturas: a) da liga Al-11%Si com cristal primário de Si e b) da amostra com ataque profundo evidenciando o Si irregular em forma de placa; c) da liga Al-5%Ni e d) da amostra com ataque profundo mostrando o Al<sub>3</sub>Ni com morfologia de fibras; e) da liga Al-11%Si-5%Ni, sendo fase escura o Si e a fase cinza claro o Al<sub>3</sub>Ni e f) da amostra com ataque profundo mostrando Si irregular na forma de placa e o Al<sub>3</sub>Ni. Adaptado de [133].

A microestrutura da liga ternária Al-11%Si-5%Ni se mostrou constituída por cristais primários de Si e ramos dendríticos α-Al circundados pelo microconstituinte eutético (α-Al+Si+Al<sub>3</sub>Ni), sendo que a fase Al<sub>3</sub>Ni apresentou inicialmente uma morfologia tipo placa, que com a diminuição da cinética de solidificação, evoluiu para uma morfologia tipo espinha de peixe.

Stadler *et al.* [134] investigaram o efeito do Ni na resistência mecânica a altas temperaturas das ligas Al-7%Si e Al-12%Si (% em peso). Quando o Ni é adicionado ao sistema Al-Si a transformação eutética é caracterizada por uma formação simultânea das fases Si e Al<sub>3</sub>Ni, formando um sistema geometricamente emaranhado, duro e contínuo, o que contribui para a transferência de carga da matriz para o reforço. Além disso, as fases contendo Ni em combinação com o Si eutético formam uma estrutura tridimensional

fortemente interconectada, cuja contiguidade é altamente preservada em altas temperaturas. Dessa forma, foi constatado que a resistência à tração à 250 °C aumentou com a adição de Ni, para o caso de um teor de 1% em peso de Ni para a liga hipoeutética e 2% em peso de Ni para a liga eutética.

A partir da caracterização microestrutural da liga eutética Al-11,1%Si-4,2%Ni (% em peso) foi constatado por Boyuk *et al.* [135] que a microestrutura era constituída por placas irregulares de Si e Al<sub>3</sub>Ni na matriz  $\alpha$ -Al, conforme mostra a Figura 2.26. Os espaçamentos eutéticos da liga eutética foram menores do que os espaçamento eutéticos das ligas eutéticas binárias Al-12,6%Si e Al-5,7%Ni.



Figura 2.26 – Imagem MEV da liga eutética Al-11,1%Si-4,2%Ni (% em peso). A fase da matriz é  $\alpha$  –Al, a fase preta é Si e a fase cinza é Al<sub>3</sub>Ni [135].

A influência do Ni nas propriedades mecânicas da liga A380 (Al-Si-Cu) foi investigada por Fang *et al.* [136]. Os resultados dos testes de tração mostraram que o Ni é um aditivo eficaz para melhorar as propriedades de tração da liga. À medida que a adição de Ni aumenta de 0 para 2% em peso, as resistências à tração e ao escoamento aumentam para 225,40 MPa e 128,04 MPa, respectivamente, conforme pode ser visto na Figura 2.27, o que leva a aumentos percentuais de 13 e 39% em relação aos da liga base A380. A presença das fases intermetálicas contendo Ni foi atribuída como responsável pelas melhorias

das propriedades mecânicas. As frações volumétricas das fases intermetálicas nas ligas contendo Ni foram medidas como sendo 5,3, 7,6 e 10,2% para as ligas contendo 0,5, 1,0 e 2,0% em peso de adição de Ni, respectivamente, enquanto que há apenas 4,3% de intermetálicos presentes na liga base (Figura 2.28).



Figura 2.27 – Efeito da adição de Ni no limite de resistência a tração ( $\sigma_u$ ) e no limite de escoamento ( $\sigma_y$ ) da liga A380 [136].



Figura 2.28 – Variação da fração volumétrica dos intermetálicos com a adição de Ni na liga A380 [136].

Mirzaee-Moghadam et al. [137] investigaram a influência da adição de Ni em teores que variaram de 0,8 a 3,5% em peso na liga Al-12,6%Si-3%Cu-0,7%Mg. Tal adição resultou na formação de compostos intermetálicos como Al7Cu4Ni, Al3Ni e Al3NiCu em combinação com a matriz rica em alumínio. A presença de compostos intermetálicos ricos em (Ni, Cu) aumentou a resistência ao escoamento à compressão e a dureza Vickers em ~15% e 25%, respectivamente. Os resultados de nanodureza revelaram que a fase de silício é o constituinte mais duro da matriz com dureza de 10,21 GPa. A maior resistência ao desgaste foi observada na liga contendo 2,6% de Ni. Constatou-se que o desgaste adesivo e de delaminação foram os mecanismos de desgaste dominantes durante a ação de deslizamento. O aumento adicional de Ni de 2,6% para 3,5% deteriorou a resistência ao desgaste devido à mudança na morfologia da fase intermetálica, que passou de morfologia do tipo espinha de peixe para a forma de agulha. A Figura 2.29 representa graficamente a taxa de desgaste em função do teor de Ni na liga Al-Si. Com base nos resultados, pode-se concluir que a quantidade ideal de Ni para maior resistência ao desgaste na liga eutética Al-Si situa-se entre 2% e 2,6% Ni.



Figura 2.29 – Taxa de desgaste da liga Al-Si em função do teor de Ni para distâncias de deslizamento de 250 e 500 m.

A influência do teor de Ni na microestrutura e no desempenho mecânico da liga AlSi10Mg produzida por fusão seletiva a laser foi analisado por Wang e*t al.* [138]. A Figura 2.30 mostra a resistência à tração, alongamento e dureza Vickers das amostras AlSi10Mg com adições de 1, 3 e 5% em peso de Ni.



Figura 2.30 – Propriedades mecânicas das amostras AlSi10Mg com diferentes teores de Ni em % em peso: (a) resistência à tração e alongamento específico e (b) microdureza Vickers [138].

Percebe-se que existe uma tendência de primeiro aumentar e depois diminuir com o aumento do teor de Ni. Quando o teor de Ni foi de 3% em peso, a resistência à tração, o alongamento específico e a dureza Vickers das amostras atingiram os valores de pico de 401,15  $\pm$  7,97 MPa, 6,23  $\pm$  0,252% e 144,06  $\pm$  0,81 HV, respectivamente.

As altas resistências à tração das amostras com 1 e 3% devem-se provavelmente às finas redes de Si, que de acordo com Chen *et al.* [139] e Zhao *et al.* [140] são eficazes em dificultar o movimento das discordâncias, sendo Orowan o mecanismo de fortalecimento dominante para ligas AlSi10Mg. Durante o processo de deformação, as discordâncias podem ser fixadas pelas partículas manométricas de Si nos contornos da rede de Si, o que ativa o mecanismo de Orowan e produz um forte efeito de endurecimento por deformação. A rede de Si refinada na amostra contendo 3% de Ni reduziu a distância entre as partículas de Si, o que pode reduzir o movimento das discordâncias e alcançar uma resistência à tração maior do que a amostra com 1% de Ni. A adição de Ni facilitou a precipitação de Si e promoveu a continuidade das redes de Si. Assim, a continuidade da rede de Si foi superior para as amostras contendo 1 e 3% de Ni.

Além disso, a transferência de carga para as nanopartículas de Al<sub>3</sub>Ni foi possível pela ótima ligação interfacial entre a matriz α-Al e o intermetálico Al<sub>3</sub>Ni. Com relação à dureza Vickers, todas as amostras apresentaram durezas superiores em comparação a liga AlSi10Mg não modificada. O incremento na dureza das amostras de Ni/AlSi10Mg pode ser atribuído de maneira plausível à formação de nanopartículas de Al<sub>3</sub>Ni e à precipitação de Si a partir da matriz supersaturada de Al. Esse aumento de dureza é associado ao fato de que as nanopartículas de Al<sub>3</sub>Ni e as fases de Si possuem valores aproximados de 700 HV [141] e 1000 HV [142], respectivamente, na escala de dureza Vickers. Os resultados inferiores para a liga contendo 5% de Ni foram associados pelos autores a sua baixa densidade relativa, apresentando a menor densidade relativa em comparação às demais ligas analisadas.

Resultado semelhante foi observado para a resistência ao degaste, onde, tanto o coeficiente de atrito (COF) quanto o volume de desgaste diminuem com teores de Ni até 3% em peso, e aumentam para a liga com 5% de Ni. A capacidade de resistência ao desgaste geralmente pode ser relacionada à dureza e à densidade relativa das amostras, portanto, a densidade relativa e dureza mais baixas da liga contendo 5% de Ni levaram a pior condição de superfície desgastada, conforme pode ser visto na Figura 2.31.



Figura 2.31 – Coeficiente de atrito médio (COF) e volume desgastado das amostras AlSi10Mg com diferentes teores de Ni em % em peso [138].

# **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

A metodologia experimental para o desenvolvimento do presente Doutorado consistiu na:

- Investigação da solidificação das ligas Al-10%Si-0,45%Mg (AlSi10Mg ou 0Ni), Al-10%Si-0,45%Mg-1%Ni (AlSi10Mg-1Ni ou 1Ni), Al-10%Si-0,45%Mg-2%Ni (AlSi10Mg-2Ni ou 2Ni) e Al-10%Si-0,45%Mg-3%Ni (AlSi10Mg-3Ni ou 3Ni) (% em peso) por meio do *software* Thermo-Calc®;
- Obtenção dos lingotes das ligas supracitadas através da solidificação unidirecional vertical ascendente, em regime transiente de extração de calor, incluindo aquisição dos perfis térmicos durante cada experimento;
- Caracterização macroestrutural revelando a morfologia dos grãos ao longo dos lingotes;
- Determinação do tempo de passagem das isotermas e determinação de parâmetros térmicos de solidificação: velocidade de solidificação (V), e taxa de resfriamento (T);
- 5. Refusão superficial a laser de amostras retiradas ao longo do lingote, selecionando aquelas referentes a uma mesma taxa de resfriamento para todos os lingotes. Foram examinadas diversas condições de densidade de energia laser por meio da fabricação de trilhas simples (densidades de energia: 83, 100, 111, 133, 167, 200, 250, 333, 400, 1000, 1667 e 2000 J/mm<sup>2</sup>) e sobrepostas (densidades de energia: 100 e 400 J/mm<sup>2</sup>).
- 6. Caracterização microestrutural tanto das amostras obtidas ao longo dos lingotes solidificados unidirecionalmente, quanto das amostras submetidas à refusão superficial a laser por microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-X (DRX); e medição dos espaçamentos dendríticos (λ<sub>1</sub>, λ<sub>2 e</sub> λ<sub>3</sub>). No caso das amostras tratadas a laser, medição das frações das fases ao longo da região tratada a laser, e determinação do tamanho do Si;

- Determinação das correlações experimentais dos espaçamentos microestruturais com os parâmetros térmicos de solidificação;
- Realização de ensaios de dureza, tração e desgaste para amostras obtidas a partir dos lingotes solidificados unidirecionalmente e ensaios de nanodureza e desgaste para as amostras submetidas à refusão superficial a laser;
- Determinação das inter-relações experimentais do tipo: parâmetros microestruturais – parâmetros térmicos de solidificação (taxa de resfriamento e velocidade de solidificação) e propriedades mecânicas/desgaste.

A representação das etapas deste trabalho, de forma geral, está descrita na Figura 3.1.



Figura 3.1 – Fluxograma do procedimento experimental do presente Doutorado.

Os teores de Ni variando de 1 a 3% foram escolhidos com base na análise de trabalhos presentes na literatura. De acordo com esses trabalhos, teores inferiores a 1% de Ni não eram suficientes para promover a formação do intermetálico Al<sub>3</sub>Ni [111], enquanto que teores superiores a 3% de Ni provaram ser deletérios para as propriedades mecânicas [137, 138].

#### 3.1 Análise termodinâmica utilizando o software Thermo-calc®

Para simular as ligas do sistema Al-Si-Mg-Ni o *software* de cálculo termodinâmico Thermo-calc®, versão 2021a, foi utilizado, o qual habilita o método CALPHAD (*Computer Calculation of Phase*) [143] como seu modelo computacional. A base de dados para ligas de alumínio utilizada foi a TCAL 7. A partir deste *software* foi possível simular para cada liga a sequência de solidificação, utilizando o modelo de Scheil. A análise dos dados exportados (arquivos txt) permitiu avaliar as frações das fases de acordo com esse modelo. Também foram computadas as variações volumétricas das fases em função da temperatura (diagrama de propriedades). O uso dessa ferramenta foi fundamental para a produção dos lingotes, uma vez que através da análise dos perfis gerados foi possível calcular a temperatura de superaquecimento (Tv), parâmetro importante para realização dos experimentos de solidificação direcional, além de possibilitar a comparação das frações teóricas das fases com as frações experimentais para o caso das amostras RSL.

### 3.2 Materiais utilizados e preparação das ligas

O procedimento descrito a seguir foi utilizado na preparação de todas as ligas. Alguns resultados da liga ternária Al-Si-Mg foram acessados a partir de trabalho anterior de integrante do grupo M2PS (Microestrutura e Propriedades em Processos de Solidificação), os quais foram utilizados parcialmente neste trabalho [144].

Para o corte dos metais de pureza comercial (alumínio (Al), magnésio (Mg) e níquel (Ni)), cujas composições químicas estão apresentadas na Tabela 3.1, foi utilizada uma serra de fita horizontal fabricada pela empresa Starrett

modelo S3220-H2, com refrigeração a água. O Si foi fragmentado em pequenos pedaços para facilitar a sua dissolução na etapa de fusão.

Na preparação da liga, para o exato balanço estequiométrico de massas foi utilizada uma balança eletrônica de precisão, modelo AB-204 Mettler fabricada pela Toledo, com carga máxima de 210 g e carga mínima 0,10 g. A quantidade de metal fundida foi calculada em função da capacidade volumétrica da lingoteira e do cadinho de carbeto de silício. A quantidade de Mg utilizada foi 20% em peso superior àquela calculada em virtude de ser um metal volátil. Esse percentual determinado foi baseado em evidências experimentais coletadas em testes prévios realizados para fabricação destas ligas.

Tabela 3.1 – Composições químicas (% em peso) dos metais utilizados na produção das ligas Al-Si-Mg-Ni (dados do fornecedor).

Elementos (% em peso)	AI	Si	Mg	Ni
AI	99,83	0,25	0,27	-
Si	0,06	99,01	0,08	0,01
Mg	-	-	99,61	-
Ni	-	-		99,85
Fe	0,10	0,49		0,02
Zn	0,01	-	0,01	-
Cu	-	-	0,01	0,05
С	-	0,05		0,001
S	-	-		0,01
Ti			0,02	
Со	-	-		0,015
Ca	-	0,31		-
Р	-	0,009		-
Mn	-	-		-

Para a fusão dos metais foi utilizado um cadinho de carbeto de silício fabricado pela Carbosil, modelo AS 6, inserido dentro de um forno de indução fabricado pela Inductotherm VIP, modelo power-trak 50-30 R. Inicialmente foi fundido completamente o AI, juntamente com o Si, e posteriormente adicionado o Ni. Em seguida, a liga foi submetida a um processo de desgaseificação, com argônio de 99,998% de grau de pureza, por 3 minutos, para remover o hidrogênio solubilizado no AI, evitando a formação de porosidade no lingote. Esse

58

procedimento visa reduzir o efeito deletério da porosidade nas propriedades mecânicas das ligas de AI [145]. Após a desgaseificação, o Mg envolvido em papel alumínio foi adicionado. A utilização do papel alumínio foi necessária devido à reatividade do Mg. O papel AI serve como uma proteção no banho, o que ameniza as reações do Mg.

Após a completa homogeneização da liga, parte do metal fundido foi vertido na lingoteira pré-aquecida (~600°C) acoplada ao dispositivo de solidificação direcional com o forno de resistências elétricas, o qual foi mantido acionado para manter o metal no estado líquido. A outra porção do metal fundido foi vertida em um cadinho de carbeto de silício revestido com uma camada interna refratária de cimento a base de fibra cerâmica sílico-aluminosa (tipo QF-180 da empresa Unifrax) para evitar a contaminação da liga fundida. Este cadinho foi utilizado para determinar as temperaturas de transformação de fase por meio de registro de uma curva de resfriamento lento.

O aquecimento do metal fundido no dispositivo de solidificação direcional foi realizado até uma temperatura superior à temperatura *liquidus*, e mantido por um período de aproximadamente 10 minutos, a fim de minimizar o movimento do líquido gerado na operação de vazamento, considerando que os experimentos devem partir de uma condição estável do metal fundido. Posteriormente, o forno foi desligado para que a temperatura do metal fundido começasse a reduzir lentamente. Quando o metal fundido atingiu uma temperatura de superaquecimento de 6% acima da temperatura *liquidus*, verificada por meio do termopar mais próximo à chapa-molde, o fluxo de água direcionado à superfície inferior da chapa-molde montada na parte inferior da lingoteira foi acionado, passando a resfriá-la e, assim, iniciando a solidificação unidirecional ascendente. O resfriamento forçado permaneceu acionado até a completa solidificação do lingote.

Para o registro da curva de resfriamento lento, o cadinho de carbeto de silício com a liga foi alojado dentro do forno de indução desligado, mas aquecido e foi recoberto com uma manta térmica, com o intuito de diminuir a taxa de resfriamento para que os pontos de alteração de inclinação da curva de resfriamento nos pontos de início de transformação pudessem ser nitidamente

identificados. As temperaturas de transformação de fases obtidas experimentalmente foram comparadas aos valores teóricos obtidos previamente por meio da simulação computacional por meio do método CALPHAD.

Durante a solidificação direcional, as temperaturas foram registradas ao longo do comprimento do lingote em 8 diferentes posições, com o auxílio de termopares tipo K, com bainha em aço inoxidável AISI 304 de 1 m de comprimento e diâmetro de 1,6 mm do fabricante Ecil temperatura industrial, estrategicamente posicionados ao longo da lingoteira. Estes termopares são identificados por letras segundo a I.S.A. (Instrument Society of America) e adotados como padrão americano na ANSI C96-1963 [146]. Todos os termopares foram conectados a um sistema de aquisição de dados e este a um computador. Estes mesmos termopares foram empregados na determinação das curvas de resfriamento lento, processo já descrito anteriormente.

O sistema de aquisição de dados é da marca Lynx, modelo ADS-1800, que permitiu a utilização de 8 canais de aquisição a uma taxa de 5 medições por segundo em cada canal transformando os mesmos em dados digitais em tempo real pelo software do mesmo fabricante.

#### 3.3 Dispositivo De Solidificação Vertical Ascendente

Para permitir que a solidificação direcional ascendente em condições transientes de fluxo de calor fosse alcançada, foi utilizado um equipamento de solidificação direcional, no qual o calor é direcionalmente extraído por meio da chapa-molde posicionada na base da lingoteira. Esta foi continuamente resfriada por um fluxo de água direcionado, como detalhado no esquema da Figura 3.2.

O dispositivo de solidificação vertical ascendente utilizado neste experimento permite atingir uma ampla faixa de taxas de resfriamento e consequentemente de espaçamentos microestruturais em um mesmo lingote [147]. Esta variação de microestrutura em função da taxa de resfriamento permitiu realizar a correlação entre os parâmetros microestruturais com as variáveis térmicas de solidificação. O dispositivo é equipado com um forno constituído com resistências elétricas laterais com potência controlada, que permitem obter diferentes níveis de superaquecimento no metal líquido. Esse dispositivo apresenta um bom isolamento térmico, em decorrência de uma camada interna cilíndrica de material refratário em que estão acopladas as resistências, evitando perdas de calor pelas laterais da lingoteira, dificultando a nucleação de cristais nas paredes, e à frente da interface de crescimento durante o processo de solidificação.



Figura 3.2 - Esquema do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente, adaptado de [148]: 1. Aquisição via computador; 2 Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida; 5. Termopares tipo K; 6. Registrador de dados térmicos; 7. Câmara de refrigeração; 8. Rotâmetro; 9. Controle de potência do forno; 10. Metal líquido.

A Figura 3.3 apresenta o equipamento de solidificação utilizado no presente estudo, pertencente ao grupo Microestruturas e Propriedades em Processos de Solidificação (M2PS) - DEMa/UFSCar.

As lingoteiras bipartidas utilizadas para a produção dos lingotes solidificados direcionalmente foram fabricadas em aço inoxidável AISI 310 com diâmetro interno de 60 mm, comprimento de 160 mm, espessura de 9 mm e 9 furos de 1,6 mm de diâmetro, os quais foram utilizados para o acoplamento dos

termopares. Acoplada à região inferior da lingoteira, foram fabricadas chapasmolde, que são fabricadas em aço baixo carbono SAE 1020, com 3 mm de espessura. O acabamento superficial das chapas-molde foi realizado por meio do lixamento até a lixa de granulometria 1200 *mesh*.

Com o intuito de minimizar o fluxo de calor na direção radial, vedar a lingoteira evitando vazamentos do metal líquido, e facilitar a desmoldagem dos lingotes, as paredes internas das lingoteiras foram revestidas com uma camada de cimento a base de fibra cerâmica sílico-aluminosa (tipo QF-180 da empresa Unifrax), com espessura de aproximadamente 1,5 mm. Após o fechamento das lingoteiras, com os termopares devidamente posicionados, todas as juntas externas das lingoteiras, sujeitas a possíveis vazamentos, também foram revestidas.



Figura 3.3 - Fotografia do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente, adaptado de [148].

A Figura 3.4 mostra a lingoteira bipartida devidamente revestida e a chapa molde, componentes que foram utilizados nos experimentos de solidificação direcional.



Figura 3.4 – Lingoteira de aço inoxidável AISI 310 revestida com material refratário e chapa-molde de aço carbono 1020.

# 3.4 Determinação das variáveis térmicas de solidificação

As variáveis térmicas da solidificação direcional foram determinadas por meio dos dados gerados pelos perfis térmicos referentes às diferentes posições do lingote. Os procedimentos de cálculos utilizados foram descritos em função da isoterma *liquidus*, mas o mesmo procedimento pode ser utilizado para os cálculos em função de qualquer outra isoterma.

# 3.4.1 Tempo de passagem da isoterma liquidus (tL)

Os dados obtidos a partir da curva de resfriamento permitiram que fossem traçados gráficos experimentais da posição da isoterma *liquidus* (P) em função do tempo (t). As funções P=f(t) foram obtidas experimentalmente a partir das intersecções das retas de cada temperatura *liquidus* (T<sub>L</sub>) com os perfis térmicos para cada posição dos termopares, ou seja, a partir da T<sub>L</sub> das ligas analisadas

traça-se uma reta paralela ao eixo dos tempos. Por meio das intersecções dessa reta com os perfis térmicos obtém-se o tempo correspondente. Este tempo pode ser definido como sendo o tempo de passagem da isoterma *liquidus* em cada posição do termopar. Para gerar uma curva que represente o deslocamento desta frente isotérmica ao longo do lingote solidificado, os dados experimentais foram ajustados matematicamente, gerando uma função do tipo potência:  $P(t) = a \cdot t^b$ . As Figuras 3.5 a e b representa respectivamente um esquema indicando os tempos em que a T<sub>L</sub> é atingida para diferentes posições de termopares e um esquema do gráfico com os pontos P e t experimentais e o respectivo ajuste matemático.



Figura 3.5 – a) Perfil térmico com indicação do tempo de passagem da isoterma *liquidus* e b) deslocamento da posição da isoterma *liquidus* em função do tempo. Adaptado de [149].

## 3.4.2 Velocidade da isoterma liquidus (VL)

As velocidades experimentais da isoterma *liquidus* (V<sub>L</sub>), expressas em mm por segundo (mm/s), foram determinadas por meio das derivadas das funções  $P=f(t_L)$ , ou seja:  $V_L=\frac{dP}{dt}$ . A Figura 3.6 representa esquematicamente a sequência estabelecida para a obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição.



Figura 3.6 - Representação esquemática da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição [149].

# 3.4.3 Taxas de resfriamento (T<sub>L</sub>)

As taxas de resfriamento ( $\dot{T}_L = \Delta T/\Delta t$ ) expressas em graus Celsius por segundo (°C/s) para cada posição dos termopares, foram obtidas experimentalmente a partir da intersecção da reta de cada temperatura *liquidus* (T<sub>L</sub>) com os perfis térmicos para cada posição dos termopares. A partir da intersecção foi possível obter as temperaturas imediatamente antes e depois de T<sub>L</sub>, assim, sendo possível determinar os valores locais de  $\Delta T$  e  $\Delta t$ . Este parâmetro representa a inclinação da curva de resfriamento associada à passagem da frente de solidificação.

# 3.5 Seccionamento dos lingotes solidificados de forma vertical ascendente.

Todos os lingotes produzidos nos experimentos de solidificação direcional passaram por uma sequência de cortes que possibilitaram a extração de amostras para análise macroestrutural, microestrutural, tratamento superficial por RSL, ensaios de dureza, nanodureza, e retirada de corpos de prova para ensaios de tração uniaxiais e para ensaios de desgaste.

