

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

**MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA  $Al_7SiMg$   
CONTAMINADA COM 2,8%Fe E PROCESSADA POR FUSÃO SELETIVA A  
LASER**

Leandro Henrique Pereira

São Carlos-SP

2022



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

MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA Al7SiMg  
CONTAMINADA COM 2,8%Fe E PROCESSADA POR FUSÃO SELETIVA A  
LASER

Leandro Henrique Pereira

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

Orientador: Dr. Walter José Botta

Coorientador: Dr. Claudemiro Bolfarini

Agência Financiadora: CAPES - Processo: 88887.357895/2019-00

São Carlos-SP  
2022



## **DEDICATÓRIA**

***Aos meus pais, Osmar e Silviane, com carinho.***

## **VITAE DO CANDIDATO**

Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais com ênfase em Metalurgia pela  
Universidade Federal de São Carlos – UFSCar (2017)

Tecnólogo em Mecânica e Processos de Soldagem, pelo Centro Paula Souza  
de Sertãozinho (2015).





**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 do candidato Leandro Henrique Pereira, realizada em 28/06/2022.

**Comissão Julgadora:**

Prof. Dr. Walter José Botta Filho (UFSCar)

Prof. Dr. Claudio Shyinti Kiminami (UFSCar)

Prof. Dr. Guilherme Zepon (UFSCar)

Prof. Dr. Milton Sergio Fernandes de Lima (ITA)

Prof. Dr. Witor Wolf (UFMG)

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

Ao meu orientador Prof. Walter José Botta, e coorientador Prof. Claudemiro Bolfarini pela orientação, incentivo e apoio durante a realização desse trabalho. Aos professores Claudio Kiminami, Conrado e Guilherme Zepon pela participação, colaboração e sugestões durante o exame de qualificação, ao Prof. Piter Gargarela, e aos colegas Pamela, Brenda, e Lucas Otani por toda ajuda durante a produção das amostras de FSL e caracterização microestrutural.

À todos os colaboradores das secretarias PPGCEM e DEMa (UFSCar), sempre muito atenciosos e dispostos a ajudar, e aos técnicos do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) pelo atendimento e suporte durante as análises lá realizadas, em especial Diego e Erick.

Aos técnicos de laboratório do DEMa-UFSCar, em especial Zé Luiz, Rover, Beto e Felipe, por toda atenção e ajuda que recebi durante os experimentos realizados. Ao professor Guilherme Koga, ao técnico Matheus e a todos colaboradores do Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM), ao professor José Eduardo Spinelli e alunos do laboratório de solidificação direcional pela atenção e ajuda durante a caracterização mecânica realizada nesse trabalho.

Aos meus pais, Osmar e Silviane, e a minha namorada Jéssica por todo amor, apoio e carinho.

À CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pela bolsa de estudos, processo nº 88887.357895/2019-00.

À FAPESP - Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo pelo apoio financeiro com os processos nº 2013/05987-8, e nº 2017/27031-4.

Ao CNPq - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo apoio financeiro com o processo nº 167845/2018-7.

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



## RESUMO

A cinética de solidificação imposta pelo processo de Fusão Seletiva a Laser (FSL) faz com que a microestrutura dos componentes metálicos fabricados apresente características intrínsecas como: refinamento microestrutural e de fases, elementos em solução sólida e grãos colunares. A formação de grãos colunares durante a solidificação pode ocasionar trincamento a quente, como na maioria das ligas de alumínio, com exceção das ligas hipoeutéticas Al-10Si-0.6Mg, e Al-7Si-0.7Mg (%p), que são ligas comerciais muito utilizadas nos processos de FSL. A contaminação por ferro ocorre em larga escala nas ligas de alumínio e provoca a formação de fases intermetálicas indesejáveis, restringindo o processamento dessas ligas. Sendo assim, esse estudo utiliza a liga de alumínio Al-7Si-0.7Mg, na qual foi adicionado propositalmente 2.8 %p de Fe. É amplamente conhecido na literatura que o Fe tem baixo limite de solubilidade em matriz de alumínio e sua presença deve ser cuidadosamente controlada devido a formação de intermetálicos AlFeSi que podem se apresentar com morfologia de placas, responsáveis por proporcionar degradação nas propriedades mecânicas. A liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe foi obtida por Fundição Convencional (FC), em seguida atomizada a gás, e processada por FSL. Esse estudo mostrou que o processo de FSL é capaz de mitigar os efeitos deletérios causados pelos intermetálicos AlFeSi sobre as propriedades mecânicas da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe, proporcionando refinamento microestrutural, arredondamento de fases AlFeSi e do Silício, e apreciável quantidade de Si e Mg em solução sólida. Com essas características a liga processada por FSL alcançou excelentes propriedades mecânicas em comparação com a fabricada por fundição convencional, e equivalentes em relação as ligas Al-7Si-0.7Mg de composição comercial presentes na literatura, sem contaminação por ferro. O estudo abre a possibilidade de expandir a utilização de ligas de alumínio primárias que sofrem contaminação por ferro, representando uma nova rota de reciclagem de alto valor agregado.

**Palavras chaves:** Fusão Seletiva a Lazer; intermetálicos AlFeSi; AlSiMg; propriedades mecânicas.



**ABSTRACT**

**MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF  
AL7SiMg ALLOY CONTAMINATED WITH 2.8%Fe AND PROCESSED BY  
SELECTIVE LASER MELTING**

The solidification kinetics imposed by Selective Laser Melting (SLM) leads the microstructure of the manufactured metallic components to present intrinsic characteristics such as: microstructural and phase refinement, elements in solid solution and columnar grains. The columnar grains formation during solidification can lead to hot cracking, as occur in the majority aluminum alloys, except for hypoeutectic alloys Al-10Si-0.6Mg, and Al-7Si-0.7Mg (%wt), which are commercial alloys widely used in SLM processes. Iron contamination occurs on a large scale in aluminum alloys and causes the formation of undesirable intermetallic phases, restricting the processing of these alloys. Therefore, the aluminum alloy Al-7Si-0.7Mg (%wt) was used as feedstock in this study, which 2.8 %wt of Fe was added. It is widely known in the literature that Fe has low solubility limit in aluminum matrix, and its presence must be carefully controlled. Iron content higher than solubility limit in AlSi alloys contribute to the formation of AlSiFe intermetallics with platelet-like morphology, which are responsible for degradation of mechanical properties. The Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe alloy was obtained by Conventional Casting (CC), and processed by gas atomization and SLM. This study showed that the SLM processes is able to mitigate the deleterious effects caused by Fe-rich intermetallics on the mechanical properties of the Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe alloy. Providing microstructural refinement, and rounding of AlFeSi phases and silicon particles, and appreciable amount of Si and Mg in solid solution, the alloy processed by SLM achieved excellent mechanical properties compared to the conventional casting alloy, and equivalents compared to Al-7Si-0.7Mg alloys with commercial composition present in the literature without iron contamination. The study opens up the possibility of expanding the use of primary aluminum alloys that suffer iron contamination, representing a new high added-value recycling route.

**Keywords:** Selective Laser Melting; AlFeSi intermetallics; AlSiMg; mechanical properties.



## PUBLICAÇÕES

Pereira LH, Asato GH, Otani LB, Jorge AM, Kiminami CS, Bolfarini C, et al. Changing the solidification sequence and the morphology of iron-containing intermetallic phases in AA6061 aluminum alloy processed by spray forming. Mater Charact [Internet]. 2018;145(April):507–15. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.09.006>.

Pereira LH, Bonfim PKS, Otani LB, Freitas BJM, Gargarella P, Kiminami CS, et al. Influence of Fe content on the microstructure and mechanical properties of Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe alloy processed by laser powder bed fusion. Mater Sci Eng A [Internet]. 2024;893(May 2023):146152. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.146152>.



## SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS .....	iii
RESUMO .....	v
ABSTRACT .....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO .....	xi
ÍNDICE DE TABELAS .....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xv
ÍNDICE DE EQUAÇÕES.....	xix
1 INTRODUÇÃO .....	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1 Desenvolvimento de novas rotas de reciclagem de ligas de alumínio .....	5
2.1.1 Efeito da contaminação por Fe nas ligas AISi .....	9
2.2 Manufatura aditiva de ligas de alumínio e variáveis do processo.....	15
2.2.2 Influência de parâmetros do processo .....	18
2.2.3 Influência da densidade de energia do laser na densidade relativa das peças obtidas por FSL .....	20
2.2.4 Formação de segundas fases, solução sólida, tratamento térmico e propriedades mecânicas de ligas de alumínio processadas por FSL.....	24
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	31
3.1 Roteiro.....	31
3.1.1- Escolha da liga e produção da matéria-prima .....	34
3.1.2 Produção do pó .....	34
3.1.3 Caracterização das propriedades físicas do pó.....	35
3.2 Fabricação das peças de FSL.....	36
3.2.1 Determinação dos parâmetros de FSL.....	37
3.3 Preparação metalográfica .....	38

3.4 Determinação da densidade volumétrica .....	39
3.5 Caracterização microestrutural.....	39
3.6 Tratamento térmico e caracterização mecânica das amostras de FSL e FC .....	40
3.7 Caracterização mecânica das amostras processadas por FSL.....	41
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	43
4.1 Cálculos através da termodinâmica computacional .....	43
4.1.2 Características físicas das partículas de pó: Morfologia e escoabilidade do pó .....	45
4.2 Densidade volumétrica das amostras da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL e FC.....	46
4.3 Caracterização microestrutural.....	49
4.3.1 Calorimetria diferencial de varredura .....	49
4.3.2 Análise de difração de raios-x .....	50
4.3.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do pó e FC.....	53
4.3.4 Microscopia eletrônica de varredura e de transmissão das amostras de FSL .....	56
4.3.5 Análise de textura por EBSD.....	67
4.4 Tratamento térmico das amostras de FSL .....	68
4.4.1 Envelhecimento artificial direto e alívio de tensão .....	72
4.5 Propriedades mecânicas da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL e FC .....	75
4.5.1 Propriedades mecânicas após tratamento térmico da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL.....	77
5 CONCLUSÕES .....	83
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	85
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	87

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 – Valores de propriedades mecânicas obtidos no ensaio de tração da liga 6061-T6 processada por CS e extrudada [9]. .....	15
Tabela 3.1 - Composição da liga estudada. ....	31
Tabela 3.2 - Parâmetros utilizados para impressão dos cubos. ....	38
Tabela 3.3 – Condições de tratamento térmico .....	40
Tabela 3.4 - Parâmetros utilizados nos ensaios de microdureza .....	41
Tabela 4.1 Fluidez das partículas de pó (g/s).....	46
Tabela 4.2 - Comparação da densidade da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL e FC com valores da liga Al-7Si-0.7Mg (adaptado de [15]). .....	48
Tabela 4.3 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.6 (a).....	54
Tabela 4.4 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.7 (a).....	55
Tabela 4.5 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.8 (b).....	58
Tabela 4.6 – Resultado da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.9 (b).....	59
Tabela 4.7 – Resultado da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.11(a).....	61
Tabela 4.8 – Resultado da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.12 (a).....	63
Tabela 4.9 - Parâmetros de rede encontrados na Figura 4.14 comparados com a literatura (adaptado de [42]) .....	65
Tabela 4.10 - Parâmetros de rede encontrados na Figura 4.15 comparados com a literatura (adaptado de [43]). .....	66
Tabela 4.11 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.17. ....	70
Tabela 4.12– Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.18 (a).....	71
Tabela 4.13 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.18 (b).....	72

Tabela 4.14 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.18 (c).....	72
Tabela 4.15 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.19 (c).....	73
Tabela 4.16 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.20. ....	74
Tabela 4.17 – Resultados de dureza Vickers, limite de resistência a tração (LRT) e deformação na fratura (DF) para amostras fundida e FSL horizontal, e vertical comparados com a literatura (adaptado de [31, 46, 47]).....	77

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 - Comparação da microestrutura da liga Al-7Si-Mg contaminada com 1 %p de ferro. (a) Fundição convencional; (b) CS [15].	6
Figura 2.2 Influência do teor de Fe na liga Al-7Si-Mg. (a) Influência do aumento do teor de Fe nas propriedades mecânicas da liga fundida convencionalmente; (b) Propriedades mecânicas da liga com 1,25%p de Fe processada por CS [15].	7
Figura 2.3 - Microestrutura da liga AlSi7 com diferentes teores de Fe. (a) 0.25 %p de Fe, e (b) 0.5 %p de Fe [23].	10
Figura 2.4 - Influência das taxas de resfriamento e do teor de Si na formação das fases $\tau_5$ e $\tau_6$ na liga Al-7Si [23].	11
Figura 2.5 - Influência das taxas de resfriamento e do teor de Fe, na formação das fases $\tau_5$ e $\tau_6$ na liga Al-7Si [23].	11
Figura 2.6 - Evolução da microestrutura da liga 319 mediante a adição de manganês [24].	13
Figura 2.7 - Morfologias da fase Al-Fe-Si-Mn encontrada na microestrutura da liga 6061 contaminada com 1,4 %p Fe obtidas pelos três tipos de processamentos diferentes. (a) CS; (b) molde de grafite; e (c) coquilha de cobre [9].	14
Figura 2.8 - Curva obtida pelo ensaio de tração da liga 6061 contaminada com 1,4%p Fe processada por CS, extrudada e tratada termicamente em T6 [9].	14
Figura 2.9 - Construção da peça dentro da câmara até a retirada do pó remanescente.	16
Figura 2.10 (a) Estratégia de impressão e deposição das camadas ao longo do eixo z.	19
Figura 2.11 – Formação de satélites nas partículas de pó [1].	21
Figura 2.12 – Influência do espaçamento das hachuras na densidade da liga Al-10Si-0.6Mg processada por FSL.	23
Figura 2.13 – Espaçamento entre as hachuras.	24
Figura 2.14 - Micrografias da liga FSL Al-10Si-0.6Mg como construída obtidas por MEV. (a, e b) plano X~Z; (c, e d) plano X~Y.	26

Figura 2.15 - Micrografias da liga FSL Al-10Si-0.6Mg obtidas no MEV após solubilização a 520 ° C por 2 horas seguida de envelhecimento a 160 ° C por 6 horas em seções transversais (a, e b); (c, e d) longitudinais. ....	27
Figura 2.16 Microestrutura da liga Al-10Si-0.6Mg obtida por MET campo claro. (a) como construída; (b) após solubilização a 520 °C por 2 horas. ....	27
Figura 3.1 - Fluxograma das etapas do estudo. ....	33
Figura 3.2 - (a) Cubos impressos por FSL e esquema indicando as direções de corte em relação ao plano de construção para análises microestruturais e ensaios de dureza Vickers; (b) barras produzidas para usinagem dos corpos de prova para ensaios de tração. ....	37
Figura 3.3 - Corpo de Prova para ensaio de tração: (a) corpo de prova com dimensões reduzidas; (b) corpos de prova após usinagem com indicação dos planos em que as barras foram construídas por FSL.....	42
Figura 4.1- Cálculos termodinâmicos considerando condições em equilíbrio para: (a) sequência de solidificação da liga Al-7Si-0.7Mg-0.05Fe; (b) efeito do aumento do teor de ferro na liga Al-7Si-0.7Mg em temperatura próxima ao final da solidificação (555°C); e (c) sequência de solidificação da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe. ....	45
Figura 4.2 - Morfologia das partículas de pó que apresentaram diâmetro entre 20-75 µm. ....	46
Figura 4.3 – Influência dos parâmetros de FSL na densidade relativa de amostras de FSL: (a) Densidade relativa vs densidade de energia; (b) densidade de energia vs velocidade de varredura; (c) densidade relativa vs velocidade de varredura. ....	48
Figura 4.4 – Curvas obtidas por calorimetria diferencial de varredura de amostras da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe. ....	50
Figura 4.5 Padrões de difração de raios-x da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe: (a) picos referentes ao alumínio; (b) picos referentes ao silício; e (c) e (d) referentes as fases AlFeSi. ....	52
Figura 4.6 Microestrutura das partículas de pó: (a) pontos indicando os intermetálicos; (b) mapeamento qualitativo dos elementos Al, Si, Mg e Fe. ....	54

Figura 4.7 Microestrutura da liga fundida: (a) pontos indicando os intermetálicos; (b) mapeamento qualitativo dos elementos Al, Si, Mg e Fe. ....	55
Figura 4.8 Microestrutura da amostra horizontal (plano X~Y). (a) Microscopia ótica das trilhas de FSL; (b) imagem de MEV indicando os intermetálicos e pontos onde foram realizadas análises de EDS; (c) mapeamento químico qualitativo dos elementos Al, Si, Fe, Mg. ....	57
Figura 4.9 Microestrutura da amostra vertical (plano X~Z). (a) Microscopia ótica das trilhas de FSL; (b) imagem de MEV indicando os intermetálicos e pontos onde foram realizadas análises EDS; (c) mapeamento químico qualitativo dos elementos Al, Si, Fe, Mg. ....	58
Figura 4.10 – Imagens obtidas por MEV da rede celular formada no centro da poça de fusão das amostras como FSL. (a) plano X~Y, seção horizontal; e (b) plano X~Z, seção vertical .....	60
Figura 4.11 Análise MET da estrutura celular encontrada na amostra de FSL. (a) imagem MET campo escuro indicando intermetálico em forma de placa e os pontos onde foram realizadas as análises de EDS; (b) mapeamento qualitativo dos elementos Al, Si, Mg e Fe.....	61
Figura 4.12 Análise MET da estrutura celular encontrada na amostra de FSL. (a) imagem MET campo escuro indicando partículas arredondadas e os pontos onde foram realizadas as análises de EDS mostradas na Tabela 4.8; (b) mapeamento qualitativo dos elementos Al, Si, Fe, e Mg. ....	62
Figura 4.13 - Imagem MET campo escuro indicando algumas das características das amostras de FSL: (a) contorno de trilha; (b) células parcialmente quebradas; (c) intermetálico com morfologia de placa; (d) partículas arredondadas. ....	64
Figura 4.14 - Imagens obtidas por MET: (a) partículas de Si arredondadas; (b) padrão de difração de elétrons encontrado para as partículas.....	65
Figura 4.15 - Imagens obtidas por MET: (a) fases $\alpha$ -Al <sub>8</sub> Fe <sub>2</sub> Si com morfologia arredondada; (b) padrão de difração de elétrons encontrado para as fases. ...	66
Figura 4.16 - Análise via EBSD da liga processada por FSL: (a) Imagem de polo inversa; (b) mapas de figura de polo. ....	68

Figura 4.17 Imagens obtidas por MEV da microestrutura de FSL: após solubilização a 520 °C, e envelhecimento artificial a 180 °C por (a) 3 horas; (b) 6 horas; (c) 12 horas; e (d) sem tratamento térmico. ....	70
Figura 4.18 – Imagens obtidas por MET indicando os pontos onde foram realizadas análises pontuais de EDS para: (a) 3 horas; (b) 6 horas; e (c) 12 horas de envelhecimento. ....	71
Figura 4.19 - Imagens obtidas por MEV da microestrutura de FSL após tratamento térmico: (a) envelhecimento direto a 180 °C por 3 horas; (b) envelhecimento direto a 160 °C por 12 horas; (c) alívio de tensão a 300 °C por 1 hora. ....	73
Figura 4.20 – Imagens obtidas por MET da microestrutura de FSL após tratamento térmico indicando os pontos onde foram realizadas análises de EDS: (a) envelhecimento direto a 180 °C por 3 horas; (b) envelhecimento direto a 180 °C por 12 horas; (c) alívio de tensões ....	74
Figura 4.21 - Curvas obtidas durante ensaios de tração de amostras de FSL e FC. ....	76
Figura 4.22 - Curvas de dureza de amostras da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL solubilizada a 520 °C por 1 seguida de envelhecimento artificial a 160 °C, e envelhecimento artificial direto ....	80
Figura 4.23- Curvas obtidas durante os ensaios de tração realizados após tratamentos térmicos da liga processada por FSL: (a) Amostras construídas no plano X~Y; (b) Amostras construídas no plano X~Z ....	81

**ÍNDICE DE EQUAÇÕES**

Equação 3.1 - Cálculo de densidade de energia volumétrica ( $\text{J}/\text{mm}^3$ ). .....	38
---	----



## 1 INTRODUÇÃO

Os processos de Manufatura Aditiva (MA), também conhecidos como Impressão 3D, foram introduzidos pela primeira vez no final da década de 80. O objetivo inicial era a fabricação de protótipos baseada na construção de camadas e consolidação de material produzindo modelos de projetos para fins de prototipagem [1]. No entanto, a possibilidade de produção de componentes metálicos em seu estado final com alta precisão chamou a atenção das indústrias aeroespacial, automotiva entre outras. Processos de MA como o Fusão Seletiva a Laser (FSL) permitem a fabricação de componentes funcionais com estruturas complexas, eliminando as restrições geométricas enfrentadas constantemente pelas técnicas de fundição e usinagem tradicionais [2,3]. Devido a dinâmica de fusão e solidificação impostas pelo processo FSL, a microestrutura dos componentes metálicos fabricados geralmente apresentam características diferentes das obtidas por técnicas de fundição convencionais em termos de tamanho de grão, morfologia e formação de fases [4]. As taxas de resfriamento podem alcançar valores superiores a  $10^6$  K/s dependendo dos parâmetros de processamento utilizados, o que pode evitar segregação de elementos de liga e formação de segundas fases; no entanto, o refinamento de grão e possibilidade de formação de fases metaestáveis podem resultar em propriedades mecânicas excelentes em peças fabricadas por FSL [5]. Em contrapartida, a grande maioria das ligas metálicas em uso no mercado hoje não pode ser submetida a esse processo, como por exemplo, a maioria das ligas de alumínio. As ligas de alumínio, com exceção das Al-10Si-0.6Mg, e Al-7Si-0.7Mg, apresentam frequentemente trincamento a quente, que ocorre entre os grãos colunares formados durante a solidificação. O processo de fusão das camadas por FSL é análogo aos processos de soldagem, portanto, ligas metálicas que não apresentam boa soldabilidade são contraindicadas para tal processamento [6]. Essa limitação do processo tem desafiado pesquisadores ao redor do mundo nas últimas décadas, existindo vários estudos disponíveis na literatura, tanto no aperfeiçoamento do processo com desenvolvimento de parâmetros otimizados, quanto adequação das ligas de alumínio por meio de ajustes em suas composições [6,7].

Uma alternativa que ainda não havia sido considerada começa a ser investigada no presente estudo. Trata-se da reciclagem das ligas que já são processadas por FSL atualmente. A contaminação por ferro (Fe) é a principal preocupação durante os ciclos de reciclagem convencional de ligas de alumínio, sendo esse o principal responsável pela degradação de propriedades mecânicas das ligas de alumínio recicladas, fazendo com que as mesmas sejam utilizadas em aplicações menos nobres. É amplamente conhecido na literatura que o Fe tem baixo limite de solubilidade em matriz de alumínio, e que sua presença acima desse limite favorece a formação de intermetálicos com morfologia assimétrica (placas/agulhas) que atuam como eficientes concentradores de tensões. No entanto, altas taxas de resfriamento e processos de solidificação não convencionais já se mostraram eficientes no controle das fases intermetálicas ricas em Fe, bem como no seu efeito nocivo as propriedades mecânicas das ligas de alumínio, reduzindo a razão de aspecto de intermetálicos ricos em Fe com morfologia de placas e/ou alterando sua morfologia [8, 9].

Sendo a Fusão Seletiva a Laser um processo de solidificação não convencional, que ainda proporciona elevadas taxas de resfriamento, surge como potencial aliado para reciclagem de ligas de alumínio podendo atuar no controle dos efeitos deletérios causados pela contaminação por ferro. Também proporcionam maior controle de matéria prima tendo em vista que o pó não utilizado durante a impressão das peças, se recolhido e peneirado, pode ser reutilizado posteriormente, além da eliminação de processos de usinagem onde boa parte da peça fabricada é descartada em forma de cavaco [3]. A adequação de ligas de alumínio contaminadas por ferro ao processo de FSL pode colaborar de duas maneiras importantes: primeiro na preservação de recursos naturais e economia de energia elétrica, uma vez que 2% da eletricidade produzida no mundo é utilizada para produzir ligas primárias de alumínio; em segundo aumentaria a quantidade de ligas processáveis por FSL.

Este trabalho investiga a influência da contaminação por ferro na liga  $AlSi_7Mg$  processada por FSL. A contaminação com 2.8 %p de Fe realizada de maneira proposital na liga estudada, e a comparação dos resultados aqui obtidos, com resultados da liga comercial presentes na literatura, possibilitou

verificar o impacto da presença de ferro em quantidade elevada nas propriedades mecânicas de ligas AlSiMg processadas por FSL. A comparação com a mesma liga fundida de maneira convencional permitiu verificar os efeitos do processo de FSL na formação dos intermetálicos, desenvolvimento da microestrutura e conseqüentemente propriedades mecânicas correlatas.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Desenvolvimento de novas rotas de reciclagem de ligas de alumínio

Além de ser uma alternativa sustentável, preservando recursos naturais e contribuindo para a redução da poluição do planeta, a reciclagem de ligas de alumínio proporciona também economia financeira, uma vez que a produção de ligas recicladas utiliza cerca de 5 % da energia elétrica utilizada na produção do alumínio primário [10]. Nas últimas décadas, estudos do desenvolvimento de novas rotas de reciclagem para ligas de alumínio vem sendo realizados no laboratório de fundição do Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar, em São Carlos-SP (DEMa-UFSCar), fazendo do departamento uma das principais referências no assunto. Diversas ligas foram, e estão sendo estudadas como por exemplo as ligas para fundição, 380, 319, e ligas para conformação da série 6000 e 7000 [11-14]. Além do desenvolvimento de novas rotas, também tem se estudado o efeito de diferentes níveis de contaminações por Fe, como no estudo realizado por Ribeiro [15], onde verificou-se a influência da contaminação por Fe na microestrutura e propriedades mecânicas da liga Al-7Si-0.7Mg. Ele também caracterizou a microestrutura e propriedades mecânicas da liga Al-7Si-Mg de composição comercial, e também da mesma liga contaminada com 0,85, e 1 %p de Fe. As três ligas citadas acima foram processadas por conformação por spray CS (processo de conformação não convencional), e posteriormente comparadas com as mesmas ligas processadas por fundição convencional em molde de areia. Em ambos os casos a liga de composição comercial apresentou matriz de Al- $\alpha$  com silício eutético, porém, mediante a contaminação por Fe a microestrutura resultante foi composta pela matriz de Al- $\alpha$  com intermetálicos de silício e agulhas da fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi. A liga processada por CS apresentou microestrutura homogênea e refinada quando comparadas com as mesmas ligas processadas em molde de areia, com grãos equiaxiais e pequenas partículas de silício, diferente da estrutura dendrítica com plaquetas de silício apresentada pela liga processada no molde refratário. As agulhas de fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi da liga processada por CS também apresentaram razão de espectro reduzida em comparação com a liga processada em molde de

areia. Essa diferença na microestrutura obtida por CS influenciou diretamente as propriedades mecânicas das ligas Al-7Si-Mg contaminadas por Fe, aumentando os limites de escoamento e resistência a tração bem como o alongamento antes da fratura comparados com os resultados das ligas processadas em molde de areia. A Figura 2.1 compara as microestruturas das ligas Al-7Si-Mg contaminadas com 1 %p de ferro processadas por fundição convencional 2.1 (a), e CS 2.1 (b). As setas brancas indicam o silício, e as setas pretas indicam o intermetálico  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, sendo possível identificar o refino microestrutural proporcionado pela CS.

A Figura 2.2 mostra a influência do teor de Fe nas propriedades mecânicas da liga Al-7Si-Mg fundida e processada por CS. Verifica-se o aumento expressivo nas propriedades mecânicas da liga processada por CS.

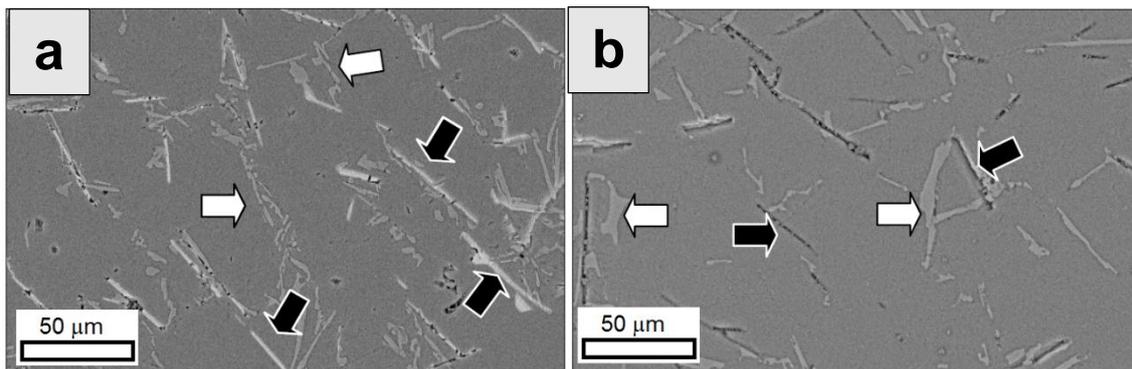


Figura 2.1 - Comparação da microestrutura da liga Al-7Si-Mg contaminada com 1 %p de ferro. (a) Fundição convencional; (b) CS [15].

