

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

TENACIDADE À FRATURA DE LIGA DE ALUMÍNIO FORMADORA DE FASE
QUASICRISTALINA FABRICADA POR MANUFATURA ADITIVA

Erlifas Moreira Rocha

São Carlos-SP
2024

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

TENACIDADE À FRATURA DE LIGA DE ALUMÍNIO FORMADORA DE FASE
QUASICRISTALINA FABRICADA POR MANUFATURA ADITIVA

Erlifas Moreira Rocha

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

Orientador: Prof. Dr. Piter Gargarella

Agência(s) Financiadora(s): CAPES – Processo: n° 88887.694440/2022-00

FAPESP – Processo: n° 2022/15435-1

São Carlos-SP

2024

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Maria e Geraldo, pelo amor incondicional e apoio constante que têm sido os pilares fundamentais em minha jornada acadêmica.

VITAE DO CANDIDATO

Bacharel em Engenharia Mecânica pela Universidade Federal do Rio Grande
(FURG) – 2022.

Técnico em Mecatrônica pelo SENAI Antonio Adolpho Lobbe (São Carlos) –
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 Dissertação de Mestrado do candidato Erlifas Moreira Rocha, realizada em 30/08/2024.

Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Piter Gargarella (UFSCar)

Prof. Dr. Lucas Barcelos Otani (UFSCar)

Prof. Dr. Witor Wolf (USP)

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

AGRADECIMENTOS

Agradeço profundamente a Deus por iluminar meus caminhos, guiar meus passos e me conceder saúde, força e determinação para perseguir meus sonhos com coragem.

À minha mãe, Maria, que, apesar de não ter tido as mesmas oportunidades que eu, sempre esteve ao meu lado, apoiando-me incondicionalmente desde o início da minha jornada acadêmica e profissional. Sou eternamente grato e devo grande parte das minhas conquistas a você.

Ao meu pai, Geraldo, por seus sábios conselhos e por me encorajar a seguir firme, jamais desistindo dos meus sonhos.

Ao meu orientador, professor Piter Gargarella, por sua orientação, conselhos pessoais e profissionais, amizade e oportunidade oferecida desde 2016, quando fui estagiário no DEMa e tive a honra de retornar como seu aluno.

À FAPESP - Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pela concessão da bolsa de mestrado e demais suporte financeiro através do processo n.º: 2022/15435-1.

À CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, pela concessão da bolsa de mestrado no primeiro ano através do processo n.º: 88887.694440/2022-00.

Ao PPGCEM e ao DEMa por todo suporte e infraestrutura que possibilitaram a realização desta pesquisa de Mestrado.

À engenheira de materiais e mestra, Aylanna Araújo, pela amizade, conselhos, auxílio inestimável e por ser um exemplo de profissional que almejo me tornar. Você demonstra que o esforço diário, por menor que seja, pode se transformar em algo grandioso no futuro. Sua dedicação e paixão pelo trabalho são inspiradoras e me motivam a continuar buscando a excelência.

Ao engenheiro de materiais e mestre, Vitor Pinotti, pela amizade desenvolvida ao longo do mestrado e pelas valiosas orientações sobre o processo de atomização a gás.

Aos colegas do grupo de pesquisa de “Materiais e Processos para Manufatura Aditiva”, especialmente Adriel Pugliesi, Angelo Andreoli, Bruna Batistão, Bruno Bianchini, Guilherme Perin, Gustavo Figueira, Jeverton Paixão,

Letícia Viana, Luiz Henrique, Mayumi Nakahashi e Nicolás Rojas. Minha gratidão pelas dicas e momentos de descontração durante os "Cafezinhos".

Ao técnico de fundição Edson Roberto (Betão), pela amizade desde 2016, pelos valiosos conselhos e ajuda desde a confecção da liga mãe até o processo de atomização a gás. Obrigado pelo exemplo de pessoa e profissional. Agradeço também ao técnico Rover da metalografia, pela constante disposição em ajudar.

Aos profissionais do Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM), especialmente Jader Bianchin, Matheus Maintinguer, Nando e Rafa, pela assistência contínua nos laboratórios, e à Verinha, por seu sorriso constante e pelo café sempre reforçado.

Aos profissionais Maysa Terada (CNPEM), Renato de Castro (ISI – SENAI – SP) e Gleicy Xavier (ISI – SENAI – SP), pela inestimável ajuda no processo de impressão das amostras e pelos ensaios de tomografia computadorizada, essenciais para os excelentes resultados obtidos nesta dissertação.

Às professoras Andrea Kliauga e Danielle Cristina, pela disposição em ajudar nos ensaios de flexão das amostras e pelo treinamento na máquina universal. Especialmente, agradeço ao profissional Cícero pela ajuda no script da máquina e na montagem dos componentes para os ensaios.

Aos profissionais do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE), especialmente Vitor Anibal e Eric, pela operação no MEV, MET e pela paciência em ajudar durante a realização dos DSC's neste trabalho. Agradeço também às profissionais Ana e Helena, por sempre estarem disponíveis para ajudar na preparação de amostras, realização dos DRX's e pelos PIPS de transmissão.

Aos professores e colegas que, desde 2016, têm sido exemplos e inspirações para eu seguir esta carreira, especialmente aos professores Cláudio Kiminami, Lucas Barcelos Otani, Witor Wolf, Eric Mazzer e Guilherme Zepon e aos engenheiros Thiago Pama e Murilo Romero.

Aos profissionais Marcelo e Valéria da secretaria do PPGCEM, por toda a ajuda na documentação e auxílio em diversas dúvidas referente ao mestrado.

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

RESUMO

Estudos recentes demonstraram a viabilidade de obter fase quasicristalina metaestável em ligas Al-Fe-Cr-Ti por Fusão em Leito de Pó a Laser (L-PBF). Essas ligas são promissoras para serem utilizadas em matrizes e componentes estruturais devido à sua alta resistência específica e ao desgaste, especialmente em altas temperaturas. Embora a tenacidade à fratura dessas ligas não tenha sido estudada anteriormente devido à dificuldade de fabricar peças volumosas por métodos tradicionais, espera-se que apresentem alta tenacidade graças à sua microestrutura, que combina uma fase quasicristalina nanométrica, de alta resistência e morfologia esférica, em uma matriz dendrítica de alumínio refinada pelas altas taxas de resfriamento do processo L-PBF ($\approx 10^5$ K/s). Este projeto investigou a tenacidade à fratura da liga reciclada $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ produzida por L-PBF. Os pós foram produzidos por atomização a gás, caracterizados e utilizados no processo L-PBF. Após a otimização dos parâmetros, amostras foram fabricadas em diferentes direções de construção e algumas foram submetidas a tratamentos térmicos. A tenacidade à fratura foi avaliada pela técnica de K_{IC} , conforme a norma ASTM E399. Os resultados demonstraram que a tenacidade à fratura é sensível à direção de construção e aos tratamentos térmicos. A direção de construção a 0° sem tratamento térmico apresentou os melhores resultados, com valores superiores a $34 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$, seguida por $29 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ e $26 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ para tratamentos de alívio de tensão e decomposição da fase quasicristalina (QC), respectivamente. Esses valores são comparáveis às ligas AlSi10Mg, AlSi7Mg e ligas da série 2XXX, como a liga 2024, produzidas por L-PBF. Para os mecanismos de fratura, as amostras construídas a 0° , a trinca se propagou através das bordas das poças de fusão. Já para as amostras construídas na direção de 45° , a trinca seguiu uma propagação escalonada pelas bordas da poça de fusão. Nas amostras construídas a 90° , a fratura teve caráter misto, com propagação pelo centro e bordas das poças de fusão, indicando relação entre a carga e a direção de construção.

Palavras-chave: Fusão em Leito de Pó a Laser; Manufatura Aditiva; Quasicristais; Tenacidade à Fratura; Ligas de Alumínio.

ABSTRACT

FRACTURE TOUGHNESS OF QUASICRYSTALLINE PHASE-FORMER ALUMINUM ALLOY FABRICATED BY ADDITIVE MANUFACTURING

Recent studies have demonstrated the feasibility of obtaining a metastable quasicrystalline phase in Al-Fe-Cr-Ti alloys through Laser Powder Bed Fusion (L-PBF). These alloys are promising for use in matrices and structural components due to their high specific strength and wear resistance, especially at high temperatures. Although the fracture toughness of these alloys has not been previously studied due to the difficulty of manufacturing bulky parts by traditional methods, they are expected to exhibit high toughness due to their microstructure, which combines a nanometric, high-strength quasicrystalline phase with a spherical morphology in a dendritic aluminum matrix refined by the high cooling rates of the L-PBF process ($\approx 10^5$ K/s). This project investigated the fracture toughness of the recycled $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ alloy produced by L-PBF. The powders were produced by gas atomization, characterized, and used in the L-PBF process. After optimizing the parameters, samples were fabricated in different build directions, with some subjected to heat treatments. Fracture toughness was evaluated using the K_{IC} technique, according to ASTM E399 standards. The results showed that fracture toughness is sensitive to build direction and heat treatments. The 0° build direction without heat treatment exhibited the best results, with values exceeding $34 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$, followed by $29 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ and $26 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ for stress relief and quasicrystalline phase (QC) decomposition treatments, respectively. These values are comparable to AlSi10Mg, AlSi7Mg, and 2XXX series alloys, such as 2024, produced by L-PBF. Regarding fracture mechanisms, for samples built at 0° , cracks propagated through the edges of the melt pools. For samples built at 45° , cracks followed a stepped propagation along the edges of the melt pool. In the 90° build samples, the fracture exhibited a mixed behavior, with propagation through both the center and edges of the melt pools, indicating a relationship between the load and the build direction.

Keywords: Laser Powder Bed Fusion; Additive Manufacturing; Quasicrystals; Fracture Toughness; Aluminum Alloys.

PUBLICAÇÕES

- ARAUJO, A.; CARMELO, F.; **ROCHA, E.**; KIMINAMI, C.; GARGARELLA, P.. Effects of Process Parameters on Cold Spray Additive Manufacturing of Quasicrystalline $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$ Alloy. **Powders**, 2, 3, 525–539, 2023. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3390/powders2030033>>.

- **ROCHA, E.**; PERIN, G.; GARGARELLA, P.. Heat treatment of quasicrystalline phase forming $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ alloy produced by additive manufacturing. In: SBPMat, 2023, Maceió – AL. XXI B-MRS Meeting., 2023.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
ÍNDICE DE ASSUNTOS.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS.....	xv
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xvii
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xxv
1 INTRODUÇÃO, JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS.....	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	7
2.1 Quasicristais.....	7
2.1.1 Estruturas.....	7
2.1.2 Propriedades.....	10
2.1.3 Aplicações.....	15
2.2 Ligas a base de alumínio formadoras de fase quasicristalina.....	15
2.3 O sistema Al-Fe-Cr-Ti.....	16
2.3.1 Processamento e microestruturas.....	16
2.3.2 Estabilidade térmica.....	22
2.4 Produção de pós metálicos para a manufatura aditiva através da atomização a gás.....	25
2.5 Manufatura aditiva de metais – Fusão em leito de pó a laser (L-PBF).....	28
2.5.1 Parâmetros de processamento.....	30
2.6 Fusão em leito de pó a laser de ligas de alumínio.....	34
2.6.1 Ligas de alumínio formadoras de fase quasicristalina fabricadas por manufatura aditiva.....	39
2.7 Tenacidade à fratura.....	42
2.7.1 Ensaio de tenacidade à fratura para metais através do método K_{IC}	45
2.7.2 Tenacidade à fratura de ligas de alumínio formadora de fase quasicristalina.....	47

3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	51
3.1	Primeira etapa do projeto	52
3.1.1	Confecção dos lingotes da liga mãe	52
3.1.1.1	Análise da composição química dos lingotes da liga mãe	53
3.1.2	Confecção da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$	54
3.1.2.1	Análise da composição química	55
3.1.2.2	Análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC)	56
3.1.2.3	Difração de raios X (DRX).....	56
3.1.2.4	Análise da microestrutura por microscopia eletrônica de varredura (MEV)	56
3.1.3	Análise das fases presentes por simulação termodinâmica.....	57
3.2	Segunda etapa do projeto	57
3.2.1	Atomização a gás da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$	57
3.2.2	Caracterização dos pós obtidos das atomizações (ciclone, garrafa principal e global)	60
3.2.2.1	Distribuição granulométrica: espalhamento de LASER.....	61
3.2.3	Fracionamento dos pós do ciclone e da garrafa principal das atomizações	61
3.2.3.1	Densidade esquelética por picnometria de gás hélio	62
3.2.4	Análise da fluidez e densidade aparente em funil de Carney para os pós de 20-75 μm	62
3.2.4.1	Tratamentos de secagem dos pós (20-75 μm).....	63
3.3	Terceira etapa do projeto	63
3.3.1	Estudo de otimização de parâmetros do processo L-PBF.....	63
3.3.2	Caracterização das amostras	64
3.3.2.1	Densidade por Arquimedes	65
3.3.2.2	Metalografia e análise de porosidade.....	65
3.3.2.3	Tomografia computadorizada (Porosidade)	65
3.3.3	Confecção dos corpos de prova de K_{IC} e da Pré – trinca por fadiga	66
3.3.3.1	Tratamentos térmicos.....	68
3.3.3.2	Ensaio de tenacidade à fratura	69
3.3.3.3	Fractografia	70

3.3.3.4	Análise das fases presentes por microscopia eletrônica de transmissão (MET)	70
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	73
4.1	Caracterização dos lingotes da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$	73
4.1.1	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	73
4.1.2	Difração de Raios X.....	77
4.1.3	Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	78
4.1.4	Análise termodinâmica via software Pandat.....	80
4.2	Caracterização dos pós metálicos obtidos por atomização a gás	82
4.2.1	Caracterização dos pós do ciclone, garrafa principal e amostra global... 82	
4.2.1.1	Distribuição granulométrica: espalhamento por laser.....	82
4.2.1.2	Peneiramento dos pós do ciclone e da garrafa principal para o uso em L-PBF	85
4.2.1.3	Análise morfológica	86
4.2.1.4	Análise microestrutural	88
4.2.1.5	Densidade por picnometria de gás hélio	90
4.2.1.6	Difração de raios X das faixas granulométricas (20-75 μ m).....	91
4.2.1.7	Análise térmica das faixas granulométricas (20-75 μ m) – DSC	93
4.2.1.8	Fluidez em funil de Carney e densidade aparente	95
4.2.1.9	Secagem dos pós.....	97
4.3	Estudos de parâmetros para a confecção de amostras por L-PBF	99
4.3.1	Caracterização das amostras	100
4.3.1.1	Densidade de Arquimedes	100
4.3.1.2	Caracterização metalográfica e quantificação de poros internos	102
4.3.1.3	Análise de porosidade por tomografia computadorizada.....	108
4.3.1.4	Difração de Raios X.....	110
4.3.1.5	Calorimetria exploratória diferencial	111
4.4	Tratamentos térmicos.....	113
4.5	Confecção dos corpos de prova.....	115
4.6	Confecção dos entalhes, tratamentos térmicos e formação da pré – trinca por fadiga.....	116
4.7	Caracterização dos Corpos de prova impressos.....	117

4.7.1 Microestrutura	117
4.7.2 Difração de raios X.....	119
4.7.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	121
4.7.4 Microscopia eletrônica de transmissão (MET).....	122
4.8 Ensaio de tenacidade à fratura.....	126
4.8.1 Superfície de fratura após os ensaios	133
4.8.1.1 Como fabricada (<i>As Built</i>).....	133
4.8.1.1.1 Propagação da trinca e macroestruturas.....	136
4.8.1.2 Tratamento térmico de alívio de tensão (HT1)	139
4.8.1.3 Tratamento térmico de decomposição da fase QC (HT2)	140
4.8.1.4 Lingote.....	141
5 CONCLUSÕES.....	145
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	149
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	151

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 - Classificação de ligas formadoras de fases QC's a base de alumínio mediante as suas propriedades mecânicas utilizando a MP como rota de processamento. Adaptado de [20].....	11
Tabela 3.1 - Composição química média da liga mãe das latas de alumínio através de S-OES e MEV-EDS – (%.at.).....	54
Tabela 3.2 - Composição química por S-OES e MEV-EDS da liga de estudo após o processo de fundição convencional (%at.).	55
Tabela 3.3 - Dados de processamento das atomizações 1 e 2.	60
Tabela 3.4 - Parâmetros de tratamentos térmicos empregados (Alívio de Tensão).	68
Tabela 4.1 - Composição química média por EDS das fases presentes nos lingotes.....	76
Tabela 4.2 - Valores percentuais referentes aos diâmetros das partículas das distribuições granulométricas (At.1 e At.2).	84
Tabela 4.3 - Densidade de energia volumétrica (DEV) para cada parâmetro empregado neste estudo.....	100

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 - Estrutura esquemática de um quasicristal icosaédrico representado através de <i>clusters</i> : (a) Estrutura após um crescimento indeterminado; (b) Região aumentada se refere a uma unidade de um <i>cluster</i> icosaédrico inicial. Adaptado de [27].	8
Figura 2.2 - Imagem de campo claro de microscopia eletrônica de transmissão (MET) da liga Al-2,8Cr-1,51Mn-0,28Co-0,31Zr tratada termicamente a 400°C por 1h e seus respectivos padrões de difração de elétrons de área selecionada orientados em diferentes eixos de zona. a) Fase QC icosaédrica com morfologia esférica (seta branca); Padrões de difração de elétrons: b) Quinta Ordem orientado em [000001] e c) Terceira ordem orientado em [110000]. Adaptado de [32].	10
Figura 2.3 - Propriedades mecânicas de ligas QC's a base de alumínio: a) Análise comparativa entre a resistência a tração e o alongamento de ligas QC's (Al-Ni-Mn-Zr, Al-Mn-Ce-Co e Al-Cr-Ce-Co) atomizadas e extrudadas a quente e ligas convencionais de alumínio. b) Análise comparativa entre a resistência a tração e energia de impacto para ligas dos sistemas Al ₉₃₋₉₅ (Cr,Mn,Ni,Cu) ₅₋₇ e liga aeronáutica 7075 (T6) (Linha de referência em vermelho tracejada). Adaptado de [20].	12
Figura 2.4 - Estabilidade térmica de ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti: Tensão de escoamento ($\sigma_{0,2}$) em função da temperatura (K) do tratamento térmico para um ensaio de 100 horas para cada temperatura. Adaptado de [20, 37, 38].	14
Figura 2.5 - Estabilidade térmica de ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti: Limite de resistência a tração ($\sigma_{m\acute{a}x.}$) em função da temperatura de tratamento (K) para um ensaio de 100 horas – Uma análise comparativa com as propriedades requeridas pela força aérea dos EUA. Adaptado de [20, 37, 38].	14
Figura 2.6 - Imagens de campo claro (BF) obtidas por MET de amostras em fitas de ligas Al-Fe-Cr-Ti processadas por melt spinning; a) Liga Al ₉₁ Fe ₅ Cr ₂ Ti ₂ (Ti ₁) contendo partículas i-QC's com tamanho de ≈ 20 nm embutidas em uma matriz α -Al; b) Liga Al ₉₃ Fe ₃ Cr ₂ Ti ₂ (Ti ₂) com partículas i-QC's de ≈ 80 nm e c) Liga Al ₉₃ Fe ₃ Cr ₂ Ti ₂ produzida por Galano et al contendo partículas i-QC's de ≈ 100 nm. Adaptado de [17, 18, 65].	18

Figura 2.7 - Imagens de campo claro (BF) via MET e padrões de difração de elétrons de área selecionada (SAED) da liga $Al_{92.5}Fe_{2.5}Cr_{2.5}Ti_{2.5}$ utilizando a rota de atomização a gás e extrusão a quente ($\approx 500^{\circ}C$): a) Fase adicional Al_3Ti ; b) Padrão de difração de elétrons da fase Al_3Ti . c) Fase QC icosaédrica (i-QC) embutida em uma matriz de alumínio; Padrão de difração de elétrons da fase i-QC: d) 2ª ordem. e) 3ª ordem. f) 5ª ordem. Adaptado de [58]. 19

Figura 2.8 – Imagens de microscópio ótico da liga $Al_{95}Cr_{3.1}Fe_{1.1}Ti_{0.8}$ em duas condições: Compactada a frio e extrudada a quente. a) Plano perpendicular à direção de compactação a frio; b) Plano paralelo à direção de compactação a frio; c) Vista da amostra na seção transversal após extrusão a quente e d) Vista da seção longitudinal da amostra após a extrusão a quente. Adaptado de [48]. 21

Figura 2.9 - Imagens via MET de campo claro (BF) mostrando a microestrutura da liga ternária $Al_{93}Fe_{4.2}Cr_{2.8}$ (a - d) e quaternária $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$ (e - h) sob diferentes tratamentos térmicos: (a) Liga ternária sem tratamento; (b) tratada termicamente em $450^{\circ}C$; (c) QC's em forma de roseta e arredondados presentes após tratamento térmico a $450^{\circ}C$; (d) tratados termicamente a $550^{\circ}C$; e) Liga quaternária sem tratamento; f) tratada a $355^{\circ}C$; g) tratada a $450^{\circ}C$ e h) tratada a $550^{\circ}C$. (Tratamentos com duração de 30 minutos). Adaptado de [13]. 24

Figura 2.10 - Esquema ilustrativo do atomizador a gás. Adaptado de [78]. 27

Figura 2.11 - Sequenciamento esquemático do processo de L - PBF (ou SLM). (a) Uma camada de pó é colocada em um substrato. (b) O feixe de laser irá então fundir regiões da camada de pó definidas previamente através do desenho projetado em CAD. A região fundida irá solidificar rapidamente, formando parte da peça. (c) Na etapa seguinte, o substrato é recuado para o interior da câmara e uma nova camada de pó é colocada. O processo então se repete até que a peça desejada seja obtida [83]. 28

Figura 2.12 - Demonstração das variáveis de entrada de um processo de L-PBF e seus padrões de varredura usuais. No sentido superior para a parte inferior temos: Meandro \rightarrow Unidirecional \rightarrow Tabuleiro de Xadrez. Adaptado de [97]. 31

Figura 2.13 - Microestrutura representativa da liga AlSi10Mg por L-PBF: (a) Seção longitudinal (ou direção de construção) - (Plano XZ); (b) Seção transversal (Plano XY). Adaptado de [100].	34
Figura 2.14 – Liga de Alumínio fabricada por L-PBF: (a) Mapa de grãos via EBSD; (b) Demonstração dos grãos alongados com o crescimento preferencial na direção <001> (centro da poça de fusão); (c) Figura destacando a região mostrada em (d); (d) Células paralelas a direção de construção; (e) Imagem de HAADF da região de análise demonstrando o contraste atômico entre Al e Si. Adaptado de [101,102].	36
Figura 2.15 - O efeito do gradiente de temperatura e da taxa de crescimento (ou seja, velocidade de interface) no tamanho e morfologia dos grãos. S e L representam sólido e líquido, respectivamente. Adaptado de [103].	37
Figura 2.16 - Amostras da liga Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₀ Cr ₅ . (L-PBF) a) Microestrutura refinada com a presença da matriz α-Al, fases QC's (Al ₉₁ Fe ₄ Cr ₅) – 175 W; b) Matriz α-Al e fases QC's decompostas (1 μm) – 200 W; c) Fases QC's decompostas que chegam até 3 μm – 225 W e d) Amostras em formato de cubo após o processo de L-PBF. Adaptado de [39].	40
Figura 2.17 - Tenacidade à fratura versus resistência mecânica para vários materiais. Adaptado de [105].	43
Figura 2.18 - Tipos de curvas de carga versus deslocamento obtidas para diferentes condições e materiais em um ensaio de K _{IC} . Adaptado de [109].	46
Figura 3.1 - Sequência metodológica empregada no desenvolvimento deste trabalho.	51
Figura 3.2 - Procedimento para obtenção da liga mãe à base de latas de alumínio recicladas: a) Latas de alumínio recicladas após a remoção das tampas; b) Tampas separadas das latas de alumínio; c) Separação dos lacres das tampas.	52
Figura 3.3 - Processo de fundição da liga mãe: (a) Latas de alumínio no interior do forno de indução; (b) Material vazado na lingoteira; (c, d) Lingotes resultantes da liga mãe.	53

- Figura 3.4** - Confeção da liga final $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$: (a) Adição de elementos de liga; (b) Fusão dos elementos e da liga mãe e (c) Lingotes da liga de estudo após a fusão..... 55
- Figura 3.5** - Atomizador a gás (Gas Atomiser HERMIGA 75/5VI (EAC) - PSI-Phoenix Scientific Industries Ltd) disponibilizado no DEMa/UFSCar. 58
- Figura 3.6** - Atomização a gás da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$: (a) Distribuição dos lingotes dentro do cadinho (interior do forno) e (b) Material no estado líquido antes do processo de atomização..... 59
- Figura 3.7** - Máquina utilizada para impressão das amostras (OMNITEK – OmniSint) – ISI SENAI Santo Amaro (SP). 64
- Figura 3.8** - Layout dos CP's no substrato: (a, b) Primeira e segunda corrida de impressão (0 e 90° de construção) e (c) Terceira corrida a 45° de construção.66
- Figura 3.9** - Dimensões dos CP's para a realização dos ensaios por K_{IC} 67
- Figura 4.1** - Microestrutura da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ produzida por fundição convencional: (a) Demonstração das fases presentes na microestrutura. (b) Segunda região de análise demonstrando a dispersão homogênea das fases presentes nos lingotes obtidos. (c) Fase com morfologia irregular demonstrando uma exceção de seu tamanho ($\approx 500 \mu m$). (d) Fase com morfologia definida, evidenciando a região interna hexagonal. 74
- Figura 4.2** - Análise de espectroscopia por energia dispersiva (EDS) - Mapeamento: (a) Região de análise. (b) Al. (c) Fe. (d) Cr. (e) Ti. (f) Mg. (g) Mn. 75
- Figura 4.3** - Difração de raios - X do lingote da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ 78
- Figura 4.4** - DSC da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ obtida por fundição convencional: (a) Região completa de análise. (b) Intervalo de 500-600°C comprovando a ausência da fase QC e (c) Região demonstrando os picos endotérmicos das fases presentes. 79
- Figura 4.5** - Isopletras da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ variando elementos de liga no intervalo do desvio padrão: (a) Fe. (b) Cr. (c) Ti. e (d) curvas de solidificação com a análise de DSC do lingote. 81
- Figura 4.6** – Curvas de distribuição granulométricas: (a) Ciclone (At.1); (b) Garrafa principal (At.1); (c) Global (At.1); (d) Análise comparativa (At.1); (e)

Ciclone (At.2); (f) Garrafa principal (At.2); (g) Global (At.2) e (h) Análise comparativa (At.2).....	83
Figura 4.7 - Fração mássica após o peneiramento: (a) Ciclone - At.1; (b) Ciclone – At.2; (c) Garrafa principal – At.1 e (d) Garrafa principal – At.2.....	86
Figura 4.8 – Pós da garrafa principal nas faixas granulométricas após o peneiramento: (a) 20-32 μm (At.1); (b) 32-45 μm (At.1); (c) 45-75 μm (At.1); (d) 20-32 μm (At.2); (e) 32-45 μm (At.2) e (f) 45-75 μm (At.2).....	87
Figura 4.9 - Pós do ciclone nas faixas granulométricas após o peneiramento: (a) 20-32 μm (At.1); (b) 32-45 μm (At.1); (c) 45-75 μm (At.1); (d) 20-32 μm (At.2); (e) 32-45 μm (At.2) e (f) 45-75 μm (At.2).	87
Figura 4.10 - Mapeamento químico geral por EDS de uma partícula na faixa de 45-75 μm proveniente da garrafa principal.	89
Figura 4.11 - Densidade esquelética em função do diâmetro da partícula para os pós das atomizações 1 e 2 (Ciclone e Garrafa).....	90
Figura 4.12 - DRX das faixas granulométricas para cada atomização: (a,b) Atomização 1 e (c,d) Atomização 2. (C = Ciclone e GP = Garrafa Principal). ...	92
Figura 4.13 - Calorimetria exploratória diferencial (DSC): (a) Ciclone (At.1 – C1); (b) Ciclone (At.2 – C2); (c) Garrafa principal (At.1 – GP1) e (d) Garrafa principal (At.2 – GP2).	93
Figura 4.14 - Picos exotérmicos associados a fase i-QC: (a) Ciclone (At.1 e At.2); (b) Garrafa principal (At.1 e At.2) – C1: Ciclone (At.1); C2: Ciclone (At.2); GP1: Garrafa Principal (At.1) e GP2: Garrafa Principal (At.2).	95
Figura 4.15 - Tempo de fluidez e densidade aparente para os pós destinados a impressão por L-PBF.....	96
Figura 4.16 - Estudo de secagem dos pós para o processamento posterior de L-PBF: (a) Tempo de fluidez e (b) Densidade aparente.	99
Figura 4.17 - Cubos de estudo de parâmetros: (a) Plataforma com as amostras após o térmico do processo; (b) Substrato nivelado para a remoção dos pós excedentes e (c) Layout dos cubos no substrato (diâmetro de 155 mm) após a remoção dos pós.	99

Figura 4.18 - Análise da densidade relativa obtida por Arquimedes das amostras impressas por L-PBF: (a) Em função da velocidade de varredura e (b) Em função da densidade de energia volumétrica.....	101
Figura 4.19 - Microestruturas de Topo (Seção Transversal) para os parâmetros de impressão estudados – Corte no eixo Z (Plano XY) – Na horizontal: Velocidade de Varredura (400 a 2000 mm/s) e na vertical: Potência do Laser (200, 250 e 300 W).....	104
Figura 4.20 - Microestruturas de Construção (Seção Longitudinal) para os parâmetros de impressão estudados – Corte no eixo X (Plano ZY) – Na horizontal: Velocidade de Varredura (400 a 2000 mm/s) e na vertical: Potência do Laser (200, 250 e 300 W).....	105
Figura 4.21 - Análises da porosidade interna das amostras em função da densidade de energia volumétrica e densidade de Arquimedes: (a) Seção Transversal e (b) Seção longitudinal.	107
Figura 4.22 - Quantidade de partículas em função de seus respectivos volumes para as condições ótimas.....	109
Figura 4.23 - Análise da distribuição e morfologia dos poros por tomografia computadorizada: (a) 250 W – 400 mm/s, (b) 250 W – 500 mm/s e (c) 300 W – 700 mm/s.....	110
Figura 4.24 - DRX (amostras impressas): (a) Espectro geral de análise e (b) Região específica de análise (37,5 – 47,5 em 2 θ graus). B: Base e T: Topo.	111
Figura 4.25 - DSC das amostras impressas (Parâmetros ótimos): (a) Base; (b) Topo.	112
Figura 4.26 – Curva de microdureza em função do tempo de tratamento para a liga de estudo.	113
Figura 4.27 - Amostras tratadas termicamente (190°C/3h e 220°C/9h): (a) DRX e (b) DSC.	114
Figura 4.28 - Amostra (190°C/ 3h): (a) Imagem em campo claro; (b) Padrão de difração da área em (a); (c) HRTEM da interface matriz/QC e (d) HRTEM da fase QC.....	115

Figura 4.29 – Amostras construídas por L-PBF destinadas ao ensaio de tenacidade à fratura → (a, b, c): Após o processamento e (d, e, f): Após a remoção dos pós excedentes no substrato.....	116
Figura 4.30 - CP's após a usinagem do entalhe.....	117
Figura 4.31 - Microestrutura típica dos CP's produzidos por L-PBF: (a) 0°; (b) 45° e (c) 90°.....	118
Figura 4.32 - DRX dos CP's com todas as condições de tratamento (<i>as built</i> , HT1 e HT2) nas regiões de base e topo: (a) 0°, (b) 45° e (c) 90°.	120
Figura 4.33 - DSC dos CP's submetidos a diferentes direções de construção e de pós processamento: 0° (a) Base e (b) Topo; 45° (c) Base e (d) Topo; 90° (e) Base e (f) Topo.....	122
Figura 4.34 – Imagens de campo claro da microestrutura dos CP's na condição " <i>as built</i> " via MET: De baixo para cima (Base - Topo).....	123
Figura 4.35 - Padrão de difração da fase QC observado nos CP's de ambas as direções de construção: Esquerda (<i>Three - Fold</i>) e a Direita (<i>Five – Fold</i>)....	123
Figura 4.36 – Imagens de campo claro da microestrutura dos CP's na condição "HT1 - Alívio de Tensão" via MET: De baixo para cima (Base - Topo).....	124
Figura 4.37 – Imagens de campo claro da microestrutura dos CP's na condição "HT2 - Decomposição dos QC's " via MET: De baixo para cima (Base - Topo).	125
Figura 4.38 - Fases aproximantes observadas nos CP's com tratamento HT2: (a) Fase $Al_{13}Fe_4$; (b) Padrão de difração de elétrons referente a fase em (a); (c) Fase $Al_{13}Cr_2$ e (d) Padrão de difração de elétrons referente a fase em (c). ...	126
Figura 4.39 - Gráficos de força x deslocamento dos CP's processados a 0°, 45° e 90° submetidos em diferentes condições: (a) Como fabricado (<i>as Built</i>); (b) Com alívio de tensões (HT1) e (c) Com decomposição da fase metaestável QC (HT2).....	127
Figura 4.40 - Dados de ensaio de tenacidade à fratura para diferentes condições dos CP's impressos: (a) Força máxima ($P_{máx}$) e (b) Força condicional (P_Q) ..	128
Figura 4.41 - Tenacidade à fratura média para os CP's processados em diferentes direções (0°, 45° e 90°) - Análise comparativa.	129

Figura 4.42 - Segundo critério de validação de K_Q em K_{IC} para todas as condições estudadas.....	131
Figura 4.43 - Análise comparativa para tenacidade à fratura de ligas de alumínio reportadas na literatura e neste estudo. (M: Método de impressão; B: Espessura do CP; W: Largura do CP e L: Comprimento do CP).	132
Figura 4.44 - Superfície de fratura para os CP's na condição "as built" nas direções de construção. De baixo para cima: Interface entalhe/pré – trinca (linha vermelha tracejada), interface pré - trinca/falha catastrófica (linha amarela tracejada) e falha catastrófica.	133
Figura 4.45 - Métodos de propagação da trinca em determinadas condições de carregamento estático (F): (a) Paralelo à direção de construção - Adaptado de [138]; (b) Perpendicular à direção de construção - Adaptado de [138] e (c) a 45° de construção (observado neste estudo).	135
Figura 4.46 - Plano perpendicular à superfície de fratura das diferentes direções de construção.....	137
Figura 4.47 - Macrografias dos CP's demonstrando a trajetória da trinca.	138
Figura 4.48 - Superfície de fratura para os CP's na condição "HT1" nas direções de construção. De baixo para cima: Interface entalhe/pré – trinca (linha vermelha), interface pré - trinca/falha catastrófica (linha amarela) e falha catastrófica.....	139
Figura 4.49 - Superfície de fratura para os CP's na condição "HT2" nas direções de construção. De baixo para cima: Pré – trinca, interface pré - trinca/falha catastrófica e falha catastrófica.	141
Figura 4.50 - Superfície de fratura da liga produzida por fundição convencional: (a, b) Região da pré - trinca; (c) Região da fratura (colapso) e (d) Aumento da região em (c).	142
Figura 4.51 - Análise da propagação da trinca no plano perpendicular à superfície de fratura.....	143

SÍMBOLOS E ABREVIações

a	Tamanho da pré-trinca [mm]
a₀	Comprimento do entalhe [mm]
a_i	Comprimento do entalhe contabilizado com a pré-trinca [mm]
B	Espessura do corpo de prova [mm]
b₀	Função da diferença entre a largura do corpo de prova e do comprimento do entalhe [mm]
BF	Imagem de campo claro (do inglês, <i>bright field</i>)
B_n	Espessura do corpo de prova com entalhes laterais (B=B _n caso não possua) [mm]
BSE	Modo de análise – Função: elétrons retroespalhados (do inglês, <i>backscattered electron</i>)
CAPES	Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
C_p	Capacidade térmica específica [J/Kg.K]
CP's	Corpos de prova
d₅₀	Tamanho médio da partícula (pó metálico)
DEV	Densidade de energia volumétrica [J/mm ³]
DRX	Difração de raios X (do inglês, <i>X - ray diffraction</i>)
DSC	Calorimetria exploratória diferencial (do inglês, <i>differential scanning calorimetry</i>)
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva (do inglês, <i>energy dispersive X-ray spectroscopy</i>)
FAPESP	Fundação de amparo à pesquisa do estado de São Paulo
G	Gradiente de temperatura
h	Distância entre trilhas [mm]
HAADF	Imagem de campo escuro de alto ângulo (do inglês, <i>high angle anular dark field</i>)
HRTEM	Microscopia eletrônica de alta resolução (do inglês, <i>high resolution transmission electron microscopy</i>)
HT1	Tratamento térmico com alívio de tensão (do inglês, <i>heat treatment 1</i>)
HT2	Tratamento térmico com decomposição da fase quasicristalina (do inglês, <i>heat treatment 2</i>)
i-QC's	Quasicristais icosaedrais
K	Temperatura absoluta (Kelvin)
K_{ic}	Tenacidade à fratura em deformação plana [MPa.√m]
K_Q	Tenacidade à fratura [MPa.√m]
L-PBF	Laser powder bed fusion
MA	Manufatura aditiva
MET	Microscopia eletrônica de transmissão

MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MFEP	Mecânica da fratura elasto-plástica
MFLE	Mecânica da fratura linear elástica
MO	Microscopia óptica
n_{material}	Índice de refração do material
n_{meio}	Índice de refração do meio
n_{relativo}	Índice de refração relativo
P	Carga de aplicação [N]
P	Potência do laser [Watts - W]
P_m	Carga necessária para a formação da pré –trinca no corpo de prova [N]
P_{máx}	Carga máxima obtida no ensaio de K_{IC} [N]
PPGCEM	Programa de pós-graduação em ciência e engenharia de materiais
P_Q	Carga condicional (obtida através da reta secante) [N]
QC's	Quasicristais
R	Taxa de resfriamento da interface de solidificação
S	Distância entre apoios [mm]
SAED	Difração de elétrons de área selecionada (do inglês, <i>selected area electron diffraction</i>)
SE	Modo de análise – Função: elétrons secundários (do inglês, <i>secondary electrons</i>)
SLM	Fusão seletiva a laser
S-OES	Espectroscopia de emissão óptica por centelha (do inglês, <i>spark optical emission spectroscopy</i>)
t	Espessura entre camadas [mm]
T	Temperatura [°C]
t	Tempo [s]
T6	Tratamento térmico de envelhecimento artificial em ligas de alumínio
T_F	Temperatura de fusão [K ou °C]
T_{IP}	Temperatura inicial do leito de pó [°C ou K]
UFSCar	Universidade federal de São Carlos
V	Deslocamento da abertura do entalhe medida no clip gage [mm ou μm]
v	Velocidade de varredura [mm/s]
W	Largura do corpo de prova [mm]
x	Posição da interface de solidificação
ZTA	Zona termicamente afetada
α-Al	Matriz de alumínio
ϵ_p	Alongamento percentual [%]
ζ	Razão de ouro (diferença dos espaçamentos interplanares)

ρ	Densidade [g/cm ³]
$\sigma_{0,2}$ (σ_{YS})	Tensão de escoamento [MPa]
$\sigma_{m\acute{a}x}$	Limite de resist\ecencia a tra\c7\ao [MPa]

1 INTRODUÇÃO, JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS

A maioria das ligas de alumínio comerciais de alta resistência derivam essa propriedade do processo de endurecimento por precipitação, uma estratégia que está em uso há mais de 100 anos [1]. A quantidade de ligas onde essa estratégia pode ser aplicada é limitada pelo pequeno número de elementos que apresentam solução sólida significativa no alumínio [2]. Além disso, no campo de aplicações dessas ligas à base de alumínio, há também uma limitação em manter a resistência em temperaturas elevadas devido ao crescimento das partículas precipitadas e, conseqüentemente, a perda de coerência com a matriz [3]. Portanto, para produzir ligas de alumínio com maior resistência, por meio de uma maior fração de precipitados metaestáveis refinados e de alta estabilidade térmica, têm sido adotadas rotas de processamento alternativas que viabilizam o uso de composições de ligas não convencionais [2, 4, 5]. Frente a isso, a estratégia mais recente para obter ligas de alumínio com alta resistência em uma ampla faixa de temperatura é o uso de uma grande fração volumétrica de partículas quasicristalinas (QC's) de tamanho nanométrico (nm) embutidas em uma matriz de solução sólida de alumínio (α -Al) [4].

As fases quasicristalinas (QC's) são caracterizadas por uma estrutura atômica intermediária entre a de materiais cristalinos e amorfos, exibindo ordem de curto e médio alcance, mas sem periodicidade de longo alcance nas três dimensões [6]. Em relação as suas propriedades, essas fases são conhecidas por apresentarem baixa condução de eletricidade e calor, alta dureza, baixo coeficiente de atrito, elevada resistência à oxidação, alta fragilidade e elevada resistência mecânica [7]. Portanto, materiais que apresentam essas fases possuem características únicas, o que os tornam atrativos em aplicações funcionais e estruturais.

As demandas industriais estão exigindo cada vez mais o desenvolvimento de materiais/ ligas com baixa densidade e alta resistência, visando melhorar o desempenho e durabilidade de um determinado produto, bem como a necessidade de redução de custos em escala industrial [8]. Assim sendo, fases com elevada resistência mecânica podem ser combinadas com fases cristalinas dúcteis [9], no qual a combinação de ambas propriedades dá origem a novos

compósitos que atendem esses requisitos para aplicações em grandes áreas, como por exemplo, aeronáutica, aeroespacial e automotiva [10].

Estudos recentes demonstraram que o alumínio, quando aliado a pequenas quantidades de outros elementos, como metais de transição (MT) e terras raras (TR), podem originar ligas com alta tendência à formação de fases QC's metaestáveis, sendo possível a combinação desses elementos em ligas binárias [11], ternárias [12], quaternárias [1, 7, 13] e até mesmo quinárias [14–16].

Devido a formação de fases QC's metaestáveis em ligas a base de alumínio serem alcançadas através de altas taxas de resfriamento, o processamento dessas ligas torna-se limitado apenas para fitas metálicas [17, 18] ou pós metálicos [9, 19], sendo necessário a realização de uma etapa posteriormente de consolidação para a formação de amostras no formato de um corpo sólido (*bulk*).

Galano et al. demonstraram que as ligas a base de alumínio formadoras de fases QC's metaestáveis dos sistemas Al-Fe-Cr-X (X= Ti, Nb, Ta ou V) apresentavam propriedades mecânicas competitivas para o setor de transporte [17, 18]. A microestrutura observada para essas ligas corresponde a uma matriz dendrítica de α -Al reforçadas com partículas QC's nanométricas. A matriz α -Al é passível de processo de envelhecimento, com a precipitação de intermetálicos e redissolução em uma faixa de temperatura média de 300 a 450°C. A transformação dos QC's icosaédricos ocorre em temperaturas mais altas, na faixa de 450 a 550°C. A liga ternária Al-Fe-Cr e as ligas contendo V mostraram as mudanças microestruturais mais notáveis na matriz α -Al em uma faixa de temperatura mais baixa (355–450°C). Nessas condições, foi observado um aumento significativo, de aproximadamente 150%, no tamanho médio das partículas quasicristalinas ($\text{Al}_{85,17\pm 1,7}\text{Fe}_{6,3\pm 1,2}\text{V}_{5,09\pm 0,75}\text{Cr}_{3,39\pm 0,65}$) e uma redução no teor de soluto da matriz α -Al, devido à precipitação de fases como $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ e Al_6Fe . Para a liga quaternária contendo Ti, foi reportado o início da precipitação da fase Al_3Ti a 450°C, enquanto a estrutura quasicristalina (cuja composição química não foi detalhada pelos autores) permaneceu quase esférica, com um aumento de apenas 50% no tamanho médio. Nas ligas contendo Nb e Ta, a transformação das fases QC's ($\text{Al}_{86,5\pm 0,9}\text{Cr}_{5,3\pm 0,4}\text{Fe}_{4,7\pm 0,7}\text{Nb}_{3,5\pm 0,5}$ e

$Al_{86,1\pm 1,1}Fe_{6,4\pm 0,6}Cr_{5,4\pm 0,6}Ta_{2,1\pm 0,2}$) ocorreram a uma temperatura mais alta do que nas outras ligas estudadas ($\approx 550^\circ C$). No entanto, o processo de *melt spinning*, tornam as aplicações dessas ligas limitadas devido a pequena espessura das fitas obtidas ($\approx 30 \mu m$).

Visando aplicações estruturais, Pedrazzini et al. [9] produziram a liga $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$ quasicristalina através da atomização a gás e consolidaram os pós via extrusão a quente para a formação de barras para a realização de ensaios de compressão. A microestrutura consistiu em partículas QC's icosaédricas de tamanho nanométrico em uma matriz de α -Al. As temperaturas selecionadas de extrusão foram $350^\circ C$, $400^\circ C$, $450^\circ C$ e $500^\circ C$ sob taxas de deformação de 0,1, 1, 10 e $50s^{-1}$. A tensão de escoamento medida a $350^\circ C$ nos ensaios de compressão foi superior a três vezes ao da liga aeronáutica 7075 (T6) de alta resistência, apresentando excelente estabilidade térmica e desempenho mecânico. Embora o processamento dessas ligas possa ser realizado para a consolidação de barras via extrusão a quente, a literatura reporta que o tamanho das partículas QC icosaédricas nas amostras extrudadas em barras é maior e sua estabilidade térmica é menor em comparação com as partículas obtidas nos pós metálicos. Além disso, a fração de poros resultante dos parâmetros do processo de extrusão pode limitar a sua aplicação [20].

Nos últimos anos, a aplicação de técnicas de manufatura aditiva (MA) tem apresentado um grande crescimento. Esses processos consolidam matérias-primas como pó, arame ou folhas em uma parte metálica densa com o auxílio de uma fonte de energia como laser, feixe de elétrons, arco elétrico, ou até mesmo com o uso de vibração ultrassônica, afim de produzir uma peça camada por camada [21, 22]. Por ser um processo que adiciona matéria-prima de forma incremental, camada por camada, ele possibilita a construção de peças com geometrias complexas, impraticáveis por métodos convencionais. Além disso, as elevadas taxas de resfriamento impostas pelo laser ($\approx 10^5 K/s$) permitem a formação de microestruturas fora do equilíbrio (metaestáveis) [23, 24].

Embora o processo de MA esteja cada vez mais ganhando espaço em escala industrial, há pouco relato na literatura sobre o desenvolvimento das ligas a base de alumínio formadoras de fase QC [6]. Recentemente, Araújo et al. [4]

demonstraram a possibilidade de se obter fases QC's metaestáveis em amostras de grande volume da liga reciclada $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ fabricadas por Fusão em Leito de Pó a Laser (L-PBF). Essa liga foi preparada utilizando alumínio reciclado (latas de alumínio) com a adição de Fe, Cr e Ti. Após a produção de lingotes da liga, foi realizado o processo de fabricação de pós metálicos via atomização a gás, onde o pó foi peneirado na faixa útil (20 – 75 μm) para a produção das amostras via L-PBF. Assim, com a otimização dos parâmetros, foi possível obter amostras com uma alta densidade relativa (99,3 – 99,8%).

A microestrutura com uma matriz α -Al e fases nanométricas QC no centro da poça de fusão, além de fases cristalinas na borda, resultou em alta microdureza de 180,33 HV, resistência à compressão final de $262 \pm 9,8$ MPa, e um limite de escoamento de 140 ± 13 MPa. Essa estrutura também apresentou uma ductilidade a compressão de 50% a 400°C, superando muitas ligas de alumínio convencionais para aplicações em alta temperatura [6].

Frente a isso, devido a microestrutura refinada de nanoprecipitados de fase QC icosaédrica embutidos em uma matriz α -Al dúctil obtida por esse processamento, é esperado que essas ligas apresentem elevada tenacidade à fratura. Até o momento, não foi reportado na literatura a realização de testes de tenacidade à fratura para essas ligas, pois não era possível obter amostras de grande volume e com as dimensões corretas para esse ensaio através das rotas de fabricação tradicionais.

Portanto, devido aos resultados satisfatórios obtidos anteriormente por pesquisadores do grupo “Materiais e Processos para Manufatura Aditiva” do DEMa/UFSCar, o presente projeto tem como objetivo investigar a tenacidade à fratura da liga reciclada $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ fabricada por L-PBF através das seguintes etapas:

- i. Realizar a produção de pós da liga reciclada $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ formadora de fase quasicristalina através da atomização a gás;
- ii. Realização da otimização dos parâmetros do processo L-PBF com objetivo de obter a melhor combinação de parâmetros para se

produzir amostras de alta densidade e com menor quantidade de defeitos estruturais;

- iii. Produzir amostras otimizadas para a realização do ensaio de tenacidade à fratura pela técnica de K_{IC} seguindo a norma ASTM E399 (essas amostras serão fabricadas em diferentes direções de construção visando investigar a influência desse parâmetro na tenacidade à fratura dos corpos de prova);
- iv. Realização da usinagem das amostras para formação do entalhe e ensaio de fadiga para geração da pré - trinca;
- v. Realização de tratamentos térmicos de alívio de tensão e decomposição da fase quasicristalina em algumas amostras produzidas;
- vi. Realização do ensaio de K_{IC} nas amostras com e sem tratamento, correlacionando o resultado com a microestrutura e formação de fases, e parâmetros de processo.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Quasicristais

2.1.1 Estruturas

Materiais em sua grande maioria tendem a ter seus átomos organizados periodicamente em um espaço tridimensional, no qual seu padrão de ordenamento atômico já é estabelecido pelas possíveis configurações denominadas de redes de Bravais. Existem sete sistemas cristalinos para classificação, que consistem em 14 tipos de redes de Bravais [7]. Materiais cristalinos possuem simetria rotacional e translacional, assim, a menor unidade de repetição atômica é denominada de célula unitária. No outro extremo, podemos classificar materiais que tendem a formar aglomerados ordenados de átomos (*clusters*), mas não possuem um ordenamento atômico de longo alcance, sendo denominados de materiais amorfos [6].

Materiais quasicristalinos (QC's) são classificados como um intermediário entre os materiais cristalinos e amorfos [7]. São caracterizados por não possuírem uma simetria translacional em três dimensões e podem possuir simetria rotacional de ordem cinco, oito, dez ou doze, o que é impossível pela cristalografia clássica, pois, um material cristalino deve apresentar uma configuração atômica idêntica após uma rotação de $2\pi/n$, onde os valores de n podem ser um, dois, três, quatro ou seis [6]. Devido a simetria rotacional possuir essas características, isso faz com que as unidades de repetição dos quasicristais sejam classificados como: icosaedrais, octogonais, decagonais e dodecagonais, o que seria o equivalente as células unitárias de materiais cristalinos (triclínica, cúbica, tetragonal, ortorrômbica, romboédrica, hexagonal e monoclínica) [25].

Embora a visualização de um quasicristal seja desafiadora, uma abordagem simplificada para analisar sua estrutura é considerar uma rede de *clusters* que se expande indefinidamente. Inicialmente, considera-se um aglomerado de átomos (*cluster*) posicionado em locais específicos dentro de uma dimensão superior. Esse *cluster* é então inserido nas posições atômicas de um *cluster* maior. O processo continua, com cada nível de *cluster* sendo inserido no próximo nível maior, resultando em uma expansão contínua da estrutura. [26,

27]. Na Figura 2.1 é possível verificar uma simetria rotacional de *clusters* conforme foi abordado.

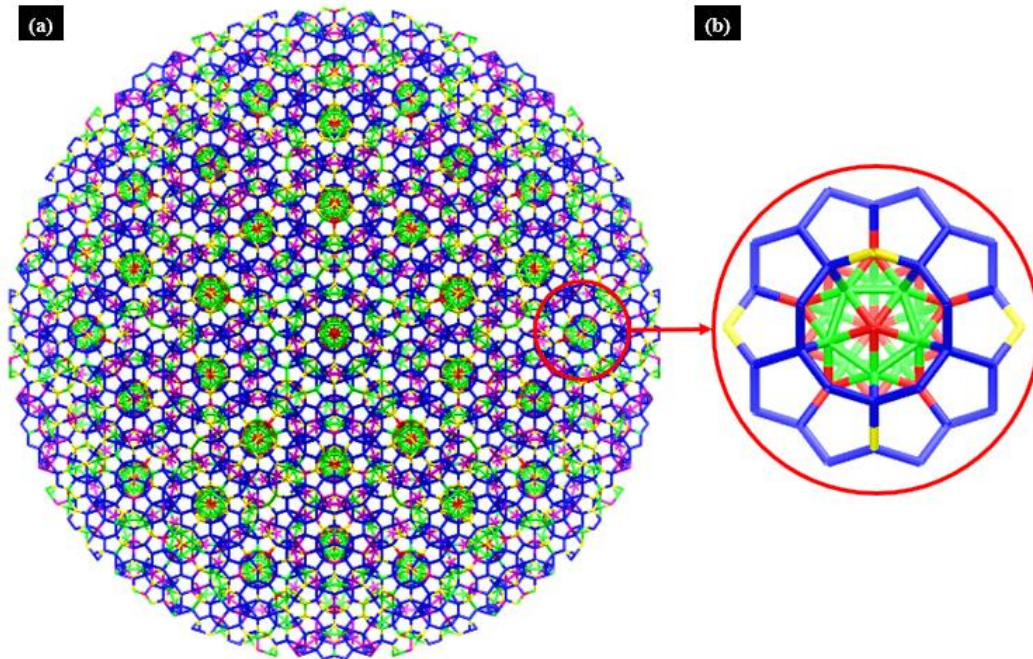


Figura 2.1 - Estrutura esquemática de um quasicristal icosaédrico representado através de *clusters*: (a) Estrutura após um crescimento indeterminado; (b) Região aumentada se refere a uma unidade de um *cluster* icosaédrico inicial. Adaptado de [27].

Os quasicristais foram descobertos por Dan Shechtman et al. em ligas à base de alumínio solidificadas rapidamente em 1984 [11]. Os pesquisadores mostraram os padrões de difração de uma fase quasiperiódica obtida em ligas de alumínio sob taxas de solidificação rápida com composição entre 10 - 14 at. % de Mn, mas também mencionaram que foi observada as mesmas partículas em ligas de alumínio com Fe e/ ou Cr solidificadas rapidamente, na mesma faixa de composição das ligas Al-Mn.

As características da fase QC são únicas devido principalmente à presença dos efeitos phason, os quais são caracterizados como desordem na ocupação de sítios de pares atômicos que são separados por menos que uma distância interatômica, permitindo assim, os saltos atômicos chamados phason-flip [28]. As discordâncias geradas em ligas QC's são sempre acompanhadas

por tensões decorrentes desse tipo de fenômeno, no qual podem ser aliviadas pelos saltos atômicos em processos termicamente ativados. Em consequência, em baixas temperaturas essas tensões passam a ser mantidas, e as discordâncias deixam de ser móveis, o que irá influenciar diretamente nas propriedades mecânicas da liga [29].

Na maioria dos casos, as ligas com alta tendência à formação de fases quasicristalinas (QC) possuem uma faixa de composição química bastante restrita. Além disso, essas ligas frequentemente contêm regiões de composição que favorecem a formação de outras fases intermetálicas, as quais geralmente se formam junto com as fases QC. Esses mesmos intermetálicos, por possuírem estruturas atômicas (em geral, de baixa simetria como: monoclinica e ortorrômbica) e faixa composicional próxima as fases QC's, são denominadas na literatura de fases aproximantes [30].

Mesmo essas ligas possuindo fases aproximantes que tendem a ter propriedades próximas às fases QC's, ainda assim, com a caracterização via difração de raios – X (DRX), pode – se obter padrões de difração bem definidos conforme ligas totalmente cristalinas [6, 7, 11, 25, 31]. Outra técnica de caracterização que distingue as fases aproximantes das fases QC's seriam os padrões de difração de elétrons, no qual, como foi relatado anteriormente, estas fases não possuem simetria translacional. Assim sendo, se atribuirmos uma direção específica, poderemos verificar que os planos atômicos não estarão igualmente espaçados conforme um material cristalino, no entanto, essa característica quasiperiódica tende a ter uma ordem a ser estabelecida, no qual essa diferença dos espaçamentos interplanares está relacionada com a razão de ouro, sendo ela: $\zeta = 2 \cos (\pi/5) \approx 1,618034$ [7, 11, 30].

Na Figura 2.2 é retratada uma liga quinária (Al-2,8Cr-1,51Mn-0,28Co-0,31Zr) processada via atomização a gás de alta pressão utilizando gás hélio e compactada posteriormente através de uma matriz para a formação de uma peça [32]. É demonstrada uma fase QC nanométrica (indicada através da seta branca) com morfologia esférica e seu padrão de difração de elétrons de terceira ordem (*Three – Fold*) e quinta ordem (*Five – Fold*) orientado em diferentes eixos de zona.

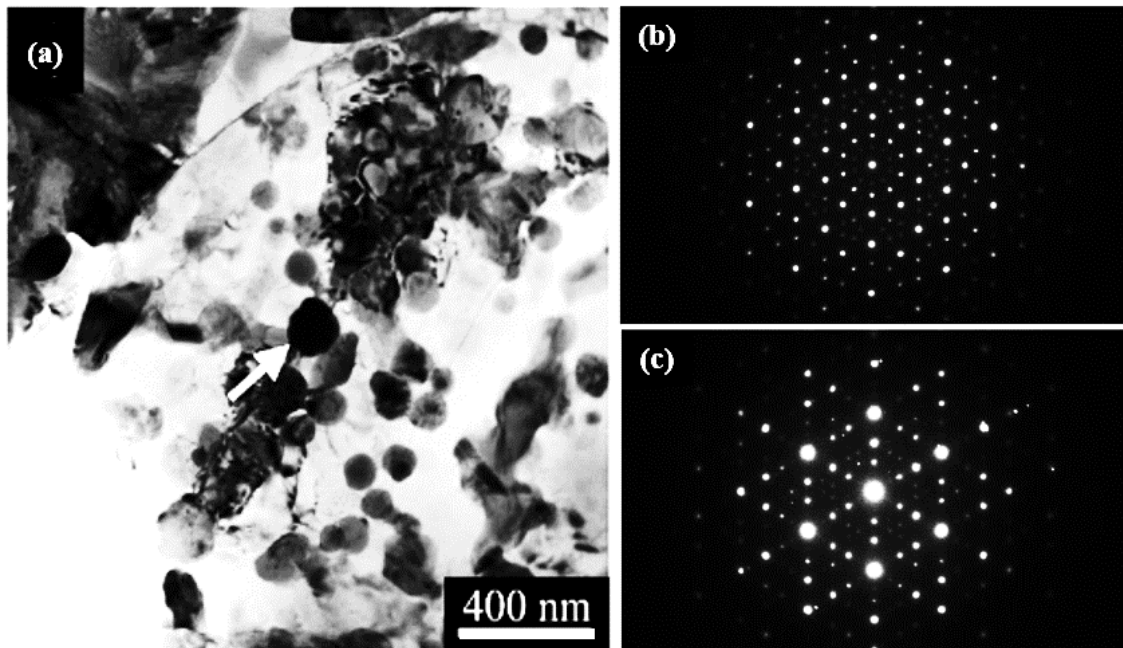


Figura 2.2 - Imagem de campo claro de microscopia eletrônica de transmissão (MET) da liga Al-2,8Cr-1,51Mn-0,28Co-0,31Zr tratada termicamente a 400°C por 1h e seus respectivos padrões de difração de elétrons de área selecionada orientados em diferentes eixos de zona. a) Fase QC icosaédrica com morfologia esférica (seta branca); Padrões de difração de elétrons: b) Quinta Ordem orientado em [000001] e c) Terceira ordem orientado em [110000]. Adaptado de [32].

2.1.2 Propriedades

As ligas QC's (matriz com precipitados QC's) possuem características e propriedades que são de grande interesse para diversas aplicações que envolvam desgaste, oxidação, isolamento térmico, entre outros. Tais fases apresentam baixo coeficiente de atrito, elevada dureza, resistência ao desgaste e oxidação, baixa condutividade térmica e elétrica e baixa energia de superfície. Entretanto, os QC's são frágeis até atingirem a temperatura de transição frágil-dúctil característica de cada composição, limitando aplicações estruturais em baixas temperaturas [6, 7]. No entanto, quando os QC's são combinados com uma matriz dúctil, eles passam a formar compósitos de alta resistência mecânica e ductilidade, sendo portanto promissores para aplicação estrutural [9, 13].

Estudos realizados por Inoue et al. [20] utilizando a rota de processamento de metalurgia do pó (MP), levou a classificação das ligas a base de alumínio contendo partículas QC's em termos de propriedades mecânicas, podendo ser classificadas em três tipos conforme apresentado na Tabela 2.1 (onde, M → Metal de transição; $\sigma_{\text{máx}}$ → Limite de resistência a tração e ϵ_p → Alongamento percentual).

Tabela 2.1 - Classificação de ligas formadoras de fases QC's a base de alumínio mediante as suas propriedades mecânicas utilizando a MP como rota de processamento. Adaptado de [20].