A Figura 3.7 apresenta um esquema dos cortes que foram realizados em cada lingote solidificado direcionalmente para obtenção das amostras. Os cortes foram realizados com o auxílio de uma serra de fita horizontal fabricada pela empresa Starrett modelo S3220-H2 com refrigeração a água, e uma cortadeira da fabricante Buehler modelo Isomet 2000, utilizando disco de corte abrasivo refrigerado à água.



Figura 3.7 - Representação esquemática da sequência de cortes que foram executados para obtenção das amostras. T = transversal e L = longitudinal.

### 3.6 Refusão superficial a laser (RSL)

O tratamento de superfície pela técnica RSL foi realizado com a colaboração do Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM) do Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa/UFSCar, utilizando uma máquina Aurora Labs® S-Titanium Pro equipada com um laser de CO<sub>2</sub>, que possui potência máxima de 300 W. O feixe de laser focado apresenta um tamanho de ponto nominal de 150 µm com um comprimento de onda de 10,6 µm. A cabeça do equipamento laser é conectada a um sistema XYZ controlada por CNC e se move durante o tratamento para refundir seletivamente a superfície das amostras. Todo o sistema situa-se dentro de uma câmara sob uma atmosfera de argônio.

Amostras transversais associadas a uma mesma taxa de resfriamento  $(0,7 \,^\circ C/s)$  foram extraídas dos lingotes solidificados direcionalmente (Al-10%Si-0,45%Mg-x%Ni, x = 0, 1, 2 e 3%), para serem utilizadas como substratos nos experimentos de RSL, conforme Figura 3.7. Essa taxa de resfriamento foi escolhida por ser a taxa de resfriamento característica das regiões centrais dos lingotes analisados, sendo essas regiões as que apresentam composição química mais próxima da composição nominal da liga. As amostras foram fabricadas com 21 mm de largura, 3 mm de espessura e 28,5 mm de comprimento. A técnica RSL foi utilizada com a finalidade de investigar microestruturas refinadas das ligas de interesse e as propriedades das regiões tratadas a laser.

Com o intuito de estudar as modificações microestruturas que a variação da velocidade de varredura e potência do feixe laser ocasiona no material tratado, doze (12) pares de condições operacionais (potência e velocidade) foram utilizados, conforme apresentado na Tabela 3.2. As potências de 250 e 300 W foram selecionadas por serem as potências máximas capazes de serem atingidas pelo equipamento. Potências inferiores não foram capazes de refundir o material, e o mesmo ocorreu para velocidades superiores a 20 mm/s. A densidade de energia (DE) por área também está representado na Tabela 3.2, uma vez que é um parâmetro determinado em função da potência do laser (Q),

velocidade de varredura do feixe laser (v) e do diâmetro do feixe de laser no foco (d), através da expressão:  $DE = Q/(d \cdot v)$  [150].

Antes da aplicação da RSL, as superfícies das amostras foram lixadas até uma granulometria de 1500 *mesh* para melhorar o acabamento superficial. Devido à reduzida absortividade do AI e suas ligas, tornou-se necessário o jateamento superficial para tornar a superfície da amostra difusa, a fim de facilitar o acoplamento do laser com a liga e assim aumentar a absortividade [151]. Portanto, antes da aplicação da RSL, as superfícies das amostras foram jateadas com granalhas de aço de 80 µm, a uma pressão de 4,5 kgf/cm<sup>2</sup>. Na sequência, foram limpas em banho ultrassônico com álcool etílico.

Inicialmente, a aplicação da RSL na amostra solidificada direcionalmente foi realizada de forma a produzir trilhas isoladas separadas a uma distância de 1,5 mm na superfície e uma poça de fusão formada abaixo delas, utilizando as combinações descritas na Tabela 3.2. A Figura 3.8 ilustra esquematicamente esta primeira etapa, identificando as trilhas isoladas e suas regiões tratadas a laser nas 12 combinações.

Tabela 3.2 – Condições operacionais que foram utilizadas na RSL das ligas Al-Si-Mg(-Ni).

	Parâmetros					
Combinação	Potência [W]	Velocidade do	Densidade de			
		feixe laser [mm/s]	energia [J/mm <sup>2</sup> ]			
1	300	1	2000			
2	300	2	1000			
3	300	5	400			
4	300	8	250			
5	300	10	200			
6	300	15	133			
7	300	20	100			
8	250	1	1667			
9	250	5	333			
10	250	10	167			
11	250	15	111			
12	250	20	83			

68





As trilhas isoladas foram analisadas com base na largura, profundidade e microestrutura ao longo das regiões tratadas a laser com o auxílio de um microscópio óptico Olympus BX41M-LED, do sistema de processamento de imagens Infinity Capture acoplado ao microscópio e do *software* Image J. A partir das análises, foram selecionadas 2 combinações dentre as 12 testadas para serem utilizadas na segunda etapa de tratamento laser. As combinações escolhidas foram aquelas com potência de 300 W e velocidades de 5 e 20 mm/s. Essas velocidades foram escolhidas por apresentarem uma variação morfológica mais significativa nas microestruturas geradas entre elas.

Na segunda etapa, a superfície da amostra foi totalmente recoberta pelo tratamento de RSL, pela produção de trilhas paralelas com uma sobreposição de 70% (calculada com base na largura das regiões tratadas), resultando em uma camada refundida (tratada), conforme mostrado na Figura 3.9. A amostra obtida nesta segunda etapa foi utilizada para a identificação das fases formadas na camada refundida, com o uso da difração de raios-X, e para a realização dos ensaios de desgaste sobre a camada refundida a laser.



Figura 3.9 – Esquema representativo da aplicação da RSL na produção de uma camada refundida sobreposta (tratada).

#### 3.7 Caracterização das estruturas de solidificação

#### 3.7.1 Caracterização da macroestrutura de solidificação

A solidificação se processa a partir da formação, no líquido, de núcleos sólidos que crescem em função das condições locais de resfriamento. A macroestrutura de um metal solidificado é definida pela caracterização da morfologia dos grãos cristalinos, suas dimensões e orientação cristalográfica, podendo apresentar um padrão de grãos coquilhados, equiaxiais ou colunares, ou a coexistência de mais de uma morfologia de crescimento [46, 48].

No caso dos lingotes solidificados direcionalmente, a parte selecionada para a análise macrográfica foi lixada sucessivamente com lixas de granulometrias 80, 180, 320, 400 e 600 *mesh*, e posteriormente, submetida ao ataque químico utilizando o reagente Poulton (12 mL de HC*l* (38%), 6 mL de HNO<sub>3</sub> (70%), 1 mL de HF (48%) e 1 mL de H<sub>2</sub>O), por meio da utilização de algodão embebido neste reagente e friccionado à superfície das amostras.

#### 3.7.2 Caracterização das microestruturas de solidificação direcional

As alterações de parâmetros térmicos influenciam na frente de solidificação que pode passar de uma interface planar para celular e dendrítica. Dessa forma, como a técnica de solidificação unidirecional em regime transitório de extração de calor permite a obtenção de um perfil de taxas de resfriamento
ao longo do lingote, foram retiradas amostras ao longo do lingote para verificação da microestrutura, morfologia e distribuição de fases presentes na liga.

As amostras selecionadas para a caracterização microestrutural foram mapeadas e devidamente identificadas com o intuito de se avaliar as seções longitudinais e transversais nas mesmas posições em que se encontravam os termopares.

As amostras longitudinais e transversais foram embutidas à frio em resina epóxi, lixadas com lixas de granulometria variando de 240 a 1500 *mesh* e polidas utilizando suspensão metalográfica de alumina com granulometria de 1 µm. Posteriormente, foram submetidas à ataque químico para revelação da microestrutura utilizando uma solução de 0,5% (vol.) de HF + 99,5% (vol.) de H<sub>2</sub>O destilada.

Para o registro das microestruturas foi utilizado um microscópio óptico Olympus BX41M-LED e do sistema de processamento de imagens Infinity Capture acoplado ao microscópio. As medições dos espaçamentos microestruturais foram realizadas utilizando-se o *software* ImageJ.

Os espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ) foram medidos por meio do método do triângulo nas amostras transversais das ligas solidificadas direcionalmente, conforme Figura 3.10. Esse método consiste na medição das distâncias entre o centro de três dendritas adjacentes formando os lados de um triângulo, sendo que cada lado do triângulo corresponde a uma medida de  $\lambda_1$ . Dessa forma, a média dos lados do triângulo corresponderá a uma medida de

 $\lambda_1$ , conforme a relação matemática  $\lambda_1 = \frac{L_1 L_2 L_3}{3}$ .



Figura 3.10 – Esquema representativo do método do triângulo utilizado para quantificar o espaçamento dendrítico primário [81].

Os espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) e terciários ( $\lambda_3$ ) foram medidos pelo método do intercepto nas amostras longitudinais e transversais, respectivamente, conforme ilustra a Figura 3.11. Esse método consiste na medição da média da distância entre os centros de braços dendríticos adjacentes. A expressão considerada foi ( $\lambda_2$ ,  $\lambda_3$ ) =  $\frac{L}{(n-1)}$ , onde o termo "L" corresponde ao comprimento do segmento utilizado e "n" corresponde ao número de interseções ao longo da distância L.



Figura 3.11 – Esquema representativo do método do intercepto utilizado para quantificar os espaçamentos dendríticos secundário ( $\lambda_2$ ) a partir das amostras longitudinais e terciário ( $\lambda_3$ ) a partir das amostras transversais [81].

#### 3.7.3 Caracterização das estruturas de solidificação laser

Para as amostras submetidas à RSL, a caracterização microestutural foi realizada nas amostras em que foram produzidas trilhas isoladas, sendo analisadas as microestruturas características de cada par de condições operacionais. As técnicas metalográficas descritas anteriormente para as amostras solidificadas direcionalmente também foram aplicadas na análise das amostras submetidas à RSL.

Os espaçamentos microestruturais ( $\lambda$ ) foram determinados na base, no centro e na superfície da região tratada a laser utilizando o método do intercepto. Já o espaçamento no topo da região tratada foi determinado pelo método do triângulo. Essas regiões foram delimitadas com base em mudanças de aspectos

microestruturais e morfológicos, conforme mostrado na Figura 3.12. A superfície entende-se como a vista superior da Figura 3.12.



Figura 3.12 - (a) Ilustração e (b) exemplo de microestrutura dendrítica da seção transversal de amostra tratada a laser representando as regiões base, centro e topo consideradas dentro das regiões tratadas a laser.

Para que os espaçamentos pudessem ser comparados com o modelo de Bouchard e Kirkaldy [28], o ângulo  $\theta$  entre os vetores que representam a velocidade de solidificação (V<sub>L</sub>, paralelo à microestrutura) e a velocidade do feixe laser (v, paralelo à superfície), conforme Figura 3.13, foram determinados utilizando imagens obtidas por microscopia óptica. Utilizando o software ImageJ [152], foram realizadas 10 medições para se obter um valor médio de ângulo para cada região tratada a laser: base, centro e topo.



Figura 3.13 - Ilustração mostrando a correlação geométrica entre a velocidade de solidificação (V<sub>L</sub>) e a velocidade do feixe de laser (v).

De acordo com investigações anteriores sobre um modelo de crescimento dendrítico/celular durante a RSL [153], a velocidade de solidificação (V<sub>L</sub>) pode ser associada à velocidade do feixe de laser (v) através da equação 3.1:

$$V_{L} = v \times \cos(\theta)$$
 (Eq. 3.1)

A taxa de resfriamento teórica nas regiões tratadas a laser foi calculada por meio da equação 3.2 proposta por Ashby e Easterling [154]:

$$\dot{T} \frac{-2\pi k (T_{\alpha} - T_0)^2}{A\left(\frac{Q}{v}\right)}$$
(Eq. 3.2)

onde A é a absortividade do feixe laser (0,18 conforme declarado por Liu et al. [155]), v (m/s) é a velocidade de varredura do faixe laser, Q (W) é a potência do laser, k (W/mK) é a condutividade térmica do líquido determinada através do CALPHAD, T<sub>0</sub> é a temperatura ambiente e T<sub>α</sub> é a temperatura de transformação do início do crescimento de  $\alpha$ -Al.

As taxas de resfriamento experimentais foram determinadas por meio de extrapolação dos resultados obtidos para a solidificação direcional.

### 3.8 Difração de raios-X (DRX)

A identificação das fases presentes nas amostras solidificadas direcionalmente, assim como as amostras que tiveram sua superfície tratada por RSL (amostra recoberta por trilhas sobrepostas) foram analisadas no difratômetro de raios-X da marca Bruker, modelo D8 Advance, com radiação Cu-K $\alpha$ , com comprimento de onda de  $\lambda = 0,15406$  nm, e faixa de varredura de 10 a 90° com passo de 0,02° por 1s. Este equipamento localiza-se no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) – DEMa/UFSCar.

#### 3.9 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A técnica MEV foi utilizada para obtenção de imagens mais detalhadas das microestruturas de solidificação das ligas AI-Si-Mg-Ni, objetivando uma avaliação geral das composições e morfologias das fases presentes nas diferentes posições ao longo do lingote, assim como as regiões tratadas das amostras tratadas por RSL. As análises químicas semi-quantitativas locais e os mapeamentos elementais através de raios-X foram realizados por meio da técnica de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) acoplada ao microscópio eletrônico. As amostras destinadas as análises no MEV foram preparadas seguindo o mesmo procedimento descrito anteriormente na seção 3.7.2.

Para o caso das amostras RSL, foram obtidas imagens MEV com resolução de 4096 x 3773 pixels e ampliação de 5000x para quantificação das fases presentes utilizando o software Avizo 3D (Waltham, MA, EUA). Limiar simples baseado em escala de cinza foi aplicado às imagens BSE para separar as fases de interesse que constituem a microestrutura. Também foram extraídos dados 2D significativos relacionados às fases formadas, como por exemplo, a largura e comprimento das fases. A Figura 3.14 mostra um exemplo do projeto criado no software Avizo para a realização dessa etapa, onde filtros precisaram ser aplicados para melhoria do contraste entre as fases e remoção de ruídos, seguido de segmentação. Neste caso, segmentação manual também foi necessária para melhoria da segmentação das fases, e dessa forma a fração em área das fases pôde ser determinada. Com a etapa de separação de objetos, conforme exemplo da Figura 3.15, os tamanhos das fases também foram determinados.



Figura 3.14 – Exemplo de projeto criado no software Avizo 3D para a determinação da fração e do tamanho das fases.



Figura 3.15 – Exemplo de: (a) Micrografia óptica da liga AlSi10Mg-3Ni processada a laser a 400 J/mm<sup>2</sup>, (b) separação de objetos referente às fases Al<sub>3</sub>Ni e (c) Si. Nas figuras (b) e (c) as regiões coloridas representam as fases Al<sub>3</sub>Ni e Si, e a região preta representa a matriz rica em alumínio.

MEV também foi utilizada para obter imagens das máscaras de nanoindentação, com o intuito de verificar a extensão das áreas de impressão em relação às fases e constituintes compondo a microestrutura.

MEV/EDS foi utilizada para examinar as características da superfície desgastada das amostras submetidas ao ensaio de desgaste, com o intuito de observar aspectos topográficos, além de tentar entender a maneira como cada fase atua nos mecanismos de desgaste identificados.

Os instrumentos MEV utilizados foram *i*. Philips modelo XL-30 FEG pertencente ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) - DEMa/UFSCar com tensão de 25 kV, spot de 3,0 e magnificações de 250x, 500,x 1000x, 2000x e 5000x e *ii*. FEI Quanta 3D FEG, FEI Company, Hillsboro, OR, EUA, com o software AZtec LayerProbe (Oxford Instruments) para o EDS, pertencente à Purdue University, EUA com tensão de 10 kV, spot de 1,0 e magnificações de 5000x, 10000x e 25000x.

#### 3.10 Ensaios de Tração

Corpos de prova tipo chapa foram extraídos de segmentos transversais dos lingotes solidificados direcionalmente, em diferentes posições, de maneira que representassem todo o espectro microestrutural resultante das diferentes taxas de resfriamento durante os experimentos. Isso permitiu que fossem realizadas correlações entre os parâmetros microestruturais e parâmetros térmicos com as propriedades de tração.

As posições dos seguimentos que foram seccionados, assim como as dimensões dos corpos de prova utilizados estão representadas na Figura 3.16. O segmento 1 apresenta uma distância de 0 a 12 mm em relação à chapa-molde, o segmento 2 de 14 a 26 mm, o 3 de 28 a 40 mm, o 4 de 42 a 54 mm, o 5 de 56 a 68 mm, o 6 de 70 a 82 mm e o 7 de 84 a 96 mm. Estas dimensões incluem a previsão de perda de 2 mm por corte e conduzem a produção 4 corpos de prova por posição, cujos centros são coincidentes com as posições centrais dos segmentos.

Os ensaios de tração uniaxiais foram realizados à temperatura ambiente e seguiram recomendações da norma ASTM/E8-E8M-21 [156]. Foi utilizado um

equipamento universal de ensaios mecânicos Instron modelo 5500R com o objetivo de determinar o limite de resistência à tração ( $\sigma_u$ ), limite de escoamento ( $\sigma_y$ ) e alongamento específico ( $\delta$ ).



Figura 3.16 – Seguimentos seccionados e dimensões (em mm) dos corpos de prova a partir dos lingotes solidificados direcionalmente.

Não foram realizados ensaios de tração das amostras refundidas a laser devido à pequena dimensão da área afetada pelo tratamento.

#### 3.11 Ensaios de desgaste

Amostras transversais nas posições em que se encontravam os termopares durante a solidificação direcional foram obtidas para que pudessem ser testadas por meio de ensaios de desgaste microadesivo por esfera rotativa fixa. As amostras que tiveram sua superfície tratada por RSL no método de trilhas sobrepostas também foram ensaiadas.

O ensaio consistiu em rotacionar uma esfera de aço AISI 52100 com diâmetro de 25,4 mm contra a superfície das amostras, assim, produzindo uma cratera com formato de calota esférica. A esfera era fixada a um eixo rotativo e a amostra é pressionada contra a esfera giratória por meio de cargas de teste colocadas no suporte fixo na outra extremidade (oposta ao porta-amostra). À medida que a duração do teste (número de rotações ou distância de deslizamento) aumenta, o tamanho da calota tende a aumentar [149].

O volume de desgaste (V) foi calculado de acordo com a Equação 3.2, sendo "d" o diâmetro da calota e "R" o raio da esfera [157].

$$V = \frac{\pi \cdot d^4}{64 \cdot R}$$
(Eq. 3.2)

As superfícies das amostras para os ensaios de desgaste foram lixadas com lixas de granulometria variando de 320 a 2500 *mesh*, com exceção das amostras tratadas por RSL, na qual foram lixadas apenas com lixas de granulométrica de 2500 *mesh*, para preservação da integridade da superfície tratada. Testes preliminares foram realizados para definir os parâmetros definitivos para serem utilizados em todas as amostras destinadas ao ensaio de desgaste. Os parâmetros previamente testados foram; *i.* 10 min, 0,5 N e 250 rpm, *iii.* 20 min, 1 N e 250 rpm e *iv.* 60 min, 1 N e 250 rpm.

Os parâmetros escolhidos para os ensaios definitivos foram as seguintes combinações: *i*. 10 min, 0,5 N e 250 rpm e *iv*. 60 min, 1 N e 250 rpm, pois foram os parâmetros que apresentaram alterações mais significativas do volume desgastado em função do espaçamento microestrutural. As amostras solidificadas direcionalmente (SD) foram testadas nessas duas condições, mas devido a limitação na área das amostras refundidas a laser (RSL), apenas a condição *i*. 10 min, 0,5 N e 250 rpm foi testada.

As imagens das calotas esféricas foram feitas com um estereomicroscópio Olympus SZ61 com câmera acoplada de mesma marca, modelo LC30. Os diâmetros das calotas foram medidos (quatro medidas por calota), utilizando o software Image J. As dimensões das calotas foram confirmadas utilizando um microscópio confocal (Olympus LEXT OLS4000, Tóquio, Japão).

#### 3.12 Ensaios de microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados nas seções transversais das amostras solidificadas direcionalmente, que foram as mesmas utilizadas previamente para a caracterização microestrutural, ou seja, amostras retiradas de posições em que se encontravam os termopares durante a solidificação direcional, mantendo assim a correlação com as demais análises. Nas amostras tratadas por RSL (trilhas simples), o ensaio de microdureza foi realizado nas seções transversal e superficial, sendo que na seção transversal foram aplicadas cargas dentro das regiões tratadas a laser e no substrato. Substrato entende-se como sendo a região da amostra não tratada. Na parte superficial foram aplicadas cargas na região sobre as trilhas de fusão. A Figura 3.17 mostra as regiões selecionadas para as indentações.



Figura 3.17 – Representação esquemática das regiões selecionadas para teste de microdureza nas superfícies tratadas a laser.

As medições foram realizadas por meio de um durômetro da marca Shimadzu modelo HMV-G20ST, utilizando cargas de 0,025 Kgf por 15 s na superfície e na seção transversal das regiões tratadas a laser e 0,5 Kgf por 15 s no substrato e nas amostras solidificadas direcionalmente. A carga aplicada na superfície e na seção transversal das regiões tratadas a laser foi menor devido à área limitada para a realização das microindentações.

Para as amostras solidificadas direcionalmente foram realizadas cerca de 20 indentações por amostra, mas nas amostras tratadas a laser foram realizadas 3 indentações no substrato, 3 indentações na base, 3 no centro e 6 na superfície de cada amostra.

#### 3.13 Ensaios de nanodureza

Os testes de nanoindentação de alta velocidade foram realizados nas amostras RSL das 4 ligas tratadas com densidades de energia de 100 e 400 J/mm<sup>2</sup>, utilizando o Hysitron TI980 TriboIndenter (Hysitron Inc., Minneapolis, Minnesota, EUA), equipado com ponta penetradora Berkovich localizado no Flex Lab, pertencente a Purdue University, EUA. Antes do teste, as amostras RSL foram embutidas a frio em epóxi em formato cilíndrico, garantindo que a seção transversal da região tratada a laser ficasse paralela a uma das extremidades do embutimento. Posteriormente, ambas as extremidades do embutimento foram polidas até obter uma superfície plana com precisão de 0,05 µm. Para eliminar contaminantes superficiais, as amostras foram submetidas a um enxágue completo em álcool etílico.

O sistema de indentação foi calibrado usando amostras padrão de quartzo fundido. A nanoindentação de alta velocidade foi realizada para mapear a microdureza dentro de uma região de 20 µm por 20 µm. Vários experimentos de nanoindentação foram conduzidos por tentativa e erro para determinar a profundidade ideal de indentação e o espaçamento entre os recuos. Foi realizado um total de 400 testes de indentação, espaçados de 1 µm para cada condição avaliada. O protocolo de indentação empregou a função básica de carga trapezoidal, com tempo de carga-retenção-descarregamento de 0,1 seg. e carga de pico de 300 µN.

Os resultados foram analisados utilizando o software de mapeamento TriboIQ XPM, software desenvolvido pela Bruker. Uma etapa inicial de refinamento foi realizada para garantir a precisão e confiabilidade dos dados. Pontos discrepantes foram identificados e removidos usando o método de intervalo limitado. As multifases presentes na região tratada a laser foram distinguidas por meio de agrupamento baseado no seu módulo de Young (E) e dureza (H). O algoritmo de rotulagem do modelo de mistura gaussiana no software foi aplicado para treinar o conjunto de dados para agrupar as três fases diferentes, correlacionadas com as microestruturas observadas nas imagens de MEV. O modelo de mistura gaussiana assumiu que os dados podem ser expressos como uma mistura de distribuições gaussianas. Ele ajustou k = 2 ou 3 (dependendo da microestrutura) Gaussianos multivariados C ao conjunto de dados, onde cada componente gaussiano, identificado por j, corresponde a um cluster de fases único. Um conjunto de dados D-dimensional definiu cada Gaussiano por uma média, covariância e coeficiente de mistura. A média µ especifica a posição do componente no espaço de recursos, e a covariância é definida por uma matriz D×D  $\Sigma$ , que determina a largura do componente. O coeficiente de mistura  $\pi_j$  indica o tamanho da Gaussiana e soma 1 para  $\pi_j \in C$ . A mistura é formada pela superposição dessas Gaussianas, conforme descrito pela seguinte equação 3.3 [158]:

$$p(x) = \sum_{j=1}^{k} \pi_j N(x \mid \mu_j, \Sigma_j)$$
 (Eq. 3.3)

e a componente gaussiana individual é dada pela equação 3.4 [159]:

$$N(x \mid \mu_j, \Sigma_j) = \frac{1}{(2\pi)^{\frac{D}{2}} |\Sigma_j|^{\frac{1}{2}}} exp\left(-\frac{1}{2}(x - \mu_j)^T\right) \sum_{j=1}^{T-1} (x - \mu_j)$$
(Eq. 3.4)

onde, o sobrescrito T representa a transposta.