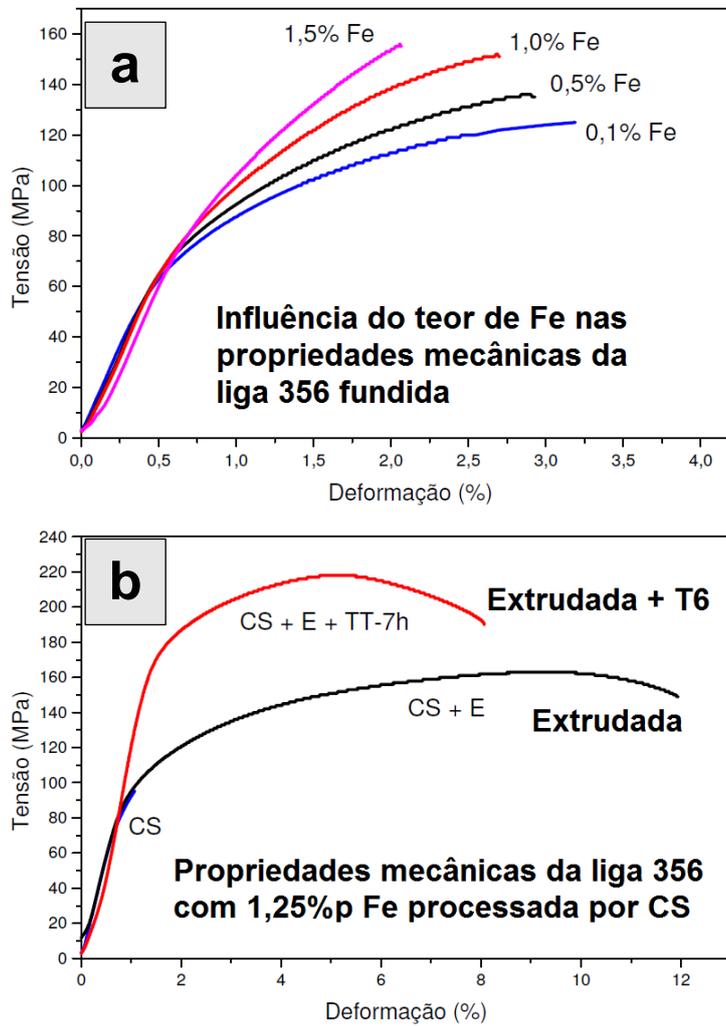


Figura 2.2 Influência do teor de Fe na liga Al-7Si-Mg. (a) Influência do aumento do teor de Fe nas propriedades mecânicas da liga fundida convencionalmente; (b) Propriedades mecânicas da liga com 1,25%p de Fe processada por CS [15].

A liga 319, é outra liga hipoeutética de AlSi que devido a baixa ductilidade que apresenta quando exposta a esforços mecânicos, é utilizada apenas para a produção de peças fundidas não estruturais. A baixa ductilidade da liga 319 é causada pela presença de intermetálicos de AlFeSi com morfologia de placas/agulhas, e partículas grosseiras de silício. Uma nova rota de processamento para essa liga foi projetada por Freitas e seus colaboradores [16], que por meio da conformação por spray e forjamento rotativo alcançaram valores apreciáveis de alongamento na fratura. Eles atribuíram seus resultados ao refinamento microestrutural significativo e diminuição da fração volumétrica da fase  $\beta$ -AlFeSi proporcionados pela conformação por spray, aliados ao aumento de resistência por deformação promovido pelo forjamento rotativo.

Nesse contexto, a pesquisa e o desenvolvimento de novas técnicas de reciclagem de alumínio para controle e engenharia de microestrutura é fundamental, não apenas para atender a demanda de aplicações preservando recursos naturais, mas também na descoberta de novas aplicações que possam dar um destino ecologicamente correto e de alto valor agregado para a grande quantidade de sucata disponível no planeta. No início da última década pesquisadores perceberam que a indústria de fabricação do alumínio estava passando por uma transformação que afetaria o mercado futuro. Excelentes propriedades físicas, químicas, e a versatilidade do alumínio, fizeram com que se tornasse o segundo metal mais utilizado no mundo, ficando atrás apenas do ferro, e a eminente preocupação com os recursos naturais aliada a redução de custos na fabricação de novas peças, fizeram do alumínio o material mais reciclado [17]. Com o espaço que as ligas recicladas têm ocupado no cenário mundial, muitas medidas têm sido tomadas para melhorar o processamento e a qualidade dos produtos, como por exemplo, a separação mecânica da sucata que inicialmente era descartada sem nem um tipo de classificação [18]. Mesmo com essa precaução, a contaminação das ligas primárias de alumínio durante os ciclos de reciclagem ainda é inevitável, principalmente pelas técnicas de união e fixação mecânica que ainda são utilizadas. A maioria dos fixadores mecânicos (parafusos, arruelas, porcas, rebites etc) são fabricados com aços contendo grandes quantidades de ferro. Sendo assim um simples parafuso que se quebrou

dentro de uma carcaça de motor fabricada com alumínio pode comprometer seriamente a reciclagem desse material, levando em consideração a baixa solubilidade do Fe, e o fato de que essas ligas já possuem teores de Fe próximos deste limite de solubilidade [19,20].

### 2.1.1 Efeito da contaminação por Fe nas ligas AlSi

Na literatura foram descritos vários intermetálicos diferentes que podem se formar nas ligas AlSi com a presença do ferro, apresentando morfologias diversas que atuam como eficientes concentradores de tensões afetando negativamente as propriedades mecânicas; no entanto, aqueles com morfologia de placa são os mais prejudiciais [21,22].

Assim como Ribeiro [15], Gorny e seus colaboradores também estudaram a evolução e natureza das fases intermetálicas em ligas hipoeutéticas AlSi com diferentes teores de Fe e diferentes taxas de resfriamento [23]. Com o objetivo de comparar seus resultados com publicações anteriores, eles variaram os teores de Si entre 2-12 %p, e Fe entre 0,05-0,5 %p, e utilizaram taxas de resfriamento de 0.1 (dentro de um forno resfriamento controlado), 1 (molde de cerâmica T ambiente) e 50 K/s (molde de aço). Foi constatado que duas fases intermetálicas se desenvolveram sob condições de solidificação a partir do metal líquido, as quais eles chamaram de  $\tau_5$ -  $\text{Al}_8\text{SiFe}_2$ , e  $\tau_6$ - $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$  (também conhecidas na literatura como  $\alpha$ - $\text{Al}_8\text{SiFe}_2$ , e  $\beta$ - $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$  ou  $\beta$ - $\text{Al}_5\text{FeSi}$ , respectivamente). Ambas se originam da fase primária  $\theta$ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  por meio de uma reação peritética, sendo que  $\tau_5$  pode evoluir e transformar-se por meio de outra reação peritética em  $\tau_6$ . Para que essa última reação ocorra é necessário maior teor de Fe, menor teor de Si, e taxas de solidificação mais lentas, corroborando com outros estudos que mostraram a influência de taxas de solidificação mais lentas na formação de intermetálicos com morfologia assimétrica, como o caso da fase  $\beta$ - $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$ , chamada por Gorny de  $\tau_6$ . Essa fase pode ser observada na Figura 2.3, que mostra a microestrutura da liga AlSi7 com diferentes teores de Fe e taxa de resfriamento de 0.1 K/s, sendo possível

identificar o surgimento da fase  $\tau_6$  com o aumento do teor de Fe. As Figuras 2.4 e 2.5 mostram respectivamente, o gráfico da influência das taxas de resfriamento e aumento do teor de Si, e das taxas de resfriamento e aumento do teor de Fe, na formação das fases  $\tau_5$  e  $\tau_6$ .

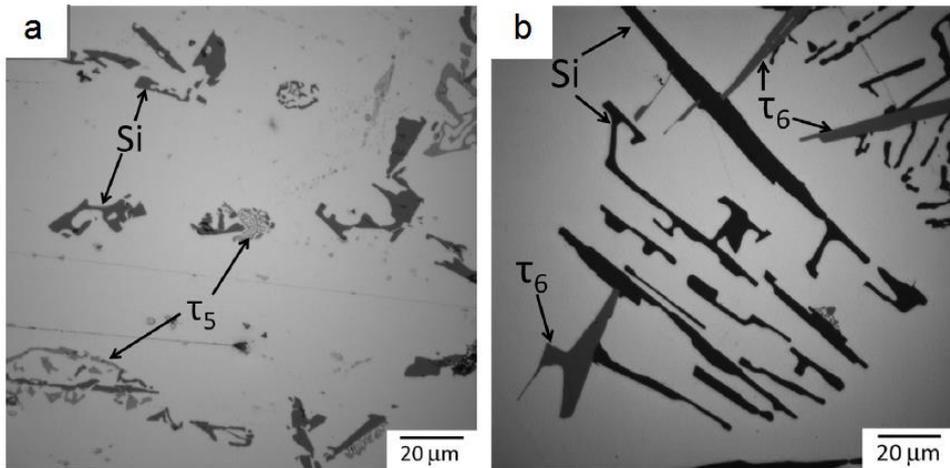


Figura 2.3 - Microestrutura da liga AlSi7 com diferentes teores de Fe. (a) 0.25 %p de Fe, e (b) 0.5 %p de Fe [23].

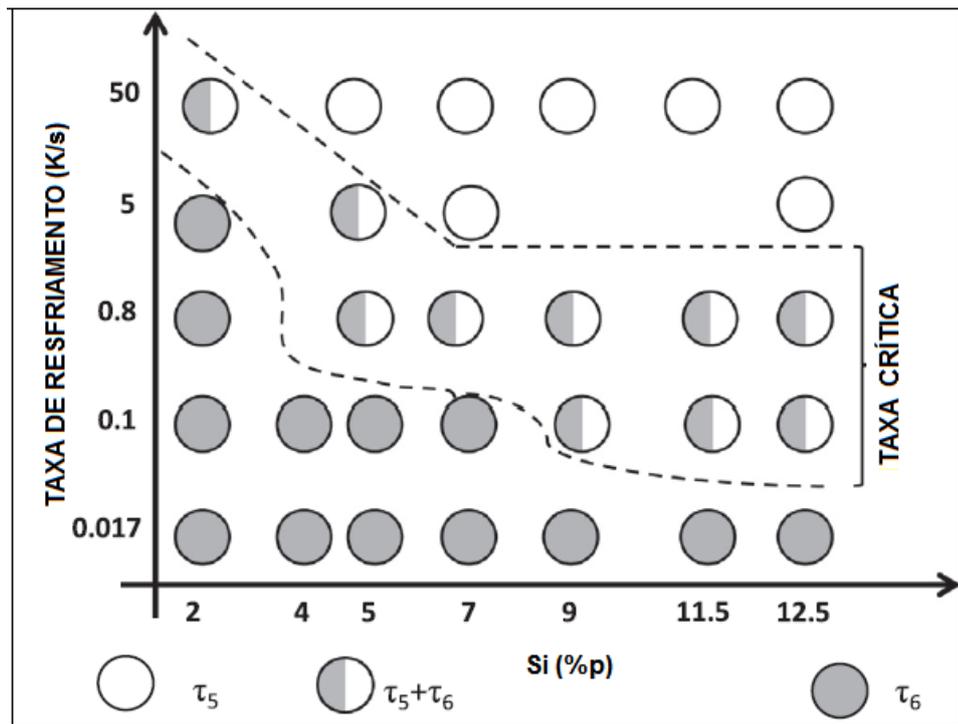


Figura 2.4 - Influência das taxas de resfriamento e do teor de Si na formação das fases  $\tau_5$  e  $\tau_6$  na liga Al-7Si [23].

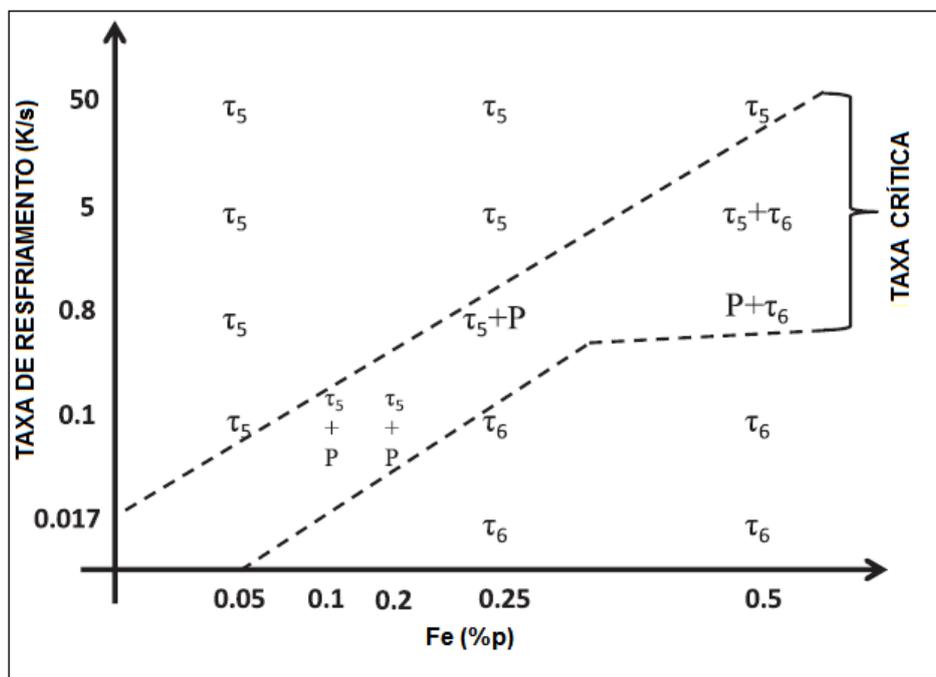


Figura 2.5 - Influência das taxas de resfriamento e do teor de Fe, na formação das fases  $\tau_5$  e  $\tau_6$  na liga Al-7Si [23]

A presença de elementos como Mn, Cr, V e Co, pode diminuir o comprimento, ou até mesmo evitar a precipitação de compostos intermetálicos com morfologia assimétrica, pois são considerados elementos estabilizadores da fase  $\alpha$ -  $\text{Al}_8\text{SiFe}_2$  que pode se apresentar com duas morfologias distintas, poliedral (quando formada no início da solidificação), e escrita chinesa (quando formada ao final da solidificação). O manganês, por sua vez, pode fazer com que partículas da fase  $\alpha$  apareçam em forma de glóbulos angulares ( $\alpha$  poliedral); essas partículas não fragilizam a liga, mas causam uma redução na sua usinabilidade. Estudos indicam que a adição de manganês pode neutralizar os efeitos deletérios do ferro em ligas Al-Fe-Si, sendo que o teor de manganês necessário é geralmente 50% do teor de ferro contido na liga. Essa relação entre o ferro e o manganês pode promover a quebra das placas de  $\beta$ , diminuindo o efeito negativo desses intermetálicos sobre as propriedades mecânicas da liga reduzindo o comprimento e a quantidade das placas de  $\beta$ , ou até mesmo eliminando-as totalmente. A Figura 2.6 mostra a evolução da microestrutura da liga 319 com 1.25 %p de Fe mediante a adição de manganês [24], sendo possível observar e inferir que maiores teores de Mn favoreceram a formação das fases  $\alpha$  escrita chinesa e poliedral em detrimento de  $\beta$  com morfologia de agulhas.

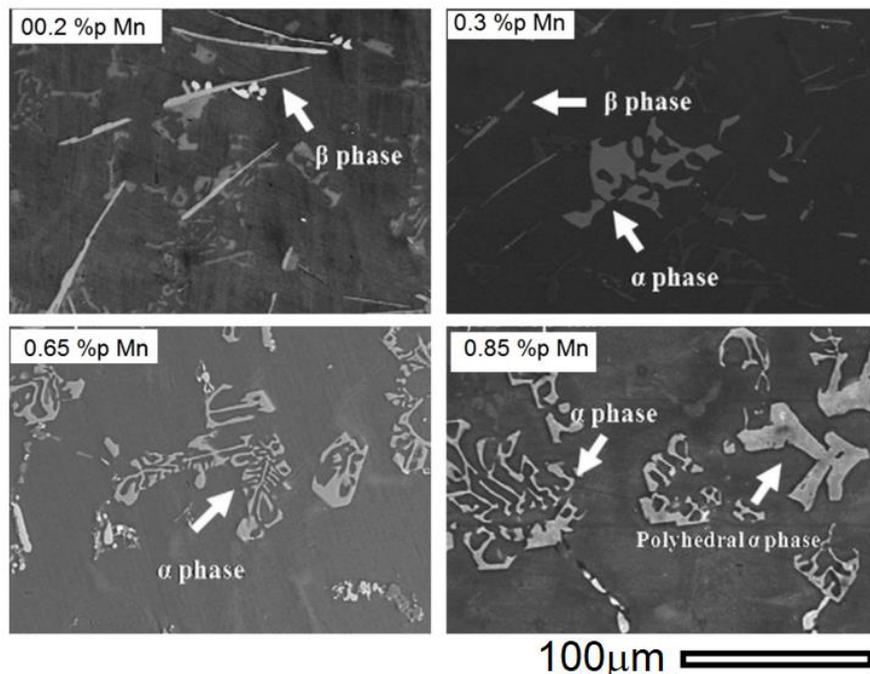


Figura 2.6 - Evolução da microestrutura da liga 319 mediante a adição de manganês [24].

Além da dependência da composição química e taxa de resfriamento, o desenvolvimento dos intermetálicos de ferro formados em matriz de alumínio também pode ser afetado pela rota de processamento aplicada. Em outras palavras, o caminho de solidificação de ligas de alumínio contaminadas por Fe pode ser alterado de acordo com o tipo de processamento aplicado [9]. Em um estudo realizado no laboratório de fundição do DEMa-UFSCar referente a reciclagem de ligas de alumínio da série 6000 contaminadas por ferro, aplicou-se três diferentes rotas de reciclagem para se verificar a influência de cada uma sobre a microestrutura, a saber: conformação por spray (CS, processo de fundição não convencional), solidificação em coquilha de cobre e solidificação em molde de grafite. Foi constatado que a conformação por spray alterou o caminho de solidificação da liga estudada, modificando também a morfologia do intermetálico Al-Fe-Si-Mn, com resultados considerados relativamente positivos referente as propriedades mecânicas [9]. As Figuras 2.7 e 2.8 mostram respectivamente, as morfologias da fase Al-Fe-Si-Mn encontradas na microestrutura da liga 6061 contaminada com 1,4 %p Fe obtidas por três tipos

de processamentos diferentes, e o gráfico de tensão deformação para a liga processada por CS e extrudada. A tabela 2.1 traz os valores de algumas propriedades mecânicas obtidos no ensaio de tração da liga 6061-T6 processada por CS e extrudada.

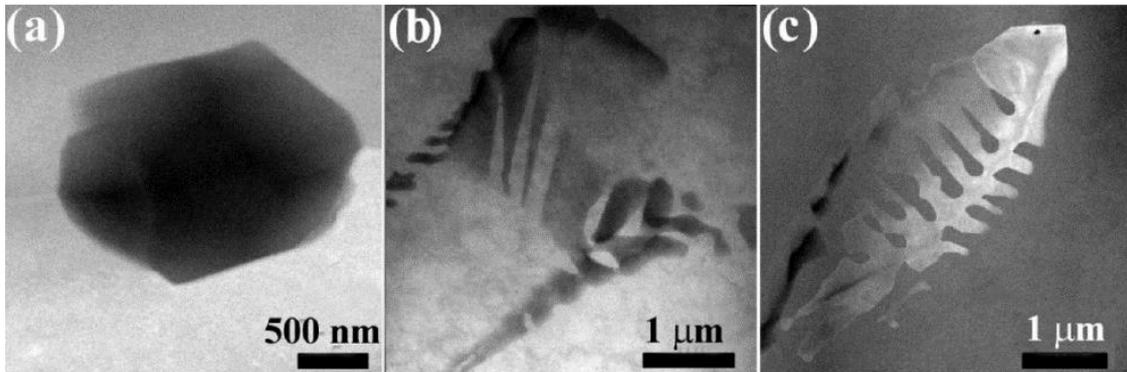


Figura 2.7 - Morfologias da fase Al-Fe-Si-Mn encontrada na microestrutura da liga 6061 contaminada com 1,4 %p Fe obtidas pelos três tipos de processamentos diferentes. (a) CS; (b) molde de grafite; e (c) coquilha de cobre [9].

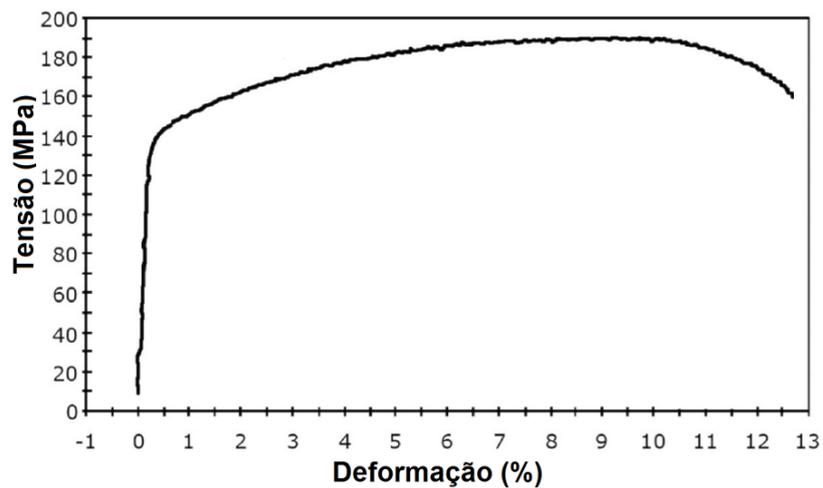


Figura 2.8 - Curva obtida pelo ensaio de tração da liga 6061 contaminada com 1,4%p Fe processada por CS, extrudada e tratada termicamente em T6 [9].

Tabela 2.1 – Valores de propriedades mecânicas obtidos no ensaio de tração da liga 6061-T6 processada por CS e extrudada [9].

LRT (MPa)	Lim.Escomento (MPa)	Alongamento (%)
190 ± 1	142 ± 1	12 ± 1

## 2.2 Manufatura aditiva de ligas de alumínio e variáveis do processo

Os processos de manufatura aditiva são processos de fundição não convencionais capazes de produzir peças de geometria complexa com alta precisão dimensional e sem restrições geométricas, eliminando etapas de usinagem. Além disso, proporcionam um controle maior da matéria prima tendo em vista que o pó remanescente na câmara de fusão não utilizado durante a fabricação das peças pode ser reutilizado posteriormente, e a eliminação de processos de usinagem evita que boa parte da peça fabricada seja descartada em forma de cavaco [3]. As altas taxas de resfriamento alcançadas pelos processos de MA muitas vezes não permitem a segregação e a formação de segundas fases, proporcionando uma microestrutura refinada com excelentes propriedades mecânicas [25]. Esses fatores justificam o aumento no interesse de vários setores da indústria no desenvolvimento de processos de manufatura aditiva como o FSL que funciona da seguinte maneira:

Um software instalado a um computador integrado ao equipamento de FSL extrai informações detalhadas do projeto referente a geometria da peça em três dimensões que será processada (normalmente arquivos com extensão CAD), em seguida, esse software corta tal peça em diversas camadas geométricas com espessuras da ordem de  $\mu\text{m}$ .

A espessura das camadas normalmente é pré-determinada de acordo com o diâmetro do pó utilizado como matéria prima (geralmente inferior a 60  $\mu\text{m}$ ). Essas camadas serão impressas uma de cada vez pela fusão das partículas de pó realizada dentro de uma câmara com atmosfera controlada por gás inerte. A fusão das partículas ocorre por meio de uma fonte de laser de alta potência guiada seletivamente que varre toda a área referente a geometria da camada de pó previamente confeccionada. Dentro da câmara de fusão, uma plataforma de construção acomoda o pó, essa plataforma contém uma base móvel onde o substrato que serve de apoio para a construção das primeiras camadas é fixado. A medida em que cada camada digitalizada é fundida, esse substrato se movimenta ao longo do eixo Z a uma distância referente a espessura de uma camada para que a próxima camada de pó possa ser acomodada e posteriormente fundida, e esse procedimento se repete até que a peça seja finalizada [26, 27]. A Figura 2.9 mostra como ocorre a construção da peça dentro da câmara até a retirada do pó remanescente.

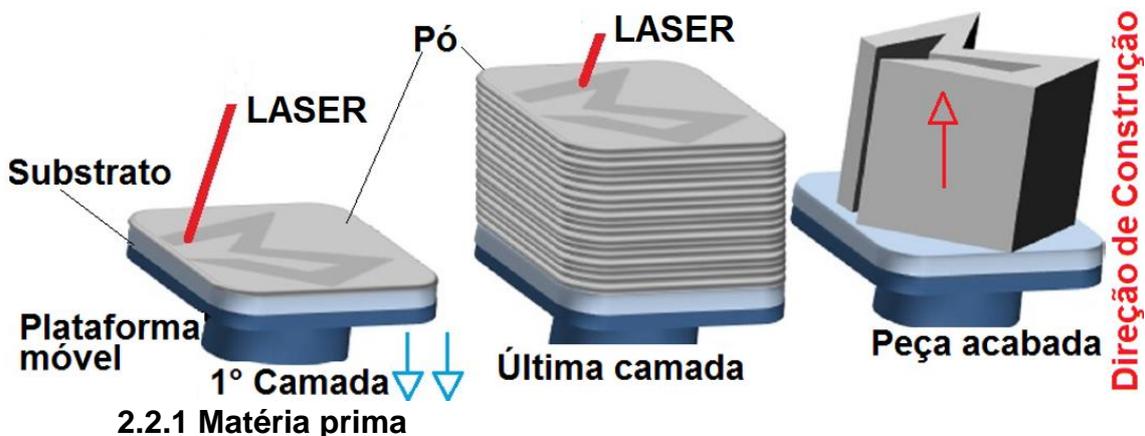


Figura 2.9 - Construção da peça dentro da câmara até a retirada do pó remanescente.

Para alcançar um alto padrão de qualidade na produção de peças por FSL o primeiro passo é conhecer e controlar as principais características do pó que será utilizado como matéria prima. Dentre elas estão as características intrínsecas da liga processada como condutividade, absorção e expansão térmica e características química de superfície, seguida de características

físicas como granulometria, morfologia, densidade de empacotamento e reologia das partículas de pó [1, 28]. A morfologia influencia diretamente na reologia e densidade de empacotamento das partículas, partículas esféricas fluem melhor dentro da câmara no momento em que o pó é espalhado para a fusão de cada camada, além de apresentar melhor empacotamento de acordo com modelos de esferas rígidas [3]. A influência da granulometria na densidade de empacotamento ainda é motivo de discussão na comunidade científica. Estudos apontam que a adição de partículas de pó de diferentes tamanhos colaboram para maior densidade de empacotamento, desde que as partículas menores ocupem os interstícios criados entre o empacotamento das partículas maiores [3]. No entanto, partículas de pó com diâmetros inferiores a 10  $\mu\text{m}$  podem causar problemas durante o manuseio dentro da câmara de FSL, entre outras desvantagens, como a redução da fluidez devido ao aumento da coesão das partículas de pó devido as forças de atração entre elas. As forças de adesão de partículas metálicas são tipicamente potencializadas em partículas finas, onde elas começam a se aglomerar mais facilmente desenvolvendo um comportamento reológico inadequado [28]. A adição de partículas finas também aumenta a área da superfície de contato, e se levarmos em consideração a oxidação das partículas, haveria também maior quantidade de filme de óxido formado favorecendo a inclusão de poros e compostos intermetálicos.

Outra desvantagem de se utilizar uma janela ampla de diâmetro de partículas é a determinação da magnitude da velocidade de varredura do feixe de laser. Partículas maiores exigem maior densidade de energia ou menor velocidade de varredura para serem totalmente fundidas. Se a diferença no tamanho de partículas for razoavelmente grande, pode ocorrer a vaporização das partículas menores, ou ainda a fusão apenas parcial das partículas maiores. Com base em estudos sobre granulometria do pó, o uso de granulometria fina exige densidade de energia mais baixa para alcançar a fusão completa das partículas em comparação com as mais grossas, diminuindo o gradiente de temperatura entre sólido e líquido. Conseqüentemente, é necessário determinar o tamanho da partícula de acordo com a liga a ser processada e assim

estabelecer relações de densidade de empacotamento com a absorção térmica do pó [1].

Por fim, mas não menos importante, a técnica de atomização pela qual o pó foi obtido afeta diretamente as características geométricas, densidade de empacotamento, reologia e principalmente a quantidade de oxido na superfície do pó. Existem três técnicas de atomização distintas sendo atomização por gás, água e plasma. Em termos de aplicação, os pós atomizados com gás e plasma são frequentemente preferidos no processamento de FSL uma vez que produzem maior esfericidade e densidade de empacotamento, e menor teor de óxidos em comparação com partículas atomizadas com água (WA). Ao se tratar dos custos para produção do pó, os pós atomizados por gás apresentam melhor relação custo benefício em comparação a atomização por plasma [29].