Tipo	Sistema (s)	Estrutura (s)	Propriedades Mecânicas
Ligas de alta resistência em temperatura ambiente	Al-Cr-Ce-M	Al+QC's	$\sigma_{\text{máx}} = 600 - 800$ [MPa] $\epsilon_p = 5-8$ [%]
	Al-Mn-Ce		
Ligas de alta ductilidade em temperatura ambiente	Al-Mn-Cu-M	Al+QC's	$\sigma_{\text{máx}} = 500 - 600$ [MPa] $\epsilon_p = 12-30$ [%]
	Al-Cr-Cu-M		
Ligas de alta estabilidade térmica	Al-Fe-Cr-Ti	Al+QC's	$\sigma_{\text{máx}} = 500$ [MPa] a 200 [°C]
		Al+QC's+Al ₂₃ Ti ₉	$\sigma_{\text{máx}} = 350$ [MPa] a 300 [°C]

Na Figura 2.3 podem ser observados dois gráficos que trazem dados comparativos entre as ligas que compõem os sistemas classificados pelos autores e as ligas convencionais de alumínio. Os autores demonstraram a variabilidade de propriedades que podem ser alcançadas por essas ligas em termos de resistência mecânica em tração e alongamento percentual (Figura 2.3 (a)). É demonstrado também que, quando os componentes das ligas quasicristalinas são ajustados, o alongamento aumenta, chegando em torno de 30%. A energia absorvida em um teste de impacto Charpy também aumenta para 16,04 J.cm⁻², que é maior do que 11,21 J.cm⁻² para a liga aeronáutica 7075-T6, conforme mostrado na Figura 2.3 (b).

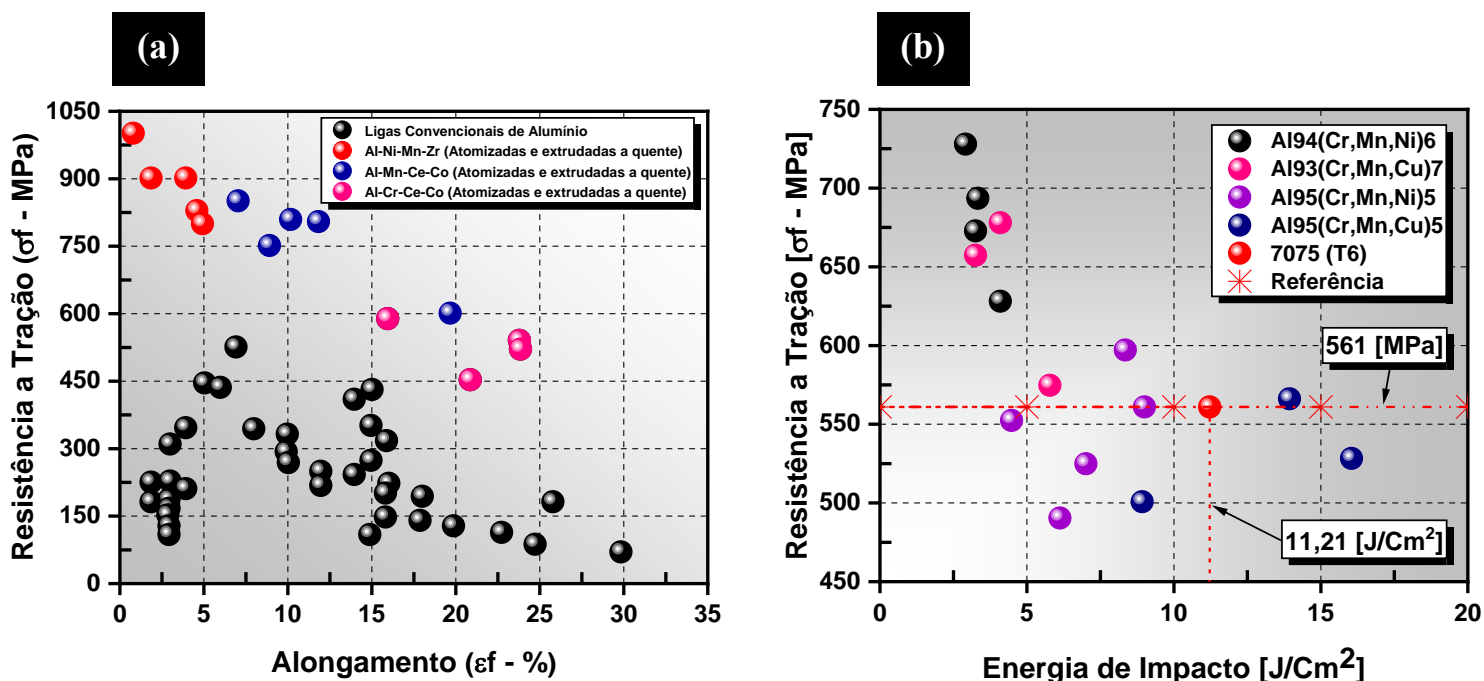


Figura 2.3 - Propriedades mecânicas de ligas QC's a base de alumínio: a) Análise comparativa entre a resistência a tração e o alongamento de ligas QC's (Al-Ni-Mn-Zr, Al-Mn-Ce-Co e Al-Cr-Ce-Co) atomizadas e extrudadas a quente e ligas convencionais de alumínio. b) Análise comparativa entre a resistência a tração e energia de impacto para ligas dos sistemas $Al_{93-95}(Cr,Mn,Ni,Cu)_{5-7}$ e liga aeronáutica 7075 (T6) (Linha de referência em vermelho tracejada). Adaptado de [20].

Embora as ligas de alta resistência e alta ductilidade em temperatura ambiente tornam-se interessantes para aplicações estruturais, ainda assim há uma demanda ainda maior para desenvolvimento de ligas de alta estabilidade térmica e com uma boa relação de resistência/peso [20]. Devido à baixa mobilidade atômica dos elementos Fe, Cr e Ti no alumínio, ligas formadoras de fase QC do sistema quaternário Al-Fe-Cr-Ti têm sido o foco de diversos pesquisadores para o estudo de estabilidade térmica e outras propriedades mecânicas [9, 17–20, 33, 34], sendo a liga $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$ a mais estudada dentre elas atualmente [5, 9, 18, 33, 35–37].

De acordo com estudos realizados por Inoue et al. [37], foram produzidos pós da liga $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$ via atomização a gás, no qual foi possível identificar fases QC's dispersas inseridas em uma matriz dendrítica α -Al para pós abaixo

de 26 μm , no entanto, para pós na faixa de 26 – 125 μm foi possível identificar uma fase adicional cuja estequiometria se reportava a fase $\text{Al}_{23}\text{Ti}_9$ [20, 37].

Posteriormente, a fase QC icosaédrica formada após a consolidação via extrusão a quente, também foi confirmada na imagem de campo claro (do inglês, *bright field* – BF) obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET) e nos padrões de difração de elétrons de área selecionada (do inglês, *Selected area electron diffraction* – SAED). Além disso, foi esclarecido que a fase tem alta estabilidade térmica e começa a se decompor a 790 K ($\approx 517^\circ\text{C}$) no aquecimento contínuo a $0,67\text{Ks}^{-1}$. A tensão de escoamento, limite de resistência a tração e alongamento da liga $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Ti}_2\text{Cr}_2$ foram: 550 MPa, 650 MPa e 4%, respectivamente, à temperatura ambiente e 330 MPa, 360 MPa e 2%, respectivamente, a 573 K ($\approx 300^\circ\text{C}$) [20].

A Figura 2.4 ilustra a relação entre a tensão de escoamento ($\sigma_{0,2}$) e a temperatura das ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti, submetidas a um aquecimento de 100 horas, juntamente com dados das ligas convencionais à base de alumínio. Os resultados revelam que a tensão de escoamento das ligas Al-Fe-Cr-Ti é consistentemente superior em toda a faixa de temperatura até 700 K ($\approx 427^\circ\text{C}$), em comparação com as ligas convencionais de alumínio. É importante ressaltar que todos os ensaios foram realizados após os tratamentos térmicos. Além disso, os pesquisadores compararam a atual resistência à temperatura elevada com aquela exigida para aplicações em aeronaves da força aérea dos EUA, conforme mostrado na Figura 2.5. Nota-se que o limite de resistência a tração das ligas Al-Fe-Cr-Ti encontra-se na faixa de 450 - 500 MPa a 473 K ($\approx 200^\circ\text{C}$) e entre 320 - 350 MPa a 573 K ($\approx 300^\circ\text{C}$), o que excede o nível exigido pela força aérea em uma ampla faixa de temperaturas.

A alta resistência à temperatura elevada também é suportada pelo resultado de que a microdureza Vickers (191 HV com carga de 0,98 N) permanece quase inalterada mesmo após o recozimento de longo prazo por 1000 horas a 573 K ($\approx 300^\circ\text{C}$) [20, 37, 38].

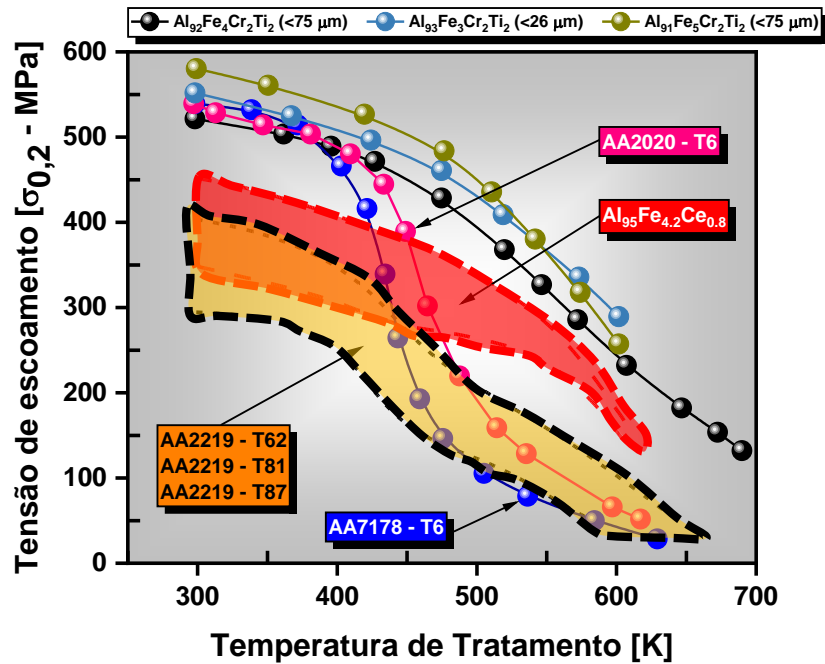


Figura 2.4 - Estabilidade térmica de ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti: Tensão de escoamento ($\sigma_{0,2}$) em função da temperatura (K) do tratamento térmico para um ensaio de 100 horas para cada temperatura. Adaptado de [20, 37, 38].

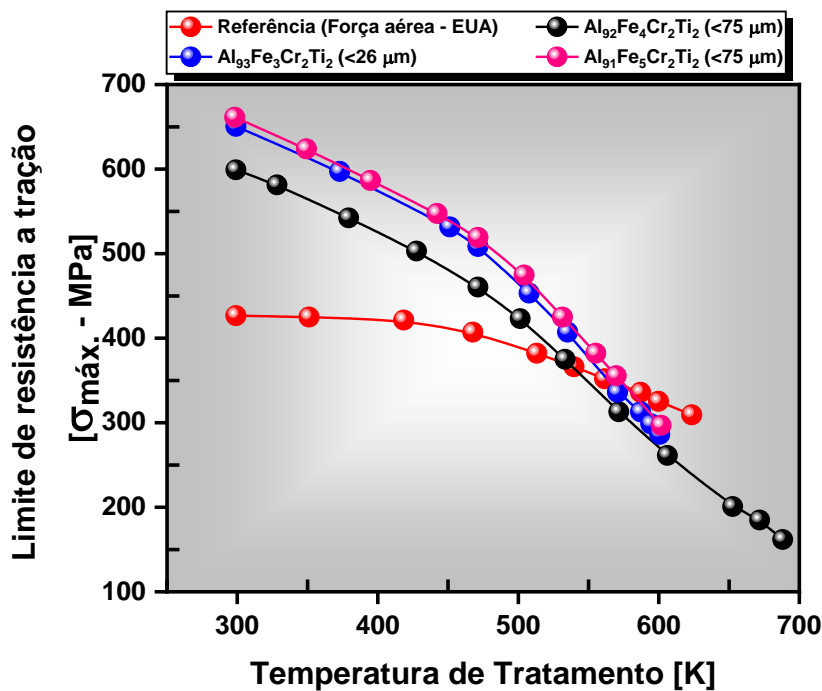


Figura 2.5 - Estabilidade térmica de ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti: Limite de resistência a tração ($\sigma_{m\acute{a}x.}$) em função da temperatura de tratamento (K) para um ensaio de 100 horas – Uma análise comparativa com as propriedades requeridas pela força aérea dos EUA. Adaptado de [20, 37, 38].

Recentemente, pesquisadores têm demonstrado que técnicas avançadas como a manufatura aditiva (MA) podem servir como uma rota alternativa para o processamento destas ligas, no qual, além de manter suas propriedades como: resistência a tração/compressão e estabilidade térmica, ainda assim possibilita a criação de peças com *designs* complexos [4, 14, 39–41].

2.1.3 Aplicações

De acordo com as propriedades demonstradas pelas fases QC's como: baixa condução de calor e eletricidade, superfícies antiaderentes, elevada dureza, baixo coeficiente de atrito, elevada resistência à corrosão e alta fragilidade, quando combinadas com uma matriz cristalina dúctil de alumínio, tornam essas ligas (consideradas um compósito) úteis para aplicações do tipo: materiais termoelétricos (materiais que convertem calor em eletricidade), materiais para aplicações como isolantes térmicos de motores, superfícies de LED, revestimentos antiaderentes, materiais para a confecção de moldes e matrizes e, também, material para a armazenagem de hidrogênio [6].

2.2 Ligas a base de alumínio formadoras de fase quasicristalina

Dentre as ligas de alumínio, as fases QC's demonstradas anteriormente podem ser classificadas e obtidas em dois tipos: fases QC's estáveis e metaestáveis. As fases QC's estáveis, como o próprio nome já direciona tal entendimento, são previstas pelo diagrama de equilíbrio da liga e podem ser processadas por métodos de fundição convencionais. São encontradas em ligas a base de alumínio através dos sistemas: Al-Pd-Mn [42], Al-Cu-Fe [43, 44], Al-Cu-Fe-Cr [45], Al-Ni-Fe [42] e Al-Ni-Co [42, 46]. Em sua grande maioria são formadas em sistemas ternários e quaternários, sendo os sistemas Al-Cu-Fe, Al-Pd-Mn, Al-Ni-Fe e Al-Co-Ni os mais estudados até o momento [30].

Para as fases QC's metaestáveis, sua formação não é prevista pelo diagrama de equilíbrio, e para a sua obtenção torna-se necessários o uso de solidificação rápida, através de processos como: atomização [15, 47, 48], conformação por spray [36, 49], *melt-spinning* [17, 18], refusão a laser [50, 51], aspersion térmica [26, 30, 52], fundição em molde de cobre [53, 54] e técnicas de

manufatura aditiva [4, 6, 14, 34, 39]. Entre os sistemas que apresentam essas fases metaestáveis, podemos citar alguns como: Al-Mn [11], Al-Fe-Cr [17, 18], Al-Fe-Cr-M (M → Ti, V, Nb e/ou Ta) [17, 18, 34, 50, 55, 56], Al-Cr-Co-Mn-Zr [16, 32, 47].

Para os sistemas que apresentam estas fases em condições metaestáveis, a microestrutura geralmente consiste de uma matriz dendrítica (α -Al) supersaturada e partículas icosaédricas (i-QC's) ricas em elementos de liga, as quais, durante tratamento térmico, tendem a se dissolverem para a formação de outras fases metaestáveis com estequiometria conhecida (fases aproximantes metaestáveis) e posteriormente, em fases aproximantes estáveis previstas pelo diagrama de equilíbrio [5, 13, 32, 36, 57–59].

Um dos fatores que elevam a resistência dessas ligas é a precipitação de fases i-QC's de forma homogênea e em escala nanométrica (≤ 500 nm), sendo que essas fases passam a atuar como barreira para o movimento das discordâncias [4, 5, 60, 61].

2.3 O sistema Al-Fe-Cr-Ti

2.3.1 Processamento e microestruturas

Sabe-se que as mudanças na composição da liga e taxa de resfriamento durante a solidificação pode não só afetar a morfologia das fases, mas também a distribuição da mistura eutética e partículas intermetálicas; por sua vez, o tamanho e a distribuição dessas fases podem afetar as propriedades mecânicas das ligas. A presença de microestruturas fora do equilíbrio, que incluem grãos refinados e fases metaestáveis como as quasicristalinas e seus aproximantes, geralmente resulta em um aumento da resistência das ligas à base de alumínio. Embora nem sempre se possa garantir essa melhoria, é comum que a incorporação dessas microestruturas contribua de forma significativa para o desempenho mecânico dessas ligas [17, 18, 47, 53, 62].

Como foi abordado anteriormente em relação as ligas que apresentam fases QC's metaestáveis, podemos destacar as ligas que pertencem ao sistema Al-Fe-Cr-Ti, que apresentam grandes frações de fases QC's icosaédricas nanométricas (i-QC's) de alta dureza e termicamente estáveis que dão

resistência ao material em elevadas temperaturas, tornando-o capaz de competir com ligas de alumínio aeronáuticas e ligas de titânio [17–19, 36, 56, 63, 64]. No entanto, para a formação dessas fases metaestáveis é preciso de altas taxas de resfriamento, o que é adquirido com processos não convencionais.

Dentre os processos de solidificação rápida, o processo *melt spinning* tem sido aquele que apresentou maior homogeneidade de dispersão de fases em amostras de ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti. Afim de compreender a correlação entre a nanoestrutura e o comportamento mecânico, Audebert et al. [65] prepararam fitas com espessura de 30 μm das ligas $\text{Al}_{91}\text{Fe}_5\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ e $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ (Figura 2.6 (a) e (b)), designadas Ti_1 e Ti_2 , respectivamente. Através da análise de difração de raios – X, foram constatados os picos das fases QC's icosaédricas (i-QC) e da matriz $\alpha\text{-Al}$ para a liga Ti_1 ; já para a liga Ti_2 foi possível a identificação de duas fases adicionais, sendo elas: Al_3Ti e $\theta - \text{Al}(\text{Cr,Fe})$. A liga fundida Ti_1 demonstrou uma distribuição uniforme de pequenas partículas i-QC's quase esféricas de 10 – 20 nm de diâmetro embutidas em uma matriz $\alpha\text{-Al}$ com grãos de aproximadamente 0,5 – 2 μm de tamanho. Os autores demonstraram também que a liga Ti_2 apresentou uma fração menor de partículas quase esféricas i-QC's e com uma morfologia mais grosseira de 50 - 80 nm de diâmetro incorporadas em uma matriz $\alpha\text{-Al}$.

Posteriormente, Galano et al. [17, 18] publicaram um artigo de grande relevância em duas partes, no qual os pesquisadores passaram a reproduzir o mesmo processamento (*melt spinning*) para as ligas $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{X}_2$ (X: Nb, Ta, V e Ti) afim de estudarem o efeito do quarto elemento na liga ternária Al-Fe-Cr nas propriedades mecânicas e estabilidade térmica. Para a liga contendo titânio, os pesquisadores constataram partículas i-QC's quase esféricas com tamanho de aproximadamente 100 nm embutidas em uma matriz de $\alpha\text{-Al}$, com distribuição homogênea (Figura 2.6 (c)).

A Figura 2.6 demonstra uma análise comparativa de imagens de campo claro (*bright field* – BF) obtidas por microscopia eletrônica de transmissão (MET) das amostras no formato de fitas das ligas produzidas pelos autores citados anteriormente. É possível constatar resultados semelhantes nas microestruturas obtidas, também é possível analisar o padrão de difração de quinta ordem (*Five*

– *Fold*) das fases i-QC's obtidas após o processamento de melt spinning da liga $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$.

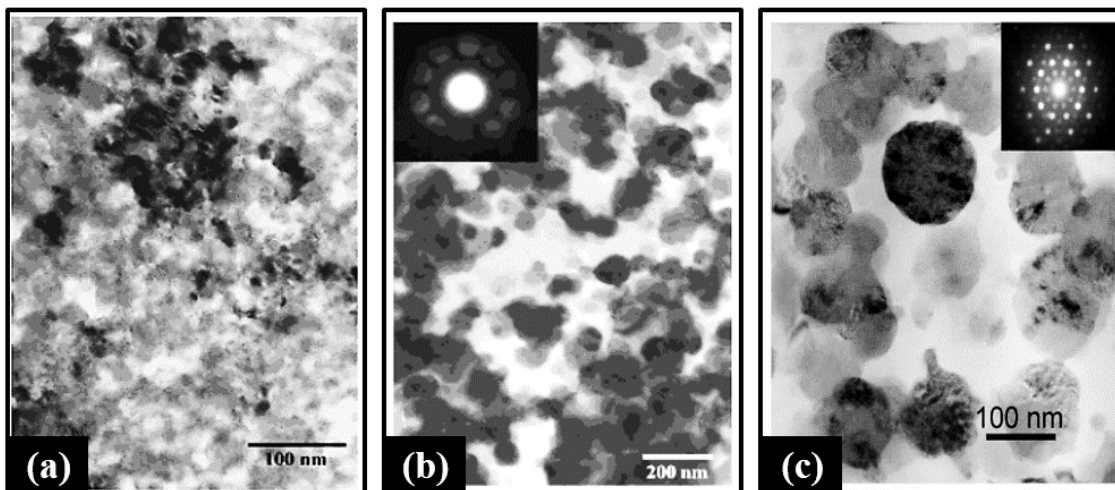


Figura 2.6 - Imagens de campo claro (BF) obtidas por MET de amostras em fitas de ligas Al-Fe-Cr-Ti processadas por melt spinning; a) Liga $\text{Al}_{91}\text{Fe}_5\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ (Ti_1) contendo partículas i-QC's com tamanho de ≈ 20 nm embutidas em uma matriz α -Al; b) Liga $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ (Ti_2) com partículas i-QC's de ≈ 80 nm e c) Liga $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ produzida por Galano et al contendo partículas i-QC's de ≈ 100 nm. Adaptado de [17, 18, 65].

Embora a técnica de *melt spinning* traz microestruturas refinadas e homogêneas, ainda assim em termos de aplicação ela é extremamente limitada. Devido a esse impasse, diversos autores passaram a procurar novas rotas de processamento. Para a criação de amostras com maiores volumes, técnicas como atomização e consolidação via extrusão a quente tem sido o grande foco de muitos pesquisadores [5, 33, 56–58, 63, 66, 67].

De acordo com estudos realizados por Todd et al [67], pós da liga $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ foram obtidos via atomização a gás nas faixas: <25 μm , 50 - 100 μm , 100 - 125 μm e 125 - 200 μm , no qual foram separadas algumas amostras para análise de Calorimetria Exploratória Diferencial (do inglês, *Differential scanning calorimetry* - DSC) e analisadas para a verificação das temperaturas de transformação de fases, assim, eles concluíram que os pós <100 μm eram os mais adequados para o processo de consolidação.

Com a análise de DRX dos pós que iriam ser utilizados para a consolidação, os autores constataram picos das fases i-QC's bem definidos e uma fase adicional com estequiometria $\text{Al}_{23}\text{Ti}_9$ para as faixas: $<25\ \mu\text{m}$ e $50 - 100\ \mu\text{m}$. Mesmo com a otimização dos parâmetros para a realização de extrusão a quente ($\approx 300^\circ\text{C}$), foi constatado que não houve mudança significativa na microestrutura das amostras extrudadas em barras, indicando a possibilidade da rota de processamento.

Posteriormente, Yamasaki et al. [58] reproduziram a mesma rota de processamento, com uma temperatura mais elevada na etapa de extrusão a quente ($\approx 500^\circ\text{C}$), porém, com a liga $\text{Al}_{92.5}\text{Fe}_{2.5}\text{Cr}_{2.5}\text{Ti}_{2.5}$, no qual foram utilizados pós abaixo de $38\ \mu\text{m}$. Embora os autores tivessem estudado a estabilidade térmica dessa liga com tratamentos térmicos distintos, ainda assim foi possível a identificação de fases como: i-QC's, Al_3Ti e uma matriz $\alpha\text{-Al}$, conforme mostrado na Figura 2.7.

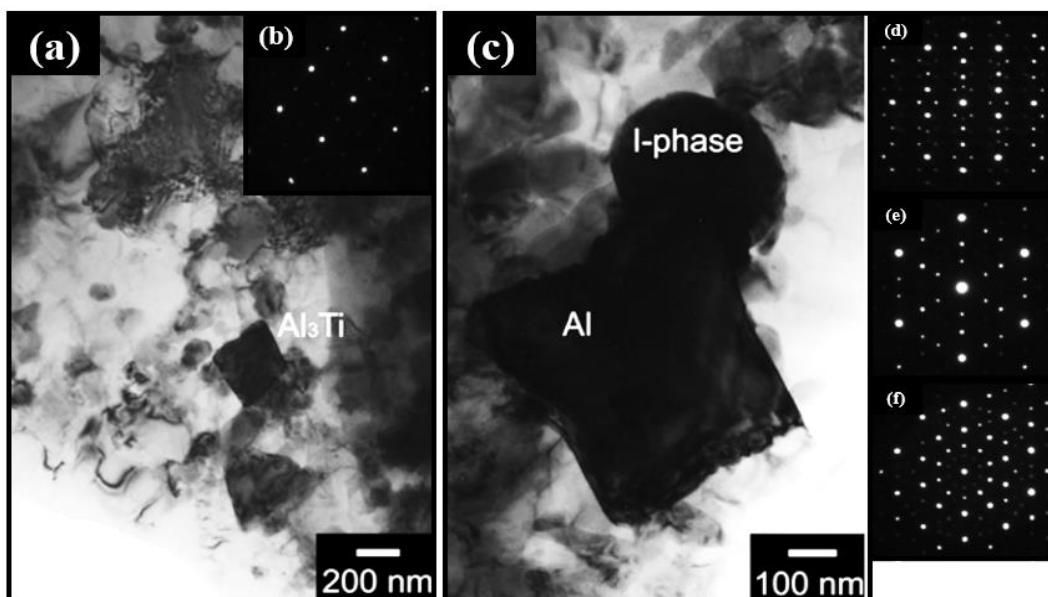


Figura 2.7 - Imagens de campo claro (BF) via MET e padrões de difração de elétrons de área selecionada (SAED) da liga $\text{Al}_{92.5}\text{Fe}_{2.5}\text{Cr}_{2.5}\text{Ti}_{2.5}$ utilizando a rota de atomização a gás e extrusão a quente ($\approx 500^\circ\text{C}$): a) Fase adicional Al_3Ti ; b) Padrão de difração de elétrons da fase Al_3Ti . c) Fase QC icosaédrica (i-QC) embutida em uma matriz de alumínio; Padrão de difração de elétrons da fase i-QC: d) 2ª ordem. e) 3ª ordem. f) 5ª ordem. Adaptado de [58].

Mesmo com grandes resultados obtidos pelos autores mencionados anteriormente, ambos não mencionaram a porosidade das peças. No entanto, pesquisadores como Vojtěch et al. [48] publicaram um estudo realizado com a liga $\text{Al}_{95}\text{Cr}_{3.1}\text{Fe}_{1.1}\text{Ti}_{0.8}$, onde eles compararam a estabilidade térmica e as propriedades mecânicas utilizando uma rota alternativa para a minimização de porosidades, sendo ela: atomização a gás → compactação a frio (com pressão de 6 GPa) → extrusão a quente ($\approx 480^\circ\text{C}$).

Eles encontraram as fases: i-QC e as fases aproximantes $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ distribuídas em uma matriz $\alpha\text{-Al}$ no pó atomizado ($<100\ \mu\text{m}$), nas amostras compactadas a frio e nas amostras extrudadas a quente. A Figura 2.8 (a) é uma micrografia óptica desta liga no plano perpendicular à direção da compressão e mostra que a compactação a frio resultou em um material quase isento de porosidade de acordo com os autores. Na Figura 2.8 (b) é demonstrado a amostra e sua estrutura em um plano paralelo à direção de compressão, e é evidente que a alta pressão deformou fortemente as partículas de pó.

De acordo com os autores, na Figura 2.8 (c), as partículas de pó originalmente esféricas desapareceram durante a extrusão e as fases aproximantes tornaram-se uniformemente distribuídas ao longo da seção transversal. Já na Figura 2.8 (d) é mostrado uma imagem geral na direção longitudinal, podendo identificar claramente a direção de extrusão. As partículas de pó tornaram-se deformadas e alongadas. Em contraste, as fases aproximantes duras e frágeis não foram deformadas.

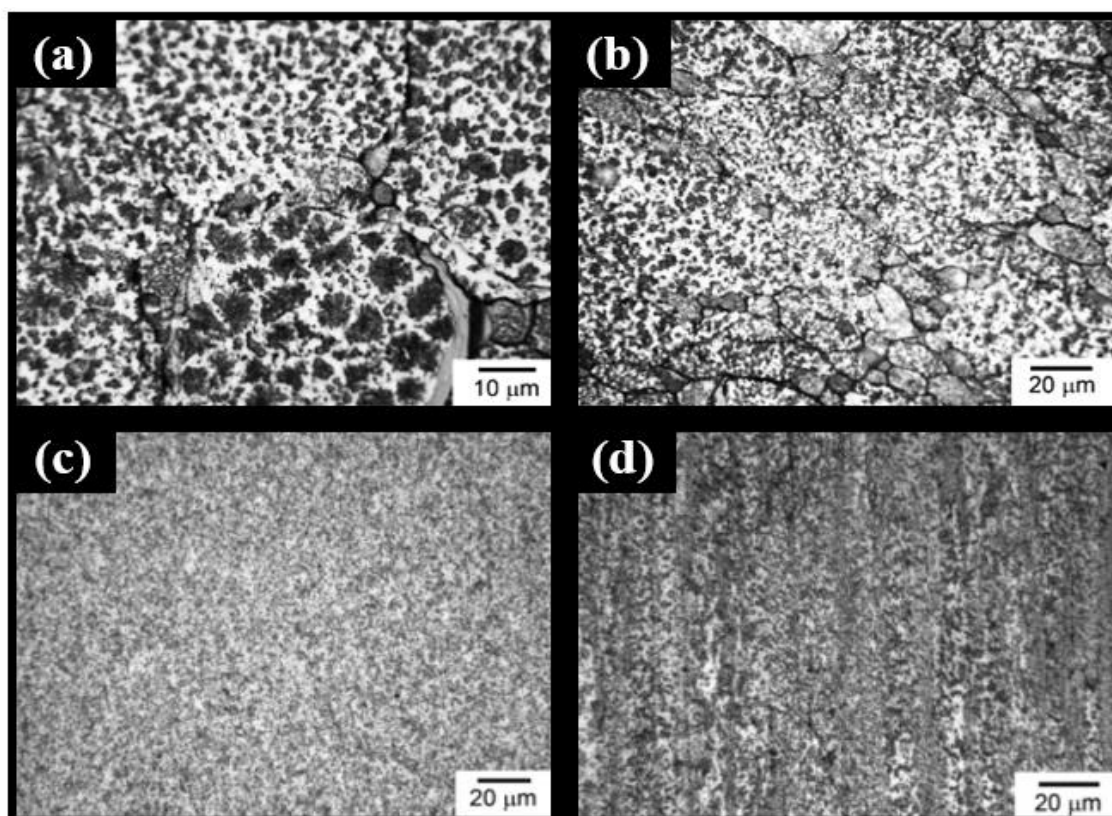


Figura 2.8 – Imagens de microscópio ótico da liga $Al_{95}Cr_{3.1}Fe_{1.1}Ti_{0.8}$ em duas condições: Compactada a frio e extrudada a quente. a) Plano perpendicular à direção de compactação a frio; b) Plano paralelo à direção de compactação a frio; c) Vista da amostra na seção transversal após extrusão a quente e d) Vista da seção longitudinal da amostra após a extrusão a quente. Adaptado de [48].

Através dos resultados obtidos pelas técnicas de atomização e consolidação via extrusão a quente, percebe-se que ainda há preocupações em relação ao processamento, pois, ainda assim, a liga pode apresentar heterogeneidade de fases, sendo elas precipitados advindos da matriz e fases aproximantes da decomposição do QC. A alteração de alguns parâmetros como tempo e temperatura de extrusão, bem como alguns processos intermediários (do tipo compactação a frio), podem ser decisivos para a obtenção de amostras com alta resistência e baixa porosidade.

2.3.2 Estabilidade térmica

A estabilidade térmica das ligas QC's está relacionada principalmente com a estabilidade da fase metaestável i-QC. Portanto, a fim de preservar a microestrutura sem alterações consideráveis em temperaturas elevadas, as estratégias de *design* dessas ligas consistem em estabilizar a fase i-QC e sua interface com a matriz α -Al.

Como foi abordado em tópicos anteriores, as ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti tem atraído a atenção dos pesquisadores para aplicações em elevadas temperaturas, uma vez que os elementos de liga possuem baixa mobilidade atômica na matriz de alumínio (α -Al). De acordo com os diagramas de fases binários parciais de Al-Cr [68], Al-Fe [69] e Al-Ti [70] verifica-se que esses elementos apresentam baixa solubilidade de equilíbrio na matriz de alumínio (α -Al) em torno de 0,01% at. de cromo, 0,03% at. de ferro e 0,2% at. de titânio [64, 71]. Além disso, esses elementos apresentam baixa difusividade na matriz, o que retarda significativamente a dissolução das fases quasicristalinas (i-QC's), contribuindo para uma maior estabilidade térmica das ligas em temperaturas elevadas. Essa baixa difusividade reduz a mobilidade atômica, retardando processos de coalescência e transformação de fases, o que preserva a microestrutura metaestável por um período prolongado. Como resultado, as ligas mantêm suas propriedades mecânicas em condições extremas, tornando-as especialmente adequadas para aplicações em altas temperaturas.

Os primeiros estudos sobre a estabilidade térmica dessas ligas foram desenvolvidos por Ziani et al. [72] utilizando ligas ternárias do sistema Al-Fe-Cr. Os pesquisadores conseguiram obter uma microestrutura contendo fases i-QC's através da atomização centrífuga: onde, sobre uma atmosfera inerte de gás hélio, as ligas Al-3.11Cr-1.06Fe e Al-2.92Cr-3.12Fe (%p) foram aquecidas até 1200°C e foram direcionadas no estado líquido sobre um disco a uma taxa de 27000 rpm, gerando o pó metálico ($\approx 10^6$ K/s) que foi consolidado posteriormente via extrusão a quente.

Diferentes transformações da fase i-QC foram observadas para diferentes temperaturas de tratamentos isotérmicos por 256 horas. Para tratamentos térmicos de alta temperatura entre 450 e 500°C, foi observado que a dissolução

das fases i-QC's levavam diretamente a formação de fases estáveis: $\alpha\text{-Al}$ (Matriz) + i-QC's $\rightarrow \alpha\text{-Al}$ (Matriz) + $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ + $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. Enquanto isso, para tratamentos térmicos de baixa temperatura entre 300 e 400°C, eles observaram que as transformações por razões cinéticas levavam à formação de fases intermediárias metaestáveis: $\alpha\text{-Al}$ (Matriz) + i-QC's $\rightarrow \alpha\text{-Al}$ + $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ + Al_6Fe + fase X. Foi descoberto que a fase X metaestável teria uma composição química com variação estequiométrica do tipo $\text{Al}_3(\text{Fe}_{1-x}\text{Cr}_x)$ com alotropias variantes como ortorrômbica e monoclinica.

Estudos realizados posteriormente por Galano et al. [13, 17, 18, 73] em amostras produzidas por *melt Spinning*, têm demonstrado que a adição do quarto elemento em ligas a base de Al-Fe-Cr leva a uma microestrutura refinada e pode estabilizar a estrutura icosaédrica, retardando a decomposição da fase i-QC para temperaturas mais elevadas. A análise calorimétrica em amostras fundidas por *melt spinning* de $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{X}_2$ (X: Ti, V, Nb ou Ta) em comparação com a liga ternária $\text{Al}_{93}\text{Fe}_{4,2}\text{Cr}_{2,8}$ mostrou que o pico relacionado à transformação da fase i-QC se desloca para temperaturas mais altas na seguinte ordem: $\text{Al}_{93}\text{Fe}_{4,2}\text{Cr}_{2,8} \rightarrow \text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2 \rightarrow \text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{V}_2 \rightarrow \text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Nb}_2 \rightarrow \text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ta}_2$.

De acordo com os autores, as ligas quaternárias fundidas contendo metais de transição (Ti, V, Nb ou Ta) apresentaram partículas icosaédricas menores e homogêneas ($\approx 50\%$ do tamanho em relação à liga ternária e um tamanho médio de partícula ≈ 200 nm). O uso de elementos de liga em menores quantidades e com raio atômico maior em relação ao átomo de alumínio levou a formação e estabilização dos aglomerados icosaédricos no material fundido. Isso, por sua vez, pode aumentar a taxa de nucleação das partículas icosaédricas e reter cineticamente as partículas i-QC's metaestáveis na liga solidificada rapidamente.

Na Figura 2.9 é feita uma análise comparativa da evolução microestrutural entre a liga ternária $\text{Al}_{93}\text{Fe}_{4,2}\text{Cr}_{2,8}$ e a liga quaternária $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$. Podemos observar que a 450°C, a liga quaternária apresenta fases i-QC's metaestáveis (mediante o padrão de difração de elétrons de quinta ordem), enquanto que a liga ternária já apresenta fases aproximantes estáveis ($\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$), o que

já tinha sido reportado por Ziani [72] em amostras atomizadas e extrudadas a quente.

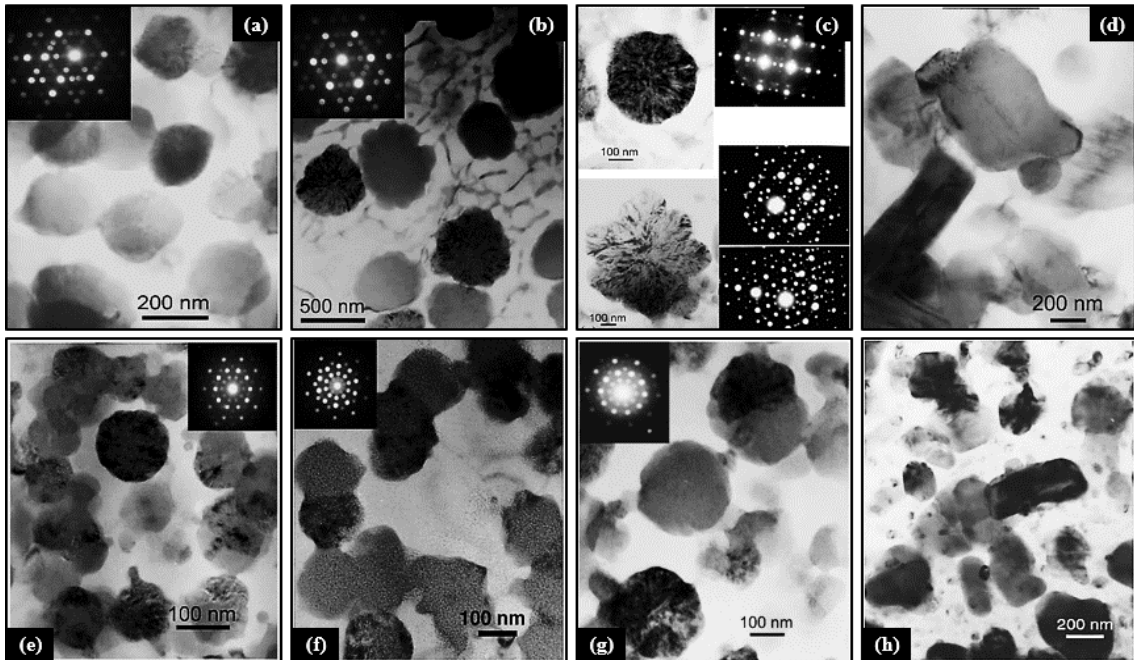


Figura 2.9 - Imagens via MET de campo claro (BF) mostrando a microestrutura da liga ternária $Al_{93}Fe_{4,2}Cr_{2,8}$ (a - d) e quaternária $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$ (e - h) sob diferentes tratamentos térmicos: (a) Liga ternária sem tratamento; (b) tratada termicamente em $450^{\circ}C$; (c) QC's em forma de roseta e arredondados presentes após tratamento térmico a $450^{\circ}C$; (d) tratados termicamente a $550^{\circ}C$; (e) Liga quaternária sem tratamento; (f) tratada a $355^{\circ}C$; (g) tratada a $450^{\circ}C$ e (h) tratada a $550^{\circ}C$. (Tratamentos com duração de 30 minutos). Adaptado de [13].

Afim de utilizarem outros métodos para a fabricação de liga QC pertencente ao sistema Al-Fe-Cr-Ti, Shaw et al. [2] estudaram a evolução microestrutural após o processamento de moagem (*mechanical alloying*) da liga $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$ utilizando pós elementares de alta pureza de alumínio, ferro, cromo e titânio com granulometria média de: 70, 50, 30 e 30 μm , respectivamente. Os autores realizaram uma série de tratamentos de recozimento para a análise da microestrutura, sendo eles realizados a: 300, 330, 450, 500, $550^{\circ}C$ sob uma taxa de aquecimento de $10^{\circ}C/min$, no qual as amostras foram mantidas por 1 hora nessas temperaturas. Em resumo, nos resultados obtidos por DRX, foram

constatados que nenhuma nova fase é formada a partir de temperaturas inferiores a 300°C. Já em 330°C uma nova fase, cuja estrutura cristalina corresponde a ortorrômbica (Al_6Fe - fase aproximante metaestável), é identificada. A 370°C, outra nova fase, tetragonal (Al_3Ti - fase de equilíbrio), é identificada. Acima de 370°C nenhuma nova fase é encontrada até que 500°C seja atingido. A 500°C, mais duas fases de equilíbrio que pertencem ao mesmo grupo espacial C2/m, foram encontradas, sendo elas: $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$, ambas monoclinicas. As intensidades das reflexões do Al_6Fe a 500°C foram menores do que a 450°C, sugerindo a substituição do Al_6Fe pelo $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. A 550°C, Al_6Fe dissolve completamente e todas as fases de equilíbrio, Al_3Ti , $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$, permaneceram presentes até a maior temperatura investigada pelos autores (610°C).

Da mesma forma que a evolução microestrutural observada por outros autores em amostras de fitas de liga a base de i-QC e $\alpha\text{-Al}$, a fase i-QC demonstra ser supersaturada, pois o tratamento térmico leva a uma reação de precipitação de Al_3Ti dentro do QC, enquanto a matriz supersaturada leva à precipitação de Al_6Fe e Al_3Ti . Com tratamentos térmicos posteriores o Al_6Fe parece evoluir para a fase de equilíbrio $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. Por outro lado, as partículas i-QC's restantes podem se transformar, através de reação eutetóide em $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ quando submetidas em temperaturas que variam de 450 a 550°C [17, 18].

2.4 Produção de pós metálicos para a manufatura aditiva através da atomização a gás

O campo tecnológico emergente proveniente da manufatura aditiva (MA) normalmente necessita de materiais e partículas especificamente adaptados, principalmente quando se trata de pós metálicos com tamanho, forma e morfologia precisamente otimizados. Por exemplo, pós metálicos com morfologias esféricas e finas em uma faixa de tamanho $<53\ \mu\text{m}$ são geralmente preferidos durante o processamento em L-PBF de peças metálicas. Além disso, a aglomeração de pós devem ser evitadas para garantir uma boa processabilidade (fluidez) e propriedades do produto final [74, 75].

Nesse contexto, a atomização a gás é um processo industrial que emprega a solidificação rápida em materiais e ligas metálicas, à qual é utilizada para produção de grandes quantidades de pós metálicos. Esta técnica consiste na desintegração de um fluxo de metal em seu estado líquido através de um gás inerte em alta velocidade, dando origem a partículas esféricas com menos de 200 μm de diâmetro que se solidificam na atmosfera da câmara sem uma alocação de algum substrato, como, por exemplo, ocorre na técnica de conformação por spray [6].

Como mostrado na Figura 2.10, a atomização a gás se inicia com a fusão do material em um cadinho por indução magnética. A câmara de fusão de um atomizador a gás, é formada pelo bocal e o “*Stop Rod*”. O bocal, como já foi dito anteriormente, é responsável por direcionar o metal líquido através de um capilar cerâmico até a câmara de atomização. O capilar cerâmico é de extrema importância, pois o seu diâmetro é uma das principais variáveis responsáveis pelo tamanho das partículas resultantes da atomização. Já o “*Stop Rod*” é um componente cerâmico, responsável por vedar a parte inferior do cadinho e impedir que parte do material no estado líquido desça para o interior do bocal antes do início da atomização [10, 76].

Após o material estar totalmente no estado líquido, uma pequena pressão é direcionada na câmara de fusão e então, com o acionamento vertical do “*Stop Rod*” e o auxílio dessa pressão, o metal líquido flui até a câmara de atomização que está localizada na região inferior do forno de indução. Vale ressaltar que, minutos antes da liga atingir sua temperatura de fusão, o bocal é aquecido por um sistema interno do próprio atomizador, fazendo com que o material não venha a se solidificar no interior do capilar, impedindo a vazão do restante do material que se encontra no cadinho [10, 76].

O processo que foi realizado neste trabalho ocorreu por um bocal de acoplamento fechado, ou seja, no momento em que o material saiu de uma zona de “alta pressão” (cadinho) para uma zona de baixa pressão (câmara de atomização), o mesmo já entrou em contato com os jatos de gás inerte (nesse caso, argônio), onde é aplicada uma taxa de resfriamento no material (da ordem de 10^4 a 10^6 K/s).

Ao final do processo de atomização a gás, o pó mais grosseiro ($\approx 75 - 90\%$ dos pós obtidos) é coletado na garrafa principal. Já o pó mais fino (geralmente, abaixo de $20 \mu\text{m}$) é coletado em um reservatório lateral que é chamado de “ciclone” [77, 78], ambos representados também na Figura 2.10.

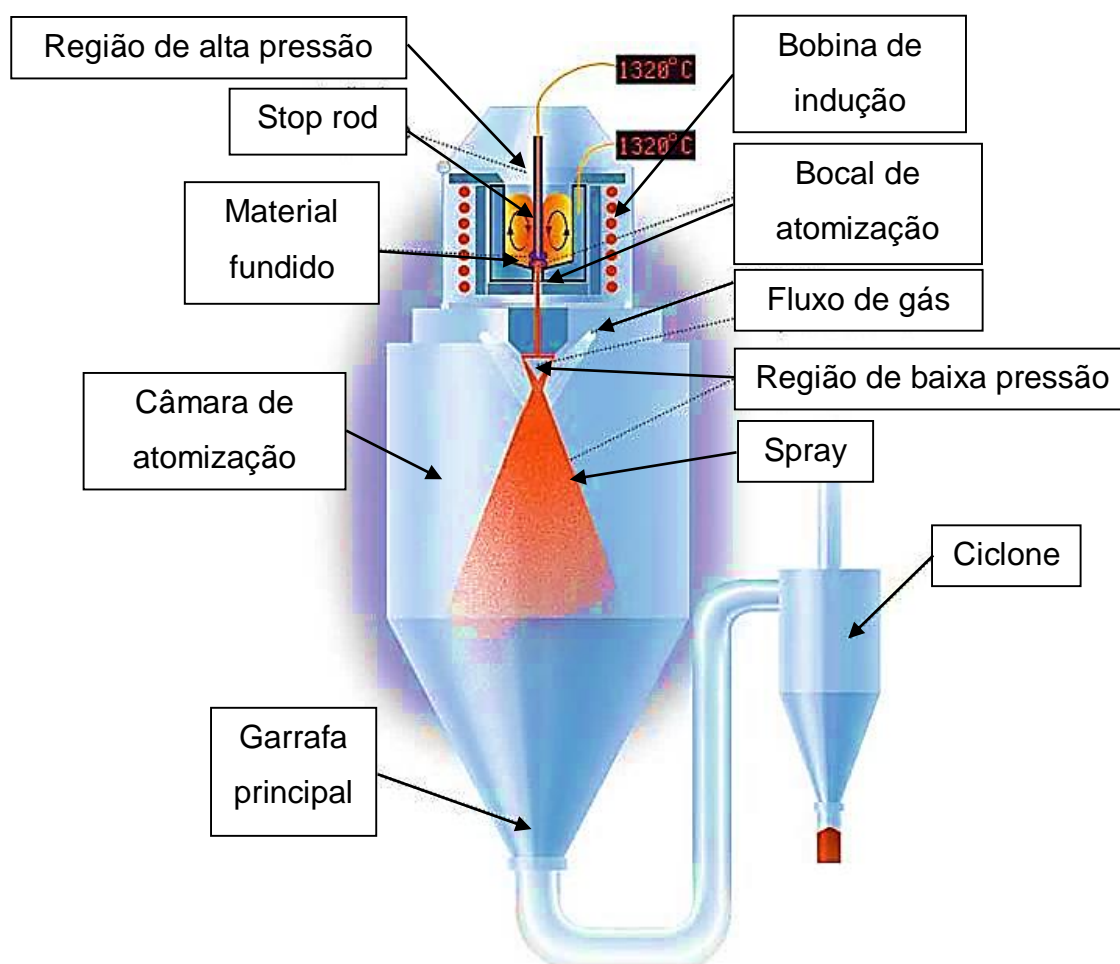


Figura 2.10 - Esquema ilustrativo do atomizador a gás. Adaptado de [78].

A atomização a gás pode eventualmente gerar resultados indesejados quando os parâmetros não são ajustados nas condições otimizadas, nesse caso ela pode oferecer uma heterogeneidade de partículas quanto à morfologia e tamanho [79]. Por exemplo: partículas finas que sofreram altas taxas de resfriamento podem se chocar com partículas maiores no estado semi-sólido e com isso, podem se unir por soldagem na superfície dessas partículas grosseiras, formando as chamadas partículas satélites, o que prejudica

extremamente a fluidez do pó metálico futuramente para o processo de L-PBF [10, 77, 80–82].

2.5 Manufatura aditiva de metais – Fusão em leito de pó a laser (L-PBF)

A fusão em leito de pó a laser (L-PBF) é a principal técnica de manufatura aditiva de metais, podendo ser chamada também de fusão seletiva a laser (SLM) [24]. Através dessa técnica, peças com geometrias complexas são produzidas camada por camada até o preenchimento completo de seu volume. A Figura 2.11 mostra o princípio de funcionamento do método de L-PBF. Inicialmente, uma camada de pó de espessura pré-determinada é colocada sobre um determinado substrato (Figura 2.11 (a)). Em seguida, ocorre a fusão seletiva de regiões da camada de pó (Figura 2.11 (b)) de acordo com um modelo da peça projetado em um software CAD. Cada camada é uma fina secção do modelo e quanto mais fina esta for, mais próxima do modelo será a peça final. O substrato é então recuado para o interior da câmara (Figura 2.11 (c)) e uma nova camada de pó é colocada, ocorrendo novamente a fusão seletiva por laser. O metal fundido adere a camada anterior e se solidifica rapidamente. O processo se repete até que a peça final seja obtida [83].

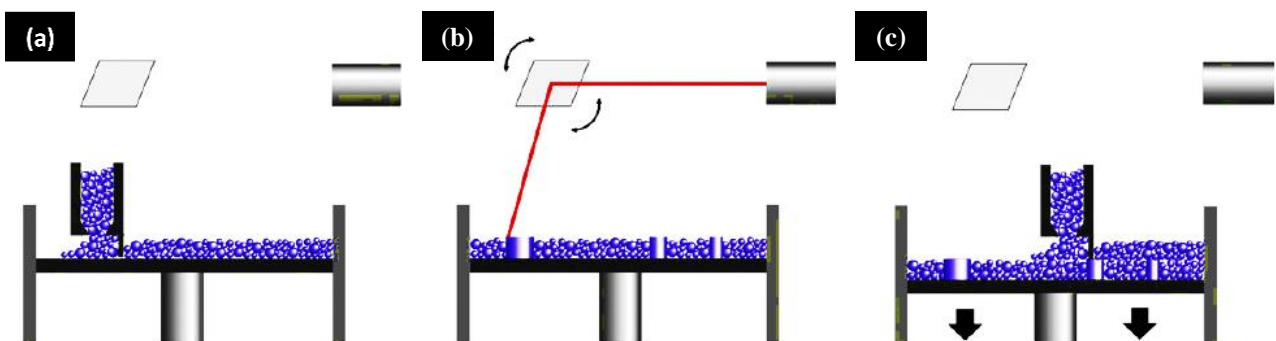


Figura 2.11 - Sequenciamento esquemático do processo de L - PBF (ou SLM). (a) Uma camada de pó é colocada em um substrato. (b) O feixe de laser irá então fundir regiões da camada de pó definidas previamente através do desenho projetado em CAD. A região fundida irá solidificar rapidamente, formando parte da peça. (c) Na etapa seguinte, o substrato é recuado para o interior da câmara e uma nova camada de pó é colocada. O processo então se repete até que a peça desejada seja obtida [83].

Uma das principais características desse tipo de processamento é a versatilidade. Através dessa técnica, torna – se possível a produção de peças com formas e, dimensões variadas com elevada precisão dimensional. *Designs* especiais como *scaffolds* e peças com vários canais internos podem ser fabricadas e suas densidades customizadas. É importante mencionar que esses tipos de peças só podem ser fabricados pelo método de manufatura aditiva [24]. Outra vantagem é a possibilidade de reaproveitamento da matéria-prima, uma vez que o pó não utilizado durante a fusão a laser pode ser reciclado e utilizado em produções subsequentes. Essa técnica possui menos de 30 anos de uso e tem sido utilizada principalmente na produção de peças de ligas tradicionais à base de Fe [84, 85], Ti [86, 87], Al [88, 89] e Ni [90, 91].

Embora conceitualmente simples, sabe-se que o processo de L-PBF é influenciado por mais de 100 variáveis diferentes [6] e faz-se necessário um estudo minucioso da influência dos principais parâmetros na qualidade da peça a ser produzida. Entre eles destacam – se as características gerais do pó e do laser.

A composição química do pó é importante pelas propriedades que ela confere. Por exemplo, características como condutividade térmica, capacidade térmica, calor latente de fusão e ponto de fusão influenciam diretamente no balanço de calor do processo. Baixas pressões de vapor podem levar à indesejada evaporação de material e a refletividade no comprimento de onda do laser utilizado pode levar ao requerimento de maior ou menor fornecimento de energia [4, 6, 53]. O pó deve apresentar uma distribuição Gaussiana de tamanho de partículas, com tamanho médio inferior a 75 μm [10, 77].

Uma distribuição homogênea de tamanho de partículas assegurará maior fluidez do pó metálico e uniformidade da poça de fusão, permitindo que partículas menores preencham os espaços vazios deixados pelas maiores. Isso resulta em uma maior densidade e, conseqüentemente, em melhores propriedades mecânicas para a peça processada. A literatura demonstra que o tamanho médio do pó (d_{50}) deve ser menor que 63 μm , porém o tamanho não pode ser muito pequeno, uma vez que aglomerados podem ser formados, o que prejudica a fluidez do pó. A morfologia também é uma característica bastante

importante [21]. Partículas com morfologia esférica possuem maior fluidez e consequente maior empacotamento, o que auxilia na uniformidade das camadas ao serem processadas. Além disso, ausência de porosidade e partículas satélites são importantes, uma vez que melhoram as propriedades mecânicas do produto final e o desempenho do pó, respectivamente. Ademais, pode-se citar a rugosidade superficial, que influencia na absorvidade da energia do laser. Pós com uma alta umidade tem sua fluidez diminuída e por isso devem passar por processos de secagem depois da fabricação e serem estocados em lugares com atmosfera controlada [92, 93].

Devido à natureza dos pós usados na manufatura aditiva, que geralmente possuem partículas de tamanho menor em comparação aos utilizados em processos convencionais de metalurgia do pó, é crucial controlar a oxidação das partículas. Mesmo após o processo de manufatura aditiva, resíduos de óxidos podem persistir. No que diz respeito ao uso do laser, variáveis fundamentais incluem seu comprimento de onda e potência. O comprimento de onda é essencial para garantir a absorção adequada de energia, enquanto a potência determina a quantidade de calor transferido ao material. Além das características físicas e químicas mencionadas, os parâmetros operacionais são igualmente importantes e serão discutidos no próximo tópico.

2.5.1 Parâmetros de processamento

Aspectos como espessura da camada de pó, velocidade de impressão, potência do laser, estratégia de varredura e distância entre as trilhas exercem influência direta sobre o equilíbrio térmico, distribuição de tensões internas, velocidade e precisão da produção. Esses elementos estão exemplificados na Figura 2.12 para facilitar a compreensão [4].

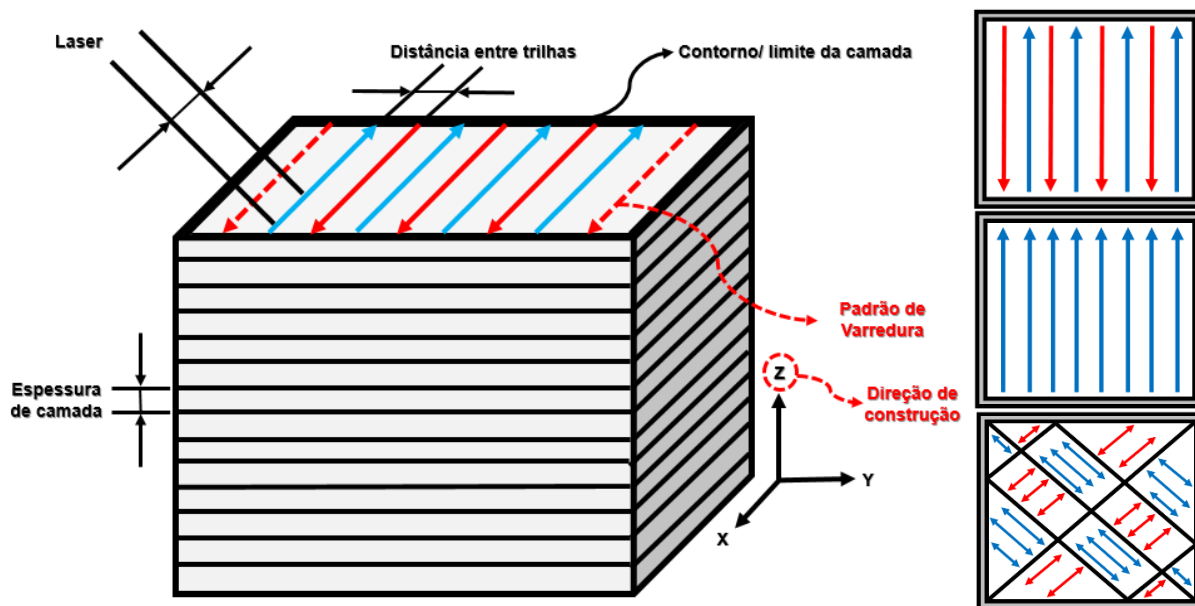


Figura 2.12 - Demonstração das variáveis de entrada de um processo de L-PBF e seus padrões de varredura usuais. No sentido superior para a parte inferior temos: Meandro → Unidirecional → Tabuleiro de Xadrez. Adaptado de [97].

A potência do laser regula a quantidade de energia transmitida ao material irradiado. Materiais altamente reflexivos, como ligas de alumínio e ligas à base de cobre, exigem alta potência para fusão completa, caso contrário, a fusão parcial resulta em preenchimento inadequado da poça de fusão após a solidificação, gerando defeitos internos. Além de influenciar a eficiência de fusão, a potência do laser determina o tamanho e a continuidade das trilhas, impactando a integridade estrutural das peças [93–95].

O espaçamento entre as trilhas deve permitir sobreposição suficiente para garantir a ligação metalúrgica da peça em construção. Excesso de sobreposição aumenta o tempo de fabricação, prolongando o tempo do processo. Espaçamentos amplos impõem restrições à espessura máxima da camada, resultando em tempo adicional de processamento e lacunas entre as camadas devido à falta de fusão completa. Semelhante à potência do laser, a velocidade de varredura regula as taxas de fusão e solidificação. Velocidades mais lentas prolongam o tempo de fusão, afetando a microestrutura e controlando o tamanho da trilha [94].

A espessura da camada deve ser adequada para a fabricação cumulativa da peça, evitando defeitos como falta de adesão e fusão incompleta, que prejudicam a integridade estrutural e as propriedades para futuras aplicações. Camadas mais finas geralmente resultam em uma superfície mais suave e menos rugosa, devido à maior precisão na deposição do pó. Em contraste, camadas mais grossas podem levar a uma superfície mais áspera e irregular, afetando a qualidade final da peça [94].