### 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Conforme mencionado no capítulo de Materiais e Métodos, neste presente capítulo as ligas serão denominadas de 0Ni para a liga AlSi10Mg, 1Ni para a liga AlSi10Mg-1Ni, 2Ni para a liga AlSi10Mg-2Ni e 3Ni para a liga AlSi10Mg-3Ni.

#### 4.1 Análise pelo método CALPHAD

As sequências de precipitação de solidificação das ligas podem ser descritas utilizando o método CALPHAD, conforme mostrado na Figura 4.1. As frações volumétricas de cada fase estável das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni foram plotadas em função da temperatura na faixa de 100-700 °C (gráficos na coluna da esquerda). Conforme observado, a solidificação das ligas 0Ni, 1Ni e 2Ni começa com a formação da fase primária α-AI (FCC-A1), enquanto o Al<sub>3</sub>Ni (Al<sub>3</sub>Ni\_D011) é a fase primária na liga 3Ni.

Em todos os casos, a fração da fase  $\alpha$ -Al aumenta quase linearmente (enquanto a fração do líquido diminui linearmente) até que a temperatura atinja uma reação quase eutética. Neste ponto, as fases Si (DIAMOND\_A4) e Al<sub>3</sub>Ni começam a crescer em equilíbrio, atingindo rapidamente suas frações máximas. Posteriormente, ocorre uma transformação no estado sólido a aproximadamente 500 °C, marcada pela nucleação da fase Mg<sub>2</sub>Si (MG2SI\_C1). Embora a fração de Mg<sub>2</sub>Si tenha se mantido constante em 1,0% e a fração de Si tenha se mantido praticamente inalterada pelo aumento do teor de Ni, em torno de 11,0 e 11,3%, a 100 °C, previu-se que as frações  $\alpha$ -Al e Al<sub>3</sub>Ni mudariam de forma significativa, com variações de 88,0% a 82,8% e de 1,6 % para 4,9%, respectivamente, com o aumento do teor de Ni na liga.

Para avaliar um modo de solidificação fora do equilíbrio das ligas estudadas, a Figura 4.1 (gráficos à direita) mostra os caminhos de solidificação de Scheil-Gulliver. Conforme observado, as fases foram confirmadas como sendo α-Al, Si, Mg<sub>2</sub>Si e Al<sub>3</sub>Ni. Os gráficos mostram uma reação eutética do último líquido incluindo a fase Mg<sub>2</sub>Si na constituição. Estes gráficos preveem as fases a serem formadas e suas respectivas temperaturas de transformação, mas não fornecem os valores reais das frações das fases diretamente na sua leitura. No

entanto, a análise dos dados exportados através dos cálculos termodinâmicos do Thermo-Calc permitiu avaliar estas frações. As frações de equilíbrio e de Scheil serão discutidas na seção 4.6.5.



Figura 4.1 – Evolução da fração volumétrica x temperatura para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni sob condições de equilíbrio (gráficos à esquerda) e Scheil (à direita).

### 4.2 Curvas de resfriamento

Os gráficos da Figura 4.1 também foram úteis para confirmar as temperaturas *liquidus* determinadas experimentalmente, como visto na Figura 4.2. Foram realizados experimentos controlados de determinação das curvas de resfriamento. As mudanças de inclinação foram bem nítidas indicando a temperatura *liquidus*:  $T_L = 590,9$  °C,  $T_L = 587,5$  °C,  $T_L = 583,5$  °C e  $T_L = 580$  °C para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni, respectivamente. Essas temperaturas de transformação estão associadas ao crescimento da fase  $\alpha$ -Al e foram adotadas como referências para a determinação experimental da taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e velocidade de solidificação (V<sub>L</sub>).



Figura 4.2 – Curvas de resfriamento registradas para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni.

### 4.3 Perfis térmicos e parâmetros térmicos de solidificação nas amostras solidificadas direcionalmente (SD)

Para cada liga foram obtidos os mapeamentos de temperaturas considerando-se termopares posicionados longitudinalmente ao longo do comprimento dos lingotes levando em consideração a distância em relação à base refrigerada a água, conforme posições especificadas nos gráficos.

Os perfis térmicos registrados durante os experimentos de solidificação direcional (SD) podem ser vistos na Figura 4.3. Esses dados são essenciais para a determinação das taxas de resfriamento e velocidade de solidificação. Cada linha mostra a evolução temporal da temperatura do metal líquido em um determinado ponto ao longo do comprimento do lingote solidificado direcionalmente.

Os termopares posicionados com valores de 4 mm e 5 mm são aqueles mais próximos à base refrigerada, enquanto aqueles com maiores valores estão mais distantes. As temperaturas *liquidus* (T<sub>L</sub>) são demonstradas através de linhas pontilhadas horizontais nos gráficos da Figura 4.3. Essas temperaturas foram obtidas a partir da análise dos resultados observados nas curvas de resfriamento registradas por meio de resfriamento lento, conforme mostrado na Figura 4.2.

Quando o metal líquido entra em contato com a câmara refrigerada, iniciase o resfriamento do metal e o processo de solidificação, sendo esse resfriamento mais rápido para as posições dos termopares mais próximos à base refrigerada. Isso pode ser observado pelo declínio acentuado dos perfis térmicos para os termopares mais próximos à base refrigerada, e pela passagem das curvas através da linha horizontal que representa a temperatura liquidus (T<sub>L</sub>). Foi observado ainda um declínio gradual da inclinação das curvas para os termopares mais afastados. Isso ocorre porque a formação e evolução da camada solidificada impõe maior resistência térmica ao resfriamento do líquido, fazendo com o que o metal consuma mais tempo para atingir a temperatura *liquidus*.



Figura 4.3 – Perfis Térmicos durante a solidificação direcional (SD) das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni.

A Figura 4.4 mostra as evoluções dos tempos (t) de passagem das isotermas *liquidus* em função da posição (P) a partir da interface metal/base refrigerada. Os tempos experimentais são obtidos a partir das interseções das retas de cada temperatura liquidus (T<sub>L</sub>) com os perfis térmicos, para cada posição dos termopares. Uma técnica de ajuste por curva nesses pontos experimentais gerou funções do tipo potência na forma  $P = a(t)^b$ . Observa-se que os ajustes são bastante satisfatórios e relativamente próximos para todas as ligas analisadas.



Figura 4.4 – Deslocamento da frente de solidificação das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD).

A taxa de crescimento de  $\alpha$ -Al, também denominada de velocidade de solidificação (V<sub>L</sub>) foi calculada a partir da derivada das funções do tipo potência fornecidas pelos gráficos da Figura 4.4, em função do tempo, V<sub>L</sub> = dP/dt, conforme mostrado na Figura 4.5a. Todas as ligas apresentaram um comportamento experimental semelhante.

A derivada da temperatura em relação ao tempo de cada curva de resfriamento (dT/dt) foi calculada imediatamente após a passagem da isoterma *liquidus* por cada posição do termopar para estimar a taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) em função da posição da interface metal/base refrigerada, como mostrado na Figura 4.5(b). Funções do tipo potência mostram-se representativas dos pontos experimentais, assim como observado no caso das velocidades de solidificação.

As taxas de resfriamento apresentam valores mais altos nos instantes iniciais e uma diminuição progressiva para as posições mais afastadas da interface metal/base refrigerada. Há uma tendência de estabilização nos valores acima de 40 mm a partir da interface. Foi observada uma ampla faixa de taxas de resfriamento, variando de aproximadamente 14 °C/s próximo da superfície refrigerada a menos de 0,1 °C/s para as regiões mais afastadas. As menores taxas de resfriamento podem ser associadas àquelas encontradas em fundição em areia, enquanto as maiores taxas são semelhantes às normalmente observados em moldes permanentes [160], tornando-se assim amostras muito representativas para testar condições tangíveis de processamento industrial.

Considerando os primeiros tempos de solidificação (ou seja, P < 5 mm), verifica-se que as adições de Ni não foram capazes de alterar a taxa de resfriamento. Isto pode ser devido a pequenas variações nas características das ligas produzidas nestas condições pela adição de Ni, notadamente na contração térmica e volumétrica que ocorre durante a solidificação. Estas pequenas variações não parecem ser suficientes para alterar o coeficiente de transferência de calor metal/molde (h). Uma alteração em h pode resultar em uma alteração no perfil de taxa de resfriamento inicial [161], o que não é o caso aqui. A determinação de h, por outro lado, está fora do escopo deste Doutorado.





Figura 4.5 – Evolução da (a) taxa de resfriamento e (b) da velocidade de solidificação a partir da base refrigerada para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD).

A fim de estabelecer leis de crescimento dendrítico, T e V<sub>L</sub> serão relacionados pontualmente com os correspondentes parâmetros da microestrutura nas Seções seguintes.

4.4 Caracterização macroestrutural e microestrutural das amostras solidificadas direcionalmente (SD)

#### 4.4.1 Macroestruturas das amostras solidificadas direcionalmente (SD)

As macroestruturas das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni obtidas após análise metalográfica são apresentadas na Figura 4.6.



Figura 4.6 – Macrografias das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD).

Os grãos colunares caracterizados por grãos que crescem em direção perpendicular ao de extração de calor predominaram nas peças fundidas das ligas solidificadas direcionalmente, sem evidência de transição colunar-equiaxial (TCE), como mostrado na Figura 4.6. Investigações anteriores com ligas binárias Al-Ni [162] e Al-Si [29] encontraram que a taxa de resfriamento de solidificação na qual ocorre a TCE está em torno de 0,16 e 0,17 °C/s, valores que não foram obtidos ao longo do comprimento das peças fundidas solidificadas direcionalmente (SD) investigadas neste trabalho. As faixas de taxa de resfriamento foram 0,4 – 10,5 °C/s, 0,5 – 7,6 °C/s, 0,5 – 13,3 °C/s e 0,5 – 6,4 °C/s para 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni, respectivamente.

# 4.4.2 Microestruturas ópticas das amostras solidificadas direcionalmente (SD)

Imagens ópticas das seções longitudinais e transversais foram obtidas em pontos-chave ao longo de cada peça fundida e em diferentes magnificações (100x e 200x), como mostrado nas Figuras 4.7 a 4.10. Observa-se a geração de arranjos dendríticos bem definidos com mudanças perceptíveis na escala de comprimento em função da taxa de resfriamento,  $\dot{T}$ , e da velocidade de solidificação (VL), encontradas em diferentes posições da peça fundida. Taxas de resfriamento variando entre 13,3 e 0,5 °C/s podem estar relacionadas a mudanças na morfologia microestrutural e na escala de comprimento dendrítico. Uma matriz  $\alpha$ -Al com padrão dendrítico (áreas mais claras nas Figura 4.7 a 4.10) e braços primários, secundários e terciários bem definidos formam a microestrutura de todas as ligas examinadas, com áreas interdendríticas compostas por: Al, partículas de Si, Mg<sub>2</sub>Si e intermetálicos Al<sub>3</sub>Ni. As amostras longitudinais demostram a formação de ramos dendríticos secundários de alta ordem, enquanto as amostras transversais revelam os troncos dendríticos primários e ramos terciários.

As amostras com maiores taxas de resfriamento apresentaram um arranjo dendrítico mais refinado, enquanto as amostras que solidificaram lentamente tiveram o efeito inverso. Embora haja uma diferença significativa entre as amostras de maiores e menores taxas de resfriamento, a faixa de taxas de resfriamento ainda é limitada como um todo, considerando que taxas de resfriamento bem superiores podem ser encontradas em outros processos de fabricação. Dessa forma, as amostras tratadas a laser podem ser examinadas de forma complementar (como será demonstrado posteriormente).



Figura 4.7 – Micrografias ópticas de amostras transversais e longitudinais das posições 5 mm, 25 mm e 75 mm da liga 0Ni solidificada direcionalmente (SD).



Figura 4.8 - Micrografias ópticas de amostras transversais e longitudinais das posições 4 mm, 25 mm e 89 mm da liga 1Ni solidificada direcionalmente (SD).



Figura 4.9 – Micrografias ópticas de amostras transversais e longitudinais das posições 4 mm, 24 mm e 89 mm da liga 2Ni solidificada direcionalmente (SD).

3Ni



Figura 4.10 – Micrografias ópticas de amostras transversais e longitudinais das posições 5 mm, 24 mm e 89 mm da liga 3Ni solidificada direcionalmente (SD).

# 4.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das amostras solidificadas direcionalmente (SD)

As composições das fases das amostras solidificadas direcionalmente (SD) foram determinadas por MEV/EDS. Esses resultados podem ser vistos na Figura 4.11 (à direita). Todas as fases previstas pelos cálculos do CALPHAD foram confirmadas aqui. Embora os intermetálicos Mg<sub>2</sub>Si tenham uma forma semelhante à escrita chinesa na liga ternária (0Ni) [31], este não parece ser o caso nas ligas contendo Ni, onde algumas partículas de Mg<sub>2</sub>Si têm uma estrutura mais refinada, e outras têm formato de escrita chinesa. Além disso, as partículas de Si apresentam uma forma de placa em todas as ligas avaliadas, que é uma morfologia típica relatada para as ligas à base de Al-Si solidificadas sob um regime de resfriamento lento [163, 164].

A adição de Ni propicia o crescimento das partículas brancas de Al<sub>3</sub>Ni de formato complexo, como mostrado na Figura 4.11. Chen e Thomson [165, 166] identificaram o crescimento de intermetálicos AlNi em ligas multicomponentes à base de Al-Si (principais adições de Cu, Ni e Mg) usadas para pistões automitivos. Ahmad [167] descreveu esses intermetálicos como tendo um formato complexo em forma de bastão (rod-like). Canté *et al.* [168] observaram o Al<sub>3</sub>Ni semelhante a um bastão regular em seus experimentos com ligas hipoeutéticas de Al-Ni, mas a morfologia observada na Figura 4.11 é mais complexa. Além disso, Jain e Gupta [169] relataram que a solubilidade do Si na fase Al<sub>3</sub>Ni pode variar de 0,7 a 1,66%, o que concorda com os presentes resultados de EDS.

Jain e Gupta [169] também relataram a presença de uma estrutura eutética ternária em ligas Al-Si-Ni. Si acicular em equilíbrio com Al e Al<sub>3</sub>Ni brilhante na forma de uma estrutura esquelética foi relatado. A morfologia do Al<sub>3</sub>Ni mostrada por Jain e Gupta [169] é muito mais próxima das microestruturas aqui estudadas.



Figura 4.11 – Imagens de MEV e resultados de EDS para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) considerando amostras solidificadas a baixas taxas de resfriamento.

A Figura 4.12 exibe um mapeamento típico via EDS da liga 1Ni solidificada a uma taxa de resfriamento de 7,6 °C/s. O contraste de cores permite identificar Al, Si, Mg e Ni e suas correspondências com as fases formadas. Como tal, podem-se identificar as fases Si em forma de placa e Al<sub>3</sub>Ni na morfologia espinha de peixe. O Mg parece estar presente na matriz  $\alpha$ -Al, bem como nos intermetálicos Al<sub>3</sub>Ni.





Figura 4.12 – Mapeamento MEV-EDS de amostra da liga 1Ni (7,6 °C/s) solidificada direcionalmente (SD) incluindo os elementos AI, Si, Mg e Ni.

# 4.4.4 Identificação de fases por Difração de Raios-X (DRX) das amostras solidificadas direcionalmente (SD)

A fim de identificar as fases presentes nas microestruturas resultantes nas amostras solidificadas direcionalmente (SD) foram realizadas análises por difração de raios-X.

A Figura 4.13 mostra os difratogramas de raios-X (DRX) obtidos para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD). As amostras analisadas foram extraídas de posições associadas a uma taxa de resfriamento de aproximadamente 0,7 °C/s. Essas mesmas amostras foram submetidas posteriormente à refusão superficial a laser (RSL).

Como esperado, as fases identificadas foram α-Al, Si, Mg<sub>2</sub>Si e Al<sub>3</sub>Ni. As cartas cif utilizadas para a indexação dos picos foram: α-Al: ICSD\_CollCode64700; Si: ICSD\_CollCode76268; Mg<sub>2</sub>Si: ICSD\_CollCode642831 e Al<sub>3</sub>Ni: ICSD\_CollCode58040. Essas cartas foram obtidas a partir da base de dados ICSD - Inorganic Crystal Structure Database.

Kakitani *et al.* [81] reportaram a presença das fases  $\alpha$ -Al e Al<sub>3</sub>Ni para ligas Al-Ni solidificadas direcionalmente. Brito *et al.* [21] reportaram para uma liga binária Al-Mg, as fases  $\alpha$ -Al e Mg<sub>2</sub>Si e para uma liga ternária, Al-Mg-Si, as mesmas fases, com a adição da fase Si. Já Silva *et al.* [170] observaram essas três fases ( $\alpha$ -Al, Si, Mg<sub>2</sub>Si) em uma liga Al-Si-Mg.

Na Figura 4.13 observa-se ainda que à medida que o teor de Ni aumenta, vão surgindo novos picos referentes à fase Al<sub>3</sub>Ni, como provável resultado do aumento da fração dessa fase, conforme também observado nos resultados CALPHAD.

Uma das grandes preocupações nas ligas de fundição AI-Si é a existência de Fe como impureza, que pode facilmente formar uma fase β-AIFeSi longa e em forma de agulha. Geralmente, a fase β-AIFeSi é prejudicial às propriedades mecânicas e o tratamento térmico não pode alterar significativamente a morfologia das fases contendo Fe [171]. Mas de acordo com os resultados aqui obtidos, essa fase não foi identificada nos difratogramas. De acordo com a composição química dos metais utilizados na produção das ligas aqui estudadas

(Tabela 3.1), o teor de Fe é muito baixo, possivelmente, não sendo suficiente para a formação da fase  $\beta$ -AIFeSi ou, se houve a formação dessa fase, não foi em uma fração considerável a ponto de ser detectada pelo DRX. Também vale ressaltar que essa fase também não foi identificada nas análises de EDS.





Figura 4.13 – Difratogramas de raios-X de amostras das ligas solidificadas direcionalmente (SD): (a) 0Ni; (b) 1Ni; (c) 2Ni e (d) 3Ni, referentes a uma taxa de resfriamento de 0,7 °C/s.

# 4.4.5 Leis experimentais de crescimento dendrítico das amostras solidificadas direcionalmente (SD)

As Figuras 4.14 e 4.15 mostram os valores médios de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  de cada posição em função da taxa de resfriamento e da velocidade de solidificação durante a solidificação direcional (SD), respectivamente, com barras de erro refletindo o desvio padrão. É amplamente compreendido que os parâmetros térmicos de solidificação afetam os valores do espaçamento dendrítico. Numerosos estudos também mostraram que ligas multicomponentes de Al exibem esse tipo de dependência [44, 172]. Além disso, o super-resfriamento constitucional entre dois ramos primários adjacentes, que tem a flexibilidade de ramificar novos braços a fim de aliviar esse super-resfriamento, é a força motriz por trás do espaçamento dendrítico primário. Existem inúmeros modelos na literatura que relacionam  $\lambda_1$  ao gradiente térmico, G, e à velocidade de solidificação, v, ou seja, à taxa de resfriamento,  $\dot{T}$  [28, 173]. Quanto menor for o espaçamento determinado entre os braços dendríticos, maior será o valor da taxa de resfriamento.

De acordo com a Figura 4.14, uma única relação de escala dendrítica  $\lambda_1$ pode ser tipificada por uma função do tipo potência para as ligas contendo Ni. O expoente -1/2 descreveu o desenvolvimento dendrítico primário para essas ligas, sendo típico daqueles relatados para ligas multicomponentes à base de Al [174]. O expoente -1/2 também caracterizou a variação experimental de  $\lambda_1$  para a liga ternária - 0Ni.

A Figura 4.15 mostra leis experimentais de crescimento relacionando o  $\lambda_2$ à velocidade de solidificação. Funções do tipo potência com expoente de -2/3caracterizam a evolução de  $\lambda_2$ . Este expoente também é consistente com aqueles encontrados no crescimento de  $\lambda_2$  durante a solidificação direcional transitória de ligas à base de AI [133, 175]. A liga 0Ni resultou em um perfil de  $\lambda_2$ superior àquelas caracterizando as demais ligas.



Figura 4.14 – Espaçamento dendrítico primário em função da taxa de resfriamento para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD). R<sup>2</sup> é o coeficiente de determinação.

É bem conhecido que o Si tem uma densidade menor que o Al líquido [176]. Como tal, é rejeitado durante a solidificação tendo tendência a flutuar e concentrar-se ao longo da frente de solidificação, causando instabilidades nesta interface. Este mecanismo de redução de soluto nas regiões interdendríticas pode levar à formação de estruturas dendríticas primárias.

Em contraste, o Ni é mais denso que o Al líquido. Assim, quando é rejeitado na interface de solidificação, tende a fluir em declive nos canais interdendríticos líquidos posicionados entre os braços dendríticos primários. Este fluxo pode causar instabilidades laterais graduais até a formação de espaçamento dendrítico secundário. Este mecanismo pode explicar a diminuição de  $\lambda_2$  causada pelas adições de Ni. Neste sentido, o crescimento dos ramos primários parece ser controlado principalmente pela rejeição de Si, enquanto o

crescimento dos ramos secundários parece ser controlado principalmente pela rejeição de Ni durante a solidificação.

No caso da liga 0Ni, o esvaziamento do Si do espaço entre os braços primários parece favorecer a diminuição e a formação de braços primários extras. Comparando as ligas 1Ni, 2Ni e 3Ni (Figuras 4.14 e 4.16), os espaçamentos dendríticos primários e terciários não foram impactados pelo teor de Ni, com as dispersões experimentais (traduzidas pelos desvios padrões) se cruzando em relação às suas evoluções com a taxa de resfriamento. Os espaçamentos foram impactados pela mudança na adição de Ni em comparação com a liga sem Ni. Ambos os mecanismos de rejeição de Si e Ni podem ser satisfeitos para a liga 1Ni, sem influência adicional para teores mais elevados de Ni (ou seja, as ligas 2Ni e 3Ni).



Figura 4.15 – Espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade de solidificação para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD). R<sup>2</sup> é o coeficiente de determinação.



Figura 4.16 – Espaçamento dendrítico terciário em função da taxa de resfriamento para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD). R<sup>2</sup> é o coeficiente de determinação.

Comparações entre os espaçamentos dendríticos secundários  $\lambda_2$  experimentais e as previsões teóricas fornecidas pelo modelo Bouchard e Kirkaldy [28] são mostradas na Figura 4.17. Observa-se que os valores de  $\lambda_2$  calculados a partir do modelo matemático utilizando o fator de calibração sugerido por esse autor ( $a_2 = 9$ ) se ajusta bem para  $\lambda_2$  da liga ONi, mas superestimam os valores experimentais de  $\lambda_2$  para as ligas contendo Ni. Para o caso das ligas contendo Ni, um valor de 2,2 para  $a_2$  foi utilizado e assim o modelo se adequou bem aos espaçamentos experimentais. Ressalta-se que o valor de  $a_2 = 9$  foi sugerido após análises experimentais em ligas Al-Si. Essa alteração no fator de calibração para se adequar as ligas contendo Ni pode estar relacionado à influência da adição de mais um elemento de liga.


Figura 4.17 – Correlações experimentais e teóricas do espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade de solidificação para ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD).

## 4.4.6 Análise morfológica do Si e Al<sub>3</sub>Ni das amostras solidificadas direcionalmente (SD)

As Figuras 4.18 e 4.19 mostram as microestruturas interdendríticas enfatizando as partículas de Si e Al<sub>3</sub>Ni obtidas por ataque profundo para revelar a morfologia tridimensional das fases. A existência das fases Si e Al<sub>3</sub>Ni que constituem as zonas interdendríticas é claramente demonstrada na Figura 4.19. Pode-se ver alguma conexão entre as fases de reforço Al<sub>3</sub>Ni e Si, conforme descrito por Stadler *et al.* [134], particularmente nas imagens ópticas da Figura 4.19. Partículas de Si com morfologia semelhante a placas foram identificadas para todas as ligas e todas as condições das amostras solidificadas direcionalmente (SD).

As morfologias das partículas Al<sub>3</sub>Ni são consistentes com as relatadas por Kakitani *et al.* [133] e Feng *et al.* [177] para tal fase formada em ligas Al-Si-Ni. Kakitani *et al.* [133] afirmaram que a diminuição da taxa de resfriamento tende a alterar a morfologia do Al<sub>3</sub>Ni de placa para espinha de peixe. Isto foi relatado para taxas de resfriamento inferiores a 5,7 °C/s para a liga Al-11%Si-5%Ni (% em peso). As partículas Al<sub>3</sub>Ni com morfologia de espinha de peixe predominaram constituindo as microestruturas aqui examinadas. Com o aumento do teor de Ni, a principal diferença da microestrutura é o aumento da fração volumétrica da fase Al<sub>3</sub>Ni.

