

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**IMPACTO DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO NA  
SOLIDIFICAÇÃO E EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE  
COBRE PURO PROCESSADO VIA FUSÃO EM LEITO DE  
PÓ POR FEIXE DE ELÉTRONS**

**GABRIELLA BARCELLOS CARNEIRO**

**SÃO CARLOS -SP**  
**2025**

# **IMPACTO DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO NA SOLIDIFICAÇÃO E EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE COBRE PURO PROCESSADO VIA FUSÃO EM LEITO DE PÓ POR FEIXE DE ELÉTRONS**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, como requisito para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Lucas Barcelos Otani  
Coorientador: Piter Gargarella



## ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC)

**NOME:** Gabriella Barcellos Carneiro

**RA:** 769700

**TÍTULO:** Impacto das variáveis de processo na solidificação e evolução microestrutural de cobre puro processado via fusão em leito de pó por feixe de elétrons

**ORIENTADOR(A):** Prof. Dr. Lucas Barcelos Otani

**CO-ORIENTADOR(A):** Prof. Dr. Piter Gargarella

**DATA/HORÁRIO:** 14/02/2025, 10h

### BANCA – NOTAS:

	Monografia	Defesa
Prof. Dr. Lucas Barcelos Otani	10	10
Prof. Dr. Francisco Gil Coury	10	10
<b>Média</b>	10	10

### BANCA – ASSINATURAS:

Prof. Dr. Lucas Barcelos Otani

---

Prof. Dr. Francisco Gil Coury

---

## **AGRADECIMENTO**

Agradeço, primeiramente, aos meus pais, Maria Aparecida e Mauro Lúcio, e à minha irmã Mariana, por todo o apoio incondicional, amor e incentivo ao longo da minha jornada acadêmica. Sem vocês, nada disso seria possível.

Sou profundamente grata aos meus orientadores no Brasil, Lucas B. Otani e Piter Gargarella, e na França, Guilhem Martin e Alexandre Margueret, pelo conhecimento compartilhado, pelas oportunidades de aprendizado e pelo suporte ao longo deste trabalho. Suas orientações foram essenciais para o meu crescimento acadêmico e profissional.

Agradeço também ao programa BRAFITEC, que tornou possível minha experiência acadêmica na França, permitindo não apenas a realização deste estudo, mas também um grande enriquecimento pessoal e científico. Ao ensino público superior brasileiro, expressei minha gratidão por ser a base da minha formação e por oferecer oportunidades transformadoras a tantos estudantes.

Aos professores que passaram pela minha vida, desde os primeiros anos escolares até a universidade, meu mais sincero agradecimento. Cada um, com seu conhecimento e dedicação, contribuiu de forma única para minha trajetória, inspirando-me a seguir em frente e a buscar sempre mais.

Por fim, sou grata a todos os colegas, amigos e familiares que, de alguma forma, estiveram ao meu lado durante esse percurso, seja com palavras de apoio, incentivo ou simplesmente acreditando no meu potencial.

A todos, meu muito obrigada!

## RESUMO

A manufatura aditiva por fusão em leito de pó utilizando feixe de elétrons (EB-PBF) tem sido amplamente utilizada na fabricação de componentes metálicos, especialmente em materiais de alta condutividade térmica, como o cobre puro. No entanto, o controle da solidificação e da microestrutura resultante representa um desafio, visto que o intenso gradiente térmico favorece predominantemente o crescimento epitaxial colunar. Compreender os mecanismos que podem promover a transição para uma microestrutura equiaxial é essencial para otimizar as propriedades finais do material e ampliar suas aplicações.

Neste estudo, investigou-se a relação entre os parâmetros de processamento e a evolução microestrutural do cobre puro no EB-PBF, com foco na refusão das camadas e na nucleação heterogênea como possíveis fatores determinantes para a transição entre crescimento colunar e equiaxial. Foram analisadas variáveis como profundidade da poça de fusão, sobreposição entre camadas e ciclos térmicos sucessivos, além da caracterização microestrutural por microscopia óptica e difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

Os resultados indicaram que a predominância da microestrutura colunar pode estar associada ao intenso gradiente térmico do processo, enquanto a transição para grãos equiaxiais parece ocorrer em regiões expostas a condições específicas de refusão e ciclos térmicos prolongados. A análise das poças de fusão sugere que a profundidade da poça e a sobreposição entre camadas podem influenciar a redistribuição térmica e favorecer a nucleação heterogênea. Além disso, verificou-se que as últimas camadas fundidas, por não passarem por novos ciclos térmicos, tendem a manter a microestrutura colunar.

Embora os achados forneçam indícios sobre os mecanismos de solidificação no EB-PBF, mais estudos são necessários para validar as hipóteses levantadas. A otimização dos parâmetros de processamento pode possibilitar um maior controle microestrutural e a fabricação de peças metálicas com propriedades ajustadas às necessidades industriais. Futuras investigações explorando diferentes padrões de varredura, ligas metálicas e o impacto dessas variáveis na resistência mecânica e térmica podem ampliar o entendimento sobre o tema.

**Palavras-chave:** Manufatura aditiva. Fusão em leito de pó. Feixe de elétrons. Solidificação. Microestrutura.

## ABSTRACT

Electron Beam Powder Bed Fusion (EB-PBF) additive manufacturing has been widely used in the production of metallic components, especially in high thermal conductivity materials such as pure copper. However, controlling solidification and the resulting microstructure is challenging, as the intense thermal gradient predominantly favors epitaxial columnar growth. Understanding the mechanisms that may promote the transition to an equiaxial microstructure is essential for optimizing the final properties of the material and expanding its applications.

This study investigates the relationship between processing parameters and the microstructural evolution of pure copper in EB-PBF, focusing on layer remelting and heterogeneous nucleation as possible key factors in the transition between columnar and equiaxial growth. Variables such as melt pool depth, layer overlap, and successive thermal cycles were analyzed, along with microstructural characterization using optical microscopy and electron backscatter diffraction (EBSD).

The results indicated that the predominance of the columnar microstructure may be associated with the intense thermal gradient of the process, while the transition to equiaxial grains appears to occur in regions exposed to specific remelting conditions and prolonged thermal cycles. The melt pool analysis suggests that its depth and layer overlap may influence thermal redistribution and favor heterogeneous nucleation. Furthermore, it was observed that the last solidified layers, since they do not undergo further thermal cycles, tend to maintain the columnar microstructure.

Although the findings provide insights into the solidification mechanisms in EB-PBF, further studies are needed to validate the proposed hypotheses. Optimizing processing parameters may enable greater microstructural control and the manufacturing of metallic parts with properties tailored to industrial needs. Future investigations exploring different scanning patterns, metallic alloys, and the impact of these variables on mechanical and thermal resistance may further expand the understanding of the subject.

**Keywords:** Additive manufacturing. Powder bed fusion. Electron beam. Solidification. Microstructure.

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>01</b>
<b>2</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>02</b>
2.1	MANUFATURA ADITIVA	02
2.2	SOLIDIFICAÇÃO EM METAIS	03
2.2.1	<b>Mecanismos de Solidificação de Metais e Ligas</b>	03
2.2.2	<b>Solidificação no Processo de LPBF</b>	08
2.2.3	<b>Fusão em Leito de Pó por Feixe de Elétrons e Sua Solidificação</b>	09
2.3	PARAMETROS CRÍTICOS EM EM-PBF E NA SUA SOLIDIFICAÇÃO	11
2.3.1	<b>Parâmetros de Processo</b>	11
2.3.1.1	Pré-Aquecimento	11
2.3.1.2	Potência	12
2.3.1.3	Velocidade de Varredura	13
2.3.1.4	Padrão de Varredura (Scan Pattern)	13
2.3.1.5	Ordem de Linhas (Line Order)	14
2.3.1.6	Espaçamento Entre Linhas (Line Offset)	14
2.3.2	<b>Poça de Fusão</b>	15
2.4	ATOMIZAÇÃO	17
2.4.1	<b>Reciclagem do Pó de Cobre</b>	18
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>19</b>
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS	19
3.1.1	<b>Cobre</b>	19
3.1.1	<b>Reciclagem do Pó de Cobre</b>	20
3.2	EQUIPAMENTO	20
3.3	METODOLOGIA EXPERIMENTAL	25
3.3.1	<b>Corte</b>	25
3.3.2	<b>Polimento</b>	26
3.3.3	<b>Ataque Químico</b>	27
3.3.3.1	Grãos	27
3.3.3.2	Poças de Fusão	28
3.3.3.3	Métodos de Análise	28
3.3.4	<b>Dureza</b>	30
3.3.5	<b>EBSD (Electron Backscatter Diffraction)</b>	30
3.3.5.1	Parâmetros dos Mapas EBSD	30
3.3.5.2	Tratamento de Imagem	30
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>31</b>
4.1	POROSIDADE	31
4.2	IMPACTO DOS PARAMETROS DO PROCESSO NA MICROESTRUTURA	34
4.3	REFUSÃO	36
4.4	EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL	38
4.5	CARACTERIZAÇÃO	39
	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>41</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>42</b>

## 1. INTRODUÇÃO

A manufatura aditiva por fusão em leito de pó utilizando feixe de elétrons (Electron Beam Powder Bed Fusion – EB-PBF) tem se destacado na fabricação de metais de alta condutividade térmica, como o cobre puro. No entanto, essa mesma característica que torna o cobre atrativo para diversas aplicações também dificulta o controle da solidificação, influenciando diretamente a microestrutura final do material. A forma como os grãos se desenvolvem ao longo do processo impacta as propriedades mecânicas e funcionais da peça, tornando fundamental um entendimento mais aprofundado dos mecanismos envolvidos na evolução microestrutural.

Este trabalho surgiu como um desdobramento dos estudos realizados durante um estágio no SIMaP (UGA-INP), na França, dentro do tema "Caractérisation de Matériaux Métalliques à Gradients" (Caracterização de Materiais Metálicos com Gradientes). O foco do estágio foi a fabricação e caracterização de materiais com gradientes, tanto microestruturais quanto composicionais, utilizando a técnica de EB-PBF. Durante esse período, foi investigada principalmente a evolução microestrutural do cobre puro, analisando a transição entre microestruturas colunares e equiaxiais. Posteriormente, no fim do estágio, foram iniciados estudos exploratórios com a liga Cu-Cr, visando, no futuro, implementar gradientes composicionais no processo. Essa abordagem, porém, exigiria adaptações na máquina de manufatura aditiva para permitir a deposição gradual de pós metálicos em diferentes proporções, algo que ainda depende de um projeto em análise.

Ao retornar ao Brasil, a pesquisa foi direcionada para um estudo mais aprofundado da solidificação no EB-PBF, ampliando o foco da caracterização para a compreensão dos mecanismos que governam a formação dos grãos e a transição microestrutural. Assim, o presente trabalho busca investigar a relação entre os parâmetros do processo e a evolução da microestrutura do cobre puro, com ênfase na refusão das camadas e na nucleação heterogênea como potenciais fatores para a transição entre crescimento colunar e equiaxial.

Com isso, este estudo não só aprofunda a compreensão dos fenômenos de solidificação no EB-PBF, como também abre caminho para otimizar o processo e explorar futuras aplicações na fabricação de materiais com gradientes microestruturais e composicionais.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1. MANUFATURA ADITIVA

A Manufatura Aditiva (MA) de metais vem se destacando ao longo dos anos devido à sua capacidade de desenvolver peças com geometrias complexas, por meio da adição de material, em contraste com outros processos convencionais que, por exemplo, focam na fabricação subtrativa, como a usinagem.

Entretanto, o processo de MA envolve altos custos de equipamento e matéria-prima - pó metálico - em comparação aos processos de fabricação de metais mais comumente usados. Para peças com estruturas simples e produzidas em massa, tais processos tradicionais permanecem mais vantajosos devido à alta reprodutibilidade, custos reduzidos e tempo de produção otimizados.

Apesar dessas limitações de custo, o entendimento e domínio dessa tecnologia são indispensáveis, não apenas para a redução de custos no futuro, mas também para possibilitar o desenvolvimento e otimização dos materiais, consolidando cada vez mais a manufatura aditiva como uma tecnologia essencial e em constante evolução. Além disso, a existência da automação durante o processo exige pouca intervenção humana, fazendo com que a exatidão e qualidade dos resultados obtidos apresentem uma taxa de sucesso elevada. À vista disso, a sequência de trabalho típica da Manufatura Aditiva segue uma série de etapas padronizadas.

Inicialmente, um modelo CAD é desenvolvido num software de concepção, que passa por uma etapa de divisão de camadas de construção – processo chamado de *slicing*. Com o arquivo pronto e transferido para o software da máquina 3D, os parâmetros de tratamento são definidos, como: a velocidade de varredura do feixe, potência, temperatura *pre-heat*, etc; e o processo de impressão é lançado.