Os padrões de varredura usualmente encontrados na literatura como, meandro, unidirecional e tabuleiro de xadrez, estabelecem o percurso do laser dentro de uma camada (ilustradas anteriormente na Figura 2.12). Já a estratégia de varredura define variações nos padrões entre as camadas, como a rotação da orientação ou a digitalização múltipla (refusão). Essas abordagens são frequentemente utilizadas para reduzir defeitos e controlar a microestrutura [92, 96, 97].

Uma das características fundamentais para obter a liga estudada neste projeto de dissertação é a alta taxa de solidificação inerente ao processo de L-PBF, a qual varia aproximadamente de $10^3 - 10^8$ K/s [92, 93]. Como mencionado anteriormente, essa condição possibilita a formação de uma microestrutura fora do equilíbrio, o que permite a formação de fases QC's metaestáveis. A taxa de resfriamento é diretamente proporcional a velocidade de varredura do feixe e inversamente proporcional à potência utilizada [4]. Em contrapartida, a densidade relativa da peça obtida através da técnica de L-PBF é diretamente proporcional à potência do feixe [6]. Portanto, para garantir a obtenção de uma peça com microestrutura fora do equilíbrio, de alta qualidade e densidade adequada, é essencial alcançar uma correlação precisa entre velocidade e potência.

Uma das métricas frequentemente empregadas para otimizar parâmetros de processo é a densidade de energia. A forma mais comum de densidade de energia encontrada na literatura é a densidade de energia volumétrica (DEV, em J/mm^3) [97], a qual é calculada de acordo com a Equação 2.1.

$$DEV = \frac{P}{v.h.t} \left[\frac{J}{mm^3} \right] \quad (\text{Equação 2.1})$$

Onde:

P → Potência do laser [W];

v → Velocidade de varredura [mm/s];

h → Distância entre as trilhas [mm];

t → Espessura entre camadas [mm].

No entanto, essa abordagem simplificada de caracterização e otimização de processo, que se baseia em quatro dados de entrada (mediante a Equação 2.1), não consegue abarcar completamente toda a complexidade dos processos de manufatura aditiva, especialmente quando se trata do processo de L-PBF.

Thomas et al. [98] propuseram alternativas, utilizando diagramas de processo normalizados para analisar a evolução dos defeitos e da microestrutura do material. Foi desenvolvido uma fórmula normalizada para a densidade de energia (DE), considerando parâmetros do processo e propriedades do material, como absorvidade (A), densidade (ρ), capacidade térmica específica (C_p), temperatura de fusão (T_F) e temperatura inicial do leito de pó (T_{IP}). Contudo, a falta de dados sobre a absorvidade de materiais em pó é uma limitação, levando à utilização de valores da literatura, geralmente obtidos para placas de metal limpas e polidas, ou superfícies oxidadas ásperas [97].

Pesquisas adicionais em relação aos parâmetros do processo (velocidade e potência) e a absorvidade dentro da poça de fusão indicaram que a absorvidade do alumínio foi ligeiramente superior aos valores da literatura, possivelmente devido à reatividade do material e à presença de óxidos nas poças de fusão. Além disso, observou-se um aumento significativo na absorvidade efetiva com o aumento da velocidade de varredura em altas potências de laser (>200 W) [99]. Embora evidencie a complexidade desse processo, a literatura sugere que a equação 2.1 ainda pode oferecer *insights* valiosos em relação aos parâmetros do processo [97].

2.6 Fusão em leito de pó a laser de ligas de alumínio

A microestrutura das ligas de alumínio fabricadas por L-PBF (ou, *as-built*) tem sido amplamente documentada na literatura. Devido à natureza do processo em si, as peças construídas são intrinsecamente anisotrópicas. Como ilustrado na Figura 2.13 (a), ao longo da direção de construção, normalmente referida como eixo z, as peças consolidadas consistem em uma pilha contínua de poças de fusão solidificadas com uma forma semicilíndrica. Por outro lado, essas estruturas aparecem no plano xy (ou seja, perpendicular à direção de construção) como faixas arredondadas ou alongadas (Figura 2.13 (b)), refletindo assim a estratégia de varredura a laser [100].

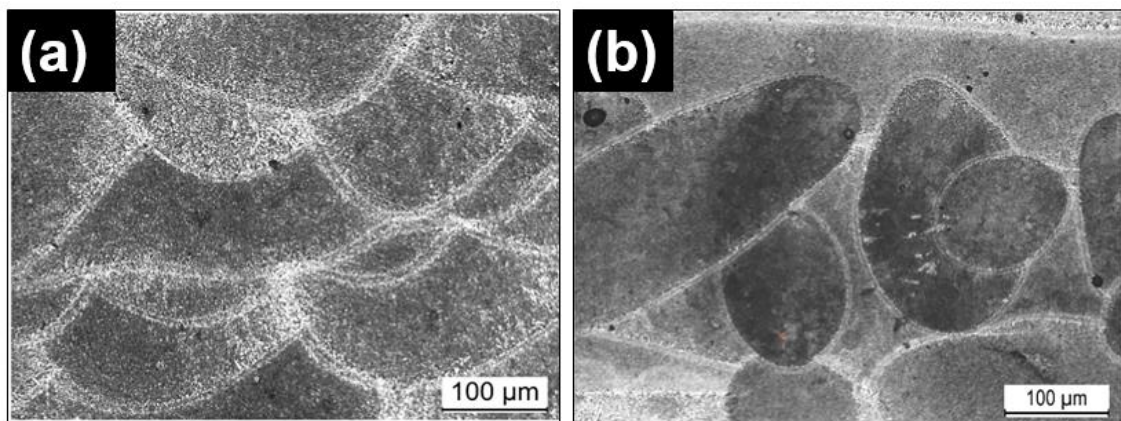


Figura 2.13 - Microestrutura representativa da liga AlSi10Mg por L-PBF: (a) Seção longitudinal (ou direção de construção) - (Plano XZ); (b) Seção transversal (Plano XY). Adaptado de [100].

O impacto da solidificação rápida na microestrutura das ligas de alumínio pode ser delineado em três aspectos. Primeiramente, surgem mudanças constitucionais devido ao alto grau de super-resfriamento durante a rápida solidificação, podendo resultar até mesmo em solidificação sem segregação. Em segundo lugar, ocorre o refinamento da microestrutura, sendo a velocidade da interface de solidificação intimamente relacionada ao grau de refinamento microestrutural. Por fim, observa-se a formação de fases metaestáveis, além de estruturas amorfas e fases quasicristalinas que podem se formar dependendo da liga de estudo, mesmo em taxas de resfriamento modestas. As características microestruturais intrínsecas comuns em ligas de alumínio após a solidificação

rápida incluem refinamento das estruturas, redução no espaçamento dos braços dendríticos, diminuição nos padrões de segregação, alargamentos na solução sólida de elementos de liga no α -Al primário (efeito de captura de soluto) e a formação de fases cristalinas metaestáveis, amorfas e quasicristalinas [92, 93, 97, 100].

No processo L-PBF, a solidificação se inicia geralmente de forma epitaxial, na base da pista, nos grãos formados na camada anterior. Os grãos cristalinos então começam a crescer em direção ao centro do líquido na forma de cristais colunares. A orientação de crescimento mais favorável para o alumínio é $\langle 001 \rangle$. Grãos crescendo ao longo desta orientação, e perpendiculares aos contornos da poça de fusão, continuam crescendo para dentro da poça (Figura 2.14 (a - c)). No entanto, os grãos crescendo na mesma orientação, mas na direção da isoterma da borda, são inibidos e se desenvolvem apenas em uma curta distância. Esse fenômeno é denominado crescimento preferencial [97, 101, 102]. Na Figura 2.14 (d), observa-se uma estrutura celular refinada na liga AlSi10Mg dentro da poça de fusão. Enquanto isso, na Figura 2.14 (e), uma imagem de campo escuro de alto ângulo (do inglês, *high-angle annular dark-field* – HAADF) permite uma análise mais detalhada.

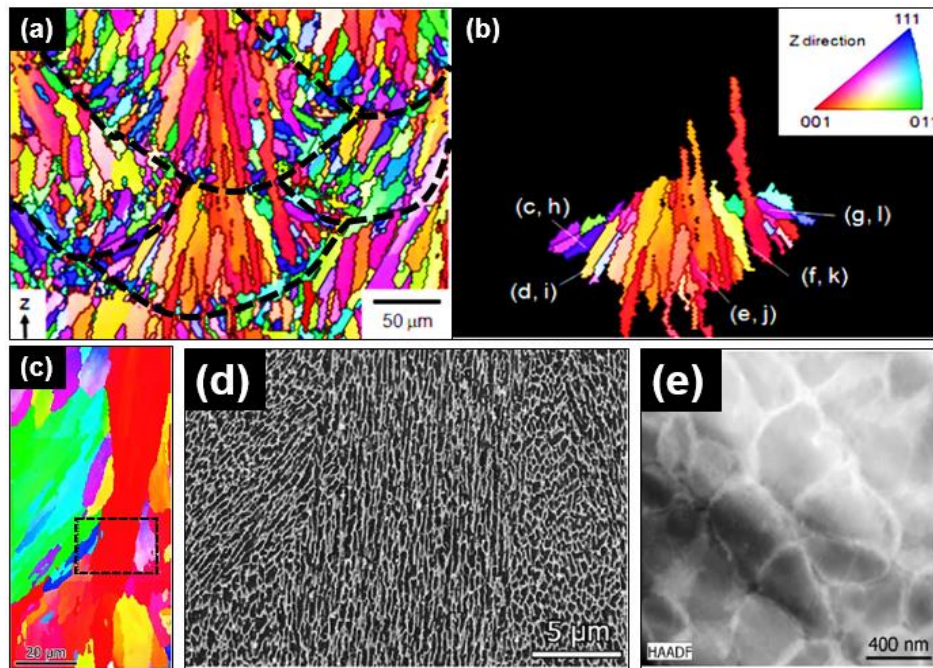


Figura 2.14 – Liga de Alumínio fabricada por L-PBF: (a) Mapa de grãos via EBSD; (b) Demonstração dos grãos alongados com o crescimento preferencial na direção $\langle 001 \rangle$ (centro da poça de fusão); (c) Figura destacando a região mostrada em (d); (d) Células paralelas a direção de construção; (e) Imagem de HAADF da região de análise demonstrando o contraste atômico entre Al e Si. Adaptado de [101,102].

A solidificação da poça fundida no processo de L-PBF é influenciada principalmente pela densidade de energia do laser e pelo tempo de interação entre o laser e o material. O gradiente de temperatura (G) é derivado da variação da temperatura (T) em relação à posição (x), representado por dT/dx . A taxa de solidificação, ou taxa de velocidade da interface sólido-líquido (R), é derivada da variação da posição (x) em relação ao tempo (t), representada por dx/dt . A taxa de resfriamento é a variação da temperatura (T) em relação ao tempo (t), expressa como dT/dt , que é igual ao produto do gradiente de temperatura (G) e a taxa de solidificação (R). Um aumento na taxa de resfriamento $G \cdot R$ pode aprimorar o super-resfriamento do fundido e refinar os grãos. Conforme a relação G/R aumenta, a morfologia do cristal passa de dendrítica para celular e, finalmente, para planar. A escala e o tipo de microestrutura são controlados por $G \cdot R$ e G/R , respectivamente. Na Figura 2.15 é possível verificar as estruturas

formadas mediante a relação do gradiente (G) e da velocidade da interface sólido – líquido (R) [92, 93, 100].

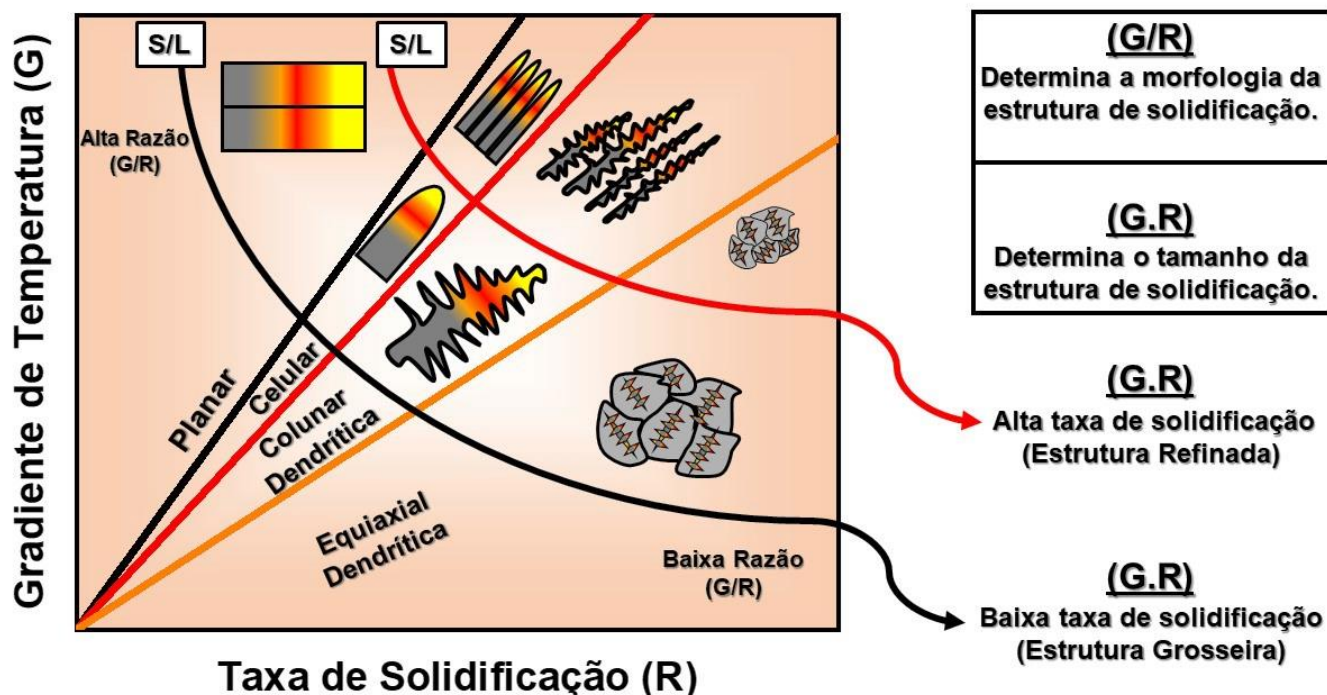


Figura 2.15 - O efeito do gradiente de temperatura e da taxa de crescimento (ou seja, velocidade de interface) no tamanho e morfologia dos grãos. S e L representam sólido e líquido, respectivamente. Adaptado de [103].

De acordo com a Figura 2.15, a microestrutura evolui de planar para celular, colunar dendrítica e equiaxial com a redução subsequente de G/R . Portanto, a estrutura de solidificação geralmente exibe uma variedade de tipos de grãos.

A extensão do refinamento do grão depende da taxa de resfriamento ($G.R$). Uma taxa de resfriamento mais alta no núcleo da poça fundida resulta em grãos mais finos do que aqueles na borda da poça fundida. Portanto, as microestruturas das ligas de alumínio por L-PBF podem ser controladas ajustando os parâmetros de processo. Uma baixa velocidade de varredura do laser e uma alta potência do laser podem aumentar a densidade de energia e o tempo de interação entre o laser e o material, aumentando assim o tempo de solidificação e as temperaturas do fundido e do material de base, o que induz baixo gradiente de temperatura (G) e taxa de resfriamento na interface de solidificação (R), causando uma microestrutura relativamente grosseira. Em

contraste, uma baixa potência do laser e uma alta velocidade de varredura inibem o crescimento dos grãos. A taxa de resfriamento também tem uma influência importante no tamanho do espaçamento do braço dendrítico [92].

Mediante a otimização dos parâmetros para obter uma combinação ideal entre microestrutura e desempenho, compreende-se que a estrutura do grão exerce uma influência significativa nas propriedades do material. O tamanho dos grãos desempenha um papel crucial na resistência mecânica, conforme demonstrado pela relação de Hall-Petch ($\sigma_y = \sigma_0 + k\sqrt{d}$), que estabelece que o limite de escoamento (σ_y) de policristais é inversamente proporcional à raiz quadrada do tamanho do grão (d), onde σ_0 é a tensão de escoamento (independentemente do tamanho do grão) e (k) é uma constante do material. As elevadas taxas de resfriamento durante o processo de fabricação tornam a técnica de L-PBF uma escolha excelente para a obtenção de microestruturas finas, promovendo melhorias nas propriedades mecânicas em comparação com métodos convencionais de fundição [93].

O tamanho de grão típico das ligas de alumínio produzidas por L-PBF ($\approx \geq 50 \mu\text{m}$) geralmente se enquadra na relação de Hall-Petch original, resultando em um aumento da resistência. No entanto, conforme abordado anteriormente, muitos grãos tendem a adotar uma morfologia colunar em vez de equiaxial na direção de construção, o que pode gerar anisotropia nas propriedades mecânicas. Além disso, o aumento da resistência da liga pode ser aprimorado e ajustado por meio do controle das fases eutéticas, precipitados, dispersóides, intermetálicos e fases metaestáveis [92, 93, 100].

Até o presente momento, a investigação em manufatura aditiva utilizando ligas de alumínio tem sido relativamente limitada em comparação com outras ligas. Diversos desafios ocorrem, incluindo a formação de óxidos na superfície dos pós, a baixa absorção de energia por parte das ligas de alumínio em determinados comprimentos de onda de laser comuns, e a alta condutividade térmica do material. Especificamente, a combinação de alta condutividade térmica e baixa absorção de energia demanda o uso de potências elevadas para fundir o pó, o que pode resultar em vaporização desigual, especialmente dos elementos de liga de baixa pressão de vapor, como zinco (Zn) e magnésio (Mg)

[93, 97, 103, 104]. Tal cenário pode ocasionar heterogeneidades na peça final produzida. Como resposta a isso, novas composições de ligas de alumínio estão sendo desenvolvidas, ampliando o espectro de ligas consolidadas para utilização em manufatura aditiva. Entre essas composições, destacam-se as ligas de alumínio formadoras de fase QC, as quais exibem propriedades mecânicas atrativas em altas temperaturas [34, 41].

2.6.1 Ligas de alumínio formadoras de fase quasicristalina fabricadas por manufatura aditiva

Em menos de uma década, pesquisadores tem contribuído para o desenvolvimento de novas ligas a base de alumínio formadora de fases QC's através da MA, o que têm demonstrado excelentes vantagens quando comparadas com determinadas ligas convencionais a base de alumínio [6].

Estudos desenvolvidos por Kang et al. [39] através da técnica de L-PBF utilizando como matéria prima a mistura de pós metálicos de $Al_{65}Cu_{20}Fe_{10}Cr_5$ e alumínio puro sob uma atmosfera de argônio, têm demonstrado as influências dos parâmetros de processo (potência do laser e velocidade de varredura) na microestrutura, dureza e comportamento ao desgaste (*ball on disk*) e foram investigadas com ênfase no tamanho e morfologia da fase QC. Para os estudos realizados, os autores fabricaram cubos com dimensões de aproximadamente ($8 \times 8 \times 8 \text{ mm}^3$) sobre um substrato de alumínio aquecido a 150°C para minimizar questões relacionadas ao gradiente térmico em que as amostras seriam submetidas.

Em análise de DRX, os autores constataram que o pó da liga exibia picos identificados da fase QC metaestável ($Al_{65}Cu_{20}Fe_{10}Cr_5$) com uma pequena fração da fase $CuAl_2$. Após o processo de L-PBF, a fase $Al_{65}Cu_{20}Fe_{10}Cr_5$ desaparece e uma nova fase QC ($Al_{91}Fe_4Cr_5$) é gerada. Assim, um composto consistindo principalmente de α -Al e $Al_{91}Fe_4Cr_5$ (fase QC). Além disso, os autores observaram uma redução na intensidade do pico correspondente à fase QC à medida que a potência do laser aumentava, sugerindo o início de sua decomposição com tempos mais longos de exposição ao feixe. Esse comportamento foi atribuído ao aquecimento contínuo das

camadas inferiores, provocado pela energia acumulada durante o processamento, o que acelerou a transformação da fase quasicristalina.

Em relação a potência do laser na construção das amostras, é relatado que para potências na faixa de 175 W houve a formação de fases QC's refinadas e um constituinte eutético ultrafino (não demonstrado pelos autores); no entanto, quando a potência do laser passa para 200 W, a morfologia das fases QC's torna-se distorcida e chegam até 1 μm , onde os autores afirmam a sua decomposição em fases estáveis. Para 225 W, as fases decompostas chegam em torno de 3 μm . Na Figura 2.16 é possível verificar as microestruturas relacionadas pelos autores e as amostras fabricadas sob o formato de cubos ($8 \times 8 \times 8 \text{ mm}^3$).

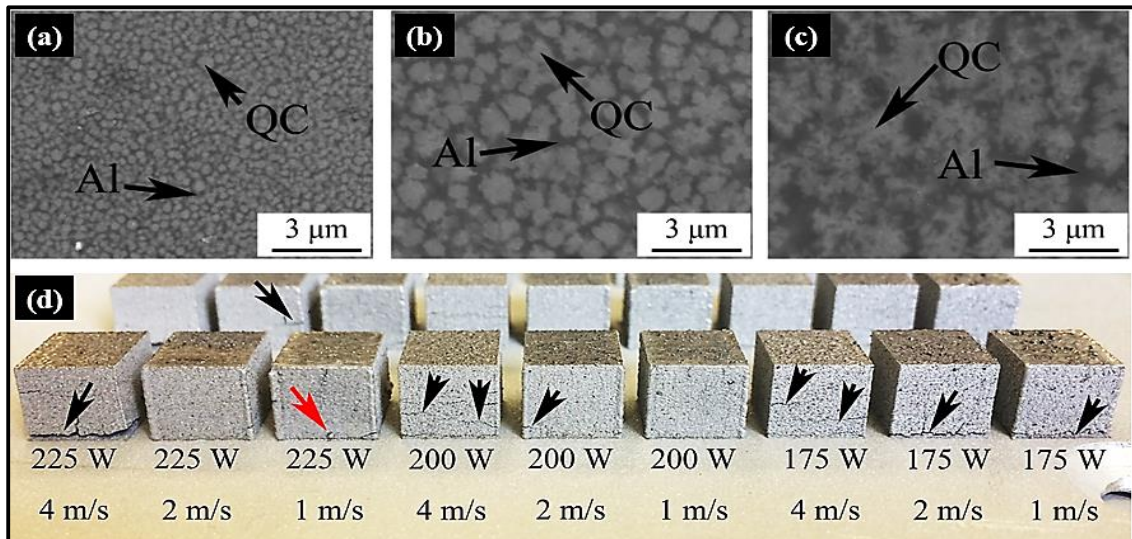


Figura 2.16 - Amostras da liga $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{10}\text{Cr}_5$. (L-PBF) a) Microestrutura refinada com a presença da matriz $\alpha\text{-Al}$, fases QC's ($\text{Al}_{91}\text{Fe}_4\text{Cr}_5$) – 175 W; b) Matriz $\alpha\text{-Al}$ e fases QC's decompostas (1 μm) – 200 W; c) Fases QC's decompostas que chegam até 3 μm – 225 W e d) Amostras em formato de cubo após o processo de L-PBF. Adaptado de [39].

Como observado na Figura 2.16, mesmo com as melhores condições definidas pelos autores, as amostras ainda apresentaram uma alta fração de trincas em seu volume. Essas trincas comprometeram a integridade estrutural das peças.

Recentemente, Araújo et al. [4, 6, 41] realizaram um estudo detalhado a respeito da processabilidade de três ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti através da técnica de L-PBF com o objetivo de produzirem peças de alta densidade e alta resistência em elevadas temperaturas. Os autores realizaram a atomização a gás das ligas: $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$, $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$, $Al_{91}Fe_4Cr_3Ti_2$ (denominadas de P1, P2 e P3), onde a principal matéria-prima foi obtida através de latas de alumínio recicladas, o que contribui para um desenvolvimento de ligas sustentáveis. A princípio, os pós obtidos na faixa de 20 a 75 μm foram fundidos usando os seguintes parâmetros: diâmetro do laser de 60 μm , uma estratégia de varredura unidirecional, espessura da camada de 30 μm , espaçamento entre trilhas de 102 μm e também, para cada camada, os vetores de varredura foram girados em 79° até finalização de amostras em retângulos de 4 x 4 x 8 mm³.

Em relação a variação de parâmetros como: velocidade de varredura e potência do laser, os autores trabalharam com um intervalo de velocidades que variavam de 200 – 900 mm/s em intervalos de 100 mm/s; já a potência do laser foi variada em um intervalo de 100 a 350 W, nesse caso o intervalo era a cada 50 W. Para os pós metálicos na faixa de 32-45 μm , foi relatado que a liga com maior teor em alumínio (P1) apresentou menor quantidade de fases QC's, o que já era esperado mediante a menor quantidade de elementos de liga.

Para a janela de processamento dos autores, eles constataram que a porosidade das amostras produzidas por L- PBF é afetada pela potência do laser e velocidade de varredura e, quanto mais rica a liga Al-Fe-Cr-Ti se torna em Fe, Cr e Ti, mais difícil é a sua processabilidade. Assim sendo, as combinações que promoveram menor porosidade das amostras foram 150 W com 700 mm/s para P1, 200 W com 900 mm/s para P2 e 100 - 150 W com 500 mm/s para P3. As maiores dimensões das poças fundidas obtidas pelas janelas de processamento dos autores foram em alta potência do laser (> 250 W) ou baixa velocidade de varredura (< 300 mm/s).

Por meio da obtenção de uma microestrutura com uma matriz predominante de α -Al e a presença de fases nanométricas de QC's no núcleo da zona fundida, além de fases cristalina na região da borda da poça de fusão, os autores alcançaram uma melhoria significativa das propriedades mecânicas. A

combinação das nanopartículas icosaédricas de QC's, das fases coalescentes e dos grãos refinados de α -Al resultou em um aumento notável da microdureza, atingindo aproximadamente 180,33 HV. A 400°C a resistência à compressão final foi medida em $262 \pm 9,8$ MPa, com um limite de escoamento de 140 ± 13 MPa. Além disso, observou-se uma ductilidade extensiva à compressão de 50% a 400 °C, superando muitas ligas de alumínio comumente processadas em altas temperaturas.

No requisito de morfologia e decomposição das fases QC's, foi relatado a formação de duas regiões diferentes nas poças fundidas, sendo elas: uma estrutura i-QC/ α -Al ultra-refinada e uma zona termicamente afetada (ZTA) refinada, com a presença de QC, α -Al e fases aproximantes advindas da fase i-QC. A porcentagem da estrutura composta ultra - refinada foi afetada pelos três parâmetros investigados. No entanto, a potência do laser é o principal fator que controla a taxa de resfriamento, que influenciou diretamente na estrutura do compósito. Isso também foi reportado posteriormente por Li et al. [14] através da construção de trilhas em uma liga quinária formadora de fase QC do sistema Al-Cr-Co-Mn-Zr. As combinações de parâmetros que maximizaram a porcentagem de área ultra - refinada foram 200 W e 800 mm/s para P1; 200 W e 900 mm/s para P2 e 250 W com 900 mm/s para P3. Esses conjuntos de parâmetros promoveram as menores dimensões das poças fundidas, o que comprovou a dependência entre a formação de uma área ultra - refinada e altas taxas de resfriamento.

2.7 Tenacidade à fratura

A tenacidade à fratura é a capacidade de um material resistir à propagação de trincas e absorver energia até a fratura, mesmo quando apresenta defeitos internos, como trincas pré-existentes ou outras imperfeições. Essa propriedade é extremamente importante em aplicações estruturais e é geralmente utilizada como um dos critérios para a seleção de materiais para essas finalidades. A Figura 2.17 mostra os valores de tenacidade à fratura de vários materiais em função de sua resistência mecânica. Os melhores materiais para aplicações estruturais devem combinar elevada resistência mecânica com

alta tenacidade à fratura; portanto, eles devem estar posicionados no canto superior direito da Figura 2.17. Como mostrado na figura, os materiais com as melhores combinações de tenacidade à fratura e resistência mecânica são os metais [105].

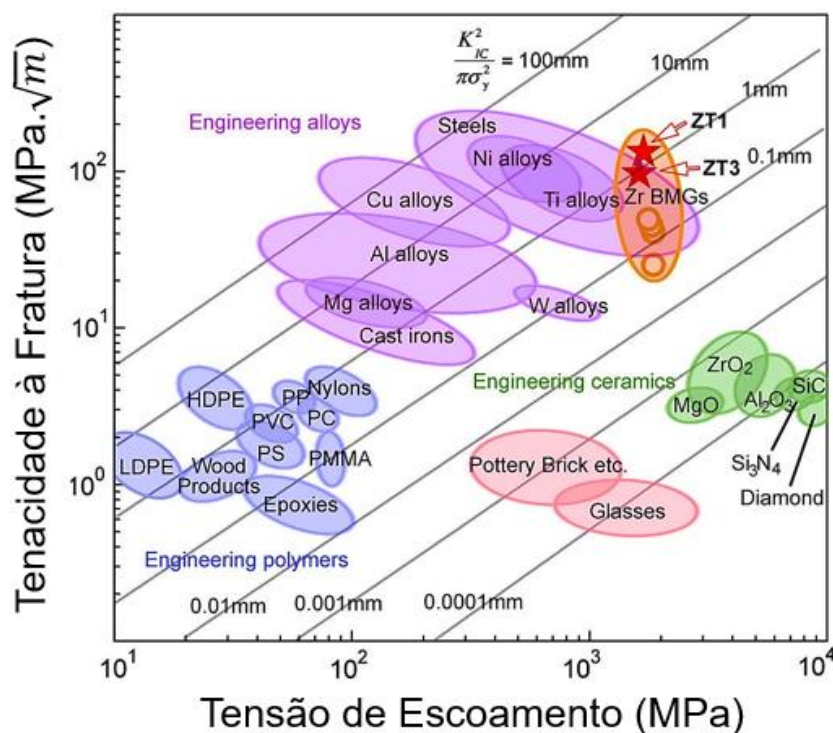


Figura 2.17 - Tenacidade à fratura versus resistência mecânica para vários materiais. Adaptado de [105].

A fratura de um material geralmente ocorre em 3 etapas: formação, propagação da trinca e fratura catastrófica. A trinca quase sempre é formada na superfície mas pode também ser formada em pontos de concentração de tensão como contornos de grãos triplos, inclusões e porosidade. A propagação irá depender da microestrutura e dos mecanismos de tenacificação (por exemplo, transformações de fases induzidas por deformação). Quanto maior são os obstáculos à propagação da trinca, maior é a tenacidade a fratura do material [106].

A tenacidade à fratura é uma propriedade fundamental dos metais e vai depender principalmente da composição química, temperatura, taxa de deformação e microestrutura. A diminuição da temperatura e aumento da taxa

de deformação acarreta em uma diminuição da tenacidade à fratura principalmente devido a maior dificuldade da movimentação de discordâncias nessas condições, o que diminui a capacidade de deformação plástica do material. O aumento da tensão de escoamento através de solução sólida, formação de precipitados ou encruamento geralmente também diminui a tenacidade à fratura pelo mesmo motivo. Um fator bastante importante é o tamanho de grão, sendo que geralmente um aumento na tenacidade à fratura acontece quanto menor o tamanho de grão, desde que as outras variáveis microestruturais sejam mantidas constantes (fases presentes, porosidade, etc). Esse aumento vem principalmente devido a maior dificuldade de propagação da trinca [107].

Para obter um material com uma alta tenacidade à fratura devem ser considerados [107]:

- i. Inclusões, porosidade, “cantos vivos” e defeitos superficiais devem ser evitados pois concentram tensão e aumentam a propensão do material ao surgimento de trincas;
- ii. Caso ocorra precipitados no material, essas partículas devem ser pequenas, esféricas, homogeneamente dispersas e com fração volumétrica apropriada. Isso irá reduzir o empilhamento de discordâncias no material, que podem ser fontes de trincas e poderão dar início à fratura;
- iii. O material deve apresentar pequeno tamanho de grão com o intuito de dificultar a propagação da trinca e minimizar a tensão gerada no empilhamento de discordâncias;
- iv. Mecanismos de tenacificação podem ser adicionados como, por exemplo, transformações de fase durante deformação, para promover uma maior deflexão da trinca e consumo de energia durante a fratura.

Existem várias formas de investigar a tenacidade à fratura de metais como o ensaio de tenacidade à fratura em deformação plana (K_{Ic}), o ensaio CTOD (*crack-tip opening displacement*), a integral J e os ensaios qualitativos de impacto Charpy e Izod. O ensaio de K_{Ic} é utilizado para materiais frágeis

ou de alta resistência e com limitada ductilidade, que seguem a mecânica da fratura linear-elástica (MFLE). Já os ensaios CTOD e integral J são utilizados para materiais que apresentam uma considerável zona plástica antes da propagação instável da trinca, em um regime elasto-plástico (MFEP). Esses dois métodos geralmente são os mais utilizados na caracterização de aços estruturais [108].

2.7.1 Ensaio de tenacidade à fratura para metais através do método K_{Ic}

A determinação da tenacidade à fratura K_{Ic} é essencial para avaliar a resistência dos materiais à propagação de trincas sob carregamento. A norma ASTM E399 estabelece o procedimento padrão para esse ensaio, fornecendo diretrizes claras para a preparação do corpo de prova, a execução do teste e a validação dos resultados. O ensaio pode ser realizado utilizando um corpo de prova do tipo SE(B) (*Single Edge Notched Bend*), onde uma trinca pré-existente é submetida a um carregamento de flexão de três pontos [109].

Para realizar o ensaio, é fundamental preparar corpos de prova com dimensões específicas, como largura (W), espessura (B), espessura com entalhes laterais (B_n) quando aplicável, e o comprimento da trinca (a). As proporções recomendadas são que a espessura (B) seja aproximadamente metade da largura (W), e o tamanho da trinca (a) deve ser entre 0,45 e 0,55 vezes a largura (W). O corpo de prova é então posicionado em uma máquina de ensaio de flexão com uma distância entre apoios (S) definida, onde é submetido a um carregamento monotônico crescente até a fratura [109].

Durante o ensaio, são registrados a carga (P) e o deslocamento (V). A partir desses dados, são determinados os valores de pico (P_{max}) e (P_Q), onde P_Q é a carga correspondente ao ponto de desvio da linearidade inicial da curva carga-deslocamento. A Equação 2.2 demonstra o método para calcular K_Q .

$$K_Q = \left(\frac{P_Q * S}{\sqrt{B * B_n} * \sqrt[3]{W}} \right) * f \left(\frac{a}{W} \right) \quad (\text{Equação 2.2})$$

Onde $f\left(\frac{ai}{W}\right)$ é uma função geométrica específica para a configuração do corpo de prova. Para que o valor de K_Q seja considerado como K_{IC} , devem ser atendidos critérios específicos de validade. Primeiramente, o tamanho da ligadura ($W-ai$) deve ser maior ou igual a $2,5 \cdot \left(\frac{K_Q}{\sigma_{YS}}\right)^2$ onde σ_{YS} é a resistência ao escoamento de 0,2% do material. Além disso, a razão (P_{max}/P_Q) deve ser menor ou igual a 1,10. A espessura (B) também deve satisfazer as proporções especificadas na norma para garantir a precisão do ensaio [109].

Se o ensaio não atender a qualquer um desses critérios, será necessário utilizar um corpo de prova maior ou revisar as condições do teste. A conformidade com esses critérios é fundamental para assegurar que os valores de K_{IC} obtidos sejam precisos e confiáveis, proporcionando uma avaliação robusta da tenacidade à fratura do material.

Durante o ensaio de K_{IC} um registro de carga aplicada em função do deslocamento da abertura do “clip-gage”, resulta normalmente em uma das três curvas mostradas na Figura 2.18.

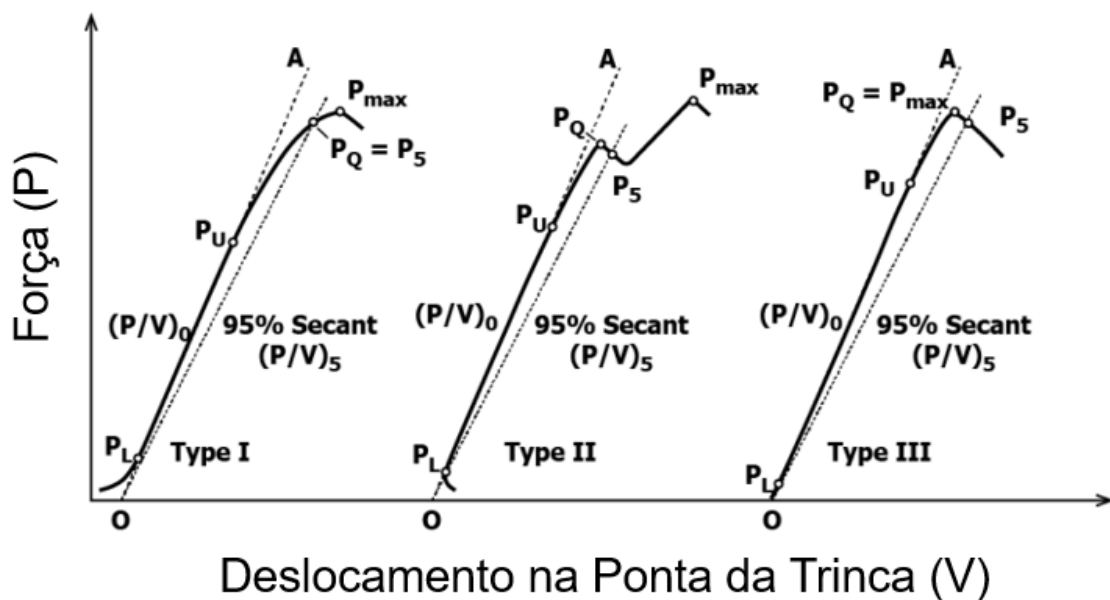


Figura 2.18 - Tipos de curvas de carga versus deslocamento obtidas para diferentes condições e materiais em um ensaio de K_{IC} . Adaptado de [109].

O valor condicional (P_Q) é determinado pela linha secante (OP_5), que passa pela origem (ponto O) do registro do teste com uma inclinação $(P/V)_5$ igual a 0,95, ou seja, com uma inclinação de 5 graus menor que a da curva do ensaio. Aqui, $(P/V)_0$ é a inclinação da tangente OA à porção linear inicial do registro, entre os limites de força inferior P_L e superior P_U . Na prática, a origem (ponto O) não está necessariamente na interseção dos eixos de deslocamento e força. O ponto O está na linha de melhor ajuste através da porção linear inicial do registro e na interseção dessa linha de melhor ajuste com o eixo de deslocamento. Assim, ao calcular a linha secante OP_5 , o ponto de rotação do ajuste de inclinação deve estar na interseção da linha OA com o eixo de deslocamento.

Portanto, o valor da força P_Q é então definido da seguinte forma: se a força em todos os pontos do registro que precedem P_5 for menor que P_5 (Tipo I), então P_5 é P_Q ; entretanto, se houver uma força máxima anterior a P_5 que a exceda (Tipo II), então essa força máxima é P_Q . Por fim, se a força máxima registrada no ensaio anteceder P_5 , então P_Q será igual a $P_{m\acute{a}x}$ (Tipo III).

2.7.2 Tenacidade à fratura de ligas de alumínio formadora de fase quasicristalina

De acordo com estudos realizados por Koster et al [110], os autores prepararam amostras das ligas $Al_{55}Cu_{38}Fe_7$, $Al_{65}Cu_{25}Fe_{10}$ e $Al_{67.6}Cu_{29.1}Fe_{3.3}$, todas formadoras de fase QC estável. Eles utilizaram um forno de indução para a produção de amostras com dimensões de 100 x 24 x 24 mm. Posteriormente, realizaram testes de tenacidade à fratura utilizando o método de flexão em três pontos, no entanto, não mencionaram a norma utilizada para a realização dos testes.

Os resultados obtidos demonstraram que as ligas $Al_{55}Cu_{38}Fe_7$ e $Al_{67.6}Cu_{29.1}Fe_{3.3}$ exibem uma maior resistência à propagação da trinca com o aumento da carga aplicada. Nessas duas ligas, a microestrutura revelou a presença de fases como $Al_{12}Cu$ e partículas quasicristalinas (QC). Em contraste, a liga $Al_{65}Cu_{25}Fe_{10}$ apresentou um comportamento bastante diferente. A resistência à propagação da trinca aumentou ligeiramente com o aumento da carga aplicada. Esta liga continha apenas fases cristalinas em sua

microestrutura, tais como Al_3Fe_4 , $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ e Al_{12}Cu , e apresentou um valor baixo de $K_{IC} \approx 1,09 \pm 0,29 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$.

Como contribuições finais, os pesquisadores demonstraram que a liga $\text{Al}_{67,6}\text{Cu}_{29,1}\text{Fe}_{3,3}$ apresentou uma fratura transgranular ao longo da matriz Al_2Cu , no entanto, foram observadas na superfície de fratura marcas de quase-clivagem ao redor das partículas QC's dodecaédricas. Assim sendo, uma vez que a trinca encontra uma partícula QC, ela será retardada até que a força atinja um valor mais alto para que ela possa crescer ainda mais ao longo da interface entre o QC e a matriz Al_2Cu . Portanto, a trinca pode mudar seu caminho na matriz ao redor das partículas, resultando em numerosas quase-clivagens, o que melhora a tenacidade da liga ($K_{IC} \approx 1,64 \pm 0,16 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$) em comparação com a liga monofásica Al_2Cu ($K_{IC} \approx 1,14 \pm 0,25 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$) que apresentava apenas etapas de clivagem, de acordo com relatos dos pesquisadores.

Posteriormente, com o objetivo de estudar a conformabilidade da fase QC em uma liga $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ adicionando teores de silício, Lee et al. [111] prepararam amostras utilizando o processamento de *melt spinning* para confecção da liga. Devido à limitação das amostras, os valores empíricos de K_{IC} foram obtidos utilizando a equação de Palmquist, que estima a tenacidade à fratura com base na medição do comprimento de trincas geradas ao redor de impressões de dureza em materiais frágeis; para este estudo, os autores observaram que a liga $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$ como produzida apresentava um valor de $K_{IC} \approx 1,28 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$, já para a liga $\text{Al}_{50}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}\text{Si}_{15}$ esse valor era de $K_{IC} \approx 1,35 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$. Esses valores de K_{IC} estão próximos das ligas $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{10}$ reportado por Koster et al. [110], $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,5}$ estudada por Srivastava et al. [112] e $\text{Al}_{63}\text{Si}_2\text{Cu}_{20}\text{Co}_{15}$ reportado por Mukhopadhyay et al. [113] cujos valores de K_{IC} foram de aproximadamente $1,09 \pm 0,29 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$, $1,20 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ e $1,40 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$, utilizando os mesmos procedimentos de forma empírica.

Fleury et al. [114] estudaram o efeito da adição de partículas de estanho (0% - 30% de fração volumétrica) nas propriedades mecânicas à temperatura ambiente de compósitos $(\text{Al}_{62}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,5})_{100-x}\text{Sn}_x$ e $(\text{Al}_{61}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,5}\text{B}_1)_{100-x}\text{Sn}_x$ contendo partículas QC's. Os testes de tenacidade à fratura foram realizados utilizando o método de flexão de três pontos em amostras com entalhes. O

tamanho do entalhe reto feito nos corpos de prova em formato de paralelepípedos era de 0,4 mm de largura e 1,0 mm de profundidade. Os pesquisadores observaram que o valor médio da tenacidade à fratura para os compósitos Al-Cu-Fe-B/10 vol.%Sn foi de $4,0 \pm 0,5 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$. Em comparação com as ligas Al-Cu-Fe-B como produzida, a adição de estanho resultou em um aumento de três vezes da tenacidade à fratura.

Shadangi et al. [115] processaram pós de compósitos icosaédricos quasicristalinos (i-QC) da liga $\text{Al}_{62,5}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12,5}$ reforçados com Sn processados por meio de moagem mecânica (MM) seguida de prensagem a quente e sinterização sem pressão. A estrutura, microestrutura e tenacidade dos pós e amostras em forma de *bulk* foram investigadas por difração de raios X (DRX), microscópio ótico (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e dureza. A tenacidade à fratura da liga $\text{Al}_{62,5}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12,5}$ fundida e recozida a 800°C foi de aproximadamente $1,58 \pm 0,27 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$, já o valor da tenacidade à fratura da mesma liga contendo 10%Sn (prensada a quente) foi de $1,92 \pm 0,2 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ e para a liga contendo os mesmos 10%Sn (prensada a quente + recozimento por 800°C por 4h), esse valor foi de $1,81 \pm 0,16 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$. O aumento na tenacidade à fratura das amostras que passaram pelo processamento de prensagem a quente pode ser atribuído à inibição de trincas devido às partículas de estanho com caráter dúctil.

É evidente que os pesquisadores estão se esforçando para aprimorar a tenacidade à fratura em ligas formadoras de fase QC. No entanto, as técnicas de processamento previamente relatadas têm se mostrado limitadas para a realização de testes conforme as normas estabelecidas. Superar os desafios associados à produção de amostras com microestruturas homogêneas dessas ligas tem sido uma questão crítica. Os estudos anteriores sobre ligas QC apresentavam matrizes frágeis e uma menor porcentagem de alumínio, resultando em valores inferiores de ductilidade e tenacidade à fratura. Entretanto, a liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$, objeto do presente estudo, possui uma maior quantidade de alumínio, permitindo a combinação das características dúcteis com a resistência das partículas precipitadas QC na matriz. Essa composição

propõe um comportamento semelhante ao de um compósito, aumentando sua viabilidade.

Com os avanços recentes na literatura, especialmente na fabricação dessas ligas por meio da técnica de L-PBF, e os resultados satisfatórios alcançados, torna-se viável a produção de amostras adequadas para a realização de testes de K_{IC} . Esses testes são essenciais para verificar as propriedades de tenacidade à fratura dessas ligas e validar valores mais alinhados com seu desempenho real.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente estudo de mestrado foi conduzido em três fases sequenciais, cada uma delas abordando caracterizações específicas. Na fase inicial, o projeto foi dedicado à produção e subsequente caracterização de lingotes a partir da reciclagem de latas de alumínio. Na segunda etapa, realizou-se a produção de pós metálicos através da atomização a gás da liga, seguida por uma série de caracterizações das propriedades dos pós obtidos. Por fim, na terceira fase, concentrou-se na produção e caracterização detalhada de amostras fabricadas por L-PBF. Cada etapa do projeto é estrategicamente delineada e representada no diagrama da Figura 3.1, proporcionando uma visão clara e concisa do fluxo de trabalho adotado.

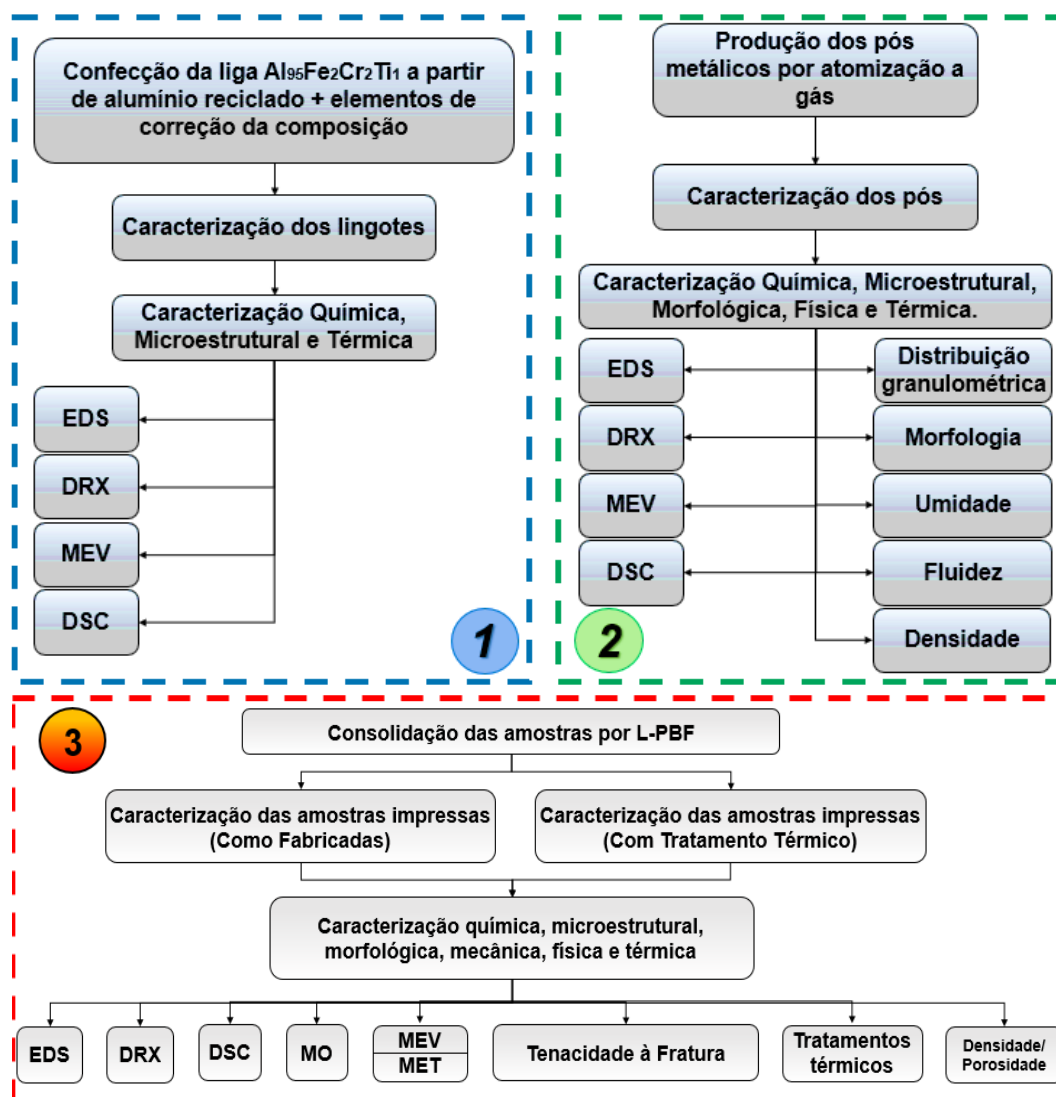


Figura 3.1 - Sequência metodológica empregada no desenvolvimento deste trabalho.

3.1 Primeira etapa do projeto

3.1.1 Confeção dos lingotes da liga mãe

Para promover a produção de ligas sustentáveis, antes de criar os lingotes da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ por meio de fundição convencional, foi essencial inicialmente gerar lingotes da liga mãe a partir de latas de alumínio recicladas. Considerando o histórico de eficiência no processo de fundição convencional de latas de alumínio ($\approx 50\%$) no laboratório de fundição do DEMa/UFSCar, aproximadamente 60 kg dessas latas foram recolhidas para este propósito.

Vale destacar que a composição da tampa das latas de alumínio difere daquela do corpo, pois a tampa contém maiores teores de magnésio e manganês (pertencente à série 5XXX), enquanto o corpo das latas é da série 3XXX. Assim, antes de fundir as latas de alumínio, todas as tampas foram separadas com os lacres (conforme ilustrado na Figura 3.2), facilitando, portanto, os ajustes composicionais subsequentes necessários para obter a liga final objeto de estudo.



Figura 3.2 - Procedimento para obtenção da liga mãe à base de latas de alumínio recicladas: a) Latas de alumínio recicladas após a remoção das tampas; b) Tampas separadas das latas de alumínio; c) Separação dos lacres das tampas.

Após a preparação da matéria-prima, as latas de alumínio, sem tampas e lacres, foram fundidas no laboratório de fundição do DEMa/UFSCar. Utilizou-se um forno de indução Power Trak modelo 50-30R VIP (Figura 3.3 (a)) e um cadinho de alumina com capacidade de até 5 kg de liga de alumínio. O material fundido foi despejado em lingoteiras de grafite, formando barras de aproximadamente 300x55x45 mm e 250x55x45 mm (Figura 3.3 (b)). Como resultado, foram produzidos cerca de 21,4 kg da liga, correspondendo a 14 lingotes de liga mãe (Figura 3.3 (c, d)).

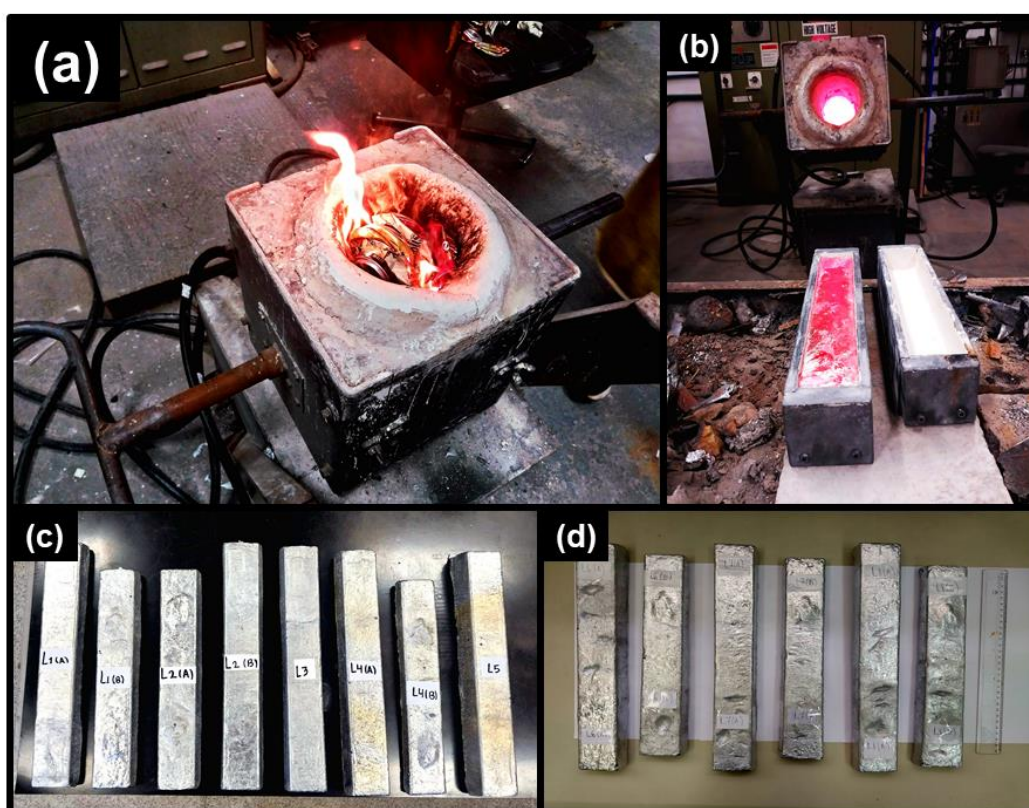


Figura 3.3 - Processo de fundição da liga mãe: (a) Latas de alumínio no interior do forno de indução; (b) Material vazado na lingoteira; (c, d) Lingotes resultantes da liga mãe.

3.1.1.1 Análise da composição química dos lingotes da liga mãe

Após a fabricação dos lingotes da liga mãe, derivados das latas de alumínio sem tampas e lacres, foram retiradas amostras da parte central dos lingotes para análise química utilizando espectrometria de emissão óptica por centelha (S-OES). Em seguida, essas amostras foram examinadas no

microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI QUANTA 400, com espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS), para avaliar a consistência dos resultados de composição química.

As análises foram realizadas no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM/UFSCar). Os resultados médios das análises químicas dos lingotes, obtidos pelas duas técnicas, estão detalhados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição química média da liga mãe das latas de alumínio através de S-OES e MEV-EDS – (%.at.).

Técnica de Análise	Al (%)	Fe (%)	Mg (%)	Mn (%)
(S-OES)	98,0 ± 0,4	0,3 ± 0,2	1,0 ± 0,2	0,6 ± 0,1
MEV (EDS)	98,2 ± 0,2	0,4 ± 0,3	0,8 ± 0,1	0,4 ± 0,1

3.1.2 Confeção da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$

Após a fabricação e a minuciosa análise da composição química dos lingotes da liga mãe, foram realizados ajustes para obter a composição final da liga de estudo ($Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$), baseada na composição química determinada por espectroscopia de emissão óptica com centelha (S-OES). Nesta fase, foram adicionados elementos de alta pureza, incluindo Fe (99,99%p), Cr (99,97%p) e Ti (99,40%p - Grau 2), para alcançar a composição química desejada (Figura 3.4). O procedimento de fusão e obtenção dos lingotes foi o mesmo utilizado na produção da liga mãe, conforme mencionado anteriormente.

Após esse processo, foram obtidos 14 lingotes da liga final com a composição ajustada, totalizando 21,9 kg disponíveis para o próximo passo da atomização a gás. Essa quantidade foi considerada suficiente para garantir a disponibilidade de lingotes reservas, caso fosse necessária a repetição de alguma etapa da atomização.

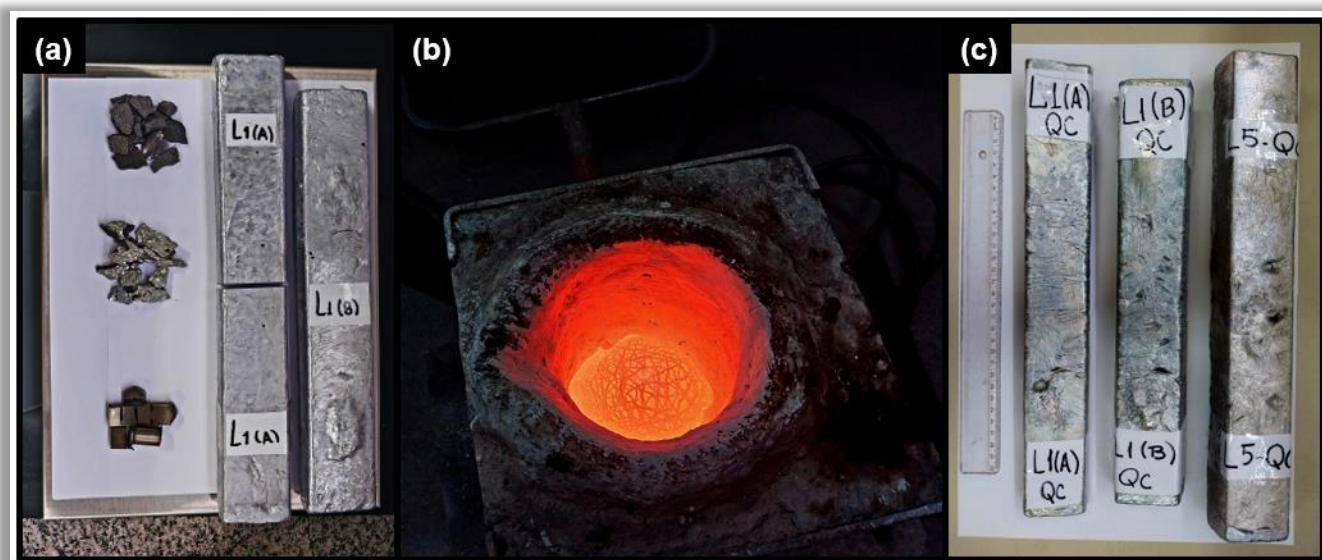


Figura 3.4 - Confeção da liga final $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$: (a) Adição de elementos de liga; (b) Fusão dos elementos e da liga mãe e (c) Lingotes da liga de estudo após a fusão.

3.1.2.1 Análise da composição química

Após a produção dos lingotes da liga de estudo, o procedimento de análise química seguiu o mesmo método utilizado para os lingotes da liga mãe. Foram realizados ensaios de análise química utilizando espectrometria de emissão óptica por centelha (S-OES) e, posteriormente, as amostras foram examinadas também por meio da técnica de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (MEV-EDS), a fim de garantir a consistência dos resultados de composição química. Os dados obtidos estão disponíveis na Tabela 3.2, apresentados como média e desvio padrão para os lingotes da liga produzidos (% atômica).

Tabela 3.2 - Composição química por S-OES e MEV-EDS da liga de estudo após o processo de fundição convencional (%at.).

	Nominal └─┬─>	Al (%)	Fe (%)	Cr (%)	Ti (%)
		95	2	2	1
Técnica de Análise	(S-OES)	92,7 ± 0,8	2,8 ± 0,4	1,8 ± 0,4	1,3 ± 0,4
	MEV (EDS)	94,6 ± 0,1	2,5 ± 0,2	1,6 ± 0,9	0,8 ± 0,2

3.1.2.2 Análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC)

Os ensaios de DSC tiveram o objetivo de constatar a presença de fases quasicristalinas e verificar a estabilidade térmica das mesmas, bem como verificar o ponto de fusão do lingote para a etapa de atomização. Para isso, foi utilizado o equipamento Netzsch modelo DSC 404, operando com taxa de aquecimento e de resfriamento de 40 K/min, sob atmosfera de argônio. As amostras foram submetidas a dois ciclos de aquecimento, cada ciclo térmico consistiu em aquecer a amostra até 910°C. Para esse procedimento, um cadinho de alumina foi utilizado como porta amostra. As análises desta etapa ocorreram no Laboratório de Hidrogênio em Metais (LHM) do DEMa/UFSCar.