### **2.2.2 Influência de parâmetros do processo**

O processamento por FSL permite utilizar mais de uma direção de impressão de camadas, ou seja, com a programação adequada, cada camada pode ter sua fusão iniciada e finalizada em pontos e direções diferentes. Essa capacidade pode contribuir na redução de textura e anisotropia das ligas processadas, principalmente em ligas de alumínio [30]. Em um estudo realizado por Rao e seus colaboradores [31], a liga Al-7Si-0.7Mg foi processada por FSL em duas condições distintas, sendo uma delas com pré-aquecimento a 200 °C do substrato que acomoda o pó para impressão das primeiras camadas, e outra sem pré-aquecimento. As amostras foram produzidas e analisadas por ensaio de tração em duas direções, sendo que amostras horizontais (X~Y) apresentaram propriedades mecânicas superiores em comparação com amostras verticais (X~Z), com destaque para deformação na fratura praticamente duas vezes maiores que a deformação das amostras verticais. Eles explicaram o comportamento anisotrópico da liga com base em três fatores: morfologia dos grãos, vazios tais como defeitos de fusão e poros formados durante a fusão do pó, e interfaces formadas entre as poças de fusão durante a varredura do laser. Com exceção da ductilidade, as propriedades mecânicas das

amostras com substrato pré-aquecido foram inferiores as de amostras sem pré-aquecimento, ressaltando a influência dos parâmetros de processamento. De acordo com Rao e seus colaboradores, o pré-aquecimento resultou em menor taxa de resfriamento e conseqüente super-envelhecimento da liga durante a impressão das camadas, levando ao crescimento de partículas de Si e conseqüentemente queda no limite de resistência a tração. A Figura 2.10 traz a estratégia de impressão das camadas utilizada na construção das amostras; as hachuras representam as direções de varredura do laser durante a impressão das camadas  $n$ , e  $n+1$ , com o objetivo de produzir camadas com texturas diferentes e analisar os resultados com base em aumento de propriedades mecânicas. Devido a uma refusão parcial da camada anterior que ocorre durante a deposição da camada seguinte, a estratégia de impressão de camadas com diferentes direções de varredura possibilita uma textura em duas orientações.

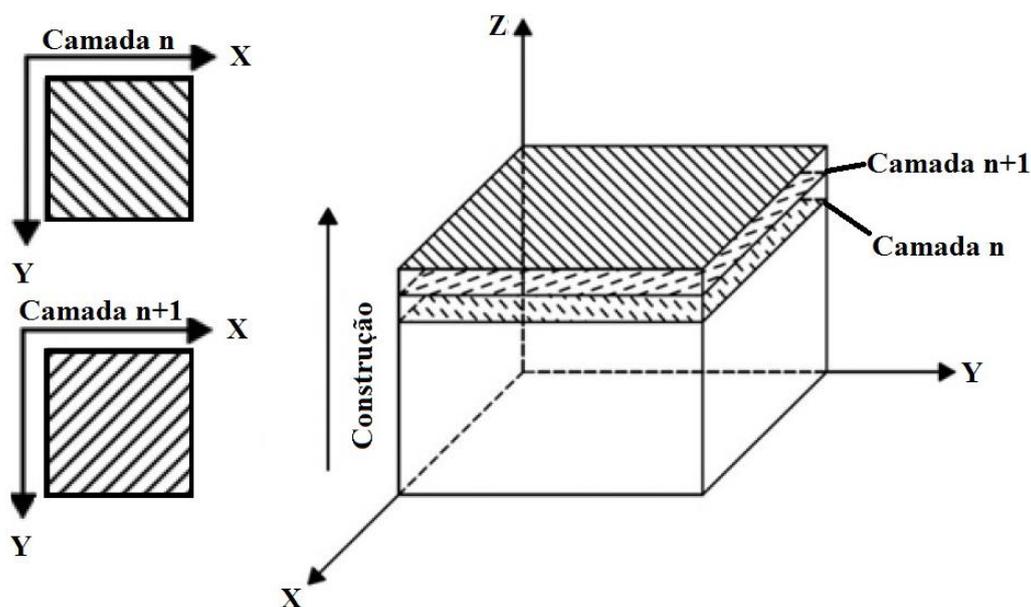


Figura 2.10 (a) Estratégia de impressão e deposição das camadas ao longo do eixo z.

### **2.2.3 Influência da densidade de energia do laser na densidade relativa das peças obtidas por FSL**

A energia total responsável pela fusão das partículas de pó durante a impressão das camadas é uma função da energia e velocidade de varredura do laser. Ela é responsável pela maioria das características intrínsecas de peças processadas por FSL, influenciando diretamente nas características finais dos produtos fabricados. Rao e seus colaboradores [31], verificaram os efeitos da utilização de diferentes parâmetros na densidade relativa das peças fabricadas. Foram aplicados diferentes valores de energia do laser e velocidade de varredura para a fabricação de peças utilizando a liga de alumínio Al-7Si-0.7Mg. A alta taxa de solidificação aplicada pelo processo de FSL reduziu o tamanho das células do eutético de Si e proporcionaram propriedades mecânicas superiores aos padrões da mesma liga obtida por processo de fundição convencional. Além disso, eles identificaram que a densidade da peça aumenta com o aumento da magnitude da energia do laser até atingir uma energia máxima crítica, onde em seguida ocorre uma perda de densidade para determinada velocidade de varredura mantida constante. Outra constatação feita foi a respeito da variação da velocidade de varredura. Menores velocidades com magnitude de energia do laser constante proporcionaram aumento na densidade até alcançar uma velocidade mínima crítica. Isto significa que o desenvolvimento de defeitos de solidificação é amplamente influenciado pela variação de entrada de energia em função do tempo de aplicação do laser. Em resumo, baixa magnitude de energia ou alta velocidade de varredura do laser podem fazer com que ocorra uma redução na densidade relativa devido a fusão incompleta de partículas de pó causada por energia insuficiente, enquanto que, a alta magnitude de energia ou baixa velocidade de varredura do laser podem ocasionar redução na densidade relativa devido ao excesso de energia que causa ebulição e vaporização do metal processado. Mesmo que a energia não seja suficiente para a vaporização do metal, a ebulição por si só pode favorecer a formação de defeitos de fusão, assim como as altas taxas de solidificação obtidas por FSL favorece o aprisionamento de gases, e ebulição na poça de fusão pode aumentar a quantidade de respingos [31]. Esses respingos são

indesejados pois são arremessados dentro da câmara de deposição, muitas vezes em estado parcialmente líquido aderindo na camada recém impressa gerando uma superfície irregular para acomodação das partículas de pó da camada que será impressa na sequência, além de aderir também nas partículas que não foram utilizadas na fusão das camadas, formando pequenos satélites como mostrado na Figura 2.11 e dificultando a reutilização das mesmas.

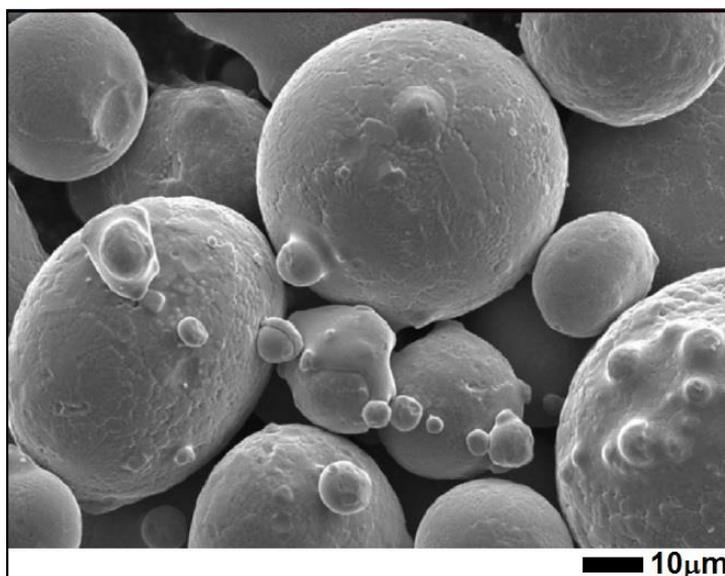


Figura 2.11 – Formação de satélites nas partículas de pó [1].

A vaporização de elementos de liga causada pela aplicação de alta densidade de energia durante a impressão das camadas pode prejudicar o endurecimento por solução sólida das ligas de alumínio reduzindo valores de propriedades mecânicas. Neste contexto, a determinação da entrada de energia ideal para processamento de um material específico deve ser realizada cuidadosamente. Contudo, diferentes níveis de entrada de energia têm sido aplicados e testados para otimizar os parâmetros e maximizar a densidade das peças acabadas, podendo ser previamente calculado por equações relativamente simples. Nesma e seus colaboradores [3], estudaram a influência de variações de parâmetros necessários para produzir peças com alta densidade a partir da liga Al-10Si-0.6Mg utilizando o processamento FSL. Com a variação

de diferentes parâmetros e estratégias de varredura, eles encontraram uma rota capaz de produzir peças que alcançaram densidade de 99,8% destacando a importância da distância de varredura (distância entre os centros de duas trilhas), também conhecida na literatura como distância entre as hachuras ou *hatching*. Foi constatado que a distância de varredura tem grande influência na densidade das peças fabricadas por FSL como mostra a Figura 2.12, que traz a microestrutura de uma liga Al-10Si-0.6Mg processada usando diferentes espaçamentos entre as hachuras indicando que quanto mais próximas maior será a densidade alcançada [3]. A figura 2.13 é uma ilustração da deposição de uma camada realizada por FSL; é possível identificar que o espaçamento de uma hachura vai do centro de uma trilha varrida pelo laser (material já consolidado), até o centro da trilha seguinte, indicando que o espaçamento da hachura é equivalente ao diâmetro da poça fundida. É possível identificar também a espessura da camada que está sendo digitalizada e sua penetração na camada anterior [26].

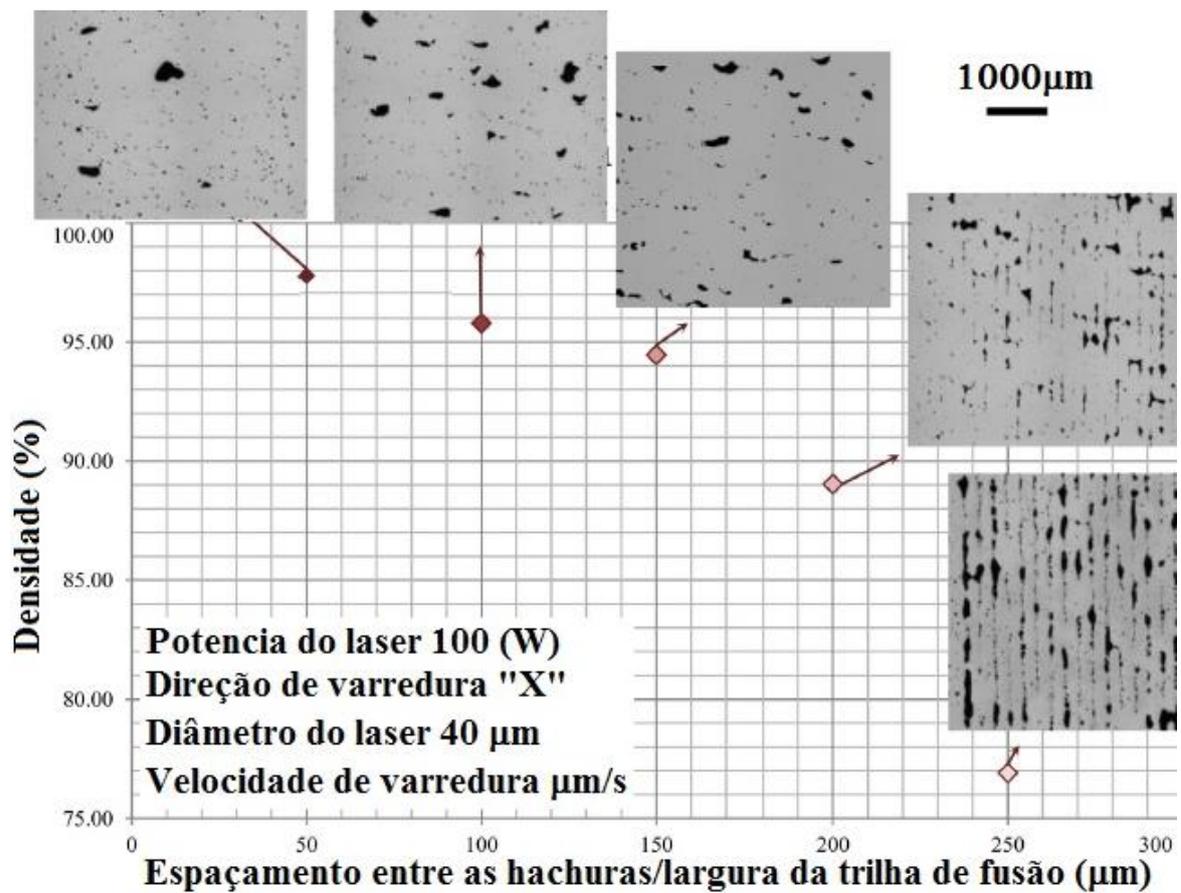


Figura 2.12 – Influência do espaçamento das hachuras na densidade da liga Al-10Si-0.6Mg processada por FSL.

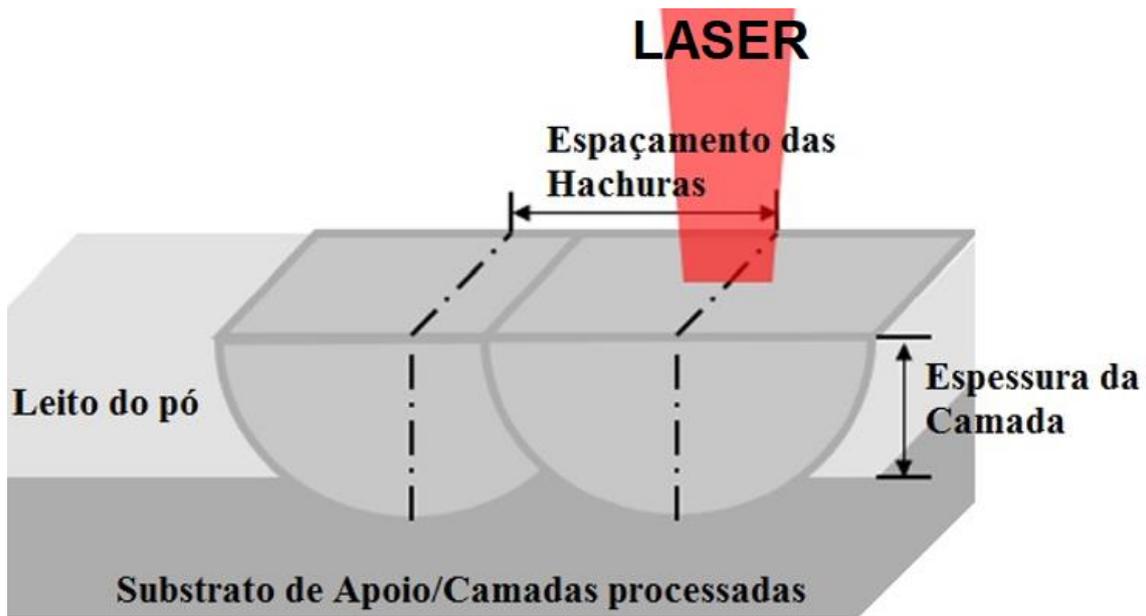


Figura 2.13 – Espaçamento entre as hachuras.

#### 2.2.4 Formação de segundas fases, solução sólida, tratamento térmico e propriedades mecânicas de ligas de alumínio processadas por FSL

As propriedades mecânicas de peças fabricados por processos de MA também podem ser ajustadas por meio de tratamentos térmicos. Zhou e seus colaboradores [32], estudaram o desenvolvimento da microestrutura e precipitação de fases em amostras da liga Al-10Si-0.6Mg processadas por FSL. O estudo teve início na caracterização da microestrutura das partículas de pó obtidas por de atomização a gás que possuíam diâmetro de 0-100  $\mu\text{m}$ , seguido pela caracterização microestrutural e mecânica das amostras fabricadas com e sem tratamento térmico T6, sendo que os resultados foram analisados e correlacionados com a evolução da dureza. As partículas de pó exibiram estrutura eutética lamelar formada na matriz de alumínio primário semelhante a encontrada na liga fundida, porém muito mais refinada devido as altas taxas de resfriamentos imposta pelos processos de atomização. Precipitados da fase  $\pi$ - $\text{Al}_8\text{Si}_6\text{Mg}_3\text{Fe}$ , muito comum em ligas de AlSiMg fundidas, e várias partículas de Si com formato esférico e diâmetros da ordem de alguns nanômetros, foram

observados nos contornos das células. As amostras fabricadas por FSL foram analisadas por MEV e MET antes do tratamento T6 e identificou-se que a microestrutura consistia em grãos colunares com comprimentos variados na direção de varredura do laser, e perpendicular a direção de construção das amostras. Após o tratamento térmico de solubilização a 520 ° C ocorreu a dissolução da estrutura colunar, enquanto que a proporção das partículas de Si permaneceu praticamente constante. A fase  $\pi$ -Al<sub>8</sub>Si<sub>6</sub>Mg<sub>3</sub>Fe formada inicialmente se decompôs na fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>SiFe em forma de placa. A fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>SiFe é comum em ligas de alumínio que contem AlFeSi mesmo que com teores reduzidos e normalmente precipita ao final da solidificação, já em temperaturas mais baixas sendo favorecida por taxas de resfriamento mais lentas [21, 22, 33]. O estudo realizado por Zhou [32] mostrou que deve se atentar durante a realização da solubilização das ligas AlSiMg fabricadas por FSL, principalmente aquelas contaminadas por Fe, tendo em vista que a fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>SiFe é indesejável e não precipitou durante a impressão das amostras e sim após a solubilização. O envelhecimento artificial a 160 ° C não alterou a microestrutura, mas levou a formação de precipitados metaestáveis de Mg<sub>2</sub>Si. Após o tratamento de solubilização a dureza diminuiu devido ao crescimento de grão e redução de átomos de Si e Mg em solução sólida, e o pico de dureza foi atingido após 6 horas de envelhecimento artificial. As Figuras 2.14 e 2.15 mostram respectivamente a microestrutura das amostras processadas por FSL antes e depois do tratamento térmico T6. A Figura 2.16 traz uma imagem da microestrutura da liga Al-10Si-0.6Mg obtida por microscopia eletrônica de transmissão antes e depois do tratamento térmico de solubilização a 520 °C por duas horas, onde é possível observar a presença da fase  $\beta$  após o tratamento térmico.

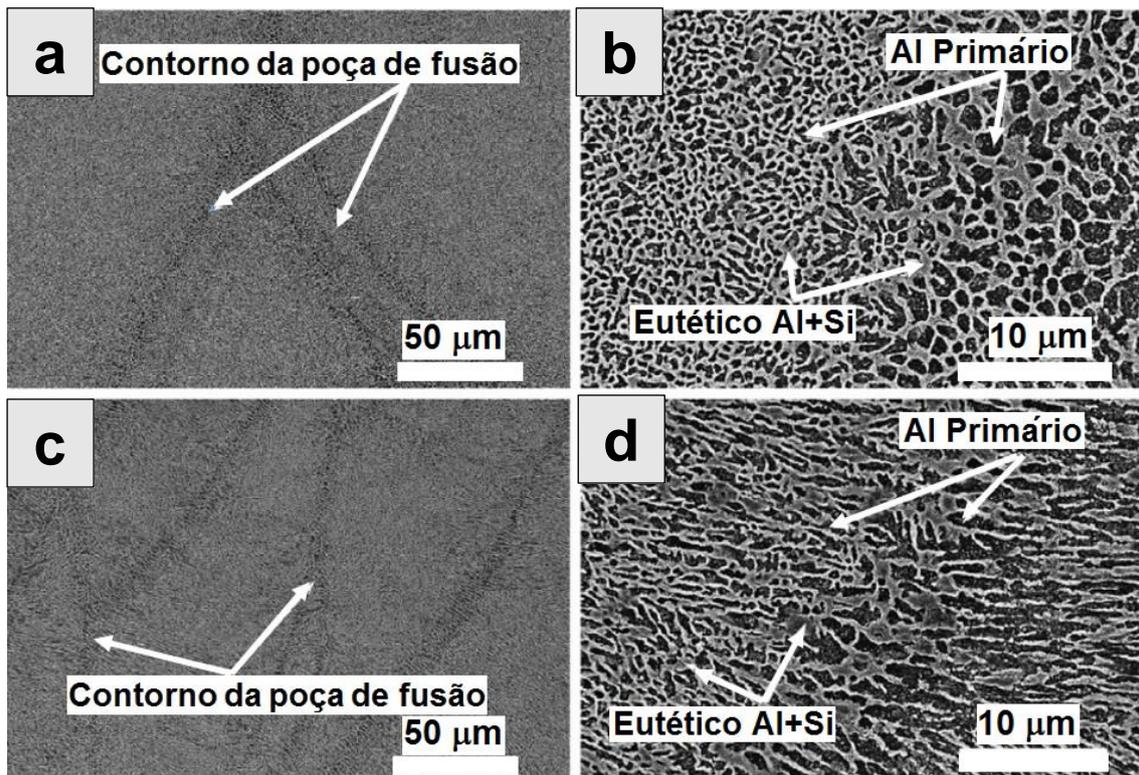


Figura 2.14 - Micrografias da liga FSL Al-10Si-0.6Mg como construída obtidas por MEV. (a, e b) plano X~Z; (c, e d) plano X~Y.

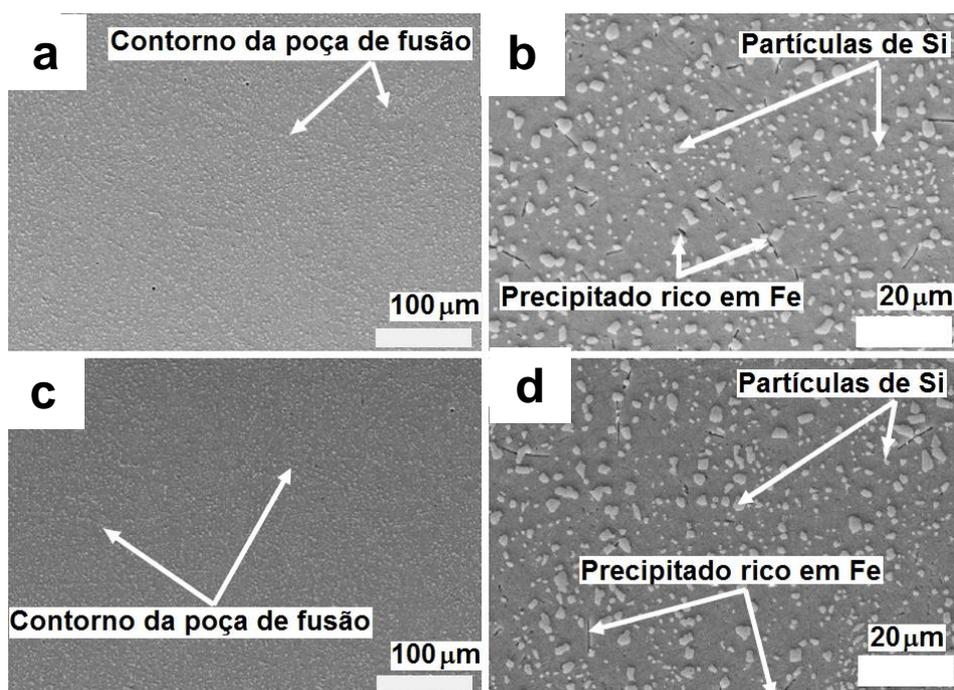


Figura 2.15 - Micrografias da liga FSL Al-10Si-0.6Mg obtidas no MEV após solubilização a 520 ° C por 2 horas seguida de envelhecimento a 160 ° C por 6 horas em seções transversais (a, e b); (c, e d) longitudinais.

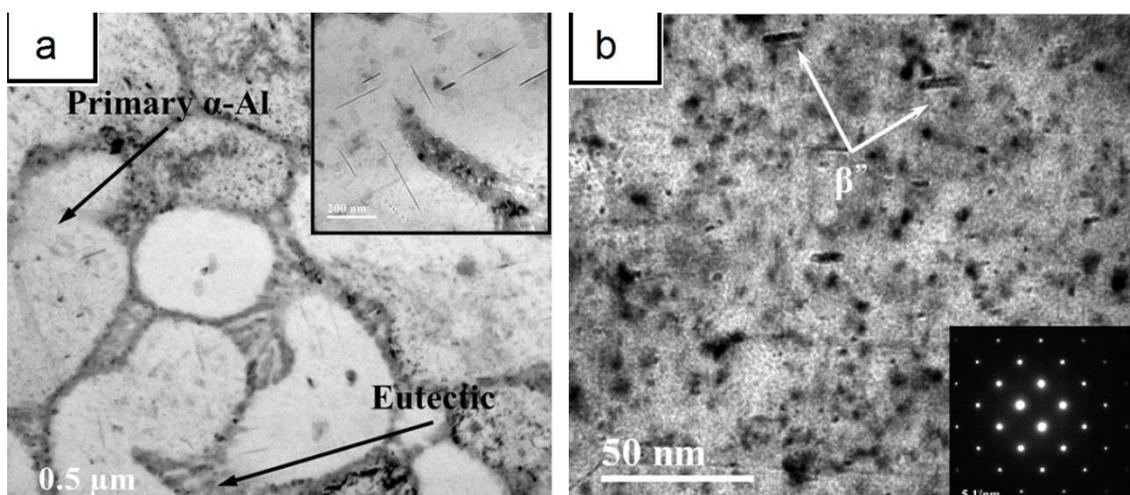


Figura 2.16 Microestrutura da liga Al-10Si-0.6Mg obtida por MET campo claro. (a) como construída; (b) após solubilização a 520 °C por 2 horas.

Outra liga Al-7Si-0.7Mg fabricada por FSL também foi submetida a diferentes tratamentos térmicos com o objetivo de estabelecer relações entre microestrutura da liga como processada, tratamento térmico e propriedades mecânica. Yang e seus colaboradores [34], verificaram os efeitos dos seguintes tratamentos térmicos na liga Al-7Si-0.7Mg: (i) envelhecimento direto a 160 ° C por 8 horas, (ii) alívio de tensão a 300 ° C por 2 horas, e (iii) alívio de tensão + solubilização a 543 °C em diferentes períodos de permanência 1, 3 e 8 horas extintas imediatamente em solução polimérica aquosa até temperatura ambiente + envelhecida artificialmente a 160 durante 8 horas.

As amostras da liga Al-7Si-0.6Mg como processadas por FSL apresentaram resistência mecânica muito maior do que a mesma liga fundida por processos convencionais; os autores associaram esse comportamento ao endurecimento por solução sólida como resultado das taxas de resfriamento rápido. As amostras diretamente envelhecidas a 160 por 8 horas, mostraram maior resistência mecânica entre todos os esquemas de tratamentos térmicos investigados devido a contribuição de uma combinação de envelhecimento natural, e fortalecimento por precipitação da fase Mg<sub>2</sub>Si em escala nanométrica, enquanto que as amostras aliviadas apresentaram maior alongamento antes da fratura devido ao alívio das tensões e dispersão das partículas de Si. O alongamento antes da fratura diminuiu consideravelmente após a solubilização por causa da quebra da rede celular de Si [34]. O envelhecimento direto, ou o alívio de tensões podem ser soluções para o problema causado pela solubilização no estudo da liga Al-10Si-0.6Mg realizado por Zhou [32], aumentando a resistência mecânica sem risco da formação de fases indesejadas compostas por Fe-Si durante a solubilização, e otimizando o processo.

Esses efeitos mostrados nos parágrafos anteriores podem ser exacerbados quando se aumenta o teor de ferro nas ligas, como é caso do presente estudo. Em função da revisão bibliográfica apresentada fica claro a importância e o efeito dos parâmetros de processamento e da composição das ligas de alumínio nas propriedades finais das ligas de alumínio produzidas por FSL. O teor de ferro será aumentado significativamente em relação aos estudos

realizados até o momento e relatados na literatura com o objetivo de estudar essa influência nas propriedades mecânicas das ligas Al-7Si-Mg.