A sequência de trabalho típica da MA pode variar ligeiramente devido as diversas tecnologias desenvolvidas para o procedimento de impressão. As técnicas mais conhecidas atualmente são: *Direct Metal Deposition* (DMD), *Binder Jetting* e *Powder Bed Fusion* (PBF). O qual essa última reúne diferentes processos, como a *Selective Laser Melting*, *Electron Beam Melting* e a *Direct Metal Laser Sintering*. Todas essas tecnologias utilizam uma fonte de energia concentrada, como um laser ou um feixe de elétrons, para fornecer calor e fundir o pó metálico para a formação das camadas referentes à peça a ser fabricada.

Com todas as suas vantagens descritas, a MA permite um controle

microestrutural preciso, devido à sua versatilidade de ajuste dos parâmetros do processo, aliado a estratégias de controle térmico e de solidificação. <sup>[1][2][3]</sup>

## 2.2. SOLIDIFICAÇÃO EM METAIS

### 2.2.1. Mecanismos de Solidificação de Metais e Ligas

A solidificação de metais e ligas, marcada pela transição da fase líquida para a fase sólida, é fundamental na definição das propriedades microestruturais e, conseqüentemente, das propriedades mecânicas dos materiais.

Esse processo tem início no estado líquido, onde os átomos apresentam alta mobilidade e ausência de ordem, tanto em curtas quanto longas distâncias. Quando esses átomos se movem dentro do líquido de forma aleatória, é possível a formação de aglomerações periódicas e ordenadas, e essas estruturas que estão momentaneamente organizadas são denominadas embriões.

A estabilidade dos embriões determina a próxima etapa do processo: a nucleação. Durante o resfriamento, quando o embrião possui um raio menor que um determinado raio crítico, qualquer tentativa de crescimento aumentará a energia livre de Gibbs do sistema, tornando-o instável. Logo, sua tendência será retornar ao estado líquido. Por outro lado, caso possua um raio maior que o crítico, qualquer tentativa de se dissolver – ou seja, diminuir seu raio – elevará a energia livre, portanto, sua tendência será crescer, privilegiando a diminuição da energia livre do sistema e garantindo a sua estabilidade.

Em outras palavras, para o embrião, a energia livre de Gibbs atua como uma energia de ativação. Quando o embrião formar um raio maior que o crítico, ou seja, superar a barreira energética, a nucleação ocorrerá (Figura 1).

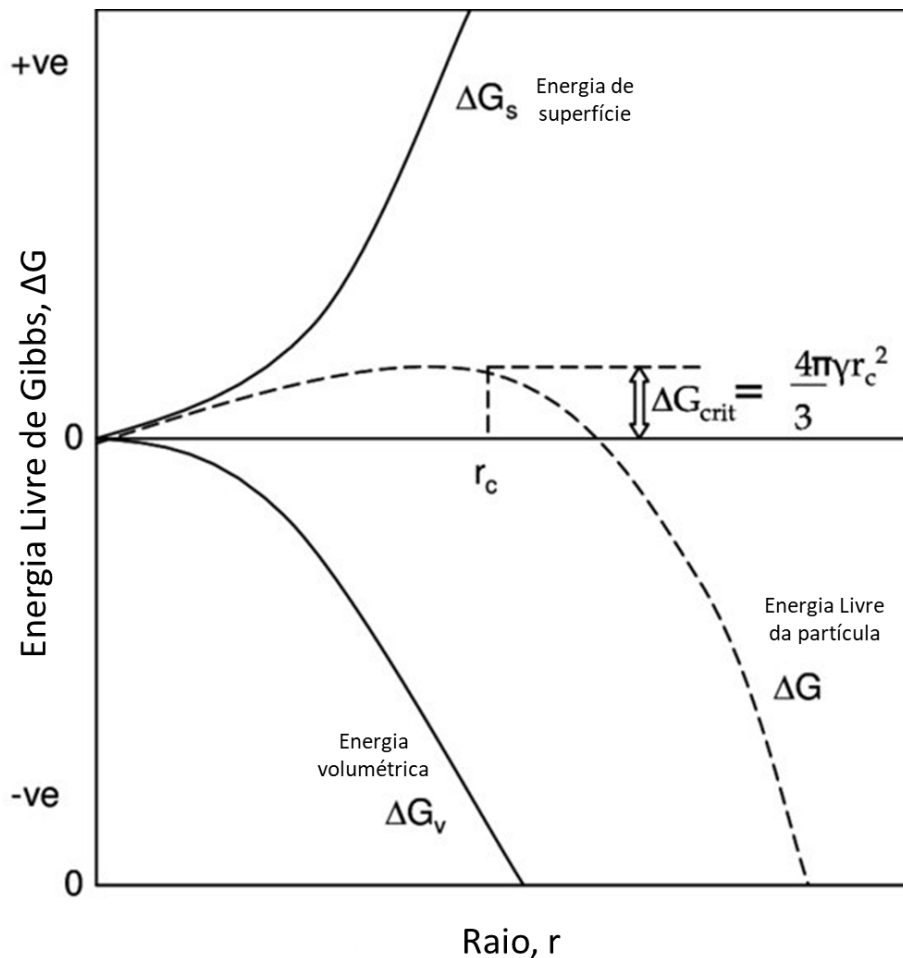


Figura 1 - Energia livre de formação de um núcleo em função do seu raio. Adaptado de [4]

A nucleação pode ser classificada em dois tipos: homogênea e heterogênea. A nucleação homogênea ocorre de forma espontânea no interior do líquido, em locais aleatórios, sem a necessidade de um substrato para seu desencadeamento. Esse mecanismo se baseia essencialmente na explicação acima sobre a formação e desenvolvimento de embriões que dependem exclusivamente da superação da barreira de ativação energética, que é significativamente mais alta que a da nucleação heterogênea. A composição da liga e a temperatura influenciam na taxa de nucleação homogênea, influenciando diretamente processos em que há este tipo de mecanismo envolvido.

A nucleação heterogênea, por outro lado, ocorre na interface sólido-líquido, quando o embrião se forma em contato com substratos pré-existentes. Esses substratos criam uma nova contribuição energética no sistema, facilitando a nucleação ao reduzir a energia necessária para a nucleação. De um ponto de vista

prático, a nucleação heterogênea é mais comum, pois sob um aspecto energético é mais favorável. Os substratos que podem favorecer a nucleação heterogênea incluem superfícies de grãos fragmentados, impurezas e partículas do pó que atingem a superfície do líquido.

Tanto a taxa de nucleação quanto a taxa de crescimento do núcleo dependem da temperatura, que por sua vez, está estreitamente ligada com o fenômeno do super-resfriamento. Durante o progresso da solidificação dos metais puros, o super-resfriamento é medido em relação à temperatura de fusão. Para as ligas metálicas, a solidificação ocorre dentro de um intervalo de temperaturas, delimitado pela temperatura *liquidus* – onde abaixo dela a solidificação começa com a formação do primeiro cristal sólido - e pela temperatura *solidus* – onde abaixo dela, a liga se torna completamente sólida. Dentro desse intervalo ocorre a coexistência de ambos os estados da matéria, líquido e sólido.

Na prática, quando o material ou liga começa a perder temperatura e resfriar, a solidificação não ocorre imediatamente na temperatura *liquidus* ou de fusão, mas sim em uma temperatura inferior, devido à necessidade de ocorrência de um super-resfriamento. Esse fenômeno, definido como a diferença entre a temperatura de fusão (ou *liquidus*) e a temperatura na qual a solidificação efetivamente se inicia, proporciona a força motriz necessária para a nucleação e o crescimento dos cristais. Em sistemas com maior super-resfriamento, o raio crítico diminui, resultando na formação de uma maior quantidade de núcleos estáveis.

Após a nucleação, o crescimento da interface sólido-líquido determina a formação da microestrutura. Esse crescimento depende da natureza do material e das condições de solidificação, podendo crescer de diversas maneiras. Em fases metálicas, usualmente o crescimento se dá de forma difusa. Do ponto de vista atômico, os átomos conseguem se organizar e ocupar posições na rede cristalina em diferentes orientações devido ao fácil empacotamento atômico típico dos materiais metálicos. Esses materiais possuem ligações metálicas não direcionais, o que permite a formação de interfaces com curvaturas suaves – como, por exemplo, o crescimento de dendritas <sup>[5]</sup>, que apresentam uma morfologia ramificada com curvaturas e sem ângulos retos evidentes.

Por outro lado, em compostos intermetálicos, o crescimento ocorre frequentemente por meio de uma interface facetada, caracterizada por uma transição abrupta e bem definida entre as fases sólida e líquida.

Essas diferenças no comportamento das interfaces têm um impacto direto na microestrutura final e, conseqüentemente, nas propriedades mecânicas e térmicas do material solidificado.

As interfaces sólido-líquido podem assumir diferentes morfologias, que variam de acordo com os parâmetros de solidificação, como gradiente térmico ( $G$ , dado em  $K/mm$ ) e taxa de crescimento ( $R$ , dado em  $mm/s$ ). Essas morfologias podem ser planar, celular, colunar dendrítica ou equiaxial dendrítica conforme é representado pela Figura 2, as quais dependem também da extensão do super-resfriamento constitucional (SRC) presente no sistema.

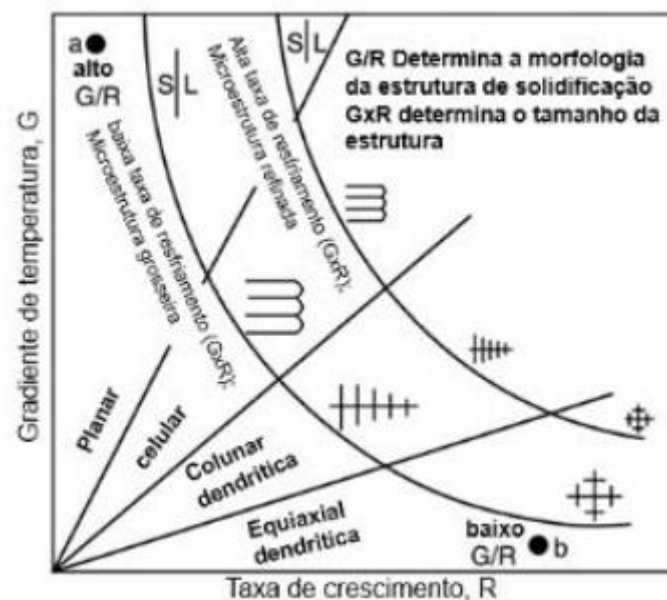


Figura 2 - Influência do gradiente térmico ( $G$ ) e da taxa de crescimento ( $R$ ) na morfologia da solidificação.<sup>[6]</sup>

O super-resfriamento constitucional (SRC) ocorre devido a rejeição de solutos pela interface sólido-líquido. Durante a solidificação, elementos de liga menos solúveis no sólido são rejeitados para o líquido próximo à interface, gerando um gradiente de composição no líquido adjacente. Esse gradiente reduz localmente a temperatura de fusão desse líquido próximo a frente sólido-líquido. Quando o gradiente térmico é baixo, a interface que inicialmente é plana se torna instável, levando a morfologias dendríticas por exemplo, como pode ser visto na Figura 2. Essa instabilidade é determinada pela magnitude do super-resfriamento constitucional, que, por sua vez, é influenciado por fatores como (i) taxa de solidificação, em que

velocidades mais altas intensificam o acúmulo de solutos próximos a interface, aumentando o SRC e (ii) gradiente térmico, que quanto mais baixos, amplificam a instabilidade, levando a morfologias mais complexas.

Após a nucleação e o início da solidificação, o crescimento de grão vai desempenhar um papel crucial na microestrutura e, por consequência, nas propriedades finais do material. O crescimento dos grãos é dado a partir da interface sólido-líquido e altamente influenciado pelas condições térmicas e composicionais presentes no sistema. Destacam-se três tipos de crescimento de grãos: epitaxial, não epitaxial ou competitivo, dependendo da interação entre o fluxo de calor e a orientação cristalográfica.

No crescimento epitaxial, novos grãos vão surgir a partir de um substrato ou camada anterior pré-existente seguindo a orientação cristalográfica desses grãos, sendo um tipo de mecanismo comum em processos controlados, como a manufatura aditiva. Os grãos usualmente crescem ao longo de direções preferenciais, denominadas como “direções de fácil crescimento”. Na Tabela 1 é possível obter a correlação das estruturas com sua família de direções preferencias correspondentes.