3.1.2.3 Difração de raios X (DRX)

Para identificar as diferentes fases presentes nos lingotes obtidos, empregou-se a técnica de difração de raios-X (DRX). Esta etapa foi conduzida utilizando o difratômetro Bruker D8 Advance Eco, equipado com uma fonte de radiação Cu-K α de comprimento de onda $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. A análise foi realizada pelo método de reflexão, abrangendo a faixa de 2Θ de 30 a 90 graus, com um passo de $2^\circ/\text{min}$, utilizando o equipamento disponível no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do DEMa/UFSCar.

Para a interpretação dos picos de difração observados, foram empregados os softwares X'Pert High Score Plus, Vesta (*Visualization for Electronic and Structural Analysis*) e referências bibliográficas pertinentes.

3.1.2.4 Análise da microestrutura por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para analisar a microestrutura dos lingotes, foi utilizado o procedimento de metalografia. As amostras foram cortadas com um disco diamantado na máquina Isomet Cut-Off 5000 da marca Buehler, localizada no laboratório de preparação de amostras do DEMa/Metais/UFSCar. Após o corte, as amostras foram embutidas a frio, lixadas com granulometria de 220 a 2000 micras e polidas com alumina. Em seguida, para avaliar o contraste atômico das fases presentes, as amostras foram examinadas no microscópio eletrônico de

varredura (MEV) FEI QUANTA 400, usando um detector de elétrons retroespalhados (*Backscattered Electron* - BSE) no CCDM/UFSCar. A análise de mapeamento dos elementos químicos foi realizada com o MEV TESCAN MIRA (4ª geração) no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE/UFSCar).

3.1.3 Análise das fases presentes por simulação termodinâmica

Devido à escassez de estudos na literatura sobre a demonstração e caracterização das fases estáveis no diagrama Al-Fe-Cr-Ti via processos de fundição, os quais tipicamente geram microestruturas grosseiras, é fundamental realizar uma investigação preliminar das fases formadas em temperatura ambiente. Esse estudo se torna ainda mais relevante, considerando que amostras processadas nessas condições serão submetidas a testes de tenacidade à fratura.

Para isso, foi utilizado o software Pandat 2023, com a base de dados Al2023, para a construção de isopletras da liga em questão. Os teores de cromo, ferro e titânio foram variados de modo a correlacionar o campo de fases presente com as composições químicas dos lingotes, conforme indicado na Tabela 3.2, que também apresenta os desvios padrão associados.

3.2 Segunda etapa do projeto

3.2.1 Atomização a gás da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$

Para a fabricação de pós metálicos da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$, foi empregado o uso do equipamento Gas Atomiser HERMIGA 75/5VI (EAC), fabricado pela empresa PSI-Phoenix Scientific Industries Ltd. Conforme especificações do fabricante, esse equipamento possui uma capacidade de produção de pó de liga de alumínio que varia entre 3 a 8 kg. O Gas Atomiser HERMIGA 75/5VI encontra-se disponível no Laboratório de Atomização e Revestimento do DEMa/UFSCar, conforme destacado na Figura 3.5.



Figura 3.5 - Atomizador a gás (Gas Atomiser HERMIGA 75/5VI (EAC) - PSI-Phoenix Scientific Industries Ltd) disponibilizado no DEMa/UFSCar.

Conforme mencionado anteriormente, após a fabricação dos lingotes da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$, foi disponibilizado um total de 21,9 kg (incluindo os lingotes reservas, caso fosse necessário). Devido à limitação do cadinho conforme especificado pelo fabricante do equipamento de atomização a gás, tornou-se necessário realizar duas atomizações. Para executar esta etapa, os lingotes foram cortados e colocados em um cadinho de alumina dentro do forno modelo EKOHEAT, fabricado pela marca Ambrell. Em seguida, os lingotes foram refundidos até em uma faixa de 970 a 990°C e atomizados por jatos de argônio sob uma pressão de 20 bar para produzir os pós metálicos, os quais foram utilizados como matéria-prima para as próximas etapas de fabricação das amostras impressas por L-PBF. A Figura 3.6 ilustra o encaixe dos lingotes no cadinho, assim como sua fusão momentos antes do processo de atomização.

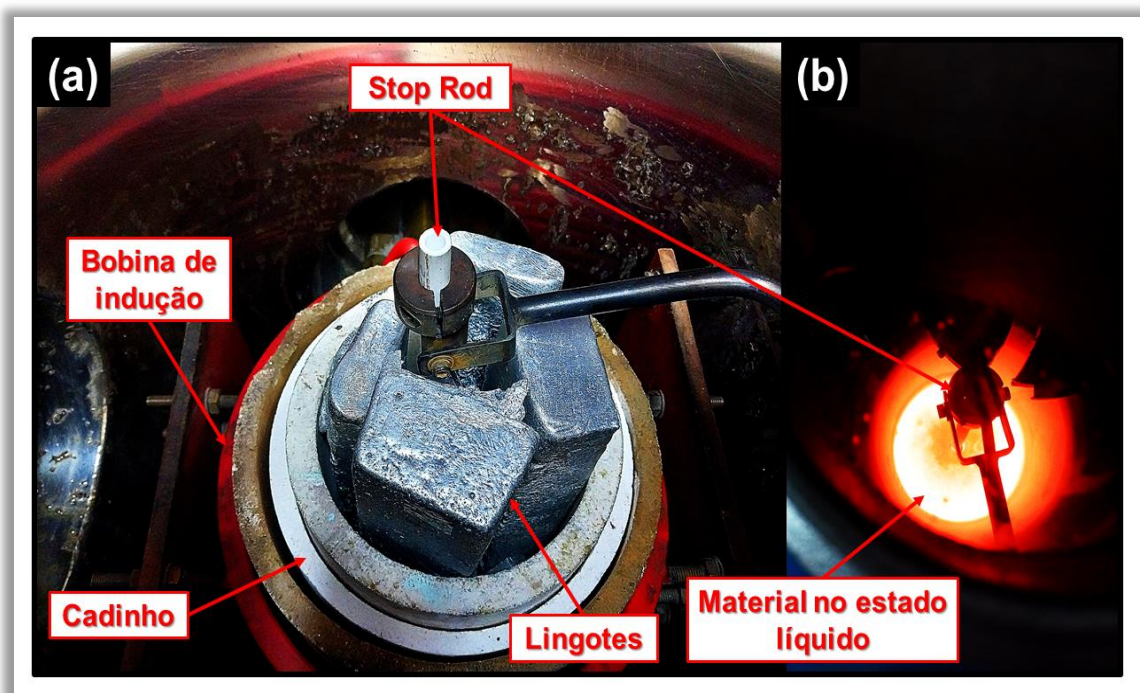


Figura 3.6 - Atomização a gás da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$: (a) Distribuição dos lingotes dentro do cadinho (interior do forno) e (b) Material no estado líquido antes do processo de atomização.

Para a atomização 1 (At.1), foram utilizados 4,354 kg de lingotes, resultando na obtenção de 4,209 kg de pós de liga. Destes, 24,1% foram provenientes do ciclone e 75,9% da garrafa principal. O rendimento em relação à massa dos lingotes foi de 96,7%, o que indica uma eficiência significativa no processamento. Já na atomização 2 (At.2), foram empregados 4,649 kg de lingotes, resultando na obtenção de 4,039 kg de pós. Deste total, 27,5% foram provenientes do ciclone e 72,5% da garrafa principal. O rendimento em relação ao total de pó produzido e à massa dos lingotes inseridos foi de 87%, demonstrando também um valor satisfatório em termos de aproveitamento do processo.

Na Tabela 3.3, é possível observar os parâmetros monitorados para cada atomização (At.1 e At.2), juntamente com os valores resultantes da razão entre gás/metálico após a conclusão do procedimento. Ressalta-se, ainda, que essa razão possui extrema relevância, uma vez que quanto mais elevada ela estiver, mais refinado o conjunto amostral dos pós se tornará. Portanto, esse valor pode

servir como um indicativo preliminar da distribuição granulométrica, indicando se a distribuição se encontra mais grosseira ou mais refinada.

Tabela 3.3 - Dados de processamento das atomizações 1 e 2.

Dados de Processamento	At.1	At.2
Pressão inicial dos cilindros [Bar]	135	190
Pressão final dos cilindros [Bar]	75	60
Tempo de Atomização [s]	248	492
Pressão inicial do gás [Bar]	20	20
Pressão final do gás [Bar]	11	7
Razão G/M	6,17	13,8
Diâmetro do bocal [mm]	2,5	2,5
Temperatura de vazamento [°C]	970	990
Carga inicial dos lingotes - [Kg]	4,354	4,649
Pós obtidos no Ciclone - [Kg]	1,013	1,112
Pós obtidos na Garrafa - [Kg]	3,196	2,926
Rendimento [%]	96,7	87

3.2.2 Caracterização dos pós obtidos das atomizações (ciclone, garrafa principal e global)

Antes de proceder ao fracionamento das faixas granulométricas dos pós obtidos nas duas atomizações, foi realizada uma caracterização abrangente dos pós do ciclone, da garrafa principal e da amostra global. A amostra global, mencionada aqui, refere-se à amostra da garrafa principal homogeneizada com a amostra do ciclone para cada atomização mantendo as proporções mássicas para uma representação fiel aos conjuntos amostrais.

3.2.2.1 Distribuição granulométrica: espalhamento de LASER

As amostras globais, assim como as amostras do ciclone e da garrafa principal de cada atomização, foram submetidas a um ensaio para determinar sua distribuição granulométrica. A técnica de espalhamento de LASER foi realizada de acordo com a norma ASTM B822 [116], utilizando o equipamento Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer 930 da Horiba, no Laboratório de Materiais Vítreos (LaMaV) do DEMa/UFSCar.

No ensaio, uma solução contendo partículas de metal é atravessada por um feixe de LASER, gerando um perfil de distribuição granulométrica a partir do espalhamento da luz. Foi necessário conhecer o índice de refração do material analisado ($n \approx 1,55$) e do meio líquido (n_{meio}), para calcular o índice de refração relativo ($n_{\text{rel.}} = n_{\text{material}}/n_{\text{meio}}$) [10]. No entanto, uma limitação dessa técnica é a suposição de que todas as partículas são esféricas, o que nem sempre é o caso.

O meio utilizado para manter as partículas em suspensão foi o etilenoglicol, com densidade aproximada de $1,11 \text{ g/cm}^3$ e índice de refração de 1,42 conforme especificado em literaturas [10, 77]. Para evitar a sedimentação e aglomeração das partículas, foi utilizado um equipamento de ultrassom antes da realização do ensaio.

3.2.3 Fracionamento dos pós do ciclone e da garrafa principal das atomizações

As amostras representativas dos pós com granulometria abaixo de $75 \mu\text{m}$ (utilizada na técnica de L-PBF) de cada atomização foram classificadas por peneiramento em cinco faixas: $<20 \mu\text{m}$, $20-32 \mu\text{m}$, $32-45 \mu\text{m}$, $45-75 \mu\text{m}$ e $75-106 \mu\text{m}$. Para isso, utilizou-se o equipamento "Haver EML Digital Plus – Test Sieve Shaker" da marca Haver & Boecker. O peneiramento foi realizado com uma amplitude de vibração de 40% e tempo de peneiramento de 40 minutos a cada 100 gramas. A classificação granulométrica foi feita com peneiras de aço da marca Bronzinox, com aberturas de $20 \mu\text{m}$, $32 \mu\text{m}$, $45 \mu\text{m}$, $75 \mu\text{m}$ e $106 \mu\text{m}$. Destaca – se que essa etapa seguiu a norma ASTM B214-16 [117].

3.2.3.1 Densidade esquelética por picnometria de gás hélio

Para determinar a densidade esquelética do conjunto de pós atomizados a gás e peneirados, foi adotado o método de picnometria por gás hélio conforme estabelecido pela norma ASTM B923-22 [118]. Este procedimento foi realizado utilizando o equipamento "AccuPyc 1330 - Micromeritics", disponível no Laboratório de Cerâmica do DEMa/UFSCar.

Para esta análise, uma amostra foi selecionada e submetida a cinco ensaios para cada faixa granulométrica correspondente a cada atomização, abrangendo os intervalos de tamanho de partícula: <20 μm , 20-32 μm , 32-45 μm , 45-75 μm , 75-106 μm e >106 μm . Dessa forma, foi possível estimar a variação da porosidade interna das partículas em relação aos seus tamanhos.

3.2.4 Análise da fluidez e densidade aparente em funil de Carney para os pós de 20-75 μm

Os pós destinados à impressão por L-PBF não consistem em faixas granulométricas específicas, como 20-32 μm , 32-45 μm e 45-75 μm , mas sim em uma mistura desses intervalos (20-75 μm). Portanto, os pós em diferentes faixas do ciclone e da garrafa das duas atomizações foram combinados para obter uma faixa abrangente de 20-75 μm .

Após a mistura, foram retiradas cinco amostras de 50 gramas de cada grupo amostral da garrafa principal (20-75 μm) das atomizações 1 e 2. Já para o conjunto amostral do ciclone, na mesma faixa de 20-75 μm , foram retiradas três amostras de 50 gramas. Para cada amostra retirada, os testes de fluidez foram conduzidos cinco vezes para garantir a reprodutibilidade das medidas. Após cada teste de fluidez, as densidades aparentes das amostras foram medidas utilizando os grupos amostrais. Os testes de fluidez utilizando o funil de Carney seguiram a norma ASTM B964-16 [119], enquanto os testes de densidade aparente utilizando o mesmo funil foram realizados conforme a norma ASTM B417-18 [120].

3.2.4.1 Tratamentos de secagem dos pós (20-75 μm)

Após uma avaliação parcial da fluidez de partículas de 20 a 75 μm provenientes da garrafa principal das atomizações 1 e 2, constatou-se fluidez suficiente para a união dos pós. Posteriormente, os pós nessa faixa de ambas as atomizações foram misturados e homogeneizados, formando um único conjunto denominado "mistura" para impressão por L-PBF. Após a mistura, a fluidez e a densidade aparente foram reavaliadas com o método do funil de Carney.

Os pós da mistura foram submetidos a um processo de secagem rigoroso para evitar a absorção de umidade, que poderia comprometer significativamente a fluidez do material. Para isso, duas faixas de temperatura foram selecionadas: 80°C e 150°C, utilizando dois tipos de equipamentos: uma estufa com recirculação de ar (SolidSteel) e um forno a vácuo (EDG 3000-Vácuo) com atmosfera controlada de argônio, ambos localizados no DEMa/UFSCar. Os tempos de secagem variaram entre 45 minutos, 6 horas e 24 horas. Após o processo, foram avaliadas a fluidez e a densidade aparente dos pós, a fim de identificar a condição ideal de secagem.

3.3 Terceira etapa do projeto

3.3.1 Estudo de otimização de parâmetros do processo L-PBF

Após a caracterização dos pós atomizados a gás, foi essencial determinar os parâmetros ideais de velocidade de varredura e potência do laser para a impressão por L-PBF, visando máxima resistência mecânica e densificação, minimizando defeitos.

Para a seleção dos parâmetros, foi utilizado como referência um estudo recente com a liga AA2017 [121], que possui características semelhantes à liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ analisada neste projeto. A liga AA2017 foi impressa na mesma máquina utilizada neste trabalho, o que permitiu uma configuração precisa dos parâmetros de impressão.

Após a seleção dos parâmetros de impressão com base na literatura, foi planejada a disposição de 27 cubos de 10x10x10 mm em um substrato de AlSi10Mg . As potências variaram de 200 a 300 W em incrementos de 50 W (200,

250 e 300 W), e as velocidades de varredura variaram de 400 a 2000 mm/s, com incrementos de 100 mm/s até 1000 mm/s e de 500 mm/s a partir desse valor (400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000, 1500 e 2000 mm/s).

A máquina utilizada, OminiSint da marca OMNITEK (Figura 3.7), foi empregada tanto para a otimização dos parâmetros quanto para a produção dos corpos de prova, no Instituto SENAI de Inovação em Materiais Avançados (ISI) em São Paulo – Santo Amaro.



Figura 3.7 - Máquina utilizada para impressão das amostras (OMNITEK – OminiSint) – ISI SENAI Santo Amaro (SP).

3.3.2 Caracterização das amostras

Após a fabricação dos cubos, uma série de análises foi realizada. Devido à necessidade de uma alta densificação para os corpos de prova, foi crucial conduzir estudos detalhados de caracterização dos cubos para determinar a condição ideal. As etapas de caracterização por DRX, DSC e MEV não serão mencionadas novamente, pois seguiram os mesmos parâmetros adotados para os lingotes.

3.3.2.1 Densidade por Arquimedes

Para determinar as amostras com melhor densificação, foi realizado o ensaio de densidade por Arquimedes conforme a norma ASTM B311-22 [122]. Esta técnica envolve a pesagem da amostra no ar e sua imersão em um líquido de densidade conhecida, como água destilada, permitindo calcular o volume e a densidade do material. A reprodutibilidade foi aumentada realizando 5 medidas para cada amostra, garantindo que a divergência de massa não excedesse 2%, conforme a norma.

3.3.2.2 Metalografia e análise de porosidade

Para validar os resultados obtidos pelo método de densidade de Arquimedes, os cubos foram seccionados e examinados em cortes transversais e paralelos à direção Z de construção. As amostras foram lixadas com abrasivos de 220 a 2000 micras e polidas com alumina e pasta de diamante. A correlação entre a velocidade de varredura e a potência do laser foi estabelecida e validada com base nos resultados de densidade. Valores de porosidade e características da poça de fusão foram analisados por microscopia óptica e processadas pelo software *ImageJ*. Três parâmetros de velocidade e potência foram selecionados para análises detalhadas, visando a melhor condição para a fabricação dos corpos de prova destinados ao ensaio de K_{IC} .

3.3.2.3 Tomografia computadorizada (Porosidade)

Após selecionar três parâmetros ideais para as amostras, que melhor atendiam à janela de processamento, uma análise detalhada da estrutura porosa e sua distribuição no volume foi realizada por tomografia computadorizada. Essa etapa foi crucial para garantir uma taxa mínima de formação de poros, especialmente considerando o ensaio de K_{IC} .

As amostras foram analisadas no tomógrafo de raios - X Carl Zeiss Metrotom 800, localizado no Instituto SENAI de Inovação em Manufatura Avançada (ISI – SENAI Suíço Brasileira – Santo Amaro, SP), utilizando os parâmetros específicos: tensão de 100 KV, corrente de 140 μ A, tempo de

integração de 100 ms, ganho de 2,5x, voxel de 20 μm com spot de 20 μm e 800 projeções por unidade amostral.

As análises finais foram processadas no software VGstudio Maxx, versão 2021.1, proporcionando uma caracterização detalhada da estrutura interna das amostras e oferecendo *insights* cruciais sobre sua integridade e qualidade.

3.3.3 Confeção dos corpos de prova de K_{IC} e da Pré – trinca por fadiga

Após definir o parâmetro ideal de velocidade de varredura e potência do laser, foram fabricados corpos de prova para ensaios de K_{IC} , inicialmente com dimensões de 54 mm de comprimento, 13 mm de largura e 7 mm de espessura. O layout de impressão no substrato está ilustrado na Figura 3.8. Foram realizadas três corridas de impressão: as duas primeiras para produzir amostras nas direções de 0° e 90° em relação ao substrato, enquanto a terceira gerou amostras a 45°, visando maior segurança e prevenção de problemas mecânicos durante a impressão. Este layout foi elaborado utilizando o software *SolidWorks* 2020.

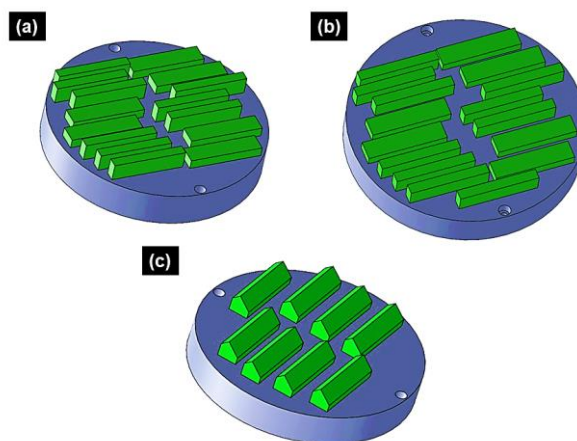


Figura 3.8 - Layout dos CP's no substrato: (a, b) Primeira e segunda corrida de impressão (0 e 90° de construção) e (c) Terceira corrida a 45° de construção.

Após a impressão das amostras, elas foram submetidas a lixamento e polimento para remover rugosidades superficiais e aprimorar o acabamento. Em seguida, foram usinadas por eletroerosão para formação do entalhe, conforme a norma ASTM E399 [109]. Após esses procedimentos de melhoria do

acabamento e usinagem, as dimensões dos corpos de prova foram ajustadas, conforme mostrado na Figura 3.9.

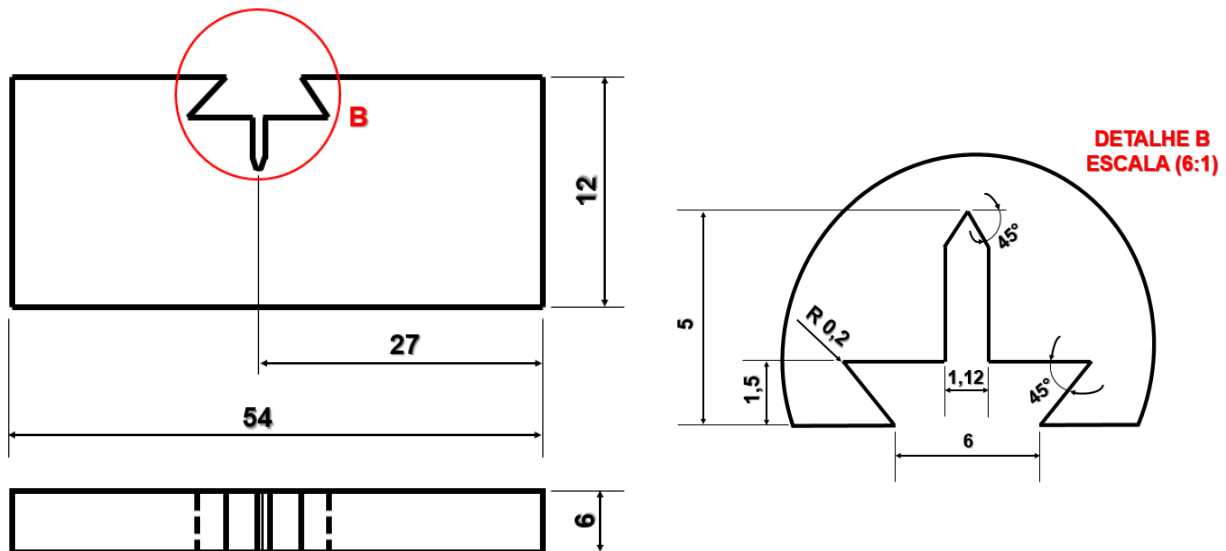


Figura 3.9 - Dimensões dos CP's para a realização dos ensaios por K_{Ic} .

Posteriormente, para a confecção da pré – trinca foi utilizado a máquina Servo Hidráulica da marca Instron modelo 8872 para ensaios de fadiga, no qual utilizou-se uma célula de carga de 5 KN. A amplitude de carga seguiu a norma ASTM E399 [109] com uma razão de 0,1 seguindo a Equação 3.1.

$$P_m = \frac{0,5 \cdot B \cdot b_0^2 \cdot \sigma_y}{S} \quad (\text{Equação 3.1})$$

Onde:

B → Espessura do corpo de prova;

b_0 → $(W - a_0)$, no qual W é a largura do corpo de prova e a_0 é o comprimento do entalhe;

σ_y → Tensão de escoamento do material (ou da liga);

S → Distância entre apoios $(4W \pm 0,2 W)$.

3.3.3.1 Tratamentos térmicos

Para realizar análises comparativas da tenacidade à fratura sob diferentes tratamentos térmicos, foi realizado um estudo com várias temperaturas e tempos de aplicação em pequenos cilindros (diâmetro de 3 mm e comprimento de 5 mm) da liga impressa $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$.

Após a aplicação dos tratamentos térmicos, foi escolhido aquele que aliviou a tensão das amostras sem prejudicar suas propriedades mecânicas, como a dureza. Essa condição ideal dos tratamentos térmicos foi então aplicada a algumas amostras destinadas aos ensaios de tenacidade à fratura, sendo denominado neste trabalho como tratamento térmico de alívio de tensão (HT1 – *Heat Treatment 1*). Na Tabela 3.5 são apresentados os parâmetros de tempo e temperatura utilizados para a obtenção da melhor condição do tratamento HT1; esses parâmetros foram atribuídos mediante estudos e verificação no “Metals Handbook Vol.4” [123].

Tabela 3.4 - Parâmetros de tratamentos térmicos empregados (Alívio de Tensão).

Temperatura [°C]	Tempo do tratamento térmico (10 tempos empregados)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
190	30 min	1 h	3 h	6 h	9 h	12 h	24 h	48 h	72 h	96 h
220										

O segundo tipo de tratamento térmico empregado para a análise comparativa foi um ciclo de decomposição da fase quasicristalina (QC) nas amostras impressas. Após estudos na literatura [17, 59], o segundo tratamento consistiu no aquecimento de uma fração das amostras a 525°C por 30 minutos. Este tratamento foi o suficiente para a decomposição da fase QC, e o mesmo foi denominado de tratamento de decomposição do QC (HT2 – *Heat Treatment 2*). Destaca – se que os tratamentos aqui empregados foram aplicados antes da realização da pré – trinca dos CP's.

3.3.3.2 Ensaios de tenacidade à fratura

Para os ensaios de tenacidade à fratura após a confecção da pré – trinca por fadiga, foi utilizada a máquina da marca Instron e modelo 5500R com capacidade de até 250 KN localizada no laboratório de ensaios mecânicos do DEMa/UFSCar. Para isso, utilizou – se o ensaio padrão de flexão de 3 pontos com uma taxa de avanço de 1 mm/min. Esse ensaio foi seguido de acordo com a norma ASTM E399 [109] utilizando um extensômetro na abertura do entalhe com capacidade de detecção de até 2 mm.

Este ensaio gera uma curva do tipo força (N) por deslocamento da abertura da boca da trinca (mm) ao longo da aplicação da força. Após os ensaios, foi possível coletar valores de força máxima ($P_{máx}$), valores de P_Q (referente a inclinação de 5% em relação a curva do ensaio) e o deslocamento na força máxima para a realização dos cálculos da tenacidade à fratura do material (ou liga). O fator K_Q foi calculado em conformidade com a mesma norma, aplicando-se a Equação 2.2 (previamente demonstrada), complementada pelo fator geométrico definido na Equação 3.2, da seguinte forma:

$$f\left(\frac{a_i}{W}\right) = \left[\frac{\left(3 * \left(\frac{a_i}{W}\right)^{\frac{1}{2}} * \left[1,99 - \left(\frac{a_i}{W}\right) * \left(1 - \left(\frac{a_i}{W}\right)\right) * \left(2,15 - 3,93 \left(\frac{a_i}{W}\right) + 2,7 \left(\frac{a_i}{W}\right)^2 \right) \right] \right)}{2 * \left(1 + 2 \left(\frac{a_i}{W}\right)\right) * \left(1 - \left(\frac{a_i}{W}\right)\right)^{\frac{3}{2}}} \right]$$

(Equação 3.2)

Dessa forma, com base nas duas equações mencionadas, os dados de entrada a serem considerados são:

P_Q → Força condicional obtida à partir da reta secante na curva do ensaio;

S → Distância entre apoios ($4W \pm 0,2 W$);

a_i → comprimento do entalhe contabilizado com a pré - trinca;

W → Largura do corpo de prova;

B → Espessura do corpo de prova;

B_n → Espessura do corpo de prova caso ele possua entalhes laterais ($B_n = B$ caso não possua).

Após essa etapa, os critérios de aceitação foram avaliados de acordo com a norma ASTM E399 [109]. Especificamente, a razão entre $P_{m\acute{a}x}$ e P_Q não deveria ultrapassar 1,10, e a dimensão $(W - a_i)$ precisava ser igual ou superior a $2,5 \cdot \left(\frac{K_Q}{\sigma_{YS}}\right)^2$. Para os valores de σ_{YS} , foram utilizados 400 MPa, 412 MPa e 404 MPa para as amostras construídas a 0°, 45° e 90°, respectivamente. Esses valores foram baseados em estudos recentes de Araújo et al. [124] especificamente sobre a liga em questão nesta dissertação.

3.3.3.3 Fractografia

Após os ensaios, as superfícies de fratura foram analisadas utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) na função de elétrons secundários (*secondary electrons* – SE) para análise de contraste de relevo. Para isso, foi utilizado o equipamento FEI QUANTA 400 disponibilizado nas instalações do CCDM/UFSCar. Nessa análise, também foi contemplada a região perpendicular ao plano da fratura na função de elétrons retroespalhados (*Backscattered Electron* – BSE) para a verificação do contraste atômico, assim, foi possível analisar o caminho percorrido pela trinca no momento do ensaio mecânico e compreender o seu comportamento em relação as poças de fusão do material impresso.

Para uma análise macroscópica do perfil da fratura, foi utilizado o estereomicroscópio Olympus SZ61, disponível no laboratório do grupo de pesquisa em Microestruturas e Propriedades em Processos de Solidificação (M2PS/DEMa/UFSCar), com capacidade de aumento de até 45 vezes.

3.3.3.4 Análise das fases presentes por microscopia eletrônica de transmissão (MET)

Para essa etapa, foram preparadas amostras para análise por meio da técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET). As amostras foram

inicialmente lixadas com lixas de granulometria 220, 320, 400, 600 e 1200. Em seguida, foram refinadas através da técnica de PIPS (polimento iônico de precisão) no laboratório de caracterização estrutural (LCE).

Essas análises foram essenciais para a identificação da morfologia da fase QC, de seu tamanho e distribuição, bem como para a validação da eficácia dos tratamentos térmicos aplicados. Nesta etapa, utilizou-se o microscópio eletrônico de transmissão da marca FEI TECNAI G² F20 localizado nas instalações do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE - DEMa/UFSCar).

Destaca-se que, para os pós metálicos e para as amostras impressas, foram realizadas análises como difração de raios-x (DRX) para identificação das fases presentes e calorimetria exploratória diferencial (DSC) para determinar a temperatura de transformação dessas fases. A fase QC recebeu atenção especial em quanto à sua estabilidade e temperatura de decomposição. Além disso, foram conduzidas análises de MEV para avaliar a microestrutura, morfologia e composição das amostras. Como a liga permaneceu constante ao longo do estudo, os parâmetros das técnicas de caracterização e os equipamentos utilizados (DRX, DSC e MEV) foram os mesmos utilizados para a caracterização dos lingotes.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização dos lingotes da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$

4.1.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Na Figura 4.1, é apresentada a análise microestrutural dos lingotes resultantes do processo de fundição convencional, realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Esta análise revelou uma diversidade de fases com distintas morfologias. Cinco tipos principais de morfologias foram identificados na microestrutura dos lingotes, sendo destacados por setas coloridas para facilitar a visualização.

As fases indicadas pelas setas vermelhas exibem uma morfologia semelhante a pequenas agulhas, distribuídas de forma homogênea na matriz de alumínio, com um tamanho médio de aproximadamente 80 μm . Em contrapartida, as fases apontadas pelas setas azuis possuem um tamanho médio superior a 250 μm . As setas laranjas indicam fases com morfologia irregular e tamanho variável entre 50 e 200 μm , podendo apresentar exceções em regiões com variações significativas de tamanho, como ilustrado na Figura 4.1 (c), onde uma dessas fases se aproxima de 500 μm em extensão.

O quarto tipo de morfologia, destacado pelas setas verdes, apresenta um formato hexagonal bem definido, variando entre 10 e 150 μm conforme exemplificado na Figura 4.1 (d). Por último, as fases indicadas pelas setas amarelas exibem uma morfologia em ripas, com extremidades irregulares dispersas na matriz, inclusive sobrepondo-se a outras morfologias mencionadas anteriormente. O tamanho médio dessas fases variou entre 50 e 250 μm .

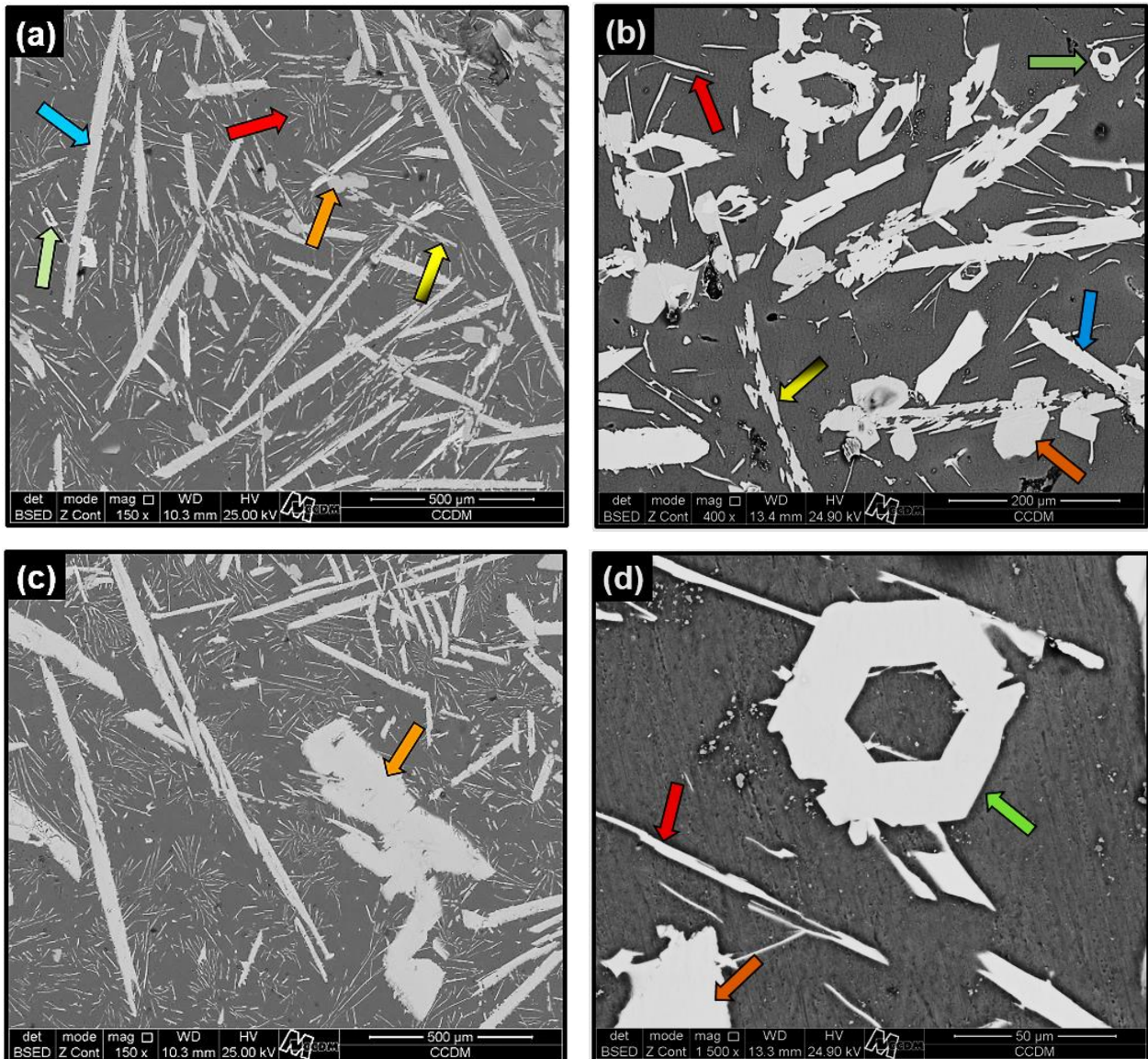


Figura 4.1 - Microestrutura da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ produzida por fundição convencional: (a) Demonstração das fases presentes na microestrutura. (b) Segunda região de análise demonstrando a dispersão homogênea das fases presentes nos lingotes obtidos. (c) Fase com morfologia irregular demonstrando uma exceção de seu tamanho ($\approx 500 \mu\text{m}$). (d) Fase com morfologia definida, evidenciando a região interna hexagonal.

Após a análise da microestrutura por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV), visando investigar a distribuição dos elementos químicos ao longo desta microestrutura, procedeu-se à execução de um mapeamento por espectroscopia por energia dispersiva (EDS). Na Figura 4.2, são apresentados os mapas que destacam a distribuição espacial desses elementos.

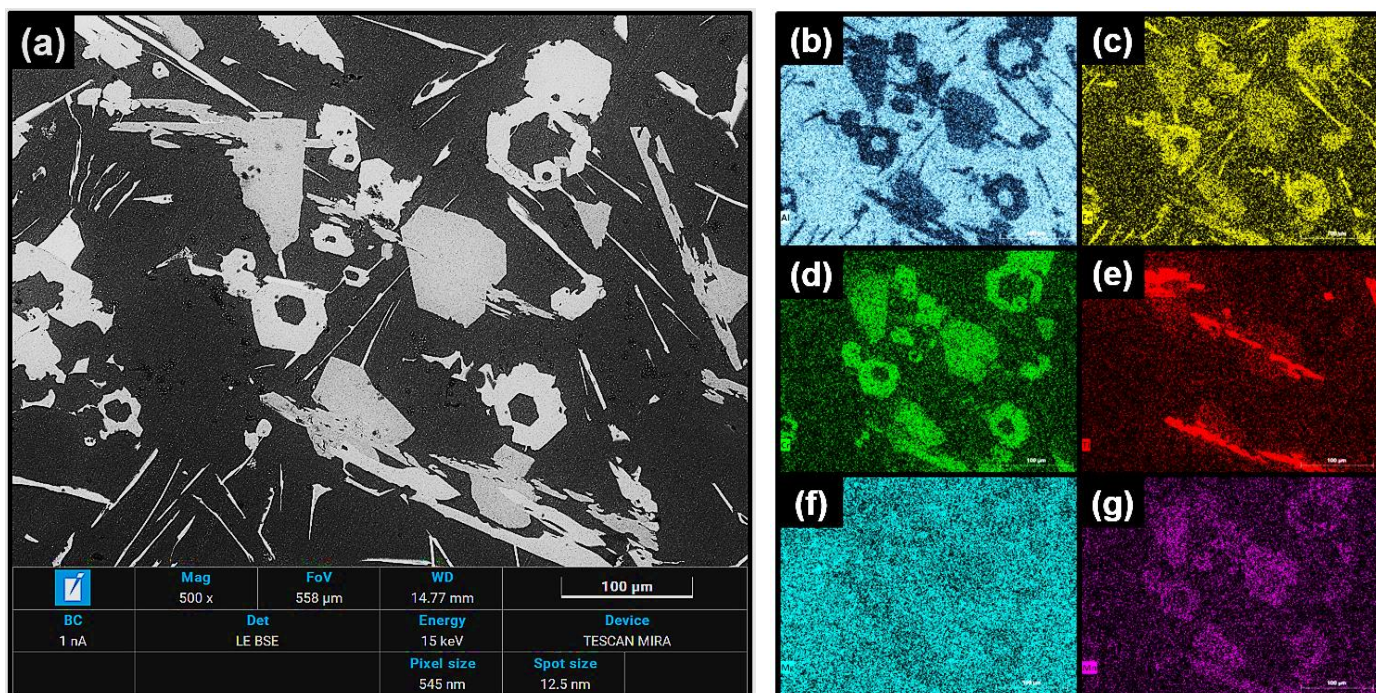


Figura 4.2 - Análise de espectroscopia por energia dispersiva (EDS) - Mapeamento: (a) Região de análise. (b) Al. (c) Fe. (d) Cr. (e) Ti. (f) Mg. (g) Mn.

O mapeamento revelou a presença de elementos de liga, como ferro e cromo, nas fases cuja morfologia exibiam um formato hexagonal (Figura 4.2 (c) e (d)). Por outro lado, nas fases em forma de pequenas agulhas na microestrutura, foi observada exclusivamente a presença de ferro (Figura 4.2 (c)). Uma terceira fase, contendo titânio, também foi identificada, apresentando uma distribuição química única semelhante com as fases em formato de agulha com altas concentrações de ferro (Figura 4.2 (e)).

A presença de magnésio e manganês nos mapas é explicada pela sua natureza residual, proveniente da liga mãe (corpo das latas de alumínio). Para o magnésio, observou-se a formação de uma solução sólida substitucional na matriz de alumínio (Figura 4.2 (b) e (f)). Já o manganês, apresentou uma distribuição mais acentuada nas fases com maiores concentrações de cromo e ferro (Figura 4.2 (g)). Essas observações contribuíram significativamente para uma compreensão mais completa da composição e da estrutura da amostra analisada.

No que concerne à composição dessas fases, foram conduzidas análises pontuais em cada uma delas através da técnica de espectroscopia por energia dispersiva (EDS). Os resultados dessas análises estão apresentados na Tabela 4.1, evidenciando os valores obtidos para as fases previamente mencionadas e analisadas na Figura 4.1.

Tabela 4.1 - Composição química média por EDS das fases presentes nos lingotes.

Morfologia da Fase analisada (Indicação)	Tamanho médio (ou intervalo)	Composição por EDS pontual (% atm)
Agulhas (seta vermelha)	80 μm	Al _{77,15±0,91} Fe _{21,53±0,10} Cr _{1,32±0,13}
Ripas (seta azul)	> 250 μm	Al _{79,72±0,9} Fe _{11,41±0,81} Cr _{8,30±0,12} Ti _{0,57±0,02}
Irregular (seta laranja)	50 - 200 μm	Al _{83,93±0,17} Fe _{5,17±0,11} Cr _{9,07±0,13} Ti _{1,83±0,07}
Esféricas com centro hexagonal (seta verde)	10 - 150 μm	Al _{79,66±0,6} Fe _{9,55±0,16} Cr _{10,41±0,23} Ti _{0,39±0,05}
Ripas com pontas irregulares (seta amarela)	50 - 250 μm	Al _{73,63±0,7} Fe _{0,24±0,08} Cr _{3,24±0,05} Ti _{22,89±0,52}

Com base nos resultados da análise da composição química das fases presentes, bem como na avaliação de sua morfologia, observou-se uma grande semelhança em termos de concentrações atômicas para três das fases presentes: ripas, fases irregulares e fases esféricas. O estudo da solidificação das ligas Al_{96,6}Fe_{1,5}Cr_{1,7}Ti_{0,2} e Al_{91,6}Fe_{4,9}Cr_{2,2}Ti_{1,3}, utilizando a técnica de fundição por sucção em molde de cobre, realizado por Araújo et al. [53], mostrou que essas fases se originam de uma baixa taxa de resfriamento, a qual permite tempo suficiente para a difusão elementar e a decomposição de fases metaestáveis do tipo Al₁₃(Cr,Fe)₂₋₄, resultando na formação de fases intermetálicas estáveis, como Al₁₃Fe₄ (ou Al₃Fe) e Al₁₃Cr₂ (também conhecida como Al₄₅Cr₇ e/ou Al₁₇Cr). Em relação às fases irregulares e esféricas (Tabela 4.1), apesar de apresentarem morfologias distintas, ambas são caracterizadas pela estequiometria Al₁₃Cr₂. As fases em ripas (Tabela 4.1) são identificadas como Al₁₃Fe₄.

No caso das fases com morfologia em formato de agulhas, conforme relatado nesta dissertação (Tabela 4.1), a composição apresentou um elevado

teor de ferro ($\approx 21,53 \pm 0,10\%$ at.). Isso sugere que a fase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ pode ocorrer também com uma morfologia mais refinada na microestrutura, sendo formada a partir do líquido remanescente, segundo a reação: Líquido + $\text{Al}_3\text{Ti} \rightarrow$ Líquido + $\text{Al}_3\text{Ti} + \text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ ($\approx 850^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$) [17, 73, 125].

Por fim, a última fase analisada, caracterizada por ripas com pontas irregulares, apresentou um alto teor de titânio ($\approx 22,89 \pm 0,52\%$ at.). Para essa fase, a literatura indica que se trata da fase Al_3Ti , sendo a fase mais estável em termos de temperatura para essa liga ($> 850^\circ\text{C}$) [17, 125].

4.1.2 Difração de Raios X

Na Figura 4.3, é apresentado o resultado da análise de difração de raios-X do lingote, com o objetivo de verificar as fases presentes. Na análise dos resultados, foi observada uma variação de fases, com a maioria dos picos de difração localizados no intervalo de 37,5 a 47,5 e 72,50 a 75 em 2θ graus. Entre as fases identificadas por meio da indexação dos picos, destacaram-se $\alpha\text{-Al}$, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$, $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e Al_3Ti . Estas fases intermetálicas estáveis, bem como a matriz de alumínio, foram também relatadas por outros autores que estudaram o tratamento de decomposição da fase quasicristalina (QC) [1, 17, 72, 125].

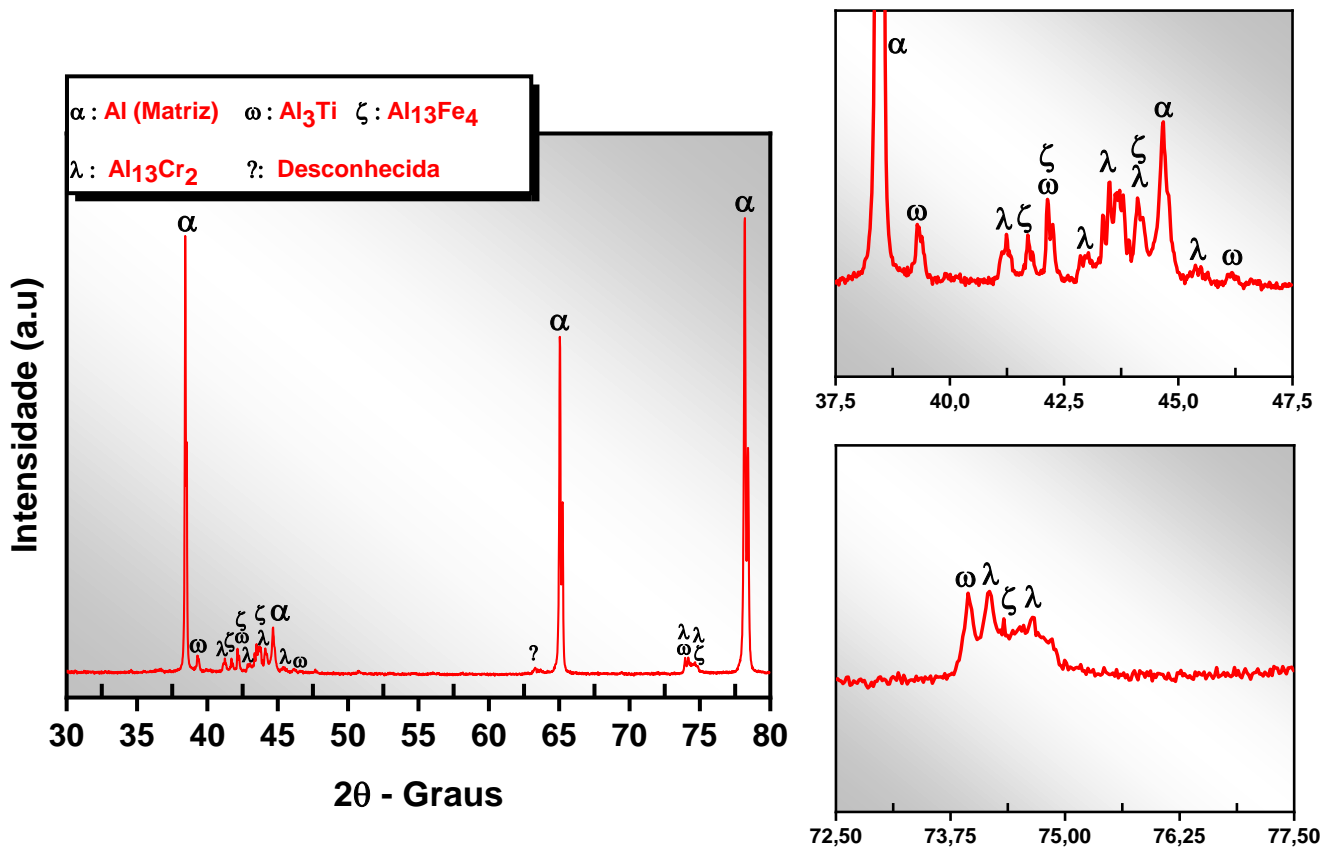


Figura 4.3 - Difração de raios - X do lingote da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$.

4.1.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A análise da temperatura de fusão da liga, das transformações no estado sólido e da estabilidade térmica das fases presentes foi realizada por meio de calorimetria exploratória diferencial (DSC). Na Figura 4.4 (a), os picos destacados na curva estão relacionados a eventos endotérmicos ligados à fusão ou decomposição das fases presentes. Dentre elas, destacam-se a matriz de alumínio (α -Al, com fusão a 660°C), a fase aproximante $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ (802°C), a fase $\text{Al}_{11}\text{Cr}_2$ (830°C) e a fase aproximante $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ (850°C).

Os valores observados neste estudo, com exceção da fase $\text{Al}_{11}\text{Cr}_2$, também foram relatados por outros pesquisadores em ligas $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ [2], $\text{Al}_{96,6}\text{Fe}_{1,5}\text{Cr}_{1,7}\text{Ti}_{0,2}$ e $\text{Al}_{91,6}\text{Fe}_{4,9}\text{Cr}_{2,2}\text{Ti}_{1,3}$ [53], demonstrando temperaturas semelhantes, o que reforça a coerência das fases identificadas. É importante ressaltar que esses autores fabricaram essas ligas utilizando métodos de

processamento distintos, como *mechanical alloying* e fundição em molde de cobre.

Na Figura 4.4 (b), observa-se o intervalo de 500 a 600°C, faixa de temperatura associada à decomposição da fase quasicristalina (QC) [4], sem a presença de picos exotérmicos. Isso era esperado, pois as condições empregadas em relação à taxa de resfriamento não foram suficientes para estabilizar essa fase na microestrutura. Na Figura 4.4 (c), o intervalo de 750 a 910°C destaca a natureza endotérmica dos picos relacionados às fases estáveis para esse sistema anteriormente mencionadas.

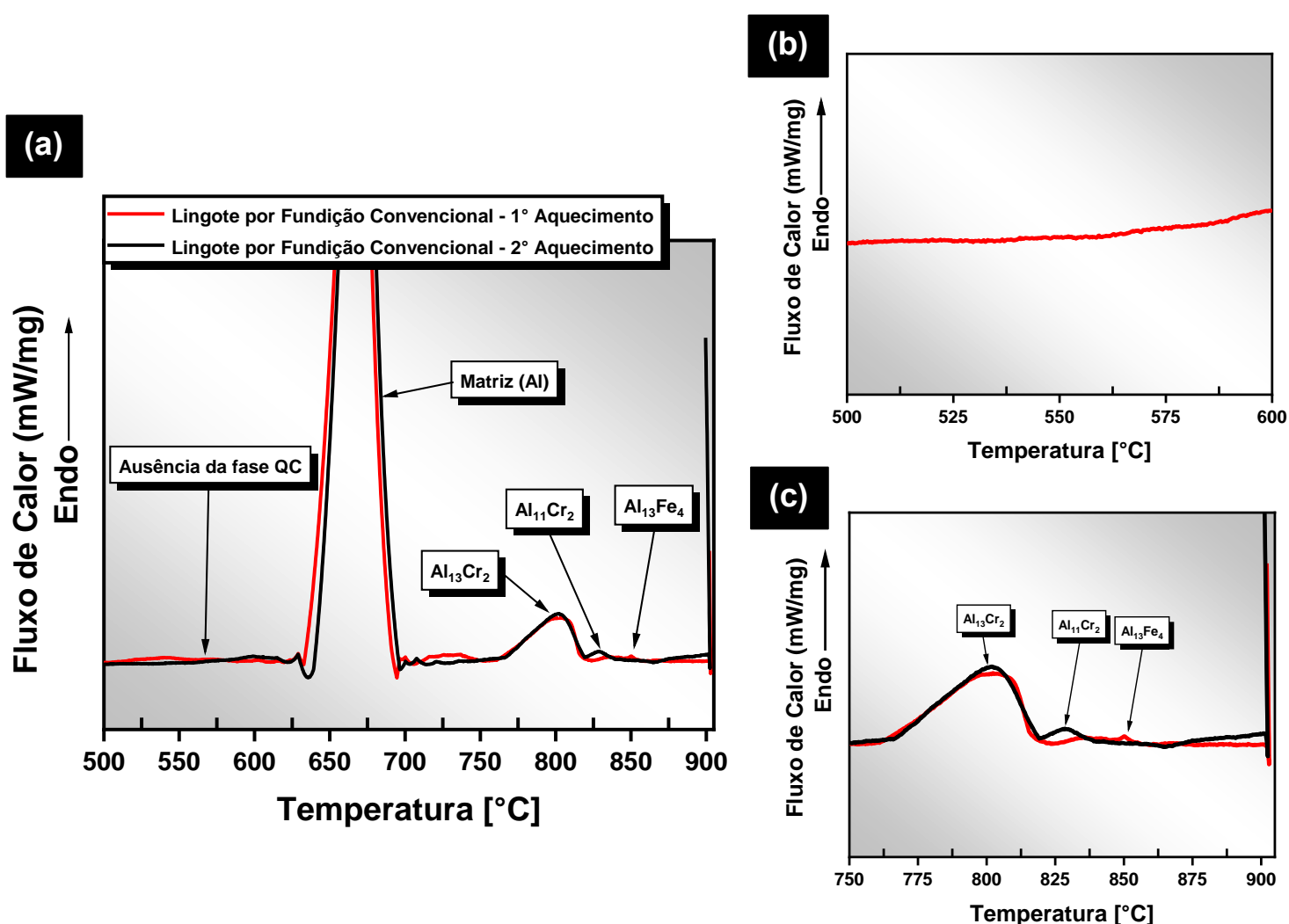


Figura 4.4 - DSC da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ obtida por fundição convencional: (a) Região completa de análise. (b) Intervalo de 500-600°C comprovando a ausência da fase QC e (c) Região demonstrando os picos endotérmicos das fases presentes.

4.1.4 Análise termodinâmica via software Pandat

Para verificar as fases caracterizadas até o momento, bem como suas respectivas temperaturas de estabilização e decomposição, foi realizada uma validação teórica utilizando o software de cálculos termodinâmicos Pandat. Nessa etapa, foi necessário utilizar a composição química média com o desvio padrão obtido por meio de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) (conforme a Tabela 3.2 apresentada).

A Figura 4.5 apresenta três isopletras da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$, nas quais cada uma manteve constante o valor da matriz e de dois elementos de liga, variando apenas a composição de um elemento dentro do limite máximo obtido pelo desvio padrão da Tabela 3.2.

A Figura 4.5 (a - c) mostra que, para todas as composições dentro do intervalo do desvio padrão para cada elemento de liga, as fases presentes em temperatura ambiente seriam $\alpha\text{-Al}$, $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ e Al_3Ti , conforme todas as caracterizações realizadas anteriormente. Já para os valores de decomposição das fases presentes variaram entre $660 \pm 5^\circ\text{C}$ para a matriz ($\alpha\text{-Al}$), $793 \pm 3^\circ\text{C}$ e $851 \pm 10^\circ\text{C}$ para as fases aproximantes $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ e $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e $827 \pm 4^\circ\text{C}$ para a fase $\text{Al}_{11}\text{Cr}_2$, respectivamente. Já para a fase Al_3Ti , sua decomposição foi observada no intervalo de $911 \pm 10^\circ\text{C}$.

Na Figura 4.5 (d), a curva de calorimetria exploratória diferencial (DSC) foi sobreposta às curvas de solidificação de cada fase presente, revelando a relação entre a temperatura ($^\circ\text{C}$) e a fração de fases (%). Essa análise mostrou uma variação mínima entre os picos de decomposição das fases identificadas experimentalmente e as estimadas teoricamente. Como ilustrado na mesma figura, o primeiro pico endotérmico após a decomposição da matriz $\alpha\text{-Al}$ foi atribuído à fase aproximante $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$, cuja temperatura de decomposição teórica foi verificada em um intervalo mínimo de $793 \pm 3^\circ\text{C}$, considerando a liga com exatamente 2% atômico de cromo. No entanto, a curva de DSC mostrou um ligeiro deslocamento para a direita, trazendo o pico endotérmico dessa fase para 802°C , o que está em conformidade com as previsões teóricas reportadas na literatura [6].

De acordo com estudos realizados por Khoruzha et al. [126] em ligas ternárias de Al-Fe-Cr, a transformação incongruente de $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ em $\text{Al}_{11}\text{Cr}_2$ ocorreu a uma temperatura de aproximadamente 795°C , um valor próximo ao obtido neste estudo. Em relação à estabilidade da fase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, os valores têm sido consistentemente demonstrados a uma temperatura próxima a 845°C , o que está em concordância com os resultados apresentados neste estudo para essa mesma fase. Ramon et al. [127] também verificaram a formação da fase $\text{Al}_{11}\text{Cr}_2$ ao resfriar lentamente amostras binárias de Al-Cr (Al-10%Cr) a uma taxa de $2^\circ\text{C}/\text{h}$ a partir de 930°C . A reação de transformação incongruente observada seguia a equação $\text{L} + \text{Al}_{11}\text{Cr}_2 (930^\circ\text{C}) \rightarrow \text{L} + \text{Al}_{13}\text{Cr}_2 (800^\circ\text{C})$.

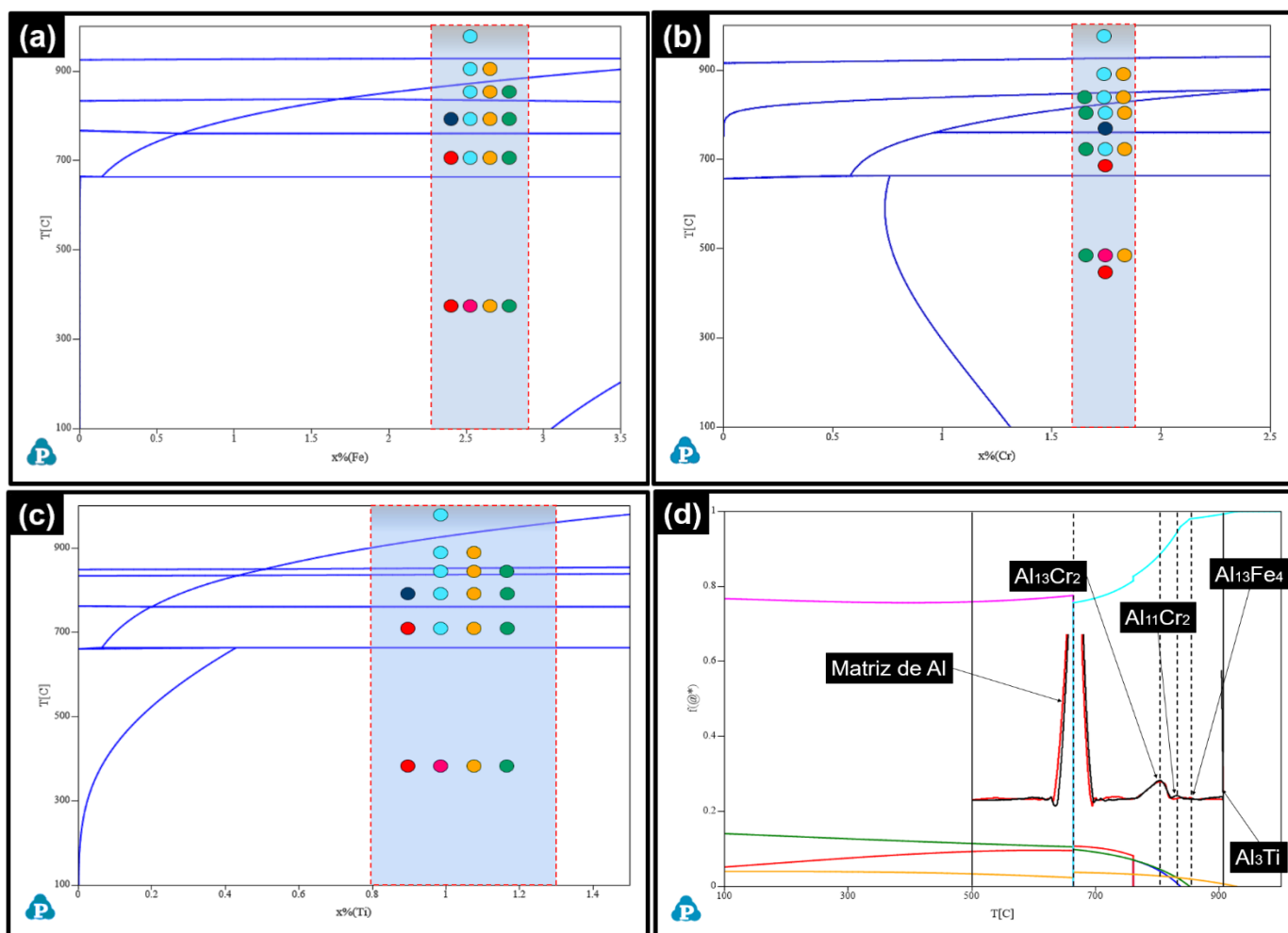


Figura 4.5 - Isopletas da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ variando elementos de liga no intervalo do desvio padrão: (a) Fe. (b) Cr. (c) Ti. e (d) curvas de solidificação com a análise de DSC do lingote.