As Figuras 4.18 e 4.19 mostram o desenvolvimento do intermetálico Al<sub>3</sub>Ni em espinha de peixe com partículas muito grossas associadas às amostras das ligas 1Ni, 2Ni e 3Ni resfriadas lentamente. Para as amostras associadas a altas taxas de resfriamento, as partículas de Al<sub>3</sub>Ni foram encontradas na forma de placas, blocos e espinha de peixe, principalmente no caso da liga 1Ni. O formato de espinha de peixe também foi documentado em ligas Al-Mg-Mn-Fe, Al-Si-Cu-Ni-Mg-Co e Al-Si-Sc, e é frequentemente associado a altas taxas de resfriamento (moldes resfriados a água), as quais favorecem a produção de fases de não equilíbrio [178-181]. Como o referido sistema Al-Mg-Mn-Fe não possui Si em sua composição e mesmo assim ocorre a formação de Al<sub>3</sub>Ni com morfologia de espinha de peixe, parece que ambas as fases (Si e Al<sub>3</sub>Ni) crescem independentemente, e que o fator predominante para a formação da morfologia em espinha de peixe é a taxa de resfriamento. Além disso, como o coeficiente de partição de Ni em Al é muito baixo (k = 0,007), a adição de Ni pode aumentar a taxa de nucleação dos grãos eutéticos [28]. Kaya et al. [182] demonstraram que o espaçamento entre partículas de Si é reduzido pela adição de 2% em peso de Ni à liga eutética Al-12,6%Si (% em peso), o que acredita-se ser causado por um maior número de núcleos eutéticos.



Figura 4.18 – Imagens de MEV para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) após ataque profundo, evidenciando as fases Al<sub>3</sub>Ni e Si.



Figura 4.19 – Micrografias ópticas das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) após ataque profundo, evidenciando as fases Al<sub>3</sub>Ni e Si.

### 4.5 Propriedades mecânicas de tração das amostras solidificadas direcionalmente (SD)

A Figura 4.20 mostra as curvas tensão-deformação de engenharia representativas para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) associadas a diferentes taxas de resfriamento.



Figura 4.20 – Curvas Tensão-Deformação de engenharia representativas para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD).

O exame das propriedades de tração é fundamental para componentes fundidos. Portanto, as propriedades de tração podem ser vistos na Figura 4.21, de modo que os efeitos do espaçamento da matriz dendrítica e do teor de Ni das amostras solidificadas direcionalmente (SD) possam ser examinados. Os gráficos foram plotados com base no modelo de Hall-Petch. A tradicional equação de Hall-Petch [183, 184] mostra que a resistência mecânica é proporcional ao inverso da raiz quadrada do diâmetro médio do grão (d). Para estruturas brutas de fusão, o diâmetro médio pode ser substituído por espaçamentos microestruturais,  $\lambda$ , sejam eles celular, dendrítico ou interfásico, gerando correlações tipo Hall-Petch [39, 185–189]. Vale ressaltar que essa forma de apresentação e estudo das propriedades mecânicas não se compromete com as premissas estabelecidas por Hall-Petch para grãos cristalinos, visando apenas correlacionar as propriedades com as variações de escala dendrítica. Este tipo de análise demonstra a importância do controle dimensional das microestruturas por meio da determinação dos espaçamentos microestruturais.

Como a faixa de  $\lambda_2$  da liga 0Ni é mais estreita que as demais, uma comparação direta com certa restrição pode ser feita analisando os dados vinculados ao  $\lambda_2^{-1/2}$  de 0,22  $\mu$ m<sup>-1/2</sup>. Assim, para este parâmetro microestrutural, a liga 0Ni apresenta resistência e alongamento ligeiramente superiores às demais. Além disso, para as ligas contendo Ni, uma comparação mais completa (com um maior espectro de  $\lambda_2$ ) pode ser feita.

O limite de resistência à tração (Figura 4.21a) parece ser pouco afetado pelo teor de Ni após a extração de uma única tendência experimental satisfatória representando as tendências para as três ligas (1Ni, 2Ni e 3Ni). Com resistência em torno de 220 MPa, a liga 1Ni apresentou o maior valor. Para um  $\lambda_2^{-1/2}$  de 0,24  $\mu$ m<sup>-1/2</sup>, por exemplo, o alongamento é igualmente maior para esta liga, atingindo 4,6%, e resistência de 208 MPa neste parâmetro microestrutural. Todas as amostras das ligas contendo Ni apresentaram alguma perda de ductilidade associada aos valores mais baixos de  $\lambda_2$ , conforme mostrado na Figura 4.21b e consequente aumento no limite de escoamento, conforme mostra na Figura 4.21c.





Figura 4.21 – Propriedades mecânicas de tração das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD): (a)  $\sigma_u vs \lambda_2$ ; (b)  $\delta vs \lambda_2$ ; e (c)  $\sigma_y vs \lambda_2$ .

Conforme relatado por Stadler *et al.* [134] a fase Al<sub>3</sub>Ni tende a ser benéfica à resistência à tração por estabilizar a contiguidade da rede eutética Al+Si. Além disso, esses pesquisadores demonstraram que a fração volumétrica de Al<sub>3</sub>Ni além de um limite específico não resulta em aumento de interconectividade e que o fortalecimento estagna. Os limites determinados por esses autores foram 1% em peso de Ni para a liga Al-7%Si (% em peso) e 2,0% em peso de Ni para a liga Al-12%Si (% em peso). Como o preço do Ni é superior ao do Cu e do Mn, os produtores de ligas são motivados economicamente a manter o teor de Ni o mais baixo possível, sem comprometer o desempenho dos materiais [190]. Apesar dos resultados atuais revelarem uma pequena fração de Al<sub>3</sub>Ni com teor de Ni de 1,0% em peso, em oposição à maior proporção de fases Al<sub>3</sub>Ni com ligas com maior teor de Ni, o melhor equilíbrio de propriedades refere-se à liga 1Ni. Para esta liga, a combinação das fases de reforço Al<sub>3</sub>Ni e Si nas regiões interdendríticas, bem como o espaçamento dendrítico secundário refinado (aproximadamente 18 μm), resultou no melhor equilíbrio das propriedades de tração. Também é importante enfatizar que a configuração microestrutural relacionada incorpora uma mistura de Al<sub>3</sub>Ni com morfologia de espinha de peixe + Al<sub>3</sub>Ni tipo placa.

Stadler *et al.* [134] também argumentam que os limites de Ni mais adequados devem estar associados à capacidade de transferência de carga para as fases mais duras que constituem a microestrutura (ou seja, Si e Al<sub>3</sub>Ni), que é favorecida pela conectividade entre elas. Os presentes resultados parecem indicar que a melhor combinação de transferência de carga sob tração ocorre nas condições descritas acima para a liga 1Ni.

De acordo com Balakrishnan *et al.* [191], uma distribuição homogênea de partículas de Al<sub>3</sub>Ni resulta no endurecimento conforme Orowan. A capacidade de suportar carga de tração adicional antes da falha é aumentada pela geração de grãos ou arranjos dendríticos finos. A transferência bem-sucedida da carga para as partículas de Al<sub>3</sub>Ni é possível graças à excelente ligação interfacial entre  $\alpha$ -Al e Al<sub>3</sub>Ni. A resistência à tração é aumentada pelos campos de deformação gerados pelas discordâncias induzidas pela deformação. Pode-se concluir a partir dos resultados desta investigação que os arranjos interdendríticos Al<sub>3</sub>Ni+Si melhoram a ligação interfacial com o  $\alpha$ -Al, especialmente para  $\lambda_2$  mais refinado. Limites de resistência à tração semelhantes entre as três ligas de interesse sugerem que este mecanismo é comparável entre elas, independentemente do aumento da variação da adição de Ni de 1 para 3% em peso.

## 4.6 Caracterização microestrutural das amostras refundidas a laser (RSL)

# 4.6.1 Aspectos gerais das regiões tratadas a laser das amostras refundidas a laser (RSL)

As características microestruturais gerais da zona tratada com laser e do substrato (previamente solidificado direcionalmente em molde resfriado a água)

estão representadas na Figura 4.22. O substrato tem uma microestrutura dendrítica grosseira, enquanto que a zona ressolidificada, em qualquer densidade de energia, é caracterizada por um arranjo dendrítico/celular muito fino. Além disso, as imagens ópticas na Figura 4.22 evidenciam a mudança no tamanho da microestrutura no topo da região tratada a laser, conforme indicado pelas linhas brancas tracejadas. A Tabela 4.1 mostra as dimensões das regiões tratadas a laser com relação à largura e profundidade de todas as condições testadas por refusão superficial a laser (RSL).

Han e Jiao [95] observaram um refinamento microestrutural após a refusão superficial a laser (RSL) da liga AlSi10Mg fabricada por fusão seletiva a laser (FSL). Observou-se que a microdureza foi melhorada devido a RSL. Esses autores relataram a formação de uma estrutura dendrítica muito fina quando comparada àquela relacionada às amostras anteriores fabricadas por FSL.

De acordo com Yang *et al.* [192] a profundidade e a largura das regiões tratadas a laser dependem principalmente da velocidade de varredura e da potência do laser. No presente resultado, observa-se que a maior influência está relacionada à potência do laser, onde a maior potência (300 W) gerou regiões tratadas a laser mais largas e mais profundas. A velocidade de varredura não demonstrou nenhuma tendência.

	1Ni	2Ni	3Ni	
	<mark>250 µm</mark>	250 μm	<mark>250 μm</mark>	250 W 1 mm/s 1667 J/mm²
	250 μm	250 μm	250 μm	250 W 5 mm/s 333 J/mm²
	<mark>250 µт</mark>	250 μm	<mark>250 μm</mark>	250 W 10 mm/s 167 J/mm²
	17 17 250 μm	100 μm	1944 250 μm	250 W 15 mm/s 111 J/mm²
ONi	250 μm	250 μm	250 μm	250 W 20 mm/s 83 J/mm²
250 μm	то у <sup>р</sup> 250 µm	250 μm	<mark>250 µт</mark>	300 W 1 mm/s 2000 J/mm²
250 μm	250 μm	250 μm	250 μm	300 W 2 mm/s 1000 J/mm²
250 μm	250 μm	11 εμπίλε. 250 μm	250 μm	300 W 5 mm/s 400 J/mm²
250 μm	250 μm	250 μm	111 Αλ. 1 250 μm	300 W 8 mm/s 250 J/mm²
250 μm	250 μm	250 μm	250 μm	300 W 10 mm/s 200 J/mm²
250 μm	250 μm	τιδη 250 μm	250 μm	300 W 15 mm/s 133 J/mm²
250 um	250 um	250 um	250 um	300 W 20 mm/s 100 J/mm²

Figura 4.22 – Imagens das regiões tratadas a obtidas por microscopia óptica de todas as condições testadas por refusão superficial a laser (RSL) para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni. Linha tracejada delimita fração da base e fração do topo.

Condições	Medidas (µm)	0Ni	1Ni	2Ni	3Ni
250 W 1 mm/s 1667 J/mm²	Largura	-	501	463	515
	Profundidade	-	178	171	190
250 W 5 mm/s 333 J/mm²	Largura	-	472	467	505
	Profundidade	-	180	179	195
250 W 10 mm/s 167 J/mm²	Largura	-	459	461	516
	Profundidade	-	176	169	204
250 W 15 mm/s 111 J/mm²	Largura	-	475	530	477
	Profundidade	-	173	153	189
250 W 20 mm/s 83 J/mm²	Largura	-	446	408	429
	Profundidade	-	157	140	173
300 W 1 mm/s 2000 J/mm²	Largura	463	475	492	533
	Profundidade	155	175	177	201
300 W 2 mm/s 1000 J/mm²	Largura	592	515	512	581
	Profundidade	221	199	189	222
300 W 5 mm/s 400 J/mm²	Largura	638	550	521	595
	Profundidade	264	216	193	231
300 W 8 mm/s 250 J/mm²	Largura	633	569	530	551
	Profundidade	267	206	202	217
300 W 10 mm/s 200 J/mm²	Largura	651	520	512	553
	Profundidade	274	205	182	219
300 W 15 mm/s 133 J/mm²	Largura	632	493	497	504
	Profundidade	257	181	178	183
300 W 20 mm/s 100 J/mm <sup>2</sup>	Largura	621	508	501	513
	Profundidade	240	190	182	177

Tabela 4.1 – Medidas de largura e profundidade das regiões tratadas a laser para todas as condições testadas por refusão superficial a laser (RSL) para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni.

A Figura 4.23 mostra um esquema com imagens de microscopia óptica evidenciando as regiões típicas das regiões tratadas a laser. Trata-se de um exemplo que foi observado em diversas regiões tratadas a laser produzidas. A partir da seção transversal foi possível analisar as regiões de base, centro e topo das regiões tratadas a laser, enquanto que a seção longitudinal permitiu que as superfícies das regiões tratadas a laser (vista de topo) fossem analisadas.



Figura 4.23 – Esquema com imagens de microscopia óptica evidenciando as regiões tratadas a laser a partir da refusão superficial a laser (RSL).

#### 4.6.2 Microestruturas ópticas das amostras refundidas a laser (RSL)

As Figuras 4.24 a 4.27 mostram imagens ópticas para as amostras refundidas a laser (RSL) processadas a 400 J/mm<sup>2</sup> e 100 J/mm<sup>2</sup>. Essas imagens incluem vistas da base, centro e superfície das regiões tratadas a laser. Observase que as microestruturas são mais grosseiras para as amostras tratadas a 400 J/mm<sup>2</sup>, devido a uma maior quantidade de energia acumulada na poça fundida, resultando em tempos de solidificação maiores e consequente engrossamento da microestrutura.

Na superfície das regiões tratadas a laser, algumas células cresceram, caracterizando uma região celular/dendrítica. Com o aumento da velocidade de solidificação, a morfologia da interface S/L evolui em sequência de planar, celular, dendrítica, celular e de volta a planar [62, 193]. Portanto, as células podem ser formadas em velocidades baixas e altas. O caso aqui refere-se a células formadas em velocidades de solidificação muito elevadas. As células em altas velocidades também foram observadas nas Refs. [194–197]; portanto, as células  $\alpha$ -Al em regime de alta velocidade foram detectáveis nos parâmetros de processamento aqui estudados.

Investigações teóricas e experimentais de solidificação mostram que um aumento na taxa de resfriamento resultou em uma mudança na micromorfologia da interface sólido/líquido de planar para celular e posteriormente para dendrítica, implicando um efeito direto da cinética de solidificação na morfologia da interface de solidificação. Alguns autores demonstraram que a frente dendrítica pode ser transformada em uma frente celular e planar em taxas de resfriamento mais altas, definindo uma transição reversa que pode produzir células com altas taxas de resfriamento em direção ao topo [194, 198, 199]. Resultados semelhantes foram demonstrados na literatura quando a FSL foi usada para processar ligas de Al [104, 200].

Vale ressaltar a formação de um gradiente microestrutural em direção ao topo da região tratada a laser nas presentes amostras investigadas. Liu et al. [67] estimaram taxas de resfriamento do topo e da base de aproximadamente  $10^6 \, ^\circ C/s \, e \, 10^3 \, ^\circ C/s$ , respectivamente, durante FSL da liga AlSi10Mg a uma velocidade de varredura do laser muito alta de 1500 mm/s. Esses autores afirmaram que o estudo do gradiente microestrutural é essencial para superfícies tratadas a laser, uma vez que o crescimento de microestruturas distintas de curto alcance pode influenciar substancialmente nas propriedades mecânicas resultantes. A razão fundamental para o gradiente microestrutural em termos de distribuição de partículas de Si e de espaçamento dendrítico/celular é a variação na taxa de resfriamento na região tratada a laser da base ao topo [67]. Além disso, o gradiente microestrutural com o aumento do tamanho de grão do topo para a base melhorou o comportamento mecânico [201].



Figura 4.24 – Micrografias ópticas de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> (esquerda) e 100 J/mm<sup>2</sup> (direita).

1Ni



Figura 4.25 – Micrografias ópticas de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> (esquerda) e 100 J/mm<sup>2</sup> (direita).



Figura 4.26 – Micrografias ópticas de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> (esquerda) e 100 J/mm<sup>2</sup> (direita).

3Ni



Figura 4.27 – Micrografias ópticas de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> (esquerda) e 100 J/mm<sup>2</sup> (direita).

### 4.6.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das amostras refundidas a laser (RSL)

Analisando as imagens MEV das amostras refundidas a laser (RSL) processadas a 400 J/mm<sup>2</sup> e 100 J/mm<sup>2</sup> (Figuras 4.28 a 4.35), observa-se que menor densidade de energia (100 J/mm<sup>2</sup>) refere-se ao crescimento de células ou grãos arredondados, enquanto estruturas mais complexas (dendritas) caracterizam o topo das regiões tratadas a laser de amostras com alta densidade de energia (400 J/mm<sup>2</sup>).

Enquanto o Si forma um eutético irregular com predominância de fibras finas relativamente organizadas lado a lado devido às condições de rápida solidificação [163, 202], o Al<sub>3</sub>Ni forma estruturas maiores e mais complexas com uma interconexão mais ramificada, como também observado na literatura básica que descreve essas morfologias, mas com uma tendência a forma de placas [178–181]. Parece que ambas as fases (Si e Al<sub>3</sub>Ni) crescem independentemente.



Figura 4.28 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser.



Figura 4.29 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser.



Figura 4.30 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser.



Figura 4.31 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser.



Figura 4.32 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser.



Figura 4.33 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser.



Figura 4.34 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser.



Figura 4.35 – Imagens MEV de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>, evidenciando a região da base, centro e topo da região tratada a laser.

10

A Figura 4.36 mostra um exemplo da distribuição de elementos determinada via EDS formando a liga 3Ni dentro da zona refundida a laser.



Figura 4.36 – Exemplo de mapeamento MEV-EDS de amostra refundida a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup> incluindo os elementos AI, Si, Mg e Ni.

É viável avaliar a distribuição dos elementos após o processamento a laser usando os dados de mapeamento de cores para a base da região tratada a laser da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. O Mg parece estar igualmente distribuído por toda a microestrutura, porém Ni e Si estão concentrados (maior intensidade de cor) nos contornos das ramificações dendríticas.

A maior tendência de segregação do Ni e do Si na frente de solidificação pode estar ligada aos menores coeficientes de redistribuição (k) relacionados a esses elementos, 0,008 [168] e 0,12 [29], respectivamente. Por outro lado, k para o sistema AI-Mg é de aproximadamente 0,5 [203], o que pode inibir seu acúmulo na interface de solidificação. Além disso, o Mg é menos denso que o AI e, por isso, pode ser melhor distribuído no líquido remanescente durante a rápida solidificação.

# 4.6.4 Identificação de fases por Difração de Raios-X (DRX) das amostras refundidas a laser (RSL)

A Figura 4.37 mostra a comparação entre os difratogramas de raios-X (DRX) obtidos para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) e refundidas a laser (RSL) processadas a 100 e 400 J/mm<sup>2</sup>. Não foi observada a presença de fases diferentes daquelas encontradas nas amostras solidificadas direcionalmente (SD). No entanto, foi notória a diminuição da intensidade dos picos referente ao Si à medida que a velocidade de solidificação aumenta, sendo 100 J/mm<sup>2</sup> > 400 J/mm<sup>2</sup> > Substrato. Possivelmente isso ocorreu devido à alta velocidade de solidificação, o que resulta na precipitação tardia dos átomos de Si, ficando retidos na matriz rica em Al em solução sólida [204].





136

(c)



Figura 4.37 – Comparação entre os difratogramas de raios-X das amostras solidificadas direcionalmente (SD) denominadas de substrato e das amostras refundidas a laser (RSL) processadas a 400 J/mm<sup>2</sup> e 100 J/mm<sup>2</sup> para as ligas: (a) 0Ni; (b) 1Ni; (c) 2Ni e (d) 3Ni.

### 4.6.5 Evolução do crescimento dendrítico e das fases nas regiões tratadas

#### a laser das amostras refundidas a laser (RSL)

As Figuras 4.38 a 4.45 mostram imagens MEV-BSE para as amostras refundidas a laser (RSL) processadas a 400 J/mm<sup>2</sup> e 100 J/mm<sup>2</sup>. Essas imagens incluem vistas da base, centro e topo da região tratada a laser. Todas essas imagens foram processadas e a limiarização escolhida permitiu distinguir as três fases presentes: AI, Si e Al<sub>3</sub>Ni, identificadas pelas cores amarelo, vermelho e cinza, respectivamente. Assim, as frações destas fases foram determinadas ao longo das regiões tratadas a laser.



20 µm

Figura 4.38 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si.

0Ni / 400 J/mm<sup>2</sup>





Figura 4.39 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 0Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si.



20 µm

Figura 4.40 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo -  $\alpha$ -AI; vermelho - Si; cinza - Al<sub>3</sub>Ni.

1Ni / 400 J/mm<sup>2</sup>





Figura 4.41 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si; cinza - Al<sub>3</sub>Ni.

### 2Ni / 100 J/mm<sup>2</sup>





Figura 4.42 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo -  $\alpha$ -AI; vermelho - Si; cinza - Al<sub>3</sub>Ni.
2Ni / 400 J/mm<sup>2</sup>





Figura 4.43 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 2Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si; cinza - Al<sub>3</sub>Ni.





Figura 4.44 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo - α-Al; vermelho - Si; cinza - Al<sub>3</sub>Ni.

3Ni / 400 J/mm<sup>2</sup>





Figura 4.45 – Imagens MEV e segmentações correspondentes em regiões tratadas a laser de amostras refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. Cores correspondentes: amarelo -  $\alpha$ -AI; vermelho - Si; cinza - Al<sub>3</sub>Ni.

As frações experimentais, de equilíbrio e de Scheil das fases α-Al e Al<sub>3</sub>Ni foram plotadas na Figura 4.46. Pode-se notar que nem a regra de equilíbrio nem Scheil representam os pontos experimentais, embora as mesmas tendências sejam seguidas relativamente, com aumento na fração Al<sub>3</sub>Ni e redução na fração de α-Al à medida que o teor de Ni da liga aumenta tanto para as amostras processadas a 100 J/mm<sup>2</sup> quanto 400 J/mm<sup>2</sup>. Devido à solidificação extremamente rápida, o modelo de Scheil é incapaz de representar o modo de solidificação, enquanto, surpreendentemente, a redistribuição completa do soluto nas fases sólida e líquida esperada em equilíbrio parece aproximar-se da dinâmica de solidificação. À medida que a velocidade de solidificação aumenta, o coeficiente de partição (k) tende a desviar-se do equilíbrio e aproximar-se de 1,0. O aprisionamento de solutos com k próximo de 1,0 significa que os perfis de soluto nas fases sólida e líquida podem tender a permanecer constantes. Esta condição de rápida solidificação poderia explicar porque os gráficos de equilíbrio se aproximam do conjunto de dados experimentais.

Embora a teoria da estabilidade morfológica [62] tenha sido estendida para levar em conta os desvios do equilíbrio local, as expressões resultantes contêm uma série de quantidades, por exemplo, a dependência do coeficiente de distribuição do soluto na velocidade de solidificação, as quais não foram determinadas. No caso de solidificação extremamente rápida, é necessária uma investigação teórica adicional para caracterizar a extensão dos desvios das abordagens tradicionais para a solidificação rápida. Por exemplo, em altas velocidades, a camada limite de difusão na frente da interface sólido-líquido torna-se de dimensões atômicas, e a equação de difusão macroscópica deve ser modificada para levar em conta os gradientes térmicos extremamente elevados.



Figura 4.46 – Evoluções da fração de fase a partir de dados experimentais e de cálculos CALPHAD em amostras refundidas a laser (RSL) das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni na base, centro e topo da região tratada a laser.

Ainda de acordo com a Figura 4.46, podemos observar que a fração do Al<sub>3</sub>Ni é superior às frações previstas em equilíbrio. Esse resultado pode estar relacionado a macrossegregação que pode ocorrer durante o processo de solidificação, no qual diferentes regiões da peça fundida apresentam composições químicas distintas devido à segregação dos elementos constituintes da liga [14].

A Tabela 4.2 mostra dados para 24 condições de refusão a laser, 6 para cada liga. As dimensões da região tratada a laser, as frações de área da base e do topo (delimitando transição morfológica), os espaçamentos microestruturais, as taxas de resfriamento teórico e experimental, assim como valores médios de dureza podem ser observadas.