*Tabela 1 - Direções de crescimento preferenciais para materiais com diversas estruturas cristalinas [7]*

<b>Estrutura Cristalina</b>	<b>Família de direções de fácil crescimento</b>	<b>Exemplos</b>
CFC	$\langle 100 \rangle$	Ligas de alumínio, aços inoxidáveis austeníticos
CCC	$\langle 100 \rangle$	Aço carbono, aços inoxidáveis ferríticos
HCP	$\langle 10\bar{1}0 \rangle$	Titânio, magnésio
TCC	$\langle 110 \rangle$	Estanho

Por outro lado, o crescimento não epitaxial ocorre quando não há relação cristalográfica entre os grãos formados e o substrato e geralmente está relacionada a condições que favorecem altas taxas de nucleação heterogênea. Por fim, o crescimento competitivo, onde apesar dos grãos possuírem direções preferenciais de crescimento em função das diferentes estruturas cristalinas, pode haver uma

tendência de crescimento rápido na direção do fluxo de calor máximo.

Assim, compreender os mecanismos de nucleação, solidificação e crescimento de grãos é essencial para projetar e otimizar microestruturas em diferentes processos que envolvam a solidificação de metal líquido. Técnicas de manufatura aditiva estão dentro dessa classe, onde os controles dos parâmetros disponíveis podem ser utilizados para o ajuste da textura, tamanho e orientação dos grãos. [5][8][9][10]

### 2.2.2. Solidificação no Processo de LPBF

A solidificação no processo de fusão seletiva a laser em leito de pó (*Laser Powder Bed Fusion, LPBF*) envolve altas taxas de resfriamento devido à elevada densidade de energia associada ao feixe concentrado do laser, ao pequeno volume da poça de fusão gerado, bem como as finas camadas de pó metálico processadas. Esses fatores impactam diretamente os mecanismos de nucleação e crescimento dos grãos durante a solidificação, influenciando as características microestruturais do material fabricado.

Durante o LPBF, o feixe de laser, com potência e velocidade de varredura predefinidas, interage com a camada de pó. Quando a energia absorvida pelo pó é suficiente, o pó metálico é fundido, formando uma poça de fusão que penetra no material sólido subjacente, semelhante a um processo de soldagem, conectando a nova camada às anteriores [11]. A profundidade dessa poça de fusão é controlada principalmente pela condução térmica no material.

Essa analogia com a soldagem a laser permite entender melhor as transições térmicas no LPBF. Na soldagem a laser, quando a potência, velocidade de varredura e o tamanho do feixe ultrapassam determinados limites, ocorre a transição do modo de condução para o chamado modo *Keyhole* [12]. Neste regime, a energia dada à poça de fusão é suficiente para vaporizar o metal e formar plasma. A evaporação do metal gera uma cavidade de vapor que aumenta a absorção da energia do laser, permitindo que o feixe alcance grandes profundidades, gerando gradientes térmicos intensos, maiores do que o modo de condução - onde a energia fornecida é transferida principalmente por condução térmica da superfície do material para o interior. Essa associação da soldagem pode ser diretamente ligada a efeitos que podem ocorrer no processo de LPBF.

Tanto na soldagem quanto no feixe de laser, o colapso do *Keyhole* pode deixar

vazios (porosidade) ou outros defeitos, como trincas que afetam a integridade mecânica do material [13]. A dinâmica térmica gerada por esse processo influencia diretamente como se dá o resfriamento, gradiente térmico (G) e taxa de solidificação (R), que são os principais fatores para determinar as morfologias de solidificação e os regimes de crescimento. Esse comportamento – alto G/R – tende a favorecer o crescimento colunar, a menos que condições específicas, como alta taxa de varredura do feixe, promovam a nucleação equiaxial.

Durante a solidificação, o fluxo de metal líquido dentro das poças de fusão pode promover a fragmentação de grãos recém-formados, que por sua vez, atuam como substratos para novos cristais serem formados [14]. Além disso, partículas estranhas, como impurezas, inoculantes, ou refinadores de grão desempenham papel relevante nesse mecanismo, afetando o controle microestrutural final.

A nucleação também pode ser influenciada por fatores externos ao próprio material. A superfície da poça de fusão pode ser resfriada para induzir a nucleação nessa região ao aplicar um fluxo de gás de resfriamento. Em processos baseados em pó, os grãos de pós remanescentes que atingem a superfície da poça de fusão durante a passagem do laser ou do feixe de elétrons também podem se tornar sítios de nucleação.

Outro desafio está ligado à interação com o ambiente de processamento. Embora as máquinas sejam projetadas para operar em atmosferas controladas, como argônio ou nitrogênio, a presença residual de oxigênio pode levar à formação de óxidos, especialmente em materiais mais reativos. Isso impacta a nucleação e o crescimento dos grãos durante a solidificação, tornando essencial o controle rigoroso do ambiente para evitar contaminações que comprometam a qualidade do componente final.

### **2.2.3. Fusão em Leito de Pó por Feixe de Elétrons (*Powder Bed Fusion Electron Beam*, PBF – EB) e sua Solidificação.**

A técnica de *Electron Beam Melting* (EBM) é uma das mais conhecidas no domínio da manufatura aditiva de metais, particularmente por fusão em leito de pó. Utilizando um feixe de elétrons como fonte de energia, o EB-PBF opera exclusivamente em ambiente a vácuo, o que otimiza o controle térmico do processo, minimizando perdas de calor por convecção e evitando dispersões ou desvios

causados pela interação com moléculas de gás. Essa condição também reduz a oxidação e torna esse procedimento ideal para trabalhar com materiais altamente reativos. No entanto, apesar dessas vantagens, a necessidade de manter o vácuo aumenta os custos de operação, tornando o processo mais caro em relação a outras técnicas <sup>[15][16]</sup>.

Esse processo, em comparação com o LPBF, apresenta gradientes térmicos (G) mais baixos e taxas de resfriamento (R) mais moderadas. O crescimento epitaxial de grãos colunares é predominante na interface sólido-líquido, onde o gradiente térmico é mais elevado, com grãos alinhados aproximadamente na direção do gradiente térmico local, que geralmente coincide com o fluxo de calor. Em contraste, nas bordas da poça de fusão, onde o super-resfriamento é mais intenso, ocorre nucleação heterogênea, resultando na formação de grãos equiaxiais.

A direção do fluxo de calor máximo desempenha um papel crucial na orientação dos grãos, pois influencia diretamente a forma como a solidificação ocorre. No processo de manufatura aditiva, os grãos crescem da borda da poça de fusão em direção ao centro, seguindo o gradiente térmico imposto pelo fluxo de calor. Em materiais policristalinos, o crescimento competitivo tende a dominar, com os grãos se alinhando paralelamente à direção de extração de calor, que é normal à interface sólido-líquido. Esse fenômeno afeta diretamente a textura da peça e, conseqüentemente, suas propriedades mecânicas, térmicas e anisotrópicas. A influência da curvatura da interface sólido-líquido nesse processo será explorada no tópico 2.3.2. Poça de fusão.

Ao utilizar estratégias com diferentes padrões de escaneamento, como *snake* ou *spotmelt* - tópico 2.3.1.4. Padrão de varredura (*Scan Pattern*) -, é possível modular os gradientes térmicos localmente, promovendo a nucleação equiaxial e microestruturas mais isotrópicas.

Diferentemente do LPBF, no qual a alta refletividade de um material dificulta a absorção de ondas eletromagnéticas (por fótons), o feixe de elétrons interage diretamente com o material, através do bombardeamento dos elétrons com os átomos da superfície, aquecendo o material por transferência de energia cinética. Como esse processo ocorre em nível atômico, no qual o aquecimento se dá por meio das vibrações das redes cristalinas, não depende das propriedades óticas do material, como refletividade ou absorção.

A capacidade do EB-PBF de produzir peças com tensões residuais reduzidas

é um dos seus principais diferenciais. Isso advém da forma como o calor é distribuído durante o processo, visto que o feixe de elétrons pode ser mais defocalizado, aquecendo áreas maiores, resultando em menores gradientes térmicos e uma solidificação mais homogênea e controlada.

Além de influenciar as tensões residuais, a maneira como o calor é distribuído também impacta diretamente o tipo de microestrutura formada, regulando a transição entre grãos colunares e equiaxiais.

A transição colunar-equiaxial (CET) no EBM está diretamente relacionada à parâmetros de processamento, como potência do feixe e taxa de varredura. Estudos indicam que a redução do *offset*/espaçamento entre linhas de fusão e o aumento das velocidades de varredura podem promover a nucleação de microestruturas equiaxiais em ligas metálicas e metais puros. Por outro lado, *offsets* maiores e gradientes térmicos controlados tendem a favorecer a formação de grãos colunares alinhados ao fluxo de calor <sup>[15][17][18][19]</sup>.

## 2.3. PARÂMETROS CRÍTICOS EM PBF – EB E NA SUA SOLIDIFICAÇÃO

### 2.3.1. Parâmetros de Processo

#### 2.3.1.1. Pré-Aquecimento

Essa etapa, de grande importância, envolve o aquecimento progressivo da câmara a vácuo até uma temperatura definida e abaixo da temperatura de fusão do material, que permanece constante durante todo o processo de construção das amostras. É nesse estágio que as partículas do pó começam a se unir por meio do fenômeno denominado *necking*, que consiste na formação de um ‘pescoço’, como o próprio nome sugere, entre as partículas. Esse mecanismo ocorre devido à redução da energia de superfície das partículas, que está diretamente ligada a suas dimensões. Nesse momento, ocorre uma leve compactação do material (sinterização), que é favorecida pela esfericidade das partículas, resultando em um empacotamento mais eficiente. Mesmo com a compactação e o empacotamento, ainda há presença de alta porosidade interconectada.

Resumidamente, a etapa de pré-aquecimento tem dois propósitos principais: ao pré-consolidar o pó, ele (i) impede que as partículas parem com a passagem do feixe focalizado durante a fusão (ii) melhora a condutividade elétrica, o que reduz a probabilidade do efeito *smoke* (Figura 3). Este fenômeno ocorre devido à força

eletrostática provocar a dispersão do pó na câmara, podendo levar a formação de defeitos ou falhas na amostra final. Caso o pó dispersado atinja e se deposite nas estruturas da coluna de formação do feixe, podem surgir problemas futuros no equipamento, prejudicando a precisão e formação do feixe de elétrons [20][21].

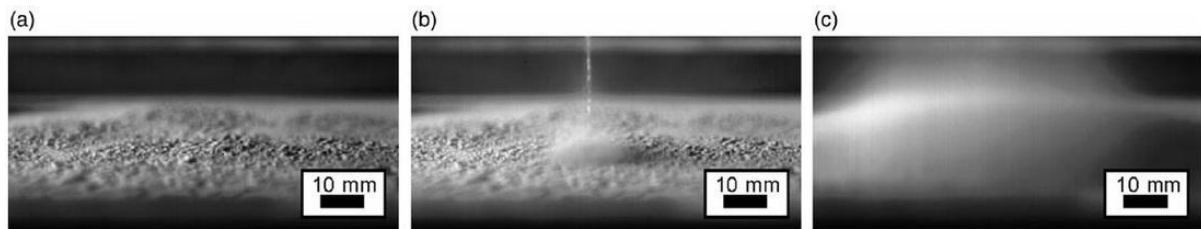


Figura 3 - “Smoking” causado pela repulsão eletrostática: a) leito de pó distribuído; b) feixe aplicado; e c) ‘smoking’ = nuvem de partículas de pó carregadas [22].

### 2.3.1.2. Potência

A potência do feixe de elétrons – junto à velocidade de varredura - é um dos parâmetros mais críticos no processo de PB-EBM e está diretamente relacionada à quantidade de energia que é transferida para a camada de pó. Esse parâmetro da máquina influencia diretamente a formação da poça de fusão, os ciclos térmicos envolvidos, a solidificação do material, e conseqüentemente, a microestrutura.

É necessário o controle da potência para evitar defeitos no processo. Potências excessivas podem gerar a formação de porosidade associada ao modo *keyhole*, devido à evaporação intensa do material. Contudo, potências inferiores geram poças de fusão menores e incompletas, resultando em partículas de pó não fundidas, também impactando negativamente na porosidade [3].

Para compreender melhor como os diferentes parâmetros interagem na eficiência do processo de fusão do material, utiliza-se a Densidade de Energia Volumétrica ( $E_D$ ) [ $J.mm^{-3}$ ], representada pela Equação 1 [23].

$$E_D = \frac{P}{h \times t \times v} \quad \text{(Equação 1)}$$

Essa equação é descrita por uma relação entre a potência do feixe ( $P$ ), o espaçamento entre linhas de escaneamento (*line offset*) ( $h$ ), espessura da camada de pó ( $t$ ) e a velocidade de varredura ( $v$ ). Valores mais altos da  $E_D$  podem melhorar a

densificação do material e a uniformidade da microestrutura, porém se esses valores saírem de um nível aceitável, podem causar irregularidades, como a rugosidade superficial ou mesmo comprometer a integridade da estrutura do material devido à presença de porosidade.