4.2 Caracterização dos pós metálicos obtidos por atomização a gás

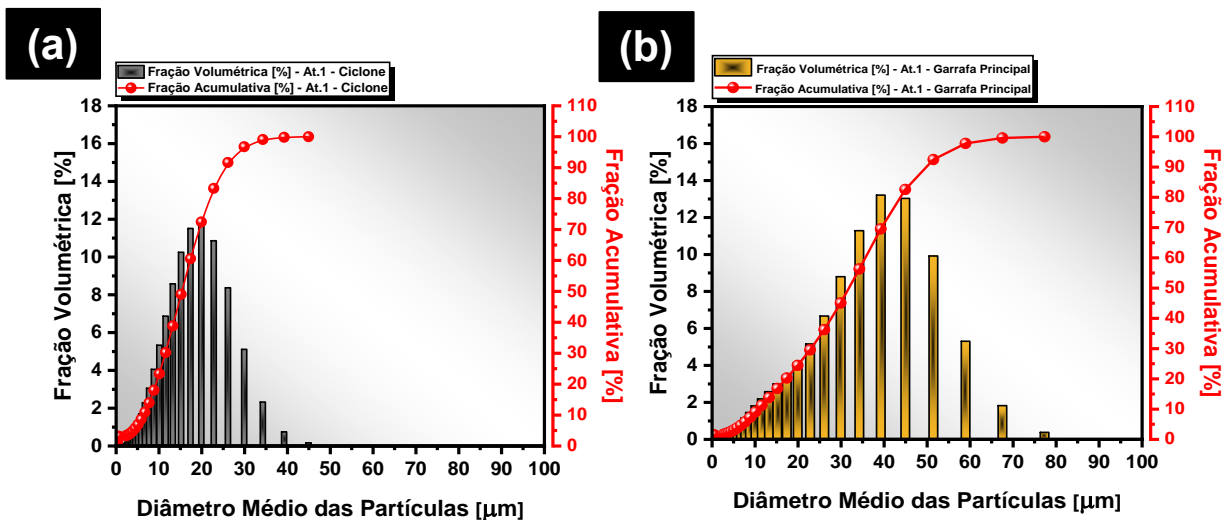
4.2.1 Caracterização dos pós do ciclone, garrafa principal e amostra global

4.2.1.1 Distribuição granulométrica: espalhamento por laser

Conforme descrito anteriormente na seção de materiais e métodos, para a produção das amostras por Fusão em leito de pó a laser (L-PBF), foram realizadas duas atomizações, uma vez que era necessário obter uma quantidade maior de pós na faixa de 20-75 μm para esta produção. Além disso, o atomizador a gás limitava a capacidade dos cadinhos em relação ao volume e uma massa de 7 kg para as ligas de alumínio e 13 kg para as ligas ferrosas.

Após a homogeneização das amostras originadas do ciclone e da garrafa principal em cada etapa de atomização, foram coletadas amostras globais de 200 gramas com o propósito de oferecer uma representação precisa da distribuição granulométrica de cada atomização. Isso foi feito considerando as proporções obtidas entre o ciclone e a garrafa principal em cada processo. Dessa maneira, para os 200 gramas da atomização 1, 48,2 gramas foram extraídas do ciclone, enquanto 151,8 gramas foram coletadas da garrafa principal. Na atomização 2, 55 gramas foram provenientes do ciclone, e 145 gramas da garrafa principal.

As distribuições granulométricas associadas ao ciclone, à garrafa principal e à amostra global de cada etapa de atomização e as curvas acumulativas podem ser visualizadas na Figura 4.6 (a-h).



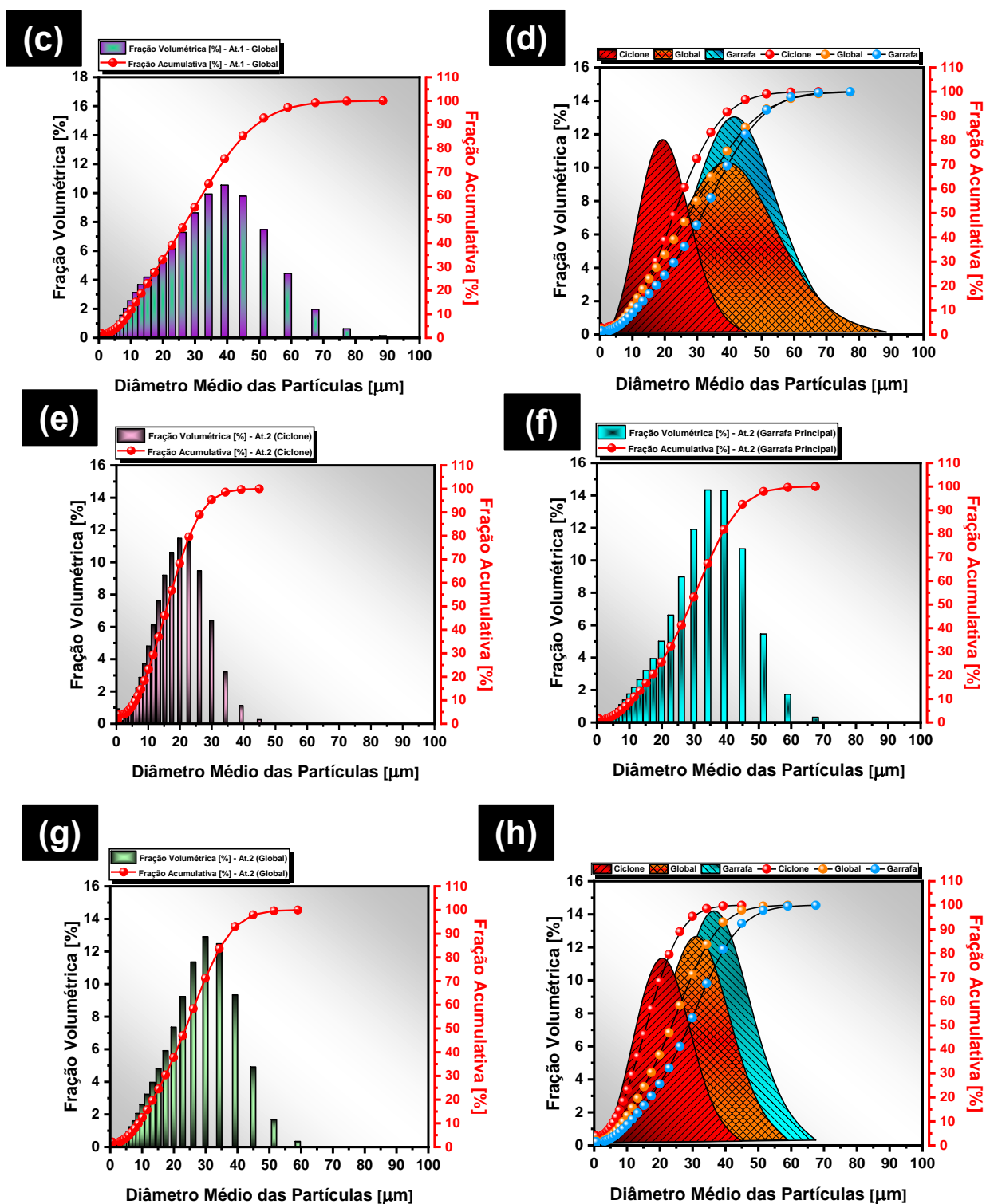


Figura 4.6 – Curvas de distribuição granulométricas: (a) Ciclone (At.1); (b) Garrafa principal (At.1); (c) Global (At.1); (d) Análise comparativa (At.1); (e) Ciclone (At.2); (f) Garrafa principal (At.2); (g) Global (At.2) e (h) Análise comparativa (At.2).

As curvas de distribuição granulométrica apresentadas na Figura 4.6 (a-h) indicam que as atomizações 1 e 2 resultaram em um elevado rendimento em termos de quantidade de pós obtidos, além de produzirem pós finos, sem a presença de partículas acima de 100 μm . A Tabela 4.2 apresenta um resumo percentual das partículas em relação aos diâmetros médios obtidos, incluindo os valores de d_{10} , d_{50} e d_{90} . Esses valores foram coletados para calcular o intervalo interdecilar (IDR, do inglês *inter decil range*), um parâmetro que mede a largura da curva de distribuição granulométrica a partir da diferença entre d_{90} e d_{10} [10].

Os valores de d_{50} forneceram informações valiosas sobre o tamanho médio das partículas obtidas em cada atomização, oferecendo um panorama sobre o grau de refinamento das partículas para cada atomização estudada neste trabalho.

Tabela 4.2 - Valores percentuais referentes aos diâmetros das partículas das distribuições granulométricas (At.1 e At.2).

Percentil →	D ₁₀ [μm]		D ₅₀ [μm]		D ₉₀ [μm]		IDR [μm]	
	At.1	At.2	At.1	At.2	At.1	At.2	At.1	At.2
Ciclone	6,72	5,31	15,17	15,68	26,11	26,89	19,39	21,58
Global	8,84	8,41	28,15	23,59	49,32	37,49	40,48	29,08
Garrafa Principal	10,09	10,28	32,29	28,97	49,73	43,92	39,64	33,64

Conforme descrito na Tabela 4.2, os valores de IDR indicaram, exceto para os pós provenientes do ciclone, um maior refinamento para os pós resultantes da atomização 2. Isso já era previsto, uma vez que, como demonstrado anteriormente na Tabela 3.3, o tempo de processo na atomização 2 praticamente dobrou em relação à atomização 1, passando de 248 segundos para 492 segundos. Essa diferença de aproximadamente 244 segundos (4,07 minutos) de atomização adicional pode influenciar significativamente a razão gás/metálico (G/M), afetando posteriormente a sua distribuição granulométrica [10].

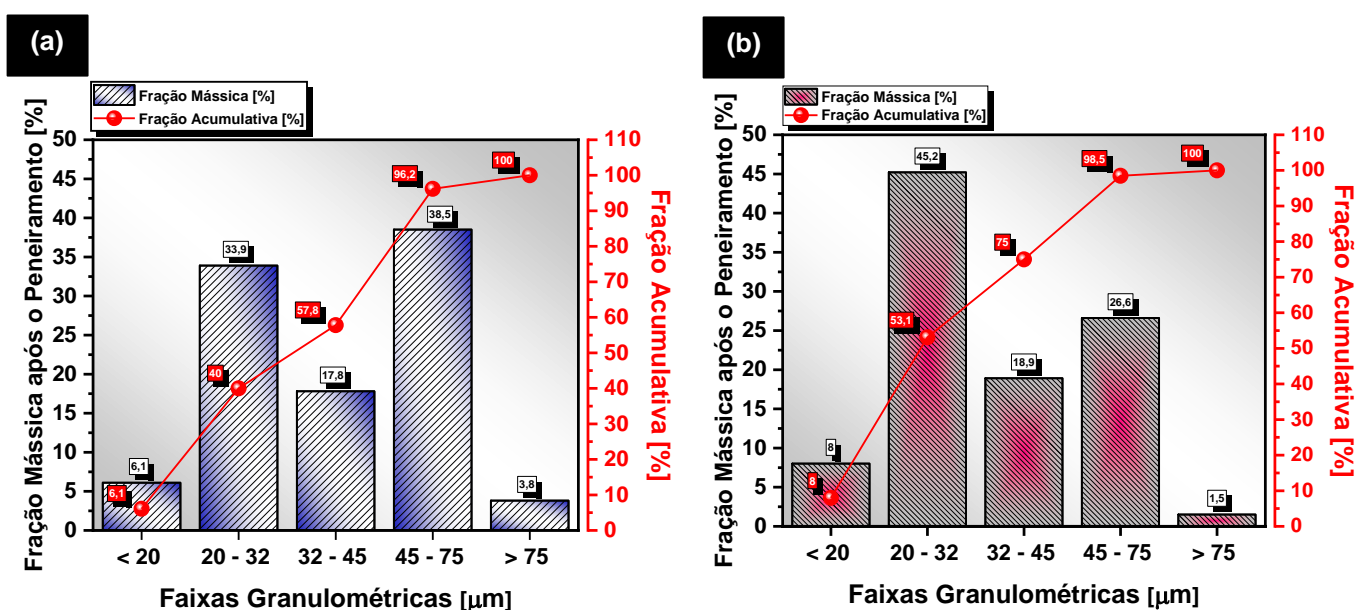
Os valores finais das razões G/M confirmam esse impacto, pois a razão para a atomização 1 foi de 6,17, enquanto na atomização 2 aumentou para 13,8.

Estudos anteriores na literatura indicam que um aumento na razão G/M pode estreitar as curvas de distribuição granulométrica, pois à medida que a quantidade de gás inerte utilizado na atomização aumenta ou interage por mais tempo com o metal líquido, são produzidas quantidades maiores de partículas finas [10, 77].

4.2.1.2 Peneiramento dos pós do ciclone e da garrafa principal para o uso em L-PBF

A Figura 4.6 mostrou que todos os conjuntos amostrais de pós metálicos, tanto do ciclone quanto da garrafa principal, apresentaram tamanhos de partículas abaixo de 100 μm . O processo de L-PBF, que exige uma camada uniforme de pó para garantir alta precisão na impressão 3D, impõe restrições ao tamanho das partículas.

Uma distribuição ampla de tamanhos pode afetar vários parâmetros do processo. Os pós do ciclone foram peneirados usando malhas de 20 μm , 32 μm , 45 μm e 75 μm , enquanto os da garrafa principal seguiram a mesma sequência, com a adição de uma malha de 106 μm . A Figura 4.7 resume as frações mássicas por faixa granulométrica.



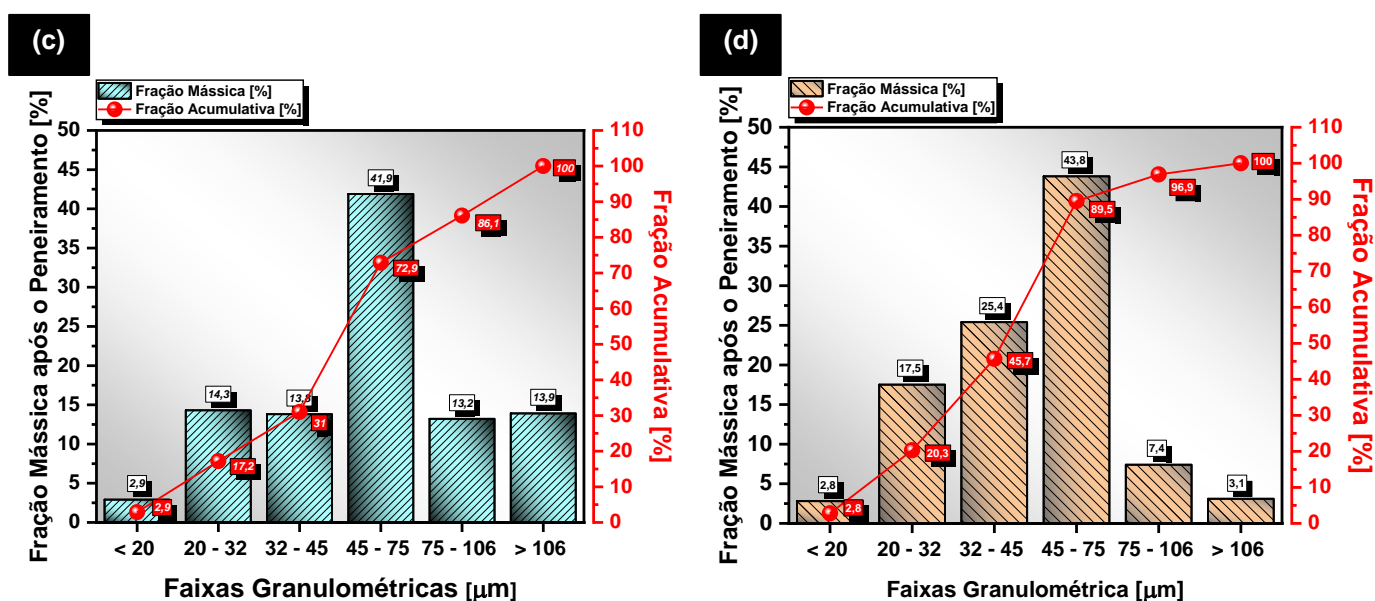


Figura 4.7 - Fração mássica após o peneiramento: (a) Ciclone - At.1; (b) Ciclone – At.2; (c) Garrafa principal – At.1 e (d) Garrafa principal – At.2.

A Figura 4.7 (a, b) mostra que os pós peneirados do ciclone das atomizações 1 e 2 são majoritariamente finos, com a maioria das partículas concentrada na faixa de 20 a 32 μm . No entanto, há uma fração significativa de partículas na faixa de 45 a 75 μm , devido à formação de partículas satélites durante o processo de atomização. Em relação aos pós da garrafa principal (Figura 4.7 (c, d)), os da atomização 2 apresentaram mais partículas finas na faixa de 20 a 32 μm .

Os rendimentos das atomizações foram 96,7% para a atomização 1 e 87% para a atomização 2, calculados com base na quantidade total de pós obtidos. Após o peneiramento, os rendimentos finais para os pós do ciclone foram 19,91% e 22,67%, e para os pós da garrafa principal, 48,42% e 52,50%. Esses resultados são considerados excelentes, permitindo que cerca de 50% dos pós sejam utilizados para impressão.

4.2.1.3 Análise morfológica

Na Figura 4.8 e 4.9, são apresentadas imagens obtidas por MEV, mostrando os pós peneirados em diferentes faixas granulométricas das garrafas

principais e dos ciclones das atomizações 1 e 2. As faixas granulométricas são: 20-32 μm , 32-45 μm e 45-75 μm .

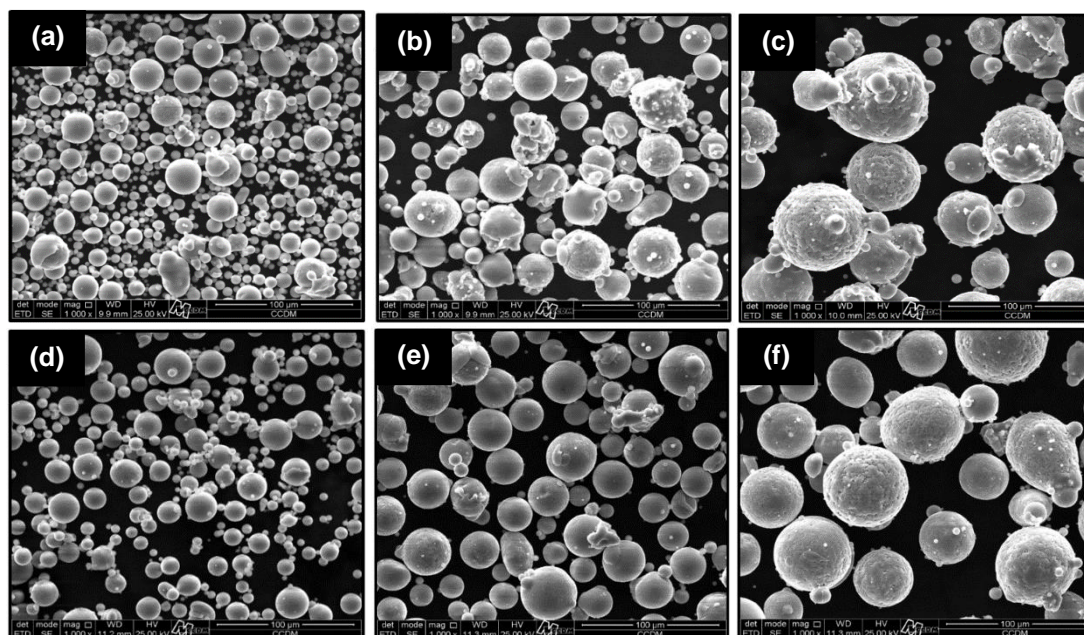


Figura 4.8 – Pós da garrafa principal nas faixas granulométricas após o peneiramento: (a) 20-32 μm (At.1); (b) 32-45 μm (At.1); (c) 45-75 μm (At.1); (d) 20-32 μm (At.2); (e) 32-45 μm (At.2) e (f) 45-75 μm (At.2).

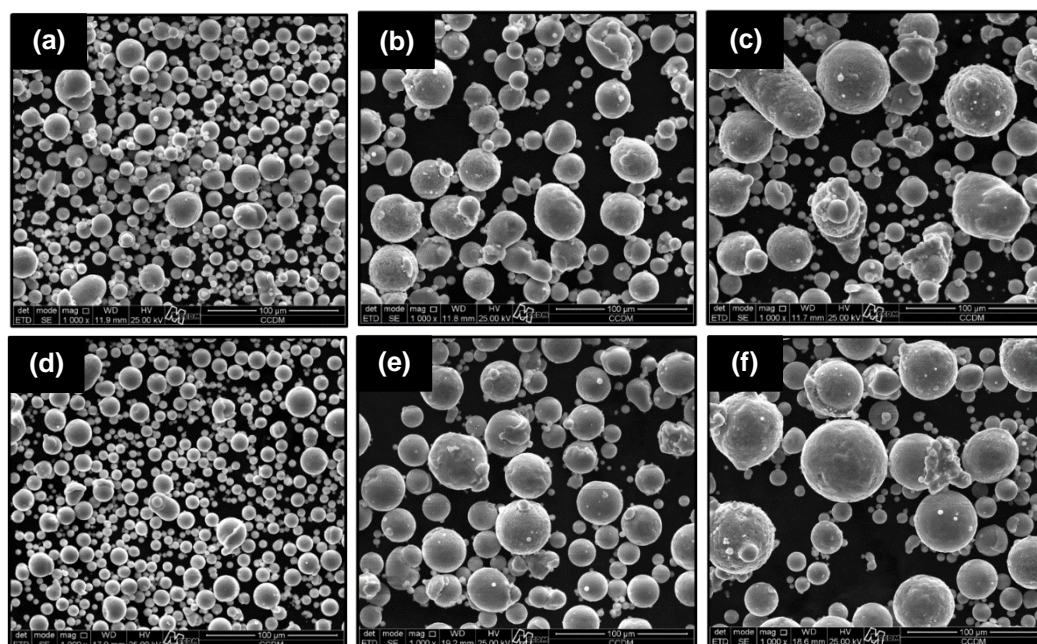


Figura 4.9 - Pós do ciclone nas faixas granulométricas após o peneiramento: (a) 20-32 μm (At.1); (b) 32-45 μm (At.1); (c) 45-75 μm (At.1); (d) 20-32 μm (At.2); (e) 32-45 μm (At.2) e (f) 45-75 μm (At.2).

Como demonstrado nas figuras 4.8 e 4.9, obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), o peneiramento mostrou-se altamente eficiente ao separar cuidadosamente as partículas em suas respectivas faixas granulométricas. Para os pós provenientes da garrafa (Figura 4.8), observou-se um aumento na presença de partículas satélites com o aumento da faixa granulométrica, como ilustrado nas Figuras 4.8 (e, f), onde maiores partículas apresentam micro soldagens de partículas finas em suas superfícies.

Em relação às partículas provenientes do ciclone (Figura 4.9), grandes quantidades de partículas finas foram observadas em todos os grupos amostrais. Como visto na distribuição granulométrica na figura 4.6 (a, e), essa restrição de tamanho já era esperada. Além disso, nas partículas acima de 45 μm , houve uma quantidade significativa de partículas satélites, aumentando o tamanho das partículas originais e impedindo-as de passar por malhas mais refinadas durante o processo de peneiramento. Esses fenômenos de processamento já foram relatados por outros autores em ligas à base de alumínio [4, 6].

4.2.1.4 Análise microestrutural

Na Figura 4.10, também obtida por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV), em modo de elétrons retroespalhados (do inglês, *backscattered electrons* - BSE) para a verificação do contraste atômico, apresenta a microestrutura típica dos pós dos conjuntos amostrais da garrafa principal e do ciclone de ambas as atomizações. Essa figura permite a observação da fase QC de formato esférico em tom de cinza claro, embutida em uma matriz dendrítica de alumínio, caracterizada por um tom de cinza escuro.

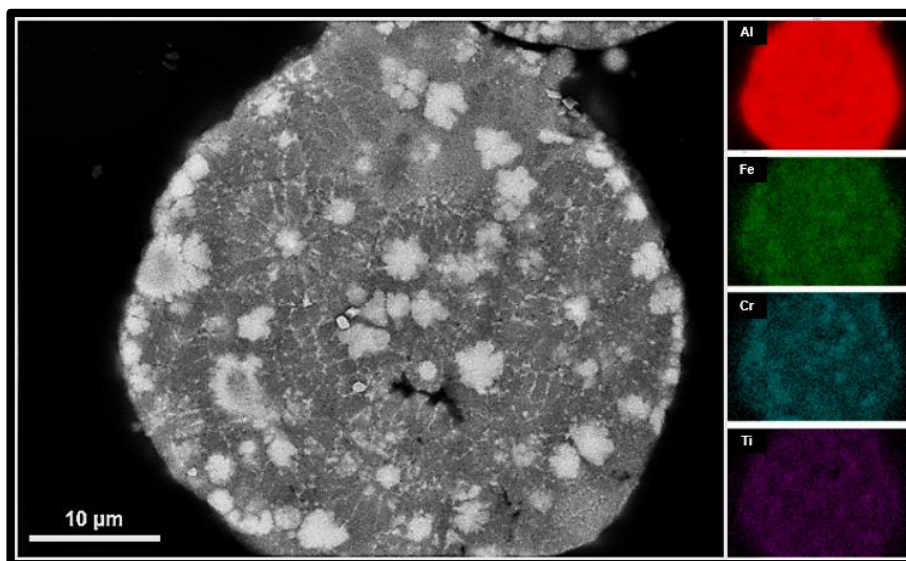


Figura 4.10 - Mapeamento químico geral por EDS de uma partícula na faixa de 45-75 μm proveniente da garrafa principal.

De acordo com a Figura 4.10, os elementos de liga foram frequentemente observados nas fases de coloração cinza claro, ajustando a composição da fase metaestável icosaédrica quasicristalina (i-QC) ou suas aproximantes. Análises de espectroscopia por energia dispersiva (EDS) nas regiões centrais das partículas mostraram as seguintes composições em percentuais atômicos: para a faixa de 20-32 μm , $\text{Al}_{93,99\pm 0,19}\text{Fe}_{2,80\pm 0,05}\text{Cr}_{1,99\pm 0,09}\text{Ti}_{1,24\pm 0,09}$; para a faixa de 32-45 μm , $\text{Al}_{93,05\pm 1,38}\text{Fe}_{3,11\pm 0,50}\text{Cr}_{2,49\pm 0,70}\text{Ti}_{1,38\pm 0,25}$; para a faixa de 45-75 μm (garrafa principal), $\text{Al}_{89,68\pm 0,19}\text{Fe}_{4,55\pm 0,23}\text{Cr}_{4,07\pm 0,08}\text{Ti}_{1,65\pm 0,29}$; e para a faixa de 45-75 μm (ciclone), $\text{Al}_{94,67\pm 0,09}\text{Fe}_{2,85\pm 0,25}\text{Cr}_{2,59\pm 0,09}\text{Ti}_{1,04\pm 0,29}$.

Para as partículas de 20-32 μm e 32-45 μm da garrafa principal e do ciclone, Araújo et al. [4, 6] relataram composição semelhante, identificando a fase como icosaédrica quasicristalina (i-QC) em ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti. As partículas de 45-75 μm da garrafa principal mostraram menor porcentagem de alumínio, mas valores superiores dos elementos de liga, favorecendo a formação de fases metaestáveis e/ou estáveis com composição próxima à fase i-QC. Araújo et al. [6] relataram a possível formação de fases como $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$, $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ ou $\text{Al}_{13}(\text{Cr,Fe})_{2-4}$. Os pós do ciclone não apresentaram variação química significativa para a faixa de 45-75 μm , possivelmente devido à presença de partículas com diâmetros próximos a 45 μm ou inferiores.

4.2.1.5 Densidade por picnometria de gás hélio

A densidade analisada por picnometria de gás hélio permitiu determinar a densidade esquelética ou real do pó, proporcionando uma análise qualitativa da porosidade interna com base nos valores reais obtidos das densidades das partículas. A Figura 4.11 apresenta a variação da densidade do pó em função do diâmetro da partícula. Verifica-se que ocorre uma redução da densidade do pó à medida que se aumenta o tamanho da partícula. Este comportamento tem sido reportado por outros autores na literatura [77].

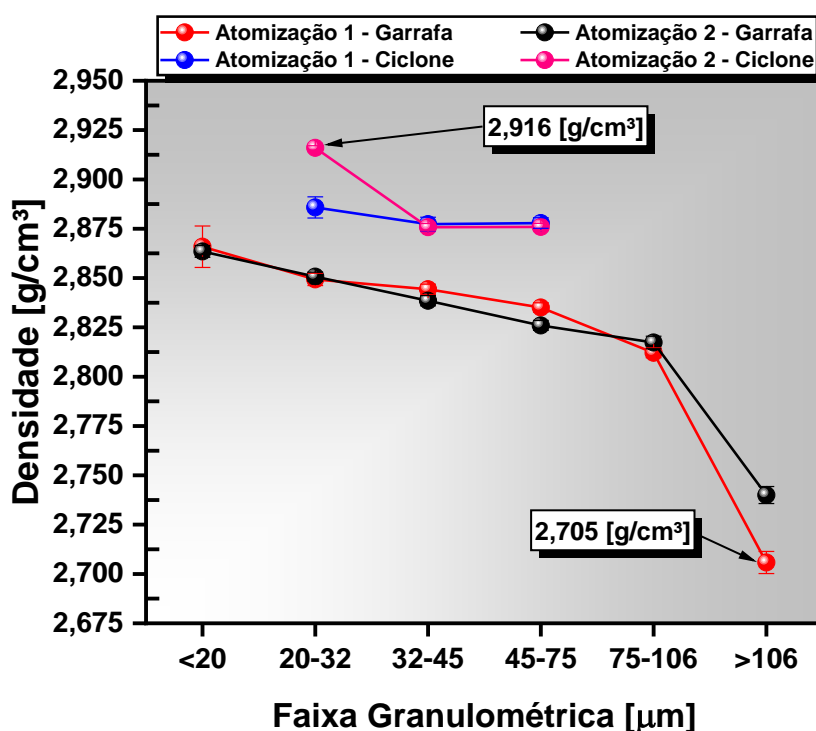


Figura 4.11 - Densidade esquelética em função do diâmetro da partícula para os pós das atomizações 1 e 2 (Ciclone e Garrafa).

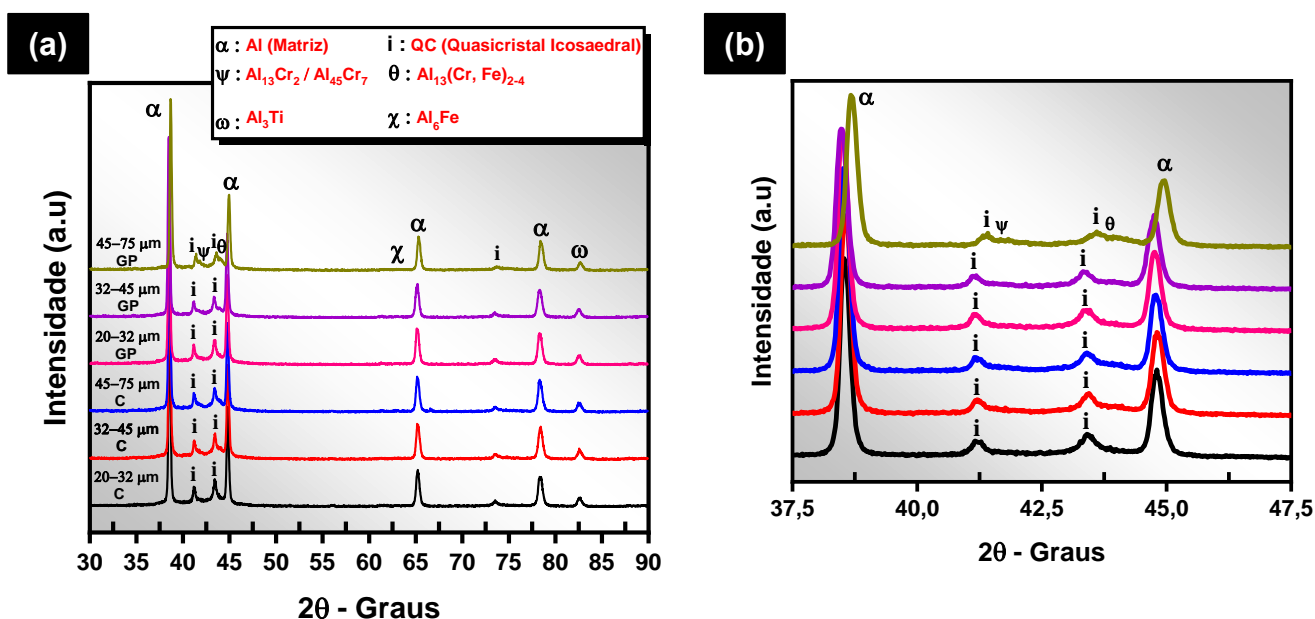
A redução da densidade com o aumento do tamanho da partícula foi consistentemente observada em todos os experimentos. Na Figura 4.11, as partículas de 20 a 32 μm associadas ao ciclone se aproximaram mais da densidade teórica da liga quasicristalina, alcançando 2,88 g/cm^3 na atomização 1 e 2,916 g/cm^3 na atomização 2. Essas partículas, obtidas com alta taxa de solidificação, resultaram em menor porosidade interna.

Grupos amostrais menores que 20 μm e entre 20 a 32 μm das duas atomizações também mostraram densidades elevadas, indicando comportamento consistente. No entanto, partículas maiores que 106 μm apresentaram significativa redução da densidade, com valores de 2,705 g/cm^3 na atomização 1 e 2,74 g/cm^3 na atomização 2, evidenciando maior porosidade interna.

A presença de porosidade interna reduz a resistência mecânica das peças, limitando sua capacidade de suportar cargas e estresses. Portanto, é fundamental utilizar pós com baixa porosidade interna para assegurar que as peças fabricadas sejam de alta qualidade, duráveis e apresentem desempenho confiável, atendendo aos rigorosos requisitos de aplicações mecânicas [128].

4.2.1.6 Difração de raios X das faixas granulométricas (20-75 μm)

Para compreender melhor a formação das fases em relação ao tamanho das partículas típicas para a técnica de L-PBF (20 a 75 μm), foi realizada uma caracterização mais aprofundada. A Figura 4.12 apresenta os espectros de difração de raios X (DRX) para os pós peneirados provenientes do ciclone e da garrafa principal de cada atomização, na faixa de 20 a 75 μm .



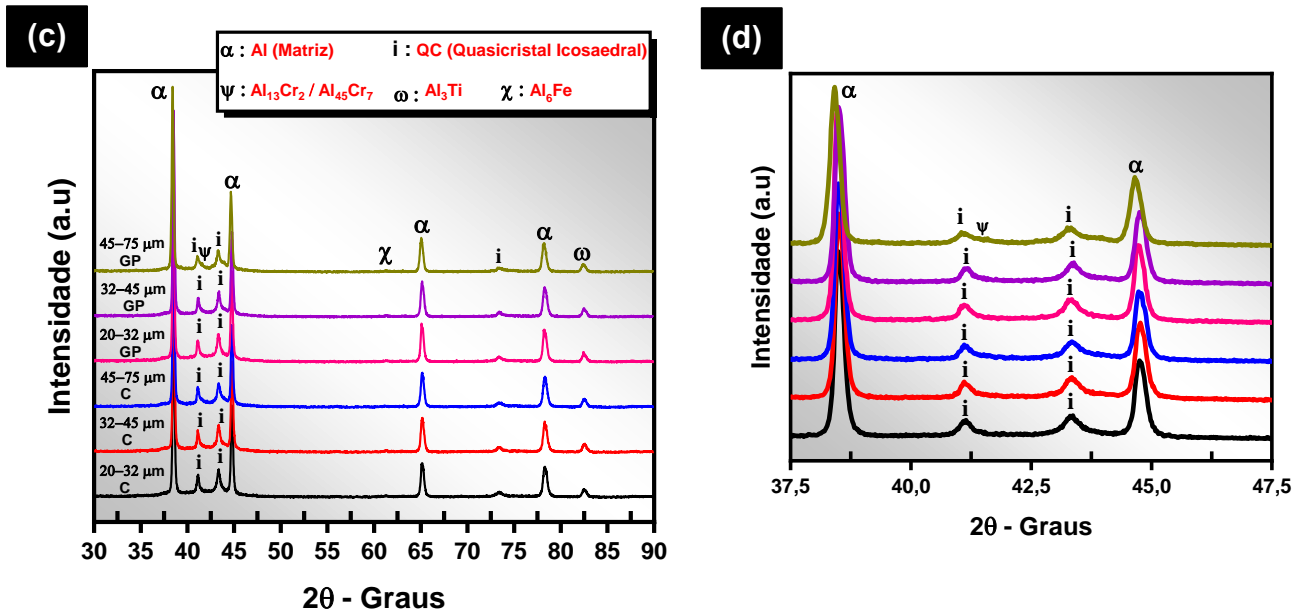


Figura 4.12 - DRX das faixas granulométricas para cada atomização: (a,b) Atomização 1 e (c,d) Atomização 2. (C = Ciclone e GP = Garrafa Principal).

Conforme mostrado na Figura 4.12, a alta taxa de resfriamento das partículas durante o processo de atomização a gás ($10^3 - 10^6$ K/s) resultou na supressão de algumas fases estáveis e na formação de fases metaestáveis, como Al₆Fe, Al₁₃(Cr, Fe)₂₋₄, e da fase quasicristalina icosaedra (i-QC), que não foi observada nos lingotes fabricados (Figura 4.3).

Partículas com diâmetros entre 45 e 75 μm apresentaram fases estáveis e metaestáveis nas amostras da garrafa principal das duas atomizações. Estudos com ligas dos sistemas Al-Fe-Cr-Ti [6] e Al-Cr-Mn-Co-Zr [60] mostraram que essas partículas tendem a se solidificar a taxas mais baixas, favorecendo a formação de fases estáveis ou metaestáveis intermediárias, como a fase aproximante Al₁₃Cr₂ (ou Al₄₅Cr₇) e as fases Al₁₃(Cr, Fe)₂₋₄ e Al₆Fe, resultantes da decomposição parcial da fase metaestável i-QC, conforme mostrado na análise de DRX (Figura 4.12).

Para as faixas granulométricas dos pós do ciclone em ambas as atomizações, a estabilidade da fase i-QC foi mantida mesmo para partículas

entre 45 e 75 μm , o que era esperado, pois as composições das fases presentes não alteraram significativamente.

4.2.1.7 Análise térmica das faixas granulométricas (20-75 μm) – DSC

Para investigar as transformações no estado sólido e a estabilidade térmica das fases presentes, especialmente da fase quasicristalina icosaédrica (i-QC), análises de calorimetria exploratória diferencial (DSC) foram conduzidas para esse fim. A Figura 4.13 apresenta as curvas de DSC para os pós provenientes do ciclone e da garrafa principal após o peneiramento nas faixas granulométricas adequadas para a técnica de L-PBF.

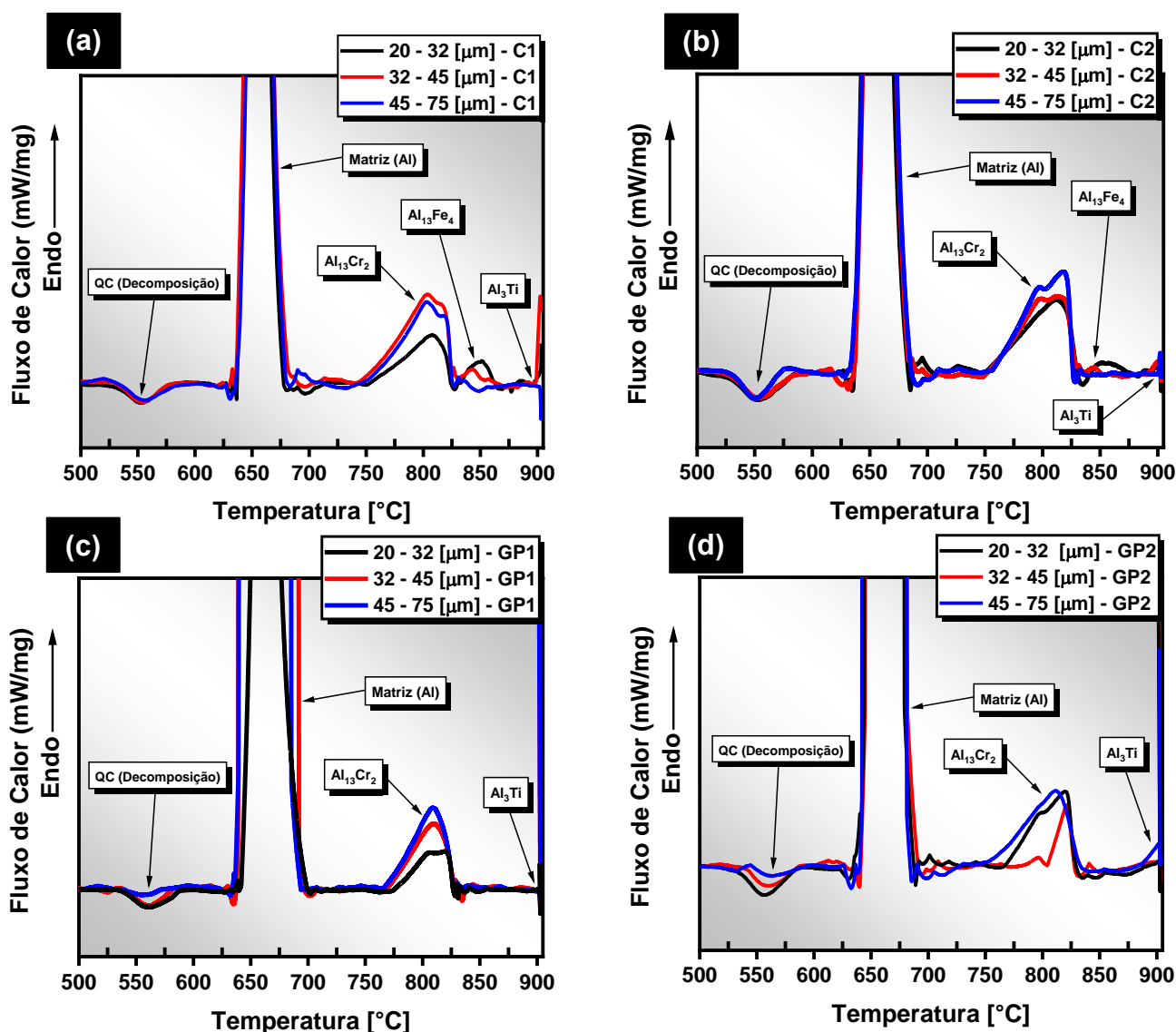


Figura 4.13 - Calorimetria exploratória diferencial (DSC): (a) Ciclone (At.1 – C1); (b) Ciclone (At.2 – C2); (c) Garrafa principal (At.1 – GP1) e (d) Garrafa principal (At.2 – GP2).

As curvas de calorimetria exploratória diferencial (DSC) mostraram que, para as faixas granulométricas de 20 a 75 μm dos pós provenientes do ciclone nas atomizações 1 e 2 (Figuras 4.13 (a) e (b)), houve maior intensidade dos picos exotérmicos associados à fase metaestável quasicristalina (QC) em comparação aos pós da garrafa principal (Figuras 4.13 (c) e (d)). As análises de difração de raios-X (DRX) (Figura 4.12) confirmaram a presença das fases QC metaestáveis nos pós do ciclone, mesmo com o aumento do tamanho das partículas. Isso se deve às maiores frações volumétricas da fase QC nos grupos amostrais, resultando em picos exotérmicos mais intensos nas análises de DSC. A maior quantidade de partículas satélites aderidas à superfície das partículas maiores contribuiu para essa maior fração de fase QC observada nas análises térmicas.

Para as amostras da garrafa principal, as intensidades dos picos exotérmicos diminuíram com o aumento do tamanho das partículas, indicando que partículas maiores solidificam mais lentamente, resultando em menores frações volumétricas da fase QC. Portanto, a taxa de resfriamento é inversamente proporcional ao tamanho das partículas e diretamente proporcional à fração volumétrica da fase QC, como corroborado por estudos anteriores com ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti [4, 6].

Quanto à estabilidade térmica da fase QC, tanto os pós da garrafa quanto os do ciclone apresentaram início de decomposição próximo a 525°C e decomposição completa em aproximadamente 563°C, valores superiores aos observados em estudos anteriores de Araújo et al. [6], que reportaram início de decomposição a 450°C para pós abaixo de 32 μm . As intensidades dos picos exotérmicos dos pós do ciclone foram maiores que as dos pós da garrafa, indicando maior quantidade de energia liberada por grama em cada faixa granulométrica (Figura 4.14).

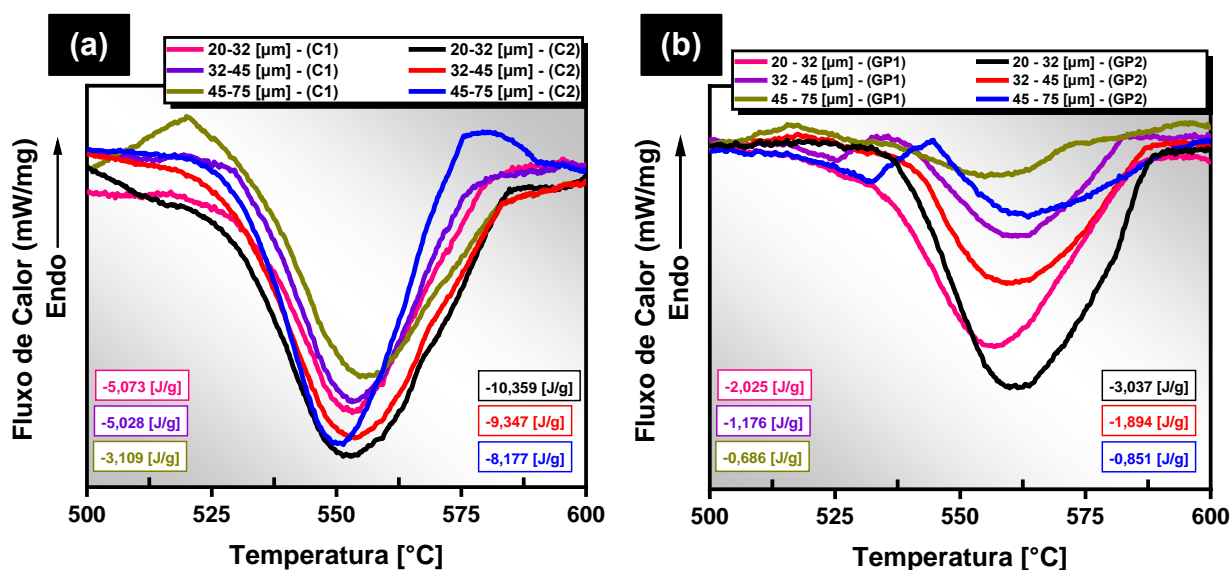


Figura 4.14 - Picos exotérmicos associados a fase i-QC: (a) Ciclone (At.1 e At.2); (b) Garrafa principal (At.1 e At.2) – C1: Ciclone (At.1); C2: Ciclone (At.2); GP1: Garrafa Principal (At.1) e GP2: Garrafa Principal (At.2).

4.2.1.8 Fluidez em funil de Carney e densidade aparente

Após a caracterização dos pós, foram realizados testes de fluidez conforme a norma ASTM B964-16 [119] para garantir a eficiência na impressão por L-PBF. Amostras de 50 g de pós granulados entre 20 e 75 μm foram coletadas tanto da garrafa principal quanto do ciclone, em ambas as atomizações. Os pós da garrafa principal apresentaram fluidez satisfatória nessa faixa granulométrica coletada, enquanto os do ciclone, devido à alta concentração de partículas finas entre 20-32 μm , tiveram que ser ajustados para 32-75 μm , demonstrando fluidez adequada.

Após verificar a fluidez dos pós da garrafa principal de ambas as atomizações (GP1 e GP2) foram misturados para criar um conjunto final denominados de mistura (GP1 + GP2) destinado à impressão por L-PBF. Os pós do ciclone ajustados (C1 e C2) não foram misturados devido à presença excessiva de partículas finas. Os tempos médios de fluidez foram de 13,46 segundos para GP1 e 18,20 segundos para GP2, sendo GP1 + GP2 16,76 segundos. No ciclone, C1 teve 25,31 segundos e C2, 16,45 segundos,

relacionados à distribuição granulométrica e densidade aparente proporcional ao tempo de fluidez.

Seguindo a norma ASTM B417-18 [120] foi observada uma relação direta entre a densidade aparente e o tempo de fluidez em todas as amostras avaliadas. Amostras da garrafa principal (GP1 e GP2) mostraram densidades de $1,55 \text{ g/cm}^3$ e $1,6 \text{ g/cm}^3$, respectivamente. Após a mistura desses grupos (GP1 + GP2), a densidade média foi de $1,56 \text{ g/cm}^3$, indicando que a presença de partículas mais grossas em GP1 reduziu a densidade observada em GP2 ($1,6 \text{ g/cm}^3$). Essa relação foi proporcional ao tempo de fluidez intermediário entre os dois conjuntos, que foi de 16,76 segundos.

Para os pós do ciclone, também foi observada uma relação proporcional entre a densidade aparente e o tempo de fluidez. O grupo C1, com tempo de fluidez mais longo (25,31 segundos), apresentou densidade aparente de $1,64 \text{ g/cm}^3$, enquanto o grupo C2, com tempo de fluidez mais curto (16,45 segundos), teve densidade aparente de $1,6 \text{ g/cm}^3$. Esses resultados refletem a influência das partículas finas e da distribuição granulométrica nas propriedades de densidade e fluidez dos pós metálicos, com valores consistentes com estudos anteriores sobre ligas de alumínio atomizadas [10]. Na Figura 4.15 é demonstrado todos os resultados aqui citados.

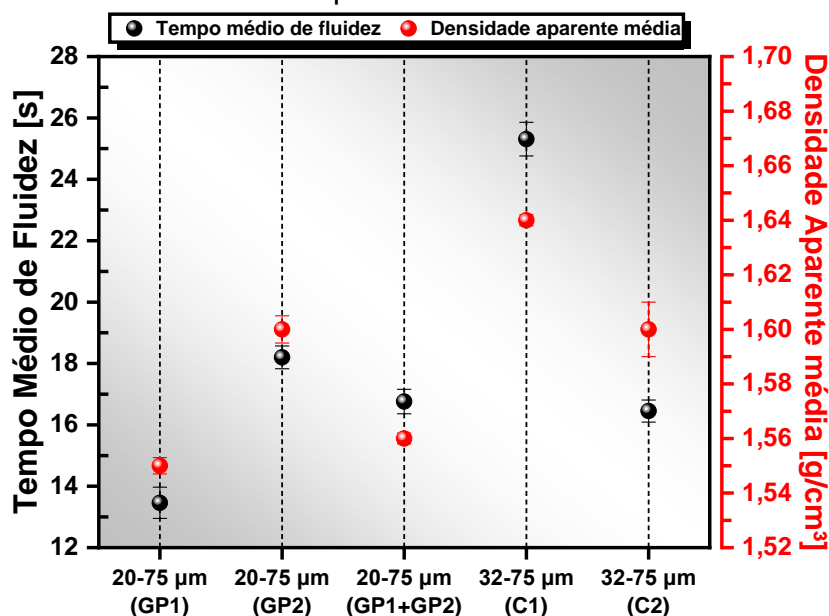


Figura 4.15 - Tempo de fluidez e densidade aparente para os pós destinados a impressão por L-PBF.

4.2.1.9 Secagem dos pós

Neste estudo, apesar das boas condições de fluidez demonstradas pelos pós da mistura (GP1 + GP2) e pelos grupos do ciclone C1 e C2, recomenda-se a secagem prévia dos pós antes de seu uso no processo de fabricação por L-PBF, por razões práticas. A remoção da umidade, como destacado na literatura [6], é crucial para melhorar a fluidez e promover uma compactação mais eficaz dos pós.

Para essa etapa, foram empregadas duas condições ambientais para a secagem dos pós: uma estufa convencional e um forno a vácuo. Os tempos de secagem escolhidos foram 45 minutos, 6 horas e 24 horas, baseados na literatura que sugere que tempos prolongados podem não proporcionar melhorias significativas na fluidez de certas ligas de alumínio [10]. As temperaturas utilizadas foram 80°C e 150°C, ambas recomendadas por estudos anteriores sobre pós metálicos [6]. Os experimentos envolveram 5 amostras de 50 gramas para os pós da mistura (GP1 + GP2) e 3 amostras de 50 gramas para os pós do ciclone (C1 e C2).

Os resultados de tempo de fluidez e densidade aparente foram coletados e apresentados na Figura 4.16, mostrando os efeitos das diferentes condições ambientais, tempos de secagem e densidades aparentes. Observou-se que a secagem dos pós da mistura (GP1 + GP2) a 80°C na estufa melhorou a fluidez em comparação com os pós não tratados, enquanto o tempo de secagem não teve um efeito significativo sobre a fluidez, como evidenciado na Figura 4.16 (a), com tempos médios de 15,81 segundos para 45 minutos e 14,72 segundos após 24 horas de secagem.

Por outro lado, o tratamento a 80°C em forno a vácuo resultou em fluidez menos satisfatória em comparação com a estufa na mesma temperatura. Os melhores valores de fluidez foram comparados entre o tratamento a 80°C em forno a vácuo e em estufa, mostrando valores de 16,04 e 14,72 segundos, respectivamente, indicando uma melhor remoção de umidade na estufa devido à circulação de ar quente.

A elevação da temperatura de secagem para 150°C na estufa resultou em melhorias significativas na fluidez dos pós, com tempos médios de fluidez de

13,20 segundos para 45 minutos de secagem, comparados a 16,76 segundos para os pós não tratados, conforme a Figura 4.16. Os resultados para tempos de secagem de 6 e 24 horas a 150°C foram 14,30 e 13,82 segundos, respectivamente.

Os pós do ciclone (C1 e C2), após a remoção das partículas do intervalo de 20-32 μm para melhorar a fluidez, foram submetidos apenas à condição de 150°C na estufa, que mostrou ser a melhor condição para os pós da mistura (GP1 + GP2). Todos os testes indicaram fluidez satisfatória, com tempos de fluxo abaixo de 24 segundos para C1 e abaixo de 16 segundos para C2.

A densidade aparente dos pós da mistura (GP1 + GP2) aumentou com o tempo e a temperatura de secagem na estufa, alcançando valores de aproximadamente 1,58 g/cm³, 1,59 g/cm³ e 1,60 g/cm³ para 80°C em 45 minutos, 6 e 24 horas, respectivamente. Aumentando a temperatura para 150°C, as densidades aparentes elevaram-se para 1,61 g/cm³ e aproximadamente 1,62 g/cm³ para 24 horas, refletindo uma maior remoção de umidade.

Em contraste, as densidades aparentes dos pós do ciclone permaneceram consistentes ao longo dos testes de secagem, não ultrapassando 1,60 g/cm³. A eficácia da secagem em estufa a 150°C foi destacada pelos resultados de fluidez e densidade aparente, com uma eficiente remoção de umidade comparada ao forno a vácuo.

Antes da impressão, foram estabelecidas condições ideais de secagem dos pós da mistura (GP1 e GP2) em estufa a 150°C por aproximadamente 45 minutos, garantindo a qualidade necessária para o processo de fabricação por L-PBF. Caso fosse necessário recorrer aos pós do ciclone devido ao esgotamento dos pós da mistura, esses parâmetros de secagem seriam então replicados.

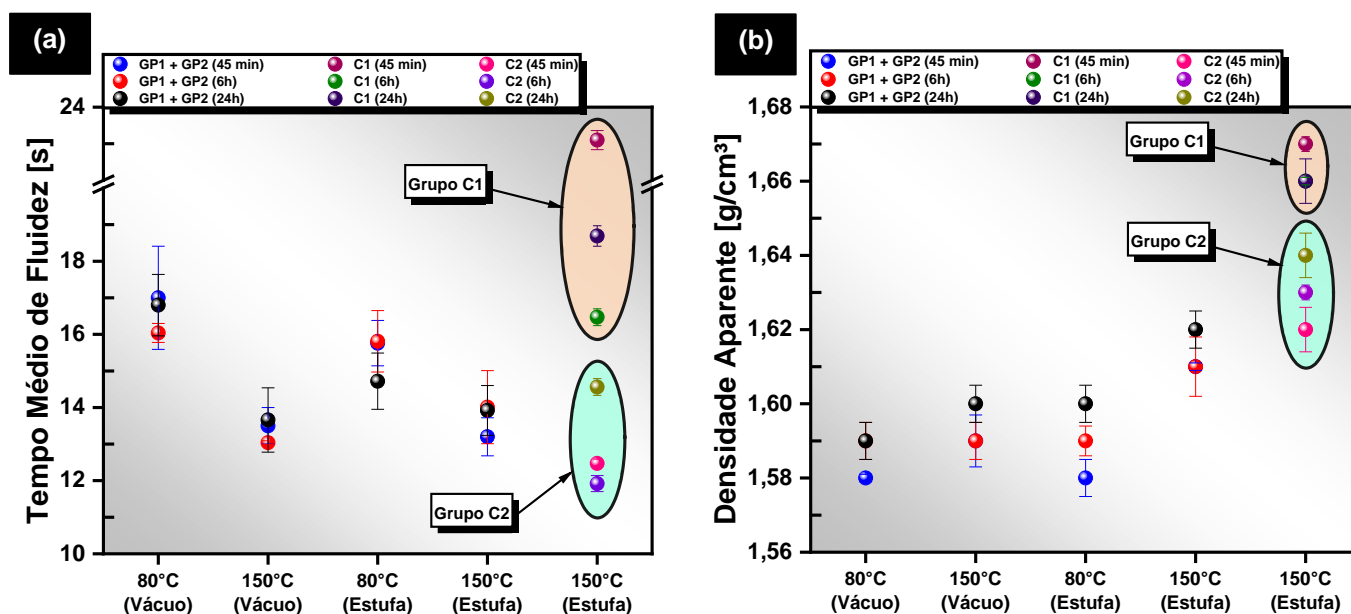


Figura 4.16 - Estudo de secagem dos pós para o processamento posterior de L-PBF: (a) Tempo de fluidez e (b) Densidade aparente.

4.3 Estudos de parâmetros para a confecção de amostras por L-PBF

Na Figura 4.17, são mostrados os cubos após o processamento por L-PBF, com a plataforma elevada e a remoção dos cubos no interior da máquina de impressão. A distribuição final das amostras também é ilustrada.

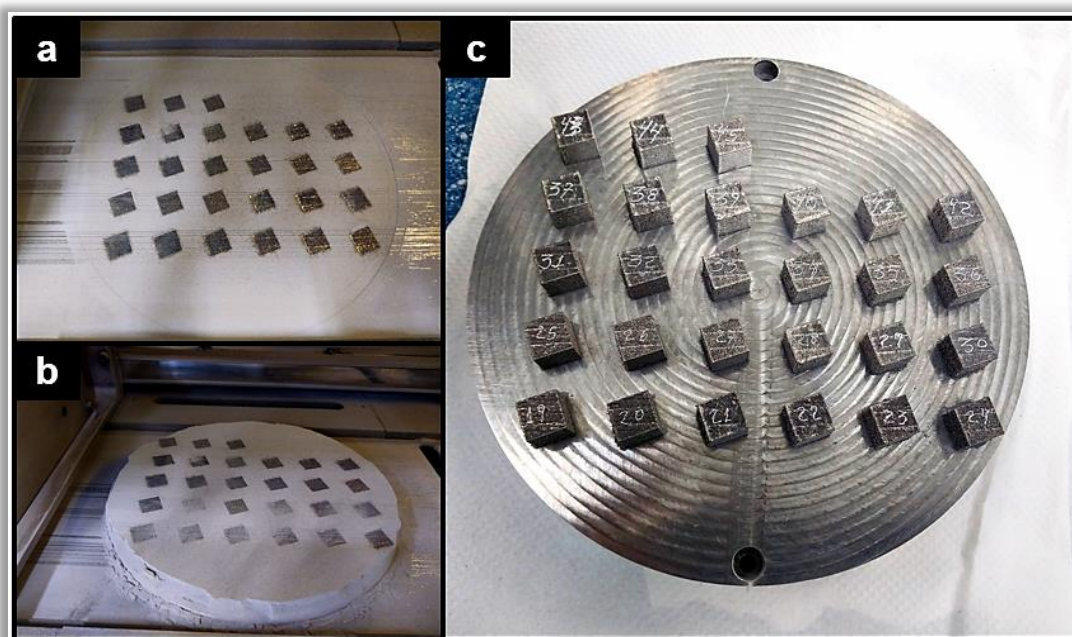


Figura 4.17 - Cubos de estudo de parâmetros: (a) Plataforma com as amostras após o térmico do processo; (b) Substrato nivelado para a remoção dos pós excedentes e (c) Layout dos cubos no substrato (diâmetro de 155 mm) após a remoção dos pós.