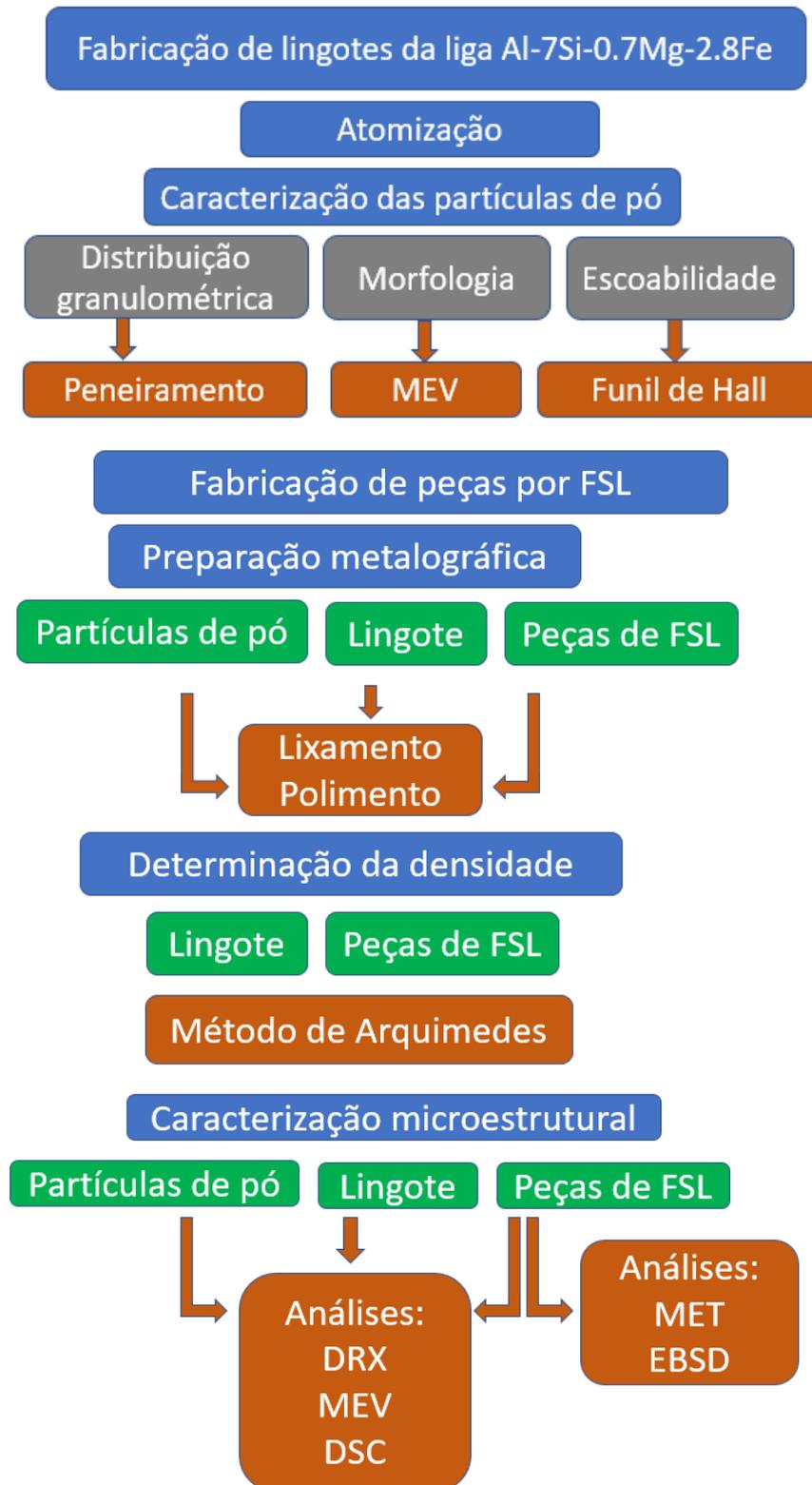
### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Roteiro

Esse estudo comparou a microestrutura de partículas de pó, lingotes obtidos por Fundição Convencional (FC) e peças produzidas por FSL da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe %p, comparou também as propriedades mecânicas resultantes dos processos FC e FSL. Para executar as análises foi necessário estabelecer doze etapas, na primeira ocorreu a obtenção da matéria prima utilizada (fabricação dos lingotes), seguida pela obtenção do pó por atomização; caracterização de propriedades físicas das partículas de pó; fabricação das peças por FSL; preparação metalográfica; determinação da densidade das peças obtidas por FC e FSL, caracterização microestrutural das partículas de pó, e de peças de FC e FSL que apresentaram maior densidade; usinagem dos corpos de prova para ensaio de tração, caracterização mecânica de FC e FSL; tratamento térmico (TT), caracterização microestrutural e mecânica de amostras de FC e FSL após TT. A Tabela 3.1 mostra a composição química da liga estudada obtida por Espectrometria de Fluorescência de raios X (FRX), enquanto a Figura 3.1. traz o fluxograma que ilustra as etapas e os experimentos realizados em cada uma delas.

Tabela 3.1 - Composição da liga estudada.

(%p)	Al	Si	Mg	Fe	Mn	Cu	Zn	Ni	Li
Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe	Bal.	7	0.7	2.8	*	*	*	*	*



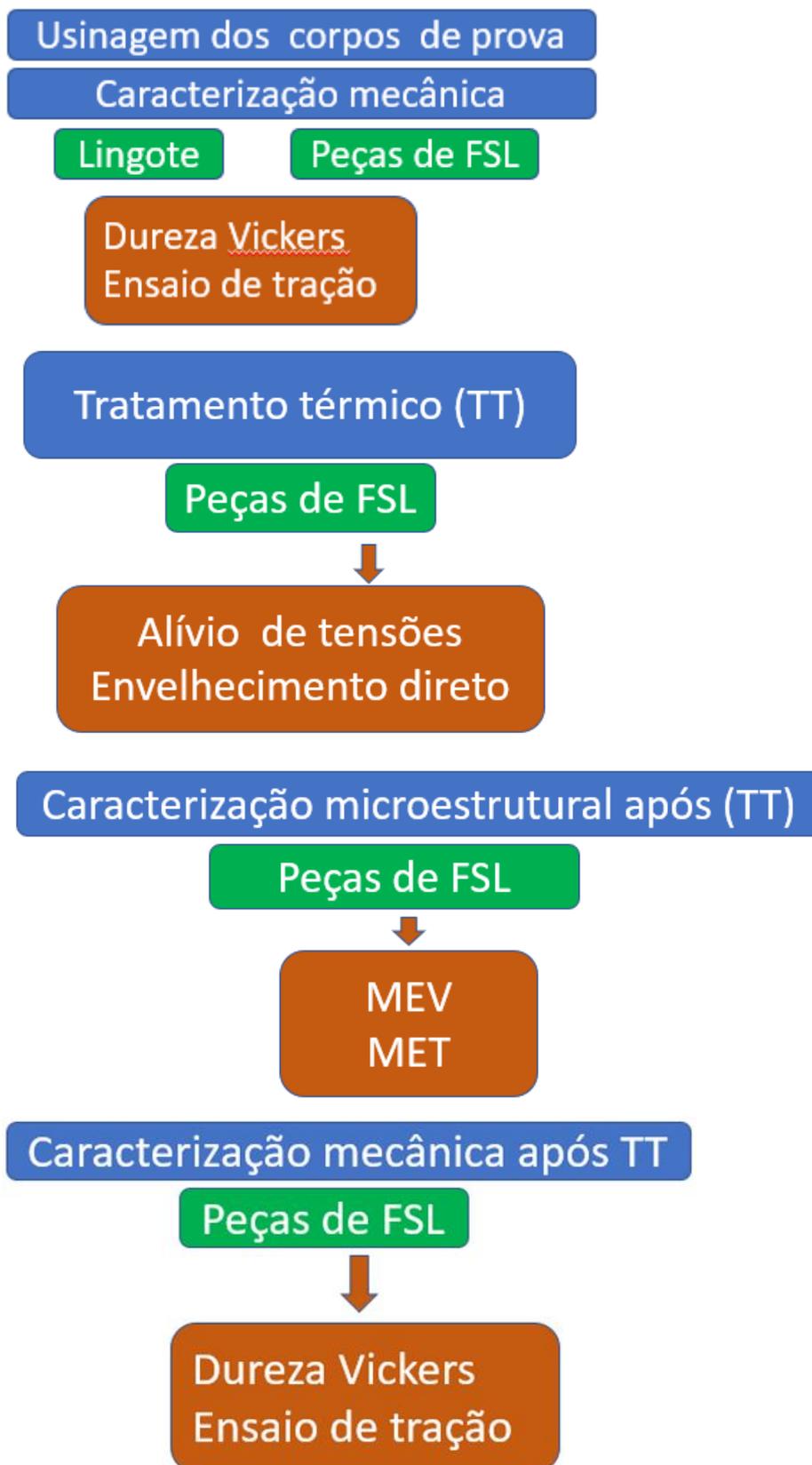


Figura 3.1 - Fluxograma das etapas do estudo.

### 3.1.1- Escolha da liga e produção da matéria-prima

Foi escolhida a liga Al-7Si-0.7Mg por ser uma das mais processadas por FSL junto com a liga Al-10Si-0.6Mg. Além disso, cálculos termodinâmicos no software Thermo-Calc  $\text{G}$  [35] apontaram que a liga Al-7Si-0.7Mg possui maior intervalo de solidificação em relação a Al-10Si-0.6Mg, ou seja, haveria maior tempo para formação e crescimento das fases ricas em Fe, o que proporcionaria maiores danos as propriedades mecânicas. O teor de Fe adicionado foi determinado partindo de um estudo anterior já citado no item 2.1 [15], onde a liga Al-7Si-0.7Mg foi contaminada com 1 %p de Fe e processada por outro processo de manufatura aditiva proporcionando propriedades mecânicas superiores as propriedades da mesma liga fundida convencionalmente. A partir dessas informações, decidiu-se utilizar como matéria-prima nesse trabalho a liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe (%p), que foi produzida a partir de elementos puros. Utilizando um forno de indução da marca Power Trak modelo 50-30R VIP, e um molde de areia, produziu-se cinco lingotes, cada um com 1200 g de massa. Quatro lingotes foram destinados para produção do pó por meio de atomização a gás, e um foi utilizado para caracterização microestrutural e mecânica da liga obtida por fundição convencional (FC).

### 3.1.2 Produção do pó

Os lingotes destinados para atomização foram aquecidos em forno de indução com atmosfera controlada até a temperatura de 670 °C, 50°C acima da temperatura de fusão da liga determinada por Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC). Em seguida, o metal fundido foi vazado e atomizado em um atomizador a gás de marca/modelo PSI Hermiga 75/5VI instalado no laboratório de fundição e solidificação do DEMa-UFSCar.

### 3.1.3 Caracterização das propriedades físicas do pó

A qualidade de peças fabricadas por FSL depende de propriedades físicas das partículas de pó. A principal delas é a escoabilidade que depende de outras propriedades como tamanho e morfologia das partículas, bem como da presença de satélites, que são partículas menores aderidas a partículas maiores. Após atomização, o pó foi peneirado de acordo com a norma ASTM B214 [36], utilizando um equipamento de vibração mecânica modelo Haver EML Digital Plus da marca HAVER & BOECKER, e peneiras de aço da marca HAVER & BOECKER, apresentando tamanho de partícula entre 20-75 $\mu\text{m}$ , com  $d_{50}=40\mu\text{m}$ . As partículas de pó foram separadas inicialmente em seis faixas granulométricas diferentes: <20  $\mu\text{m}$ ; 20-32  $\mu\text{m}$ ; 32-45  $\mu\text{m}$ ; 45-75  $\mu\text{m}$ ; 75-106  $\mu\text{m}$  e >106  $\mu\text{m}$ . A análise de peneiras fornece uma abordagem simples para quantificar a granulometria das partículas, deslocando partículas de pó por meio de uma série de peneiras empilhadas em ordem decrescente de tamanhos de malha que são submetidas a vibração mecânica. Subsequentemente, cada malha distinta (n) reterá partículas impenetráveis a próxima malha (n + 1), gerando, assim, um espectro de tamanhos de partículas agrupados em uma faixa granulométrica. As malhas utilizadas apresentam diferença de tamanhos muito estreitos entre malhas adjacentes para produzir resultados mais precisos. Para a análise da morfologia das partículas, as amostras em pó foram coladas em fita carbono e na sequência analisadas por MEV. O funil de Hall foi utilizado para determinar a escoabilidade/fluidez de partículas de pó com granulometria entre 20 e 75  $\mu\text{m}$ , sendo o experimento realizado de acordo com a norma ASTM B213 [37]. Para cada amostragem de 100 g de pó, realizou-se cinco experimentos, sendo verificada a escoabilidade para o pó a temperatura ambiente, e exposto a uma temperatura de 100° dentro de um forno de indução por 6, 12, 18 e 24 horas. A influência do aquecimento do pó antes dos processos de FSL foi estudada em ligas AlSiMg [38], constatando-se que partículas que passaram por processo de secagem apresentaram maior escoabilidade e contribuíram para redução da porosidade em peças fabricadas por FSL. A redução na porosidade foi associada a eliminação de uma camada de umidade presente na superfície das partículas de pó. A fusão das partículas aliada a decomposição da camada de umidade e

o aumento da solubilidade de hidrogênio e oxigênio no alumínio líquido, faz com que esses gases fiquem retidos durante a solidificação, justificando a presença de poros em peças fabricadas [39, 40].

### 3.2 Fabricação das peças de FSL

As amostras de FSL foram fabricadas em uma máquina de impressão por Fusão Seletiva a Laser Omnisint 160 (OMNITEK®) equipada com laser de 400 W Nd:YAG, sob atmosfera protetora de argônio. Devido a grande influência da composição química das ligas de alumínio na fabricação de peças por FSL, havia a preocupação se seria possível, ou não, a produção de peças com a liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe. Sendo assim, foi escolhido um conjunto de parâmetros baseados em valores encontrados na literatura para a liga *AlSiMg*, e então verificou-se tal possibilidade com a fabricação de amostras com geometria cubica medindo 10X10X10 mm, sendo escolhido o conjunto de parâmetros que proporcionou maior densidade volumétrica. Com os parâmetros de FSL definidos, barras de seção retangular medindo (45X7X3X mm) foram produzidas para serem usinadas e posteriormente ensaiadas por tração. Tanto na caracterização microestrutural quanto na caracterização mecânica, analisou-se dois planos diferentes, XZ e XY.

A figura 3.2 (a) mostra os cubos e barras produzidas por FSL e um esquema indicando onde foram realizados os cortes para análise microestrutural, e ensaio de dureza Vickers, enquanto a Figura 3.2 (b) mostra as barras produzidas para usinagem dos corpos de prova para ensaios de tração.

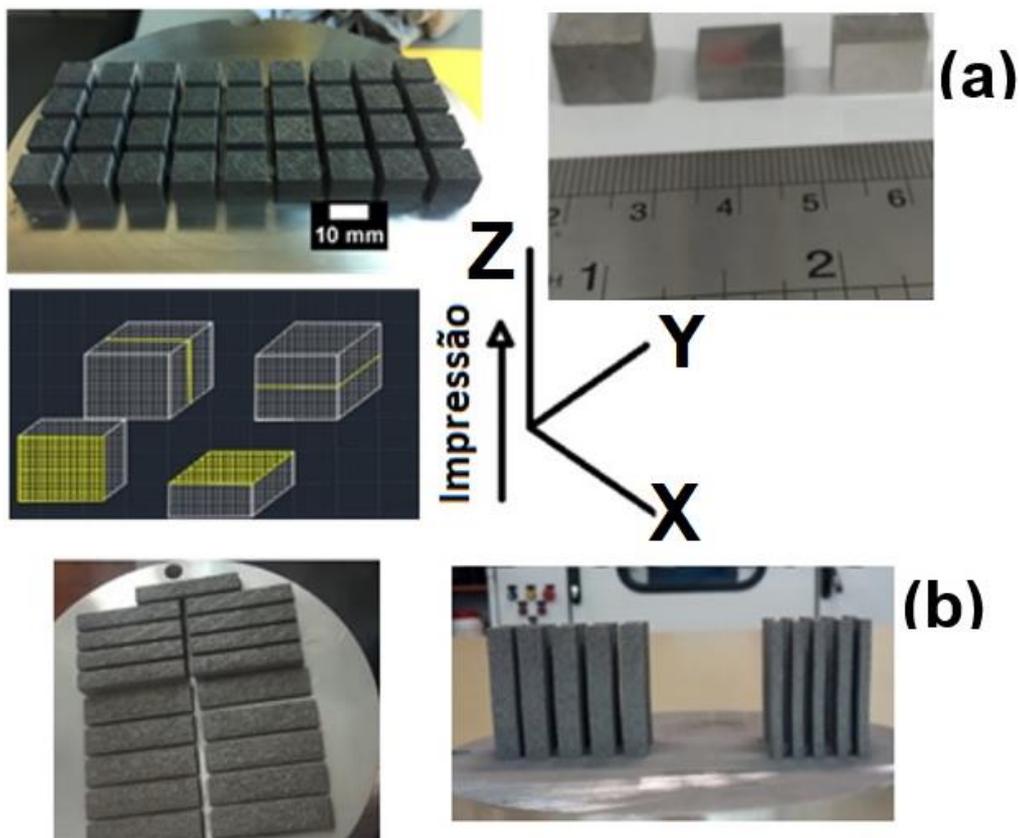


Figura 3.2 - (a) Cubos impressos por FSL e esquema indicando as direções de corte em relação ao plano de construção para análises microestruturais e ensaios de dureza Vickers; (b) barras produzidas para usinagem dos corpos de prova para ensaios de tração.

### 3.2.1 Determinação dos parâmetros de FSL

A Tabela 3.2 traz os valores de potência do laser, velocidade de varredura e largura da trilha testados durante a determinação de parâmetros. O conjunto de parâmetros que apresentou maior valor de densidade relativa está descrito abaixo:

Entrada de potência (**P**) de 250 W;

Velocidade de varredura (**V<sub>s</sub>**) de 1200 mm/s;

Espaçamento entre o centro das trilhas/*hatching* (**h**) 100 μm;

Espessura de camada de (**t**) 30 μm.

Esses parâmetros proporcionaram uma densidade de energia volumétrica de 69,4 J/mm<sup>3</sup>, calculada de acordo com a equação 3.1 [31].

Equação 3.1 - Cálculo de densidade de energia volumétrica (J/mm<sup>3</sup>).

$$E_v = P / (h * t * V_s)$$

Tabela 3.2 - Parâmetros utilizados para impressão dos cubos.

Parâmetro	Valores
Potência do laser (w)	200-250-300.
Velocidade de Varredura (mm/s)	1000-1200-1500-2000
<i>Hatching</i> (µm)	100
Espessura da camada (µm)	30

Tais parâmetros foram determinados experimentalmente considerando estudos anteriores baseados na maior densidade relativa medida pelo método de Arquimedes [31]. A estratégia de varredura utilizada foi a mesma apresentada no item 2.2.2 e ilustrada na Figura 2.10. Vale ressaltar que o objetivo principal desse estudo não foi a otimização de parâmetros, e sim investigar os efeitos do modo de solidificação da liga processada por FSL na formação de intermetálicos AlFeSi. Assim, a ideia de variar os parâmetros foi realizada com o objetivo maior de se estudar a microestrutura que pode ser formada em função da variação na cinética de solidificação dentro de parâmetros que podem produzir peças com valores aceitáveis de porosidade e de defeitos, ressaltando-se que esses efeitos também foram avaliados.

### 3.3 Preparação metalográfica

A preparação de amostras foi realizada utilizando as técnicas metalográficas convencionais, que incluem embutimento em resina, lixamento

em várias etapas com lixas de SiC com grana de 320, 400, 600, 800, 1200 e 2000, e polimento foi feito com suspensão de alumina e pasta de diamante seguida de ataque químico com ácido fluorídrico (HF) 1 %.

### **3.4 Determinação da densidade volumétrica**

Foram aplicados diferentes níveis de entrada de energia (E) com a finalidade de maximizar a densidade volumétrica das peças fabricadas. A densidade proporcionada por cada nível de energia de entrada foi analisada pelo método de Arquimedes, sendo que esse experimento foi realizado de acordo com a norma ASTM B962 utilizando uma balança de marca Sartorius modelo MSA2255, localizado no Laboratório de Manufatura Aditiva do DEMa/UFSCar, sendo executadas três medições para cada nível de energia.

### **3.5 Caracterização microestrutural**

A microestrutura das amostras em pó, fundida e como processada por FSL foram investigadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) usando MEV Phillips XL-30 FEG. Microanálises químicas foram realizadas por espectrômetro de raios X de energia dispersiva (EDS). As trilhas de FSL e a distribuição de poros foram examinadas por microscopia óptica (MO) usando um microscópio ZEISS Axio. Os ensaios de difração de raios X (DRX) foram realizados em um equipamento Bruker D8 Advance ECO com radiação Cu-k, acoplado a um detector de alta velocidade SSD160, a condição de XRD utilizada foi de  $2\theta = 20^\circ$  a  $90^\circ$  em uma taxa de varredura de  $1.4^\circ/\text{min}$ . Análises de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) foram realizadas em um microscópio TEM FEI TECNAI G2 F20 (TEM/STEM) a 200 kV com um canhão de emissão de campo (FEG) para investigar a microestrutura refinada das ligas de FSL como processadas. As amostras para análises de MET foram lixadas até uma espessura de 50  $\mu\text{m}$ . No estágio final de preparação da amostra, utilizou-se um sistema de polimento de íons de precisão PIPS em um equipamento de

marca Gatan, modelo 691. Análises por EBSD foram realizadas para quantificar os tamanhos dos grãos formados e verificar a existência de textura cristalográfica. A caracterização microestrutural ocorreu em dois planos diferentes considerando o plano de construção das amostras conforme apresentado na Figura 2. Uma vez caracterizadas as fases intermetálicas ricas em Fe, uma análise do caminho de solidificação de equilíbrio foi realizada por cálculos termodinâmicos usando o software Thermo-Calc © versão 4.0 e banco de dados TCAL3 [35], os resultados foram usados para entender o caminho de solidificação em equilíbrio das ligas estudadas e então comparar com a solidificação fora do equilíbrio.

### 3.6 Tratamento térmico e caracterização mecânica das amostras de FSL e FC

A microestrutura e propriedades mecânicas das amostras de FSL e FC como processadas foram examinadas e comparadas com amostras tratadas termicamente. A Tabela 3.3 mostra as condições nas quais as microestruturas de FSL foram analisadas e como serão suas respectivas nomenclaturas na sequência do texto.

Tabela 3.3 – Condições de tratamento térmico

Amostra	Condição
Sem tratamento térmico	A
Alívio de tensão a 300 °C por 1 hora	B
Solubilização a 520 °C por 1 hora + envelhecimento artificial a 160 °C por 3h	C
Solubilização a 520 °C por 1 hora + envelhecimento artificial a 160 °C por 6 horas	D
Solubilização a 520 °C por 1 horas + envelhecimento artificial a 160 °C por 12 horas	E
Envelhecimento artificial direto a 160 °C por 3 horas	F
Envelhecimento artificial direto a 180 °C por 12 horas	G

Após tratamento térmico, as amostras foram resfriadas imediatamente em água até a temperatura ambiente. Em seguida realizou-se a caracterização microestrutural e mecânica nos planos (X~Y) e (Z~X) mostrados na Figura 3.2. As temperaturas, bem como os tempos de permanência foram determinados de acordo com estudos realizados para ligas AlSiMg com composição química comercial permitindo verificar a influência da contaminação por Fe na microestrutura e conseqüentemente nas propriedades mecânicas. Os perfis de dureza da liga foram obtidos experimentalmente, sendo assim possível determinar as melhores condições de tratamento térmico antes dos ensaios de tração. A microestrutura das amostras submetidas aos tratamentos térmicos também foi caracterizada de acordo com os procedimentos citados no item 3.5.

### 3.7 Caracterização mecânica das amostras processadas por FSL

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados em cubos de 10x10x10 mm e estão ilustrados na figura 3.2 mostrada no item 3.2, que traz também o esquema de cortes nas direções de interesse para análise da anisotropia intrínseca do processo de FSL. Os perfis de dureza ao longo das direções de interesse foram obtidos pela média de 10 medições por amostra utilizando um durômetro da marca Shimadzu modelo HMVG20ST. Os parâmetros utilizados nos ensaios de microdureza estão descritos na Tabela 3.4 e atendem a norma E92-17.

Tabela 3.4 - Parâmetros utilizados nos ensaios de microdureza

Carga	0,5 Kgf/10s
Lente de magnificação	40x
Resolução objetiva	0,50 $\mu$ m

Os corpos de prova utilizados para o ensaio de tração possuem dimensões reduzidas devido a limitações da máquina de FSL utilizada. No entanto, as dimensões são proporcionais as dimensões estabelecidas pela norma ASTM E8M e podem ser observadas na Figura 3.3 (a) [41]. Os ensaios de tração foram

conduzidos a temperatura ambiente usando uma máquina INSTRON 5969R que está localizada no laboratório de ensaios mecânicos do CCDM-DEMa/UFSCar, sob uma carga quase estática com taxa de deformação de  $1 \times 10^{-4}$  s. Após ensaio, as morfologias de fratura dos corpos de prova foram observadas por MEV. Deve-se mencionar que os corpos de prova foram construídos em dois planos, XY e ZY, conforme mostra as Figura 3.3 (b) que traz os corpos de prova após usinagem.

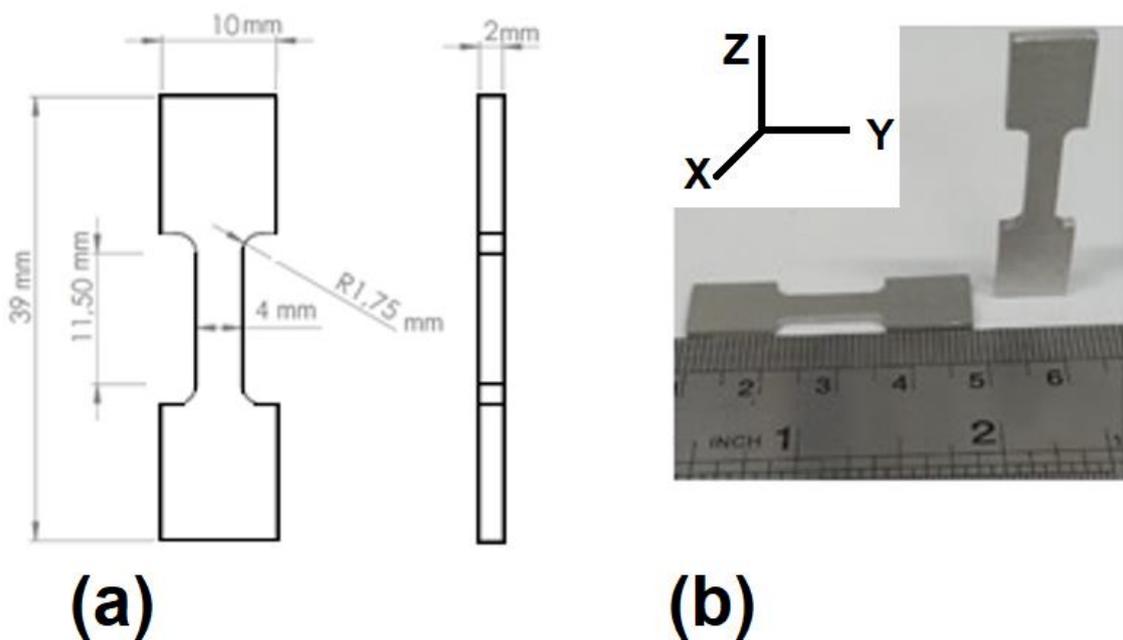


Figura 3.3 - Corpo de Prova para ensaio de tração: (a) corpo de prova com dimensões reduzidas; (b) corpos de prova após usinagem com indicação dos planos em que as barras foram construídas por FSL.