#### 2.3.1.3. Velocidade de varredura

A velocidade de varredura do feixe de elétrons é crucial para determinar a taxa de deposição de energia e a taxa de solidificação do processo. Desta forma, influenciando diretamente o formato das poças de fusão criadas – aspecto que será explorado mais adiante -, impactando a microestrutura final da amostra, sua porosidade e outras propriedades. Assim como a potência, esse parâmetro é um dos principais para definir uma boa janela de processamento do material, com ênfase na densidade da amostra.

#### 2.3.1.4. Padrão de varredura (*Scan Pattern*)

Este parâmetro explora os diferentes padrões de varredura que podem ser utilizados. Comparativamente, podem afetar a eficiência da construção, qualidade de fusão e as propriedades finais da peça, impactando a uniformidade da microestrutura, orientação dos grãos e formação da porosidade.

No presente trabalho, os dois padrões de varredura usados foram o *snake* (varredura linear - LS) e o padrão *spotmelt* (fusão por pontos), ambos representados pela Figura 4. O padrão *snake* é amplamente aplicado no processo PBF-EB e consiste em linhas paralelas, adjacentes ou não, com direções opostas para cada linha (Figura 4.a). O padrão *spotmelt* realiza a fusão por meio de um conjunto de pontos, que neste estudo, foram distribuídos de forma aleatória para preencher o espaço definido pelo design da peça (Figura 4.b).

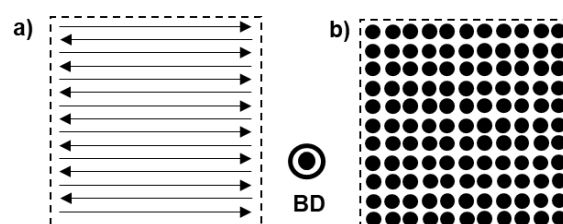


Figura 4 - Esquemas dos Padrões de Varredura. a) Padrão Snake/LS, b) Padrão SpotMelt/Fusão por

### 2.3.1.5. Ordem de linhas (*Line Order*)

Esse parâmetro determina a sequência em que as linhas individuais são executadas, podendo ser adjacentes – correspondendo a uma ordem de linhas contínua - como usadas nesse estudo. Ou, podem seguir padrões de espaçamento entre si, como ilustrado na Figura 5. A maneira que as sequencias de varredura serão distribuídas pode impactar na distribuição de calor e a forma como as camadas serão solidificadas.

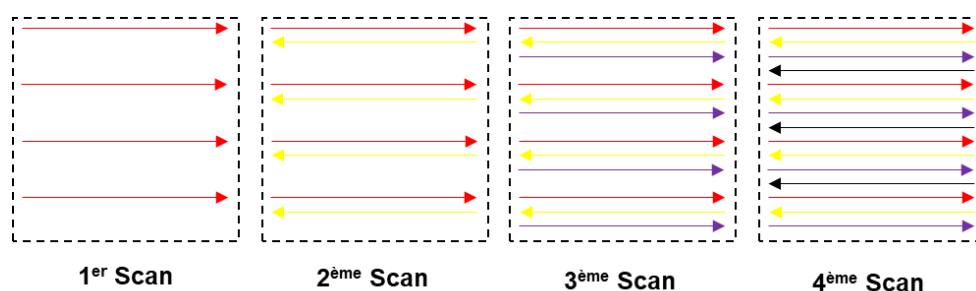


Figura 5 - Variação da Ordem de Varredura (*Line Order*). Nesse exemplo a Ordem de Varredura é 4, onde o padrão se repete a cada 4 linhas.

No exemplo da Figura 5, as varreduras marcadas em vermelho estão espaçadas por 3 linhas. Na varredura seguinte, em amarelo, as linhas são adjacentes às previamente impressas e mantendo o mesmo espaçamento entre as novas linhas. O padrão continua dessa forma até que toda a área seja fundida pelo feixe de elétrons [24].

### 2.3.1.6. Espaçamento entre linhas (*Line Offset*)

Esse parâmetro é caracterizado pela distância entre os passos do feixe e sobreposição entre as linhas adjacentes durante a varredura (Figura 6). Aumentar a distância entre as linhas adjacentes pode resultar em uma fusão insuficiente do pó. No entanto, no sentido oposto, embora a redução desse espaçamento não pareça ter impacto significativo na janela de processamento, tem um efeito importante no aumento da densidade e na microestrutura final, como será discutido ao longo desse trabalho. Portanto, é necessário utilizar uma distância adequada para assegurar uma sobreposição suficiente e garantir resultados satisfatórios.

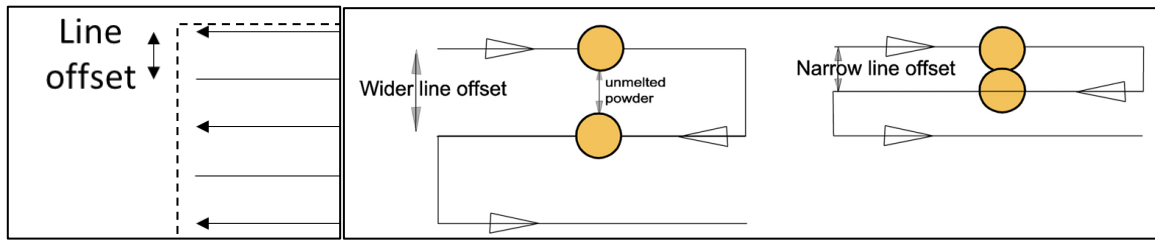


Figura 6 - A esquerda, um esquema ilustra o significado do "line offset", enquanto à direita é apresentada uma representação do aumento da sobreposição entre as linhas devido à redução do "line offset" (figura extraída do artigo [25])

### 2.3.2. Poça de Fusão

As poças de fusão se formam nas regiões onde o pó metálico é aquecido pelo feixe de elétrons até atingir seu ponto de fusão. Após a solidificação local, a sobreposição dessas poças resulta na formação da peça final. A formação e características dessas poças são determinadas pelo fluxo de calor e metal, com a fusão ocorrendo na frente da fonte de calor e a solidificação logo atrás [26].

Ao aumentar a potência, tem-se que a largura e a profundidade das poças de fusão também aumentam devido à maior absorção de energia térmica. A Figura 7 ilustra esse fenômeno, mostrando como diferentes combinações de potência e velocidade do feixe afetam a geometria da poça de fusão. O aumento simultâneo da velocidade e da potência resulta em um alongamento das poças na direção que foi variada. Por outro lado, ao aumentar apenas a velocidade, a tendência é reduzir a largura e a profundidade das poças de fusão, pois o tempo que o feixe permanece no mesmo local não é suficiente para que o calor penetre mais profundamente para fundir o material.

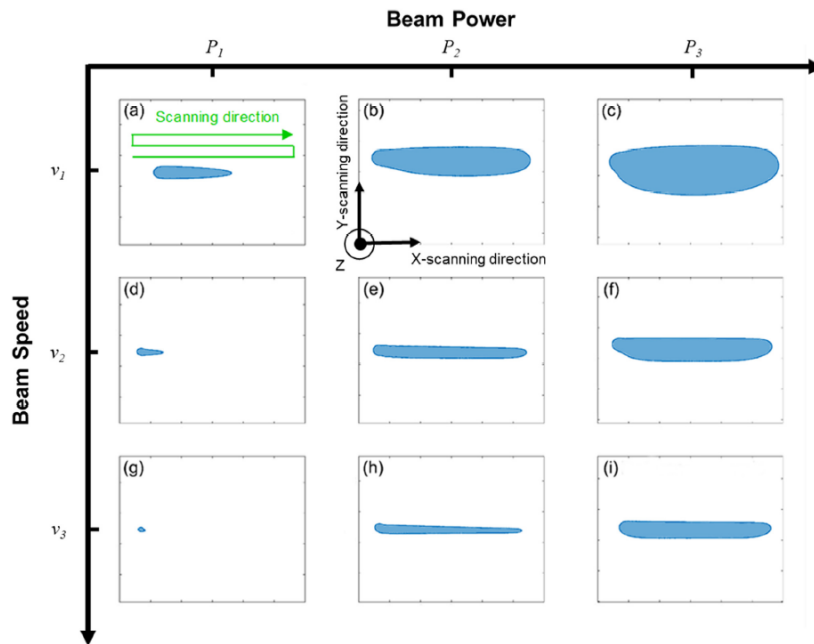


Figura 7 - Vista superior das poças de fusão e suas variações causadas pelas mudanças na Potência do Feixe (Beam Power) e na Velocidade do Feixe (Beam Speed). (Imagem extraída do artigo [27]).

As variações no formato da poça de fusão influenciam o crescimento epitaxial dentro do material. Esse fenômeno está diretamente relacionado ao crescimento dos grãos de uma nova camada, que seguem a mesma direção dos grãos da camada anterior, criando um crescimento contínuo e ordenado (microestrutura colunar).

Foi observado que a razão de aspecto (RA), definida como a divisão entre sua profundidade e largura (Equação 2) [27], é um fator determinante na definição da textura cristalográfica do material. A razão de aspecto influencia a orientação preferencial dos grãos, afetando diretamente a microestrutura final da peça fabricada.

$$RA = \frac{d}{w} \quad (\text{Equação 2})$$

Na Figura 8, é possível observar que uma pequena razão de aspecto favorece o crescimento de grãos colunares, representados em vermelho, na direção [001], que se alinham com a direção de construção. Em contrapartida, uma grande razão de aspecto resulta em uma poça de fusão mais profunda e côncava, permitindo que os grãos adotem outras direções, como [110], pois seguem os gradientes térmicos locais. A direção de crescimento dos grãos também tende a acompanhar a orientação cristalina da superfície adjacente, ou seja, o substrato influencia a textura da poça de

fusão.

Além disso, a organização da microestrutura final é fortemente influenciada pela distribuição de calor e pelo tempo de solidificação. Materiais como o cobre puro, com sua estrutura cristalina do tipo CFC (Cúbica de Face Centrada), oferecem um meio altamente favorável para a formação de grãos colunares. Esse comportamento ocorre devido à estabilidade térmica durante o crescimento epitaxial, favorecendo predominantemente grãos orientados na direção [001].

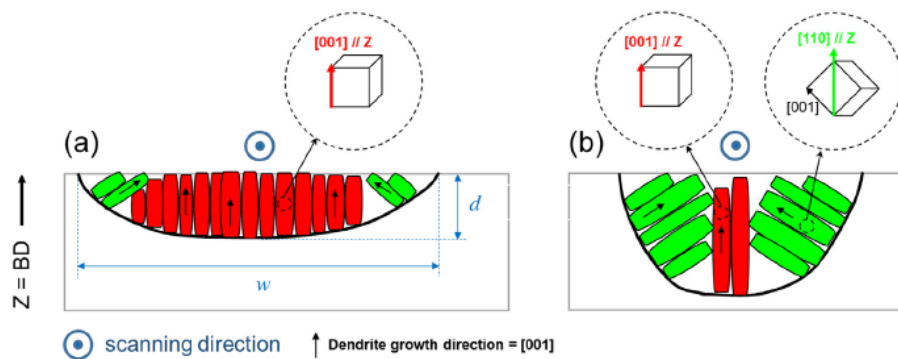


Figura 8 - a) Representação de uma poça de fusão com um pequeno "aspect ratio", b) Representação de uma poça de fusão com um grande "aspect ratio". BD corresponde à Direção de Construção (Build Direction), e os símbolos 'w' e 'd' representam, respectivamente, a largura e a profundidade da poça de fusão. - Figura extraída do artigo [27]

Nos últimos anos, diversas pesquisas mostraram que estratégias de escaneamento podem modificar a textura cristalográfica em peças fabricadas por EB-PBF, permitindo controle sobre a orientação dos grãos e o alinhamento dos cristais. Trabalhos como os de Dehoff et al. [28] demonstraram que é possível controlar a microestrutura de ligas metálicas ajustando os parâmetros de escaneamento do feixe [27] [10].

## 2.4. ATOMIZAÇÃO

Obter um funcionamento ótimo do feixe de elétrons por si só não é suficiente para garantir um resultado favorável. É necessário que o pó metálico (matéria-prima) atenda certas especificidades para a obtenção de uma amostra de qualidade. A Arcam AB®, fabricante de impressoras 3D e fornecedora dos pós de cobre utilizados nesse trabalho, recomenda os seguintes requisitos para pós usados em sistemas EB-PBF:

- Partículas Esféricas: Visam maximizar a densidade aparente e melhorar a fluidez.
- Densidade aparente acima de 50% da densidade do material sólido: Necessário para atingir altas densidades na peça final.
- Faixa granulométrica (PSD) entre 10  $\mu\text{m}$  e 150  $\mu\text{m}$  com D50 próximo a 70  $\mu\text{m}$ : Essa granulometria otimiza o espalhamento do pó, reduzindo a formação de defeitos na peça.
- Fluidez abaixo de 25s/50g: Indicador de facilidade no espalhamento homogêneo do pó pelo rastelo/espalhador de pó.