A Tabela 4.3 apresenta os valores de densidade e energia volumétrica (DEV), calculados de acordo com a Equação 2.1. A espessura da camada e a distância entre trilhas foram mantidas constantes em 30 μm e 100 μm , respectivamente, enquanto a velocidade e a potência de impressão foram ajustadas. Esses parâmetros foram definidos com base em estudos anteriores, particularmente aqueles conduzidos por Bomfim et al. [121], que utilizaram a mesma máquina de impressão empregada neste trabalho para a liga AA2017.

Tabela 4.3 - Densidade de energia volumétrica (DEV) para cada parâmetro empregado neste estudo.

Densidade de energia volumétrica [J/mm³]									
Potência do Laser [W]	Velocidade de Varredura [mm/s]								
	400	500	600	700	800	900	1000	1500	2000
200	166,67	133,33	111,11	95,24	83,33	74,07	66,67	44,44	33,33
250	208,33	166,67	138,89	119,05	104,17	92,59	83,33	55,56	41,67
300	250,00	200,00	166,67	142,86	125,00	111,11	100,00	66,67	50,00

4.3.1 Caracterização das amostras

4.3.1.1 Densidade de Arquimedes

A Figura 4.18 ilustra os resultados dos ensaios de densidade obtidos por meio do método de Arquimedes. No gráfico da Figura 4.18 (a), são exibidas as densidades relativas em função da velocidade de varredura utilizada para uma potência específica do laser. Já na Figura 4.18 (b), esses mesmos valores são correlacionados com a energia volumétrica calculada previamente, conforme a Equação 2.1 e apresentada na Tabela 4.3. Essas representações permitem uma análise detalhada das relações entre as condições de processamento e as propriedades da densidade do material.

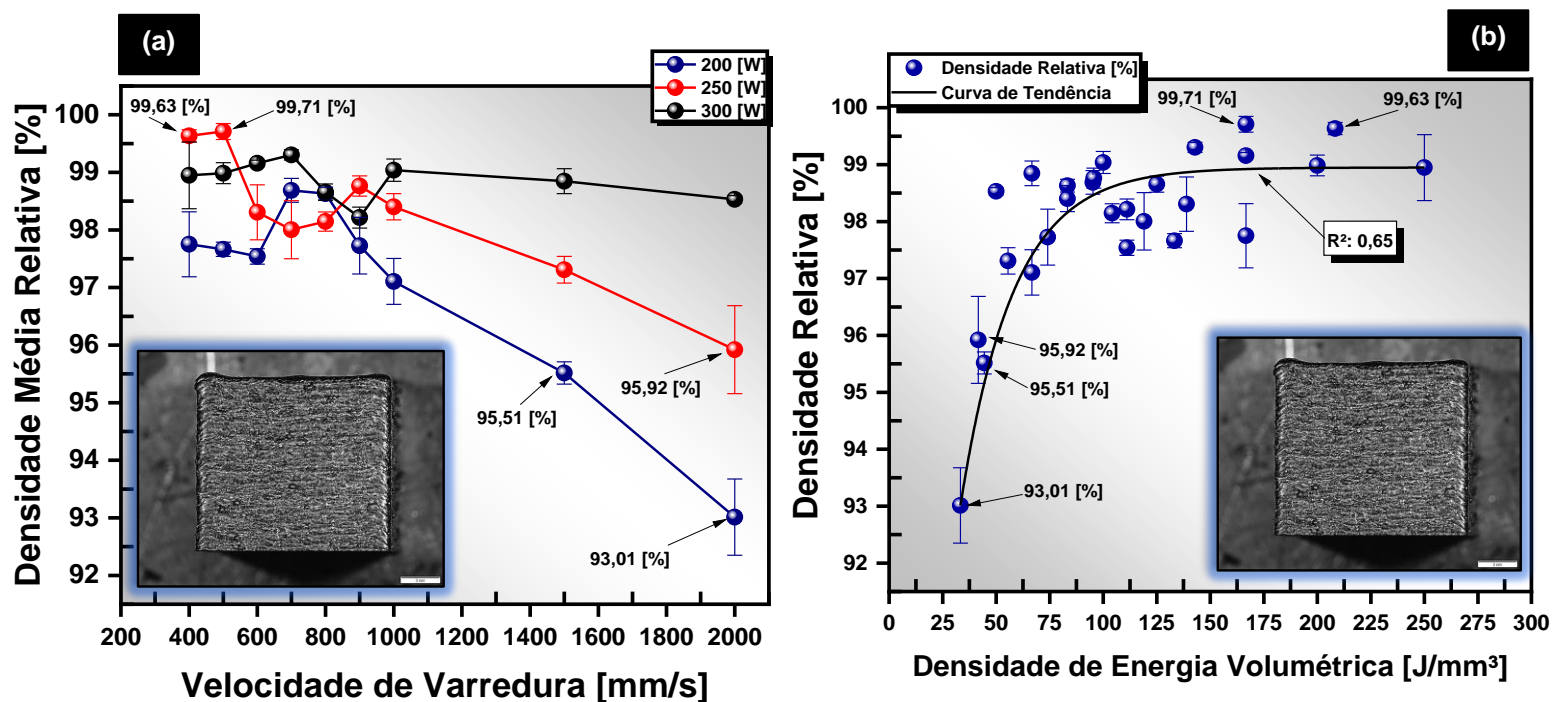


Figura 4.18 - Análise da densidade relativa obtida por Arquimedes das amostras impressas por L-PBF: (a) Em função da velocidade de varredura e (b) Em função da densidade de energia volumétrica.

No processo de L-PBF, a relação entre a velocidade de varredura e a potência do laser é crucial para determinar a densidade do material, conforme mensurado pelo método de Arquimedes [122]. A Figura 4.18 e a Tabela 4.3 mostram que, ao aumentar a potência do laser, a energia transferida para o pó metálico aumenta, promovendo uma fusão mais completa das partículas e reduzindo a porosidade, resultando em maior densidade do material. No entanto, uma potência excessiva pode causar superaquecimento, vaporização e formação de poros, reduzindo a densidade e causando deformações térmicas [6, 92, 93].

A velocidade de varredura também influencia a densidade: altas velocidades resultam em menor interação do laser com o pó, aumentando a porosidade e diminuindo a densidade, enquanto baixas velocidades promovem uma fusão mais completa, aumentando a densidade. No entanto, velocidades muito baixas podem causar acúmulo de calor e tensões residuais [6, 93, 128, 129]. Já a densidade de energia volumétrica, ou a energia fornecida por unidade de volume, é outro fator determinante. Aumentar essa densidade geralmente

reduz a porosidade e aumenta a densidade, mas um excesso pode causar defeitos internos, como por exemplo, aqueles do tipo *Keyhole* [130].

A Figura 4.18 mostra que as amostras processadas com 250 W e velocidades de 400 e 500 mm/s apresentaram as maiores densidades relativas: 99,63% ($2,902 \pm 0,0031 \text{ g/cm}^3$) e 99,71% ($2,904 \pm 0,0040 \text{ g/cm}^3$), respectivamente, com densidades de energia volumétrica de 208,33 e 166,67 J/mm³ (Tabela 4.3). Já as amostras processadas com 300 W e as mesmas velocidades de varredura apresentaram densidades menores, devido à formação de poros de evaporação e defeitos internos do tipo *Keyhole* [130].

Por outro lado, amostras processadas com 200 W e velocidades de 1500 e 2000 mm/s, e com 250 W a 2000 mm/s, apresentaram densidades relativas menores: 95,51% ($2,782 \text{ g/cm}^3$), 93,01% ($2,709 \text{ g/cm}^3$), e 95,92% ($2,834 \text{ g/cm}^3$), respectivamente, devido à fusão incompleta das partículas, isso também foi observado por outros autores com ligas AA2017 [121].

As densidades de energia volumétrica correspondentes foram de 44,44 J/mm³ e 33,33 J/mm³ para as velocidades de 1500 mm/s e 2000 mm/s com potência de 200 W, e 41,67 J/mm³ para a velocidade de 2000 mm/s com 250 W, representando 17,77%, 13,33%, e 16,67% da energia fornecida em relação ao valor máximo empregado neste estudo (250 J/mm³).

4.3.1.2 Caracterização metalográfica e quantificação de poros internos

Após as análises de densidade realizadas pelo método de Arquimedes, foi efetuada uma validação das amostras para a verificação da quantidade e fração de poros, bem como sua morfologia. Inicialmente, todas as amostras foram preparadas e analisadas na seção transversal, perpendicular ao vetor da direção de construção Z.

Subsequentemente, a segunda análise contemplou cortes na direção longitudinal de cada amostra, paralela ao vetor da direção de construção Z. Para todas as amostras, foi realizado um procedimento metalográfico, visando facilitar a observação da superfície das amostras.

Após a preparação metalográfica das amostras nas seções mencionadas, utilizou-se o software livre *ImageJ* para a quantificação dos poros presentes.

Foram obtidas 28 imagens de cada amostra após a preparação metalográfica e análise na seção transversal; para as análises na seção longitudinal, foram obtidas 35 imagens de cada amostra, posteriormente contabilizadas pelo software mencionado através da média de fração de poros de cada imagem.

Nas Figuras 4.19 e 4.20, são apresentadas as microestruturas obtidas das amostras na seção transversal e longitudinal. Conforme abordado anteriormente, foram impressos 27 cubos para a análise de otimização de parâmetros, assim, para cada seção de corte, 27 microestruturas foram analisadas.

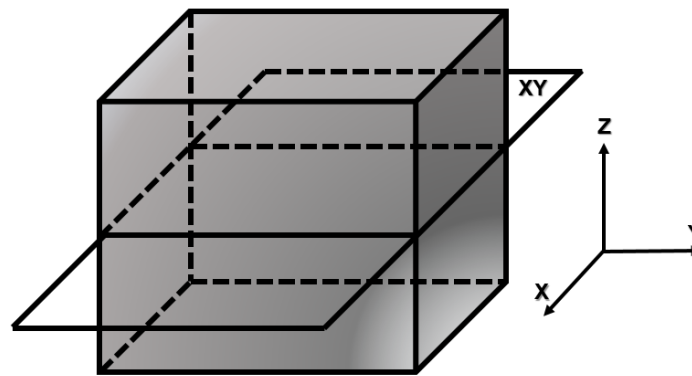
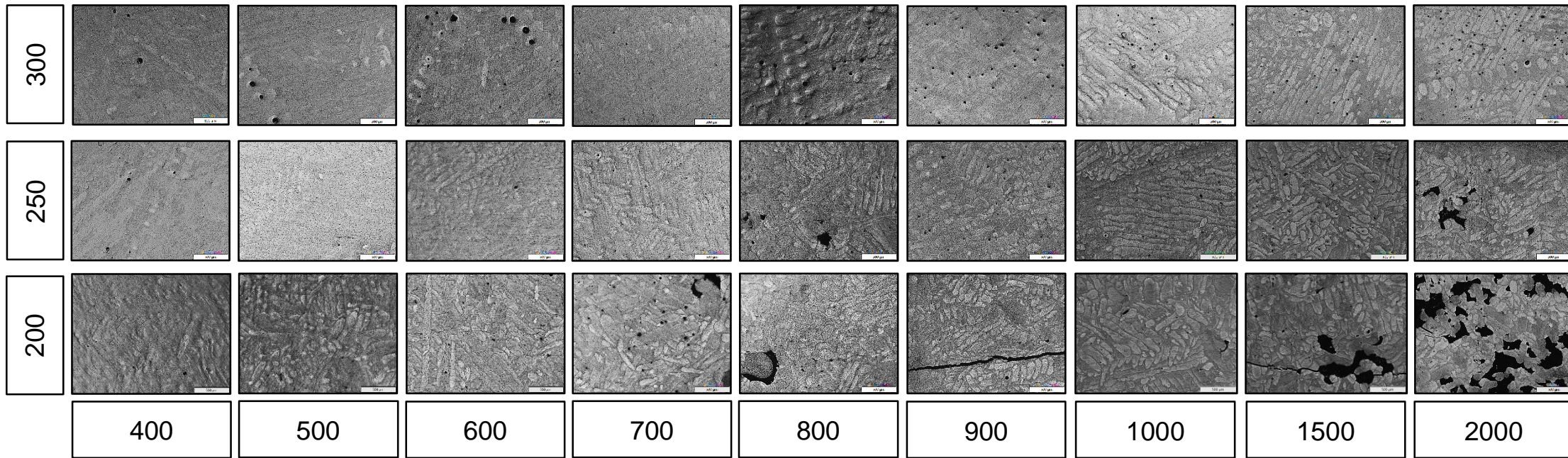


Figura 4.19 - Microestruturas de Topo (Seção Transversal) para os parâmetros de impressão estudados – Corte no eixo Z (Plano XY) – Na horizontal: Velocidade de Varredura (400 a 2000 mm/s) e na vertical: Potência do Laser (200, 250 e 300 W).

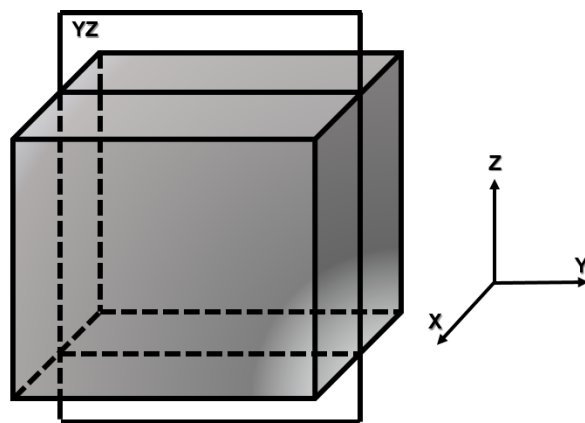
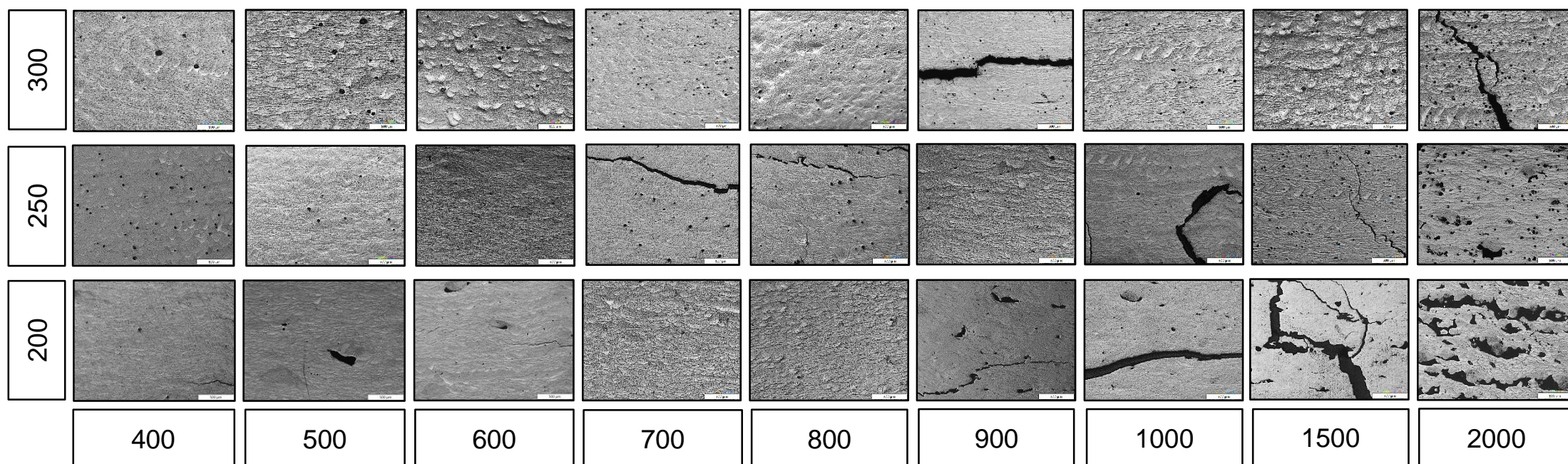


Figura 4.20 - Microestruturas de Construção (Seção Longitudinal) para os parâmetros de impressão estudados – Corte no eixo X (Plano ZY) – Na horizontal: Velocidade de Varredura (400 a 2000 mm/s) e na vertical: Potência do Laser (200, 250 e 300 W).

Os resultados obtidos nas análises microestruturais da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$, após a variação dos parâmetros de velocidade de varredura (mm/s) e potência do laser (W), indicam a formação de diferentes tipos de defeitos dependendo das condições aplicadas. Na seção de corte transversal (Figura 4.19), foram observadas frações de poros esféricos para todas as potências e velocidades, com aumento na concentração e no diâmetro médio dos poros (aproximadamente 15 μm) com a redução da velocidade e aumento da potência do laser, conforme relatado por Araújo et al. [6]. Em potências mais altas (300 W) e velocidades menores (400 e 500 mm/s), a fração desses poros aumentou significativamente devido à maior exposição do feixe de laser e à maior entrada de energia, resultando em temperaturas excessivas que facilitam a evaporação do material e a formação de poros [93, 128, 131].

Para velocidades superiores a 700 mm/s, com potência de 200 W, formaram-se poros irregulares, tornando-se críticos em 1500 e 2000 mm/s. Tais defeitos são comuns em altas velocidades e baixas potências, como observado por Bomfim et al. [121] e Li et al. [129] em estudos de L-PBF com outras ligas de alumínio (AA2017 e AA7050), que relataram a presença significativa desses poros em baixas densidades de energia volumétrica (DEV) de 43 a 68 J/mm^3 . No presente estudo, valores críticos de DEV para a formação de poros na liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ foram 44,44 e 33,33 J/mm^3 .

Nas análises longitudinais (Figura 4.20), amostras com 200 W apresentaram predominantemente poros irregulares e falta de fusão ou penetração, principalmente em velocidades superiores a 900 mm/s. Em potências de 250 e 300 W, os principais defeitos foram poros arredondados, cuja fração aumentou com a velocidade. Defeitos de falta de fusão (*lack of fusion*) e penetração (*lack of penetration*) foram identificados para DEV de 55,56 J/mm^3 , 41,67 J/mm^3 , 66,67 J/mm^3 e 50 J/mm^3 , em velocidades de 1500 e 2000 mm/s com 250 e 300 W. Estes defeitos são inversamente proporcionais à potência aplicada, conforme observado por outros autores em ligas de alumínio do tipo AA7050 e AlSi10Mg [132, 133]. A fração de defeitos aumentou na ordem de 300 W < 250 W < 200 W, sendo mais pronunciada em maiores velocidades.

Os poros esféricos observados em potências de 250 e 300 W em velocidades abaixo de 700 mm/s foram estudados por diversos autores, que indicam a formação de poros de gás e defeitos do tipo *Keyhole* sob alta densidade de energia volumétrica. Esses poros esféricos e *Keyholes* são formados devido ao excesso de energia do laser que provoca vaporização do metal e formação de depressões instáveis na poça de fusão, aprisionando o gás de proteção inerte [130, 134].

Em termos de percentual de porosidade para essas seções de análise (seção transversal – plano XY e seção longitudinal plano ZY), os valores após as análises por imagem no software *ImageJ* podem ser verificadas na Figura 4.21.

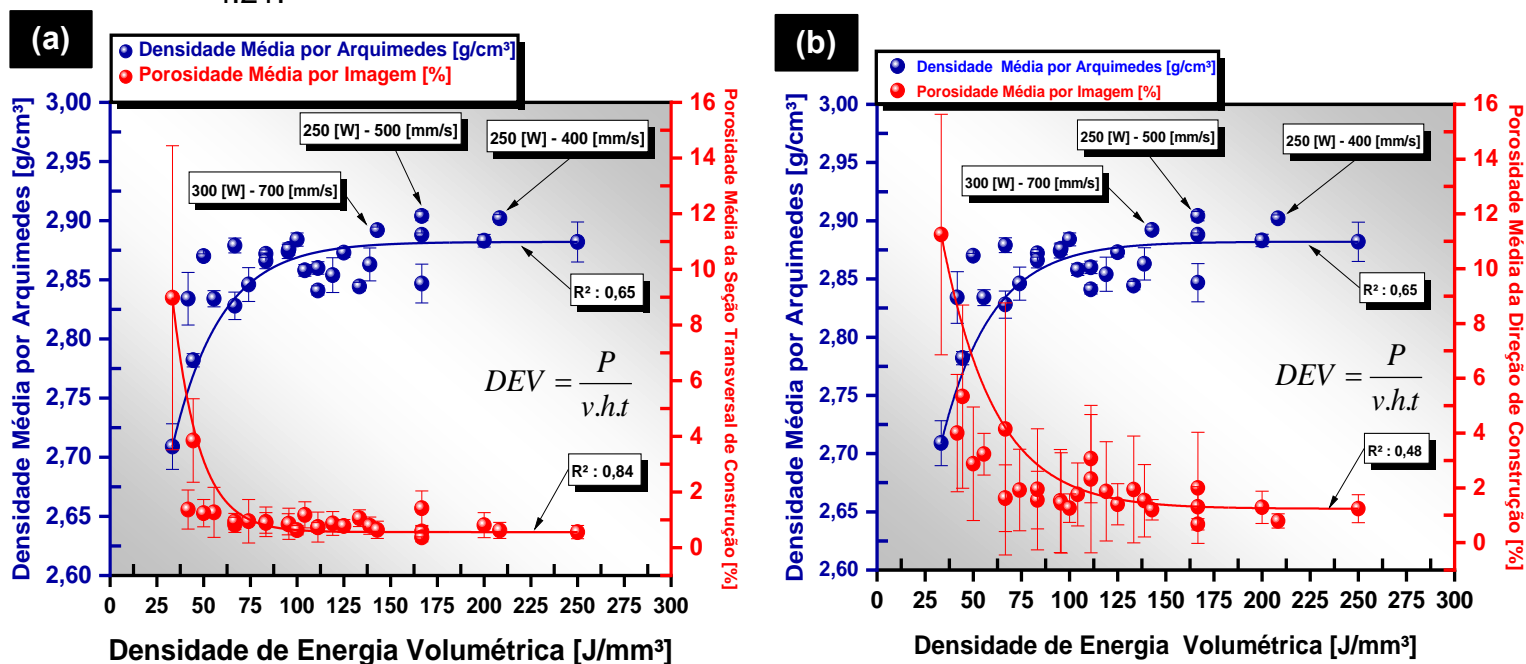


Figura 4.21 - Análises da porosidade interna das amostras em função da densidade de energia volumétrica e densidade de Arquimedes: (a) Seção Transversal e (b) Seção longitudinal.

Os resultados da análise de porosidade na seção transversal (Figura 4.21 (a)) mostraram uma relação inversamente proporcional com as densidades de Arquimedes, corroborando estudos anteriores em ligas de alumínio fabricadas por L-PBF [121]. A porosidade variou entre 0% e 2%, sendo mais baixa ($0,37\% \pm 0,16\%$) para os parâmetros de 250 W a 500 mm/s ($166,67 \text{ J/mm}^3$), que também apresentaram a densidade de Arquimedes mais alta ($2,904 \pm 0,004 \text{ g/cm}^3$,

99,71% da densidade teórica). Em contraste, os parâmetros com 200 W de potência e velocidades de 1500 e 2000 mm/s mostraram densidades mais baixas ($2,782 \pm 0,0056 \text{ g/cm}^3$ e $2,709 \pm 0,0193 \text{ g/cm}^3$, respectivamente) e porosidades elevadas, com médias de $3,85\% \pm 1,5\%$ e $8,98\% \pm 5,46\%$, respectivamente. Esses parâmetros também apresentaram um alto desvio padrão, indicando variações significativas na porosidade ao longo da seção analisada.

Na seção longitudinal (Figura 4.21 (b)), a porosidade variou de acordo com a densidade de energia volumétrica (DEV), sendo menor em parâmetros com DEV elevada ($> 166,67 \text{ J/mm}^3$), como 250 W a 400 mm/s e 500 mm/s ($0,79\% \pm 0,26\%$ e $0,67\% \pm 0,21\%$, respectivamente) e 300 W a 700 mm/s ($1,2\% \pm 0,37\%$). Exceções foram observadas para 300 W a 400 e 500 mm/s, onde a porosidade aumentou além de 1,2%, possivelmente devido à formação de defeitos do tipo *Keyhole* [129]. Parâmetros com 200 W mostraram porosidades mais altas, atingindo até $11,25\% \pm 4,39\%$ em velocidades elevadas, devido à presença de defeitos de falta de fusão e penetração entre camadas.

Para prosseguimento das análises, foram selecionados três parâmetros ideais: 250 W a 400 e 500 mm/s, e 300 W a 700 mm/s. Estes parâmetros foram avaliados em detalhes utilizando técnicas como tomografia computadorizada, DRX e DSC para determinar o melhor parâmetro e proceder com a fabricação dos corpos de prova.

4.3.1.3 Análise de porosidade por tomografia computadorizada

Para as próximas caracterizações, realizou-se uma análise detalhada da quantificação dos poros, aspecto crítico para o projeto. Utilizou-se tomografia computadorizada para essa análise, essencial devido à exigência de corpos de prova densificados nos ensaios de tenacidade à fratura, minimizando a fração de poros para não comprometer a integridade das amostras. A presença de poros poderia aumentar a tensão nos pontos de propagação da trinca, resultando em colapso prematuro do material.

A Figura 4.22 apresenta os resultados da quantificação dos poros para as três amostras selecionadas, em um volume de aproximadamente 500 mm^3 . Na amostra com parâmetros de 250 W de potência e velocidade de 400 mm/s, foram

identificados 2453 poros, com volumes variando de 0,06 a 9,9 μm^3 . Na amostra submetida a 250 W e 500 mm/s, quantificaram-se 274 poros, cujos volumes variaram de 0,06 a 21 μm^3 . Na amostra processada com 300 W e 700 mm/s, observou-se a maior quantidade de poros, totalizando 5337, com diâmetros variando entre 0,06 e 4,4 μm^3 .

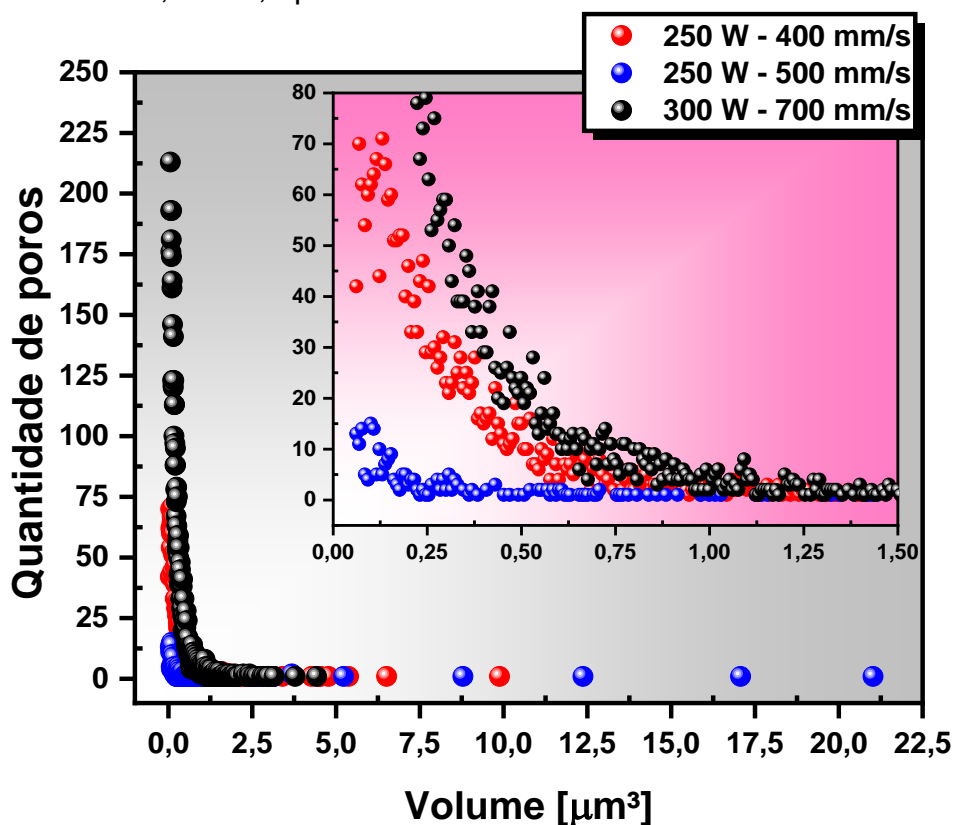


Figura 4.22 - Quantidade de partículas em função de seus respectivos volumes para as condições ótimas.

A Figura 4.23 apresenta a morfologia dos poros quantificados. Observa-se que, para os parâmetros de 250 W a 400 mm/s (Figura 4.23 (a)) e 300 W a 700 mm/s (Figura 4.23 (c)), a quantidade de poros mensurada excede 1000. No entanto, esses poros são de dimensões extremamente pequenas e estão homogeneamente dispersos em todo o volume da amostra. Em contraste, para o parâmetro de 250 W a 500 mm/s (Figura 4.23 (b)), a quantidade de poros é significativamente menor, mas o volume de algumas partículas é maior, porém, ainda assim essas partículas também se distribuem uniformemente ao longo do volume da amostra.

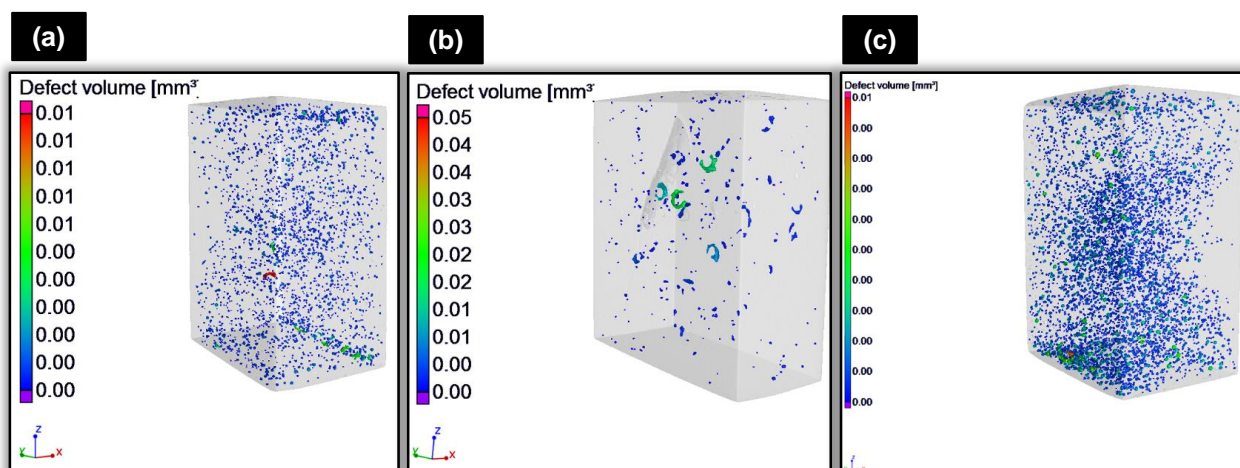


Figura 4.23 - Análise da distribuição e morfologia dos poros por tomografia computadorizada: (a) 250 W – 400 mm/s, (b) 250 W – 500 mm/s e (c) 300 W – 700 mm/s.

Conforme observado na Figura 4.23, no ensaio de K_{IC} onde a alta densificação é essencial, o parâmetro de 250 W com velocidade de 500 mm/s apresentou a melhor condição dentre os três parâmetros avaliados. Assim, com base no critério de densificação, este parâmetro demonstrou o desempenho mais satisfatório.

Para verificar e validar os parâmetros observados, outras caracterizações foram realizadas. Este procedimento assegura que a escolha dos parâmetros não comprometa a fabricação dos corpos de prova destinados ao ensaio de tenacidade à fratura (K_{IC}).

4.3.1.4 Difração de Raios X

Além da alta densidade das amostras, é necessário a formação da fase quasicristalina (QC).

Por isso, para os três parâmetros selecionados, foi realizada uma análise de difração de raios - X (DRX) para investigar a formação de fases. Os parâmetros utilizados foram os mesmos previamente relatados para o lingote obtido por fundição convencional (Figura 4.3) e para os pós metálicos (Figura 4.12), não sendo repetidos neste tópico.

Para essa análise, os cubos foram cortados ao meio no sentido da direção de construção, analisando duas regiões da amostra. Visando verificar a formação das fases QC's ao longo da amostra, essa estratégia foi adotada,

denominando-se as regiões de base e topo. A base compreendeu de 0 a 5 mm de altura e o topo de 5 a 10 mm de altura, conforme o tamanho da aresta dos cubos construídos. A Figura 4.24 apresenta os resultados obtidos para as duas regiões de cada uma das três amostras.

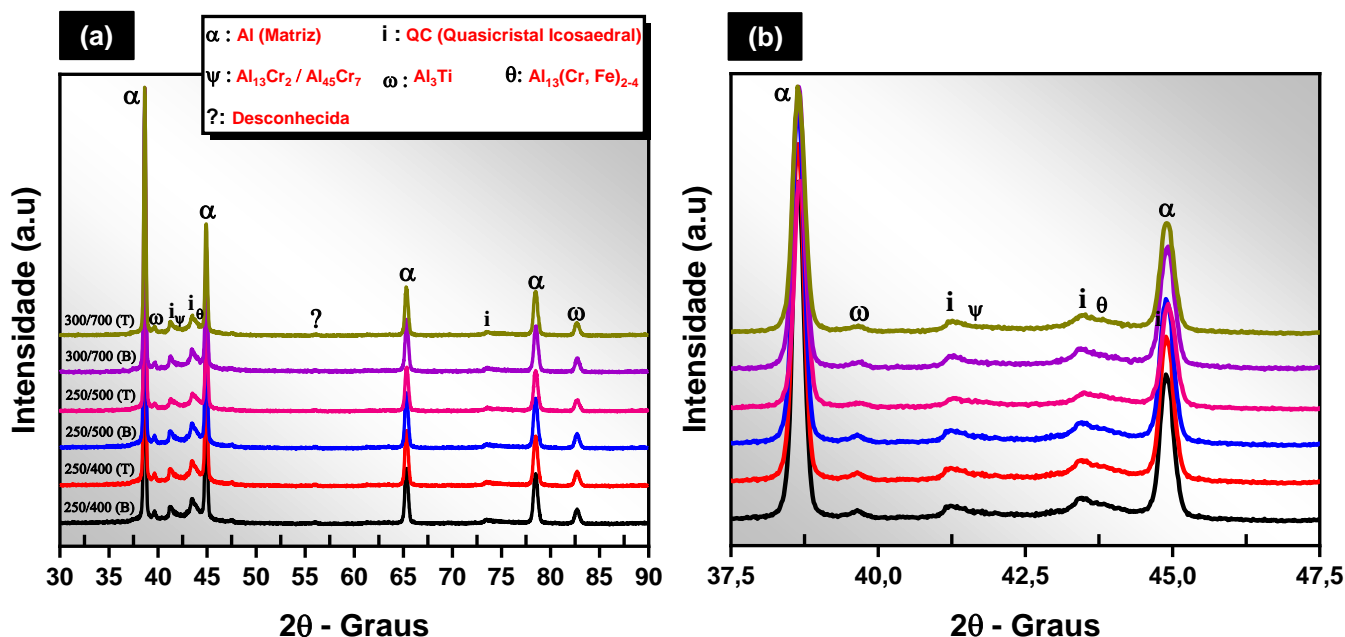


Figura 4.24 - DRX (amostras impressas): (a) Espectro geral de análise e (b) Região específica de análise (37,5 – 47,5 em 2θ graus). B: Base e T: Topo.

A Figura 4.24 demonstrou que, apesar da variação de potência e do tempo de interação do laser com a amostra, a fase quasicristalina (QC) formou-se tanto na base quanto no topo das amostras. Observou-se também a formação da fase estável Al₃Ti e das fases Al₁₃Cr₂ (ou Al₄₅Cr₇) e Al₁₃(Cr,Fe)₂₋₄. Esses resultados indicam que todas as amostras formaram quasicristais (QC), sem anomalias que comprometam as propriedades dos corpos de prova.

4.3.1.5 Calorimetria exploratória diferencial

Para comprovar a presença da fase metaestável QC, foram realizadas análises por calorimetria exploratória diferencial (DSC) nas regiões de topo e base das amostras impressas. Essa análise permitiu identificar a ocorrência de eventos exotérmicos correspondentes à temperatura de decomposição da fase

QC em ambas as regiões das amostras. Os resultados obtidos são apresentados na Figura 4.25. Os parâmetros também seguiram aqueles apresentados anteriormente para o lingote e para os pós metálicos (Figuras 4.4 e 4.13).

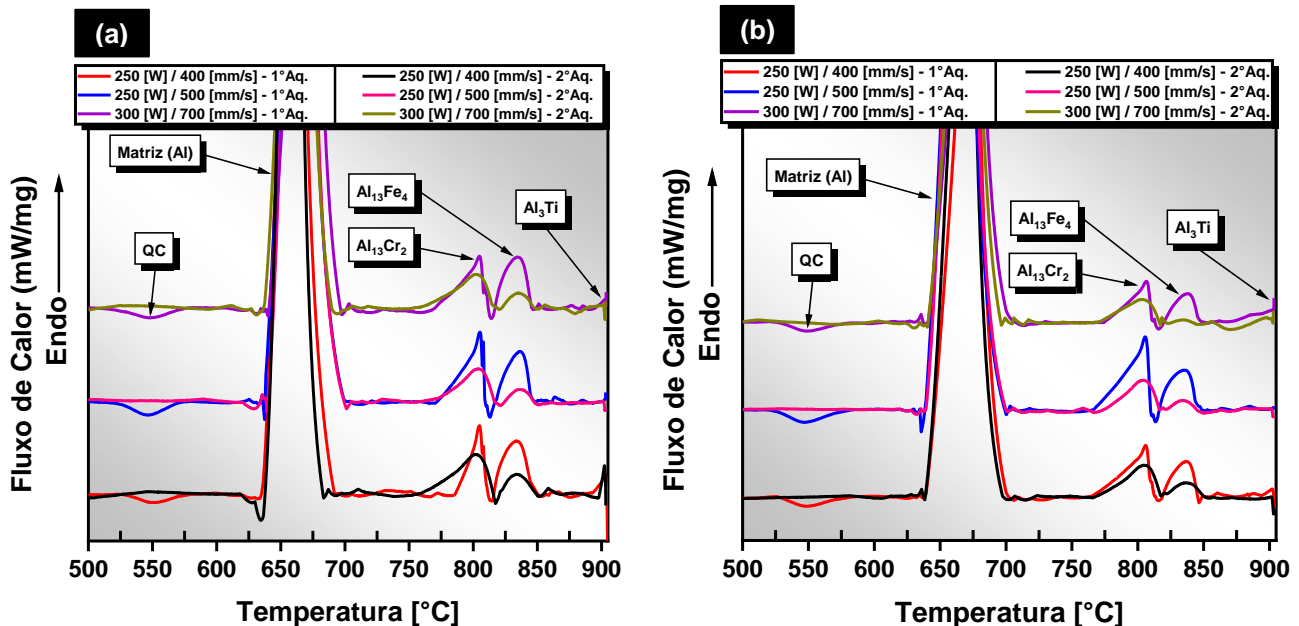


Figura 4.25 - DSC das amostras impressas (Parâmetros ótimos): (a) Base; (b) Topo.

A Figura 4.25 mostra que as curvas de DSC apresentaram picos exotérmicos relacionados à fase QC, indicando sua presença ao longo do volume da amostra. A decomposição da fase QC ocorreu entre 525 e 575°C, demonstrando maior estabilidade em comparação aos 480°C relatados por Araújo et al. [6]. A presença das fases monoclinicas $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ e $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ foi observada, com temperaturas de decomposição de 805°C e 836°C, respectivamente. A fase tetragonal Al_3Ti se decompôs a aproximadamente 903°C, e a matriz de alumínio a 660°C.

Visto que a formação das fases se assemelharam para as três amostras otimizadas, o critério de escolha neste trabalho foi aquele associado a porosidade. Sendo assim, o parâmetro de 250 W a 500 mm/s foi escolhido para a fabricação dos corpos de prova.

4.4 Tratamentos térmicos

Na Figura 4.26 são apresentados os resultados referentes à variação da microdureza em função de duas temperaturas selecionadas (190°C e 220°C) e dos tempos de análise para as amostras em formato de cilindros (diâmetro de 3mm e comprimento de 5 mm). Os resultados apresentados na Figura 4.26 referem-se a análises em duplicata. Para cada amostra, foram realizadas um total de 10 indentações, e a média dos valores obtidos foi calculada e considerada para a análise final.

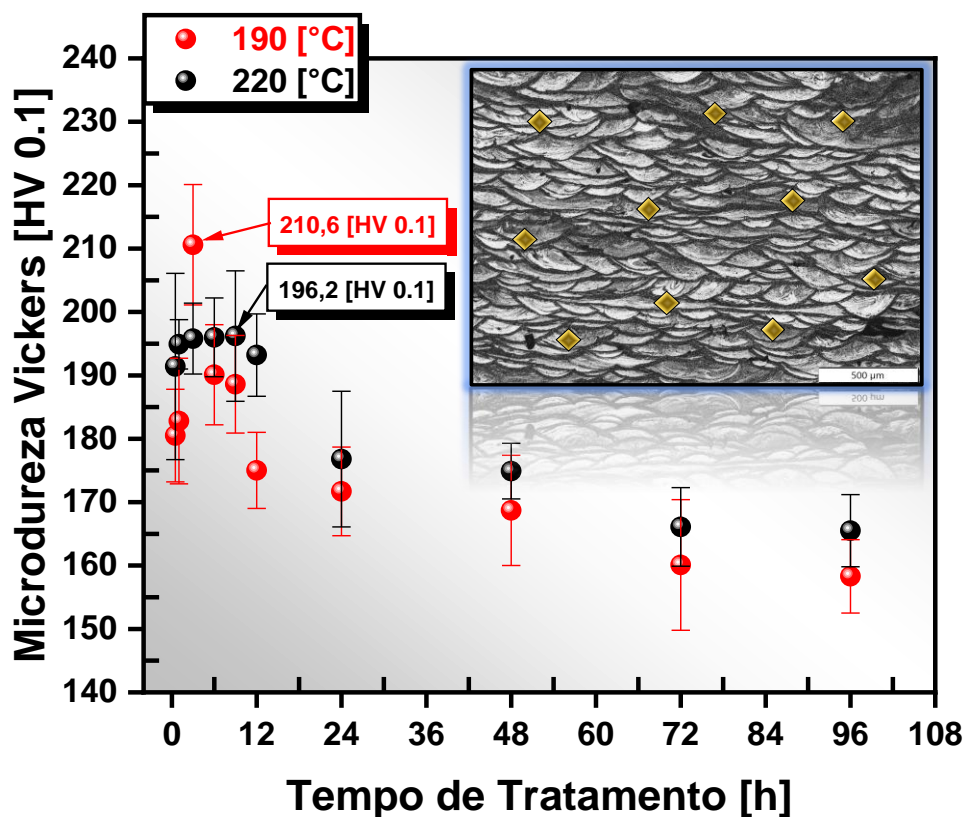


Figura 4.26 – Curva de microdureza em função do tempo de tratamento para a liga de estudo.

Conforme observado na Figura 4.26, os melhores parâmetros foram: 190°C por 3 horas e a 220°C por 9 horas. De acordo com esses resultados, as amostras tratadas apresentaram um aumento considerável na microdureza em relação à amostra como fabricada (*as-built*), que exibiu uma dureza de $175,5 \pm 4,5$ Vickers [HV0.1]. Isso indica que, mesmo após tratamentos em forno a vácuo de 3 e 9 horas, o material manteve suas propriedades sem comprometer sua integridade. Para as amostras submetidas a 190°C por 3 horas e 220°C por 9

horas, os valores de dureza foram $210,6 \pm 9,5$ e $196,2 \pm 10,3$ Vickers [HV0.1], respectivamente.

Dado que os valores de dureza excederam níveis significativos, uma investigação detalhada foi conduzida para verificar se houve alteração ou formação de novas fases. Na Figura 4.27, são apresentados os resultados de Difração de Raios - X (DRX) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) das duas condições analisadas. Com base nos resultados de DSC, constatou-se a ausência de picos endotérmicos próximos a 190°C e 220°C , indicando que, em termos volumétricos, nenhuma fase adicional foi formada durante os tratamentos térmicos nessas condições. Os picos de DRX não apresentaram diferenças em relação aos previamente observados na Figura 4.24, que foram realizados para os cubos nas melhores condições. Novamente, foram identificados picos associados às fases metaestáveis quasicristalinas (QC) e fases como Al_3Ti .

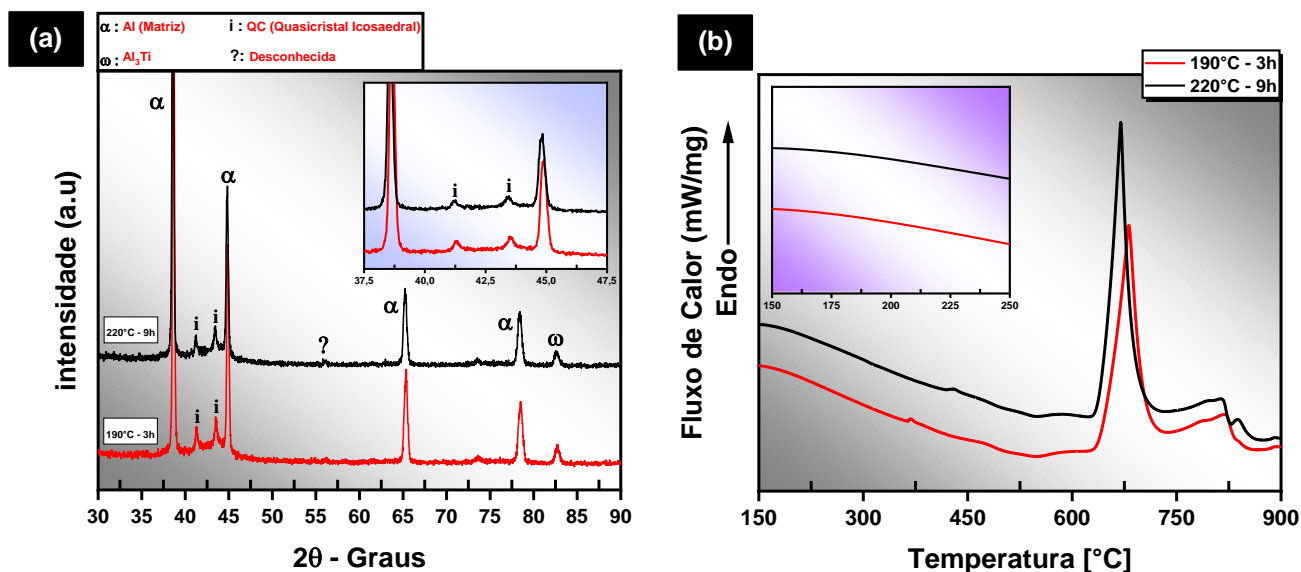


Figura 4.27 - Amostras tratadas termicamente ($190^\circ\text{C}/3\text{h}$ e $220^\circ\text{C}/9\text{h}$): (a) DRX e (b) DSC.

Na Figura 4.28 são apresentados os resultados de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para a amostra tratada a 190°C por 3 horas, tratamento que obteve o maior valor de microdureza (Figura 4.26). Na análise, foi obtida uma imagem geral da microestrutura em campo claro (Figura 4.28 (a)).

O principal foco desta análise foi a identificação de partículas nanométricas formadas por precipitação. Para isso, foram realizadas análises

em modo HRTEM (*High-Resolution Transmission Electron Microscopy*). Na Figura 4.28 (c), são apresentadas regiões de interface entre a matriz (seta em preto) e a fase metaestável QC (seta em laranja), bem como regiões dentro da fase QC (Figura 4.28 (d)). Não foram observadas modificações na microestrutura nessas regiões, o que auxiliou na comprovação dos resultados de DRX e DSC apresentados anteriormente. A análise focou mais na região da matriz, pois esta, associada a uma solução sólida, poderia sofrer precipitações com mais facilidade. Além disso, a fase QC apresenta modificações a temperaturas mais elevadas, dependendo da taxa de aquecimento (Figura 4.25).

A Figura 4.28 (b) mostra um padrão de difração de elétrons da região destacada na Figura 4.28 (a), exibindo anéis correspondentes às fases formadas na área selecionada (SAED - *Selected Area Electron Diffraction*). Ao fundo, é possível identificar 10 *spots* associados ao padrão de quinta ordem (*five-fold*), característico da fase metaestável QC.

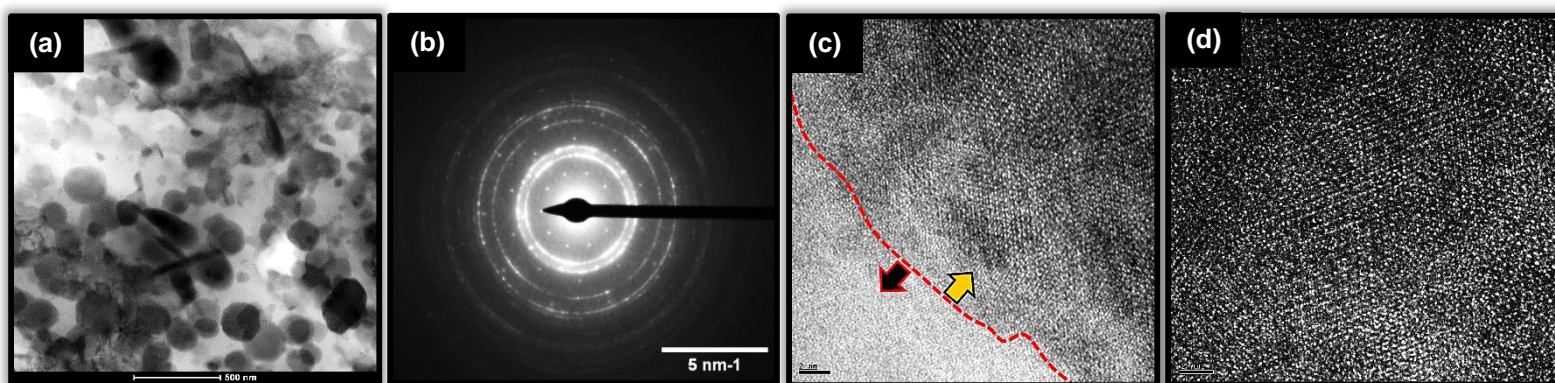


Figura 4.28 - Amostra (190°C/ 3h): (a) Imagem em campo claro; (b) Padrão de difração da área em (a); (c) HRTEM da interface matriz/QC e (d) HRTEM da fase QC.

Assim, para uma condição de análise de tenacidade à fratura dos corpos de prova, o tratamento de 190°C por 3 horas para alívio de tensões foi escolhido dentre aqueles apresentados na Figura 4.26.

4.5 Confeção dos corpos de prova

Na Figura 4.29, são apresentadas todas as amostras fabricadas por L-PBF para os ensaios de tenacidade à fratura após a validação do melhor

parâmetro a ser utilizado (250 W – 500 mm/s). A figura exibe as amostras fabricadas em três direções de construção após três corridas de impressão, conforme descrito na seção de materiais e métodos. Na Figura 4.29 (a, b, d, e), são demonstrados os corpos de prova construídos a 0° e 90°, enquanto a Figura 4.29 (c, f) mostra apenas os corpos de prova construídos a 45°.

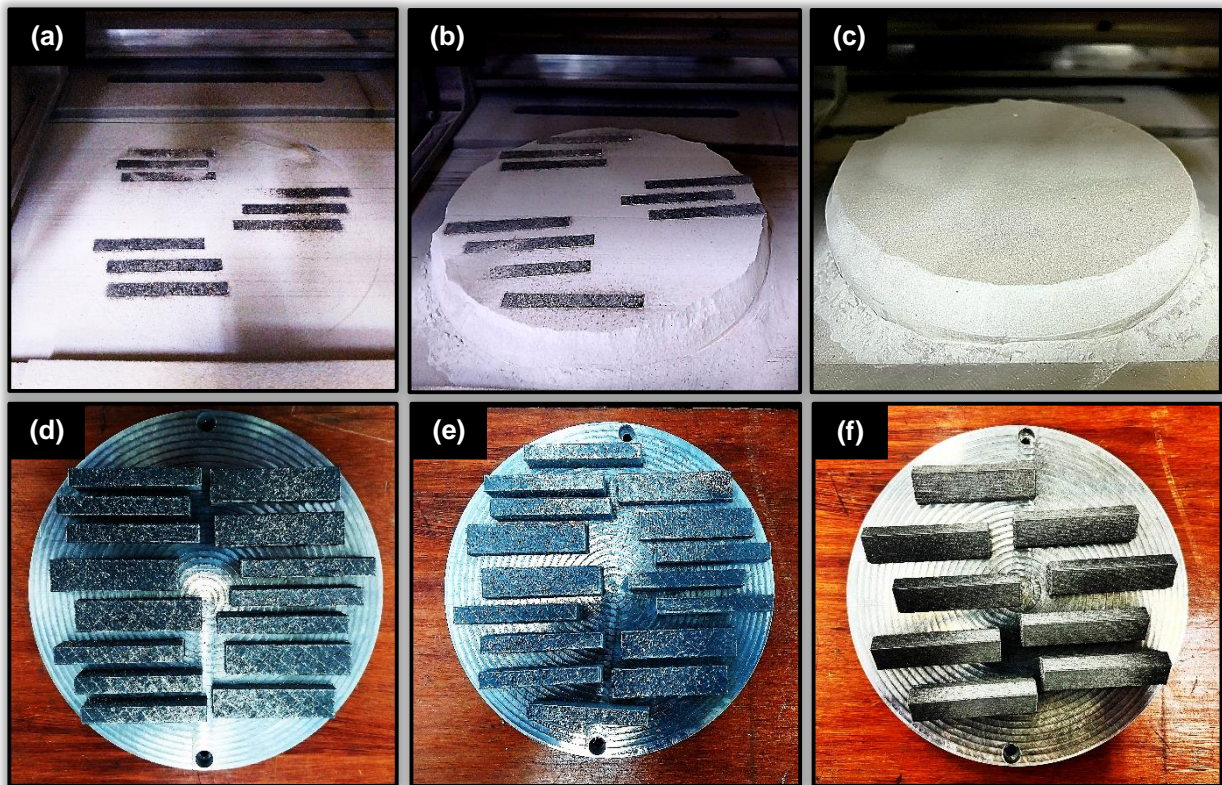


Figura 4.29 – Amostras construídas por L-PBF destinadas ao ensaio de tenacidade à fratura → (a, b, c): Após o processamento e (d, e, f): Após a remoção dos pós excedentes no substrato.

4.6 Confeção dos entalhes, tratamentos térmicos e formação da pré – trinca por fadiga

Uma vez impressas as amostras, os entalhes foram usinados por eletroerosão seguindo o desenho técnico previamente apresentados na Figura 3.9. Um exemplo dos corpos de prova (CP's) após o processo de usinagem podem ser verificados na Figura 4.30.



Figura 4.30 - CP's após a usinagem do entalhe.

Após a usinagem, a confecção da pré-trinca foi formada até um comprimento de aproximadamente 1 mm a partir da ponta do entalhe para cada corpo de prova (como fabricado e com os tratamentos térmicos empregados), resultando em uma razão média de 0,5 entre o comprimento da trinca (a) e a largura do corpo de prova (W), conforme recomendado pela norma para corpos de prova com seção retangular e configuração SE(B) [109]. Conforme abordado na seção de materiais e métodos, o comprimento total do entalhe era de 5 mm, e a amplitude de carga utilizada seguiu a Equação 3.1, com uma razão de 0,1 entre a força máxima e mínima.

Baseando-se na resistência ao escoamento previamente reportada para esta liga [4], cargas máximas de aproximadamente 1200 N foram previstas. No entanto, foram aplicadas cargas mínima e máxima de 70 N e 700 N, respectivamente, com uma frequência de 10 Hz, resultando em um número médio de 27.000 ciclos, em consonância com estudos bem-sucedidos de tenacidade à fratura com ligas AlSi10Mg [135].

4.7 Caracterização dos Corpos de prova impressos

4.7.1 Microestrutura

Na Figura 4.31 é demonstrado a microestrutura dos CP's fabricados nas três direções de construção (0° , 45° e 90°). Conforme observado, para todas direções de construção foi observado poros arredondados, geralmente na região

inferior da poça de fusão. Esses defeitos eram esperados, pois, conforme observado anteriormente na janela de processamento dessa liga, mesmo com o melhor parâmetro aqui selecionado (250 W – 500 mm/s), ainda assim apresentava esse tipo de defeito denominado de *Keyhole* na literatura [129].

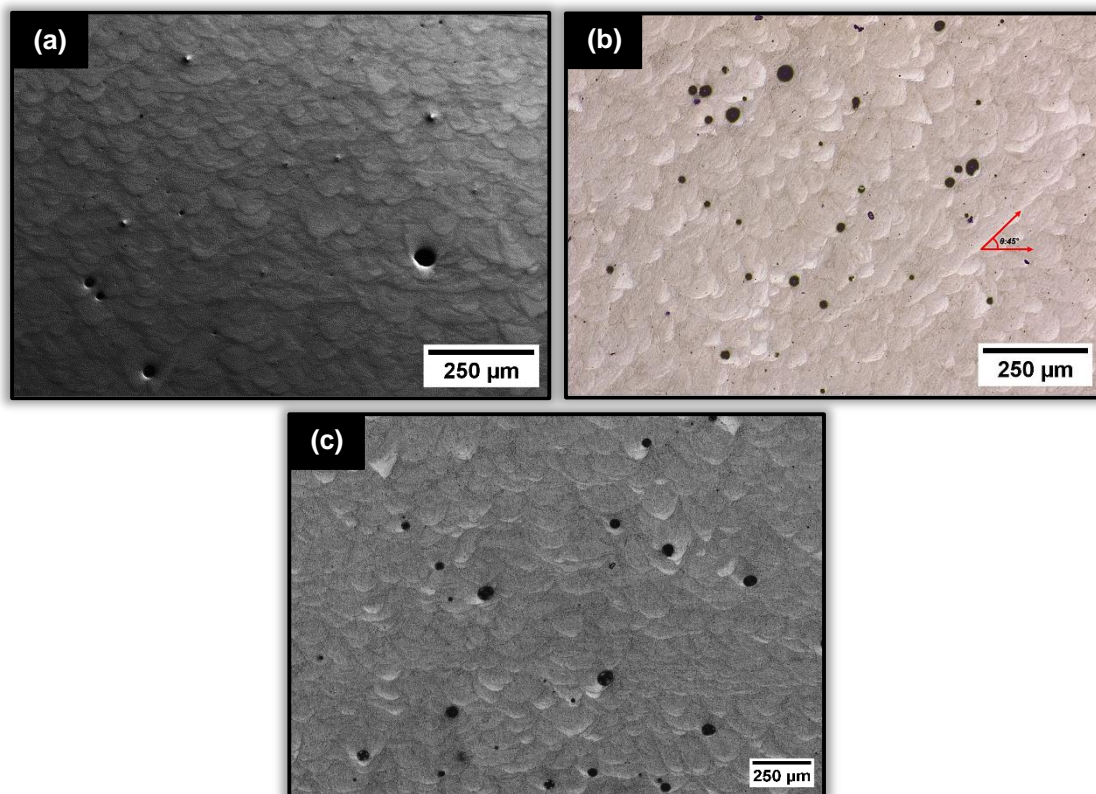


Figura 4.31 - Microestrutura típica dos CP's produzidos por L-PBF: (a) 0°; (b) 45° e (c) 90°.

Para uma análise abrangente da fração de poros, foram examinadas três seções ao longo dos 54 mm de comprimento dos corpos de prova (CP's): uma na região central e duas nas laterais opostas. A análise no software *ImageJ* revelou porosidades médias de $0,89 \pm 0,09\%$ para CP's construídos a 0°, $1,66 \pm 0,77\%$ para os construídos a 45°, e $0,97 \pm 0,15\%$ para os a 90°.