Dado que a condutividade térmica e a T<sub>L</sub> variaram minimamente em função da adição de Ni, as taxas de resfriamento calculadas foram semelhantes para as ligas estudadas. Por exemplo, T foi de cerca de  $1,3\times10^4$  °C/s para as amostras processadas a 400 J/mm<sup>2</sup> e  $5,0\times10^4$  °C/s para 100 J/mm<sup>2</sup>. Extrapolações da lei de crescimento dendrítico considerando os valores médios de  $\lambda$  de 2,47 µm e 1,38 µm determinados na região tratada a laser para as 3 ligas contendo Ni sob as mesmas condições acima mencionadas resultaram em taxas estimadas de resfriamento da região tratada a laser de  $1,5 \times 10^4$  °C/s e  $4,7 \times 10^4$  °C/s, os quais foram adequadamente validados para essas condições. A abordagem de extrapolação, que permite estimar a taxa de resfriamento ponto a ponto dentro da região tratada a laser, foi validada pela proximidade dos valores das taxas de resfriamento determinados por ambos os métodos.

Embora os valores de espaçamento na base e no centro tenham variado relativamente pouco, um impacto importante nas taxas de resfriamento extrapoladas é alcançado se essas regiões forem comparadas. A extrapolação foi realizada considerando informações relacionadas à base e ao centro da região tratada a laser, uma vez que o topo é muito afetado pela convecção e as relações de escala  $\lambda$  não são válidas para esta camada.

A dinâmica do fluxo é uma característica das poças de fusão que às vezes é negligenciada. O fluxo em uma poça de fusão é causado principalmente por uma flutuação espacial na tensão superficial, chamada fluxo termocapilar ou convecção de Marangoni. Demonstrou-se que o fluxo do fluido tem um papel crucial na transferência de calor e no comportamento de solidificação na poça fundida, afetando a microestrutura de solidificação, a distribuição dos elementos de liga e os defeitos em pesquisas anteriores [205–207]. Em um regime impulsionado pela difusão, espera-se que a velocidade de solidificação aumente continuamente em direção ao topo da região tratada a laser, e o efeito no refinamento das dendritas seria ainda maior, produzindo  $\lambda$  menor [3], No entanto, este não é o caso se os resultados atuais para o espaçamento no topo da região tratada a laser forem considerados. A maioria das condições testadas mostra que o espaçamento é maior na base, diminuindo no centro e aumentando novamente em direção ao topo. Um mecanismo que explica a reversão de  $\lambda$ através da região tratada a laser pode ser visto na Figura 4.47.

Parece que a convecção induzida na poça fundida afeta o crescimento gerando fragmentação (Figura. 4.47b). Na parte central da poça fundida, apesar da convecção, as velocidades de solidificação ainda são maiores que as da base, resultando em  $\lambda$  menor (Figura 4.47c). Porém, devido ao arrasto do soluto das regiões interdendríticas para o topo e à presença de fragmentos flutuantes, o  $\lambda$  que caracteriza o topo tende a ser aumentado (Figura. 4.47d). Algumas das condições aumentaram  $\lambda$  no sentido da base para o topo, especialmente para maior teor de Ni e baixa velocidade do laser. A velocidade reduzida do laser causa um aumento significativo na duração do contato e na temperatura máxima, resultando em maior convecção do fluido Marangoni. Estas características parecem explicar o aumento do perfil  $\lambda$  em alguns casos. De fato, condições de baixa velocidade do laser proporcionar um acúmulo mais significativo de soluto na parte superior, resultando em um filme eutético mais espesso, conforme Figura 4.48.

Wang *et al.* [208] afirmaram que as dendritas podem se fragmentar devido aos efeitos de convecção de Marangoni dando origem a grãos equiaxiais de α-Al. Esses fragmentos podem ser transportados em direção ao topo da poça fundida, formando a camada final refinada.

			Dimensões das	Espaçamento microestrutural							Dureza			
Liga	Q [W]	v [mm/s]	regiões tratadas a laser (largura x profundidade) [µm]	Densidade de energia [J/mm²]	Fração da	Fração do	[μm]				Taxa de resfriamento	Taxa de resfriamento	Taxa de resfriamento	média da região
					base [%]	topo [%]	<sub>λь</sub> [base]	λ <sub>c</sub> [centro]	λ <sub>t</sub> [topo]	λ <sub>s</sub> [superfície]	na base no centro [°C/s] [°C/s]	no centro [°C/s]	[°C/s]	tratada a laser [HV]
ONi	300	1	463 x 155	2000	77,7	22,3	2,1	2,6	1,4	-	5,5x10 <sup>4</sup>	3,2x10 <sup>4</sup>	2,5x10 <sup>3</sup>	100,8
	300	5	638 x 264	400	73,8	26,2	2,8	2,4	2,6	2,2	2,7x10 <sup>4</sup>	4,0x10 <sup>4</sup>	1,3x10 <sup>4</sup>	105,9
	300	8	633 x 267	250	71,4	28,6	2,5	1,8	2,3	-	3,5x10 <sup>4</sup>	7,5x10 <sup>4</sup>	2,0x10 <sup>4</sup>	107,8
	300	10	651 x 274	200	73,3	26,7	2,2	1,9	2,5	-	4,9x10 <sup>4</sup>	7,0x10 <sup>4</sup>	2,5x10 <sup>4</sup>	110,7
	300	15	632 x 257	133	73,2	26,8	2,2	1,7	2,0	-	4,9x10 <sup>4</sup>	8,8x10 <sup>4</sup>	3,8x10 <sup>4</sup>	113,2
	300	20	621 x 240	100	54,8	45,2	2,1	1,5	2,0	1,5	5,4x10 <sup>4</sup>	1,2x10 <sup>5</sup>	5,0x10 <sup>4</sup>	113,8
1Ni	250	5	472 x 180	333	68,4	31,6	2,4	1,9	2,6	-	1,6x10 <sup>4</sup>	2,4x10 <sup>4</sup>	1,5x10 <sup>4</sup>	122,2
	250	20	446 x 157	83	84,4	15,6	1,4	1,0	1,3	-	4,3x10 <sup>4</sup>	8,8x10 <sup>4</sup>	6,1x10 <sup>4</sup>	126,7
	300	1	475 x 175	2000	89,0	11,0	3,2	2,9	2,3	-	8,8x10 <sup>3</sup>	1,1x10 <sup>4</sup>	2,5x10 <sup>3</sup>	121,6
	300	5	550 x 216	400	72,3	27,7	2,5	2,0	2,7	1,7	1,4x10 <sup>4</sup>	2,3x10 <sup>4</sup>	1,3x10 <sup>4</sup>	121,7
	300	10	520 x 205	200	79,9	20,1	1,6	1,4	2,0	-	3,4x10 <sup>4</sup>	4,7x10 <sup>4</sup>	2,5x10 <sup>4</sup>	124,3
	300	20	508 x 190	100	66,5	33,5	1,6	1,4	1,5	1,2	3,6x10 <sup>4</sup>	4,9x10 <sup>4</sup>	5,0x10 <sup>4</sup>	127,5
2Ni	250	5	467 x 179	333	64,2	35,8	2,1	1,5	2,2	-	2,0x10 <sup>4</sup>	4,1x10 <sup>4</sup>	1,5x10 <sup>4</sup>	130,9
	250	20	408 x 140	83	85,2	14,8	1,7	1,1	1,4	-	3,2x10 <sup>4</sup>	8,5x10 <sup>4</sup>	6,0x10 <sup>4</sup>	127,0
	300	1	492 x 177	2000	84,8	15,2	2,9	3,2	3,4	-	1,1x10 <sup>4</sup>	8,9x10 <sup>3</sup>	2,5x10 <sup>3</sup>	131,7
	300	5	521 x 193	400	83,1	16,9	1,9	1,9	2,4	1,5	2,6x10 <sup>4</sup>	2,4x10 <sup>4</sup>	1,3x10 <sup>4</sup>	126,2
	300	10	512 x 182	200	83,3	16,7	1,9	1,5	2,2	-	2,6x10 <sup>4</sup>	4,2x10 <sup>4</sup>	2,5x10 <sup>4</sup>	131,3
	300	20	501 x 182	100	87,9	12,1	1,8	1,1	1,3	1,1	2,7x10 <sup>4</sup>	8,2x10 <sup>4</sup>	5,0x10 <sup>4</sup>	142,6
3Ni	250	5	505 x 195	333	71,7	28,3	2,1	1,6	2,1	-	2,1x10 <sup>4</sup>	3,6x10 <sup>4</sup>	1,5x10 <sup>4</sup>	129,9
	250	20	429 x 173	83	67,1	32,9	1,7	1,2	1,4	-	3,0x10 <sup>4</sup>	6,2x10 <sup>4</sup>	6,0x10 <sup>4</sup>	132,2
	300	1	533 x 201	2000	83,9	16,1	2,7	2,9	3,9	-	1,2x10 <sup>4</sup>	1,1x10 <sup>4</sup>	2,5x10 <sup>3</sup>	126,2
	300	5	595 x 231	400	82,9	17,1	2,1	1,9	2,3	1,7	2,0x10 <sup>4</sup>	2,4x10 <sup>4</sup>	1,3x10 <sup>4</sup>	133,8
	300	10	553 x 219	200	78,2	21,8	1,8	1,4	1,9	-	2,7x10 <sup>4</sup>	4,3x10 <sup>4</sup>	2,5x10 <sup>4</sup>	136,7
	300	20	513 x 177	100	75,6	24,4	1,5	1,0	1,3	1,1	4,0x10 <sup>4</sup>	8,5x10 <sup>4</sup>	5,0x10 <sup>4</sup>	136,1

Tabela 4.2 – Dados extraídos para todas as regiões tratadas a laser examinadas das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni refundidas a laser (RSL).



Figura 4.47 – Esquema mostrando a evolução da microestrutura e os efeitos da dinâmica do fluxo através da poça fundida explicando a reversão de  $\lambda$  em direção ao topo: (a) poça completamente fundida; (b) crescimento inicial das dendritas em direção ao topo; (c) crescimento de dendritas mais finas na região central e transporte de fragmentos sólidos; e (d) estágio final de solidificação formando a camada superior. Os subscritos b, c e t no desenho ilustrativo significam base, centro e topo da região tratada a laser.

Os espaçamentos microestruturais ( $\lambda$ ) na superfície das regiões tratadas a laser das amostras processadas a 100 J/mm<sup>2</sup> foram de 1,1–2,5 µm, enquanto os espaçamentos foram medidos entre 1,7–2,2 µm para as amostras processadas a 400 J/mm<sup>2</sup>. Já o espaçamento dendrítico primário em amostras solidificadas direcionalmente apresentou um valor médio de 440 µm, ou seja, uma mudança significativa na escala de comprimento foi conseguida com o tratamento a laser. Essas microestruturas geraram superfícies de contraste adequadas para avaliação, por exemplo, de resistência ao desgaste de superfícies com características microestruturais extremas.



Figura 4.48 – Exemplo de refusão superficial à laser (RSL) da liga 3Ni processada a 2000 J/mm<sup>2</sup> resultando em estrutura eutética grosseira no topo da região tratada a laser.

As propriedades termofísicas da liga Al-Si estão resumidas na Tabela 4.3. O teor de Mg nas ligas aqui estudadas é mínimo, fazendo com que o Mg fique em solução na matriz  $\alpha$ -Al durante os processos de refusão superficial a laser (RSL). Consequentemente, a influência do Mg no crescimento das fases  $\alpha$ -Al, Si e Al<sub>3</sub>Ni é insignificante. Devido a isso, o emprego de dados da liga binária Al-Si para fins de modelamento é considerado aceitável. Já a Tabela 4.4 mostra os ângulos médios estimados ao longo da região tratada a laser usados no modelamento de  $\lambda_2$ .

·	<b>u</b> .	-
Propriedade	Símbolo/unidade	Al-Si
Coeficiente de Gibbs-Thomson	Г [K.mm]	9×10 <sup>-5</sup>
Coeficiente de partição do soluto	ko [adimensional]	0,13
Temperatura de fusão do solvente	Tf [°C]	660
Difusividade do soluto líquido	D∟ [mm²/s]	3×10 <sup>-3</sup>

Tabela 4.3 – Propriedades termofísicas da liga Al-Si [209, 210].

Tabela 4.4 – Ângulos ( $\theta$ ) estimados ao longo da região tratada a laser usados na modelagem de  $\lambda_2$ .

	heta (Ângulo)								
		100 J/mm <sup>2</sup>		400 J/mm <sup>2</sup>					
	Regi	ão tratada a	laser	Região tratada a laser					
Liga	Base	Centro	Торо	Base	Centro	Торо			
0Ni	88,7	37,8	7,3	87,6	49,9	5,4			
1Ni	86,1	31,6	2,3	87,4	47,9	3,1			
2Ni	89,3	68,4	4,4	83,7	35,3	1,1			
3Ni	88,9	47,0	5,0	88,3	36,7	1,6			

A Figura 4.49 representa os espaçamentos microestruturais, calculados e medidos, em relação à velocidade de solidificação das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni. A dispersão experimental inclui dados das amostras processadas a 100 e 400 J/mm<sup>2</sup>. As tendências teóricas correspondem àquelas propostas por Bouchard e Kirkaldy conforme expresso pela Eq. 2.1. Os fatores de calibração (a<sub>2</sub>) utilizados foram selecionados com base no seu desempenho em alcançar a concordância ótima com os dados experimentais. Notavelmente, há uma concordância considerável entre as previsões teóricas e os resultados experimentais nos espaçamentos da base da região tratada a laser (representados pela linha tracejada) ou centro/superfície (indicados pela linha contínua).

Os resultados e comparações com o perfil de Bouchard e Kirkaldy são divididos em duas partes na Figura 4.49: velocidade mais baixa na base e velocidade mais alta no centro e na superfície. Isto se deve às condições distintas experimentadas pelas seções da base da região tratada a laser, como a nucleação epitaxial e a etapa inicial de refusão. Na base da região tratada a laser, o líquido formado tende a penetrar mais profundamente nas regiões onde está em equilíbrio com o microconstituinte eutético de temperatura de fusão mais

baixa em comparação com áreas onde a fase  $\alpha$ -Al está em equilíbrio. Isto leva a efeitos locais na interface sólido-líquido e influencia o perfil  $\lambda_2 \times V_L$  resultante.



Figura 4.49 – Correlações experimentais e teóricas do espaçamento microestrutural em função da velocidade de solidificação para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni refundidas a laser (RSL).

# 4.7 Análise de dureza das amostras solidificadas direcionalmente (SD) e refundidas a laser (RSL)

#### 4.7.1 Dureza Vickers

A Figura 4.50 representa os resultados da dureza Vickers para amostras solidificadas direcionalmente (SD) e refundidas a laser (RSL) em função de um espaçamento microestrutural representativo.



Figura 4.50 – Perfil de dureza Vickers para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni obtidas por solidificação direcional (SD) e refundidas a laser (RSL). P1, P2 e P3 referemse às posições dos termopares, sendo P1 a posição mais próxima da base refrigerada e P8 a posição mais distante.

Os valores de dureza aumentaram claramente com a diminuição de  $\lambda$  (isto é, aumentando  $\lambda^{-1/2}$  na Figura 4.50), e também com o aumento do teor de Ni. Foi possível obter uma única expressão experimental que representa a variação de dureza das amostras solidificadas direcionalmente (SD) e uma única expressão para as amostras refundidas a laser (RSL).

A liga 0Ni não apresentou alteração expressiva na dureza para as amostras testadas. Parece que as possíveis mudanças no tamanho do Si causadas pela taxa de resfriamento da liga 0Ni foram insuficientes para alterar a dureza, uma vez que se observou que as partículas de Si tinham morfologia grosseira em forma de placa para todas as ligas e todas as condições de amostras solidificadas direcionalmente (SD) testadas. Além disso, a dureza Vickers impõe tensões menores relacionadas a ela do que aquelas envolvidas na determinação de  $\sigma_u$ , o que pode ser a causa da estabilidade da dureza. Em contrapartida, a adição de Ni promoveu o crescimento de Al<sub>3</sub>Ni, bem como variação na dureza. Apesar da variação das frações de Al<sub>3</sub>Ni entre as ligas testadas, a combinação e interação de Al<sub>3</sub>Ni+Si e a variação de tamanho do Si (fase mais dura) pareceram ter o melhor potencial para aumentar a dureza das ligas contendo Ni, particularmente para as amostras solidificadas direcionalmente (SD) mais refinadas.

Apesar de muito menor em tamanho, as mesmas fases Si e Al<sub>3</sub>Ni foram desenvolvidas durante a solidificação sob tratamento a laser, constituindo um conjunto de fases que suportam a carga transferida do α-Al. As amostras refundidas a laser (RSL) alcançaram uma dureza superior de 145 HV. Isto significa um aumento de aproximadamente 56% na dureza se comparado a solidificação direcional (SD), confirmando a eficácia do tratamento a laser na melhoria da dureza de uma liga AlSi10Mg modificada com Ni. A mistura eutética refinada e a resultante distribuição homogênea das partículas intermetálicas, resultante do tratamento a laser, são as principais responsáveis pelos maiores valores de dureza das zonas refundidas. Aumento semelhante de 60 HV para 115 HV foi relatado por Cheung *et al.* [211] após analisar a zona fundida de uma liga de Al-9%Si (% em peso) processada usando um laser de CO<sub>2</sub> operado a 1 kW e 8,33 mm/s.

No caso da fase Al<sub>3</sub>Ni na região tratada a laser, as fases foram morfologicamente alteradas de espinha de peixe para placas muito pequenas, e no caso do Si, foram morfologicamente transformadas a partir de placas até fibras muito finas, como puderam ser vistas nas imagens de MEV nas Figuras 4.28 a 4.35 (Si: áreas cinzentas e Al<sub>3</sub>Ni: áreas brancas). Devido às altas taxas de resfriamento, vários relatos na literatura apoiam o crescimento de fibras de Si nas ligas Al-Si [75, 163].

A diferença de 4x na densidade de energia do laser usada para a refusão superficial a laser (RSL) não resultou em uma diferença significativa na dureza. Isso prova que o tratamento a laser foi bem-sucedido no refinamento da microestrutura e no aprimoramento das propriedades mecânicas superficiais das ligas examinadas.

#### 4.7.2 Nanodureza das amostras refundidas a laser (RSL)

A análise micromecânica de microestruturas apresentando diferentes fases nas regiões de topo da região tratada a laser das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni foi conduzida usando nanoindentação de alta velocidade para as amostras refundidas a laser (RSL) processadas a 100 J/mm<sup>2</sup> e 400 J/mm<sup>2</sup>. A Figura 4.51a mostra uma imagem de MEV representativa da região tratada a laser da liga 3Ni processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. Uma grade de nanoindentação foi aplicada em uma área de teste medindo um total de 20  $\mu$ m por 20  $\mu$ m para abranger grupos de todas as fases da microestrutura. Foi garantido que a profundidade da indentação permanecesse significativamente menor que o espaçamento entre duas indentações e o tamanho característico das diferentes fases, permitindo a captura das propriedades mecânicas de cada cluster. Os valores de dureza foram determinados para cada indentação usando o método Oliver & Pharr [212]. É importante notar que os clusters identificados estavam relacionados aos constituintes  $\alpha$ -Al, Al+Si e Al+Si+Al<sub>3</sub>Ni formando a microestrutura.



Figura 4.51 – Imagem típica de (a) MEV e (b) mapa de clusters de dureza para a amostra refundidas a laser (RSL) da liga 3Ni no centro da região tratada a laser processada a 400 J/mm<sup>2</sup>. Os círculos coloridos na sobreposição correspondem ao agrupamento de três fases na microestrutura. Observe que a cor dos símbolos do cluster circular não se correlaciona com o espectro de cores.

Todos os clusters foram então categorizados em diversas distribuições gaussianas usando GMM, com base no número de diferentes fases observadas na imagem de MEV. Para composições com Ni o valor de k no GMM foi definido como três, enquanto para composições sem Ni foi agrupado como dois. A Figura 4.51b ilustra o mapa de dureza da microestrutura obtido após agrupamento do GMM. Os três grupos de clusters são representados por três círculos de cores diferentes, sem relação com o espectro de cores.

A distribuição de dureza dos diferentes constituintes no topo da região tratada a laser das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni pode ser vista na Figura 4.52 após a refusão com uma densidade de energia de 100 J/mm<sup>2</sup>. O gráfico mostra que a liga 0Ni compreende duas fases ricas em Al e Si. À medida que o teor de Ni aumenta da liga 1Ni para 3Ni, uma terceira fase é desenvolvida, assim como ocorre o aumento da dureza nesta mesma sequência. O aumento da dureza do constituinte Al+Si+Al<sub>3</sub>Ni com o aumento do teor de Ni pode ser esperado devido ao aumento da fração intermetálica Al<sub>3</sub>Ni, conforme demonstrado na Figura 4.46. No caso do constituinte Al+Si, o aumento da dureza com o aumento do Ni pode não estar associado a uma maior fração de Si, mas sim a uma modificação no tamanho do Si com o aumento do teor de Ni.



Figura 4.52 – Comparação de histogramas de nanoindentação para as amostras refundidas a laser (RSL) das ligas: (a) 0Ni; (b) 1Ni; (c) 2Ni; e (d) 3Ni processadas a 100 J/mm<sup>2</sup>. Estes resultados referem-se às regiões do topo da região tratada a laser.

Da mesma forma, a Figura 4.53 apresenta a distribuição de dureza dos diferentes constituintes no topo da região tratada a laser das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni após a refusão com uma densidade de energia de 400 J/mm<sup>2</sup>. A distribuição de dureza da liga 0Ni é mais amplamente espalhada para amostra processada a 400 J/mm<sup>2</sup> em comparação com 100 J/mm<sup>2</sup>. Por outro lado, as durezas médias para o constituinte (Al+Si), independentemente do teor de Ni, são menores em 400 J/mm<sup>2</sup> do que em 100 J/mm<sup>2</sup>. Isso ocorre porque a solidificação é mais lenta a 400 J/mm<sup>2</sup>, resultando em microestrutura mais grosseira em comparação a 100 J/mm<sup>2</sup>. Enquanto isso, o grupo Al+Si+Al<sub>3</sub>Ni exibe uma distribuição de dureza relativamente consistente para todo o teor de

Ni, seja processada a 100 J/mm<sup>2</sup> ou 400 J/mm<sup>2</sup>. Vale ressaltar que a densidade de energia empregada durante a refusão tem um impacto discernível nas propriedades micromecânicas da microestrutura dentro da região tratada a laser.



Figura 4.53 – Comparação de histogramas de nanoindentação para as amostras refundidas a laser (RSL) das ligas: (a) 0Ni; (b) 1Ni; (c) 2Ni; e (d) 3Ni processadas a 400 J/mm<sup>2</sup>. Estes resultados referem-se às regiões do topo da região tratada a laser.

A fim de examinar as variações na dureza observadas para o constituinte Al+Si, foram avaliados os parâmetros de tamanho das partículas de Si determinados por meio de segmentação utilizando o software Avizo. De acordo com a Figura 4.54, é possível observar o aumento da nanodureza média com o aumento da largura e do comprimento do Si. Esse resultado pode ser atribuído ao fato de a nanoindentação proporcionar indentações da ordem de 0,5 µm, assim, com o aumento da largura e comprimento do Si, há maior probabilidade de a nanoindentação ser impressa sob a partícula de Si, que dentre as fases presentes nas ligas aqui estudadas, é a fase com maior dureza [141, 142, 213]. Portanto, partículas maiores de Si aumentam a dureza do grupo Al+Si à medida que o teor de Ni aumenta. Além disso, tendências experimentais lineares foram derivadas para representar as evoluções da largura e do comprimento.



Figura 4.54 – Largura e comprimento do Si em função da nanodureza da região Al+Si para as ligas refundidas a laser 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni, considerando as regiões do topo da região tratada a laser.

#### 4.8 Resistência ao desgaste e análises de superfícies desgastadas

A Figura 4.55 mostra um esquema de imagens de microscopia óptica evidenciando a seção transversal de uma camada refundida por meio de trilhas sobrepostas da liga 3Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>. O intuito dessa figura é

exemplificar a região em que os testes de desgaste foram realizados nas amostras refundidas a laser (RSL).



Figura 4.55 – Esquema de imagens de microscópio óptico evidenciando a seção transversal de uma camada refundida por trilhas sobrepostas da liga 3Ni processada a 100 J/mm<sup>2</sup>.

Calotas representativas obtidas através dos ensaios de desgaste para a liga 3Ni são mostradas na Figura 4.56. Observa-se que os diâmetros das calotas aumentaram com a mudança do processo utilizado, de refusão superficial a laser (RSL) para solidificação direcional (SD), assim como para maior tempo e maior carga utilizada nos testes.







(c)

Figura 4.56 – Imagens das calotas típicas obtidas através dos ensaios de desgaste para a liga 3Ni: (a) RSL - 100 J/mm<sup>2</sup>: 10 min - 0,5 N; (b) SD: 10 min - 0,5 N; e (c) SD: 60 min - 1N.

As relações experimentais entre o volume de desgaste e a raiz quadrada inversa de  $\lambda$ , conforme mostrado na Figura 4.57, permitiram uma comparação entre as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni, ao mesmo tempo que levaram em consideração o indicador de escala da microestrutura. Os volumes desgastados na Figura 4.57a são aproximadamente 10 vezes maiores que os observados na Figura 4.57b.