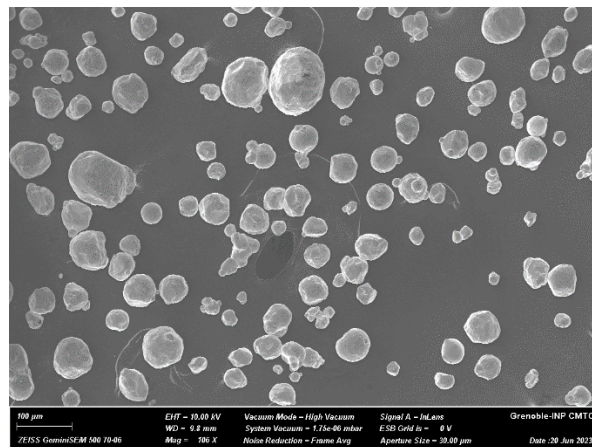
Neste projeto, o pó empregado é o mesmo da tese de Alizée Thomas <sup>[24]</sup>, que conduziu uma análise detalhada. Contudo, esse pó, após ser utilizado em alguns processos, foi reciclado diversas vezes para que fosse reaproveitado no presente trabalho.

#### **2.4.1. Reciclagem de Pó de Cobre**

O reaproveitamento de pós metálicos através da reciclagem apresenta vantagens econômicas e ambientais, porém pode impor alguns desafios técnicos. No contexto da manufatura aditiva, o PRS (Powder Recovery Station - Estação de Recuperação de Pó) é um equipamento fundamental para a reciclagem do pó metálico. Ao longo das impressões, a maioria do pó permanece em sua morfologia esférica. No entanto, algumas variações nessa estrutura podem começar a se apresentar após um número maior de ciclos de impressão. As principais alterações incluem: formação de poros na superfície do pó; adesão de partículas umas às outras; trincas superficiais; agrupamento de partículas; formação de *dimples* (depressões superficiais); fratura de partículas; fusão parcial de partículas; e aparência irregular das partículas <sup>[29]</sup>. Essas alterações podem levar a defeitos futuros na peça final e em problemas de empacotamento do pó.

Portanto, a reciclagem do pó se faz necessária para reduzir a densidade desses defeitos no pó. Durante esse processo, o pó metálico é peneirado para remover aglomerados e contaminantes e pode ser misturado com pó novo para restaurar propriedades como fluidez e distribuição granulométrica. Caso tenha sido exposto à umidade, pode passar por uma etapa de secagem em estufa e de maneira

opcional, principalmente para metais sensíveis como titânio, alumínio ou cobre, podem passar por tratamentos térmicos em atmosferas redutoras – como hidrogênio ou argônio - para remover óxidos acumulados durante o uso. E, por fim, esse pó (Figura 9) passa por uma série de caracterizações para garantir que suas propriedades atendam aos requisitos do processo.



*Figura 9 - Pó de cobre reciclado.*

A qualidade do pó reciclado é influenciada não apenas pelos parâmetros técnicos, mas também pela porosidade inicial herdada da atomização. Estudos indicam que a porosidade nos pós metálicos pode ser transmitida às peças finais, conforme relatado por Cunningham et al. e Chauvet et al. [30][31], evidenciando a importância do monitoramento rigoroso durante todas as etapas do processo.

### **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1. MATERIAIS UTILIZADOS**

Nesta seção, são apresentados os materiais utilizados no estudo, incluindo o cobre puro e o pó reciclado. A escolha desses materiais foi baseada em suas propriedades e adequação ao processo de manufatura aditiva por Electron Beam Powder Bed Fusion (EB-PBF). A seguir, são descritas suas características e o método de reciclagem empregado.

##### **3.1.1. Cobre**

O cobre puro foi escolhido como objeto de estudo devido às suas excelentes propriedades de condutividade elétrica e térmica, além de sua elevada ductilidade. Tais atributos são fundamentais para as aplicações que requerem uma transferência

eficiente de calor ou eletricidade, como componentes eletrônicos. Sua alta condutividade térmica demanda um controle rigoroso dos parâmetros de processo para garantir uma fusão uniforme e densa, minimizando defeitos, como porosidade e *gaps* de fusão.

### 3.1.2. Reciclagem de Pó de Cobre

Como matéria-prima para este trabalho, foi utilizado pó de Cu reciclado por meio do método *Powder Recovery System* (PRS), conforme descrito em [24], consistindo num jato forte de ar para desfazer o aglomerado de pó que se formou durante a sinterização do pó ao redor da peça fabricada. De acordo com os resultados reportados nessa fonte, as propriedades de fluidez e densidade aparente do pó reciclado foram otimizadas em comparação ao pó inicial. Apesar do aumento no teor de oxigênio após o processo de reciclagem, os teores de outros elementos, como fósforo (P), cloro (Cl), ferro (Fe) e hidrogênio (H), permaneceram praticamente inalterados (Tabela 2).

*Tabela 2 - Comparação da composição do pó inicial e do pó utilizado neste manuscrito. (stratégies d'élaboration de matériaux métalliques à gradient par fabrication additive (EB-PBF) MARGUERET Alexandre)*

Elementos (%m)	Cu	O	P	Cl	Fe	H
Pó inicial	99,93	0,011	<0,005	<0,02	<0,005	<0,0001
Pó Reciclado	99,9	0,015	<0,005	<0,02	<0,005	0,0002

### 3.2. EQUIPAMENTO

O equipamento utilizado para a fabricação das amostras foi o Freemelt ONE<sup>®</sup>, pertencente a categoria *Electron Beam Powder Bed Fusion* (EB-PBF), localizado no laboratório SIMaP da Université Grenoble Alpes. Essa máquina é composta por uma coluna para o feixe de elétrons e uma câmara a vácuo dividida entre dois pistões, um de construção onde o objeto de interesse é criado e um pistão de alimentação, que alimenta a placa de construção com uma nova camada de pó, através do rastelo/espalhador de pó. Seu funcionamento se assemelha a um MEV.

A operação desta máquina requer uma série de protocolos de segurança e procedimentos que devem ser seguidos rigorosamente. Essas medidas são essenciais, principalmente para garantir a saúde dos operadores e para o funcionamento ótimo do equipamento. Os equipamentos de proteção individual (EPI) são indispensáveis nesse procedimento, pois a inalação do pó metálico pode causar diversos efeitos nocivos à saúde, como irritações respiratórias, problemas pulmonares, toxicidade e, em caso de exposição contínua, parte desses problemas podem se tornar crônicos devido ao acúmulo de metal no corpo [32].

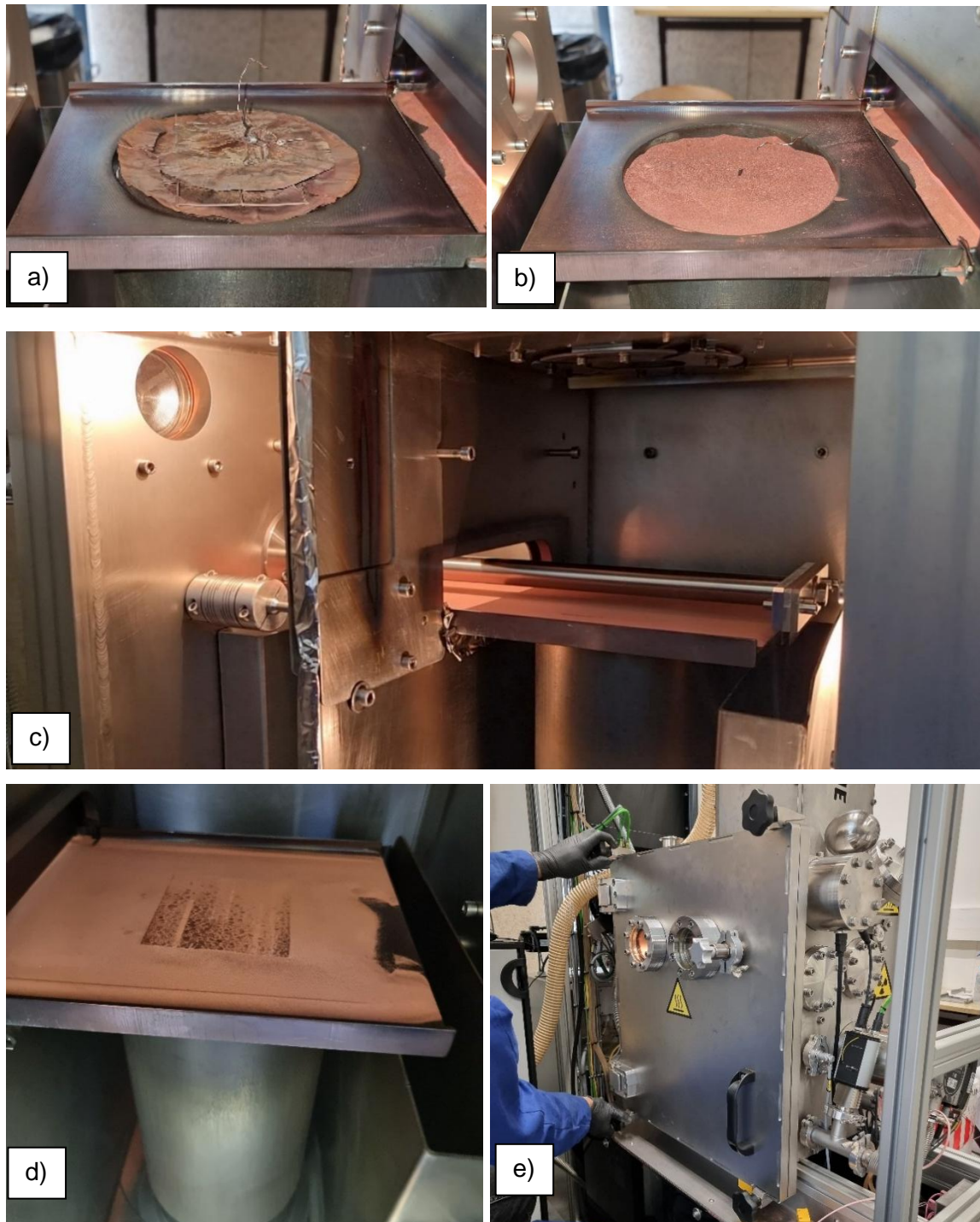
O início do procedimento é dado pela preparação da máquina, aspirando o pó remanescente da última utilização dentro da câmara, para que possa ser reciclado posteriormente. Esses aspiradores devem ser certificados ATEX (atmosfera explosiva) devido ao risco explosivo que o pó metálico fino oferece ao interagir com o ar. Desse modo, a base do aspirador é conectada a um fio que serve de aterramento, enquanto o aspirador está ligado a um fluxo de gás que não possui nenhuma conexão elétrica.

Após ligar a máquina e o computador, verifica-se o desempenho de todo o sistema, incluindo o funcionamento correto do termopar. Em sequência, é preparada a zona de construção, que envolve a colocação de um disco de papel alumínio e outros recursos para impedir a penetração do pó metálico no orifício o qual o termopar e o fio de aterramento saem (Figura 10a). A etapa seguinte é o preenchimento do pistão de construção com o pó metálico (Figura 10b). Nesse momento, o fio de aterramento e do termopar são conectados à placa de construção, que é cuidadosamente centralizada na superfície do pistão.

Depois, a placa é nivelada com um martelo de borracha. Para o ajuste de nivelamento fino, o rastelo de pó é passado várias vezes (Figura 10c) até que o padrão de pó na placa se assemelhe a pele de um leopardo (Figura 10d). Isso indica que o nivelamento está uniforme e que a superfície da placa está plana seguindo a direção de passagem do rastelo. Em seguida, o pó na superfície da placa é aspirado e os escudos térmicos são posicionados dentro da câmara.

Para submeter a câmara a vácuo, é necessário assegurar uma boa vedação das portas, limpando as borrachas ao redor da mesma – evitando resquícios de pó – e em seguida fechar as portas cerrando os quatro ganchos posicionados em cada um dos cantos (Figura 10e). Por fim, o botão de vácuo no software é ativado, liberando a bomba de vácuo é acionada iniciando o processo de bombeamento (alcançando uma

pressão base de  $10^{-5}$  hPa). Todo esse procedimento pressupõe que os arquivos de construção do objeto já estejam criados em Python e anexados ao software da máquina.