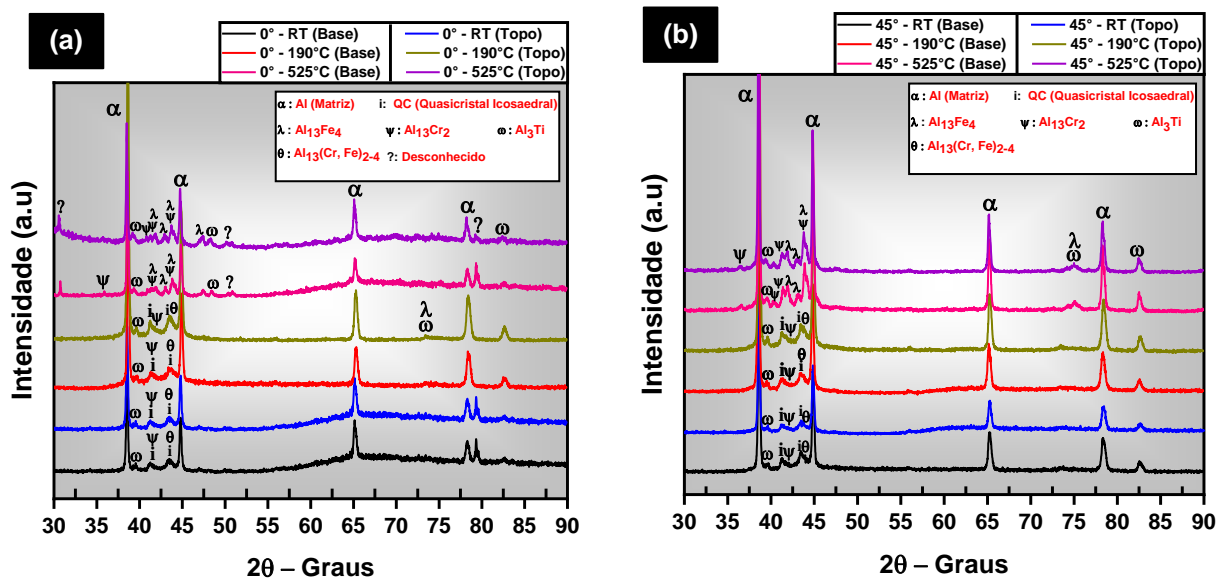
Nos CP's a 0°, algumas regiões apresentaram porosidades semelhantes às dos CP's a 90°, devido à maior área exposta durante a construção, apesar do menor número de camadas (6 mm de altura). Em contraste, os CP's a 90° tinham menor área exposta ao feixe, mas o número de camadas dobrou (12 mm de altura). Os CP's construídos a 45° tinham maior altura e área exposta, devido à

necessidade de suportes maciços e à exposição da área inclinada que cobria toda a região principal dos CP's, favorecendo a maior quantidade de poros.

4.7.2 Difração de raios X

Para validar as condições de tratamentos térmicos aplicados nos corpos de prova (CP's) e, conseqüentemente, validar as fases presentes, foram realizadas análises de difração de raios - X nas regiões de topo e base dos mesmos. A região de base corresponde à parte inferior das amostras, com uma altura de 6 mm, enquanto a região de topo abrange a parte superior, de 6 a 12 mm de altura para os CP's a 45° e 90°; já para os CP's a 0°, a região de base possuía uma altura de 3 mm, enquanto a região de topo ia de 3 a 6 mm.

Essa análise em duas regiões foi planejada para verificar a ausência de variações significativas na formação de fases entre as áreas mencionadas. Dessa forma, os tratamentos térmicos seriam validados quanto à homogeneidade em todo o volume dos CP's. Na Figura 4.32 são apresentados os resultados das análises das duas regiões mencionadas.



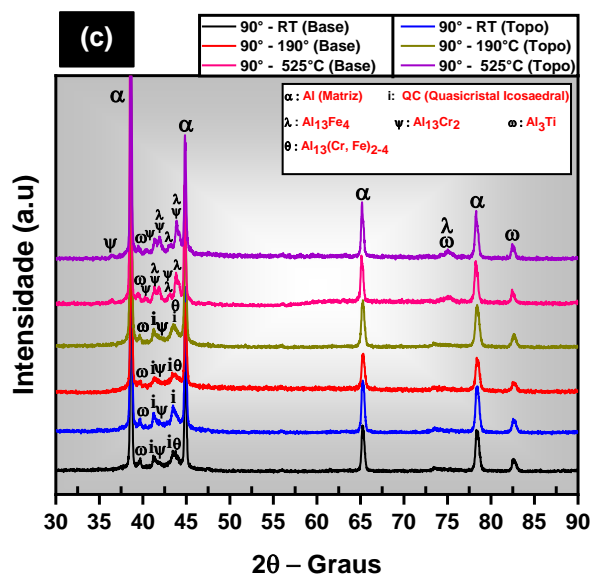


Figura 4.32 - DRX dos CP's com todas as condições de tratamento (*as built*, HT1 e HT2) nas regiões de base e topo: (a) 0°, (b) 45° e (c) 90°.

Conforme observado na Figura 4.32, todas as condições de direção de construção dos CP's (0°, 45° e 90°) apresentaram características similares nas regiões de base e topo para cada condição específica de processamento. Nos CP's na condição "*as built*", as fases presentes em todas as direções de construção foram: $Al_{13}Cr_2$ (aproximante estável), bem como a fase metaestável cuja estequiometria variava entre $Al_{13}(Cr,Fe)_{2-4}$. Destaca-se também a formação da fase quasicristalina (QC) e da fase estável tetragonal Al_3Ti , cujo pico adicional em 2θ estava aproximadamente em $39,5^\circ$.

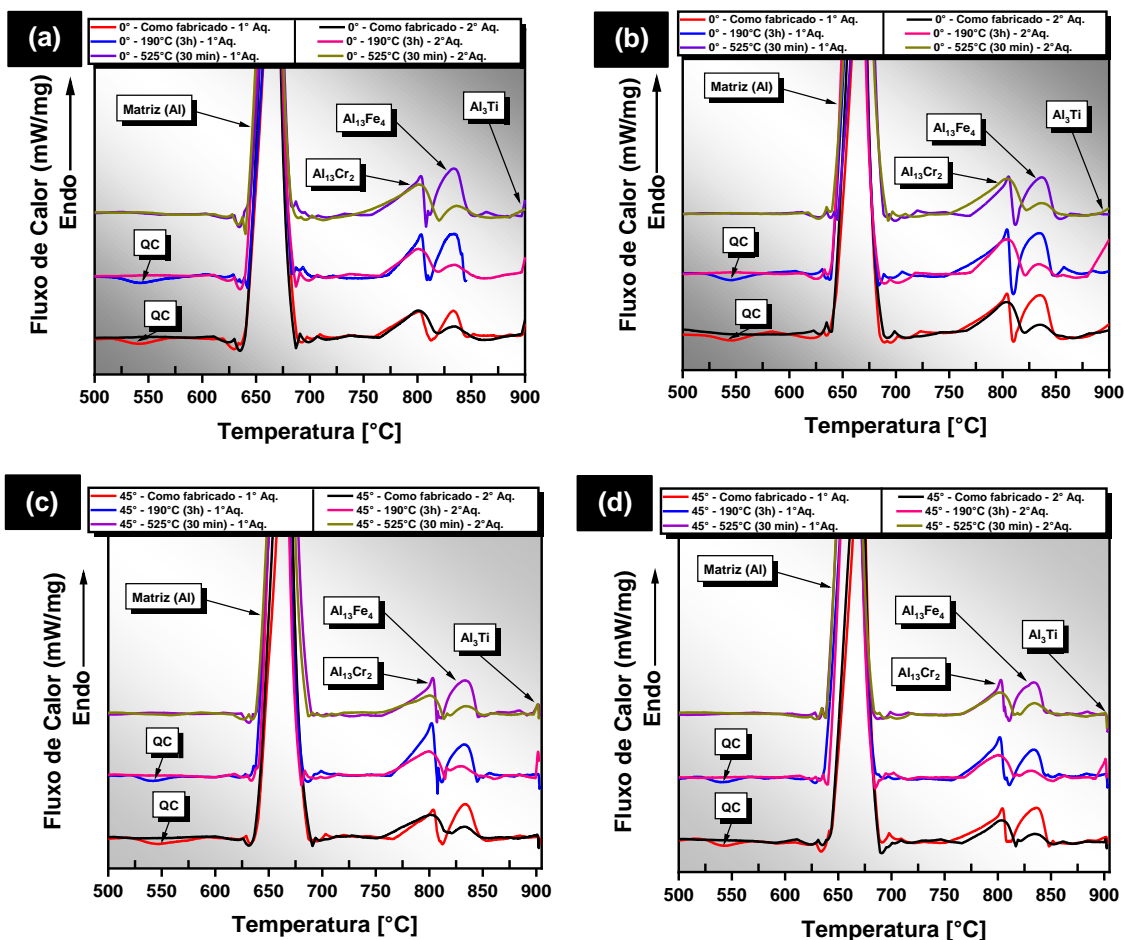
Para o tratamento térmico de alívio de tensão (HT1), não foram observadas mudanças adicionais nas fases presentes, conforme esperado com base nos resultados preliminares de testes de tratamentos térmicos. Em contrapartida, a condição de decomposição da fase QC (HT2) mostrou uma mudança expressiva, demonstrando a eficácia do tratamento térmico em um curto período (30 minutos). Na condição HT2, a fase metaestável QC foi completamente eliminada, apresentando a formação das fases estáveis $Al_{13}Cr_2$ e $Al_{13}Fe_4$, ambas com estrutura monoclinica.

Conclui-se que os tratamentos térmicos foram eficazes na homogeneização dos CP's em termos de fases presentes, com as regiões de

base e topo apresentando as mesmas características, sem picos adicionais ou divergentes entre as regiões na mesma condição de tratamento.

4.7.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

Na Figura 4.33, são apresentadas as curvas de DSC para cada condição estudada e direção de construção nas regiões basal e de topo. Para as condições com tratamento HT1 e "as built", foi observado um pico exotérmico associado à fase metaestável QC, com uma temperatura de decomposição média de aproximadamente 550°C, indicando alta estabilidade dessa fase nos CP's. Como esperado, a condição HT2 não apresentou o pico exotérmico em ambas as regiões, demonstrando a eficiência do tratamento para todos os CP's e confirmando os resultados de DRX. Fases aproximantes foram identificadas após a decomposição do QC no primeiro ciclo de aquecimento ou no aquecimento da liga sem a fase QC após o tratamento HT2.



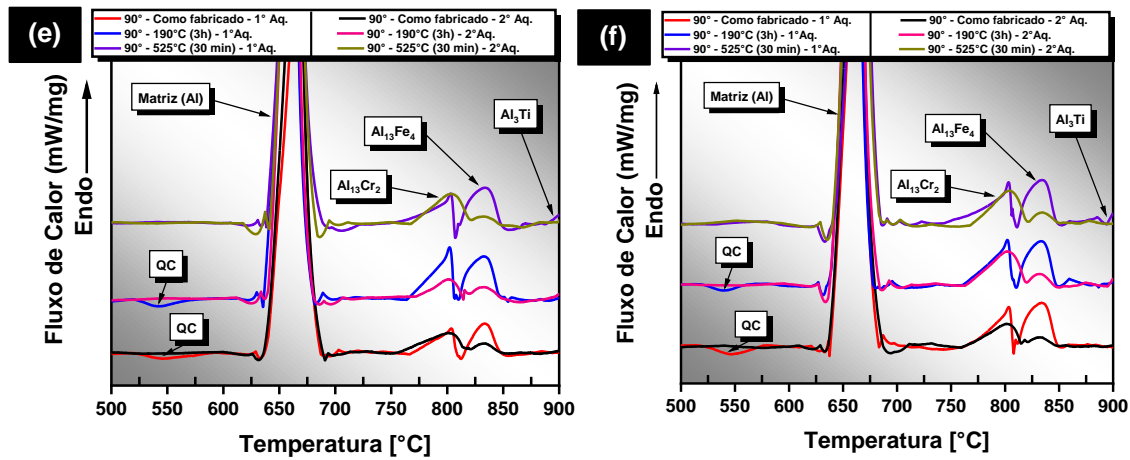
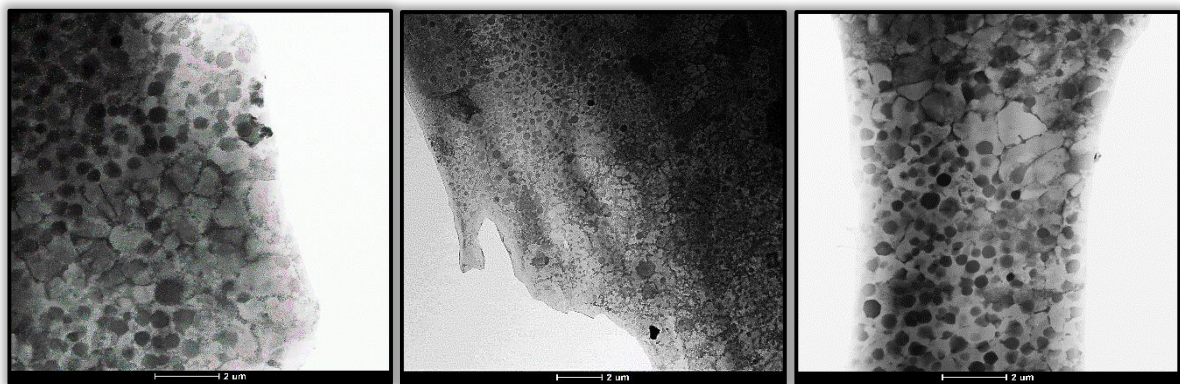


Figura 4.33 - DSC dos CP's submetidos a diferentes direções de construção e de pós processamento: 0° (a) Base e (b) Topo; 45° (c) Base e (d) Topo; 90° (e) Base e (f) Topo.

4.7.4 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

Na Figura 4.34 são observados os resultados de microscopia eletrônica de transmissão (MET) referente as regiões de base e de topo para os CP's submetidos as três direções de construção, nesse caso para a condição "as built". Conforme observado, para ambas as condições de direção de construção, os CP's apresentaram em sua microestrutura uma dispersão da fase metaestável QC embebedas em matriz celular de alumínio (α -Al), no qual a morfologia esferoidal da fase QC variou na faixa média de 200 a 500 nm.



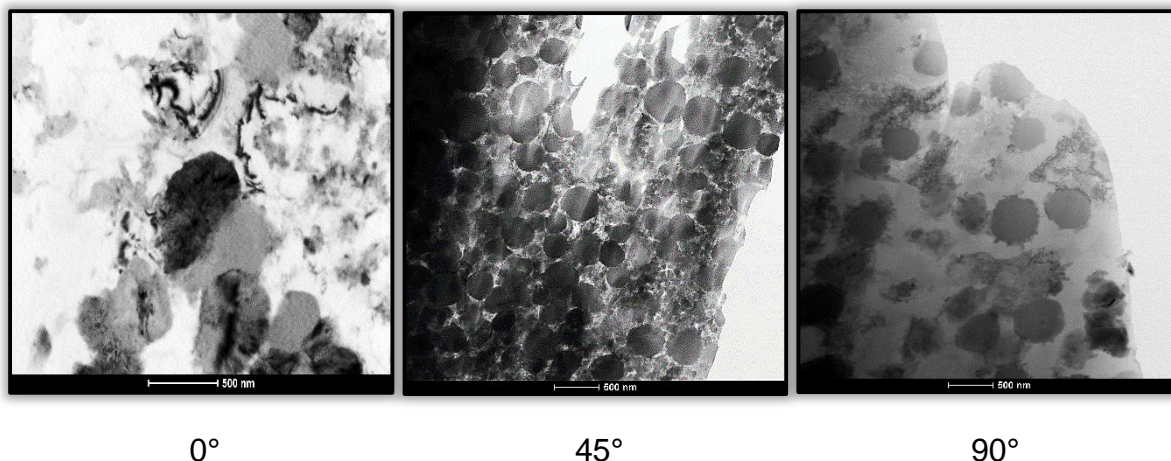


Figura 4.34 – Imagens de campo claro da microestrutura dos CP's na condição "as built" via MET: De baixo para cima (Base - Topo).

A fase QC apresentada na Figura 4.34 para ambas as direções de construção foram posteriormente confirmadas pelos seus respectivos padrões de difração de simetria de terceira e quinta ordem (*three-fold* e *five-fold*), conforme a Figura 4.35.

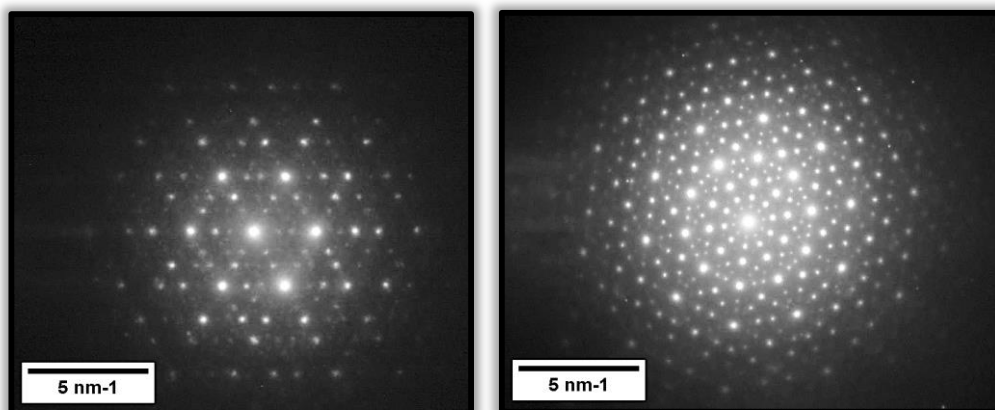


Figura 4.35 - Padrão de difração da fase QC observado nos CP's de ambas as direções de construção: Esquerda (*Three - Fold*) e a Direita (*Five - Fold*).

Na Figura 4.36 referente aos CP's submetidos ao tratamento térmico HT1, também foram observadas as mesmas características microestruturais para ambos os CP's nas respectivas direções de construção. Conforme observado, uma matriz de alumínio embebida por diversas fases esferoidais metaestáveis quasicristalinas (QC) de 200 a 500 nm estiveram presentes em todas as regiões

(base e topo) para todas as direções de construção aqui estudado. As fases QC's foram confirmadas pelo padrão de difração de elétrons de terceira e quinta ordem (*three - fold* e *five – fold*), no qual foram previamente apresentados na Figura 4.35.

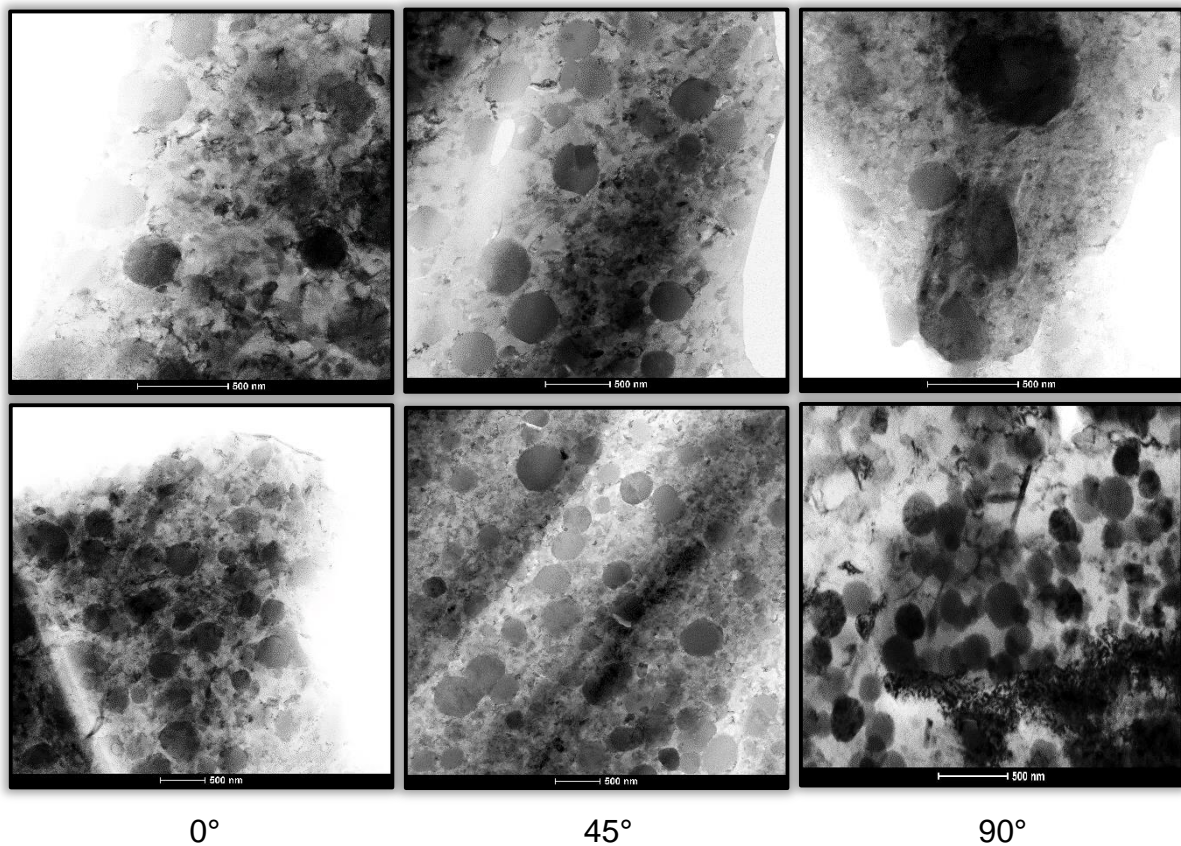


Figura 4.36 – Imagens de campo claro da microestrutura dos CP's na condição "HT1 - Alívio de Tensão" via MET: De baixo para cima (Base - Topo).

Por fim, conforme os resultados apresentados anteriormente pelos métodos de DRX e DSC (Figuras 4.32 e 4.33), os CP's submetidos ao tratamento térmico HT2 apresentaram a eliminação completa da fase QC ao longo de seus respectivos volumes. Conforme observado na Figura 4.37, as regiões de base e topo para todas as condições apresentaram a formação de novas fases com morfologias distintas. É possível observar que, as morfologias variaram desde aquelas esferoidais, até aquelas com morfologia em forma de pequenas agulhas. Destaca – se também que, para todas as direções de construção apresentaram as mesmas características microestruturais.

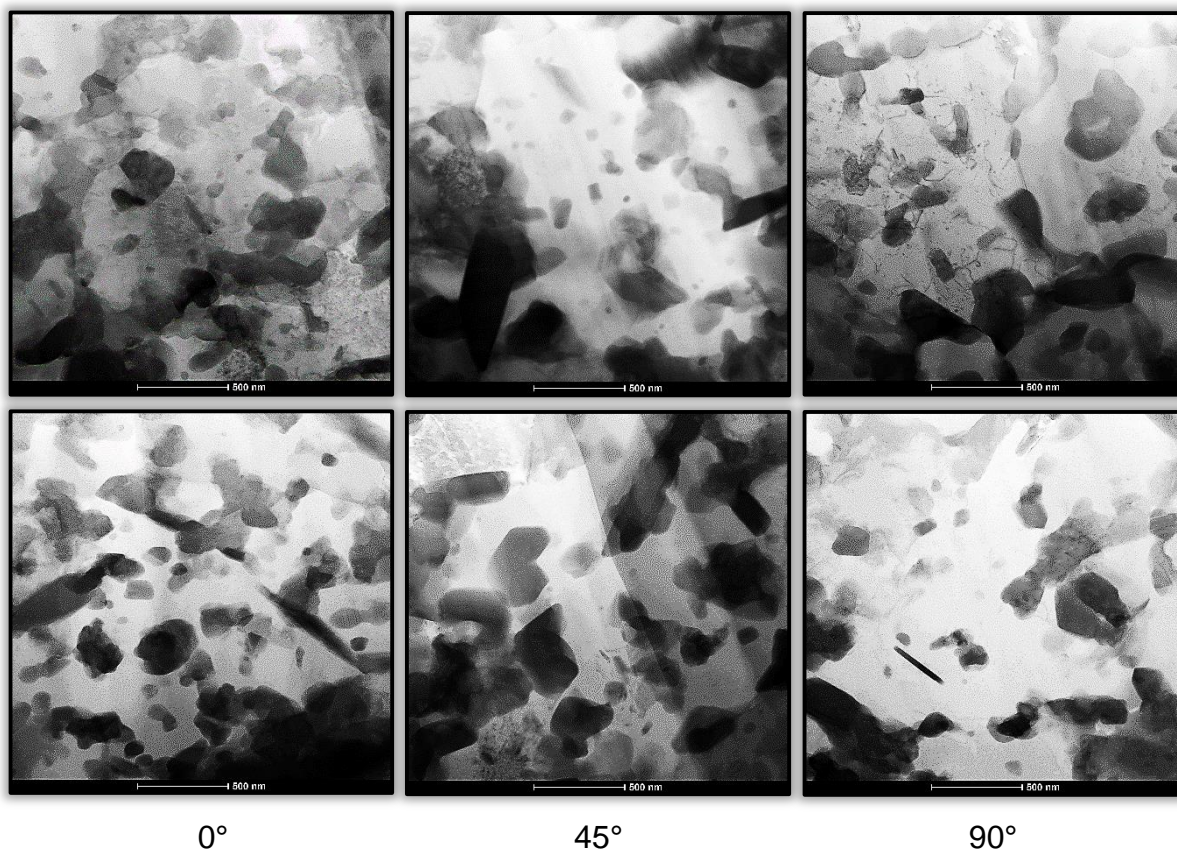
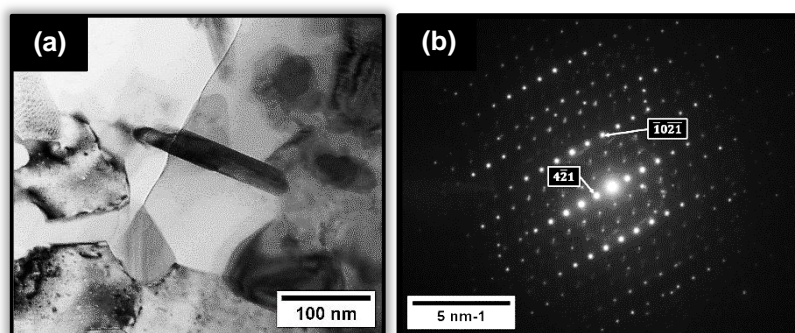


Figura 4.37 – Imagens de campo claro da microestrutura dos CP's na condição "HT2 - Decomposição dos QC's " via MET: De baixo para cima (Base - Topo).

Na Figura 4.38 são apresentados dois tipos de fases observadas e seus respectivos padrão de difração referente as regiões de base e topo em cada direção de construção para as condições HT2, comprovando a formação das fases aproximantes advindas da decomposição da fase QC mestaestável.



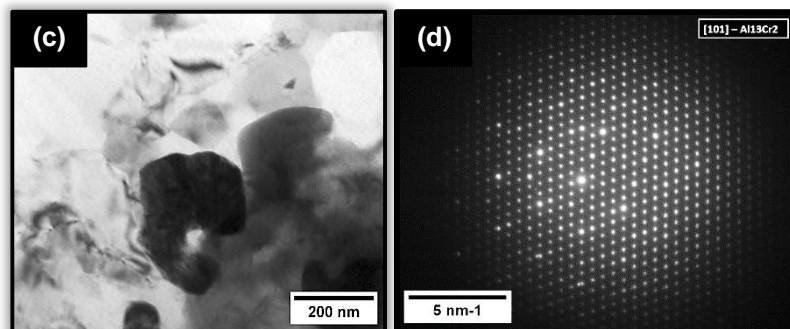


Figura 4.38 - Fases aproximantes observadas nos CP's com tratamento HT2: (a) Fase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$; (b) Padrão de difração de elétrons referente a fase em (a); (c) Fase $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ e (d) Padrão de difração de elétrons referente a fase em (c).

Na Figura 4.38 (a, b), a fase tipo agulha é identificada como $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, conforme observado por Araújo et al. [6] em ligas Al-Fe-Cr-Ti produzidas por L-PBF. Neste estudo, a composição desta fase é $\text{Al}_{78,01}\text{Fe}_{21,11}$. A Figura 4.38 (c, d) mostra a fase $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$, que tem uma morfologia irregular e se origina da decomposição da fase QC, como indicado na Figura 4.38 (c), onde a morfologia anterior era esferoidal.

O padrão de difração demonstrado na Figura 4.38 (d) também foi observado por Araújo et al. [6]. Os tratamentos térmicos HT1 e HT2 aplicados nos corpos de prova (CP's) foram homogêneos, garantindo a validade das propriedades mecânicas nos resultados de tenacidade à fratura. A consistência dos tratamentos térmicos foi crucial para a precisão e confiabilidade dos dados.

4.8 Ensaios de tenacidade à fratura

Na Figura 4.39 são apresentados os resultados referentes aos ensaios de tenacidade à fratura para todas as condições aqui analisadas. Novamente, o ensaio consistiu em uma flexão de 3 pontos, no qual a taxa empregada foi de 1 mm/min. Aqui os ensaios geram curvas de força (N) em função do deslocamento da abertura da ponta da trinca a partir do entalhe usinado (mm).

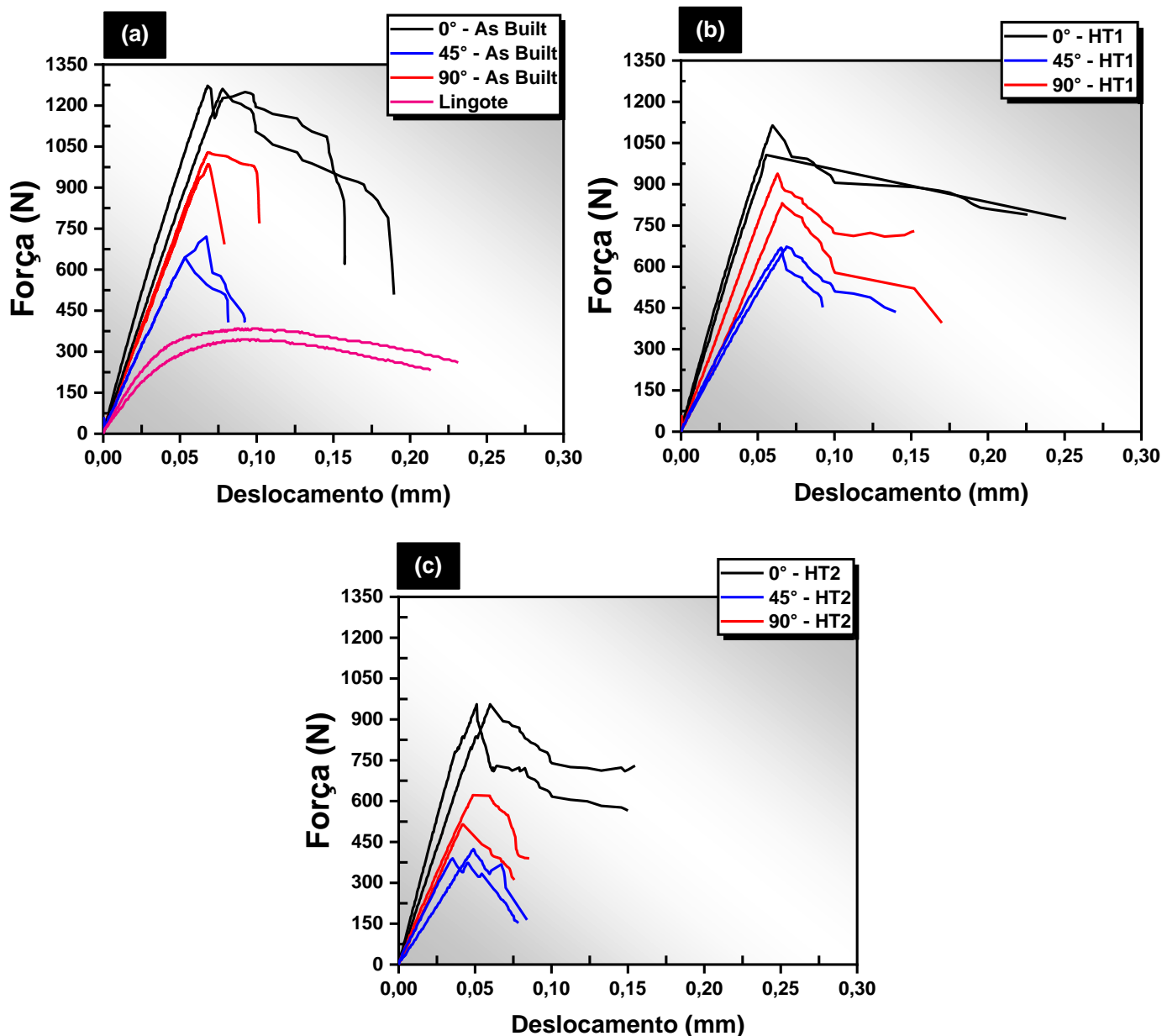


Figura 4.39 - Gráficos de força x deslocamento dos CP's processados a 0°, 45° e 90° submetidos em diferentes condições: (a) Como fabricado (*as Built*); (b) Com alívio de tensões (HT1) e (c) Com decomposição da fase metaestável QC (HT2).

Baseando-se na Figura 4.39, essas curvas foram fundamentais para obter informações sobre a força máxima ($P_{m\acute{a}x}$) e a força condicional (P_Q), determinada pela linha secante traçada com uma inclinação 5% inferior à da curva de cada ensaio (Figura 4.40). Associando esses dados às informações sobre

propriedades mecânicas, geometria do corpo de prova e tamanho da pré-trinca, foi possível calcular a tenacidade à fratura (K_Q) para cada condição avaliada neste estudo, conforme demonstrado na Figura 4.41.

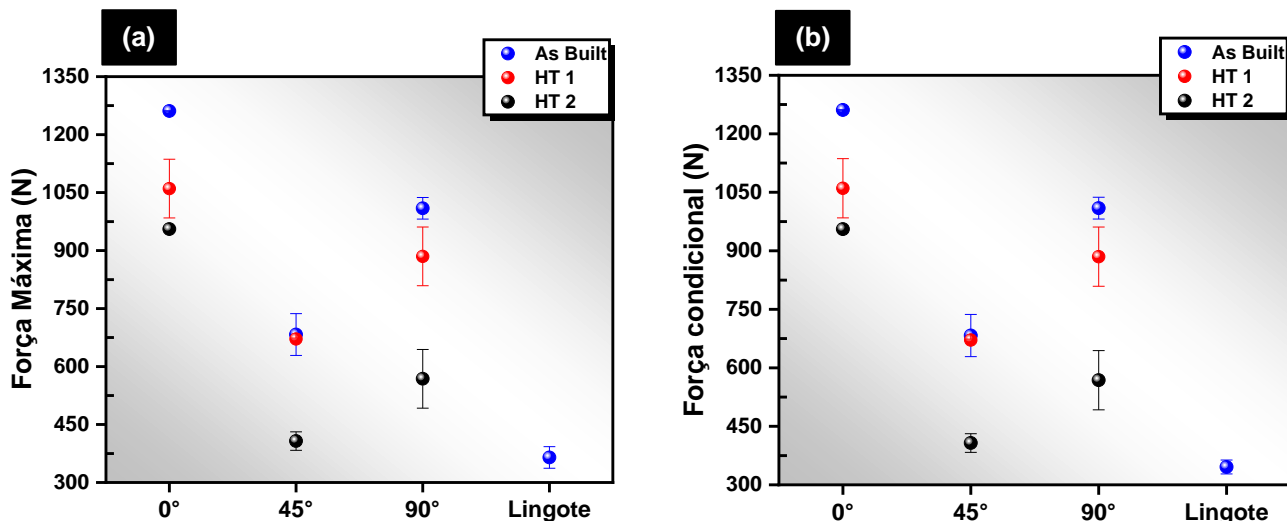


Figura 4.40 - Dados de ensaio de tenacidade à fratura para diferentes condições dos CP's impressos: (a) Força máxima ($P_{\text{máx}}$) e (b) Força condicional (P_Q).

Na Figura 4.40 (a), observa-se uma tendência significativa no comportamento da força máxima em função da variação na direção de construção dos corpos de prova (CP). O tratamento térmico para alívio de tensão (HT1) não apresentou melhoria substancial em termos de resistência, mantendo valores comparáveis aos obtidos sem tratamento térmico (condição "as built"). Por outro lado, o tratamento de decomposição da fase QC (HT2) resultou em uma queda drástica nos valores de resistência. A decomposição da fase QC em fases aproximantes do tipo $Al_{13}Fe_4$ e $Al_{13}Cr_2$, além de fases do tipo Al_3Ti , fragilizou o material. A morfologia irregular dessas fases pode ter contribuído para o aumento da concentração de tensão, conduzindo à ruptura precoce da liga.

Um exemplo claro disso foi observado nos CP's do lingote avaliados apenas na condição "as built" (Figuras 4.39 (a) e 4.40). A baixa resistência à fratura pode estar associada à fragilidade imposta pelas fases aproximantes com morfologias adversas, cujas superfícies ou interfaces matriz/fases aproximantes

são altamente prejudiciais para a liga, conforme demonstrado pelas imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) na Figura 4.1.

Conforme observado na Figura 4.40 (b), com exceção das curvas referentes ao lingote (Figura 4.39 (a)), as demais curvas apresentaram semelhança com a curva do tipo 3 apresentada na Figura 2.18, conforme a norma ASTM E399 [109]. Assim, ao traçar a reta secante para obter o valor da força condicional (P_Q), esse valor se iguala ao da força máxima para cada condição das amostras impressas, resultando em uma razão $\left(\frac{P_{m\acute{a}x}}{P_Q}\right)$ de 1, que está em conformidade com a norma, sendo inferior a 1,10. Para os valores do lingote, o valor de P_Q é menor devido ao comportamento da curva se assemelhar ao tipo 1, também exemplificado na Figura 2.18. Nesta condição, a força máxima ($P_{m\acute{a}x}$) foi de 364,74 N e a força condicional (P_Q) foi de 345,75 N, resultando em uma razão de 1,05. Assim, o primeiro critério de validação para que K_Q seja considerado K_{Ic} foi atendido para todas as condições estudadas.

Na Figura 4.41, são apresentados os valores médios de tenacidade à fratura (K_Q) calculados conforme as Equações 2.2 e 3.2, obtidos de cada condição estudada.

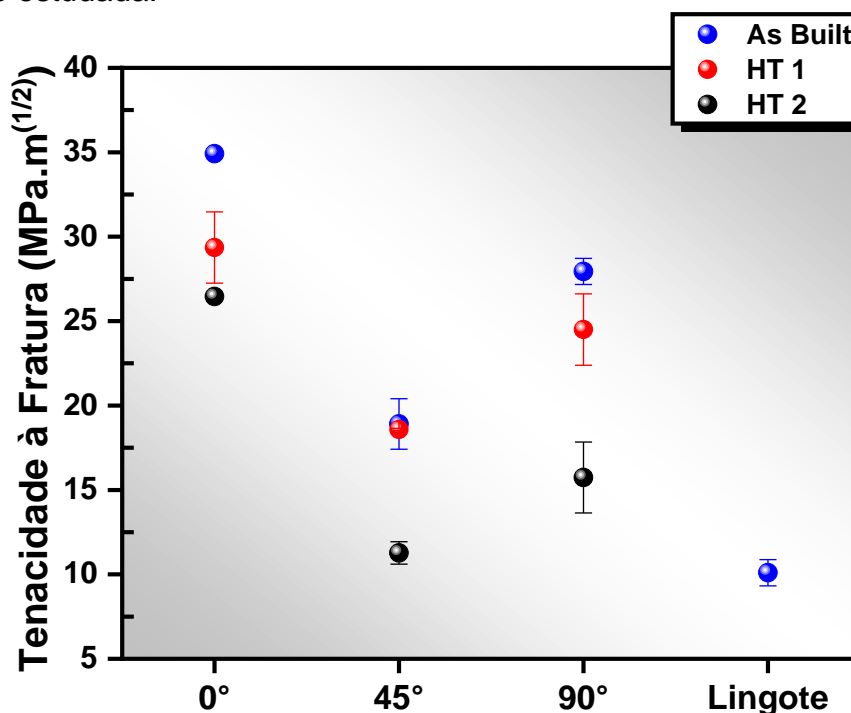


Figura 4.41 - Tenacidade à fratura média para os CP's processados em diferentes direções (0°, 45° e 90°) - Análise comparativa.

Com base na Figura 4.41, as amostras construídas na direção de 0° apresentaram os maiores valores de tenacidade à fratura. Para as amostras construídas a 0° sem tratamento térmico (*as built*), os valores foram de $34,92 \pm 0,01 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$. Com o tratamento térmico de alívio de tensão (HT1), os valores caíram para $29,36 \pm 2,10 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$, e para o tratamento de decomposição da fase QC (HT2), os valores foram de $26,46 \pm 0,03 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$. Exceto para os CP's submetidos ao HT1, todas as condições apresentaram baixo desvio padrão, validando a confiabilidade dos resultados.

Para os CP's construídos a 90°, os valores foram intermediários, sendo $27,95 \pm 0,77 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ sem tratamento térmico, e caindo para $24,51 \pm 2,11 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ com HT1 e $15,74 \pm 2,10 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ com HT2. Para os CP's processados a 45°, os valores foram os mais baixos: $18,91 \pm 1,50 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ sem tratamento térmico, $18,58 \pm 0,06 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ com HT1 e $11,27 \pm 0,66 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ com HT2.

Os valores inferiores para as amostras sem tratamento térmico a 45° podem estar relacionados à formação de porosidade e ciclagem térmica durante o processamento por L-PBF. O suporte de sustentação maciço resultou em mais camadas e fenômenos como ciclagem térmica e porosidade, reduzindo os valores de tenacidade.

Os resultados mostram que a tenacidade à fratura diminuiu com os tratamentos térmicos em todas as direções de construção, indicando sensibilidade ao ensaio. Também houve variação na tenacidade conforme a direção de construção, mesmo para amostras não tratadas termicamente; isso têm sido reportado por outros autores em ligas de alumínio impressas [135, 136].

A Figura 4.42 apresenta as dimensões (mm) de cada condição estudada, correspondentes ao segundo critério de validação para que K_Q seja considerado K_{IC} . Baseado nos valores de tensão de escoamento (σ_{YS}) e nos valores de K_Q obtidos (Figura 4.41), é necessário que os valores sejam inferiores ou iguais a $(W - a_i)$.

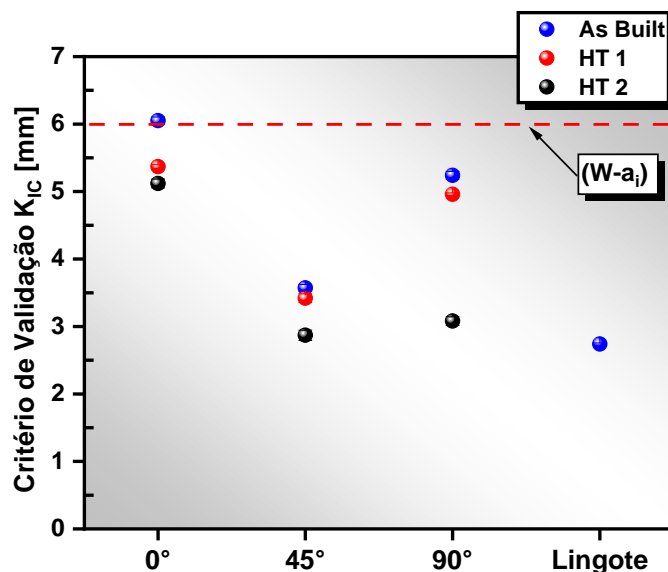


Figura 4.42 - Segundo critério de validação de K_Q em K_{IC} para todas as condições estudadas.

Conforme observado na Figura 4.42, todos os valores ficaram abaixo ou próximos de 6 mm. Para todas as condições estudadas, os valores da pré-trinca foram aproximadamente 1 mm. Somando isso ao comprimento do entalhe de 5 mm (Figura 3.9), obteve-se um valor de cerca de 6 mm. Subtraindo esse valor da largura (W) de 12 mm, resultou em um valor de $(W-a_i)$ de 6 mm. Assim, conforme a linha vermelha tracejada na Figura 4.42, todas as condições apresentaram dimensões menores ou próximas a esse valor, validando o segundo critério e confirmando que o valor de K_Q pode ser considerado K_{IC} .

Até o momento, a literatura disponível apresenta poucos estudos sobre tenacidade à fratura em materiais processados por manufatura aditiva. A maioria das ligas de alumínio está na faixa de 10 a 50 $\text{MPa}\cdot\sqrt{m}$ [135–137]. Os resultados deste estudo para a liga quasicristalina foram satisfatórios, pois não há relatos dessa propriedade em outros estudos usando ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti como ponto de partida, esses resultados foram comparados com aqueles reportados por algumas ligas de alumínio fabricadas por L-PBF e estão apresentados na Figura 4.43.

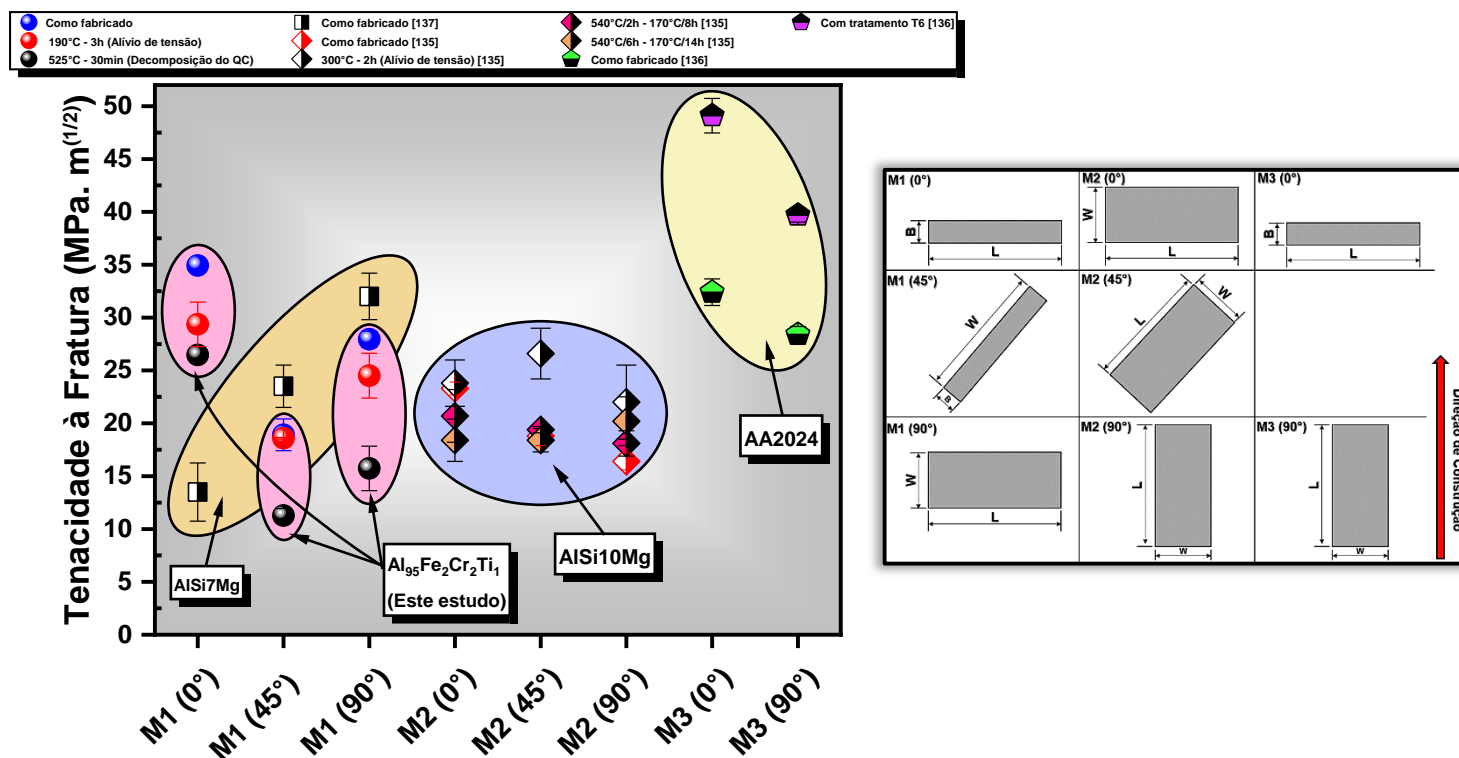


Figura 4.43 - Análise comparativa para tenacidade à fratura de ligas de alumínio reportadas na literatura e neste estudo. (M: Método de impressão; B: Espessura do CP; W: Largura do CP e L: Comprimento do CP).

Conforme observado na Figura 4.43, os valores obtidos neste estudo variaram de 10 a 35 MPa. \sqrt{m} , novamente, a melhor condição observada foi para a orientação de 0°. Esses valores superaram os reportados por Kumar et al. [137] para ligas do tipo AISi7Mg. Destaca-se também que, para a mesma condição, os valores obtidos superaram os reportados por Araújo et al. [135] para as ligas AISi10Mg sob diferentes condições de processamento, com e sem tratamentos térmicos. Para este estudo, os pesquisadores encontraram o melhor resultado para a orientação de 45° com tratamento térmico de alívio de tensões a 300°C por 2 horas, onde a tenacidade chegou a $26,6 \pm 2,4$ MPa. \sqrt{m} .

Ademais, a liga quasicristalina (QC) estudada aqui apresentou desempenho comparável às ligas estudadas por Gairola et al. [136], que avaliaram a liga 2024 modificada com titânio sob condições normais e com tratamentos térmicos T6. Segundo os autores, na orientação de 0° (equivalente

a este estudo), os valores alcançaram $32,4 \pm 1,26 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$. Também se observa que as propriedades na direção de construção a 0° foram superiores às encontradas na direção de construção a 90° .

4.8.1 Superfície de fratura após os ensaios

4.8.1.1 Como fabricada (*As Built*)

Na Figura 4.44 são apresentadas as superfícies de fratura dos CP's nas três direções de construção na condição como fabricado, sem tratamento térmico. Aqui são demonstradas as características típicas encontradas nas regiões de pré – trinca e de fratura do material.

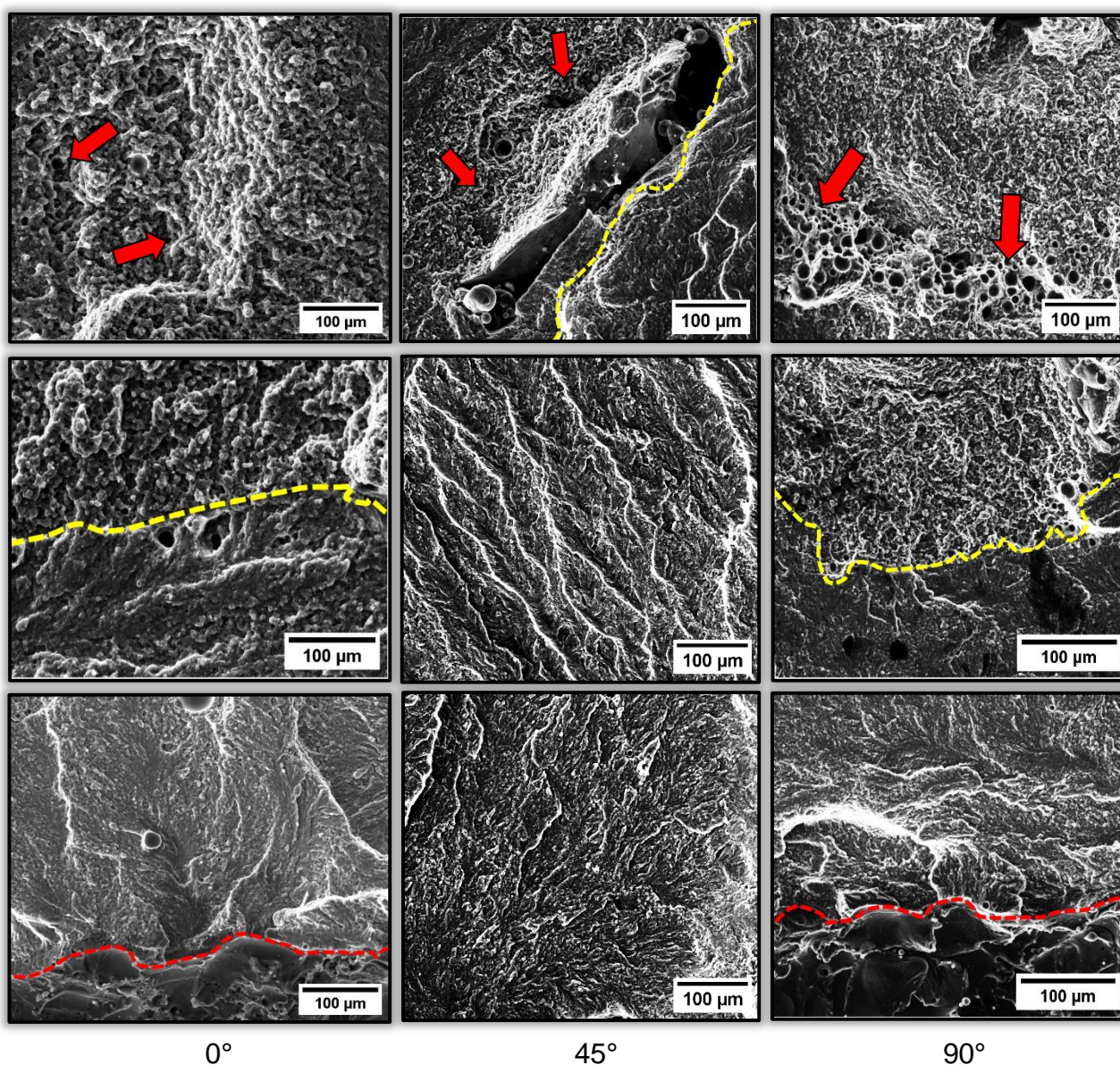


Figura 4.44 - Superfície de fratura para os CP's na condição "*as built*" nas direções de construção. De baixo para cima: Interface entalhe/pré – trinca (linha vermelha tracejada), interface pré - trinca/falha catastrófica (linha amarela tracejada) e falha catastrófica.

Conforme observado na Figura 4.44, com exceção dos CP's a 45° de construção, os demais apresentaram uma interface bem definida entre a pré-trinca e a falha catastrófica. Nos CP's a 0° e 90°, nota-se uma região com estrias na zona de pré-trinca (acima da linha de interface vermelha), associada a um comportamento de fadiga, que se propaga até a segunda interface (linha amarela pontilhada). Aqui, ocorre uma transição de uma estrutura com estrias e coloração cinza escuro para uma estrutura fibrosa de coloração cinza claro, com pequenos dimples indicando um comportamento dúctil antes da falha catastrófica (setas vermelhas). Essa interface também foi observada por Araújo et al. [135] em estudos com a liga AlSi10Mg produzida por L-PBF.

Para as amostras a 45°, as interfaces entre o entalhe/pré-trinca e pré-trinca/falha catastrófica foram de difícil visualização. Na Figura 4.44, marcas de estrias foram observadas indicando a região de pré-trinca. Contudo, com a propagação da trinca, marcas adicionais sugerem a delaminação das camadas adjacentes, resultando em um escalonamento entre as camadas, com tensão intensificada em um defeito interno (linha amarela de interface – Figura 4.44), criando uma pequena região fibrosa com dimples antes da fratura final (setas vermelhas).

Estudos de Girelli et al. [138] com a liga AlSi10Mg demonstraram que, quando o carregamento mecânico é paralelo à direção de construção, o plano de fratura tende a ser paralelo a essa mesma direção de construção (Figura 4.45 (a)). Quando o carregamento é perpendicular à direção de construção, o plano de fratura tende a ser perpendicular a direção de construção (Figura 4.45 (b)). Assim, a fratura se propaga através da interface entre camadas adjacentes, seguindo o caminho mais fraco e preferencial.

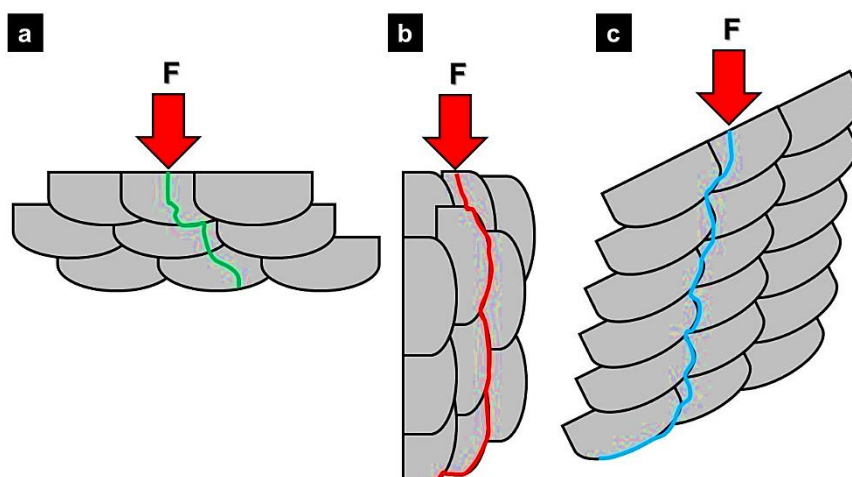


Figura 4.45 - Métodos de propagação da trinca em determinadas condições de carregamento estático (F): (a) Paralelo à direção de construção - Adaptado de [138]; (b) Perpendicular à direção de construção - Adaptado de [138] e (c) a 45° de construção (observado neste estudo).

Neste estudo, um carregamento no ensaio de flexão de três pontos foi aplicado paralelamente à direção de construção para os CP's construídos a 90° (Figura 4.45 (a)) e perpendicularmente à direção de construção a 0° (Figura 4.45 (b)). Nas regiões de pré-trinca dos CP's a 0° e 90°, as áreas com estrias são mais tortuosas e rugosas para os construídos a 0°.

Segundo a literatura [135, 138], a formação da pré-trinca nos CP's a 0° ocorre preferencialmente nos contornos da poça de fusão, resultando em uma rugosidade devido à microestrutura mais grosseira e à presença de fases aproximantes e/ou quasicristalinas. Araújo et al. [135] observaram uma maior concentração de partículas grosseiras ricas em silício nessa região para a liga AlSi10Mg.

Nos CP's construídos a 90°, há a formação de relevos, porém com menores intensidades, característica da fratura ocorrer preferencialmente na direção perpendicular à direção de construção. Já nos CP's a 45°, a região inicial da pré-trinca apresenta muitos relevos, porém com menores espaçamentos em comparação aos CP's a 0° e 90°. Autores [138] indicam que, para fratura onde a carga é perpendicular à direção de construção (direção de 0°), a propagação poderia contornar uma poça de fusão completa. No entanto, na direção de 45°,

esse contorno raramente se completa, pois o caminho de propagação se torna mais eficaz para as camadas inferiores, resultando em menores espaçamentos entre relevos.

4.8.1.1.1 Propagação da trinca e macroestruturas

Na Figura 4.46, é apresentado o plano perpendicular à superfície da fratura previamente ilustrada na Figura 4.44. É indicada por uma linha vermelha tracejada a interface entre o entalhe e a pré-trinca, e por uma linha amarela tracejada a interface entre a pré-trinca e a falha catastrófica.

Para as amostras fabricadas a 0° , submetidas a uma carga perpendicular à sua direção de construção, a fratura deveria ocorrer entre os limites das poças de fusão. Contudo, na Figura 4.46, essa propagação não é observada, pois o plano analisado refere-se à região superior da amostra, onde a microestrutura aleatória é perceptível devido às rotações programadas do laser.

Nos CP's construídos a 45° , observou-se um caminho independente da poça de fusão neste plano, como esperado, já que o perfil escalonado da propagação ocorre no plano da fratura. Assim, o plano perpendicular à fratura na Figura 4.46 refere-se ao início da trinca.

Para os CP's construídos a 90° (com carga paralela à direção de construção), a trinca atravessa claramente a região interior da poça de fusão, corroborando o mecanismo de fratura desse tipo de CP, como exemplificado na Figura 4.45 (a). Após a pré-trinca, a trinca se propaga de maneira estável até encontrar uma região com concentrador de tensão, onde colapsa, dissipando parte da energia no interior do CP na região dos limites da poça de fusão, criando uma trinca nesse plano (indicado pela seta azul).