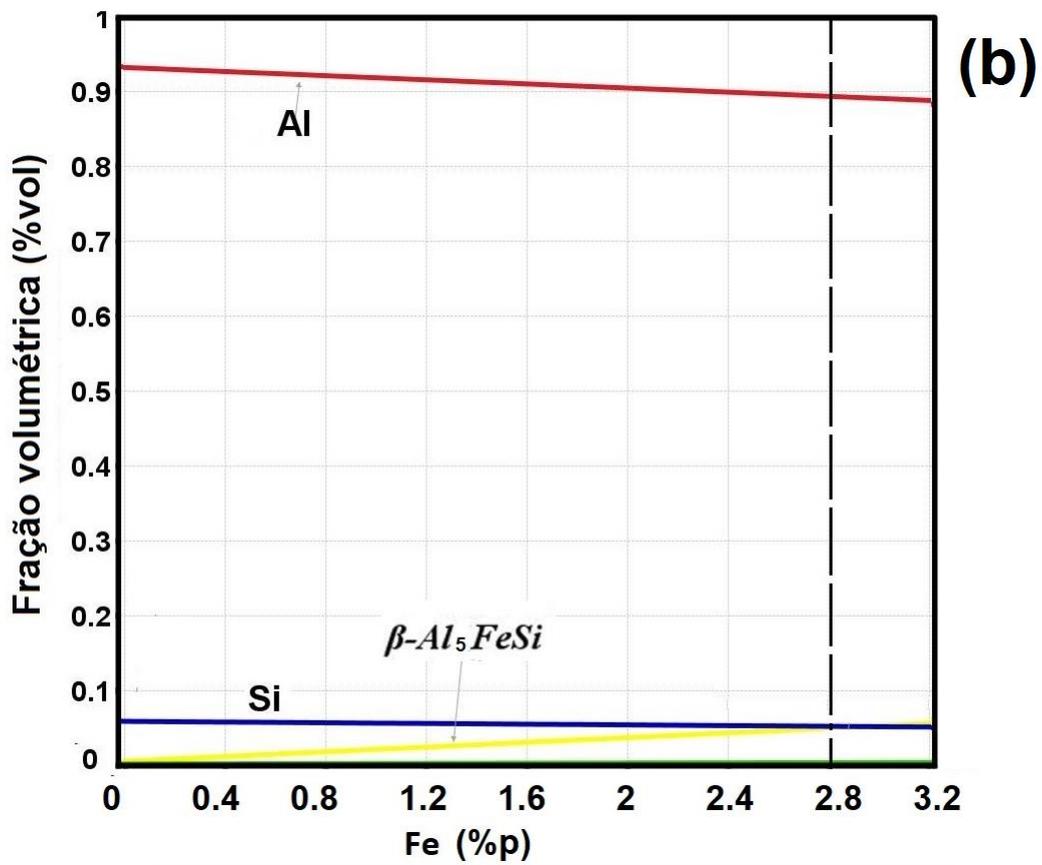
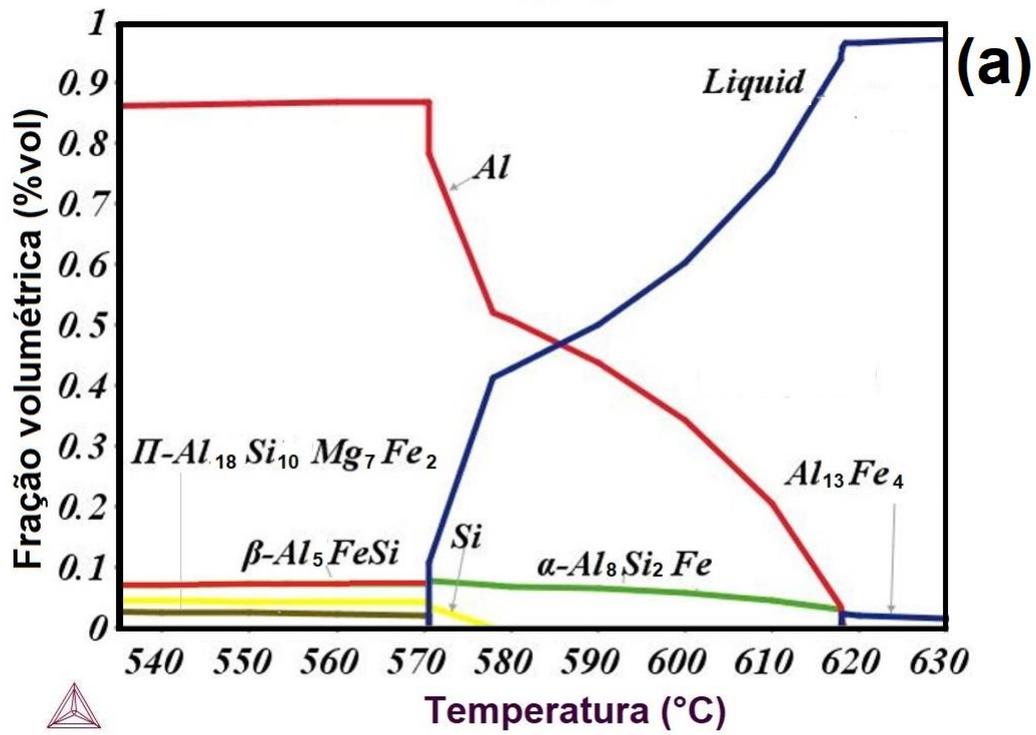
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Cálculos através da termodinâmica computacional

A Figura 4.1 mostra através de cálculos termodinâmicos a sequência de solidificação para a liga Al-7Si-0.7Mg considerando o limite de solubilidade do Fe em matriz de alumínio (0.05 %p), e a contaminação com 2.8 %p de Fe..

As curvas da Figura 4.1 (a), fração de fases versus temperatura, sugerem que a fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi que possui morfologia de placas se formaria após o término da solidificação, enquanto a Figura 4.1 (b) mostra que com o aumento dos teores de ferro, a fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi passa estar presente junto com o metal líquido, e sua fração volumétrica é crescente com aumento do teor de ferro. Na Figura 4.1 (c) fica claro o efeito da contaminação da liga Al-7Si-0.7Mg sendo possível observar a fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi em conjunto com o metal líquido e a substituição da fase primária Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub>, que se formou para liga sem contaminação, pela fase  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si formada para a liga contaminada com Fe.

Os cálculos termodinâmicos também foram utilizados como referência para entender o caminho de solidificação da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe. Conforme apresentado na Figura 4.1 (c), no intervalo de solidificação em equilíbrio (630~560°C), a fase  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si apresenta-se como fase primária, sendo extinta na temperatura de 608°C quando ocorre a formação de  $\alpha$ -Al e da fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi. Em aproximadamente 568 °C, ocorre a formação do Si eutético que, juntamente com  $\alpha$ -Al e  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi permanece estável até o final da solidificação em 560 °C. A fase  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si quando primária, se apresenta com estrutura cristalina cúbica e morfologia poliedral, no entanto, quando formada ao final da solidificação, precipitando entre os braços dendríticos, apresenta estrutura cristalina hexagonal e uma morfologia chamada de escrita chinesa [9, 12, 13]. Tanto a morfologia poliédral quanto a escrita chinesa são menos prejudiciais a ductilidade e trabalhabilidade das ligas de AlSiMg em comparação com a morfologia de placas da fase  $\beta$ .



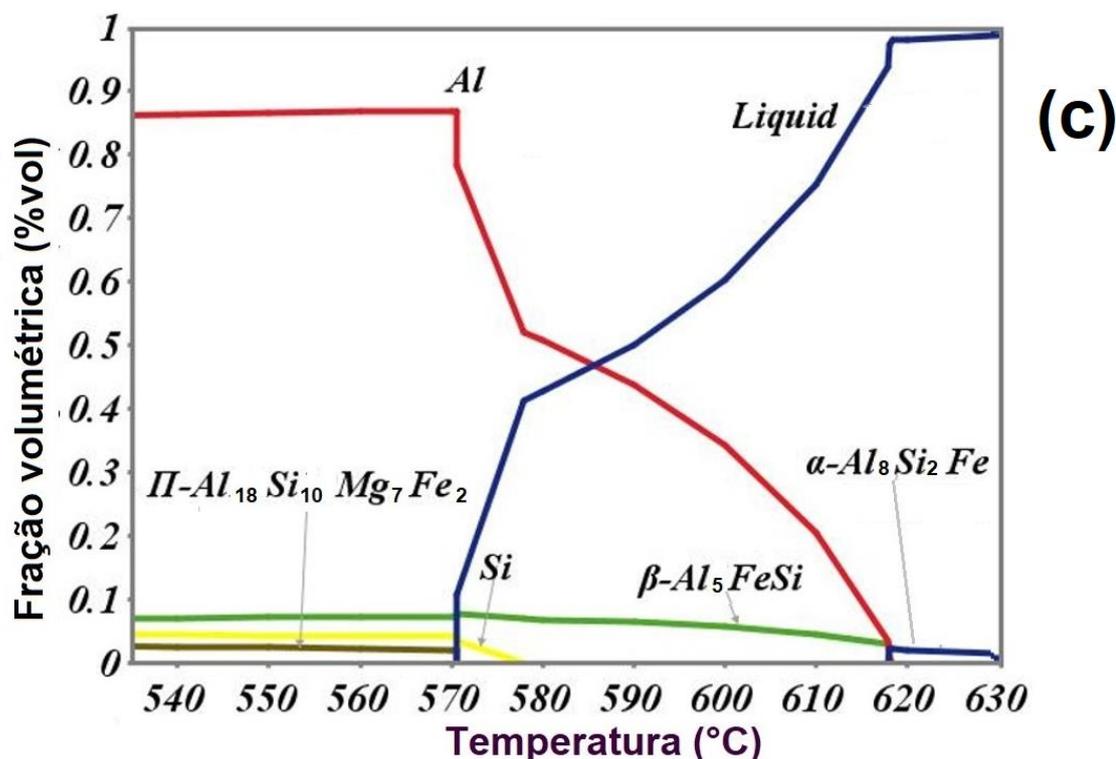


Figura 4.1- Cálculos termodinâmicos considerando condições em equilíbrio para: (a) sequência de solidificação da liga Al-7Si-0.7Mg-0.05Fe; (b) efeito do aumento do teor de ferro na liga Al-7Si-0.7Mg em temperatura próxima ao final da solidificação (555°C); e (c) sequência de solidificação da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe.

#### 4.1.2 Características físicas das partículas de pó: Morfologia e escoabilidade do pó

Após peneiramento dos pós atomizados, obteve-se 4250 g de partículas de pó com diâmetros entre 20-75  $\mu\text{m}$  que foram utilizados na fabricação de peças por FSL. A Figura 4.2 mostra a morfologia das partículas de pó que apresentaram diâmetro entre 20-75  $\mu\text{m}$ ; é possível identificar a presença de pequenos satélites (partículas com diâmetro inferior) aderidos as partículas esféricas com diâmetros maiores, fator que pode interferir na escoabilidade do pó.

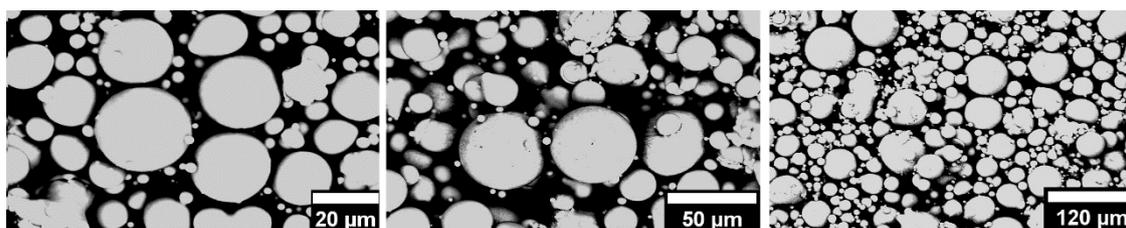


Figura 4.2 - Morfologia das partículas de pó que apresentaram diâmetro entre 20-75 µm.

A medição da escoabilidade do pó realizada com funil de Hall, indicou apreciável escoabilidade do pó da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe, e que a mesma aumenta após o processo de secagem, corroborando com resultados presente na literatura [38-40]. A Tabela 4.2 mostra os resultados obtidos para os diferentes tempos de secagem verificados, com destaque para aumento da escoabilidade para maiores tempos de secagem estabilizando em 18 horas.

Tabela 4.1 Fluidez das partículas de pó (g/s)

Condição do pó	Escoabilidade
Temperatura ambiente	5.25 ± 0.6
100°C por 6 horas	5.9 ± 0.45
100°C por 12 horas	6.23 ± 0.63
100°C por 18 horas	7.18 ± 0.42
100°C por 24 horas	7.3 ± 0.4

#### 4.2 Densidade volumétrica das amostras da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL e FC

A variação dos parâmetros de FSL especificados na Equação 2.1 permitiu encontrar um conjunto de valores que proporcionou uma densidade volumétrica relativa de 99,3 %. A Tabela 4.3 compara as densidades volumétricas da liga processada por FSL e FC, com valores da liga Al-7Si-0.7Mg de composição comercial processada por FSL, e com a densidade teórica [27].

Como previsto na literatura [37], a variação desses parâmetros teve grande influência nos valores de densidade relativa como mostra a Figura 4.3 que traz os gráficos de densidade de energia volumétrica em função da potência do laser (P) e da velocidade de varredura ( $V_s$ ), entretanto, não teve impacto expressivo no acabamento superficial como mostrou a Figura 3.2.

Assim como no estudo realizado por Rao et al. [31], para valores de espessura de camada e distância entre trilhas constantes, a densidade relativa das peças da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe fabricadas por FSL aumentou com o aumento dos valores de densidade de energia volumétrica até alcançar um valor máximo, apresentando queda de valores na sequência, como mostra a Figura 4.3 (a). A Figura 4.3 (b) mostra resultados de densidade de energia volumétrica ( $J/mm^3$ ) obtidos por meio da equação 1 apresentada no item 3.2.1, e observa-se que, mantendo valores de potência do laser constante, e aplicando maiores velocidades de varredura obtém-se menores valores de densidade de energia volumétrica, enquanto que, para maiores potências do laser e velocidade constantes, obtém-se valores maiores. A Figura 4.3 (c) traz as curvas de densidade relativa medidas pelo método de Arquimedes versus velocidade de varredura e potência do laser, permitindo identificar a combinação de parâmetros que proporcionou maior densidade relativa. Foram medidas as densidades para amostras fabricadas com diferentes valores de potência do laser e velocidade de varredura, com espessura da camada e distância entre trilhas constantes. Para uma potência do laser de 250 W, observa-se aumento da densidade relativa com o aumento da velocidade de varredura até alcançar o valor máximo de 99.3%, apresentando queda de densidade relativa para maiores velocidades. Esses resultados estão em concordância e corroboram com a hipótese de que existe um valor de densidade de energia volumétrica crítica para o processo de FSL.

Deve se ressaltar que o objetivo do presente trabalho foi investigar os efeitos da contaminação por ferro na microestrutura da liga Al-7Si-0.7Mg processada por FSL, bem como a influência do processamento na formação de fases AlFSi, e não foi realizada uma análise do desenvolvimento da porosidade intrínseca do processamento.

Tabela 4.2 - Comparação da densidade da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL e FC com valores da liga Al-7Si-0.7Mg (adaptado de [15]).

Liga	Densidade	
	Volumétrica (g/mm <sup>3</sup> )	Relativa (%)
Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe(FSL)	2.661 ± 0.001	99.3
Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe(FC)	2.570 ± 0.01	96
Al-7Si-0.7Mg (FSL)	2.674	99.8
Densidade teórica	2.680	100

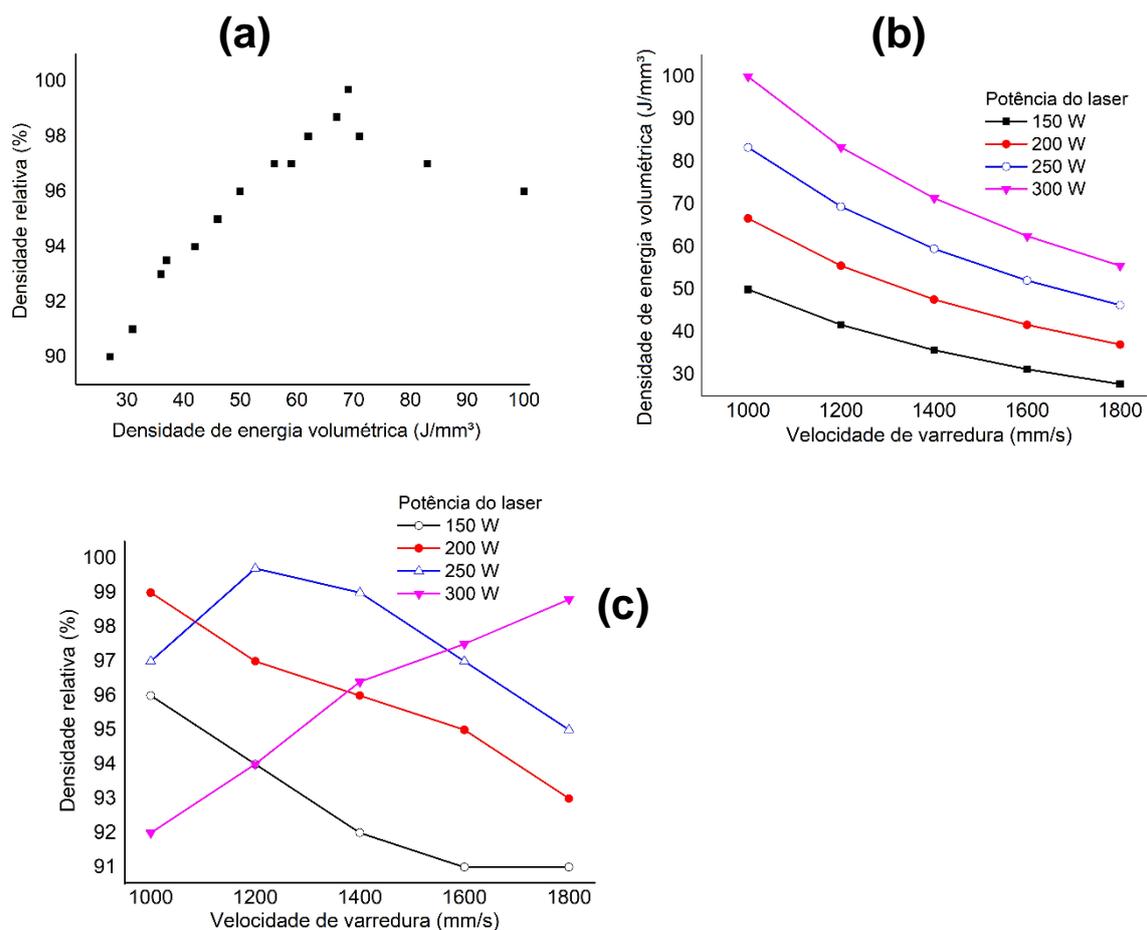


Figura 4.3 – Influência dos parâmetros de FSL na densidade relativa de amostras de FSL: (a) Densidade relativa vs densidade de energia; (b) densidade de energia vs velocidade de varredura; (c) densidade relativa vs velocidade de varredura.

### 4.3 Caracterização microestrutural

#### 4.3.1 Calorimetria diferencial de varredura

Após a preparação dos lingotes por fundição convencional, realizou-se análise de Calorimetria diferencial de varredura (DSC) para determinar a temperatura de vazamento do metal líquido para atomização. Posteriormente o resultado foi comparado com os resultados de DSC do pó e das amostras de FSL. A Figura 4.4, mostra as curvas obtidas por DSC no aquecimento de amostras da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe nas condições como fundida convencionalmente (FC), partículas de pó, e amostras de FSL. A comparação das curvas de DSC permitiu visualizar e constatar que o número de picos endotérmicos e suas respectivas temperaturas 570 e 620 °C não se alteraram, assim como o intervalo de solidificação para os três tipos de processamento. Os picos presentes em 570 °C indicam o início da transformação de fases, enquanto os picos a 620 °C indicam fusão total da liga. Fazendo uma análise em paralelo com os cálculos termodinâmicos em condições de equilíbrio mostrado na Figura 4.1 (c), as fases que poderiam estar presentes na temperatura 570 °C seriam  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi e Si, e a temperatura de fusão total seria 630 °C, 10 °C a mais que os resultados apresentados por DSC. No entanto, o início da fusão para as curvas de DSC se inicia a 555 °C, 15 °C a menos em relação ao cálculo termodinâmico, o que resulta em um intervalo de solidificação 5 °C maior para as três condições fora do equilíbrio. Mesmo com as diferenças encontradas entre os intervalos de solidificação apresentados pelo cálculo termodinâmico e curvas de DSC, correlacioná-los pode ajudar a entender quais fases estão sendo fundidas em cada um dos picos correspondentes, colaborando para um melhor entendimento do caminho de solidificação realizado pela liga em cada um dos três processos.

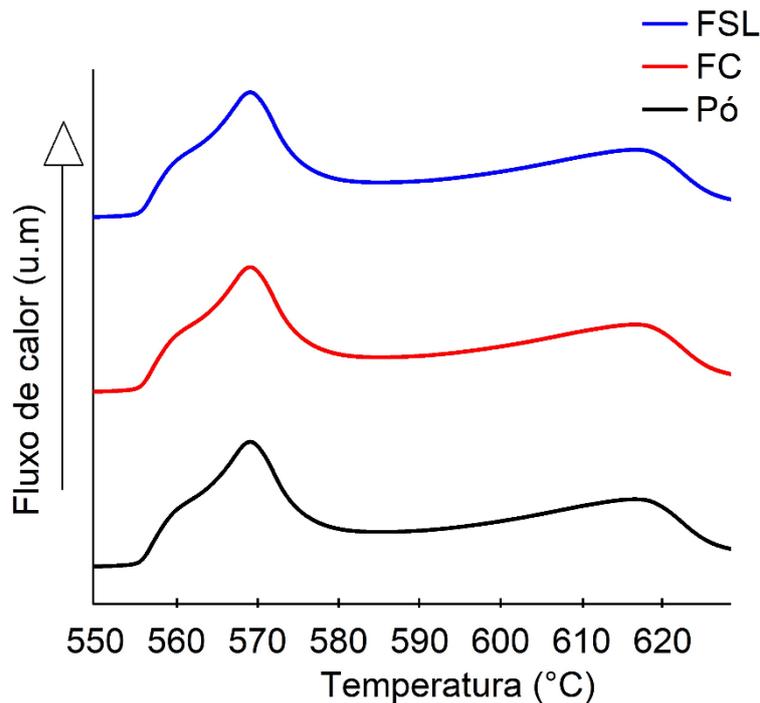
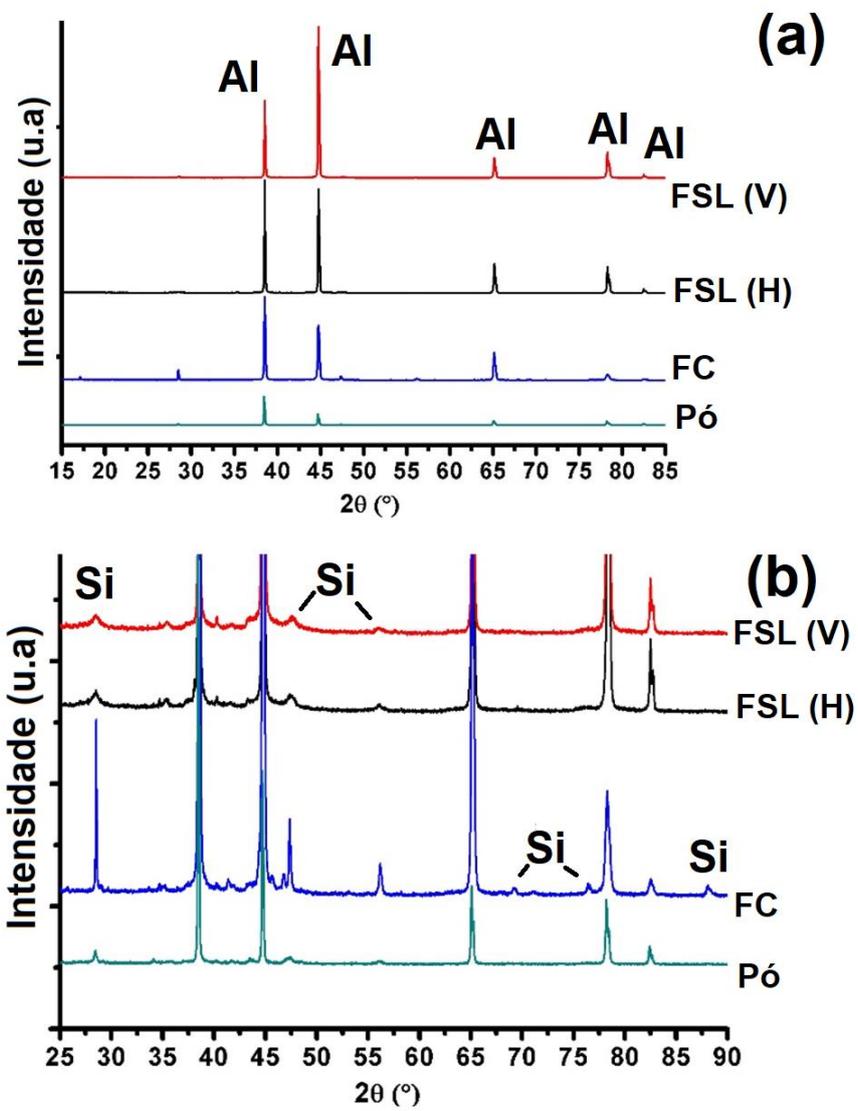


Figura 4.4 – Curvas obtidas por calorimetria diferencial de varredura de amostras da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe.

#### 4.3.2 Análise de difração de raios-x

A Figura 4.5 apresenta os padrões de DRX das amostras de pó, fundidas e FSL como processada. Em relação as fases encontradas, Al, Si,  $\pi$ -Al<sub>8</sub>Si<sub>6</sub>Mg<sub>3</sub>Fe,  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi e  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si foram identificadas em todas as amostras investigadas, e foram previstas nos cálculos termodinâmicos. No entanto, o pó e a amostra fundida apresentaram um intermetálico tetragonal Al<sub>9</sub>FeSi<sub>3</sub> identificado por conveniência como  $\theta$  nos padrões de DRX apresentados na Fig.4.5. Em comparação com as partículas de pó e liga fundida, picos de Si relativamente mais largos e com baixa intensidade foram encontrados para as amostras de FSL indicando refinamento desta fase. Os picos referentes aos intermetálicos  $\beta$ ,  $\alpha$  e encontrados na amostra fundida são mais estreitos e apresentam maior intensidade em relação as partículas de pó e amostras de FSL provavelmente de a um tamanho maior de cristalitos. Além disso, os picos dos intermetálicos  $\alpha$  e  $\beta$  estão presentes em quantidades limitadas e menores

intensidades para a partícula de pó e amostras de FSL em comparação com a amostra fundida.



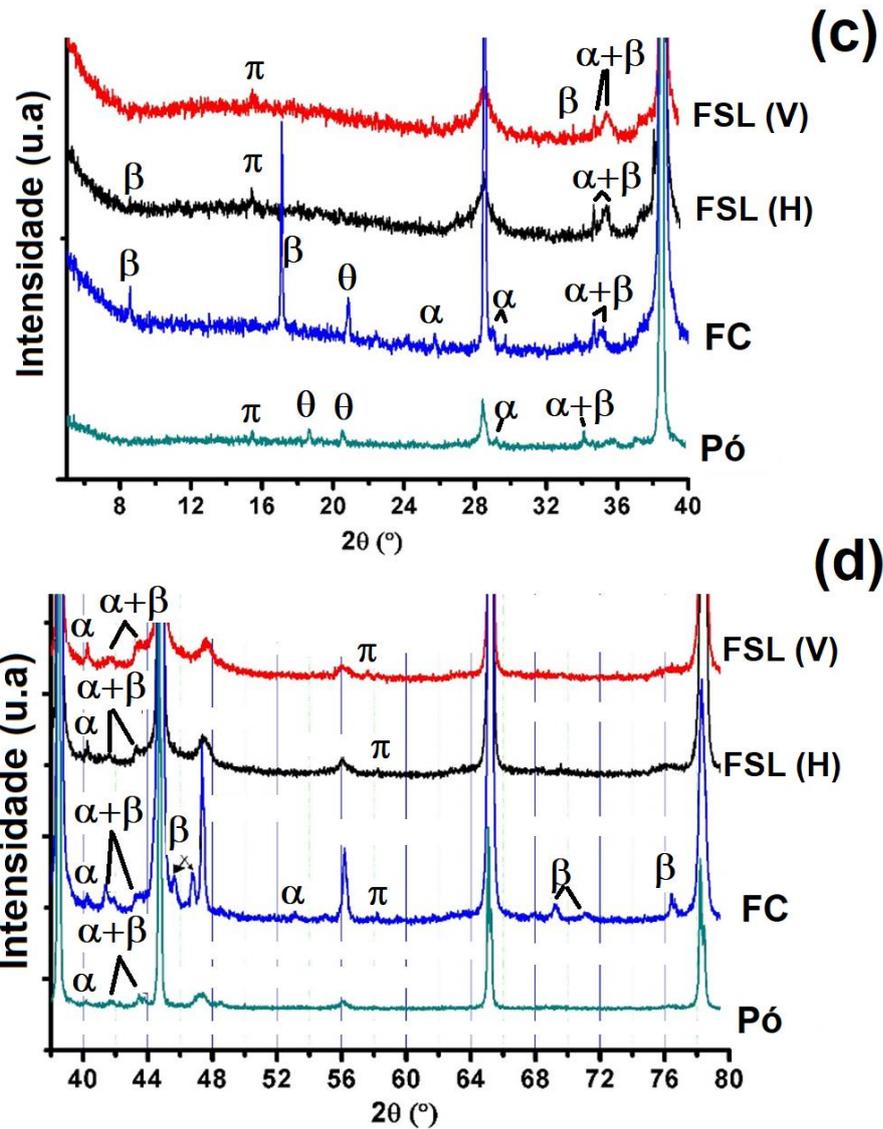


Figura 4.5 Padrões de difração de raios-x da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe: (a) picos referentes ao alumínio; (b) picos referentes ao silício; e (c) e (d) referentes as fases AlFeSi.

### 4.3.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do pó e FC

A sequência da caracterização microestrutural das partículas de pó e amostras de FC, se deu por meio de análises MEV/EDS que corroboraram com os resultados de DRX apresentados anteriormente. A Figura 4.6 (a) apresenta a microestrutura do pó, sendo possível identificar uma estrutura celular acompanhada por intermetálicos com morfologia de placas juntamente com o Si eutético. A Figura 4.6 (b) mostra um mapeamento químico qualitativo obtido por EDS enfatizando a composição e distribuição das diferentes fases. Os pontos A, B, C, D e E indicados na Figura 4.6 (a) correspondem as microanálises por EDS que são mostradas na Tabela 4.3. Os resultados mostrados na Tabela 3 indicam que as fases intermetálicas são compostas por Al, Fe, Si e Mg. Além disso, com exceção da fase  $\pi$ - $\text{Al}_8\text{Si}_6\text{Mg}_3\text{Fe}$  encontrada nos padrões de DRX para as partículas de pó, todas as fases também foram identificadas pelas análises de MEV-EDS. O ponto C na Figura 4.6 (a), apresenta composição química semelhante a fase  $\beta$ - $\text{Al}_5\text{FeSi}$ , enquanto os pontos B e D são semelhantes respectivamente a  $\alpha$ - $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ , e  $\theta$ - $\text{Al}_9\text{FeSi}_3$ , encontrada nos padrões de DRX discutidos no item anterior.