*Figura 10 - (a) Preparação da área de pó com folhas de alumínio (b) Pó dentro do pistão (c) Rastelo passando sobre a placa e dispersando o pó (d) Padrão de 'pele de leopardo' (e) Fechamento da câmara para que o vácuo possa ser ativado.*

Um dos arquivos permite definir o aquecimento da placa de construção com a ajuda do feixe defocalizado até que seja atingida a temperatura inicial. Essa etapa pode levar até 45 minutos e pode ser interrompida pela presença de arcos elétricos – fenômeno que ocorre quando uma descarga elétrica não controlada acontece entre dois pontos ou superfícies de um sistema, provocando interrupções no feixe de elétrons. Um aquecimento prolongado contribui para minimizar o risco de aparecimento desses mesmos arcos durante a contração do objeto.

A Figura 11 apresenta esquematicamente as diferentes etapas que ocorrem durante a fabricação de uma camada. Primeiro, há o fornecimento do pó pelo rastelo (*Rake*) e os movimentos dos pistões, depois uma etapa de pré-aquecimento que permite pré-consolidar o pó (chamado de "*preheat*"); nessa etapa, como o feixe está defocalizado e possui uma velocidade de varredura muito alta, a energia aportada é baixa, apesar de possuir uma corrente mais alta que a etapa de fusão. Em seguida, há a etapa de fusão do pó (*Melt*), adaptada a cada tipo de construção que queira ser realizada, onde o feixe é focalizado e diferentes parâmetros são ajustados de acordo com os resultados desejados e o material utilizado.

Depois, a sequência de retrodispersão de elétrons (BSE), como ocorre em um MEV, é dividida em duas partes: a potência é aumentada para realizar o BSE com um padrão de varredura idêntico ao do pré-aquecimento (*pre-heat*), ou seja, com um feixe defocalizado. A segunda etapa é a varredura BSE e, durante todo esse processo, os dados são adquiridos pelo detector e podem ser convertidos em imagens. Por fim, há um período de espera e um aquecimento final que permitem preparar a superfície de construção antes de adicionar a próxima camada de pó com o rastelo. Essas três últimas etapas são opcionais.

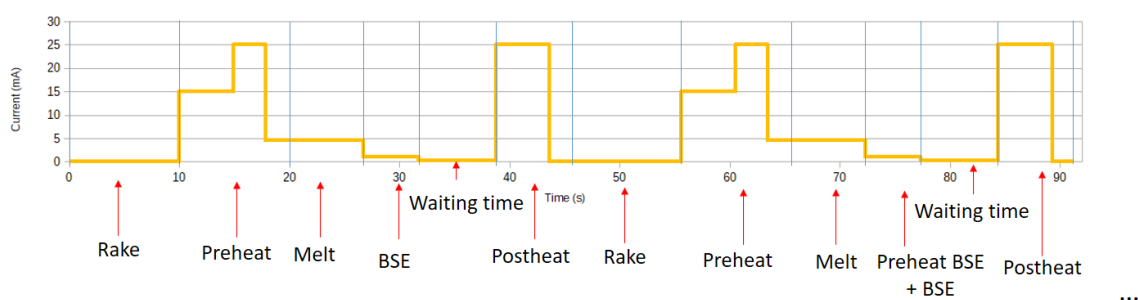


Figura 11 - Exemplo de um gráfico de corrente em função do tempo das etapas envolvidas na construção de cada camada fundida.

Em resumo, o princípio de funcionamento da máquina se dá através da criação de um feixe de elétrons por processo de fotoemissão. Tal processo implica o uso de uma fonte de aquecimento – neste caso, um laser – que é dirigido a um cátodo, liberando elétrons, os quais formam uma nuvem eletrônica. Para que essa nuvem eletrônica seja atraída e forme o feixe, um anodo é posicionado logo abaixo, com uma diferença de potencial fixa equivalente a 60 kV.

Uma vez que o feixe foi criado e acelerado, ele atravessa bobinas, situadas em seqüência, que permitem o ajuste de posição e dimensão do feixe na zona de construção, bem como a correção de problemas de astigmatismo.

Posteriormente, o feixe de elétrons atinge a placa de construção feita de cobre puro, de dimensões 75x75 mm e 10 mm de espessura, que está recoberta por uma fina camada de pó, seguindo a trajetória previamente estabelecida pelo usuário. Em seguida, o pistão de construção desce uma altura predefinida – 50  $\mu\text{m}$  foi utilizado nesse trabalho – e o pistão de alimentação sobe para que o rastelo forneça um novo depósito de pó metálico para uma nova camada a ser fundida, repetindo ciclicamente esse processo até a obtenção do objeto tridimensional – cerca de 1cm x 1cm x 1cm, visto que a altura de descida é 50  $\mu\text{m}$  e o total de camadas é 200. No presente trabalho, as faixas de potência para o padrão *snake* foram mantidas em 600W com variação de velocidade de varredura entre 100 e 250 mm/s e variação de *line offset* de 20 a 500  $\mu\text{m}$ . O esquema abaixo ilustra as etapas de funcionamento dessa máquina (Figura 12).

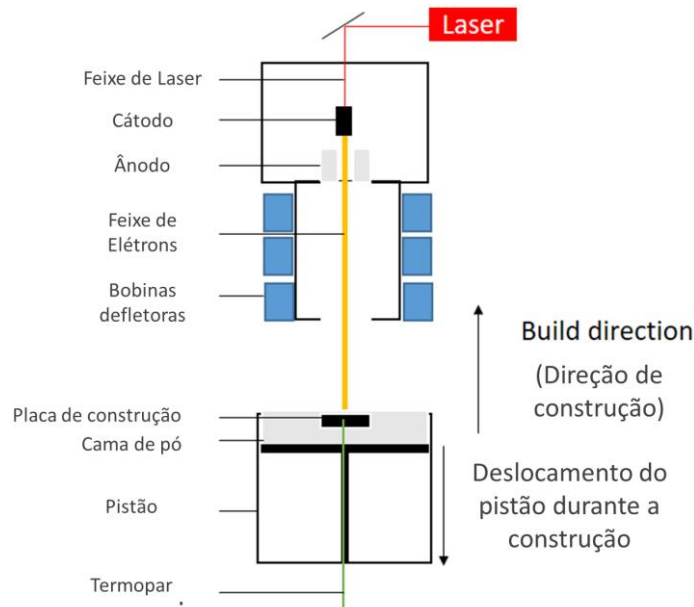


Figura 12 - Esquema de funcionamento da máquina de manufatura aditiva Freemelt ONE®. (Adaptado de *stratégies d'élaboration de matériaux métalliques à gradient par fabrication additive (EB-PBF)* MARGUERET Alexandre)

### 3.3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

#### 3.3.1. Corte

O primeiro passo para iniciar a etapa de caracterização é a extração das amostras da placa de construção, assim como a sua divisão ao meio. A extração deve ser realizada o mais rente possível da placa para minimizar a perda de camadas da peça e proporcionar uma análise mais realista do processo. Assim como facilitar o futuro polimento da placa de construção, que pode ser reutilizada para outras impressões. Cada placa possui 9 espécimes (Figura 13a) que foram cortadas transversalmente à direção de varredura (*Scan Direction* - SD) e paralelamente a direção de construção (*Build Direction* - BD) conforme representado pela Figura 13b, para as amostras com padrão *Snake* de Varredura. Idealmente, é necessário fazer um corte reto em relação ao corpo do espécime, facilitando os testes subsequentes de ataque químico e microscopia óptica para a visualização das poças de fusão.

Para esse método foi utilizada a máquina de corte automática Mecatome T210 (Figura 13c) com um disco GC 150NB34, e dimensões de 180 x 0,5 x 25,4 mm.

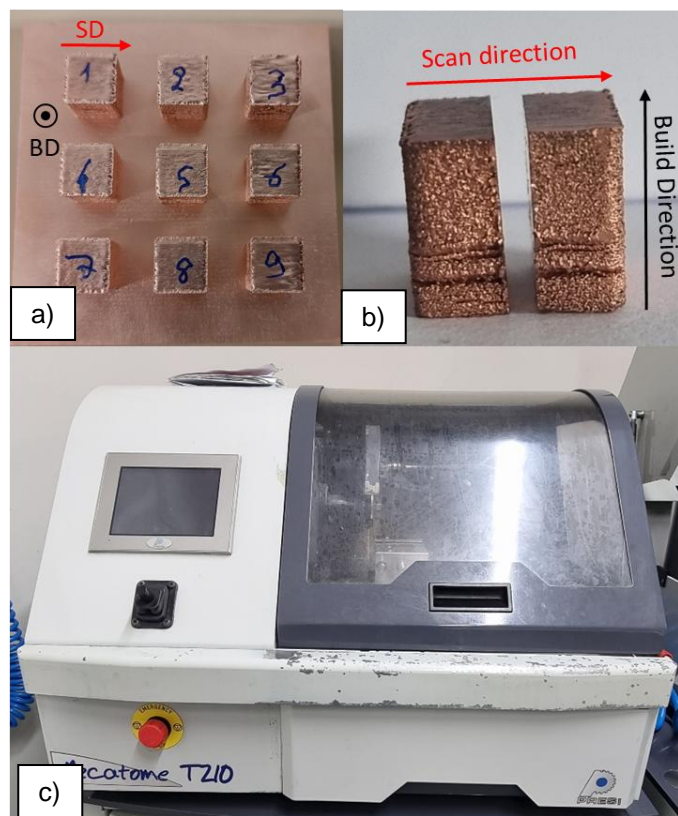


Figura 13 - (a) Exemplo de uma placa de construção (Build) com 9 amostras fabricadas, nomeadas de cubo 1 a 9. (b) Foto de uma amostra cortada perpendicularmente à direção de varredura (Scan Direction) e paralelamente à Direção de Construção (Build Direction). (c) Foto da máquina de corte.

### 3.3.2. Polimento

Após o corte das amostras, a primeira etapa de polimento começou com um desgaste grosseiro inicial utilizando uma lixa de granulação 1200. Em seguida, foram utilizados panos de polimento embebidos em soluções diamantadas de 9  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  e, por fim, SPM (*Suspension Polishing Mechanical*, mais conhecido como gel de sílica coloidal), dependendo de qual técnica de metalografia fosse realizada. Por exemplo, ao enviar uma amostra para a realização de ensaios de EBSD (Difração de Elétrons Retroespalhados), seu polimento foi feito até o SPM, suspensão que possui partículas na faixa de 0,02-0,06  $\mu\text{m}$  e permite que a superfície fique extremamente plana e com poucas marcas.

Como o material trabalhado foi o cobre, que é um metal muito dúctil, foram utilizadas soluções diamantadas monocristalinas, evitando mais ainda o aparecimento de arranhões na superfície da amostra. Os discos de tecido foram limpos regularmente - antes e depois do polimento - com água, sabão e uma escova própria para cada pano de polimento e cada granulometria. Além disso, eram também

regularmente trocados quando apresentavam sinais de desgaste, com o objetivo de evitar a presença de quaisquer resíduos provenientes de polimentos anteriores que pudessem permanecer e riscar a amostra.

Ao transicionar de um papel abrasivo ou tecido com granulometrias diferentes, a amostra era girada em 90° para remover as marcas do polimento anterior. Esse processo garante a ausência de sulcos remanescentes da granulometria anterior, permitindo uma superfície homogênea para cada avanço de etapa do polimento. A velocidade aplicada variou de 120 a 200 rotações por minuto, dependendo da amostra e da lixa/tecido utilizadas. A Figura 14 ilustra a imagem da polidora operada, Mecatech 334.



*Figura 14 - Polidora automática*

### **3.3.3. Ataque químico**

Uma vez polidas até a solução diamantada 1  $\mu\text{m}$  ou SPM, as amostras foram atacadas quimicamente para revelar a microestrutura e as poças de fusão. As amostras foram mergulhadas na solução de ataque por um período de 5s a 2 minutos, e imediatamente após este tempo, mergulhadas em um béquer com água para interromper o ataque. Posteriormente, a amostra foi enxaguada em água corrente, embebida em etanol e seca com o auxílio de um secador. O estado da superfície foi então observado em um microscópio ótico, onde imagens relevantes da microestrutura e das poças de fusão foram capturadas e salvas.

#### **3.3.3.1. Grãos**

Para revelar os contornos de grãos da microestrutura, foi utilizada a solução de ataque composta por 50 ml de água, 50 ml de etanol e 9,5 g de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)$ . As amostras foram submersas entre 1 a 2 minutos, em alguns casos esse ataque foi suficiente para a visualização das poças de fusão.