Ao comparar as amostras solidificadas direcionalmente (SD) submetidas a requisitos de dano superficial mais rigorosos (60 min/1 N), observa-se que as ligas modificadas com Ni (1Ni, 2Ni e 3Ni) tiveram sua resistência aumentada em comparação com a liga 0Ni. Ao utilizar este tempo e esta carga, a superfície desgastada torna-se muito deformada plasticamente, aumentando a dependência do dano da superfície em relação às propriedades mecânicas. Ligas contendo Ni apresentam maior dureza e, consequentemente, tornam-se mais resistentes sob tais condições de desgaste. Em contrapartida, a escala  $\lambda^{-}$ <sup>1/2</sup> não possibilita variações expressivas do volume de desgaste. Isso ocorre porque as microestruturas da amostra solidificadas direcionalmente (SD) são formadas por partículas grosseiras de Si e Al<sub>3</sub>Ni, conforme mostrado nas Figuras 4.18 e 4.19. Apesar da mudança na concentração de Ni, a ausência de refinamento dessas estruturas durante a solidificação lenta não teve efeito na resistência ao desgaste, como pode ser visto na Figura 4.61a sob testes de desgaste prolongados.

A dureza das ligas modificadas com Ni, por exemplo, considerando amostras P1 (maiores taxas de resfriamento), é de aproximadamente 93 HV, enquanto a liga 0Ni possui dureza de 71 HV. Como resultado, a liga 0Ni solidificada direcionalmente (SD) apresentou resistência ao desgaste ligeiramente reduzida, como pode ser visto na Figura 4.61a. Cruz *et al.* [157] usaram o mesmo ensaio de desgaste por esfera rotativa para investigar a resistência ao desgaste de ligas binárias hipoeutéticas Al-Si e também observaram pequenas variações no volume de desgaste em testes semelhantes de longo prazo, 40 min a 0,6 N. Descobriu-se que a escala do espaçamento dendrítico tem algum efeito na resistência ao desgaste em seus resultados, como observado ligeiramente aqui para as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni. Ainda de acordo com o estudo de Cruz *et al.* [157], o refinamento da matriz dendrítica aumentou a resistência ao desgaste porque as partículas de Si tornaram-se mais refinadas e distribuídas uniformemente. Para as ligas aqui estudadas, apenas a liga 0Ni apresentou uma maior sensibilidade a  $\lambda$ , enquanto que para as ligas contendo Ni, nenhum efeito de  $\lambda$  pode ser demonstrado para as ligas 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD).

Quando comparados com a Figura 4.61a, os resultados dos testes de desgaste de curto prazo na Figura 4.61b foram muito distintos. Sob estas condições, a liga 1Ni solidificada direcionalmente (SD), demonstrou resistência ao desgaste superior. A dureza não foi considerada um fator de controle neste caso, uma vez que as ligas 2Ni e 3Ni são mais duras e apresentaram a menor resistência ao desgaste, equiparado a liga 0Ni. A menor fração e a existência de uma mistura de morfologia do tipo placas, blocos e espinha de peixe para as partículas Al<sub>3</sub>Ni na liga 1Ni pode favorecer uma camada de "debris" mais estável/compacta. As características relacionadas a esta camada parecem gerar uma melhor resistência ao desgaste para a liga 1Ni.



(a)



(b)

Figura 4.57 – Evolução do volume desgastado em relação ao espaçamento microestrutural: (a) amostras solidificadas direcionalmente (SD) para o tempo de ensaio de 60 min e carga de 1 N, e (b) amostras solidificadas direcionalmente (SD) e refundidas a laser (RSL) para o tempo de ensaio de 10 min e carga de 0,5 N.

Duas escalas  $\lambda^{-1/2}$  podem ser vistas na Figura 4.57b: de 0,04 a 0,12 µm<sup>-1/2</sup> para as amostras solidificadas direcionalmente (SD) e de 0,6 a 0,9 µm<sup>-1/2</sup> para as amostras refundidas a laser (RSL). Os dados de desgaste de curto prazo das amostras refundidas a laser (RSL) não mostram nenhuma tendência definitiva, com volumes de desgaste próximos para todas as condições e ligas testadas.

A Figura 4.58 mostra algumas imagens MEV típicas das morfologias superficiais após o desgaste de amostras solidificadas direcionalmente (SD), mostrando bordas típicas entre a área não desgastada (direita) e a área danificada (esquerda). De acordo com Reddy *et al.* [214], crateras rugosas podem fornecer um plano estriado no regime de desgaste moderado, como visto

em todos os casos aqui examinados. Ranhuras mais rasas também parecem caracterizar a liga 1Ni na Figura 4.58. Neste caso, a presença de partículas duras de Al<sub>3</sub>Ni com uma variedade de morfologias mais compactas provavelmente aumentou a resistência ao desgaste por 10 min a 0,5 N.

O processo de desgaste de curto prazo (Figura 4.57b) parece estar relacionada à camada de debris compactados formada *in situ* entre a liga e a esfera de aço. Estudos anteriores da superfície de desgaste e dos debris em ligas de Al-Si [215–217] demonstraram que a camada pode ser composta de uma mistura mecânica ultrafina de óxidos, partículas contendo Al, Si e Fe geradas durante o processo de desgaste. De fato, quando o tamanho e a distribuição do Si são examinados após o desgaste, as partículas aparecem fragmentadas e orientadas paralelamente à direção de deslizamento, como mostrado pelo contraste verde no mapeamento elementar EDS na Figura 4.58.

Nas amostras solidificadas direcionalmente (SD) (Figura 4.58), o mecanismo de desgaste dominante está associado ao modo adesivo. Notavelmente, longos sulcos paralelos são evidentes ao longo da direção de deslizamento, e sua profundidade permanece consistente, independentemente da variação no teor de Ni. Essas ranhuras são consequência de partículas duras que ficam presas durante os ensaios de desgaste. Além disso, camadas fragmentadas revestidas de Si (linhas brancas) parecem ser mais espessas em ligas contendo maior teor de Ni.



Figura 4.58 – Imagens MEV e dados EDS das amostras das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni solidificadas direcionalmente (SD) mostrando superfícies desgastadas.

Durante sua pesquisa sobre o desgaste de seis ligas fundidas quaternárias de AI-40%Zn-3%Cu-(0, 5 e 3%)Ni (% em peso), Savaskan *et al.* [218] também notaram superfícies de desgaste com manchas e arranhões. Além disso, Li *et al.* [219] e Mirzaee Moghadam *et al.* [137] desenvolveram estudos com adição de Ni em ligas de AI com análises de desgaste que destacaram a possibilidade de maior resistência ao desgaste para amostras com dispersão mais uniforme de intermetálicos ricos em Ni e melhor ligação com a matriz rica em AI. O parâmetro que traduz a interação entre a matriz dendrítica, a mistura eutética e as segundas fases é o espaçamento dendrítico [220].

A Figura 4.59a exibe imagens MEV no modo SE tiradas do topo da região tratada a laser para amostras refundidas a laser (RSL) preparadas sem ataque químico e com grande contraste. Como resultado, as fases formadas – matriz α-AI (cinza escuro), Si (cinza claro) e Al<sub>3</sub>Ni (branco) – podem ser altamente perceptíveis. Pode-se notar a predominância de células seccionadas orientadas nas seções transversais. Em outras palavras, as células no topo da região tratada a laser mudaram sua orientação de crescimento em relação à base e começaram a crescer na mesma direção do feixe laser, conforme documentado em outras investigações na literatura [221–224]. São formadas células muito finas com uma faixa estreita de 1,0 μm a 2,0 μm de espaçamento. As fases interdendríticas organizam-se em paredes esqueléticas de alta densidade. Todas as ligas testadas a 100 J/mm<sup>2</sup> apresentam microestrutura semelhante, apesar da fase Al<sub>3</sub>Ni estar presente em ligas quaternárias, conforme demonstrado pelo mapeamento EDS.

Uma forma fibrosa das fases agregadas que constituem as paredes esqueléticas foi morfologicamente distinta na Figura 4.59b, graças ao procedimento de ataque profundo. O Al<sub>3</sub>Ni é representado por zonas de contraste mais esbranquiçadas, enquanto o Si é representado por áreas mais acinzentadas. De acordo com o nível de alinhamento das partículas, a pesquisa de Canté *et al.* [168] mostrou o crescimento de fibras eutéticas como Al-Al<sub>3</sub>Ni em ligas binárias hipoeutéticas de Al-Ni, que foram citadas como fonte de aumento da resistência da liga.

De acordo com Stadler *et al.* [134], a fase Al<sub>3</sub>Ni contribui para a resistência da liga ao estabilizar a contiguidade da rede eutética Al-Si. Essa interconectividade de fases também foi observada nos resultados atuais do EDS na Figura 4.59b (coluna de imagens à direita). O exame de desgaste de curto prazo das amostras refundidas a laser (RSL) (por 10 min a 0,5 N) não revelou diferenças significativas em termos de teor de Ni,  $\lambda$  ou densidade de energia na Figura 4.57b (no lado direito do gráfico). No entanto, a resistência ao desgaste foi globalmente melhorada devido ao tratamento de superfície a laser quando comparada às amostras solidificadas direcionalmente (SD).

## 100 J/mm<sup>2</sup>



Figura 4.59 – Imagens MEV no modo elétrons secundários (SE): (a) sem ataque; e (b) após ataque profundo com mapas EDS das amostras refundidas a laser (RSL) das ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni processadas a 100 J/mm<sup>2</sup> antes dos testes de desgaste.

De fato, uma microestrutura extremamente fina definiu os contornos da região tratada a laser, como também relatado na literatura para ligas SLMed AlSi10Mg [225]. Os presentes resultados indicam uma alta densidade de contornos celulares, o que melhorou a resistência ao desgaste atuando como uma barreira à deformação plástica, como também demonstrado em um estudo

com a liga AlSi10Mg por Liu *et al.* [67]. Isto também é consistente com os resultados reportados por Rathod *et al.* [226] em ligas Al-12%Si (% em peso).

A Figura 4.60 mostra superfícies desgastadas menos danificadas para as amostras refundidas a laser (RSL) em comparação com aquelas da Figura 4.58 para amostras solidificadas direcionalmente (SD). Os mecanismos de desgaste descritos para sistemas tribológicos semelhantes consistindo de aço e liga AlSi10Mg [227, 228] correspondem aos observados neste estudo. Os mecanismos de desgaste observados incluem a formação de uma camada protetora de óxido e um mecanismo de desgaste adesivo. O mapeamento EDS revela evidências de intensa formação de óxido de ferro na superfície da amostra, devido principalmente a uma possível transferência de Fe da superfície da esfera de aço [229]. Longas ranhuras paralelas podem ser vistas ao longo da direção de deslizamento. As ranhuras foram o resultado de partículas duras que ficaram presas na esfera durante os testes de desgaste. Também pode haver evidências de delaminação de óxido e algumas fissuras [230].

Ao comparar as amostras solidificadas direcionalmente (SD) e as refundidas a laser (RSL) da liga 1Ni na Figura 4.57b, que possuem aproximadamente o mesmo volume de desgaste e durezas muito diferentes (SD: 80 HV; RSL: 127 HV), é possível confirmar que a microestrutura da superfície das amostras solidificadas direcionalmente (SD) ( $\lambda$  e morfologias de fase) e mecanismos de desgaste são mais importantes na determinação da resistência ao desgaste da liga, considerando as condições testadas.



Figura 4.60 – Imagens MEV e dados EDS das amostras refundidas a laser (RSL) das ligas 0Ni e 3Ni processadas a 100 J/mm<sup>2</sup> mostrando morfologias de superfície desgastadas.

#### 5 CONCLUSÕES

Mediante os resultados das investigações teóricas e experimentais conduzidas ao longo desse Doutorado com as ligas 0Ni, 1Ni, 2Ni e 3Ni, as seguintes conclusões foram inferidas:

- As microestruturas das amostras solidificadas direcionalmente (SD) de todas as ligas examinadas geraram matrizes dendríticas α-AI bem definidas com mudanças perceptíveis na escala de comprimento dendrítico em função da taxa de resfriamento, †, e da velocidade de solidificação, V<sub>L</sub>, ao longo do comprimento das peças fundidas.
- O padrão dendrítico mostrou-se caracterizado por braços primários (λ<sub>1</sub>), secundários (λ<sub>2</sub>) e terciários (λ<sub>3</sub>) bem definidos com áreas interdendríticas compostas por α-Al; partículas de Si, intermetálicos Mg<sub>2</sub>Si e Al<sub>3</sub>Ni.
- A liga 0Ni resultou em um perfil de λ<sub>2</sub> superior ao das demais ligas. As adições de Ni são capazes de refinar λ<sub>2</sub> uma vez que o Ni permanece no interior dos canais interdendríticos causando instabilidades laterais, favorecendo à formação de ramos secundários.
- Os padrões de difração de raios-X confirmaram a presença das fases α-Al, Si, Mg<sub>2</sub>Si e Al<sub>3</sub>Ni nas ligas AlSi10Mg-Ni.
- A liga 1Ni exibiu crescimento de placas e de blocos de Al<sub>3</sub>Ni, juntamente com partículas semelhantes a espinhas de peixe.
- As proporções de Si e Al<sub>3</sub>Ni, suas morfologias e a interconectividade entre eles parecem ser otimizadas para a liga 1Ni com λ<sub>2</sub> de 18 μm. Como resultado, a menor adição de Ni (1,0% em peso) avaliada aqui é favorecida para melhorar as propriedades mecânicas da liga AlSi10Mg.
- Maiores densidades de energia do laser levaram a maiores espaçamentos microestruturais devido a uma maior quantidade de

energia acumulada na poça fundida, resultando em engrossamento da microestrutura. Além disso, o espaçamento na região tratada a laser diminuiu com o aumento do teor de Ni.

- A refusão superficial a laser (RSL) alterou a configuração microestrutural, formando células muito pequenas, cerca de 100 vezes menores que os arranjos dendríticos das amostras solidificadas direcionalmente (SD) envoltas em arranjos esqueléticos de Si + Al<sub>3</sub>Ni.
- λ<sub>1</sub> variou de um valor médio de aproximadamente 440 µm nas amostras solidificadas direcionalmente (SD) até um espaçamento médio microestrutural de aproximadamente 1,8 µm na parte central das zonas refundidas.
- Os modelos de equilíbrio e Scheil não representaram as frações de fase experimental relacionadas à RSL, embora tenham sido seguidas as tendências de aumento da fração Al<sub>3</sub>Ni e diminuição da fração α-Al à medida que o teor de Ni da liga aumentava. Scheil não foi capaz de representar o modo de solidificação devido à solidificação extremamente rápida no processo de refusão superficial a laser (RSL), mas a redistribuição completa do soluto nas fases sólida e líquida esperada no equilíbrio aproximou-se da dinâmica experimental de solidificação.
- Uma grande concordância entre as previsões teóricas (Bouchard-Kirkaldy) e os resultados experimentais foi observada para os espaçamentos microestruturais tanto das amostras solidificadas direcionalmente (SD) quanto das amostras refundidas as laser (RSL)
- A refusão superfícial a laser (RSL) demonstrou ter uma influência notável na dureza de todas as superfícies tratadas das amostras analisadas. A fina mistura eutética e a resultante distribuição homogênea das partículas intermetálicas, resultante do tratamento a laser, são as principais responsáveis pela maior dureza das zonas refundidas.

- Os clusters identificados durante o mapeamento de nanodureza foram relacionados aos grupos de constituintes α-Al, Al+Si e Al+Si+Al<sub>3</sub>Ni. A dureza do constituinte Al-Si-Al<sub>3</sub>Ni aumentou com o aumento do teor de Ni devido ao aumento da fração intermetálica Al<sub>3</sub>Ni. A dureza média do constituinte (Al+Si), independente do teor de Ni, foi menor em 400 J/mm<sup>2</sup> do que em 100 J/mm<sup>2</sup>. Partículas maiores de Si aumentaram a dureza do grupo Al+Si à medida que o teor de Ni aumentou.
- Ensaios de desgaste de curto prazo (10 min a 0,5 N) revelaram que as amostras da liga 1Ni solidificada direcionalmente (SD) apresentaram maior resistência devido à estabilidade e compactação da camada de debris formada durante o desgaste.
- As amostras refundidas a laser (RSL) apresentaram alta resistência ao desgaste atribuída à alta densidade dos contornos celulares atuando como uma barreira à deformação plástica. Além disso, o desgaste nas amostras tratadas a laser mostrou-se ser independente do teor de Ni e das variações de dureza.

### 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar o comportamento em corrosão das ligas AlSi10Mg, AlSi10Mg-1Ni, AlSi10Mg-2Ni e AlSi10Mg-3Ni, completando o entendimento de propriedades associadas a essas ligas.
- Analisar as alterações de propriedades das ligas AlSi10Mg, AlSi10Mg-1Ni, AlSi10Mg-2Ni e AlSi10Mg-3Ni após tratamentos térmicos, visando analisar a estabilidade térmica.
- Analisar debris derivados e coletados em ensaios de desgaste microadesivo das ligas AlSi10Mg, AlSi10Mg-1Ni, AlSi10Mg-2Ni e AlSi10Mg-3Ni, utilizando microscopia eletrônica de transmissão (MET), realizando microanálises elementares, buscando a melhor compreensão de que maneira cada fase e/ou constituinte atuou nos mecanismos de desgaste identificados.
## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- SAJEDI, Z. et al. Thermal fatigue testing of laser powder bed fusion (L-PBF) processed AlSi7Mg alloy in presence of a quasi-static tensile load.
   Materials Science and Engineering: A, 789, 139617, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2020.139617">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2020.139617</a>.
- HU, H.E.; WANG, X.; DENG, L. High temperature deformation behavior and optimal hot processing parameters of Al–Si eutectic alloy. Materials Science and Engineering: A, 576, 45–51, 2013. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.03.059">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.03.059</a>>.
- [3] ZHUANG, Y.X. et al. Eutectic spacing and faults of directionally solidified Al–Al 3 Ni eutectic. Science and Technology of Advanced Materials, 2, 1, 37–39, 2001. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S1468-6996(01)00023-7">http://dx.doi.org/10.1016/S1468-6996(01)00023-7</a>>.
- [4] HUNT JR, W.H. New Directions in Aluminum-Based P/M Materials for Automotive Applications. SAE transactions, 109, 90–97, 2000.
- [5] AFONSO, C.R.M. et al. Rapid solidification of an AI-5Ni alloy processed by spray forming. Materials Research, 15, 5, 779–785, 2012. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1590/S1516-14392012005000044">http://dx.doi.org/10.1590/S1516-14392012005000044</a>>.
- [6] KURZ, W.; FISHER, D.J. Fundamentals of Solidification. 4<sup>a</sup> ed. Trans. Tech. Publications Ltd, 1984.
- [7] GARCIA, A. Solidificação: Fundamentos e Aplicações. 2ª Ediçãoª ed.
   Campinas: Editora da Unicamp: 2007.
- [8] TRIVEÑO RIOS, C. et al. Directional and rapid solidification of Al–Nb–Ni ternary eutectic alloy. Materials Science and Engineering: A, 375–377, 565–570, 2004. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.187">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.187</a>>.
- [9] JUNG, H. et al. Columnar to equiaxed transition during directional solidification in refined Al-based alloys. Journal of Alloys and Compounds, 484, 1–2, 739–746, 2009. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.05.029">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.05.029</a>>.
- [10] BARTHOLOMEW, D.M.L.; HELLAWELL, A. Changes of growth conditions

in the vertical Bridgman-Stockbarger method for the solidification of aluminum. **Journal of Crystal Growth**, 50, 2, 453–460, 1980. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0022-0248(80)90093-7">http://dx.doi.org/10.1016/0022-0248(80)90093-7</a>>.

- [11] RIOS, C.T.; CARAM, R. Primary dendrite spacing as a function of directional solidification parameters in an AI Si Cu alloy. Journal of Crystal Growth, 174, 1–4, 65–69, 1997. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S0022-0248(96)01061-5">http://dx.doi.org/10.1016/S0022-0248(96)01061-5</a>>.
- [12] QU, M. et al. Interfacial morphology evolution in directionally solidified Al-1.5%Cu alloy. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 25, 2, 405–411, 2015. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(15)63617-2">http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(15)63617-2</a>>.
- PALIWAL, M.; JUNG, I.-H. The evolution of the growth morphology in Mg– Al alloys depending on the cooling rate during solidification. Acta Materialia, 61, 13, 4848–4860, 2013. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.04.063">http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.04.063</a>>.
- [14] GOMES, L.G. Microestrutura Dendrítica, Macrossegregação e Microporosidade na Solidificação de Ligas Ternárias Al-Si-Cu. Universidade Estadual de Campinas, 2012.
- [15] BERGMAN, T.L. et al. Fundamentals of Heat and a Mass Transfer. vol.1. Wiley, 2011.
- [16] ÇENGEL, Y.A.; GHAJAR, A.J. Heat and Mass Transfer: Fundamentals and Applications. 6<sup>a</sup> ed. New York: McGraw-Hill, 2020.
- [17] CALLISTER JR, W.D. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 7<sup>a</sup> ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- [18] ROSA, D.M. Estruturas celulares, Transição Celular / Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória. Universidade Estadual de Campinas, 2007.
- [19] SCHEIL, E. Zeitschrift fur metalkunde. 1942.
- [20] CANTE, M. V. Solidificação transitoria, microestrutura e propriedades de ligas Al-Ni. Universidade Estadual de Campinas, 2009.
- [21] BRITO, C.C.D. Parâmetros térmicos e microestruturais na solidificação transitória de Ligas AI-Mg e AI-Mg-Si e correlação com

resistências mecânicas e à corrosão. Universidade Estadual de Campinas, 2016.

- [22] STEFANESCU, D.M.; RUXANDA, R. Fundamentals of Solidification. in ASM Handbook, 9, 71–92, 2004.
- [23] BERTELLI, F. Modelagem numérica e análise experimental de parâmetros térmicos e microestruturais na solidificação radial de ligas binárias. Universidade Estadual de Campinas, 2012.
- [24] KIRKALDY, J.S.; VENUGOPALAN, D. Pattern selection relations for deeprooted binary alloy cells. Scripta Metallurgica, 23, 9, 1603–1608, 1989.
   Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0036-9748(89)90137-3">http://dx.doi.org/10.1016/0036-9748(89)90137-3</a>>.
- [25] KIRKALDY, J.S.; LIU, L.X.; KROUPA, A. Thin film forced velocity cells and cellular dendrites—II. Analysis of data. Acta Metallurgica et Materialia, 43, 8, 2905–2915, 1995. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0956-7151(95)00030-Y">http://dx.doi.org/10.1016/0956-7151(95)00030-Y</a>>.
- [26] LI, J.; YANG, G.; ZHOU, Y. Mode of Dendrite Growth in Undercooled Alloy Melts. Materials Research Bulletin, 33, 1, 141–148, 1998. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S0025-5408(97)00199-2">http://dx.doi.org/10.1016/S0025-5408(97)00199-2</a>>.
- [27] TRIVEDI, R. Interdendritic Spacing: Part II. A Comparison of Theory and Experiment. Metallurgical Transactions A, 15, 6, 977–982, 1984.
   Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/BF02644689">http://dx.doi.org/10.1007/BF02644689</a>>.
- [28] BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J.S. Prediction of dendrite arm spacings in unsteady-and steady-state heat flow of unidirectionally solidified binary alloys. Metall. Mater. Trans. B, 28, 4, 651–663, 1997.
- [29] PERES, M.D.; SIQUEIRA, C.A.; GARCIA, A. Macrostructural and microstructural development in Al–Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions. Journal of Alloys and Compounds, 381, 1–2, 168–181, 2004. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2004.03.107>.
- [30] SPINELLI, J.E.; PERES, M.D.; GARCIA, A. Thermosolutal convective effects on dendritic array spacings in downward transient directional solidification of Al–Si alloys. Journal of Alloys and Compounds, 403, 1–2, 228–238, 2005. Disponível em:

<a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2005.06.010">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2005.06.010</a>>.