A microestrutura da liga fundida é apresentada na Fig. 4.7. Assim como nas partículas de pó, é possível identificar a formação de fases intermetálicas com morfologia de placa, porém, acompanhadas de fases com morfologia de escrita chinesa. A Tabela 4.4 apresenta a composição dos pontos A, B, C, D e E indicados na Figura 4.7 (a). A Figura 4.7 (b), mostra o mapeamento qualitativo por EDS para a liga fundida e indica que os intermetálicos encontrados também são compostos por Al, Fe, Si e Mg. Fazendo uma comparação entre as composições químicas dos intermetálicos encontrados nas análises de DRX, identifica-se que ambos apresentam composições químicas semelhantes, sendo constituídas por Al, Si, Mg e Fe.

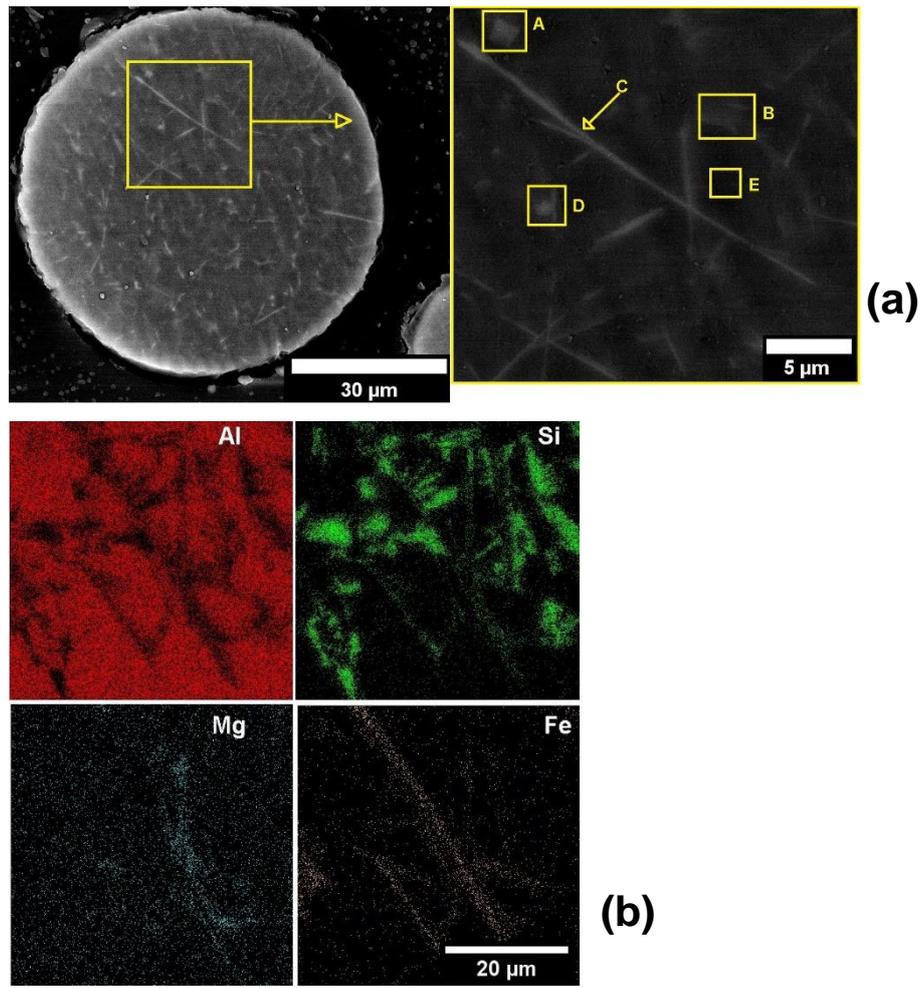


Figura 4.6 Microestrutura das partículas de pó: (a) pontos indicando os intermetálicos; (b) mapeamento qualitativo dos elementos Al, Si, Mg e Fe.

Tabela 4.3 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.6 (a)

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
A	89.1	8	1.6	1.1
B	84.9	9.3	0.5	5.3
C	75.9	7	0.3	7.6
D	86.5	10.2	0.7	3.3
E	97.4	0.9	0.7	0.2

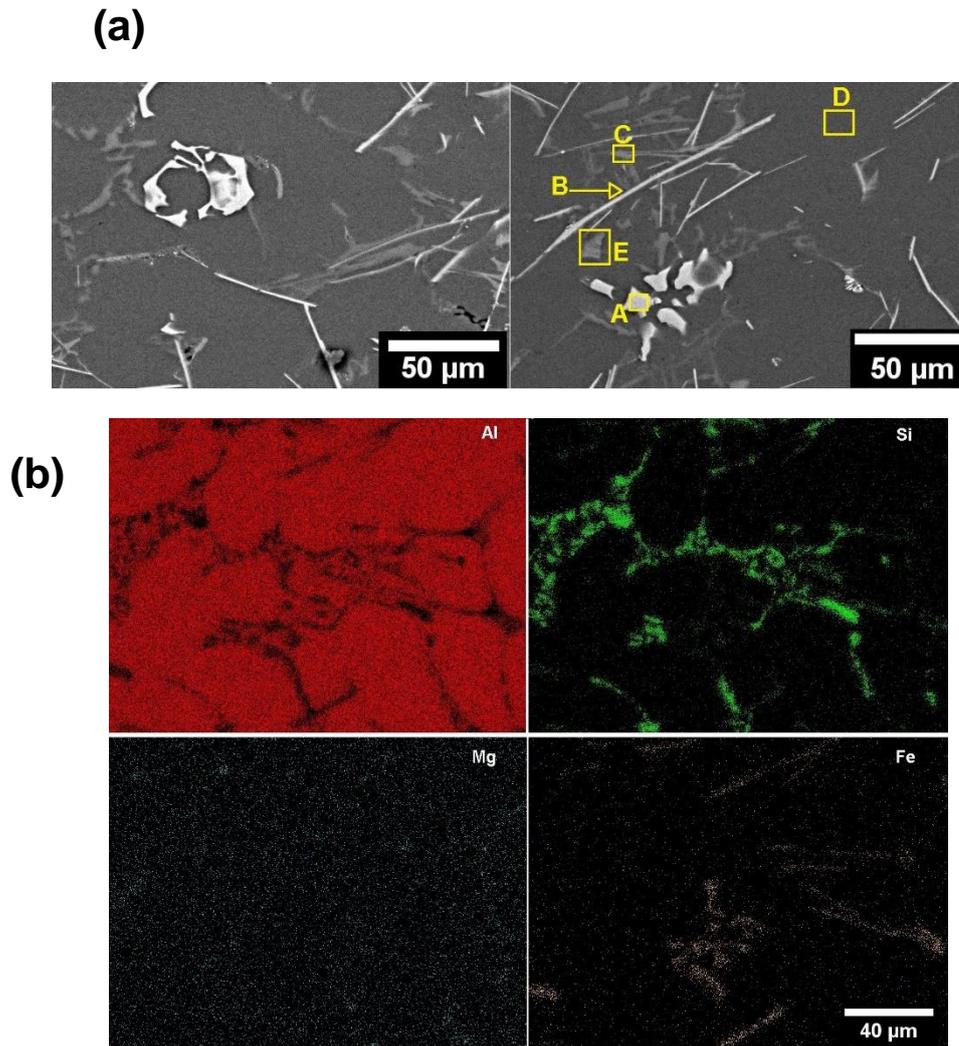


Figura 4.7 Microestrutura da liga fundida: (a) pontos indicando os intermetálicos; (b) mapeamento qualitativo dos elementos Al, Si, Mg e Fe.

Tabela 4.4 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.7 (a).

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
A	87.3	4.6	0.7	7.4
B	79.9	9.3	0.5	10.3
C	71.9	17	9.6	1.4
D	98.5	0.7	0.7	0.1
E	92	4.6	0.7	1.1

#### **4.3.4 Microscopia eletrônica de varredura e de transmissão das amostras de FSL**

Nas amostras de FSL, os intermetálicos identificados por MEV-EDS também apresentaram composição química semelhante com os encontrados por DRX. As Figuras 4.8 e 4.9, apresentam respectivamente as microestruturas das amostras horizontal (plano X~Y, perpendicular ao plano de construção) e vertical (plano X~Z, paralelo ao plano de construção) como processadas por FSL, acompanhadas de imagens obtidas por microscopia óptica das trilhas de FSL, bem como dos respectivos mapeamentos químicos qualitativos.

As Tabelas 4.5 e 4.6 apresentam a composição dos pontos indicados nas Figuras 4.8 (b) e 4.9 (b), respectivamente. Observando ambas microestruturas de FSL, é possível identificar um intermetálico alongado com comprimento de cerca de 120  $\mu\text{m}$  e largura de 30  $\mu\text{m}$ . No entanto, com maior aumento, é possível observar que o mesmo é constituído por um compilado de intermetálicos mais finos que apresentam morfologias variadas, incluindo morfologias de placas refinadas. As microestruturas do pó e amostra fundida apresentaram intermetálicos grosseiros e espalhados aleatoriamente pela matriz de Al. Os intermetálicos com morfologia de placas, por exemplo, apresentaram dezenas de  $\mu\text{m}$  de comprimento para as microestruturas do pó e para a amostra fundida, enquanto na FSL apresentou comprimento de cerca de 1  $\mu\text{m}$ , e largura de 0,5  $\mu\text{m}$ .

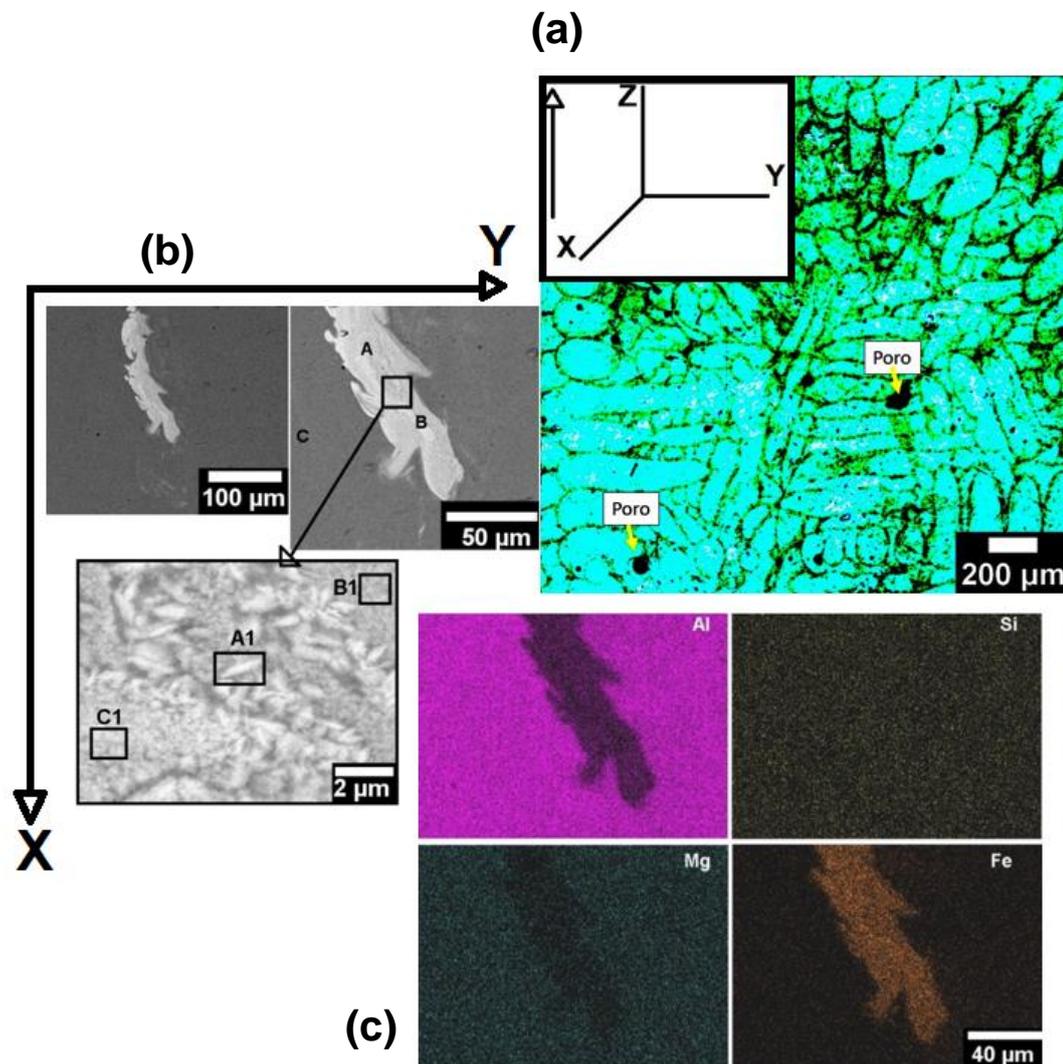


Figura 4.8 Microestrutura da amostra horizontal (plano X~Y). (a) Microscopia ótica das trilhas de FSL; (b) imagem de MEV indicando os intermetálicos e pontos onde foram realizadas análises de EDS; (c) mapeamento químico qualitativo dos elementos Al, Si, Fe, Mg.

Tabela 4.5 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.8 (b)

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
A	86.8	3.7	0.6	8.8
B	87.9	3.6	0.6	7.8
C	95.3	3.2	1.2	0.2
A1	86.5	3.4	0.6	9.5
B1	86.5	3.6 <td 0.6	9.2	
C1	86.7	3.6	0.6	9

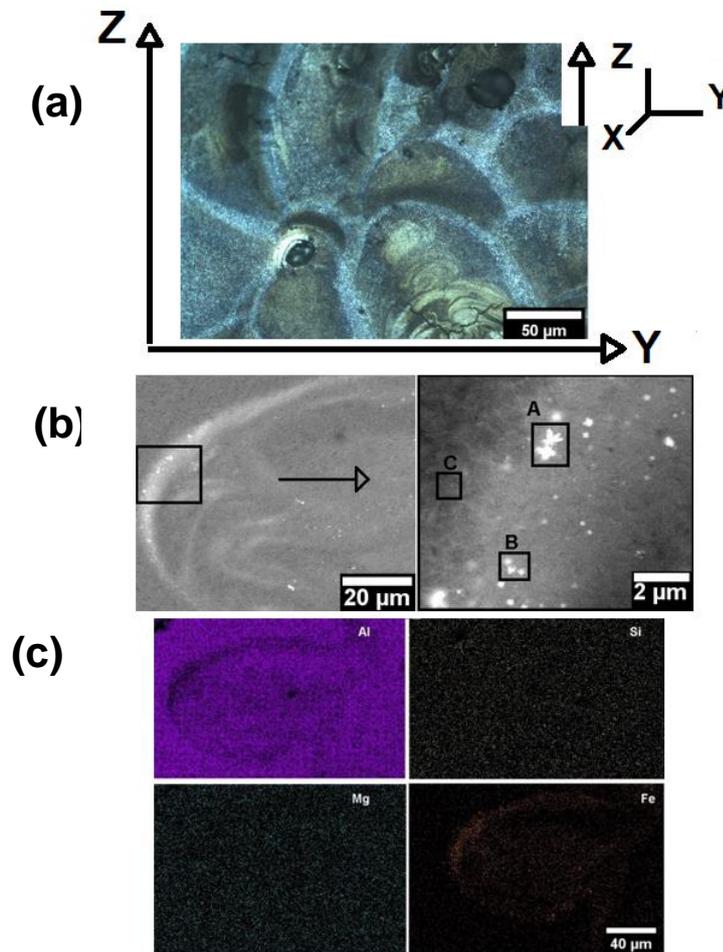


Figura 4.9 Microestrutura da amostra vertical (plano X~Z). (a) Microscopia ótica das trilhas de FSL; (b) imagem de MEV indicando os intermetálicos e pontos onde foram realizadas análises EDS; (c) mapeamento químico qualitativo dos elementos Al, Si, Fe, Mg.

Tabela 4.6 – Resultado da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.9 (b).

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
A	89.1	3.8	1.2	5.6
B	90.1	3.8	1.2	4.9
C	96	2.9	0.9	0.3

Além do notável refinamento microestrutural proporcionado pelo processo FSL, é possível identificar uma elevada quantidade de Si em solução sólida como apresentado pelo ponto C na Figura 4.8 (b) e Figura 4.9 (b) que tem suas composições químicas mostradas respectivamente nas Tabelas 4.5 e 4.6. É amplamente conhecido na literatura que ligas AlSiMg processadas por FSL apresentam uma rede celular formada por partículas de Si em nanoescala, aprisionando o alumínio primário dentro das células. Zhou e seus colaboradores [32], relataram a presença de uma estrutura eutética formada no interior de algumas células de AlSi acompanhada por um enriquecimento de Si ao longo dos contornos dessas células. Além disso, eles também mencionaram a presença de Fe e Mg nos contornos de algumas dessas células, informação importante para o presente estudo considerando o alto nível de contaminação por Fe da liga processada. A microsegregação do ferro para os contornos das células pode colaborar para o refinamento das fases AlFeSi. Devido a fusão local e altas taxas de resfriamento aplicadas por FSL, as células apresentam entre 500 nm a 4  $\mu\text{m}$  de tamanho, com contornos entre 50-300 nm de espessura. No centro da poça de fusão, formam-se células com tamanhos menores que 2  $\mu\text{m}$ , enquanto ao longo dos contornos da poça e na zona termicamente afetada (ZTA), as células podem ser mais grosseiras. Geralmente, as células no centro da poça de fusão não são refundidas apresentando uma forma equiaxial, enquanto as células refundidas (nos contornos da poça) apresentam maior espessura de parede e uma forma alongada. A Figura 4.10 apresenta imagens por MEV da estrutura celular formada em ambos os planos analisados. É possível comparar ambos os planos e identificar células com diferentes orientações de crescimento.

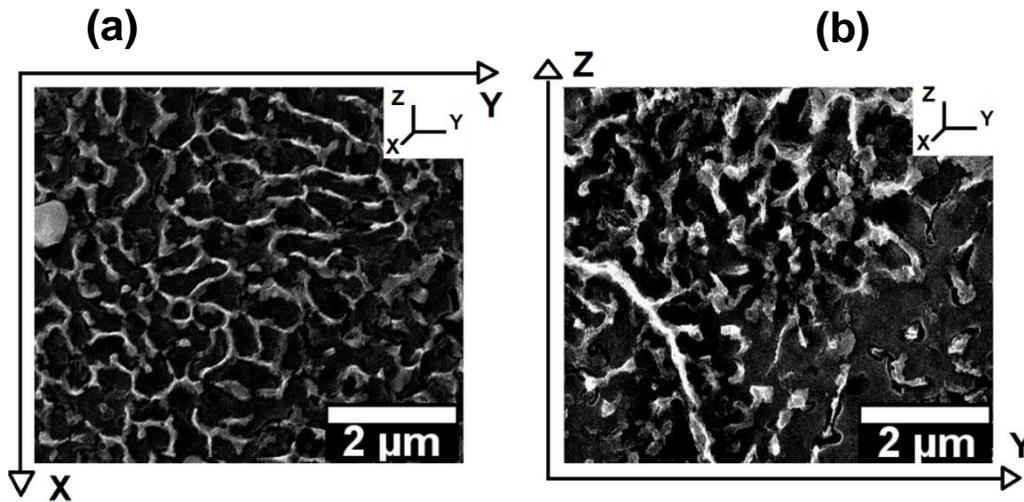


Figura 4.10 – Imagens obtidas por MEV da rede celular formada no centro da poça de fusão das amostras como FSL. (a) plano X~Y, seção horizontal; e (b) plano X~Z, seção vertical

Na Figura 4.11 (a) observa-se um intermetálico refinado com morfologia de placa de aproximadamente 100 nm, e após análises pontuais, e mapeamentos qualitativos de MET/EDS mostrado na Figura 4.11 (b), constatou-se que os contornos das células são formadas por partículas de Si, intermetálicos AlFeSi. Nota-se na Figura 4.11 (a) os pontos A, B, C e D, onde foram realizadas as análises de EDS que tem os resultados mostrados na Tabela 4.7, com destaque para o ponto A, referente a fase com morfologia de placa formada no contorno da célula.

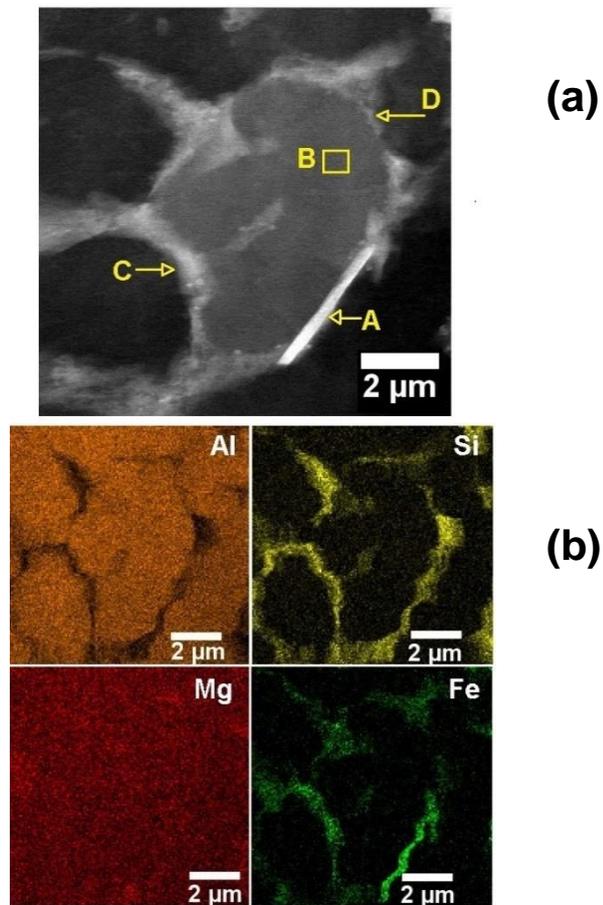


Figura 4.11 Análise MET da estrutura celular encontrada na amostra de FSL. (a) imagem MET campo escuro indicando intermetálico em forma de placa e os pontos onde foram realizadas as análises de EDS; (b) mapeamento qualitativo dos elementos Al, Si, Mg e Fe.

Tabela 4.7 – Resultado da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.11(a)

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
A	77.5	12.6	3.7	6.1
B	93.7	2.2	3.8	0.1
C	79.5	13.1	4.6	2.7
D	80	13.5	5.5	1

A Figura 4.12 traz imagens de MET de nano-partículas arredondadas presentes na microestrutura das amostras de FSL e dos pontos onde foram realizadas análises de EDS, enquanto a Figura 4.12 (b) mostra o mapeamento qualitativo indicando que as nano-partículas são constituídas de ferro, silício e magnésio. O ponto A, refere-se a partícula mais clara e apresenta composição próxima ao eutético AlSi, enquanto que as partículas mais escuras apresentaram composição estequiométrica similares a fase  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si, que pode se apresentar com morfologia arredondada se formada a partir do metal líquido, ou escrita chinesa quando formada ao final da solidificação, entre os braços dendríticos.

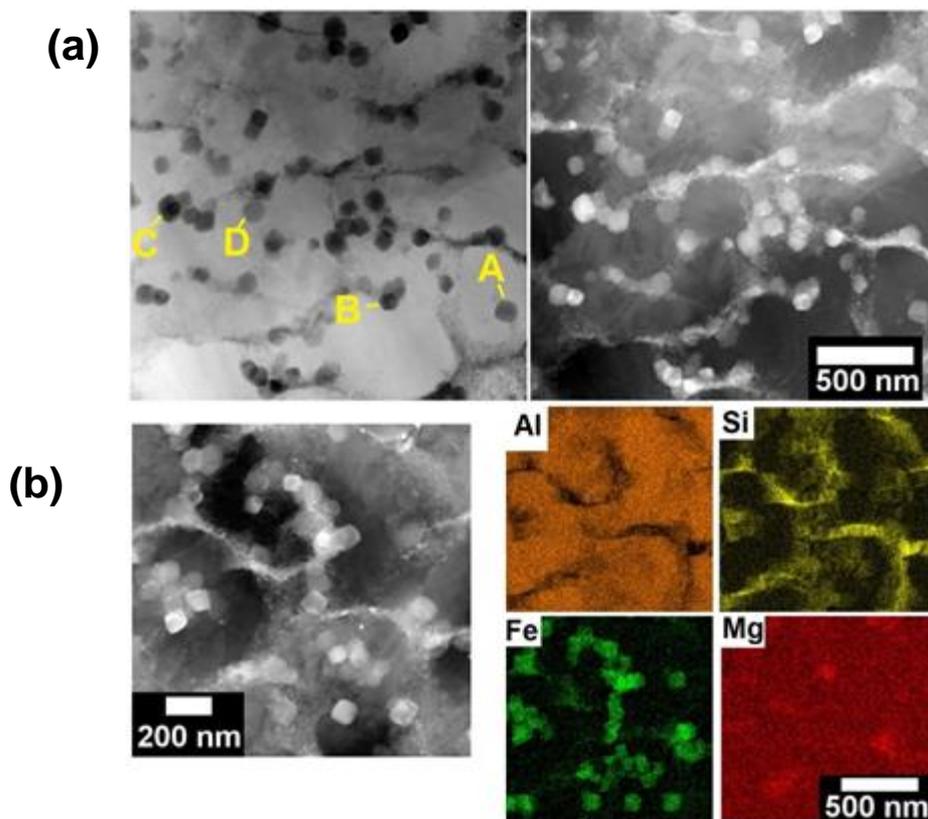


Figura 4.12 Análise MET da estrutura celular encontrada na amostra de FSL. (a) imagem MET campo escuro indicando partículas arredondadas e os pontos onde foram realizadas as análises de EDS mostradas na Tabela 4.8; (b) mapeamento qualitativo dos elementos Al, Si, Fe, e Mg.

Tabela 4.8 – Resultado da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.12 (a).

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
A	87.6	10.9	1.2	0.4
B	91.1	2.3	1.7	4.9
C	92.5	2.7	0.5	4.2
D	86.9	11.6	1.2	0.3

A segregação de silício e do ferro para os contornos das células formando partículas com diferentes morfologias, aliada a refusão dessa estrutura ou de parte dela durante a impressão de trilhas e camadas subsequentes, colabora para um enriquecimento desses elementos no metal fundido localmente, e durante a solidificação, as altas taxas de resfriamento aplicadas por FSL não permitem o crescimento dos precipitados. Com isso, é possível formular uma hipótese para justificar a aglomeração dos precipitados mostrada na figura 4.8, considerando a dinâmica de fusão/solidificação de FSL. Quando as fases AlFeSi precipitam, ou são parcialmente refundidas, passam a flutuar sobre o metal líquido ocasionalmente encostando umas nas outras, e com a sequência de solidificação das trilhas ficam aglomeradas. Com as análises microestruturais, foi possível constatar que as amostras de FSL exibiram diferentes características ao longo da microestrutura, além de variações nos tamanhos das células, presença de células parcialmente quebradas, bem como partículas com morfologia arredondadas formadas nos contornos ou enclausuradas dentro das células. A Figura 4.13 apresenta imagens obtidas por MET indicando algumas dessas características que foram encontradas em ambos os planos analisados (X~Y, e X~Z). As morfologias distintas apresentadas, reforçam a hipótese de refusão parcial dos intermetálicos formados inicialmente, uma vez que encontrou-se intermetálicos tanto em forma de placa, quanto na forma de partículas arredondadas. O arredondamento das fases AlFeSi proporcionados por FSL pode ter uma contribuição muito relevante do ponto de vista da engenharia de microestrutura e reciclagem dessas ligas.