### 3.3.3.2. Poças de Fusão

Nesta etapa, a solução utilizada foi composta por 100 ml de água, 20 ml de HCl e 5 g de  $\text{FeCl}_3$ . Como contém a presença de um ácido mais forte, o tempo de ataque é reduzido, variando entre 5 a 30 s, dependendo da amostra. A Figura 15 apresenta uma imagem obtida no microscópio óptico da amostra B5C3 com a sua microestrutura e poças de fusão evidenciadas.



*Figura 15 - Imagem de uma amostra de cobre puro obtida no microscópio óptico com um aumento de 5x, permitindo evidenciar tanto as poças de fusão quanto a microestrutura por meio dos ataques químicos.*

### 3.3.3.3. Métodos de análise

A partir das imagens obtidas no microscópio óptico, com as escalas devidamente definidas para cada lente usada juntamente com o auxílio do software ImageJ, a profundidade e meia-largura das poças de fusão foram estimadas. Como a fusão de uma camada provoca a refusão parcial da camada inferior devido à

dissipação de calor pela amostra, a medição das dimensões das poças foi realizada na última camada fundida, ou seja, aquela que não sofreu refusão. Para cada amostra, um mínimo de 20 medições foi realizado, garantindo uma boa base estatística.

Para a determinação do tamanho dos grãos, foi utilizado uma variação do método dos interceptos lineares (*Line Intercept Method*). Esse método consiste em traçar pelo menos sete linhas de mesmo comprimento, marcar onde os grãos começam e terminam e, em seguida, realizar um cálculo que divide o comprimento da linha pelo número de interseções, obtendo assim o tamanho médio dos grãos.

Para microestruturas equiaxiais, o modo de operação foi traçar as linhas em diferentes direções para cobrir o máximo possível de orientações, conforme ilustrado na Figura 16a. Por outro lado, para microestruturas colunares, apenas a largura dos grãos foi calculada, e, portanto, as linhas foram traçadas horizontalmente, como mostrado na Figura 16b.

Além disso, as medições foram realizadas longe das extremidades das amostras, a fim de minimizar variações bruscas na microestrutura.

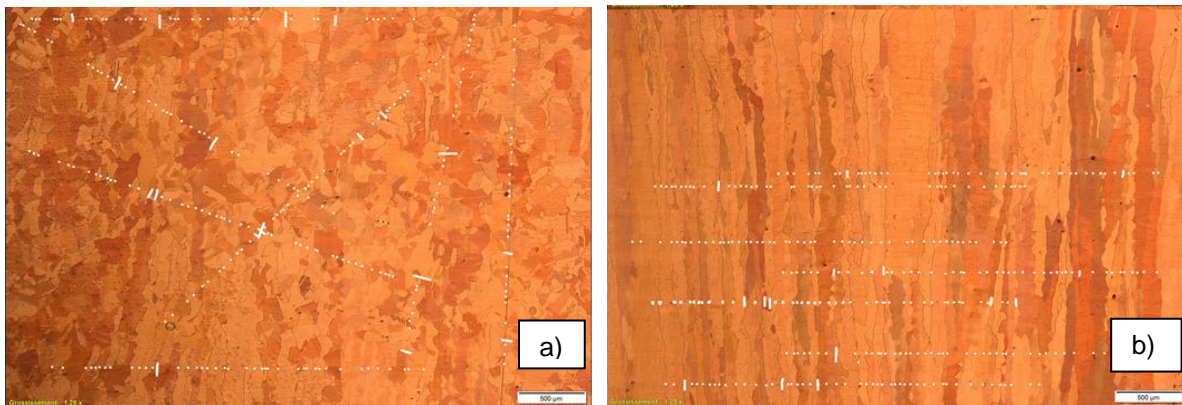


Figura 16 - Fotografias do método de intercepção de linhas para **a)** uma microestrutura equiaxial e **b)** uma microestrutura colunar.

Ressalta-se que o método utilizado não segue rigorosamente a norma ASTM E112 (*Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*), que é a norma recomendada para determinação do tamanho de grão em materiais metálicos. No entanto, essa abordagem foi adotada para obter uma aproximação dos valores médios de grão, visando uma análise preliminar da microestrutura.

### **3.3.4. Dureza**

Após o ataque químico e a captura de todas as imagens necessárias da superfície da amostra, foram realizados os testes de dureza Vickers. A amostra foi fixada num suporte com o auxílio de uma fita dupla face para mantê-la no lugar durante a indentação e nivelada para alinhar a superfície da amostra paralelamente ao deslocamento lateral do penetrador. Após a indentação e a aquisição dos dados, o software OmniMet MHT gerou o gráfico de microdureza. Para as medições, foram utilizadas cargas de 500 g e 1 kg na máquina Wilson® Tukon™ 1102.

### **3.3.5. EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*)**

O EBSD (difração de elétrons retroespalhados) é uma técnica de caracterização microestrutural relacionada à textura e à orientação cristalina do material. Nessa análise, é necessário que as amostras possuam uma superfície extremamente polida, de modo que os elétrons que atinjam a superfície sejam retroespalhados e captados pelos detectores. A aquisição desses elétrons permite a formação do mapa de textura. Se a superfície da amostra apresentar muitos sulcos provenientes do polimento, ou até mesmo irregularidades topográficas, isso pode alterar as informações de difração dos elétrons que serão desviados, resultando em dados incoerentes.

#### **3.3.5.1. Parâmetros dos Mapas EBSD**

Os mapas de EBSD foram gerados com um tamanho de passo de varredura variando entre 0,5  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ , resultando em um tempo médio de aquisição de 15 minutos, com uma tensão de aceleração de 15 kV. O ajuste de foco dinâmico foi de 2,6, e os mapas de textura possuíam dimensões de: 700  $\mu\text{m}$  de largura por 550  $\mu\text{m}$  de altura.

#### **3.3.5.2. Tratamento de Imagem**

Com o auxílio do software OIM Analysis, as imagens obtidas passaram por um processo de filtragem e redução de ruído para cada mapa de textura gerado, utilizando operações de "padronização CI" e "dilatação de grão". Nesta etapa, é necessário ajustar o alinhamento da posição da amostra com a orientação analisada

pela máquina, garantindo que a textura final esteja compatível com a realidade da posição da amostra inserida no MEV. Em seguida, os mapas foram salvos com suas respectivas figuras de polos e escalas de textura.

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nessa seção, são apresentados os resultados experimentais obtidos durante o processamento do cobre puro por PB-EBM, analisando a influência dos parâmetros do processo na evolução microestrutural, considerando os mecanismos de solidificação envolvidos.

Os espécimes produzidos foram organizados em *Builds*, um *build* é composto pelas 9 amostras fabricadas mais placa de construção. Essas amostras foram cortadas e avaliadas por meio de inspeção visual, sendo classificadas quanto à sua porosidade.

Durante esse trabalho foram fabricados o total de 3 *Builds* (B) com 9 cubos (C) cada, em cobre puro com as seguintes propriedades (Tabela 3):

*Tabela 3 - Builds e parâmetros variados: Velocidade de Varredura (V) e Line Offset (l.o). As células marcadas com 'x' correspondem aos cubos fabricados com a técnica de padrão spotmelt, que não foi abordada no presente trabalho. A potência utilizada foi de 600W. \* A amostra B2C6 foi estratificada com diferentes valores de Line Offset, razão pela qual são apresentados dois valores para essa condição.*

<b>BUILD 1</b>	<b>C1</b>	<b>C2</b>	<b>C3</b>	<b>C4</b>	<b>C5</b>	<b>C6*</b>	<b>C7</b>	<b>C8</b>	<b>C9</b>
<b>V(mm/s)</b>	150	100	200	100	100	150	100	100	150
<b>l.o (µm)</b>	100	260	40	220	250	80	240	200	60
<b>BUILD 2</b>									
<b>V(mm/s)</b>	150	100	250	100	100	150	X	X	X
<b>l.o (µm)</b>	100	500	20	100	80	100/40	X	X	X
<b>BUILD 3</b>	(X) Apenas spotmelt								

##### 4.1. POROSIDADE

Antes da fabricação das amostras caracterizadas neste projeto, testes de porosidade do cobre puro já estavam em andamento. Os resultados obtidos tanto nesses testes iniciais quanto nas amostras deste estudo convergiram com os dados da literatura, complementando a janela de tratamento abaixo (Figura 17). A seguir,

apresenta-se uma comparação da influência de dois parâmetros de primeira ordem: velocidade de varredura (*Scanning Speed*) e a potência do feixe (*Beam Power*).

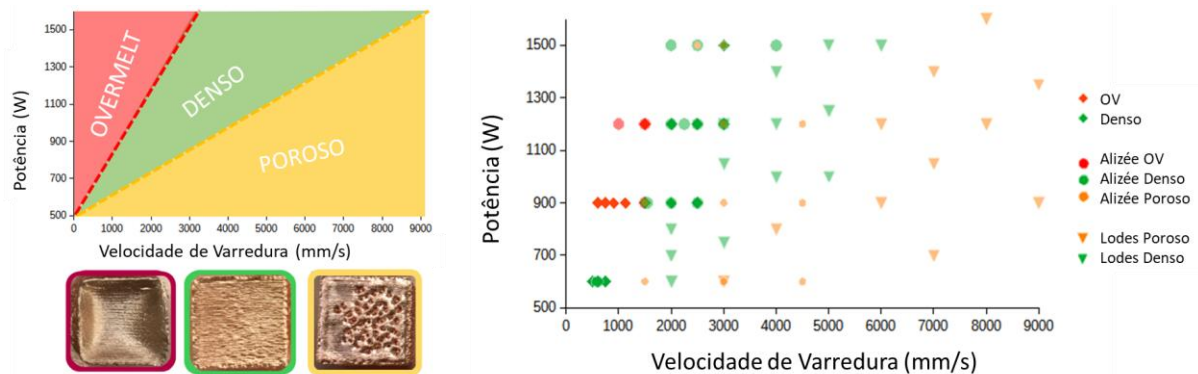


Figura 17 – A esquerda Janela de processamento com imagens de amostras para cada estado: superfusão, denso e poroso, respectivamente. Essas fotografias foram extraídas e adaptadas de (Thomas, 2021). A direita comparação da janela de processamento do cobre obtida no presente estudo com os dados de outros trabalhos e teses (Adaptado de [24][33][34]).

A classificação adotada para as amostras se divide em três categorias:

- Denso: Uma superfície plana e uma densidade superior a 99,95%, onde apenas defeitos esféricos estão presentes, resultantes do aprisionamento de gás durante a atomização das partículas de pó e do fenômeno de "*micro-shrinkage*", causado pelas dendritas nas últimas etapas da solidificação. Na Figura 17 à esquerda, um exemplo desse tipo de amostra está destacado em verde.
- Superfundido (*Overmelt*): Pode ser relativamente denso ou poroso, mas sua superfície é extremamente irregular. Na Figura 17 à esquerda, a imagem destacada em vermelho apresenta uma vista superior de uma dessas amostras, onde uma depressão pode ser observada. Esse estado é causado por um excesso de energia fornecida durante a fusão (por exemplo, uma potência do feixe muito elevada ou uma velocidade muito baixa).
- Poroso: Os poros são visíveis a olho nu na superfície das amostras. Eles se agrupam na forma de canais, como ilustrado na Figura 17 à esquerda na amostra destacada em amarelo. Os poros também podem ficar aprisionados dentro da amostra e, geralmente, contêm partículas de pó que não foram fundidas durante o processo, devido a uma energia de fusão insuficiente

(velocidade muito alta ou potência muito baixa).

No build B2, (Figura 18) é possível verificar a presença de amostras densas e amostras com superfícies superfundidas (*overmelted*). Nos cubos C7 a C9, o padrão de escaneamento adotado foi o *spotmelt* (com potência de 1200 W), enquanto no restante do build utilizou-se o padrão *snake* (potência de 600 W). A alta deformação do cubo B2/C7 ocorreu devido à quebra das cerdas do rastelo/espalhador durante o processo, impactando a distribuição do pó resultando na refusão de áreas já fundidas e um acúmulo não homogêneo de pó.