- [31] GOULART, P.R. et al. Mechanical properties as a function of microstructure and solidification thermal variables of Al–Si castings.
   Materials Science and Engineering: A, 421, 1–2, 245–253, 2006. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.050">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.050</a>>.
- [32] GANDOLFI, M. et al. Relationship between Microstructure Evolution and Tensile Properties of AlSi10Mg Alloys with Varying Mg Content and Solidification Cooling Rates. Metals, 11, 7, 1019, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.3390/met11071019">http://dx.doi.org/10.3390/met11071019</a>>.
- [33] BRITO, C. et al. Characterization of Dendritic Microstructure, Intermetallic Phases, and Hardness of Directionally Solidified AI-Mg and AI-Mg-Si Alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, 46, 8, 3342–3355, 2015. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-015-2967-4">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-015-2967-4</a>>.
- [34] SÁ, F. et al. The effect of solidification variables on tertiary dendrite arm spacing in unsteady-state directional solidification of Sn–Pb and Al–Cu alloys. Materials Science and Engineering: A, 373, 1–2, 131–138, 2004. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2004.02.010">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2004.02.010</a>>.
- [35] ROCHA, O.L.; SIQUEIRA, C.A.; GARCIA, A. Heat flow parameters affecting dendrite spacings during unsteady-state solidification of Sn-Pb and Al-Cu alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, 34, 4, 995–1006, 2003. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-003-0229-3">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-003-0229-3</a>>.
- [36] CRUZ, K.A.S. da; CHEUNG, N.; GARCIA, A. PARÂMETROS TÉRMICOS, MACROESTRUTURA E MICROESTRUTURA NA SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL DA LIGA AI-20%Sn. Tecnologia em Metalurgia e Materiais, 4, 4, 21–26, 2008. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.4322/tmm.00404004>.
- [37] COSTA, M.O. et al. Thermal analysis via horizontal solidification of Al3Cu2Si (mass%) alloy: thermal and microstructural parameters, intermetallic compounds and microhardness. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 146, 5, 2059–2071, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s10973-020-10419-1">http://dx.doi.org/10.1007/s10973-020-10419-1</a>>.

182

- [38] REYES, R. V. et al. Cooling thermal parameters, microstructural spacing and mechanical properties in a directionally solidified hypereutectic Al–Si alloy. Philosophical Magazine Letters, 96, 6, 228–237, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1080/09500839.2016.1192297">http://dx.doi.org/10.1080/09500839.2016.1192297</a>>.
- [39] DE GOUVEIA, G.L. et al. Slow and rapid cooling of Al–Cu–Si ultrafine eutectic composites: Interplay of cooling rate and microstructure in mechanical properties. Journal of Materials Research, 34, 08, 1381– 1394, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2018.495">http://dx.doi.org/10.1557/jmr.2018.495</a>>.
- [40] OLIVEIRA, R. et al. Transition from high cooling rate cells to dendrites in directionally solidified AI-Sn-(Pb) alloys. Materials Today Communications, 25, 101490, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101490">http://dx.doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101490</a>>.
- [41] HUNT, J.D. Cellular and Primary Dendrite Spacings," in Solidification and Casting of Metals. Proceedings of International Conference on Solidification, 3–9, 1979.
- [42] KURZ, W; FISHER, D.. Dendrite growth at the limit of stability: tip radius and spacing. Acta Metall, 29, 1, 11–20, 1981.
- [43] RAPPAZ, M.; BOETTINGER, W.J. Dendritic Solidification of Multicomponent Alloys With Unequal Liquid Diffusion Coefficients. Acta Metall, 47, 11, 1999.
- [44] TIRYAKIOĞLU, M. A Simple Model to Estimate Solidification Time– Dendrite Arm Spacing Relationships in Cast Aluminum Alloys with Two Major Alloying Additions: Application to the Al-Si-Cu System. Metallurgical and Materials Transactions A, 50, 7, 3030–3032, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-019-05257-2">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-019-05257-2</a>>.
- [45] ROSA, D.M.; SPINELLI, J.E.; GARCIA, A. Tertiary dendrite arm spacing during downward transient solidification of Al–Cu and Al–Si alloys.
   Materials Letters, 60, 15, 1871–1874, 2006. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2005.12.040">http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2005.12.040</a>>.
- [46] PERES, D.M. Desenvolvimento da Macroestrutura e da Microestrutura na Solidificação Unidirecional Transitória de Ligas AI-Si. Universidade Estadual de Campinas, 2005.

- [47] GOULART, P.R. Caractericação da microestrutura de solidificação de ligas AI-Fe e correlação com propriedades mecânicas. Universidade Estadual de Campinas, 2010.
- [48] CRUZ, K.A.S. Microestrutura de Solidificação, Resistência Mecânica e ao Desgaste de Ligas Al-Sn e Al-Si. Universidade Estadual de Campinas, 2008.
- [49] DUARTE, R. Solidificação Unidirecional Transitória, Microestrutura e Propriedades Termofísicas e Mecânicas de Ligas AI-Ag-(Cu). Universidade Estadual de Campinas, 2016.
- [50] FARIA, J.D. Correlações entre variáveis térmicas, microestrutura e propriedades mecânicas das ligas AI-4%Cu e AI-4%Cu-4%Ag solidificadas em regime transitório. Universidade Estadual de Campinas, 2015.
- [51] SILVA, A.P. et al. Microstructural development during transient directional solidification of a hypomonotectic Al–In alloy. Philosophical Magazine Letters, 92, 9, 442–450, 2012. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1080/09500839.2012.685962">http://dx.doi.org/10.1080/09500839.2012.685962</a>>.
- [52] MOUTINHO, D.J.C. Análise da Evolução Microestrutural e da Formação de Macrossegregação e Microporosidade na Solidificação Unidirecional Transitória de Ligas Ternárias AI-Cu-Si. Universidade Estadual de Campinas, 2012.
- [53] DONADONI, B. et al. Tailoring of Microstructures and Tensile Properties in the Solidification of Al-11Si(-xCu) Brazing Alloys. Metals, 8, 10, 784, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.3390/met8100784">http://dx.doi.org/10.3390/met8100784</a>>.
- [54] GOMES, L. Análise da Microestrutura, Parâmetros Térmicos e de Propriedades Mecânicas na Solidificação Direcional de Ligas Al-Mg-Fe. Universidade Estadual de Campinas, 2017.
- [55] PADMANABHAM, G.; BATHE, R. Laser Materials Processing for Industrial Applications. Proceedings of the National Academy of Sciences, India Section A: Physical Sciences, 88, 3, 359–374, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s40010-018-0523-5">http://dx.doi.org/10.1007/s40010-018-0523-5</a>>.
- [56] CHEUNG, N. Simulação numerica de tratamento superficial por

refusão a laser: interação radiação laser-materia e solidificação. . Tese de doutorado: Unicamp, 2003.

- [57] SHIN, Y.C. et al. Overview of Laser Applications in Manufacturing and Materials Processing in Recent Years. Journal of Manufacturing Science and Engineering, 142, 11, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1115/1.4048397">http://dx.doi.org/10.1115/1.4048397</a>>.
- [58] BANDYOPADHYAY, A. et al. Alloy design via additive manufacturing: Advantages, challenges, applications and perspectives. Materials Today, 52, 207–224, 2022. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.mattod.2021.11.026">http://dx.doi.org/10.1016/j.mattod.2021.11.026</a>>.
- [59] LANGNAU, L. Will aluminum become the new hot material in metal additive manufacturing?. Make Parts Fast, A design world resource.
- [60] MASOOD ARIF BUKHARI, S. et al. Effect of laser surface remelting on Microstructure, mechanical properties and tribological properties of metals and alloys: A review. Optics & Laser Technology, 165, 109588, 2023. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.optlastec.2023.109588">http://dx.doi.org/10.1016/j.optlastec.2023.109588</a>>.
- [61] YILBAS, B.S. et al. Laser treatment of aluminum surface: Analysis of thermal stress field in the irradiated region. Journal of Materials Processing Technology, 209, 1, 77–88, 2009. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.01.047">http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.01.047</a>>.
- [62] KURZ, W; FISHER, D.. Fundamentals of solidification. 4<sup>a</sup> ed. Switzerland: Trans Tech Publications, 1998.
- [63] SALEH, A.F.; ABBOUD, J.H.; BENYOUNIS, K.Y. Surface carburizing of Ti–
   6AI–4V alloy by laser melting. Optics and Lasers in Engineering, 48, 3,
   257–267, 2010. Disponível em:
   <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.optlaseng.2009.11.001">http://dx.doi.org/10.1016/j.optlaseng.2009.11.001</a>>.
- [64] DE DAMBORENEA, J. Surface modification of metals by high power lasers. Surface and Coatings Technology, 100–101, 377–382, 1998. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(97)00652-X">http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(97)00652-X</a>>.
- [65] ZHONG, M.; LIU, W.; ZHANG, H. Corrosion and wear resistance characteristics of NiCr coating by laser alloying with powder feeding on grey iron liner. Wear, 260, 11–12, 1349–1355, 2006. Disponível em:

<a>http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2005.09.033>.</a>

- [66] STEEN, W.M.; MAZUMDER, J. Laser Material Processing. London: Springer London, 2010. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/978-1-84996-062-5">http://dx.doi.org/10.1007/978-1-84996-062-5</a>>.
- [67] LIU, Y.J. et al. Gradient in microstructure and mechanical property of selective laser melted AlSi10Mg. Journal of Alloys and Compounds, 735, 1414–1421, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.11.020">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.11.020</a>>.
- [68] TOMIDA, S. et al. Improvement in wear resistance of hyper-eutectic Al Si cast alloy by laser surface remelting. Surface and Coatings Technology, 169–170, 468–471, 2003. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00100-2">http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(03)00100-2</a>>.
- [69] OSÓRIO, W.R. et al. Corrosion resistance and mechanical properties of an Al 9wt% Si alloy treated by laser surface remelting. International Journal of Electrochemical Science, 4, 6, 820–831, 2009.
- [70] LIEN, H.-H. et al. Microstructure evolution and high density of nanotwinned ultrafine Si in hypereutectic AI-Si alloy by laser surface remelting. Materials Characterization, 161, 110147, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110147">http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110147</a>>.
- [71] ABBOUD, J.; MAZUMDER, J. Developing of nano sized fibrous eutectic silicon in hypereutectic Al–Si alloy by laser remelting. Scientific Reports, 10, 1, 12090, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1038/s41598-020-69072-1">http://dx.doi.org/10.1038/s41598-020-69072-1</a>>.
- [72] ABBOUD, J.H.; KAYITMAZBATIR, M. Microstructural evolution and hardness of rapidly solidified hypereutectic AI-Si surface layers by laser remelting. Advances in Materials and Processing Technologies, 8, 4, 4136–4155, 2022. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1080/2374068X.2022.2037352>.
- [73] RAMOS, L.R. et al. Microestrutura e microdureza da liga Al-Si-Ni eutética tratada por refusão superficial a laser. São Paulo, SP: 72° Congresso Anual da ABM – Internacional, 2017.
- [74] SUŠNIK, J.; ŠTURM, R.; GRUM, J. Influence of Laser Surface Remelting

186

on Al-Si Alloy Properties. **Strojniški vestnik – Journal of Mechanical Engineering**, 58, 10, 614–620, 2012. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.5545/sv-jme.2012.696">http://dx.doi.org/10.5545/sv-jme.2012.696</a>>.

- [75] SPINELLI, J.E.; BOGNO, A.-A.; HENEIN, H. Two-Zone Microstructures in Al-18Si Alloy Powders. Metallurgical and Materials Transactions A, 49, 2, 550–562, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-017-4432-z">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-017-4432-z</a>>.
- [76] MOUSTAFA, M.A. et al. Effect of Mg and Cu additions on the microstructural characteristics and tensile properties of Sr-modified Al-Si eutectic alloys. International Journal of Cast Metals Research, 14, 4, 235–253, 2002. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1080/13640461.2002.11819442>.
- [77] OUELLET, P.; SAMUEL, F.H. Effect of Mg on the ageing behaviour of Al-Si-Cu 319 type aluminium casting alloys. Journal of Materials Science, 34, 19, 4671–4697, 1999. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1023/A:1004645928886">http://dx.doi.org/10.1023/A:1004645928886</a>>.
- [78] BARAL, M.; HA, J.; KORKOLIS, Y.P. Plasticity and ductile fracture modeling of an Al–Si–Mg die-cast alloy. International Journal of Fracture, 216, 1, 101–121, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s10704-019-00345-1">http://dx.doi.org/10.1007/s10704-019-00345-1</a>>.
- [79] YAN, Q.; SONG, B.; SHI, Y. Comparative study of performance comparison of AlSi10Mg alloy prepared by selective laser melting and casting. Journal of Materials Science & Technology, 41, 199–208, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2019.08.049">http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2019.08.049</a>>.
- [80] ARICI, A. Development of Al-Si-Mg Alloys for Permanent Mold Casting and High-Pressure Vacuum Die Casting Applications. Québec, Canadá: University of Québec, 2019.
- [81] KAKITANI, R. Solidificação Transitória das Ligas Al-11%Si e Eutética Al-11%Si-5%Ni: Parâmetros Térmicos, Microestrutura e Propriedades Mecânicas. Universidade Estadual de Campinas, 2017.
- [82] NATORI, K.; UTSUNOMIYA, H.; TANAKA, T. Improvement in formability of semi-solid cast hypoeutectic AI-Si alloys by equal-channel angular

pressing. Journal of Materials Processing Technology, 240, 240–248, 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.09.022>.

[83] KIM, H.Y.; HAN, S.W.; LEE, H.M. The influence of Mn and Cr on the tensile properties of A356–0.20Fe alloy. **Materials Letters**, 60, 15, 1880–1883.

- properties of A356–0.20Fe alloy. **Materials Letters**, 60, 15, 1880–1883, 2006. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2005.12.042">http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2005.12.042</a>>.
- [84] WANG, Q..; APELIAN, D.; LADOS, D.. Fatigue behavior of A356/357 aluminum cast alloys. Part II – Effect of microstructural constituents. Journal of Light Metals, 1, 1, 85–97, 2001. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S1471-5317(00)00009-2">http://dx.doi.org/10.1016/S1471-5317(00)0009-2</a>>.
- [85] WANG, Q..; DAVIDSON, C.. Solidification and precipitation behaviour of Al-Si-Mg casting alloys. Journal of Materials Science, 36, 3, 739–750, 2001. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1023/A:1004801327556">http://dx.doi.org/10.1023/A:1004801327556</a>>.
- [86] ZHANG, Z. et al. Microstructure and Mechanical Properties of AlSi10Mg Permanent Mould and High Pressure Vacuum Die Castings. Proceedings of the 16th International Aluminum Alloys Conference (ICAA16), Montreal, QC, Canada., 17–21, 2018.
- [87] JI, S. et al. Microstructural Evolution and Solidification Behavior of Al-Mg-Si Alloy in High-Pressure Die Casting. Metallurgical and Materials Transactions A, 44, 7, 3185–3197, 2013. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-013-1663-5">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-013-1663-5</a>.
- [88] TREVISAN, F. et al. On the Selective Laser Melting (SLM) of the AlSi10Mg
   Alloy: Process, Microstructure, and Mechanical Properties. Materials, 10,
   1, 76, 2017. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.3390/ma10010076">http://dx.doi.org/10.3390/ma10010076</a>>.
- [89] TANG, M. et al. Rapid Solidification: Selective Laser Melting of AlSi10Mg. JOM, 68, 3, 960–966, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11837-015-1763-3">http://dx.doi.org/10.1007/s11837-015-1763-3</a>.
- [90] BRETON, F.; FOURMANN, J. Alloys with high strength and ductility for high pressure vacuum die casting in automotive body structure applications. NADCA,2016, 2016.
- [91] KEMPEN, K. et al. Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting. Physics Procedia, 39, 439–446, 2012. Disponível

em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.phpro.2012.10.059>.

- [92] MAROLA, S. et al. A comparison of Selective Laser Melting with bulk rapid solidification of AlSi10Mg alloy. Journal of Alloys and Compounds, 742, 271–279, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.309">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.309</a>>.
- KUAI, Z. et al. Effects of remelting on the surface morphology, microstructure and mechanical properties of AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting. Materials Chemistry and Physics, 285, 125901, 2022.
   Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.125901">http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.125901</a>>.
- [94] BOSCHETTO, A.; BOTTINI, L.; PILONE, D. Effect of laser remelting on surface roughness and microstructure of AlSi10Mg selective laser melting manufactured parts. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 113, 9–10, 2739–2759, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s00170-021-06775-3">http://dx.doi.org/10.1007/s00170-021-06775-3</a>>.
- [95] HAN, Q.; JIAO, Y. Effect of heat treatment and laser surface remelting on AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 102, 9–12, 3315– 3324, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s00170-018-03272-y">http://dx.doi.org/10.1007/s00170-018-03272y>.</a>
- [96] ZHANG, J. et al. A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends. Journal of Materials Science & Technology, 35, 2, 270–284, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2018.09.004">http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2018.09.004</a>>.
- [97] ABOULKHAIR, N.T. et al. 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting. Progress in Materials Science, 106, 100578, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578">http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578</a>>.
- [98] WANG, P. et al. A review of particulate-reinforced aluminum matrix composites fabricated by selective laser melting. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 30, 8, 2001–2034, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(20)65357-2">http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(20)65357-2</a>>.

- [99] YU, W.H. et al. Particle-reinforced metal matrix nanocomposites fabricated by selective laser melting: A state of the art review. Progress in Materials Science, 104, 330–379, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.04.006">http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.04.006</a>>.
- [100] OLAKANMI, E.O.; COCHRANE, R.F.; DALGARNO, K.W. A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties. Progress in Materials Science, 74, 401–477, 2015. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.03.002">http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.03.002</a>>.
- [101] LI, R. et al. Developing a high-strength Al-Mg-Si-Sc-Zr alloy for selective laser melting: Crack-inhibiting and multiple strengthening mechanisms.
   Acta Materialia, 193, 83–98, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2020.03.060">http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2020.03.060</a>>.
- [102] GAO, C. et al. Selective laser melting of TiN nanoparticle-reinforced AlSi10Mg composite: Microstructural, interfacial, and mechanical properties. Journal of Materials Processing Technology, 281, 116618, 2020. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116618>.
- [103] HAN, Q. et al. Selective laser melting of advanced Al-Al 2 O 3 nanocomposites: Simulation, microstructure and mechanical properties.
   Materials Science and Engineering: A, 698, 162–173, 2017. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.05.061">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.05.061</a>>.
- [104] LI, X.P. et al. A selective laser melting and solution heat treatment refined Al–12Si alloy with a controllable ultrafine eutectic microstructure and 25% tensile ductility. Acta Materialia, 95, 74–82, 2015. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2015.05.017">http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2015.05.017</a>>.
- [105] ZHUO, L. et al. Effect of post-process heat treatment on microstructure and properties of selective laser melted AlSi10Mg alloy. Materials Letters, 234, 196–200, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2018.09.109">http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2018.09.109</a>>.
- [106] WANG, M. et al. Effects of annealing on the microstructure and mechanical properties of selective laser melted AlSi7Mg alloy. **Materials Science and**

**Engineering: A**, 739, 463–472, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.047">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.047</a>>.

- [107] GARMENDIA, X. et al. Microstructure and mechanical properties of Cumodified AlSi10Mg fabricated by Laser-Powder Bed Fusion. Materialia, 9, 100590, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100590">http://dx.doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100590</a>>.
- [108] MAROLA, S. et al. Alloying AlSi10Mg and Cu powders in laser Single Scan Tracks, melt spinning, and Laser Powder Bed Fusion. Journal of Alloys and Compounds, 821, 153538, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153538">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153538</a>>.
- [109] CHEN, Y. et al. Effects of heat treatment on microstructure and mechanical properties of SLMed Sc-modified AlSi10Mg alloy. Progress in Natural Science: Materials International, 31, 5, 714–721, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.pnsc.2021.08.003">http://dx.doi.org/10.1016/j.pnsc.2021.08.003</a>>.
- [110] YAKUBOV, V. et al. Precipitate formation in cerium-modified additively manufactured AlSi10Mg alloy. Australian Journal of Mechanical Engineering, 1–11, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1080/14484846.2021.1997133">http://dx.doi.org/10.1080/14484846.2021.1997133</a>>.
- [111] FARKOOSH, A.R. et al. Phase formation in as-solidified and heat-treated Al–Si–Cu–Mg–Ni alloys: Thermodynamic assessment and experimental investigation for alloy design. Journal of Alloys and Compounds, 551, 596–606, 2013. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.10.182>.
- [112] ZOLOTOREVSKY, V.S.; BELOV, N.A.; GLAZOFF, M. V. Casting aluminum alloys. Amsterdam: Elsevier, 2007.
- [113] CHEN, C.L.; WEST, G.D.; THOMSON, R.C. Characterisation of Intermetallic Phases in Multicomponent AI-Si Casting Alloys for Engineering Applications. Materials Science Forum, 519–521, 359–364, 2006. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.519-521.359>.
- [114] QIAO, J. et al. Relationship between microstructures and contents of Ca/P in near-eutectic Al–Si piston alloys. Materials Letters, 59, 14–15, 1790–

 1794,
 2005.
 Disponível
 em:

 <http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2005.01.068>.

- [115] LI, R.. et al. Age-hardening behavior of cast Al–Si base alloy. Materials Letters, 58, 15, 2096–2101, 2004. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2003.12.027">http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2003.12.027</a>>.
- [116] HAQUE, M..; MALEQUE, M.. Effect of process variables on structure and properties of aluminium-silicon piston alloy. Journal of Materials Processing Technology, 77, 1–3, 122–128, 1998. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S0924-0136(97)00409-3">http://dx.doi.org/10.1016/S0924-0136(97)00409-3</a>>.
- [117] SAHOO, M.; SMITH, R.W. Mechanical Properties of Unidirectionally Solidified AI-Si Eutectic Alloys. Metal Science, 9, 1, 217–222, 1975. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1179/030634575790444874">http://dx.doi.org/10.1179/030634575790444874</a>>.
- [118] DAY, M..; HELLAWELL, A. The microstructure and crystallography of aluminium—silicon eutectic alloys. Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, 305, 1483, 473–491, 1968. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1098/rspa.1968.0128>.
- [119] BELL, J.A.E.; WINEGARD, W.C. Interconnexion of Silicon in Modified Aluminium–Silicon Eutectic. Nature, 208, 5006, 177–177, 1965. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1038/208177a0">http://dx.doi.org/10.1038/208177a0</a>>.
- [120] REQUENA, G. et al. 3D Architecture and Load Partition in Eutectic Al-Si Alloys. Advanced Engineering Materials, NA-NA, 2009. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1002/adem.200900218">http://dx.doi.org/10.1002/adem.200900218</a>>.
- [121] OGRIS, E. et al. On the silicon spheroidization in Al–Si alloys. Journal of Light Metals, 2, 4, 263–269, 2002. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S1471-5317(03)00010-5">http://dx.doi.org/10.1016/S1471-5317(03)00010-5</a>>.
- [122] ASGHAR, Z.; REQUENA, G.; KUBEL, F. The role of Ni and Fe aluminides on the elevated temperature strength of an AlSi12 alloy. Materials Science and Engineering: A, 527, 21–22, 5691–5698, 2010. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.05.033">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.05.033</a>>.
- [123] ASGHAR, Z.; REQUENA, G.; BOLLER, E. Three-dimensional rigid multiphase networks providing high-temperature strength to cast

AlSi10Cu5Ni1-2 piston alloys. **Acta Materialia**, 59, 16, 6420–6432, 2011. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2011.07.006">http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2011.07.006</a>>.

- [124] BELOV, N.A.; ESKIN, D.G.; AVXENTIEVA, N.N. Constituent phase diagrams of the Al–Cu–Fe–Mg–Ni–Si system and their application to the analysis of aluminium piston alloys. Acta Materialia, 53, 17, 4709–4722, 2005. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2005.07.003">http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2005.07.003</a>>.
- [125] MANASIJEVIĆ, S. et al. Identification of Phases Formed by Cu and Ni in Al-Si Piston Alloys. La Metallurgia Italiana, 106, 3, 13–19, 2014.
- [126] WANG, S.H. et al. Examination on the aging and tensile properties of Al-Zn-Mg/Al3Ni eutectic composite. Metallurgical and Materials Transactions Α. 33. 3. 707-711, 2002. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-002-0135-0>.
- [127] CHEN, H.-L. et al. Thermodynamics of the Al3Ni phase and revision of the Al–Ni system. Thermochimica Acta, 512, 1–2, 189–195, 2011. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.tca.2010.10.005">http://dx.doi.org/10.1016/j.tca.2010.10.005</a>>.
- [128] SAKSL, K.; VOJTĚCH, D.; ĎURIŠIN, J. In situ XRD studies on Al–Ni and Al–Ni–Sr alloys prepared by rapid solidification. Journal of Alloys and Compounds, 464, 1–2, 95–100, 2008. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.10.022">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.10.022</a>>.
- [129] SONG, J.-M.; LIN, T.-Y.; CHUANG, H.-Y. Microstructural Characteristics and Vibration Fracture Properties of Al-Mg-Si Alloys with Excess Cu and Ni. MATERIALS TRANSACTIONS, 48, 4, 854–859, 2007. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.48.854">http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.48.854</a>>.
- [130] BRUNELLI, K.; PERUZZO, L.; DABALÀ, M. The effect of prolonged heat treatments on the microstructural evolution of Al/Ni intermetallic compounds in multi layered composites. Materials Chemistry and Physics, 149–150, 350–358, 2015. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2014.10.028">http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2014.10.028</a>>.
- [131] FAN, Y.; HUANG, K.; MAKHLOUF, M.M. Precipitation Strengthening in Al-Ni-Mn Alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, 46, 12, 5830– 5841, 2015. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-015-3119-6">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-015-3119-6</a>

- [132] GEORGE, F. D.; FORD, J. A.; SALKIND, M. J. The Effect of Fiber Orientation and Morphology on the Tensile Behavior of Al. In:\_\_\_\_\_. Seventieth Annual Meeting of the Society. 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, p. 59-59–17.Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1520/STP43807S">http://dx.doi.org/10.1520/STP43807S</a>>.
- [133] KAKITANI, R. et al. Transient directional solidification of a eutectic Al–Si– Ni alloy: Macrostructure, microstructure, dendritic growth and hardness.
   Materialia, 7, 100358, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100358">http://dx.doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100358</a>>.
- [134] STADLER, F. et al. The Effect of Ni on the High-Temperature Strength of Al-Si Cast Alloys. Materials Science Forum, 690, 274–277, 2011.Disponível em:

<a href="http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.690.274">http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.690.274</a>>.