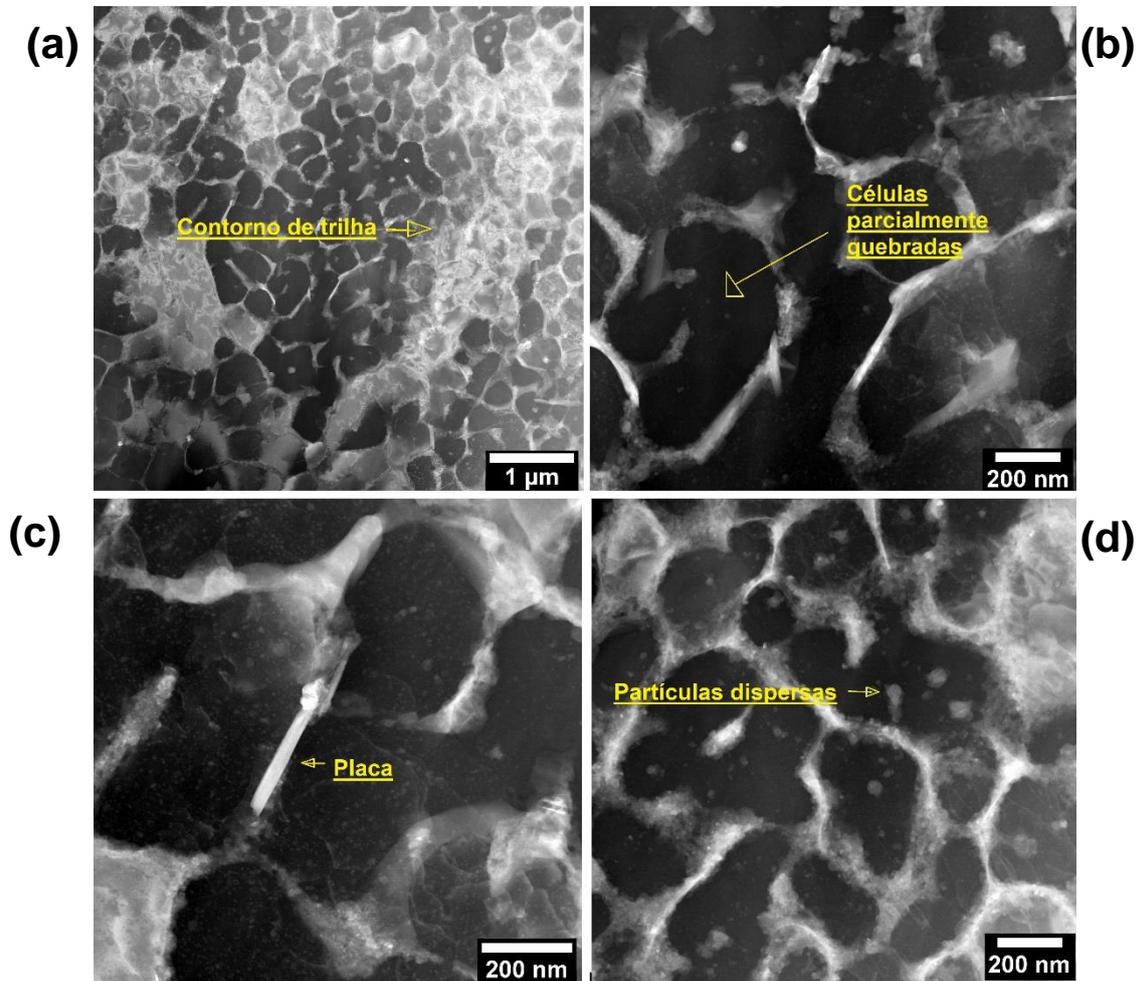


Figura 4.13 - Imagem MET campo escuro indicando algumas das características das amostras de FSL: (a) contorno de trilha; (b) células parcialmente quebradas; (c) intermetálico com morfologia de placa; (d) partículas arredondadas.

Contudo, para obter mais informações das fases que tiveram sua morfologia arredondada pelo processamento FSL, as análises por MET foram complementadas por difração de elétrons. A Figura 4.14 (a), mostra uma imagem obtida por MET de fases intermetálicas arredondadas e de cor mais clara, com o correspondente padrão de difração de elétrons mostrado na Figura 4.14 (b). A indexação do padrão de difração indicou correspondência com Silício [42], como mostra a Tabela 4.9.

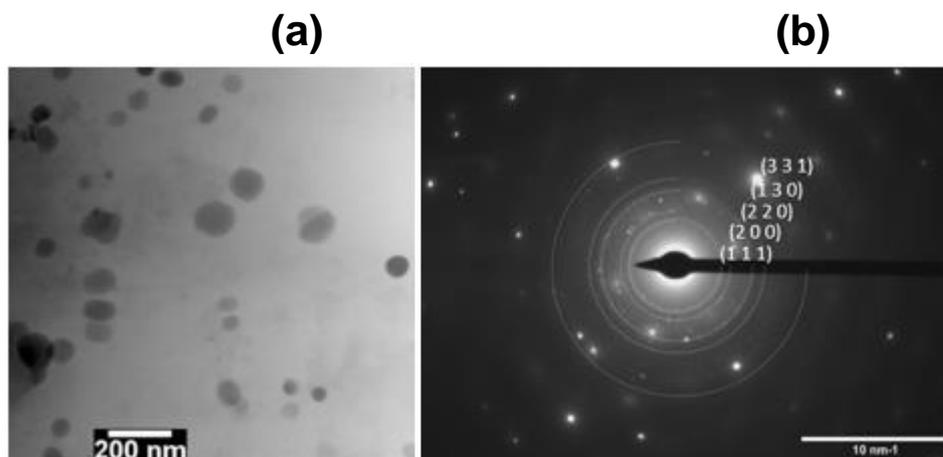


Figura 4.14 - Imagens obtidas por MET: (a) partículas de Si arredondadas; (b) padrão de difração de elétrons encontrado para as partículas.

Tabela 4.9 - Parâmetros de rede encontrados na Figura 4.14 comparados com a literatura (adaptado de [42])

	1/d (nm <sup>-1</sup> ) [42]	1/d(nm <sup>-1</sup> ) experimental
[1 1 1]	3.190	3.1449
[2 0 0]	3.683	3.7078
[2 2 0]	5.209	5.1085
[1 3 0]	5.824	5.8913
[3 3 1]	8.027	8.0198

A Figura 4.15 (a), mostra uma imagem obtida por MET de fases intermetálicas arredondadas e de cor mais escura, com o correspondente padrão de difração de elétrons mostrado na Figura 4.15 (b). O padrão de difração corresponde a fase  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si, como indicado na Tabela 4.10. Com essas informações é possível afirmar que o processo de FSL não somente refinou as fases AlFeSi e Si, como também foi capaz de alterar suas morfologias, e comparando os três processos fica evidente a estequiometria semelhante entre os intermetálicos encontrados.

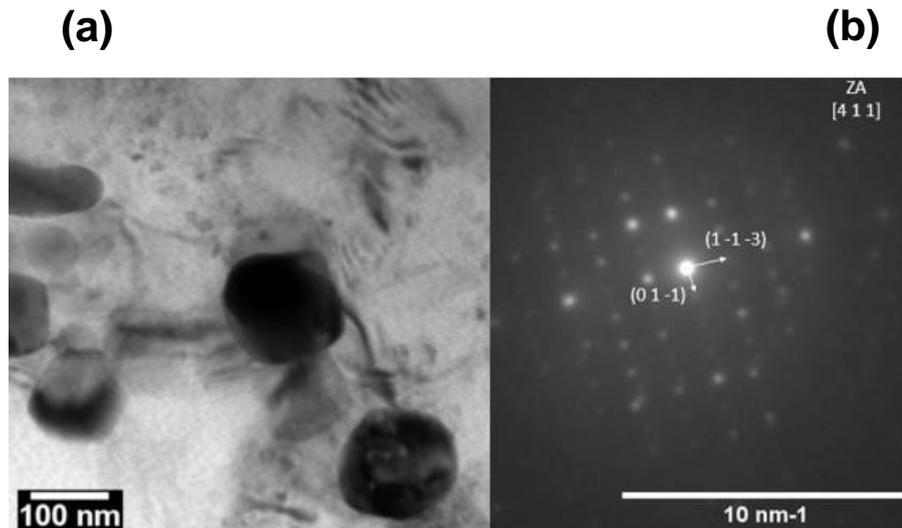


Figura 4.15 - Imagens obtidas por MET: (a) fases  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si com morfologia arredondada; (b) padrão de difração de elétrons encontrado para as fases.

Tabela 4.10 - Parâmetros de rede encontrados na Figura 4.15 comparados com a literatura (adaptado de [43]).

	1/d (nm <sup>-1</sup> ) [43]	1/d(nm <sup>-1</sup> ) experimental
[0 1 -1]	1.006	0.988
[1 -1 -3]	1.475	1.417

Em relação as condições de solidificação, as partículas de pó e liga fundida, apresentaram estrutura celular/dendrítica com aproximadamente 50  $\mu\text{m}$  de tamanho, com fases eutéticas, e intermetálicos ricos em Fe como,  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si e  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, ambos formados no final de solidificação entre os espaçamentos dendríticos/celulares. A fusão local e altas taxas de resfriamento aplicadas pelo processo de FSL proporcionaram notável refinamento das fases ricas AlFeSi, e evitaram a formação de dendritas. A ausência de dendritas fez com que a fase  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si com morfologia escrita chinesa não se formasse durante a solidificação das camadas impressas por FSL, pois a mesma não sofreu interferência dos braços dendríticos durante a evolução da solidificação. Além disso, a maior quantidade de Si em solução sólida nas amostras de FSL em

comparação com o pó e a liga fundida pode ter colaborado para evitar a formação do intermetálico  $\theta$ -AlSi<sub>3</sub>Fe, encontrados nos padrões de DRX e análises de MEV da amostra fundida e partículas de pó.

Como já citado na revisão da literatura (item 2.1.1), a transformação da fase  $\alpha$  em fase  $\beta$  ocorre por uma reação peritética ( $\alpha \rightarrow \beta$ ), sendo favorecida por taxas de solidificação mais lentas, além de maior teor de Fe e menor teor de Si. O alto teor de Si em solução sólida (2,25~3,9 % at de acordo com as análises de MEV e MET) nas amostras de FSL, pode ter contribuído para a formação da fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi durante a solidificação, uma vez que a fase  $\beta$  é dependente de menor teor de Si disponível no metal líquido [22-24]. Por outro lado, a formação da rede celular FeSi, pode contribuir para mitigar a formação e o crescimento da fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, uma vez que diminui a quantidade de Fe disponível no metal líquido durante a solidificação, que aliado as altas taxas de resfriamento aplicadas pela fusão e solidificação local proporcionou placas de  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi com comprimento de poucos microns.

#### 4.3.5 Análise de textura por EBSD

Análises de EBSD foram realizadas para verificar a existência de textura e quantificar o tamanho dos grãos nas amostras de FSL. As Figuras 4.16 (a), 4.16 (b) trazem respectivamente, uma imagem obtida por EBSD, e as figuras de polo {100}, {110} e {111}, sendo possível observar a existência de uma fraca textura {100}. O tamanho médio de grãos encontrados por EBSD foi de  $13 \pm 8$ , e está em concordância com valores presentes na literatura para ligas AlSiMg [44, 45].

Uma vez que a textura é uma característica intrínseca de ligas de alumínio processadas por FSL, e está associada ao crescimento colunar de grãos na direção de extração de calor, a baixa textura apresentada pela liga estudada pode ter sofrido influência tanto da estratégia de varredura do laser, quanto da precipitação dos intermetálicos de AlFeSi.

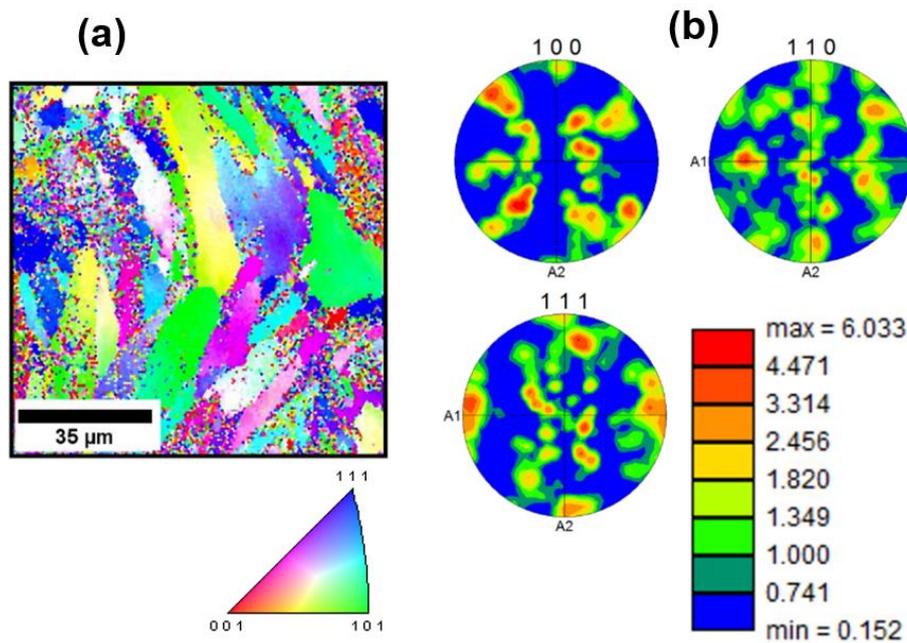


Figura 4.16 - Análise via EBSD da liga processada por FSL: (a) Imagem de polo inversa; (b) mapas de figura de polo.

#### 4.4 Tratamento térmico das amostras de FSL

Estudos anteriores realizados em amostras com teor de ferro dentro do especificado para a liga Al7SiMg relataram que a rede celular de Si formada nas ligas AlSiMg é prejudicial a ductilidade, uma vez que o alongamento a fratura aumenta após tratamento térmico de solubilização a 520 °C. Isso porque a solubilização proporciona dissolução total da estrutura bruta de FSL por meio do crescimento e coalescimento das partículas de Si com partículas vizinhas após 0,5 horas de solubilização. Outros tratamentos térmicos como o alívio de tensões também podem aumentar a ductilidade, quebrando parcialmente a estrutura celular, e eliminando tensões residuais criadas durante a impressão das camadas [32,38].

Tratamento térmico de solubilização seguido de envelhecimento artificial foi realizado nas amostras de FSL para verificar o impacto do mesmo na estrutura bruta de fusão. A Figura 4.17 apresenta a microestrutura de amostras da liga FSL após 1 hora de solubilização a 520 °, seguida de 3, 6 e 12 horas de envelhecimento artificial a 160 °C, comparadas com a microestrutura da liga como processada. Como resultado da contaminação por ferro, o tratamento térmico de solubilização foi incapaz de dissolver a rede celular de FeSi após 1 hora de tratamento térmico. Isso pode ser explicado pelo fato de que, além de finas partículas eutéticas de Si geralmente encontradas nas ligas AlSiMg, foram também encontrados intermetálicos AlFeSi nos contornos da rede celular da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe, que permanecem estáveis na configuração celular encontrada inicialmente, uma vez que essas fases se formam em temperaturas acima da de solubilização utilizada.

A Figura 4.17 também apresenta as fases encontradas nas amostras solubilizadas após 3, 6 e 12 horas de envelhecimento, sendo possível observar também o aumento de quantidade, e tamanhos de partículas com o aumento do tempo de envelhecimento. Os pontos identificados como A, B, C, D, E, F e G referem-se a precipitados de AlSiFe, como mostra a Tabela 4.11. A precipitação e crescimento de partículas de silício juntamente com Mg<sub>2</sub>Si são os principais mecanismos de endurecimento por precipitação das ligas AlSiMg, sendo que não foi possível observar por MEV a presença do Mg<sub>2</sub>Si. No entanto, em análises realizadas por MET identificou-se Mg<sub>2</sub>Si apenas na amostra envelhecida por 3 horas, como mostra a Figura 4.18 (a) nos pontos 2, 4 e 6, enquanto que as partículas de silício estiveram presentes para os três tempos de envelhecimento analisados. A Figura 4.18 indica também os pontos onde foram realizadas as análises por EDS, que tem suas composições químicas descritas nas Tabelas 4.12, 4.13 e 4.14. Devido a composição da liga estudada, era esperado maior incidência de precipitados de Si em relação ao Mg<sub>2</sub>Si, entretanto, considerando que estrutura celular não foi totalmente dissolvida após solubilização, a precipitação e crescimento dessas partículas podem gerar tensões microestruturais e impactar negativamente a ductilidade das amostras de FSL tratadas termicamente.

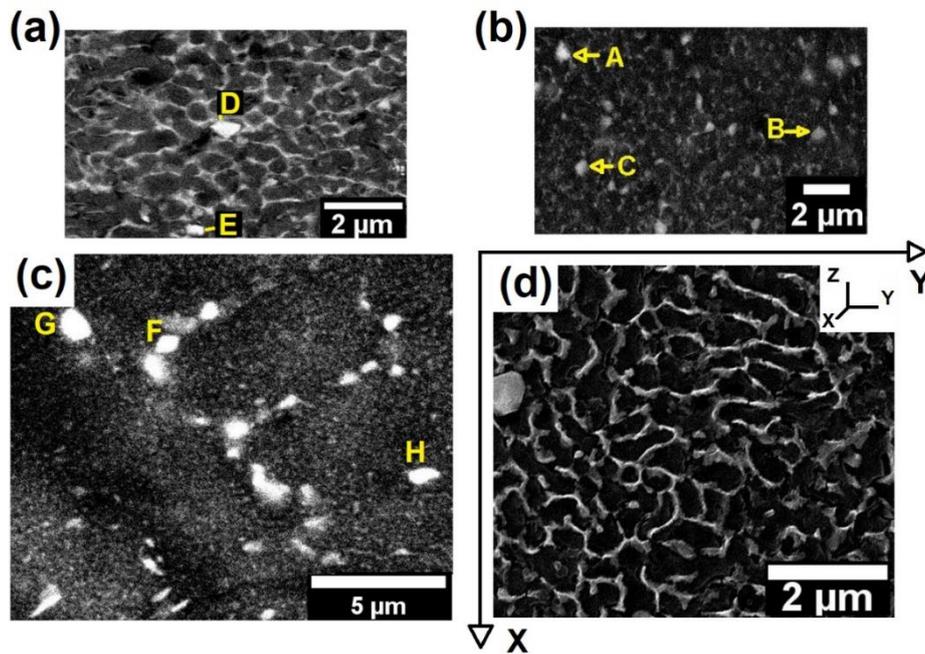


Figura 4.17 Imagens obtidas por MEV da microestrutura de FSL: após solubilização a 520 °C, e envelhecimento artificial a 180 °C por (a) 3 horas; (b) 6 horas; (c) 12 horas; e (d) sem tratamento térmico.

Tabela 4.11 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.17.

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
A	86.4	12.2	0.9	0.7
B	62.6	35.4	0.9	0.8
C	83.2	14.5	0.9	0.2
D	74.3	24.2	0.9	0.6
E	73.2	25.6	1	0.4
F	75.3	24.8	0.1	0.2
G	69.2	28.6	0.9	0.3
H	74.3	24.7	1	0.2

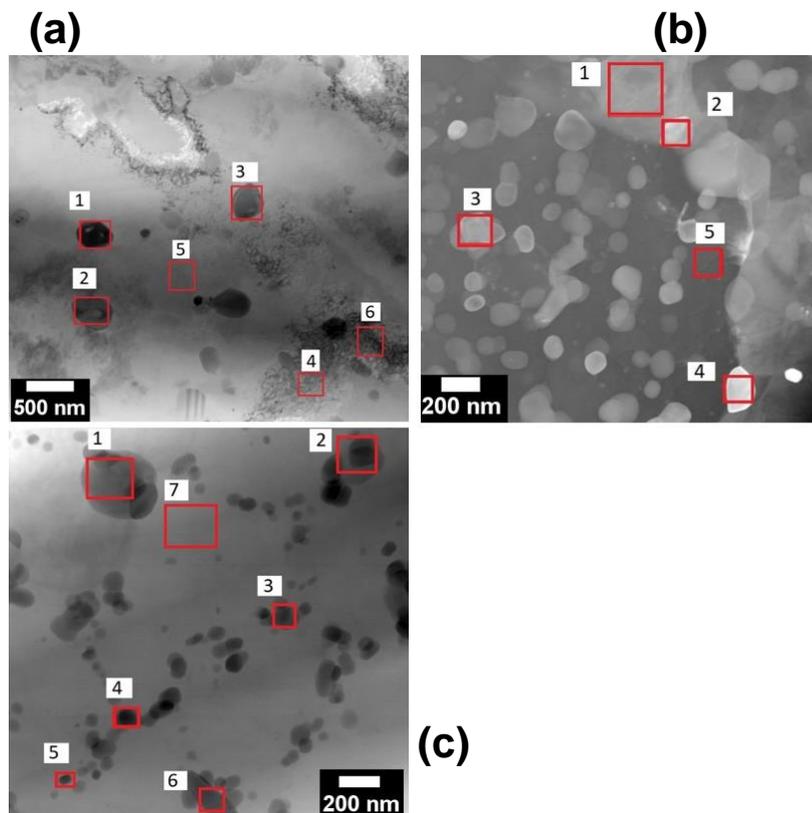


Figura 4.18 – Imagens obtidas por MET indicando os pontos onde foram realizadas análises pontuais de EDS para amostras solubilizadas a 520 °C por 1 hora e envelhecidas a 160 °C por: (a) 3 horas; (b) 6 horas; e (c) 12 horas

Tabela 4.12– Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.18 (a)

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
1	56.5	21.1	17.9	3.3
2	54.4	23.7	17.8	2.9
3	53.9	22.8	18.5	3.8
4	91.6	2.8	4.3	0.6
5	95.4	1.1	2.8	0.1
6	92	2.6	4.9	0.4

Tabela 4.13 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.18 (b)

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
1	96.4	1.4	1.4	0.6
2	80.2	6.5	2.6	8
3	78.7	9.1	5.9	4.9
4	77.2	7.5	1.2	9.9
5	96.2	0.6	1.8	0.7

Tabela 4.14 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.18 (c)

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
1	62	16.1	16.2	4.8
2	84.3	4.7	7.9	2.4
3	93	1.7	3.3	1.5
4	91.1	2.6	3	2.5
5	95.1	1	3.1	0.5
6	86.6	2.4	2.7	4.2

#### 4.4.1 Envelhecimento artificial direto e alívio de tensão

A Figura 4.19 traz imagens obtidas por MEV da microestrutura de amostras da liga processada por FSL após envelhecimento direto a 160 °C, e após alívio de tensão a 300 °C por 1 hora. Nas amostras envelhecidas é possível constatar um ligeiro engrossamento dos contornos das células após 12 horas de envelhecimento (4.19 b) quando comparado com 3 horas (4.19 a), enquanto que na amostra aliviada (4.19 c), é possível identificar partículas de Si que tem suas composições químicas mostradas na Tabela 4.15. Assim como nas amostras solubilizadas e envelhecidas, não foi possível encontrar partículas de  $Mg_2Si$  nas análises via MEV. Nas análises realizadas por MET, encontrou-se precipitados de  $Mg_2Si$  para a amostra submetida a alívio de tensão, eles são indicados pelos pontos E, e F na Figura 4.20, que traz as imagens obtidas via MET após envelhecimento direto e alívio de tensão. A Tabela 4.16, mostra as composições químicas dos pontos indicados na Figura 4.20.

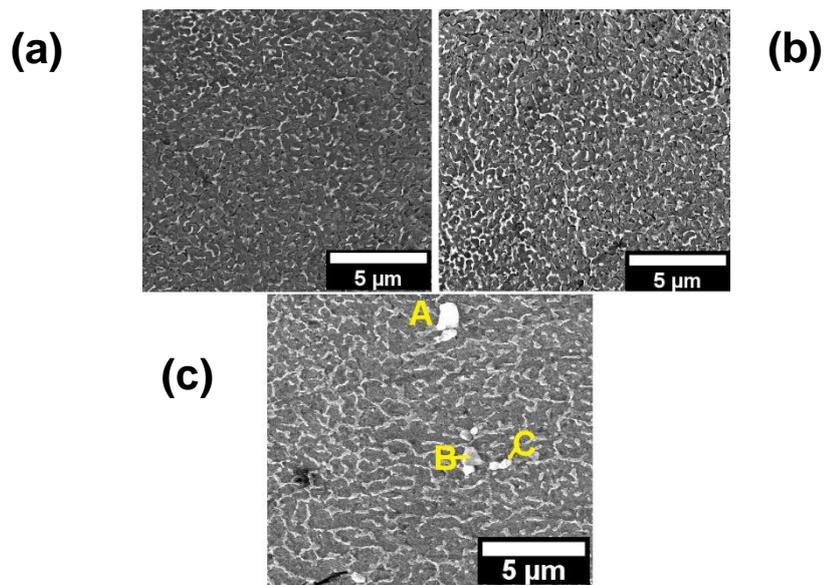


Figura 4.19 - Imagens obtidas por MEV da microestrutura de FSL após tratamento térmico: (a) envelhecimento direto a 180 °C por 3 horas; (b) envelhecimento direto a 160 °C por 12 horas; (c) alívio de tensão a 300 °C por 1 hora.

Tabela 4.15 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.19 (c).

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
A	88.1	9.1	0.5	0.1
B	65.6	33.4	0.7	0.4
C	69.5	28.9	0.8	0.6

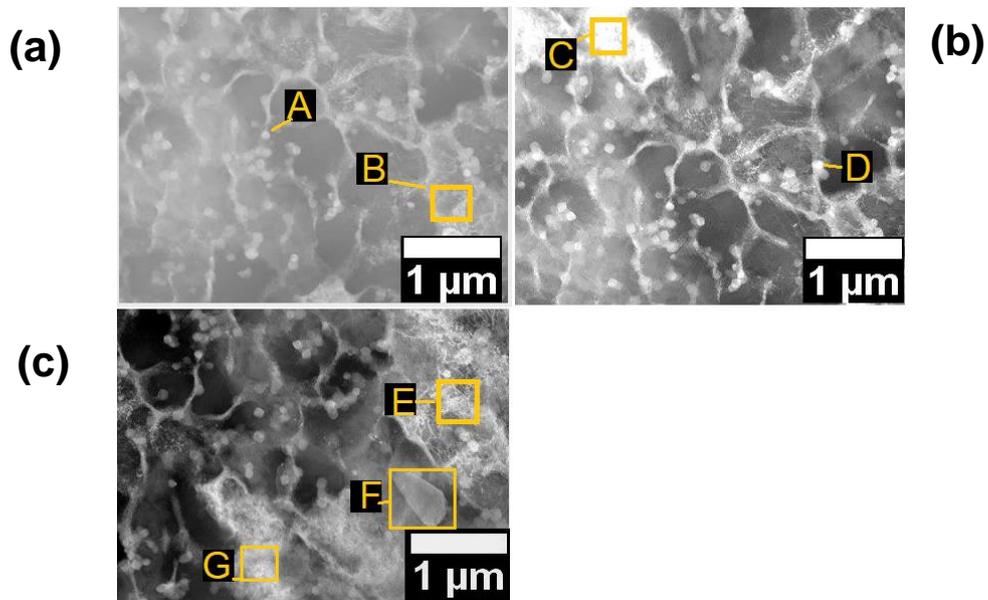


Figura 4.20 – Imagens obtidas por MET da microestrutura de FSL após tratamento térmico indicando os pontos onde foram realizadas análises de EDS: (a) envelhecimento direto a 180 °C por 3 horas; (b) envelhecimento direto a 180 °C por 12 horas; (c) alívio de tensões

Tabela 4.16 – Resultados da análise de EDS realizada nos pontos indicados na Figura 4.20.

(%at)	Al	Si	Mg	Fe
A	91.7	2.2	1.4	4.9
B	66.7	32.2	0.9	0.3
C	70.4	25.9	3	0.7
D	89.1	3.1	1.7	6.1
E	56.4	24.5	17.2	1.6
F	54.7	24.7	16.5	3.9
G	53.8	28.5	16.9	0.6

#### 4.5 Propriedades mecânicas da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL e FC

Ensaio de dureza Vickers e de tração foram realizados para a liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe, fundida e como processada por FSL. O objetivo foi investigar quais os efeitos da contaminação por ferro na dureza, limite de resistência a tração (LRT), e na deformação na fratura (DF) em ligas de AlSiMg processadas por FSL, bem como o efeito desse processamento nas propriedades mecânicas da liga estudada. A Tabela 4.17 apresenta os resultados dos ensaios de dureza Vickers e ensaios de tração para liga fundida convencionalmente (FC), e processada por FSL comparados com resultados da liga Al-7Si-0.7Mg presentes na literatura [46].

A Figura 4.21 apresenta as curvas obtidas durante ensaios de tração de amostras de FSL analisadas em ambas as direções horizontal (H - plano X~Y), e vertical (V - plano X~Z) em comparação com a liga fundida (FC). Os resultados de dureza Vickers para amostras fundidas e amostras FSL apresentaram coerência com a literatura [31, 46, 47].

No que diz respeito aos ensaios de tração, a liga estudada apresentou valores de propriedades mecânicas equivalentes aos encontrados para ligas Al-7Si-0.7Mg processadas por FSL, indicando que a contaminação pelo ferro não teve impacto significativo nas propriedades mecânicas. Amostras processada por FSL analisadas no plano X~Y apresentaram LRT médio de 330 MPa, enquanto plano X~Z apresentou 310 MPa, ambas apresentaram alongamento médio na fratura em torno de 8%, valores muito superiores aos resultados das amostras obtidas por FC, como é possível observar na Tabela 4.17 adaptado de [31, 46, 47]. Assim como a baixa ductilidade e LRT da liga fundida podem ser justificados pela microestrutura grosseira e presença de fases AlSiFe e Si com morfologia de placas, mostrada na Figura 4.7, o aumento de valores de propriedades mecânicas proporcionado por FSL está associado ao refinamento da microestrutura e de fases intermetálicas AlFeSi, arredondamento das fases  $\alpha$ -Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si e Si, e a elevada quantidade de Si e Mg retido em solução sólida na matriz de alumínio devido as altas taxas de resfriamento aplicadas. Em geral, ligas de alumínio que sofreram contaminação por ferro são destinadas a

aplicações menos nobres, como por exemplo as ligas recicladas que sofrem contaminação durante os ciclos de reciclagem e são posteriormente utilizadas em aplicações onde não são exigidas boas propriedades mecânicas devido ao efeito deletério do ferro em conjunto com outros elementos. Esses resultados mostram que processo de FSL tem potencial para se tornar uma alternativa na reciclagem de ligas Al-7Si-0.6Mg, o que conseqüentemente aumentaria a quantidade de ligas de alumínio que podem ser processadas.