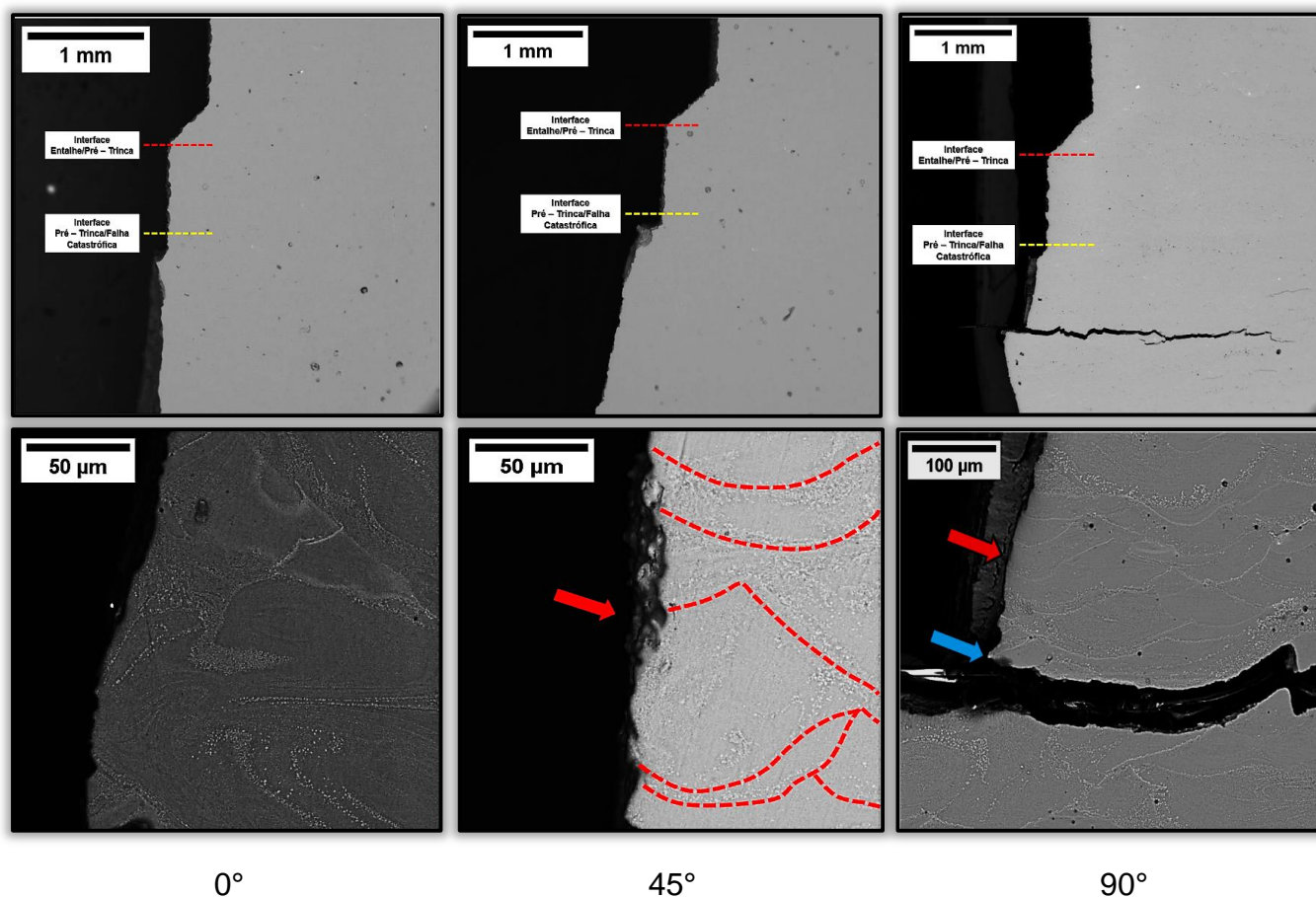


Figura 4.46 - Plano perpendicular à superfície de fratura das diferentes direções de construção.

A Figura 4.47 e estudos anteriores [138] destacam que a trajetória da trinca nas amostras com direção de construção perpendicular à aplicação da carga (Figura 4.45 (b) – CP's a 0°) tende a ser a mais plana entre as diferentes direções de construção, devido ao nivelamento entre as poças de fusão. Em contraste, o mecanismo de fratura mista das amostras fabricadas paralelamente à carga aplicada resulta em um caminho de fissura mais aleatório, devido à combinação dos modos de fratura paralelo e perpendicular nessa direção de construção (Figura 4.45 (a) – CP's a 90°). Isso sugere que as amostras com carga perpendicular à direção de construção têm menor capacidade de desviar a trinca formada em comparação com as amostras com carga paralela à direção de construção.

Para amostras construídas a 45° , a fratura resulta da combinação de ambos os mecanismos, predominando a propagação da fissura nas camadas inferiores na região da poça de fusão, resultando em um perfil mais plano em relação aqueles construídos a 90° . A Figura 4.47 apresenta três macrografias da seção perpendicular ao plano de fratura, demonstrando conformidade com a literatura existente.

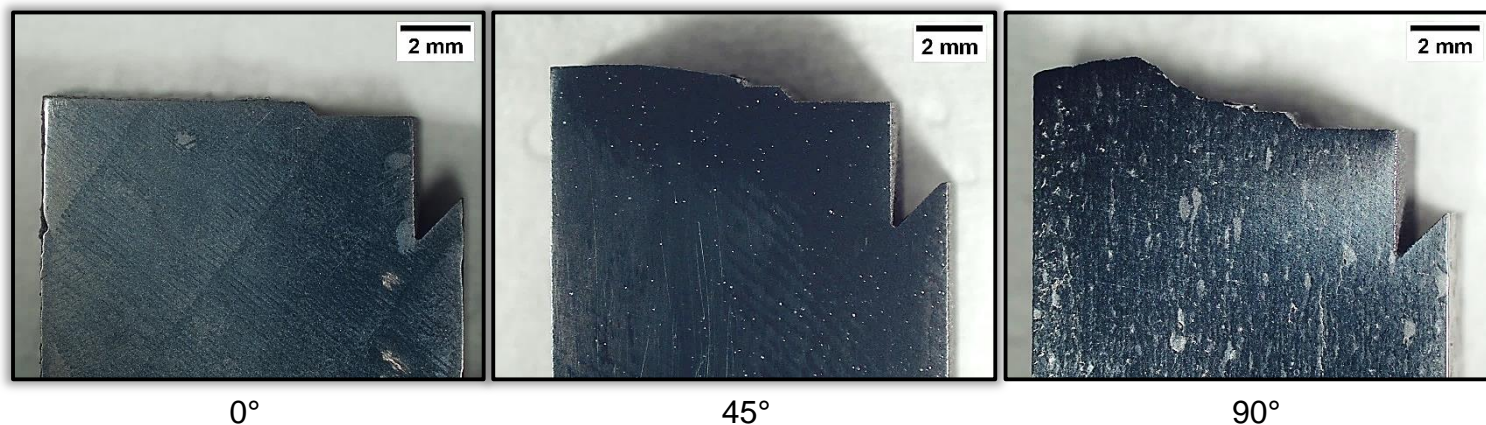


Figura 4.47 - Macrografias dos CP's demonstrando a trajetória da trinca.

Embora os resultados obtidos por Girelli et al.[138] e Araújo et al. [135] indiquem uma menor deflexão da trinca nos corpos de prova com a relação perpendicular entre à direção de construção e aplicação da carga, nesses estudos, esses corpos de prova possuíam uma maior quantidade de camadas em comparação com o presente estudo.

De acordo com outros autores [103], o aumento no número de camadas pode resultar na formação de grãos colunares direcionados no sentido da construção, contribuindo para a fragilização dos corpos de prova em termos de deformação plástica. No presente estudo, os corpos de prova submetidos a uma carga perpendicular à direção de construção (0°) possuíam menor quantidade de camadas no eixo Z de construção, o que pode resultar em menor formação de grãos colunares e maior quantidade de grãos equiaxiais, favorecendo, assim, o aumento da tenacidade.

4.8.1.2 Tratamento térmico de alívio de tensão (HT1)

A condição com tratamento de alívio de tensão (HT1) apresentou uma superfície de fratura semelhante às aquelas como fabricadas (*as built*). Conforme observado na Figura 4.48, a pré-trinca por fadiga manteve características bem definidas, com a rugosidade e o caminho tortuoso seguindo padrões anteriores e distanciamentos entre relevos maiores para CP's construídos a 0°, seguidos pelos a 45° e a 90°, indicando consistência no mecanismo de fratura.

A principal diferença foi a maior acomodação e deformação plástica dos CP's, com maiores quantidades de dimples após a transição da pré-trinca para a falha catastrófica, resultando em grandes parcelas de fratura dúctil ao longo do caminho tortuoso.

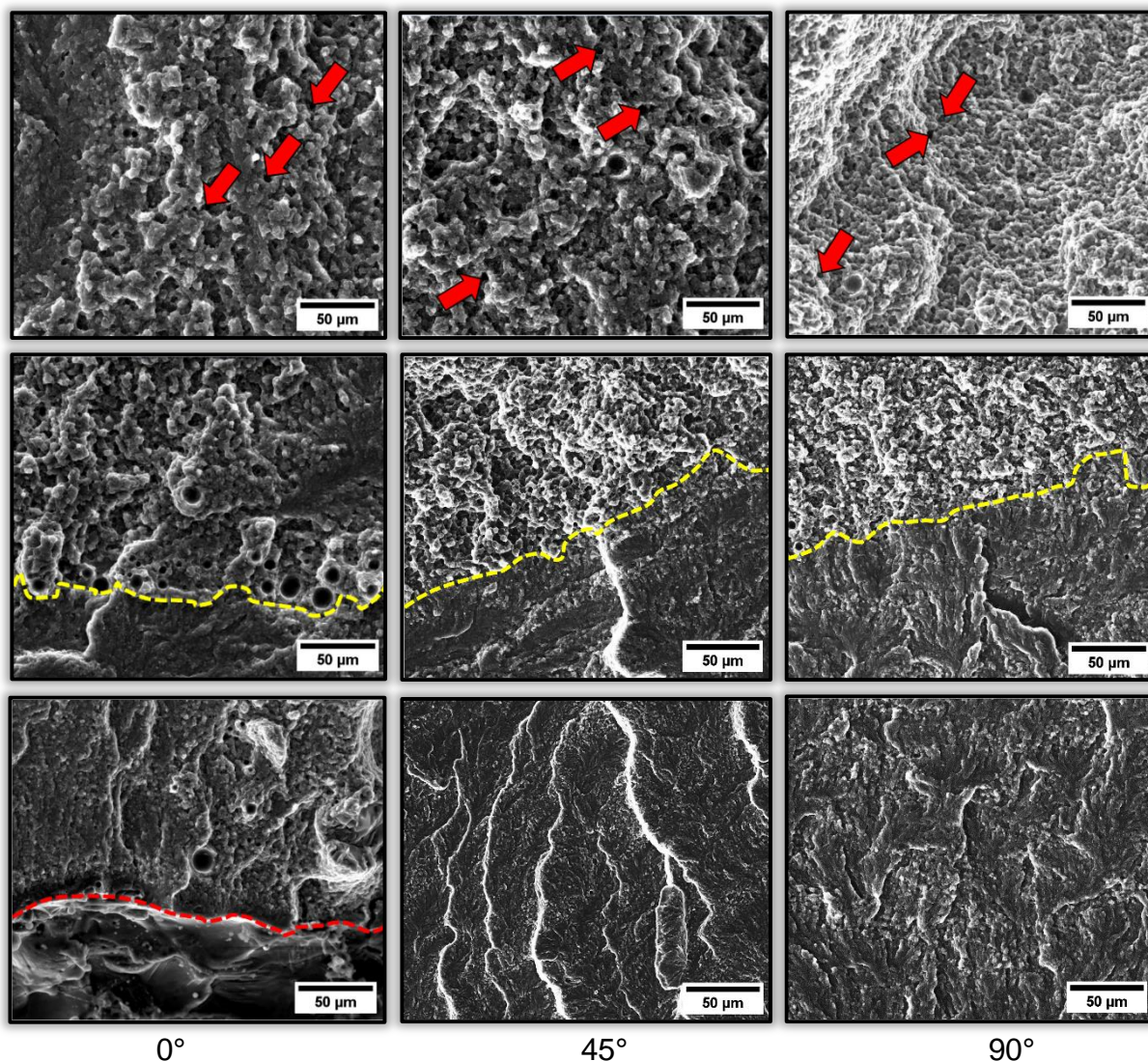
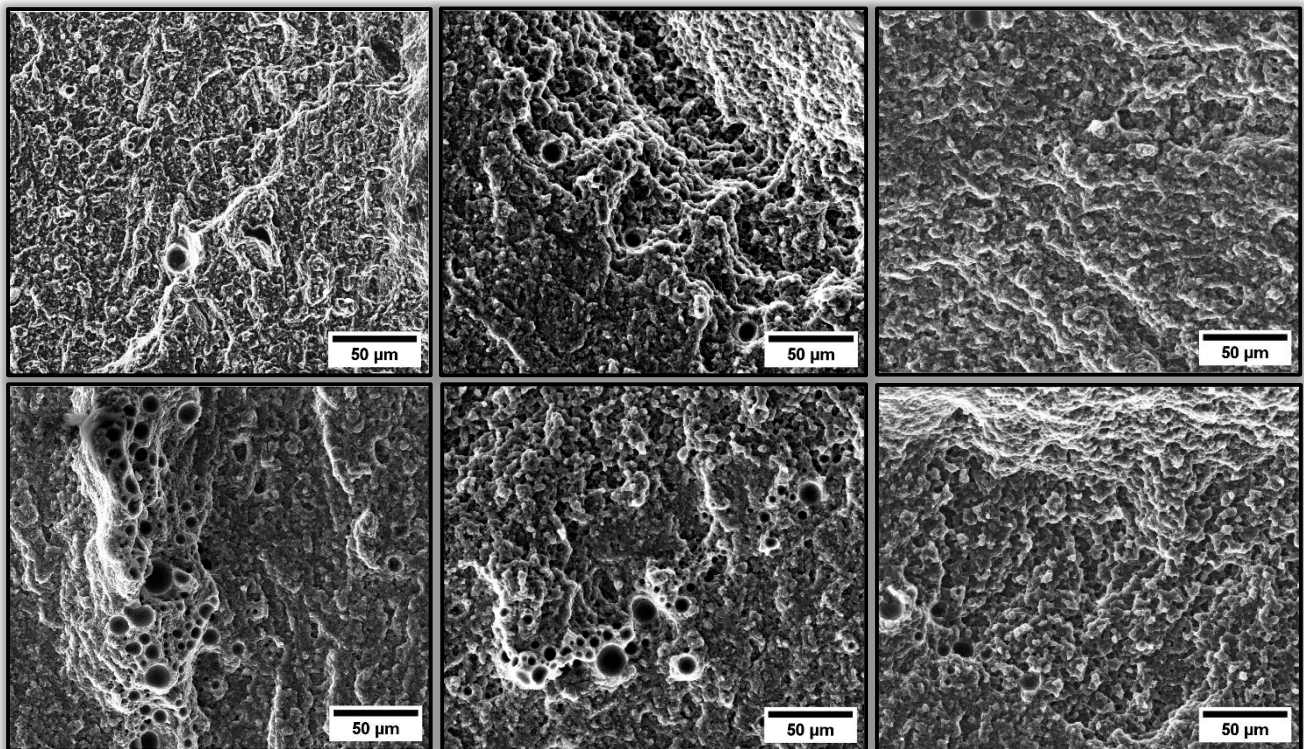


Figura 4.48 - Superfície de fratura para os CP's na condição "HT1" nas direções de construção. De baixo para cima: Interface entalhe/pré – trinca (linha vermelha), interface pré - trinca/falha catastrófica (linha amarela) e falha catastrófica.

4.8.1.3 Tratamento térmico de decomposição da fase QC (HT2)

A condição de pós-processamento com tratamento térmico para decomposição da fase metaestável quasicristalina resultou em um aumento significativo na rugosidade nas regiões de pré-trinca de todos os CP's, independentemente da direção de construção. Esse aumento é atribuído à presença de precipitados grosseiros na microestrutura [135, 138]. A decomposição da fase QC em fases estáveis e aproximantes, com morfologias distintas, aumentou a rugosidade local, promovendo caminhos mais tortuosos para a trinca.

Os valores de força e tenacidade à fratura foram os menores encontrados nessa condição, devido à alta concentração de tensão na região central da poça de fusão, resultando em falhas catastróficas precoces. A interface entre a pré-trinca e a falha catastrófica foi de difícil visualização devido à maior rugosidade, indicando um tratamento térmico homogêneo, essencial para validar as propriedades mecânicas. A Figura 4.49 ilustra essas transições, ressaltando a influência significativa do tratamento térmico na integridade estrutural e no comportamento de fratura dos CP's.



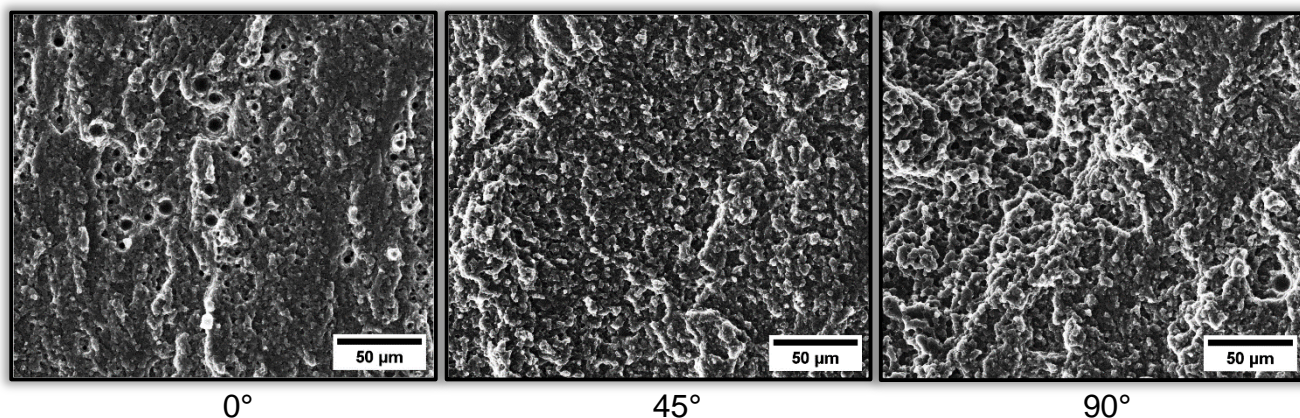


Figura 4.49 - Superfície de fratura para os CP's na condição "HT2" nas direções de construção. De baixo para cima: Pré – trinca, interface pré - trinca/falha catastrófica e falha catastrófica.

4.8.1.4 Lingote

Os CP's obtidos do lingote, conforme analisado anteriormente, apresentaram os resultados menos satisfatórios. Duas condições cruciais devem ser consideradas. Primeiramente, a microestrutura presente é extremamente grosseira (conforme evidenciado na Figura 4.1), o que permite que a trinca se propague através das interfaces entre a matriz e as fases estáveis grosseiras. No entanto, a trinca não consegue desviar das fases em formato de agulhas, menores em tamanho. Isso mantém a fragilidade da liga devido à alta concentração de tensão nesses pontos, resultando em fraturas precoces.

Em segundo lugar, os lingotes exibiram considerável porosidade após serem produzidos por fundição convencional. Esses defeitos atuam como concentradores de tensão, contribuindo para o aumento da fragilidade e, conseqüentemente, para a redução da tenacidade. A presença de porosidade e uma microestrutura grosseira, com fases em formato de agulhas, cria uma combinação que promove a fratura precoce sob tensão. A Figura 4.50 ilustra as regiões da superfície de fratura nessa condição, destacando a influência negativa da porosidade e da microestrutura grosseira na resistência e tenacidade do material.

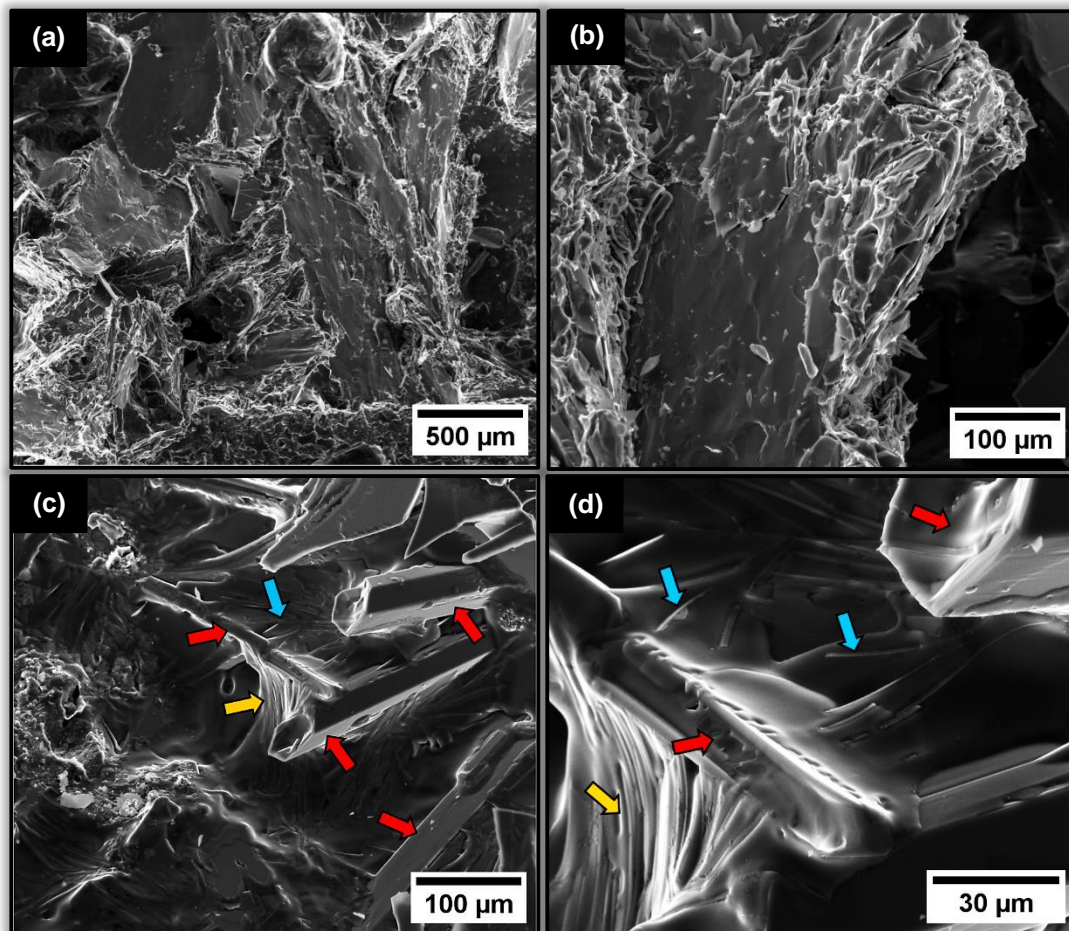


Figura 4.50 - Superfície de fratura da liga produzida por fundição convencional: (a, b) Região da pré - trinca; (c) Região da fratura (colapso) e (d) Aumento da região em (c).

Na Figura 4.50, a região da pré-trinca exibe superfícies lisas e frágeis, indicando propagação preferencial por planos de clivagem, com poucas dimples visíveis devido à presença de fases estáveis e duras, ricas em Al-Fe-Cr, Al-Fe e Al-Ti. As fases ricas em Al-Fe-Cr ($\text{Al}_{77,83}\text{Fe}_{10,75}\text{Cr}_{10,86}\text{Ti}_{0,86}$) aparecem como ripas (setas vermelhas), enquanto as fases ricas em Al-Fe ($\text{Al}_{77,03}\text{Fe}_{20,88}$) se assemelham a pequenas agulhas (setas azuis), como observado, a composição se assemelha aquelas previamente apresentadas na Tabela 4.1.

A trinca se propaga predominantemente na matriz de alumínio, contornando as fases grosseiras ricas em Al-Fe-Cr, mas a alta fração de fases ricas em Al-Fe desacelera essa propagação. As fases em formato de agulha (Al-Fe) não se deformam na mesma magnitude da matriz (seta laranja), criando altas

concentrações de tensão e levando a fraturas catastróficas. A Figura 4.51 confirma o desvio da trinca em relação às fases grosseiras, validando a superfície de fratura observada.

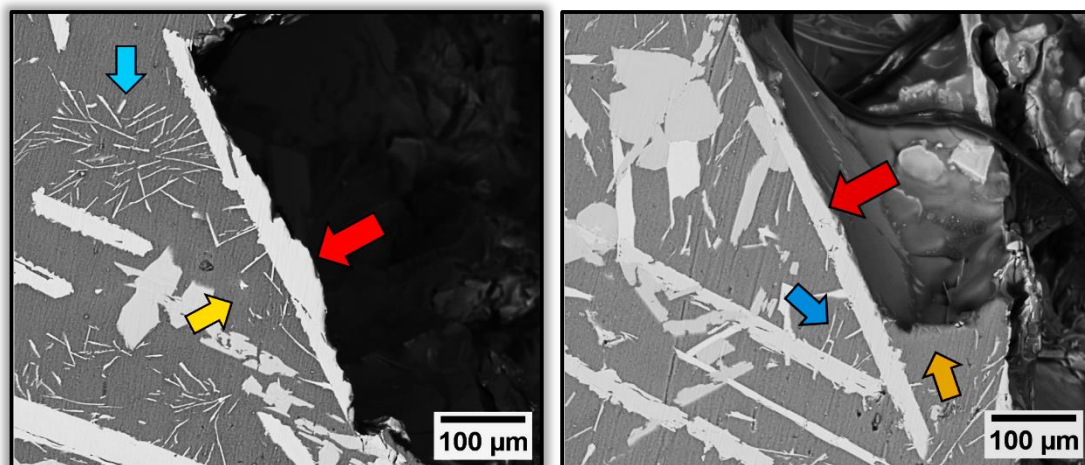


Figura 4.51 - Análise da propagação da trinca no plano perpendicular à superfície de fratura.

5 CONCLUSÕES

Neste trabalho, foi estudada a tenacidade à fratura da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ por meio da construção de corpos de prova densificados utilizando a técnica de Fusão em Leito de Pó a Laser (L-PBF). A literatura não relata, até o momento, a produção de peças com dimensões normalizadas de ligas quasicristalinas para o estudo de tenacidade à fratura, justificando a fabricação da liga deste estudo. Para isso, foram produzidos lingotes da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$, que posteriormente foram refundidos e atomizados a gás para a produção dos pós da liga. Em seguida, a janela de processamento por L-PBF foi determinada para obter a melhor combinação de parâmetros para a produção de amostras densificadas nas direções de construção a 0° , 45° e 90° . Além das amostras na condição como fabricadas, duas condições adicionais de tratamento térmico foram aplicadas a uma fração das amostras: tratamento de alívio de tensão (HT1) e tratamento para a decomposição da fase metaestável QC (HT2). As três condições foram analisadas em todas as direções de construção, correlacionando os resultados de tenacidade à fratura e os mecanismos de propagação com a microestrutura e a formação das fases presentes.

As conclusões específicas deste trabalho são:

Os lingotes apresentaram composição química dentro da faixa estabelecida pelo projeto. Os resultados de DRX e DSC estão em concordância com os dados obtidos por cálculos termodinâmicos, revelando a presença de fases estáveis em sua microestrutura como: $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ – ambas monoclinicas e Al_3Ti – tetragonal, além da matriz de alumínio ($\alpha\text{-Al}$).

Os pós da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$, provenientes da garrafa principal e do ciclone de ambas as atomizações, apresentaram superfície lisa e morfologia esférica, com distribuição normal do tamanho de partícula. Essas características são adequadas para o uso na técnica de Fusão em Leito de Pó a Laser (L-PBF).

A etapa de secagem dos pós mostrou que a fluidez melhorou significativamente em comparação com os pós não secos. Isso foi reprodutível tanto para os pós do ciclone quanto para os pós da garrafa após tratamento de

secagem a 150°C por apenas 45 minutos, o que representa uma melhoria significativa em termos de produtividade.

Os resultados de DRX e DSC demonstraram a presença significativa da fase QC em ambos os grupos amostrais (ciclone e garrafa principal). No entanto, para os pós provenientes do ciclone, maiores concentrações em volume foram observadas devido à presença de uma maior quantidade de partículas finas. Para os pós da garrafa, observou-se a formação de fases estáveis aproximantes do tipo $Al_{13}Cr_2$ em partículas mais grosseiras, bem como fases metaestáveis com variações estequiométricas entre $Al_{13}(Cr,Fe)_{2-4}$. Ambos os conjuntos amostrais apresentaram alta estabilidade da fase QC, com início da decomposição acima de 500°C.

A otimização dos parâmetros de impressão revelou dificuldades para potências abaixo de 200 W. Para potências de 100 e 150 W, foi necessário desconsiderar tais parâmetros devido à frequência de delaminações nas camadas iniciais. A otimização levou à escolha de três parâmetros de interesse: 250 W a 400 e 500 mm/s e 300 W a 700 mm/s. A microestrutura dessas amostras produzidas por L-PBF mostrou-se complexa, composta por uma matriz de Al com fase quasicristalina e seus aproximantes ($Al_{13}(Cr,Fe)_{2,4}$, $Al_{13}Fe_4$ e $Al_{13}Cr_2$) embebidas. Pelos resultados de DRX e DSC, as amostras construídas em diferentes orientações apresentaram microestrutura muito similar, assim como nas comparações entre as regiões superiores e inferiores de amostras construídas na mesma orientação. O critério de densificação e porosidade levou à escolha da combinação de parâmetros de 250 W e 500 mm/s.

Dos tratamentos térmicos estudados, o que melhor atendeu às expectativas para alívio de tensão foi aquele a 190°C por 3 horas. Para a decomposição da fase QC, o tratamento a 525°C por 30 minutos foi o mais eficaz.

As amostras produzidas utilizando o melhor parâmetro otimizado apresentaram alta densificação e baixo nível de porosidade (<1,5%). Os resultados de tenacidade à fratura foram excelentes quando comparados com outras ligas de alumínio reportadas na literatura fabricadas por L-PBF. A melhor condição foi observada nas amostras construídas a 0° sem tratamento térmico,

com valores de $35 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$, superior e/ou comparável aos de ligas como AlSi10Mg, AlSi7Mg e AA2024. Os menores valores de tenacidade à fratura foram observados nas amostras impressas a 45° ($\approx 20 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$), possivelmente devido à formação de poros resultantes do maior número de camadas e do tempo de exposição ao laser durante o processamento por L-PBF.

O mecanismo de fratura apresentou uma relação direta entre a carga e a direção de construção das amostras. Para as amostras construídas a 0° , a trinca se propagou de forma plana entre os contornos da poça de fusão, pois a direção de construção foi perpendicular à carga aplicada. A fratura, neste caso, foi plana e linear. Nas amostras construídas a 45° , a carga aplicada também foi a 45° em relação à direção de construção. Isso resultou em um caminho preferencial para a propagação da trinca, que seguiu pelos contornos das poças de fusão em planos adjacentes de maneira escalonada, resultando em uma fratura levemente inclinada.

Para as amostras construídas a 90° , a carga aplicada foi paralela à direção de construção. A trinca se propagou de maneira mista: parte dela seguiu pelo interior da poça de fusão e uma pequena fração pelos contornos da poça de fusão, demonstrando um perfil de fratura mais tortuoso e rugoso em comparação com as demais direções de construção. Esse perfil mais rugoso foi ainda mais acentuado com a aplicação do tratamento térmico HT2, que levou à formação de fases estáveis com morfologias diversas. Essas observações destacam a influência significativa da orientação de construção e dos tratamentos térmicos no comportamento de fratura das amostras, mostrando como diferentes condições de fabricação podem impactar a resistência e a trajetória de propagação das trincas.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Investigar as propriedades de tenacidade à fratura utilizando novas composições do sistema Al-Fe-Cr-Ti;
- Verificar a influência de novos padrões de construção do laser (zig-zag, refusão entre camadas, bordas com contorno etc) na tenacidade à fratura;
- Investigar novos posicionamentos dos corpos de prova no substrato em relação a direção de construção e verificar se a tenacidade à fratura aumenta ou diminui mediante o mecanismo de fratura;
- Utilizar novas rotas de tratamentos térmicos e verificar se estas influenciam nas propriedades;
- Produzir pós da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ utilizando todo o corpo da latinha de alumínio e processar por L-PBF para investigar a formação de fases.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] GALANO, M.; AUDEBERT, F. Novel Al based nanoquasicrystalline alloys. **Progress in Materials Science**, 123, September 2020, 100831, 2022. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2021.100831>>.
- [2] SHAW, L. et al. Thermal stability of nanostructured Al₉₃Fe₃Cr₂Ti₂ alloys prepared via mechanical alloying. **Acta Materialia**, 51, 9, 2647–2663, 2003. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00075-2](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00075-2)>.
- [3] LIU, Q. et al. Effect of Heat Treatment Conditions on Mechanical Properties and Precipitates in Sheet Metal Hot Stamping of 7075 Aluminum Alloy. **Journal of Materials Engineering and Performance**, 27, 9, 4423–4436, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11665-018-3588-z>>.
- [4] DE ARAUJO, A.P.M. et al. Additive manufacturing of a quasicrystal-forming Al₉₅Fe₂Cr₂Ti₁ alloy with remarkable high-temperature strength and ductility. **Additive Manufacturing**, 41, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2021.101960>>.
- [5] GARCÍA-ESCORIAL, A. et al. Quasicrystalline Al₉₃Fe₃Cr₂Ti₂ alloys. **Revista de Metalurgia**, 51, 4, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3989/revmetalm.054>>.
- [6] DE ARAÚJO, M. **Manufatura aditiva da liga reciclada Al-Fe-Cr-Ti formadora de fase quasicristalina**. Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) - Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), São Carlos, 2020.
- [7] WOLF, W. **Produção e caracterização de ligas do sistema Al-Co-Fe-Cr e aplicações como recobrimentos para barreiras térmicas**. Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), São Carlos, 2015.
- [8] WASHINGTON, R. *et al.* Produção de pó de liga de alumínio formadora de fase quasicristalina a partir de matéria prima reciclada²² CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil. 2016. p. 7531–7543.
- [9] PEDRAZZINI, S. et al. Elevated temperature mechanical behaviour of nanoquasicrystalline Al₉₃Fe₃Cr₂Ti₂ alloy and composites. **Materials Science and Engineering A**, 705, 352–359, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.075>>.
- [10] PINOTTI, V. **Atomização a gás da liga de alumínio AA2017: Efeitos dos parâmetros de processo nas características físicas dos pós produzidos visando aplicação em manufatura aditiva**. Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), São Carlos, 2022.
- [11] SHECHTMAN, D. et al. Metallic phase with long-range orientational order and no translational symmetry. **Physical Review Letters**, 53, 20, 1951–1953, 1984. Disponível

- em: <<http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevLett.53.1951>>.
- [12] TRAVESSA, D.N. et al. The formation of quasicrystal phase in Al-Cu-Fe system by mechanical alloying. **Materials Research**, 15, 5, 749–752, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S1516-14392012005000046>>.
- [13] GALANO, M. et al. Structural characterisation and stability of new nanoquasicrystalline Al-based alloys. **Materials Science Engineering A**, 375–377, 1206–1211, 2004. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.066>>.
- [14] LI, M.X. et al. Use of laser glazing to evaluate an Al-Cr-Co-Mn-Zr alloy containing icosahedral quasicrystalline dispersoids as a candidate material for additive manufacturing. **Additive Manufacturing**, 59, 2022. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2022.103114>>.
- [15] LEONARD, H.R. et al. Development of quasicrystal morphology in gas-atomized icosahedral-phase-strengthened aluminum alloy powders. **Materials and Design**, 182, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108094>>.
- [16] LEONARD, H.R. et al. Precipitation phenomena in a powder-processed quasicrystal-reinforced Al-Cr-Mn-Co-Zr alloy. **Materials Characterization**, 178, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111239>>.
- [17] GALANO, M. et al. Nanoquasicrystalline Al – Fe – Cr-based alloys . Part I: Phase transformations. **Acta Materialia**, 57, 17, 5107–5119, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2009.07.011>>.
- [18] STONE, I.C.; CANTOR, B. Nanoquasicrystalline Al – Fe – Cr-based alloys . Part II . Mechanical properties. **Acta Materialia**, 57, 5120–5130, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2009.07.009>>.
- [19] PEDRAZZINI, S. et al. Materials Science & Engineering A Strengthening mechanisms in an Al-Fe-Cr-Ti nano-quasicrystalline alloy and composites. **Materials Science & Engineering A**, 672, 175–183, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.007>>.
- [20] INOUE, A. High-strength aluminum alloys containing nanoquasicrystalline particles. **Materials Science & Engineering A**, 286, 1-10, 2000. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)00656-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00656-0).
- [21] HERZOG, D. et al. Additive manufacturing of metals. **Acta Materialia**, 117, 371–392, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.019>>.
- [22] DEBROY, T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process , structure and properties. **Progress in Materials Science**, 92, 112–224, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>>.
- [23] FRAZIER, W.E. Metal Additive Manufacturing : A Review. 23, June, 1917–1928, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11665-014-0958-z>>.
- [24] SANTOS, E.C. et al. Rapid manufacturing of metal components by laser forming. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, 46, 12–13, 1459–1468,

2006. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2005.09.005>>.
- [25] HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E. Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al-Cu-Fe alloys: A review. **Journal of Alloys and Compounds**, 363, 1–2, 154–178, 2004. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S0925-8388\(03\)00445-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0925-8388(03)00445-6)>.
- [26] COURRY, F.G. **Mecanismo de solidificação de ligas do sistema Al-Mn-Ce ricas em Al sob diferentes taxas de resfriamento**. Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), São Carlos, 2015.
- [27] NOYA, E.G. et al. How to design an icosahedral quasicrystal through directional bonding. **Nature**, 596, 7872, 367–371, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1038/s41586-021-03700-2>>.
- [28] ABE, E.; YAN, Y.; PENNYCOOK, S.J. Quasicrystals as cluster aggregates. **Nature Materials**, 3, 11, 759–767, 2004. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1038/nmat1244>>.
- [29] EDAGAWA, K. Dislocations in quasicrystals. **Materials Science & Engineering A**, 310, 528–538, 2001.
- [30] WOLF, W. **Desenvolvimento de novas ligas quasicristalinas à base de alumínio**. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), São Carlos, 2018.
- [31] YADAV, T.P.; MUKHOPADHYAY, N.K. Quasicrystal: a low-frictional novel material. **Current Opinion in Chemical Engineering**, 19, 163–169, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.coche.2018.03.005>>.
- [32] LEONARD, H.R. et al. Thermal stability of quasicrystals in an icosahedral-phase-strengthened aluminum alloy. **Materials Characterization**, 181, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111490>>.
- [33] PEDRAZZINI, S. et al. Materials Science & Engineering A High strain rate behaviour of nano-quasicrystalline Al 93 Fe 3 Cr 2 Ti 2 alloy and composites. **Materials Science & Engineering A**, 764, January, 138201, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2019.138201>>.
- [34] ARAÚJO, A. et al. Morphological and microstructural characterization of Al 95 Fe 2 Cr 2 Ti 1 powders produced by two different gas atomizers. 1–9, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/https://doi.org/10.4322/2176-1523.20212316>>.
- [35] KIM, K.B. et al. Formation of icosahedral phase in an Al 93 Fe 3 Cr 2 Ti 2 bulk alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 436, 6–9, 2007. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.06.106>>.
- [36] GARCIA-ESCORIAL, A. et al. Characterisation of an Al93Fe3Cr2Ti 2 alloy obtained by spray forming. **Journal of Alloys and Compounds**, 504, SUPPL. 1, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.03.031>>.
- [37] INOUE, A.; KIMURA, H.; YAMAURA, S. Production and Mechanical Properties of Aluminum Alloys with Dispersed Nanoscale Quasicrystalline and Amorphous Particles.

- metals and materials**, 9, 6, 527–536, 2003.
- [38] INOUE, A. Amorphous, nanoquasicrystalline and nanocrystalline alloys in Al-based systems. **Progress in Materials Science**, 43, 5, 365–520, 1998. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S0079-6425\(98\)00005-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0079-6425(98)00005-X)>.
- [39] KANG, N. et al. On the microstructure, hardness and wear behavior of Al-Fe-Cr quasicrystal reinforced Al matrix composite prepared by selective laser melting. **Materials & Design**, 132, 105–111, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2017.06.060>>.
- [40] KENZARI, S. et al. Additive manufacturing of lightweight, fully Al-based components using quasicrystals. **Journal of Materials Processing Technology**, 214, 12, 3108–3111, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.07.011>>.
- [41] ARAUJO, A. et al. Materialia Processability of recycled quasicrystalline Al-Fe-Cr-Ti composites by selective laser melting - A statistical approach. **Materialia**, 22, October 2021, 101377, 2022. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mtla.2022.101377>>.
- [42] GRUSHKO, B.; VELIKANOVA, T. Formation of quasiperiodic and related periodic intermetallics in alloy systems of aluminum with transition metals. **Calphad: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry**, 31, 2, 217–232, 2007. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.calphad.2006.12.002>>.
- [43] WOLF, W. et al. Enhancement of mechanical properties of Aluminum and 2124 Aluminum alloy by the addition of quasicrystalline phases. **Materials Research**, 19, 74–79, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2016-0088>>.
- [44] RYDER, P.L.; SELKE, H. Decomposition of the icosahedral phase in Al_{85-x}Cu_xCr₁₅. **Journal of Non-Crystalline Solids**, 153–154, C, 630–634, 1993. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/0022-3093\(93\)90429-2](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3093(93)90429-2)>.
- [45] SORDELET, D.J. et al. Characterization of a commercially produced Al-Cu-Fe-Cr quasicrystalline coating. **Materials Science and Engineering A**, 294–296, 834–837, 2000. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01056-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01056-X)>.
- [46] WOLF, W. et al. Effect of Cr addition on the formation of the decagonal quasicrystalline phase of a rapidly solidified Al-Ni-Co alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 707, 41–45, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.10.050>>.
- [47] LEONARD, H.R. et al. Microstructure/mechanical behavior relationships in upset-forged powder-processed Al alloys containing icosahedral quasicrystalline dispersoids. **Materials Science and Engineering A**, 788, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2020.139487>>.
- [48] VOJTĚCH, D. et al. Properties of the thermally stable Al 95Cr 3.1Fe 1.1Ti 0.8 alloy prepared by cold-compression at ultra-high pressure and by hot-extrusion. **Materials Characterization**, 66, 83–92, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2012.02.011>>.
- [49] BANJONGPRASERT, C. et al. Spray forming of bulk ultrafine-grained Al-Fe-Cr-Ti.

- Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, 41, 12, 3208–3215, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-010-0386-0>>.
- [50] GARGARELLA, P. et al. Microstructural characterization of a laser remelted coating of Al₉₁Fe₄Cr₃Ti₂ quasicrystalline alloy. **Scripta Materialia**, 61, 7, 709–712, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.06.010>>.
- [51] GARGARELLA, P. et al. Laser remelting of Al₉₁Fe₄Cr₃Ti₂ quasicrystalline phase former alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 495, 2, 646–649, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.10.231>>.
- [52] SAARIVIRTA, E. et al. Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al–Cu–Fe alloys: a review. **Journal of alloys and compounds**, 363, 150–74, 2004. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(03\)00445-6](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(03)00445-6).
- [53] ARAUJO, A.; MICHELOTI, L.; KIMINAMI, C.S. Microstructure , phase formation and properties of rapid solidified Al – Fe – Cr – Ti alloys. **materials science and technology**, 0836, May, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1080/02670836.2020.1763555>>.
- [54] STAN-GŁOWIŃSKA, K. et al. Enhanced thermal stability of a quasicrystalline phase in rapidly solidified Al–Mn–Fe–X alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, 702, 216–228, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.383>>.
- [55] LUO, H.; ZHANG, L.C.; SHAW, L. Multi-Phase Nanocrystalline Al Alloy with Superior Strength and Modulus at Elevated Temperatures. **Journal of Materials Engineering and Performance**, 14, August, 441–447, 2005. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1361/105994905X56205>>.
- [56] GARCÍA-ESCORIAL, A.; LIEBLICH, M. Atomization of Al-rich alloys: Three paradigmatic case studies. **Journal of Alloys and Compounds**, 762, 203–208, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.05.200>>.
- [57] GARCÍA-ESCORIAL, A. et al. Microstructural transformation of quasicrystalline AlFeCrTi extruded bars upon long thermal treatments. **Journal of Alloys and Compounds**, 643, S1, S199–S203, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.12.164>>.
- [58] YAMASAKI, M.; NAGAISHI, Y.; KAWAMURA, Y. Inhibition of Al grain coarsening by quasicrystalline icosahedral phase in the rapidly solidified powder metallurgy Al–Fe–Ti–Cr alloy. **Scripta Materialia**, 56, 9, 785–788, 2007. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.01.012>>.
- [59] INOUE, A.; KIMURA, H. HIGH ELEVATED-TEMPERATURE STRENGTH OF Al-BASED NANOQUASICRYSTALLINE ALLOYS. **Nanostructured Materials**, 11, 2, 221–231, 1999.
- [60] WATSON, T.J. et al. Structure and mechanical properties in a powder-processed icosahedral-phase-strengthened aluminum alloy. **Scripta Materialia**, 123, 51–54, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.05.037>>.
- [61] AUDEBERT, F.; GALANO, M.; SAPORITI, F. The use of Nb in rapid solidified Al alloys

- and composites. **Journal of Alloys and Compounds**, 615, S621–S626, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.12.129>>.
- [62] XU, W.; GALANO, M.; AUDEBERT, F. Nanoquasicrystalline Al-Fe-Cr-Ti alloy matrix/g-Al₂O₃ nanocomposite powders: The effect of the ball milling process. **Journal of alloys and compounds**, 701, 342–349, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.11.412>>.
- [63] GARCÍA, A. et al. Thermal evolution of nanoquasicrystalline Al₉₃Fe₃Cr₂Ti₂ alloy. **Journal of alloys and compounds**, 435, 215–216, 2007. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.08.211>>.
- [64] LUO, H. et al. On tension/compression asymmetry of an extruded nanocrystalline Al-Fe-Cr-Ti alloy. **Materials Science and Engineering A**, 409, 1–2, 249–256, 2005. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2005.06.075>>.
- [65] AUDEBERT, F. et al. Structural characterisation and mechanical properties of nanocomposite Al-based alloys. **Materials Transactions**, 43, 8, 2017–2025, 2002. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.43.2017>>.
- [66] KIMURA, H.M.; SASAMORI, K.; INOUE, A. Al-Fe-based bulk quasicrystalline alloys with high elevated temperature strength. **Journal of Materials Research**, 15, 12, 2737–2744, 2000. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1557/JMR.2000.0392>>.
- [67] TODD, I. et al. The influence of processing variables on the structure and mechanical properties of nano-quasicrystalline reinforced aluminium alloys. **Materials Science & Engineering A**, 377, 1235–1238, 2004. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.209>>.
- [68] CAPELLI, E. et al. Thermodynamic investigation of the LiF-ThF₄ system. **Journal of Chemical Thermodynamics**, 58, 2, 110–116, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jct.2012.10.013>>.
- [69] PREDEL, B. Al-Fe. **Binary Alloy Phase Diagrams, 2^a Ed., Ed. T.B. Massalski**, 3, 12, 146–147, 1991. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-24778-1_95>.
- [70] WANG, H. et al. On the modelling of the point defects in the ordered B₂ phase of the Ti-Al system: Combining CALPHAD with first-principles calculations. **Calphad: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry**, 39, 21–26, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.calphad.2012.06.007>>.
- [71] SHAW, L. et al. Compressive behavior of an extruded nanocrystalline Al-Fe-Cr-Ti alloy. **Scripta Materialia**, 50, 7, 921–925, 2004. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.01.021>>.
- [72] NANCY, M. De et al. Transformation of the quasicrystalline phase Al-Cr-Fe induced by rapid solidification. **Materials Science & Engineering A**, 30, 2921–2929, 1995.
- [73] GALANO, M. et al. Nanoquasicrystalline Al – Fe – Cr-based alloys with high strength at elevated temperature. **Journal of alloys and compounds**, 495, 372–376, 2010. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.10.208>>.

- [74] LI, X. et al. Fine spherical powder production during gas atomization of pressurized melts through melt nozzles with a small inner diameter. **Powder Technology**, 356, 759–768, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2019.09.023>>.
- [75] DIETRICH, S. et al. A New Approach For A Flexible Powder Production For Additive Manufacturing. **Procedia Manufacturing**, 6, 88–95, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.promfg.2016.11.012>>.
- [76] URIONABARRENETXEA, E. et al. Simulation and validation of the gas flow in close-coupled gas atomisation process: Influence of the inlet gas pressure and the throat width of the supersonic gas nozzle. **Powder Technology**, 407, July, 2022. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2022.117688>>.
- [77] MATHIAS, L.E.T. **Atomização a gás do aço ferramenta A2: Efeito dos parâmetros de processo nas características do pó**. Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), São Carlos, 2022.
- [78] INDUTHERM. **AUG Series**. Disponível em: <https://indutherm.de/en/AUG-Series/AUG-SERIE>. Acesso em: 20 fev. 2023.
- [79] OZBILEN, S. Satellite formation mechanism in gas atomised powders. **Powders Metallurgy**, 42, 1, 70–78, <http://dx.doi.org/10.1179/pom.1999.42.1.70>.
- [80] GARBOCZI, E.J.; HRABE, N. Particle shape and size analysis for metal powders used for additive manufacturing: Technique description and application to two gas-atomized and plasma-atomized Ti64 powders. **Additive Manufacturing**, 31, August 2019, 100965, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2019.100965>>.
- [81] FEDINA, T. et al. A comparative study of water and gas atomized low alloy steel powders for additive manufacturing. **Additive Manufacturing**, 36, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2020.101675>>.
- [82] MATSAGOPANE, G. et al. Conceptual Design Framework for Setting Up Aluminum Alloy Powder Production System for Selective Laser Melting (SLM) Process. **JOM**, 71, 5, 1843–1860, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11837-019-03431-w>>.
- [83] PAULY, S. et al. Processing metallic glasses by selective laser melting. **Materials Today**, 16, 1–2, 37–41, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.mattod.2013.01.018>>.
- [84] KRELL, J. et al. General investigations on processing tool steel X40CrMoV5-1 with selective laser melting. **Journal of Materials Processing Technology**, 255, December 2017, 679–688, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.01.012>>.
- [85] LEE, J. et al. Microstructural effects on the tensile and fracture behavior of selective laser melted H13 tool steel under varying conditions. **Materials Characterization**, 155, July, 109817, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109817>>.
- [86] THIJIS, L. et al. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V. **Acta Materialia**, 58, 9, 3303–3312, 2010. Disponível em:

- <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2010.02.004>>.
- [87] ATTAR, H. et al. Additive manufacturing of low-cost porous titanium-based composites for biomedical applications: Advantages, challenges and opinion for future development. **Journal of Alloys and Compounds**, 827, 154263, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154263>>.
- [88] SURYAWANSHI, J. et al. Simultaneous enhancements of strength and toughness in an Al-12Si alloy synthesized using selective laser melting. **Acta Materialia**, 115, 285–294, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.06.009>>.
- [89] BRANDL, E. et al. Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. **Materials and Design**, 34, 159–169, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.067>>.
- [90] BALBAA, M. et al. On selective laser melting of Inconel 718: Densification, surface roughness, and residual stresses. **Materials and Design**, 193, May, 108818, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108818>>.
- [91] LEE, Y.S.; ZHANG, W. Modeling of heat transfer, fluid flow and solidification microstructure of nickel-base superalloy fabricated by laser powder bed fusion. **Additive Manufacturing**, 12, 178–188, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2016.05.003>>.
- [92] ZHANG, J. et al. A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends. **Journal of Materials Science and Technology**, 35, 2, 270–284, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2018.09.004>>.
- [93] KOTADIA, H.R. et al. A review of Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing of aluminium alloys: Microstructure and properties. **Additive Manufacturing**, 46, July, 102155, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2021.102155>>.
- [94] MARTIN, J.H. et al. 3D printing of high-strength aluminium alloys. **Nature**, 549, 7672, 365–369, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1038/nature23894>>.
- [95] ZHANG, J. et al. A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends. **Journal of Materials Science and Technology**, 35, 2, 270–284, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2018.09.004>>.
- [96] SING, S.L.; YEONG, W.Y. Laser powder bed fusion for metal additive manufacturing: perspectives on recent developments. **Virtual and Physical Prototyping**, 15, 3, 359–370, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1080/17452759.2020.1779999>>.
- [97] ABOULKHAIR, N.T. et al. 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting. **Progress in Materials Science**, 106, July, 100578, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578>>.
- [98] THOMAS, M.; BAXTER, G.J.; TODD, I. Normalised model-based processing diagrams for additive layer manufacture of engineering alloys. **Acta Materialia**, 108, 26–35, 2016.

- Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.025>>.
- [99] MATTHEWS, M. et al. Direct measurements of laser absorptivity during metal melt pool formation associated with powder bed fusion additive manufacturing processes. **Journal of Laser Applications**, 30, 3, 2018. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.2351/1.5040636>>.
- [100] FIOCCHI, J.; TUISSI, A.; BIFFI, C.A. Heat treatment of aluminium alloys produced by laser powder bed fusion: A review. **Materials and Design**, 204, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109651>>.
- [101] TAKATA, N. et al. Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments. **Materials Science and Engineering: A**, 704, May, 218–228, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.029>>.
- [102] WU, J. et al. Microstructure and strength of selectively laser melted AlSi10Mg. **Acta Materialia**, 117, 311–320, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.012>>.
- [103] ZHU, Z. et al. Recent progress on the additive manufacturing of aluminum alloys and aluminum matrix composites: Microstructure, properties, and applications. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, 190, June, 104047, 2023. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2023.104047>>.
- [104] AVERSA, A. et al. New aluminum alloys specifically designed for laser powder bed fusion: A review. **Materials**, 12, 7, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3390/ma12071007>>.
- [105] HE, Q. et al. Crack-resistance curve of a Zr-Ti-Cu-Al bulk metallic glass with extraordinary fracture toughness. **Acta Materialia**, 60, 12, 4940–4949, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2012.05.028>>.
- [106] T.L., A. **Fracture mechanics - Fundamentals and applications**. 2a ed. 1994. Disponível em: <[http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/TMEC026/Prof_Wang_Chong/Parte I Anderson T.L. Fracture mechanics - Fundamentals and applications.pdf](http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/TMEC026/Prof_Wang_Chong/Parte%20I%20Anderson%20T.L.%20Fracture%20mechanics%20-%20Fundamentals%20and%20applications.pdf)>.
- [107] SONG, C. et al. The effect of the nucleation ability on solidified microstructures of gas-atomized Fe – 6.5 wt.% Si alloy powder. **Powder Technology**, 263, 2014, 31–36, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2014.04.074>>.
- [108] ZHU, X.K.; JOYCE, J.A. Review of fracture toughness (G, K, J, CTOD, CTOA) testing and standardization. **Engineering Fracture Mechanics**, 85, 1–46, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.engfracmech.2012.02.001>>.
- [109] ASTM E399-22. Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{IC} of Metallic Materials. West Conshohocken, PA: **ASTM International**, 2022.
- [110] KÖSTER, U.; LIEBERTZ, H.; LIU, W. Plastic deformation of quasi-crystalline and crystalline phases in AlCuFe alloys. **Materials Science and Engineering A**, 181–182, C, 777–780, 1994. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)90737-4](http://dx.doi.org/10.1016/0921-5093(94)90737-4)>.

- [111] LEE, S.M. et al. Effect of Si addition on the formability of the icosahedral quasicrystalline phase in an Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ alloy. **Materials Science and Engineering A**, 294–296, 93–98, 2000. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01206-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01206-5)>.
- [112] MUKHOPADHYAY, N.K.; UHLENWINKEL, V.; SRIVASTAVA, V.C. Synthesis and Characterization of Bulk Al-Cu-Fe Based Quasicrystals and Composites by Spray Forming. **Journal of Materials Engineering and Performance**, 24, 6, 2172–2178, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11665-015-1442-0>>.
- [113] MUKHOPADHYAY, N.K.; WEATHERLY, G.C.; EMBURY, J.D. An analysis of microhardness of single-quasicrystals in the Al-CU-Co-Si system. **Materials Science and Engineering A**, 315, 1–2, 202–210, 2001. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01186-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01186-8)>.
- [114] FLEURY, E. et al. The toughening of Al-Cu-Fe(-B) quasicrystals by Sn particles. **Journal of Non-Crystalline Solids**, 334–335, 449–452, 2004. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2003.12.022>>.
- [115] SHADANGI, Y. et al. Powder Metallurgical Processing of Sn-Reinforced Al-Cu-Fe Quasicrystals: Structure, Microstructure and Toughening Behavior. **Journal of Manufacturing and Materials Processing**, 6, 3, 2022. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3390/jmmp6030060>>.
- [116] ASTM B822-20. Standard Test Method for Particle Size Distribution of Metal Powders and Related Compounds by Light Scattering. **ASTM International**, 2020, www.astm.org.
- [117] ASTM B214-16. Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal Powders. **ASTM International**, 2016, www.astm.org.
- [118] ASTM B923-22. Standard Test Method for Metal Powder Skeletal Density by Helium or Nitrogen Pycnometry. **ASTM International**, 2022, www.astm.org.
- [119] ASTM B964-16. Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Carney Funnel. **ASTM International**, 2016, www.astm.org.
- [120] ASTM B417-18. Standard Test Method for Apparent Density of Non-Free-Flowing Metal Powders Using the Carney Funnel. **ASTM International**, 2018, www.astm.org.
- [121] BOMFIM, P. **Efeito do Inoculante Al-Nb-B na microestrutura e propriedades mecânicas da liga AA2017 fabricada por fusão em leito de pó a laser**. Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), São Carlos, 2023.
- [122] ASTM B311-22. Standard Test Method for Density of Powder Metallurgy (PM) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity. **ASTM International**, 2022, www.astm.org.
- [123] **Metals Handbook, Volume 4: Heat Treating**. 10th ed. Edited by J. L. J. Charsley, A. G. H. Ewing, and L. J. Y. Ma, American Society for Metals, 1991.
- [124] DE ARAUJO, A. et al. High-temperature tensile properties of an aluminum quasicrystal-forming alloy manufactured by laser powder bed fusion. **Materials Science and Engineering: A**, 886, September, 2023. Disponível em:

- <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2023.145670>>.
- [125] KIMURA, H.M.; SASAMORI, K.; INOUE, A. Formation , microstructure and mechanical properties of Al – Fe base quasicrystalline alloys. **Materials Science Engineering A**, 296, 168–172, 2000. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01192-8](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01192-8)>.
- [126] KHORUZHA, V.G. et al. Physicochemical materials research the Al-Fe-Cr phase diagram.I.Phase equilibria at subsolidus temperatures over compositions range 58-100 at.% Al. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, 50, 2, 83–97, 2011.
- [127] RAMON, J.J.; SHECHTMAN, D.; DIRNFELD, S.F. Synthesis of Al-Cr intermetallic crystals. **Scripta Metallurgica et Materiala**, 24, 6, 1087–1091, 1990. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/0956-716X\(90\)90304-Y](http://dx.doi.org/10.1016/0956-716X(90)90304-Y)>.
- [128] LATHABAI, S. Additive manufacturing of aluminium-based alloys and composites. In: **Fundamentals of aluminium metallurgy**. Amsterdam: Elsevier, 2018. Cap. 2, p. 47-92. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102063-0.00002-3>. Acesso em: 10 fev. 2023.
- [129] LI, G. et al. Investigation into the effect of energy density on densification, surface roughness and loss of alloying elements of 7075 aluminium alloy processed by laser powder bed fusion. **Optics and Laser Technology**, 147, September 2021, 107621, 2022. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.optlastec.2021.107621>>.
- [130] LE, K.Q.; TANG, C.; WONG, C.H. On the study of keyhole-mode melting in selective laser melting process. **International Journal of Thermal Sciences**, 145, July, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2019.105992>>.
- [131] ZHAO, L. et al. Review on the correlation between microstructure and mechanical performance for laser powder bed fusion AlSi10Mg. **Additive Manufacturing**, 56, May, 102914, 2022. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.addma.2022.102914>>.
- [132] QBAU, N. et al. The crack healing effect of scandium in aluminum alloys during laser additive manufacturing. **Journal of Manufacturing Processes**, 50, November 2019, 241–246, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.12.050>>.
- [133] SALANDARI-RABORI, A. et al. Enhancing as-built microstructural integrity and tensile properties in laser powder bed fusion of AlSi10Mg alloy using a comprehensive parameter optimization procedure. **Materials Science and Engineering: A**, 805, 140620, 2021. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2020.140620>>.
- [134] ZHAO, C. et al. Critical instability at moving keyhole tip generates porosity in laser melting. **Science**, 370, 6520, 1080–1086, 2020. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1126/science.abd1587>>.
- [135] ARAÚJO, L.C. **Efeitos da orientação de fabricação e dos tratamentos térmicos na microestrutura e nas propriedades mecânicas da liga AlSi10Mg processada por manufatura aditiva com Fusão Seletiva a Laser**. Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (FEM/UNICAMP), Campinas, 2019.

- [136] GAIROLA, S.; JAYAGANTHAN, R.; AJAY, J. Laser powder bed fusion on Ti modified Al 2024 alloy: Influence of build orientation and T6 treatment on mechanical behaviour, microstructural features and strengthening mechanisms. **Materials Science and Engineering: A**, 896, February, 146296, 2024. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2024.146296>>.
- [137] KUMAR, M.S. et al. Impact of Print Orientation on Morphological and Mechanical Properties of L-PBF Based AlSi7Mg Parts for Aerospace Applications. **Silicon**, 14, 12, 7083–7097, 2022. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s12633-021-01474-w>>.
- [138] GIRELLI, L. et al. Evaluation of the impact behaviour of AlSi10Mg alloy produced using laser additive manufacturing. **Materials Science and Engineering: A**, 748, January, 38–51, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2019.01.078>>.