- [135] BÖYÜK, U.; ENGIN, S.; MARAŞLI, N. Microstructural characterization of unidirectional solidified eutectic Al–Si–Ni alloy. Materials Characterization, 62, 9, 844–851, 2011. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2011.05.010">http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2011.05.010</a>>.
- [136] FANG, L. et al. Effect of Ni addition on tensile properties of squeeze cast Al alloy A380. Advances in Materials and Processing Technologies, 4, 2, 200–209, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1080/2374068X.2017.1411746">http://dx.doi.org/10.1080/2374068X.2017.1411746</a>>.
- [137] MIRZAEE-MOGHADAM, M. et al. Dry sliding wear characteristics, corrosion behavior, and hot deformation properties of eutectic Al–Si piston alloy containing Ni-rich intermetallic compounds. Materials Chemistry and Physics, 279, 125758, 2022. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.125758">http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.125758</a>>.
- [138] WANG, H. et al. Influence of Ni Contents on Microstructure and Mechanical Performance of AlSi10Mg Alloy by Selective Laser Melting. Materials, 16, 13, 4679, 2023. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.3390/ma16134679">http://dx.doi.org/10.3390/ma16134679</a>>.
- [139] CHEN, B. et al. Strength and strain hardening of a selective laser melted AlSi10Mg alloy. Scripta Materialia, 141, 45–49, 2017. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.07.025">http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.07.025</a>>.

- [140] ZHAO, L. et al. Damage mechanisms in selective laser melted AlSi10Mg under as built and different post-treatment conditions. Materials Science and Engineering: A, 764, 138210, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2019.138210">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2019.138210</a>>.
- [141] CHOI, Y.; MATSUGI, K.; SASAKI, G. Manufacturing process of dispersed intermetallic compounds AI alloy composites by using porous nickel. Journal of Composite Materials, 48, 18, 2289–2295, 2014. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1177/0021998313497496">http://dx.doi.org/10.1177/0021998313497496</a>>.
- [142] WALLS, M.G.; CHAUDHRI, M.M.; TANG, T.B. STM profilometry of lowload Vickers indentations in a silicon crystal. Journal of Physics D: Applied Physics, 25, 3, 500, 1992.
- [143] KATTNER, U.R. THE CALPHAD METHOD AND ITS ROLE IN MATERIAL AND PROCESS DEVELOPMENT. Tecnologia em Metalurgia Materiais
   e Mineração, 13, 1, 3–15, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.4322/2176-1523.1059">http://dx.doi.org/10.4322/2176-1523.1059</a>>.
- [144] GANDOLFI, M. Evolução microestrutural e propriedades mecânicas das ligas Al-10%Si-0,45%Mg e Al-10%Si-1,0%Mg. Universidade Federal de São Carlos, 2021.
- [145] LUMLEY, R.N. Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications. 1<sup>a</sup> ed. Woodhead Publishing, 2011.
- [146] ANSI C95.1-1990. "American National Standard Safety Levels with Respect to Human Exposure to Radio Frequency Electromagnetic Fields, 3 kHz to 300 GHz. In:\_\_\_\_\_. Final Draf<sup>a</sup> ed. 1990.
- [147] SILVA, A.P.; SPINELLI, J.E.; GARCIA, A. Thermal parameters and microstructure during transient directional solidification of a monotectic Al– Bi alloy. Journal of Alloys and Compounds, 475, 1–2, 347–351, 2009. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.07.021">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.07.021</a>>.
- [148] ZOLOTOREVSKII, V.S.; BELOV, N.A.; GLAZOFF, M. Casting aluminum alloys. United Kingdon: Elsevier, 2007.
- [149] REYES, R.A. V. Avaliação das microestruturas de solidificação e propriedades de aplicação de ligas monotéticas Al-Bi, Al-Bi-Cu e Al-Bi-Zn. Universidade Federal de São Carlos, 2021.

- [150] ELGAZZAR, H.; EL-HADAD, S.; ABDEL-SABOUR, H. Casting and Laser Surface Melting of 316L Stainless Steel from Scrap Resources. Key Engineering Materials, 835, 306–316, 2020. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.835.306">http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.835.306</a>>.
- [151] QUAZI, M.M. et al. Laser-based Surface Modifications of Aluminum and its Alloys. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 41, 2, 106–131, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1080/10408436.2015.1076716">http://dx.doi.org/10.1080/10408436.2015.1076716</a>>.
- [152] SCHNEIDER, C.A.; RASBAND, W.S.; ELICEIRI, K.W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. Nature Methods, 9, 7, 671–675, 2012. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1038/nmeth.2089">http://dx.doi.org/10.1038/nmeth.2089</a>>.
- [153] ZIMMERMANN, M.; CARRARD, M.; KURZ, W. Rapid solidification of Al-Cu eutectic alloy by laser remelting. Acta Metallurgica, 37, 12, 3305– 3313, 1989. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(89)90203-4">http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(89)90203-4</a>>.
- [154] ASHBY, M.F.; EASTERLING, K.E. The transformation hardening of steel surfaces by laser beams—I. Hypo-eutectoid steels. Acta Metallurgica, 32, 11, 1935–1948, 1984. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(84)90175-5">http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(84)90175-5</a>>.
- [155] LIU, B. et al. Numerical investigation on heat transfer of multi-laser processing during selective laser melting of AlSi10Mg. Results in Physics, 12, 454–459, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.rinp.2018.11.075">http://dx.doi.org/10.1016/j.rinp.2018.11.075</a>>.
- [156] ASTMSTANDARD. E8/E8M 21 Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2021.
- [157] CRUZ, K.S. et al. Dendritic Arm Spacing Affecting Mechanical Properties and Wear Behavior of AI-Sn and AI-Si Alloys Directionally Solidified under Unsteady-State Conditions. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 41, 4, 972–984, 2010. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-009-0161-2">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-009-0161-2</a>.
- [158] ROUSSEEUW, P.J. Least Median of Squares Regression. Journal of the

American Statistical Association, 79, 388, 871–880, 1984. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1080/01621459.1984.10477105">http://dx.doi.org/10.1080/01621459.1984.10477105</a>>.

- [159] ROUSSEEUW, P.J.; DRIESSEN, K. Van. A Fast Algorithm for the Minimum Covariance Determinant Estimator. **Technometrics**, 41, 3, 212–223, 1999.
   Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1080/00401706.1999.10485670">http://dx.doi.org/10.1080/00401706.1999.10485670</a>>.
- [160] CORRADI, C.A. de L.; MOITA, G.F.; BIAZI, E. Modelos matemáticos para a relação entre composição química, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas de alumínio fundidas hipoeutéticas e eutéticas. Rem: Revista Escola de Minas, 63, 3, 483–491, 2010. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1590/S0370-44672010000300010">http://dx.doi.org/10.1590/S0370-44672010000300010</a>>.
- [161] QUARESMA, J.M. V.; SANTOS, C.A.; GARCIA, A. Correlation between unsteady-state solidification conditions, dendrite spacings, and mechanical properties of Al-Cu alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, 31, 12, 3167–3178, 2000. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-000-0096-0">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-000-0096-0</a>>.
- [162] CANTÉ, M. V. et al. Experimental analysis of the columnar-to-equiaxed transition in directionally solidified Al–Ni and Al–Sn alloys. Materials Letters, 61, 11–12, 2135–2138, 2007. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2006.08.032">http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2006.08.032</a>>.
- [163] HOSCH, T.; ENGLAND, L.G.; NAPOLITANO, R.E. Analysis of the high growth-rate transition in Al–Si eutectic solidification. Journal of Materials Science, 44, 18, 4892–4899, 2009. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s10853-009-3747-6">http://dx.doi.org/10.1007/s10853-009-3747-6</a>.
- [164] WARMUZEK, M. Aluminum-Silicon Casting Alloys: Atlas of Microfractographs. ASM Internacional, 2016.
- [165] CHEN, C.-L.; THOMSON, R.C. The combined use of EBSD and EDX analyses for the identification of complex intermetallic phases in multicomponent Al–Si piston alloys. Journal of Alloys and Compounds, 490, 1–2, 293–300, 2010. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.09.181>.
- [166] CHEN, C.-L.; THOMSON, R.C. Study on thermal expansion of intermetallics in multicomponent Al–Si alloys by high temperature X-ray

diffraction. Intermetallics, 18, 9, 1750–1757, 2010. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2010.05.015">http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2010.05.015</a>>.

- [167] AHMAD, Z. Recent trends in processing and degradation of aluminium alloys. BoD–Books on Demand, 2011.
- [168] CANTÉ, M. V. et al. Microstructural Development in Al-Ni Alloys Directionally Solidified under Unsteady-State Conditions. Metallurgical and Materials Transactions A, 39, 7, 1712–1726, 2008. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-008-9536-z">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-008-9536-z</a>>.
- [169] JAIN, M.; GUPTA, S.. Formation of intermetallic compounds in the Ni–Al– Si ternary system. Materials Characterization, 51, 4, 243–257, 2003.
   Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2003.12.002">http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2003.12.002</a>>.
- [170] SILVA, C.A.P. Análise do Teor de Magnésio sobre os Parâmetros Microestruturais de Ligas AI-7%Si-(-xMg) Solidificadas em Regime Transiente e Correlação com Propriedades Mecânicas. Universidade Federal de São Paulo, 2019.
- [171] AI, X. et al. A high Fe-containing AlSi12 alloy fabricated by laser powder bed fusion. Journal of Materials Research and Technology, 18, 4513– 4521, 2022. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.04.008">http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.04.008</a>>.
- [172] RAPPAZ, M.; BOETTINGER, W.J. On dendritic solidification of multicomponent alloys with unequal liquid diffusion coefficients. Acta Materialia, 47, 11, 3205–3219, 1999. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00188-3">http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00188-3</a>>.
- [173] KURZ, W.; FISHER, D.. Fundamentals of solidification. Third<sup>a</sup> ed. Switzerland: Trans. Tech Publications, 1989.
- [174] XAVIER, M.G.C. et al. The Roles of Ni and Co in Dendritic Growth and Tensile Properties of Fe-Containing Al–Si–Cu–Zn Scraps under Slow and Fast Solidification Cooling. Advanced Engineering Materials, 2100822, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1002/adem.202100822">http://dx.doi.org/10.1002/adem.202100822</a>>.
- [175] SILVA, C. da et al. Dendritic Spacing and Macrosegregation Affecting Microhardness of an Al-Si-Mg Alloy Solidified Under Unsteady State Conditions. Materials Research, 22, suppl 1, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2019-0390">http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2019-0390</a>>.

- [176] BRANDES, E.A.; BROOK, G.B. Smithells Metals Reference Book. Seventh<sup>a</sup> ed. London: ButterworthHeinemann, 1992.
- [177] FENG, J. et al. Effects of Ni content on low cycle fatigue and mechanical properties of Al-12Si-0.9Cu-0.8Mg-xNi at 350 °C. Materials Science and Engineering: A, 706, 27–37, 2017. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.114">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.114</a>>.
- [178] LIU, Y. et al. Effect of Fe, Si and Cooling Rate on the Formation of Fe- and Mn-rich Intermetallics in Al–5Mg–0.8Mn Alloy. Journal of Materials Science & Technology, 32, 4, 305–312, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2015.10.010">http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2015.10.010</a>>.
- [179] SHA, M. et al. Effects of cobalt content on microstructure and mechanical properties of hypereutectic Al–Si alloys. Materials Science and Engineering: A, 535, 258–263, 2012. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.12.077">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.12.077</a>>.
- [180] ZHANG, W. et al. Effects of Sc content on the microstructure of As-Cast Al-7wt.% Si alloys. Materials Characterization, 66, 104–110, 2012.
   Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2011.11.005">http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2011.11.005</a>>.
- [181] CHEN, X. et al. Microstructure optimization and mechanical properties of lightweight Al–Mg 2 Si in-situ composite. International Journal of Materials Research, 107, 9, 842–850, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.3139/146.111405">http://dx.doi.org/10.3139/146.111405</a>>.
- [182] KAYA, H.; AKER, A. Effect of alloying elements and growth rates on microstructure and mechanical properties in the directionally solidified Al– Si–X alloys. Journal of Alloys and Compounds, 694, 145–154, 2017. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.09.199">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.09.199</a>>.
- [183] HALL, E.O. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. Proceedings of the Physical Society. Section B, 64, 9, 747– 753, 1951. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/303">http://dx.doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/303</a>>.
- [184] PETCH, N.J. The Cleavage Strength of Polycrystals. J. Iron Steel Inst., 173, 5, 25–28, 1953.
- [185] GHASSEMALI, E. et al. Hall-Petch equation in a hypoeutectic Al-Si cast

alloy: grain size vs. secondary dendrite arm spacing. **Procedia Engineering**, 207, 19–24, 2017. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.731">http://dx.doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.731</a>.

- [186] KAKITANI, R. et al. Relationship between spacing of eutectic colonies and tensile properties of transient directionally solidified Al-Ni eutectic alloy. Journal of Alloys and Compounds, 733, 59–68, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.10.288">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.10.288</a>>.
- [187] COSTA, T.A. et al. Measurement and interrelation of length scale of dendritic microstructures, tensile properties, and machinability of AI-9 wt% Si-(1 wt% Bi) alloys. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 105, 1–4, 1391–1410, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s00170-019-04211-1">http://dx.doi.org/10.1007/s00170-019-04211-1</a>>.
- [188] NASCIMENTO, M.S. et al. An Experimental Study of the Solidification Thermal Parameters Influence upon Microstructure and Mechanical Properties of Al-Si-Cu Alloys. Materials Research, 21, 5, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2017-0864">http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2017-0864</a>>.
- [189] ACER, E. et al. Effect of Growth Rate on the Microstructure and Microhardness in a Directionally Solidified Al-Zn-Mg Alloy. Metallurgical and Materials Transactions A, 47, 6, 3040–3051, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-016-3484-9">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-016-3484-9</a>>.
- [190] DERA-BGR. Preismonitor Januar 2023.
- [191] BALAKRISHNAN, M. et al. Friction stir processing of Al3Ni intermetallic particulate reinforced cast aluminum matrix composites: Microstructure and tensile properties. Journal of Materials Research and Technology, 9, 3, 4356–4367, 2020. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.02.060>.
- [192] YANG, J. et al. Role of molten pool mode on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy. Materials
   & Design, 110, 558–570, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.08.036">http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.08.036</a>>.
- [193] KOU, S. Welding Metallurgy. 3<sup>a</sup> ed. United States of America: John Wiley & Sons, 2021.

- [194] TRIVEDI, R.; SEKHAR, J.A.; SEETHARAMAN, V. Solidification microstructures near the limit of absolute stability. Metallurgical Transactions A, 20, 4, 769–777, 1989. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/BF02667594">http://dx.doi.org/10.1007/BF02667594</a>>.
- [195] FU, H.; GENG, X. High rate directional solidification and its application in single crystal superalloys. Science and Technology of Advanced Materials, 2, 1, 197–204, 2001. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S1468-6996(01)00049-3">http://dx.doi.org/10.1016/S1468-6996(01)00049-3</a>>.
- [196] FU, J.W. et al. Effect of cooling rate on solidification microstructures in AISI 304 stainless steel. Materials Science and Technology, 24, 8, 941–944, 2008. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1179/174328408X295962">http://dx.doi.org/10.1179/174328408X295962</a>>.
- [197] LEE, J.H. et al. Microstructure evolution in directionally solidified Fe–18Cr stainless steels. Materials Science and Engineering: A, 413–414, 306–311, 2005. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2005.09.021">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2005.09.021</a>>.
- [198] MULLINS, W.W.; SEKERKA, R.F. Stability of a Planar Interface During Solidification of a Dilute Binary Alloy. Journal of Applied Physics, 35, 2, 444–451, 1964. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1063/1.1713333">http://dx.doi.org/10.1063/1.1713333</a>>.
- [199] CAHN, R.W.; HAASEN, P. Physical Metallurgy. 4<sup>a</sup> ed. Amsterdam: 1996.
- [200] KIMURA, T.; NAKAMOTO, T. Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting.
   Materials & Design, 89, 1294–1301, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.065">http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.065</a>>.
- [201] LU, K. Making strong nanomaterials ductile with gradients. Science, 345, 6203, 1455–1456, 2014. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1126/science.1255940">http://dx.doi.org/10.1126/science.1255940</a>>.
- [202] HEARN, W. et al. Microstructure Solidification Maps for AI-10 Wt Pct Si Alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, 50, 3, 1333–1345, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-018-5093-2">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-018-5093-2</a>>.
- [203] GOMES, L.F. et al. Dendritic Growth, Solidification Thermal Parameters, and Mg Content Affecting the Tensile Properties of Al-Mg-1.5 Wt Pct Fe Alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, 48, 4, 1841–1855,

2017. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11661-017-3978-0">http://dx.doi.org/10.1007/s11661-017-3978-0</a>>.

- [204] YANG, G. et al. Effect of laser remelting on the microstructure and properties of the aluminum high silicon alloy coating. Journal of Materials Processing Technology, 324, 118278, 2024. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2023.118278">http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2023.118278</a>>.
- [205] STAUB, A.; SPIERINGS, A.B.; WEGENER, K. Correlation of meltpool characteristics and residual stresses at high laser intensity for metal lpbf process. Advances in Materials and Processing Technologies, 5, 1, 153–161, 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1080/2374068X.2018.1535643>.
- [206] YAN, Z. et al. Review on thermal analysis in laser-based additive manufacturing. Optics & Laser Technology, 106, 427–441, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.optlastec.2018.04.034">http://dx.doi.org/10.1016/j.optlastec.2018.04.034</a>>.
- [207] FOTOVVATI, B. et al. A Review on Melt-Pool Characteristics in Laser Welding of Metals. Advances in Materials Science and Engineering, 2018, 1–18, 2018. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1155/2018/4920718">http://dx.doi.org/10.1155/2018/4920718</a>>.
- [208] WANG, D. et al. Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts. Materials & Design, 100, 291–299, 2016. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.111">http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.111</a>>.
- [209] MUOJEKWU, C.A.; SAMARASEKERA, I. V.; BRIMACOMBE, J.K. Heat transfer and microstructure during the early stages of metal solidification.
   Metallurgical and Materials Transactions B, 26, 2, 361–382, 1995.
   Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/BF02660979">http://dx.doi.org/10.1007/BF02660979</a>>.
- [210] FERREIRA, I.L. et al. The effect of melt temperature profile on the transient metal/mold heat transfer coefficient during solidification. Materials Science and Engineering: A, 408, 1–2, 317–325, 2005. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.145">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.145</a>>.
- [211] CHEUNG, N. et al. Numerical and Experimental Analysis of Laser Surface Remelting of Al 9wt% Si Alloy Samples. Materials Science Forum, 587– 588, 721–725, 2008. Disponível em:

<a href="http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.587-588.721">http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.587-588.721</a>>.

- [212] OLIVER, W.C.; PHARR, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research, 7, 6, 1564– 1583, 1992. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1557/JMR.1992.1564">http://dx.doi.org/10.1557/JMR.1992.1564</a>>.
- [213] XIAO, P. et al. Revealing modification mechanism of Mg2Si in Sb modified Mg2Si/ AZ91 composites and its effect on mechanical properties. Journal of Alloys and Compounds, 850, 156877, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156877">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156877</a>>.
- [214] REDDY, A.S. et al. Wear and seizure of binary Al Si alloys. Wear, 171, 1–
   2, 115–127, 1994. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(94)90354-9">http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(94)90354-9</a>>.
- [215] RAZAVIZADEH, K.; EYRE, T.S. Oxidative wear of aluminium alloys. Wear, 79, 3, 325–333, 1982. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(82)90322-2">http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(82)90322-2</a>>.
- [216] RAZAVIZADEH, K.; EYRE, T.S. Oxidative wear of aluminium alloys: Part
   II. Wear, 87, 3, 261–271, 1983. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(83)90130-8">http://dx.doi.org/10.1016/0043-1648(83)90130-8</a>>.
- [217] ANTONIOU, R.; BORLAND, D.W. Mild wear of Al Si binary alloys during unlubricated sliding. Materials Science and Engineering, 93, 57–72, 1987. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416">http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416</a>(87)90412-5>.
- [218] SAVAŞKAN, T.; ALEMDAĞ, Y. Effect of nickel additions on the mechanical and sliding wear properties of Al–40Zn–3Cu alloy. Wear, 268, 3–4, 565– 570, 2010. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2009.10.002">http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2009.10.002</a>>.
- [219] LIU, Y. et al. Effects of Ni content on microstructure and wear behavior of Al–13Si–3Cu–1Mg-xNi-0.6Fe-0.6Mn alloys. Wear, 500–501, 204365, 2022. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2022.204365">http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2022.204365</a>>.
- [220] SPINELLI, J.E.; SILVA, B.L.; GARCIA, A. Assessment of Tertiary Dendritic Growth and Its Effects on Mechanical Properties of Directionally Solidified Sn-0.7Cu-xAg Solder Alloys. Journal of Electronic Materials, 43, 5, 1347–1361, 2014. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11664-014-3087-4">http://dx.doi.org/10.1007/s11664-014-3087-4</a>.

- [221] GILL, S.C.; ZIMMERMANN, M.; KURZ, W. Laser resolidification of the AIAI2Cu eutectic: The coupled zone. Acta Metallurgica et Materialia, 40, 11, 2895–2906, 1992. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/0956-7151(92)90454-M">http://dx.doi.org/10.1016/0956-7151(92)90454-M</a>>.
- [222] PINTO, M.A. et al. Microstructural and hardness investigation of an aluminum–copper alloy processed by laser surface melting. Materials Characterization, 50, 2–3, 249–253, 2003. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/S1044-5803(03)00091-3">http://dx.doi.org/10.1016/S1044-5803(03)00091-3</a>>.
- [223] YAO, ZHENJIE; REN, WENJING; ALLISON, J. Microstructure and Microsegregation Characterization of Laser Surfaced Remelted AI-3wt%Cu Alloys. Research Square, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.21203/rs.3.rs-1002008/v1">http://dx.doi.org/10.21203/rs.3.rs-1002008/v1</a>>.
- [224] WANG, J. et al. Crystal growth for different substrate orientations during laser directed solidification of single crystal superalloys. Journal of Alloys and Compounds, 957, 170219, 2023. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.170219">http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.170219</a>>.
- [225] XIONG, Z.H. et al. Role of melt pool boundary condition in determining the mechanical properties of selective laser melting AlSi10Mg alloy. Materials Science and Engineering: A, 740–741, 148–156, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.083">http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.083</a>>.
- [226] RATHOD, H.J. et al. Tribological properties of selective laser melted Al 12Si alloy. Tribology International, 137, 94–101, 2019. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2019.04.038">http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2019.04.038</a>>.
- [227] THASLEEM, P. et al. Effect of Heat Treatment and Electric Discharge Alloying on the Tribological Performance of Selective Laser Melted AlSi10Mg. Journal of Tribology, 143, 5, 2100147, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1115/1.4050897">http://dx.doi.org/10.1115/1.4050897</a>>.
- [228] MISHRA, A.K.; UPADHYAY, R.K.; KUMAR, A. Surface Wear Anisotropy in AlSi10Mg Alloy Sample Fabricated by Selective Laser Melting: Effect of Hatch Style, Scan Rotation and Use of Fresh and Recycled Powder. Journal of Tribology, 143, 2, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1115/1.4047788">http://dx.doi.org/10.1115/1.4047788</a>>.

- [229] FREITAS, E.S. et al. Inter-relation of Microstructural Features and Dry Sliding Wear Behavior of Monotectic Al–Bi and Al–Pb Alloys. Tribology Letters, 55, 1, 111–120, 2014. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1007/s11249-014-0338-8">http://dx.doi.org/10.1007/s11249-014-0338-8</a>>.
- [230] TONOLINI, P. et al. Wear Behavior of AlSi10Mg Alloy Produced by Laser-Based Powder Bed Fusion and Gravity Casting. Advanced Engineering Materials, 23, 10, 2100147, 2021. Disponível em: <a href="http://dx.doi.org/10.1002/adem.202100147">http://dx.doi.org/10.1002/adem.202100147</a>>.