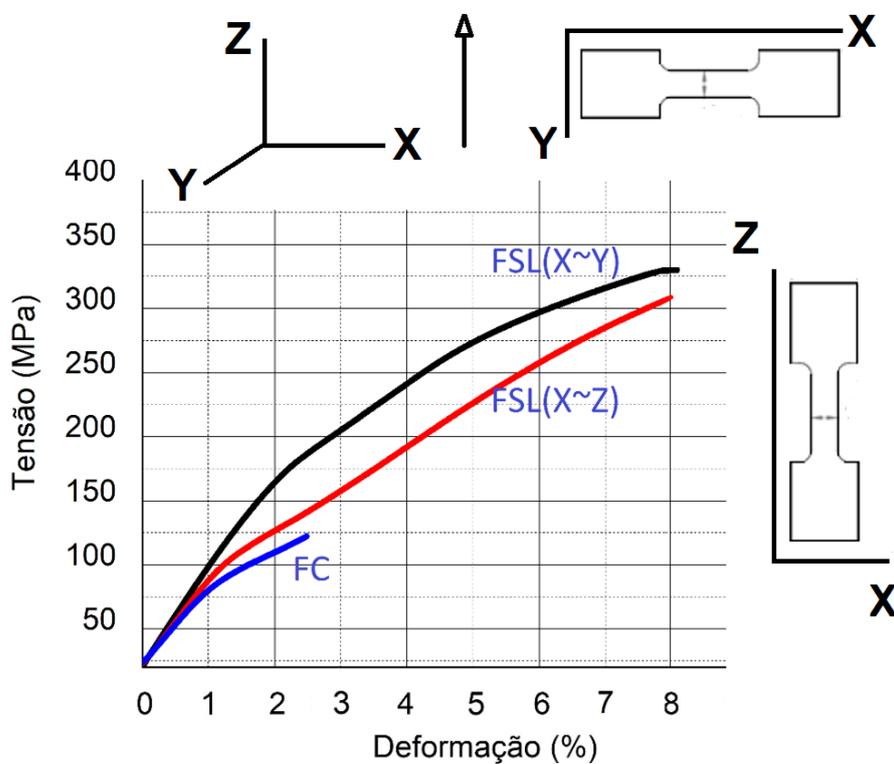


Figura 4.21 - Curvas obtidas durante ensaios de tração de amostras de FSL e FC.

Tabela 4.17 – Resultados de dureza Vickers, limite de resistência a tração (LRT) e deformação na fratura (DF) para amostras fundida e FSL horizontal, e vertical comparados com a literatura (adaptado de [31, 46, 47]).

Amostra da liga	Dureza Vickers (HV)	LRT (Mpa)	DF (%)
Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe			
FC	77 ± 5	123 ± 8	2.5 ± 0.6
FSL (plano X~Y)	114 ± 4	330 ± 8	8 ± 1
FSL (plano X~Z)	112 ± 4	310 ± 8	7.6 ± 2
Al-7Si-0.7Mg (literatura)	***	***	***
plano X~Y	120 ± 2	375	10.1
plano X~Z	120 ± 2	340	5.1

#### 4.5.1 Propriedades mecânicas após tratamento térmico da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL

As propriedades mecânicas de amostras tratadas termicamente também foram analisadas por dureza Vickers e ensaios de tração. A Figura 4.22 traz as curvas de dureza de amostras da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL solubilizada a 520 °C por 1 hora seguido de envelhecimento artificial a 160 ° C, e envelhecimento artificial direto. De acordo com a Figura 4.22, após 1 hora de envelhecimento direto ocorre uma pequena redução nos valores de dureza (de 114 para 105 HV) provavelmente devido a um alívio de tensões residuais geradas durante a impressão das camadas. Após 3 horas de envelhecimento direto, a amostra alcança o mesmo valor de dureza da estrutura bruta de FSL. Em seguida, os valores continuam aumentando até alcançar o valor máximo de 127 HV em 12 horas, onde apresenta uma estabilização com tendência de queda após 15 horas. Esses resultados são coerentes com a literatura [31], onde o

aumento da dureza é justificado pela precipitação da grande quantidade de Si e Mg presentes em solução sólida na matriz das ligas como processadas por FSL.

A solubilização seguida de envelhecimento proporcionou valores de dureza inferiores em relação a estrutura bruta de FSL. Além disso, as amostras apresentaram um comportamento incomum no que diz respeito a evolução do endurecimento por precipitação de ligas AlSiMg. É possível identificar dois picos que indicam super-envelhecimento na curva referente as amostras solubilizadas e envelhecidas mostrada na Figura 4.22. O primeiro pico ocorre após 3 horas de envelhecimento, e super-envelhece até 6 horas, onde começa a endurecer novamente até alcançar o valor máximo de dureza em 12 horas, voltando a apresentar queda acentuada nos valores de dureza até se encerrar o experimento em 15 horas. Após a solubilização, houve uma redução significativa na dureza, de 114 para 90 HV, esse comportamento é comum pois a solubilização tende a quebrar a estrutura bruta de FSL homogeneizando-a, proporcionando amolecimento e melhorando a ductilidade. Uma explicação para o fenômeno exibido pela liga solubilizada e envelhecida pode estar na microestrutura discutida no item 4.4. Os precipitados de Si e  $Mg_2Si$  são responsáveis pelo endurecimento das ligas AlSiMg, e nas amostras solubilizadas e envelhecidas, o  $Mg_2Si$  foi identificado apenas na amostra envelhecida por 3 horas, enquanto que precipitados de Si foram encontrados também em 6 e 12 horas. Essa constatação leva a inferir que após o primeiro pico de envelhecimento, em torno de 3 horas, inicia o processo de super-envelhecimento relativo as partículas  $Mg_2Si$ , que leva a queda na dureza. Na continuidade do tratamento, a dureza volta a aumentar após 6 horas de envelhecimento pela precipitação do silício, que acontece de maneira mais lenta até alcançar o segundo pico em 12 horas. O fato de as amostras envelhecidas diretamente apresentarem aumento de dureza mesmo sem se identificar crescimento ou surgimento de novos precipitados corrobora para a hipótese de precipitação mais lenta do Si durante envelhecimento.

O comportamento de alteração de propriedades mecânicas entre 3 e 6 horas de envelhecimento após solubilização também se repetiu nos ensaios de tração. A Figura 4.23 traz as curvas obtidas durante ensaios de tração realizados

após tratamentos térmicos de amostras de FSL construídas nos planos XY (horizontal), e XZ (vertical). As amostras solubilizadas por 1 hora, e envelhecidas por 3, 6 e 12 horas, respectivamente, curvas C, D e E, apresentaram LRT máximo bastante inferior em relação a amostra como processada (curva A), e as outras condições de tratamento térmico, no entanto apresentaram ductilidade apreciável considerando o alto teor de Ferro presente na liga estudada.

Após envelhecimento direto por 3 e 12 horas, respectivamente, curvas F e G, as amostras apresentaram propriedades mecânicas ligeiramente superiores as da liga como processada por FSL para amostras analisadas no plano X~Y, no entanto apresentaram propriedades mecânicas inferiores no plano X~Z, levando a considerar que o envelhecimento artificial pode acentuar a anisotropia intrínseca do processo FSL.

Também foi realizado alívio de tensões a 300 °C por 1 hora (curva B), no qual a amostra apresentou ductilidade equivalente a da amostra como processada, no entanto, apresentou menor limite de resistência a tração nos planos X~Y, e X~Z. A amostra analisada no plano X~Z também apresentou ductilidade e tensão na fratura inferiores a X~Y após o alívio de tensão, corroborando com a possibilidade de tratamentos térmicos acentuarem a anisotropia da liga estudada. Essa redução no LRT apresentada após tratamento térmico também foi identificada em um estudo dos efeitos de tratamento térmico em uma liga Al-Si10-Mg-Ni 5 (%p) processada por FSL realizado por Jandaghi e seus colaboradores [48], tal comportamento foi associado a transformação dos contornos das células em partículas grosseiras de Si.

O fato de as amostras apresentarem maior anisotropia no ensaio de tração após tratamento térmico pode estar associado a presença de defeitos de fusão. Isso porque o plano X~Z é o plano de construção das peças de FSL, ou seja, barras construídas com comprimento nessa direção apresentarão maior quantidade de camadas impressas, e conseqüentemente, haverá maiores chances para o surgimento de defeitos de fusão. Isso nos induz a inferir que antes do tratamento térmico, os impactos negativos nas propriedades mecânicas causados por esses possíveis defeitos são inferiores aos impactos positivos

causados pelo refinamento microestrutural e endurecimento por solução sólida presentes na estrutura bruta de FSL.

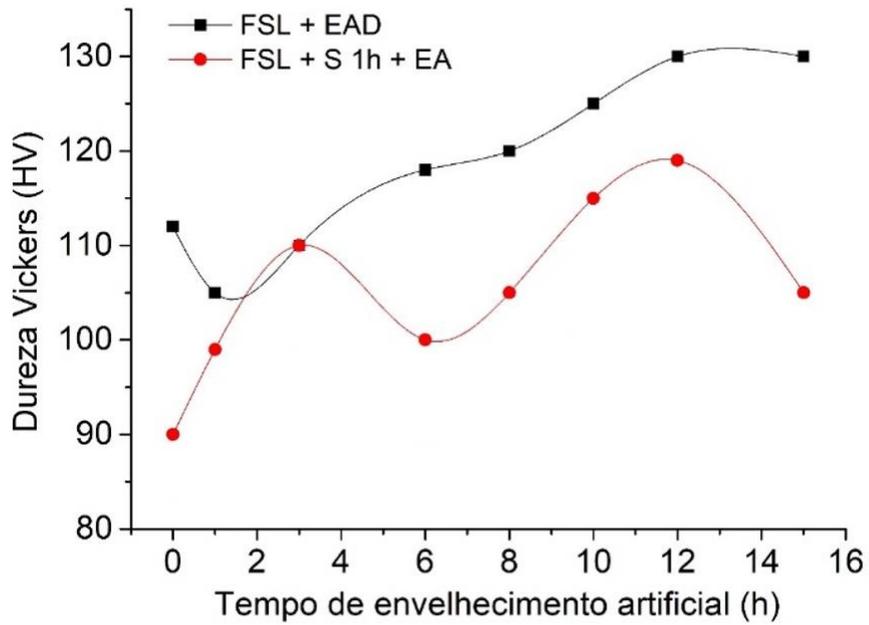


Figura 4.22 - Curvas de dureza de amostras da liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe processada por FSL solubilizada a 520 °C por 1 seguida de envelhecimento artificial a 160 °C, e envelhecimento artificial direto

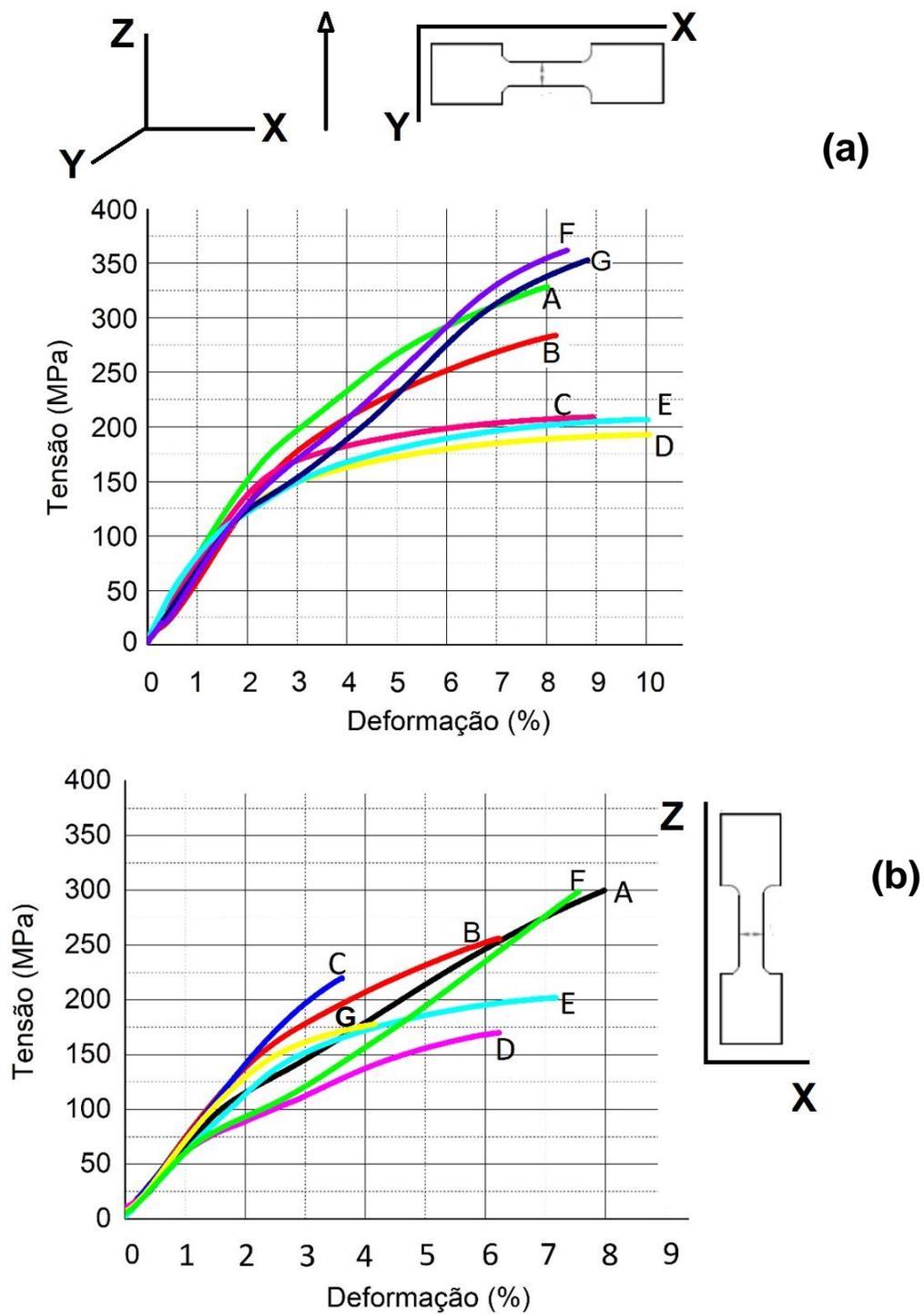


Figura 4.23 - Curvas obtidas durante os ensaios de tração realizados após tratamentos térmicos da liga processada por FSL: (a) Amostras construídas no plano X~Y; (b) Amostras construídas no plano X~Z



## 5 CONCLUSÕES

Esse estudo mostrou que é possível processar a liga Al-7Si-0.7Mg-2.8Fe por Fusão Seletiva a Laser. A dinâmica de solidificação proporcionou refinamento microestrutural com uma apreciável redução no tamanho dos intermetálicos de AlFeSi, e do Si, como por exemplo, gerando nanopartículas do intermetálico  $\alpha$ , e de Si.

O processo de FSL também mostrou-se capaz de alterar a morfologia de segundas fases, proporcionando o arredondamento do Si e do intermetálico  $\alpha$ . Além do notável refinamento microestrutural e alterações na morfologia de fases, a alta taxa de resfriamento aplicada reteve altos teores de Si em solução sólida na matriz de alumínio, fator que pode contribuir para evitar a precipitação e crescimento de compostos intermetálicos.

A contaminação por ferro favoreceu a formação de intermetálicos AlFeSi como já era esperado, no entanto, o ferro foi segregado juntamente com silício para os contornos da estrutura celular. Essa estrutura é característica de ligas de alumínio processadas por FSL, porém, é formada apenas por partículas finas de silício eutético. A retenção do ferro nessa estrutura pode contribuir para evitar a formação e o crescimento de intermetálicos AlFeSi, inclusive aqueles com morfologia de placas, reduzindo o impacto negativo da contaminação por ferro nas propriedades mecânicas.

A formação de intermetálicos causada pela contaminação por ferro pode ter contribuído para os baixos valores de textura apresentado pela liga estudada quando comparados com resultados presentes na literatura, pois a precipitação de segundas fases pode controlar o crescimento colunar de grãos.

A formação de intermetálicos AlFeSi nos contornos das células refinadas impossibilitou a dissolução total dessa estrutura, impactando negativamente os resultados de propriedades mecânicas após tratamento térmico em altas temperaturas. No geral, as características microestruturais encontradas resultaram em propriedades mecânicas muito superiores comparadas ao processo de fundição convencional, e propriedades equivalentes as da liga Al-7Si-0.6Mg presentes na literatura, ressaltando-se que essas propriedades

podem ser incrementadas após um procedimento de otimização dos parâmetros de processo .

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Otimização de parâmetros de processo FSL na produção de ligas AlSiMgFe visando uma microestrutura bruta de fusão mais homogênea.
- Verificação dos efeitos dos parâmetros de processo nos defeitos de fusão e porosidade de ligas AlSiMgFe.
- Ajuste da composição química por meio da adição de elementos que possam mitigar a formação de intermetálicos AlFeSi.
- Estudo mais aprofundado da precipitação de Si supersaturado após tratamento térmico em baixa temperatura e sua influência nas propriedades mecânicas.



## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Tan JH, Wong WLE, Dalgarno KW. An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the Selective Laser Melting process. *Addit Manuf* [Internet]. 2017;18:228–55. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2017.10.011>
- [2] Boschetto A, Bottini L, Veniali F. Roughness modeling of AlSi10Mg parts fabricated by Selective Laser Melting. *J Mater Process Technol* [Internet]. 2017;241:154–63. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.11.013>
- [3] Aboulkhair NT, Everitt NM, Ashcroft I, Tuck C. Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by Selective Laser Melting. *Addit Manuf* [Internet]. 2014;1:77–86. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2014.08.001>
- [4] Galy C, Le Guen E, Lacoste E, Arvieu C. Main defects observed in aluminum alloy parts produced by SLM: From causes to consequences. *Addit Manuf* [Internet]. 2018;22(February):165–75. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.05.005>
- [5] Spierings AB, Dawson K, Uggowitzer PJ, Wegener K. Influence of SLM scan-speed on microstructure, precipitation of Al<sub>3</sub>Sc particles and mechanical properties in Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys. *Mater Des*. 2018;140:134–43.
- [6] Martin JH, Yahata BD, Hundley JM, Mayer JA, Schaedler TA, Pollock TM. 3D printing of high-strength aluminium alloys. *Nature* [Internet]. 2017;549(7672):365–9. Available at: <http://dx.doi.org/10.1038/nature23894>
- [7] N. T. Aboulkhair, M. Simonelli, L. Parry, I. Ashcroft, C. Tuck, and R. Hague, “3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 106, no. July, p. 100578, 2019, doi: 10.1016/j.pmatsci.2019.100578.
- [8] Dang B, Zhang X, Chen YZ, Chen CX, Wang HT, Liu F. Breaking through the strength-ductility trade-off dilemma in an Al-Si-based casting alloy. *Sci Rep* [Internet]. 2016;6(May):1–10. Available at: <http://dx.doi.org/10.1038/srep30874>
- [9] Pereira LH, Asato GH, Otani LB, Jorge AM, Kiminami CS, Bolfarini C, et al. Changing the solidification sequence and the morphology of iron-containing intermetallic phases in AA6061 aluminum alloy processed by spray forming.

- Mater Charact [Internet]. 2018;145(April):507–15. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.09.006>
- [10] D. Raabe et al., “Making sustainable aluminum by recycling scrap: The science of ‘dirty’ alloys,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 128, no. June 2020, p. 100947, 2022, doi: 10.1016/j.pmatsci.2022.100947.
- [11] Fernandes C, Ferrarini. MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE LIGAS Al-Si HIPOEUTÉTICAS CONFORMADAS POR SPRAY. Tese Doutorado [Internet]. 2005; Available at: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/810049><http://doi.wiley.com/10.1002/anie.197505391><http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780857090409500205><http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21918515><http://www.cabi.org/cabebooks/ebook/20083217094>
- [12] Hyodo A, Bolfarini C, Ishikawa TT. Chemistry and tensile properties of a recycled AA7050 via spray forming and ECAP/E. *Mater Res.* 2012;15(5):739–48.
- [13] Bereta LA, Ferrarini CF, Botta F WJ, Kiminami CS, Bolfarini C. Microstructure and mechanical properties of spray co-deposited Al-8.9 wt.% Si-3.2 wt.% Cu-0.9 wt.% Fe + (Al-3 wt.% Mn-4 wt.% Si)p composite. *J Alloys Compd.* 2007;434–435(SPEC. ISS.):371–4.
- [14] Otani LB, Matsuo MM, Freitas BJM, Zepon G, Kiminami CS, Botta WJ, et al. Tailoring the microstructure of recycled 319 aluminum alloy aiming at high ductility. *J Mater Res Technol.* 2019.
- [15] Junior AR da S. DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA A356 CONFORMADA POR SPRAY PARA DIFERENTES TEORES DE FERRO E CONDIÇÕES DE PROCESSAMENTO. Diss Mestr. 2008;
- [16] Freitas<sup>1</sup> BJM, & Lucas Barcelos Otani<sup>1</sup> & Claudio Shyinti Kiminami<sup>1, 2</sup> & Walter José Botta<sup>1 2</sup> & Bolfarini C. Effect of iron on the microstructure and mechanical properties of the spray-formed and rotary-swaged 319 aluminum alloy. *SAE Tech Pap.* 2003;3879–94.
- [17] Das SK, Yin W. Global perspectives: Trends in the global aluminum fabrication industry. *Jom.* 2007;59(2):83–7.

- [18] Grimaud G, Perry N, Laratte B. Life Cycle Assessment of Aluminium Recycling Process: Case of Shredder Cables. *Procedia CIRP* [Internet]. 2016;48:212–8. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.procir.2016.03.097>
- [19] Soo VK, Peeters J, Paraskevas D, Compston P, Doolan M, Duflou JR. Sustainable aluminium recycling of end-of-life products: A joining techniques perspective. *J Clean Prod*. 2018;178:119–32.
- [20] Gaustad G, Olivetti E, Kirchain R. Improving aluminum recycling: A survey of sorting and impurity removal technologies. *Resour Conserv Recycl* [Internet]. 2012;58:79–87. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.resconrec.2011.10.010>
- [21] Liu S, Weitzer F, Schuster JC, Krendelsberger N, Du Y. On the reaction scheme and liquidus surface in the ternary system Al-Si-Ti. *Int J Mater Res*. 2008;99(7):705–11.
- [22] Moustafa MA. Effect of iron content on the formation of  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi and porosity in Al-Si eutectic alloys. *J Mater Process Technol*. 2009;209(1):605–10.
- [23] Gorny A, Manickaraj J, Cai Z, Shankar S. Evolution of Fe based intermetallic phases in Al-Si hypoeutectic casting alloys: Influence of the Si and Fe concentrations, and solidification rate. *J Alloys Compd* [Internet]. 2013;577:103–24. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.04.139>
- [24] Hwang JY, Doty HW, Kaufman MJ. The effects of Mn additions on the microstructure and mechanical properties of Al–Si–Cu casting alloys. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 15 de agosto de 2008 [citado 9 de abril de 2020];488(1–2):496–504. Available at: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509307019661>
- [25] Kang N, Coddet P, Ammar MR, Liao H, Coddet C. Characterization of the microstructure of a Select Laser Melting processed Al-50Si alloy: Effect of heat treatments. *Mater Charact*. 2017;130(June):243–9.
- [26] Yap CY, Chua CK, Dong ZL, Liu ZH, Zhang DQ, Loh LE, et al. Review of Select Laser Melting: Materials and applications. *Appl Phys Rev* [Internet]. 2015;2(4). Available at: <http://dx.doi.org/10.1063/1.4935926>.
- [27] Simchi A. The role of particle size on the Laser sintering of iron powder. *Metall Mater Trans B Process Metall Mater Process Sci*. 2004;35(5):937–48.

- [28] Araújo A, Micheloti L, Kiminami CS, Bolfarini C, Uhlenwinkel V, Gargarella P. Morphological and microstructural characterization of Al95Fe2Cr2Ti1 powders produced by two different gas atomizers. *Tecnol Metal Mater*. 2021.
- [29] Dawes J, Bowerman R, Trepleton R. Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy Supply Chain. *Johnson Matthey Technol Rev*. 2015;59(3):243–56.
- [30] H. R. Kotadia, G. Gibbons, A. Das, and P. D. Howes, “A review of Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing of aluminium alloys: Microstructure and properties,” *Addit. Manuf.*, vol. 46, no. June, p. 102155, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102155.
- [31] Rao H, Giet S, Yang K, Wu X, Davies CHJ. The influence of processing parameters on aluminium alloy A357 manufactured by Selective Laser Melting. *Mater Des* [Internet]. 2016;109:334–46. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.07.009>
- [32] Zhou L, Mehta A, Schulz E, McWilliams B, Cho K, Sohn Y. Microstructure, precipitates and hardness of selectively laser melted AlSi10Mg alloy before and after heat treatment. *Mater Charact* [Internet]. 2018;143(April):5–17. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.04.022>
- [33] FERRO R, SACCONI A. STRUCTURE OF INTERMETALLIC COMPOUNDS AND PHASES. *Phys Metall* [Internet]. 1 de janeiro de 1996 [citado 15 de julho de 2019];205–369. Available at: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780444898753500089?via%3Dihub>
- [34] Yang K V., Rometsch P, Davies CHJ, Huang A, Wu X. Effect of heat treatment on the microstructure and anisotropy in mechanical properties of A357 alloy produced by Selective Laser Melting. *Mater Des* [Internet]. 2018;154:275–90. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.05.026>
- [35] Andersson JO, Helander T, Höglund L, Shi P, Sundman B. Thermo-Calc & DICTRA, computational tools for materials science. *Calphad Comput Coupling Phase Diagrams Thermochem*. 2002;
- [36] International A. Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal Powders [Internet]. Vol. 07, ASTM Standard B214. 2011. Available at: [www.astm.org](http://www.astm.org)

- [37] ASTM B213–17 Standard test methods for flow rate of metal powders using the hall flowmeter funnel, ASTM Int. doi:<https://doi.org/10.1520/B0213-17>.
- [38] K. V. Yang et al., “Porosity formation mechanisms and fatigue response in Al-Si-Mg alloys made by Selective Laser Melting”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 712, p. 166–174, jan. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2017.11.078.
- [39] J. Zhang, B. Song, Q. Wei, D. Bourell, e Y. Shi, “A review of Selective Laser Melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends”, *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 35, no 2, p. 270–284, fev. 2019, doi: 10.1016/j.jmst.2018.09.004.
- [40] E. O. Olakanmi, R. F. Cochrane, e K. W. Dalgarno, “A review on Selective Laser Sintering/Melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties”, *Progress in Materials Science*, vol. 74, p. 401–477, out. 2015, doi: 10.1016/j.pmatsci.2015.03.002.
- [41] ASTM Standard E8/E8M-13a. “Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials”. ASTM Int [Internet]. 2013;1–27. Available at: <http://www.astm.org/Standards/E8.htm>
- [42] 2016 by FIZ Karlsruhe - Leibniz Institute for Information Infrastructure. Chemical\_name\_structure\_type Diamond-C(cF8). All rights reserved; data\_51688-ICSD
- [43] 2016 by FIZ Karlsruhe - Leibniz Institute for Information Infrastructure; Chemical\_name\_systematic 'Aluminium iron silicon (167.8/44.9/23.9). All rights reserved. database\_code\_ICSD 1293
- [44] Y. Geng et al., “A high-strength AlSiMg1.4 alloy fabricated by Selective Laser Melting,” *J. Alloys Compd.*, vol. 867, pp. 4–9, 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2021.159103.
- [45] H. Yang, Y. Zhang, J. Wang, Z. Liu, C. Liu, and S. Ji, “Additive Manufacturing of a high strength Al-5Mg2Si-2Mg alloy: Microstructure and mechanical properties,” *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 91, pp. 215–223, 2021, doi: 10.1016/j.jmst.2021.02.048.

[46] Rao, JH, Zhang, Y Zhang, K, Wu, X, Huang, A. Selective Laser Melted Al-7Si-0.6Mg alloy with in-situ precipitation via platform heating for residual strain removal. Mater Des.2019;

[47] Oliveira MJ, Castrodeza, EM, Casat, R. Effect of build orientation on fracture and tensile behavior of A357 Al alloy processed by Selective Laser Melting. Mater Sci Eng A.2019;

[48] M. R. Jandaghi, A. Aversa, D. Manfredi, F. Calignano, L. Lavagna, and M. Pavese, "In situ alloying of AlSi10Mg-5 wt% Ni through laser powder bed fusion and subsequent heat treatment," J. Alloys Compd., vol. 904, p. 164081, 2022, doi: 10.1016/j.jallcom.2022.164081.