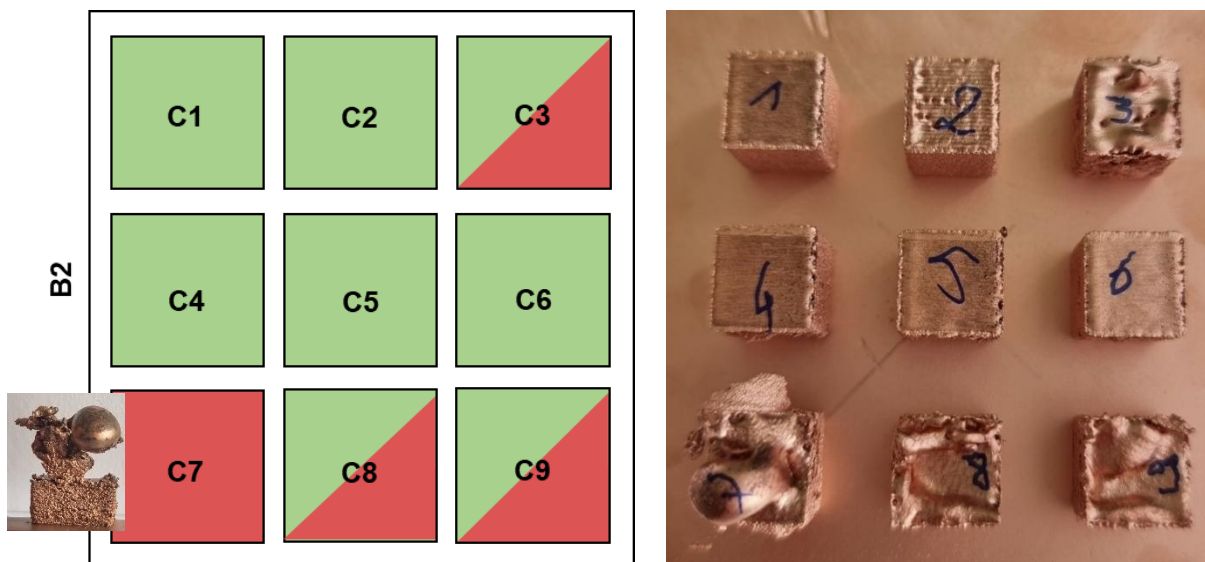


Figura 18 - Esquema de classificação do build B2 com vista do perfil de B2C7 e ao lado foto do build.

A Tabela 4 apresenta uma comparação dos parâmetros utilizados no presente estudo com aqueles empregados nos trabalhos de Lodes<sup>[33]</sup> e Alizée<sup>[24]</sup>.

Tabela 4 - Comparação dos parâmetros utilizados para o estudo apresentado neste documento com as duas referências utilizadas para a comparação da janela de processamento.

Fonte	Tamanho do Pó ( $\mu\text{m}$ )	Temperatura de Construção ( $^{\circ}\text{C}$ )	Line Offset ( $\mu\text{m}$ )	Espessura da Camada ( $\mu\text{m}$ )
Presente Estudo	47-107	$450 \pm 6$	100	50
Alizée <sup>[24]</sup>	47-107	410-555	100	50

Lodes <sup>[33]</sup>	45-106	400	100	50
-----------------------	--------	-----	-----	----

Apesar da utilização de uma máquina EB-PBF diferente em relação aos outros estudos, a variação dos resultados não foi relevante e os dados obtidos estão coerentes com aqueles encontrados na literatura.

#### 4.2. IMPACTO DOS PARÂMETROS DO PROCESSO NA MICROESTRUTURA

Com uma janela de processamento bem definida, conforme discutido no tópico anterior, variando potência e velocidade de varredura, para a obtenção de amostras densas, tornou-se possível analisar o impacto da variação de outros parâmetros do processo nas características microestruturais e propriedades de amostras obtidas por EB-PBF.

Ao variar a potência e velocidade de varredura do feixe, como mostrado no gráfico da Figura 17, foram observadas diferenças nas poças de fusão, bem como uma mudança na orientação dos grãos, conforme relatado na literatura <sup>[24]</sup>. Entretanto, dentro das faixas de potência e velocidade de varredura analisadas neste estudo, tais variações mostraram-se pouco impactantes na transição microestrutural, mantendo-se dentro de limites consistentes para microestruturas predominantemente colunares.

Por outro lado, uma variação no *line offset*, associada a uma pequena variação na velocidade de varredura, revelou uma modificação expressiva na microestrutura do material. Esse parâmetro controla a sobreposição entre as linhas adjacentes de varredura, afetando diretamente a morfologia das poças de fusão.

A Figura 19 apresenta um gráfico qualitativo, destacando as diferenças nas formas das poças de fusão em função da variação do *line offset* e da velocidade de varredura. Como referência, as amostras B1C1 e B2C2 possuem poças de fusão com um half width (metade da largura da poça de fusão) aproximado de 380  $\mu\text{m}$ . Extrapolando esses valores para outras condições, observa-se que um line offset de 20  $\mu\text{m}$  resulta em uma refusão de aproximadamente 97% da poça de fusão, enquanto um line offset de 500  $\mu\text{m}$  reduz esse valor para cerca de 34%.

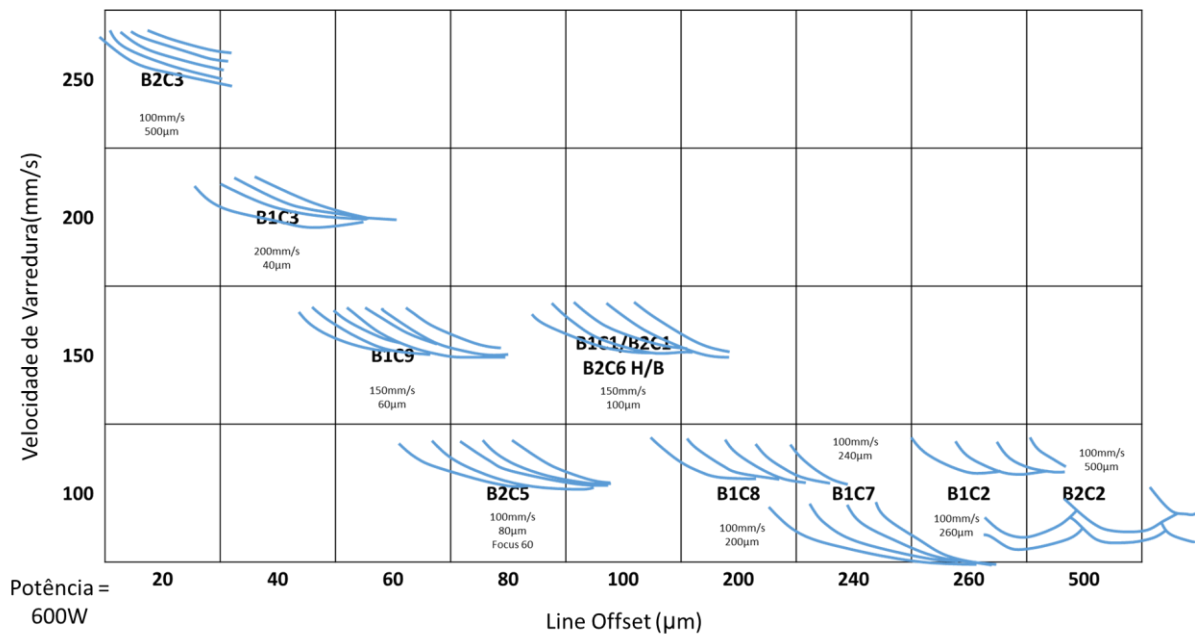


Figura 19 – Gráfico qualitativo das poças de fusão observadas através da variação de line offset e velocidade de varredura.

Diferentemente das ligas metálicas, nos metais puros, o superresfriamento constitucional desempenha um papel significativo na solidificação, pois não há presença de soluto em quantidade suficiente para causar segregação. Isso limita a aplicação do mapa de solidificação ( $G \times R$ ) para prever a transição entre microestruturas colunares e equiaxiais. Para metais puros, a obtenção de diferentes microestruturas é determinada principalmente pelo controle e modulação do gradiente térmico [24].

Desta forma, *line offsets* menores - com maior grau de sobreposição -, e altas velocidades de varredura, reduzem a intensidade e uniformidade do gradiente térmico, favorecendo variações locais que podem induzir a nucleação de novos grãos e promover um crescimento equiaxial. Por outro lado, *line offsets* maiores e baixas velocidades de varredura mantêm um gradiente térmico mais intenso e alinhado com a direção de construção, promovendo o crescimento epitaxial e colunar dos grãos.

Neste estudo, para o cobre puro, foi possível determinar as zonas de transição microestrutural para uma potência constante de 600 W. A Figura 20 apresenta essa variação. A primeira microestrutura representada é equiaxial, formada a partir de um *line offset* baixo (entre 20 e 60  $\mu\text{m}$ ). Na faixa de 80  $\mu\text{m}$ , observou-se uma microestrutura de transição, onde coexistem tanto microestruturas equiaxiais quanto colunares. Finalmente, acima de 100  $\mu\text{m}$ , a microestrutura tornou-se colunar,

característica clássica do processo EB-PBF.



Figura 20 - Microestrutura equiaxial, de transição e colunar, respectivamente, determinadas pelo lineoffset

#### 4.3. REFUSÃO

Inicialmente, devido à alta condutividade térmica do cobre, o gradiente térmico durante a solidificação é intenso e bem direcionado ao longo da direção de construção (*Build Direction*), promovendo um crescimento epitaxial colunar. Como discutido anteriormente, ajustes nos parâmetros do processo podem modificar esse gradiente térmico, possibilitando a transição para uma microestrutura equiaxial. No entanto, estudos, como de Alizée Thomas [24], indicam as condições de processamento que podem levar a essa mudança microestrutural, mas não os explicam completamente os mecanismos envolvidos.

Uma primeira hipótese considerada para obtenção de uma microestrutura equiaxial foi a turbulência dentro das poças de fusão em condições específicas de parâmetros de processamento durante a fusão. Entretanto, essa hipótese foi descartada com base na Figura 21, que mostra que as últimas camadas fundidas mantêm uma microestrutura colunar. Esse comportamento pode ser explicado pelo fato de que a microestrutura primária formada desde a base da amostra é colunar, conforme esperado no processo EB-PBF, onde a orientação do gradiente térmico inicial favorece esse tipo de crescimento. Se a turbulência da fusão fosse o principal fator responsável pela transição microestrutural, a última camada também deveria apresentar uma estrutura equiaxial, o que não ocorreu.



*Figura 21 - Microestrutura do cobre puro processado por E-PBF. Imagem metalográfica evidenciando a transição microestrutural entre grãos equiaxiais na região inferior e estrutura colunar nas últimas camadas.*

Diante desse resultado, uma segunda hipótese foi levantada neste trabalho: a nucleação heterogênea promovida pela refusão. Na tese de Alizée <sup>[24]</sup> é mencionado que ocorre refusão parcial das camadas inferiores – evidenciado por faixas horizontais que podem ser notadas na Figura 15 (tópico 3.3.3.2. Poças de Fusão) deste estudo. Essa reorganização microestrutural e possível nucleação podem decorrer desses dois fatores principais: (i) Ciclos térmicos sucessivos e exposição prolongada a temperaturas elevadas. No E-PBF, as camadas inferiores passam por múltiplos ciclos térmicos devido ao pré-aquecimento e à irradiação das camadas subsequentes. Isso aumenta a energia armazenada no material. E (ii) Dimensão da poça de fusão, sobreposição e tempo de exposição térmica. Poças de fusão mais profundas (~150 μm) aumentam o tempo de exposição ao calor.

Por fim, como discutido, a última camada impressa preserva sua microestrutura

colunar, pois não sofre novos ciclos térmicos após sua solidificação. Assim, a refusão não ocorre de forma expressiva nessa região, e o material mantém sua tendência ao crescimento epitaxial colunar, controlado pelo gradiente térmico intenso durante a solidificação. Enquanto isso, nas camadas inferiores, a exposição térmica repetida e os efeitos da refusão favorecem a transição para uma microestrutura equiaxial.

#### 4.4. EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL

Através do controle preciso dos parâmetros de processamento, foi possível estabelecer zonas microestruturais bem definidas, resultando na criação de uma amostra estratificada. A principal variável ajustada nesse experimento foi o *line offset*, permitindo a transição controlada entre diferentes morfologias de grãos em uma única amostra.

A partir da sua base, a amostra apresentou uma microestrutura colunar associada a um *line offset* elevado, mantendo sua direção preferencial alinhada à direção de construção, ou seja, também ao gradiente térmico. Em seguida, ao reduzir o *line offset*, foi possível promover uma transição para uma microestrutura equiaxial, promovido pela variação no gradiente térmico causado pela redução da intensidade da solidificação direcional, favorecendo a nucleação de novos grãos. E por fim, retornando à microestrutura colunar.

A Figura 22 ilustra essa transição, onde as zonas inferior e superior apresentam grãos colunares alinhados com a BD, enquanto a região central exibe uma estrutura equiaxial bem definida. Essa configuração demonstra que a variação controlada do *line offset* pode ser uma ferramenta eficaz para a engenharia de microestruturas em metais processados por EB-PBF, permitindo o ajuste da textura cristalográfica conforme a necessidade do projeto ou aplicação. A transição microestrutural foi realizada com sucesso, evidenciando que o *line offset* é um fator chave na definição da morfologia de grãos de Cu puro.

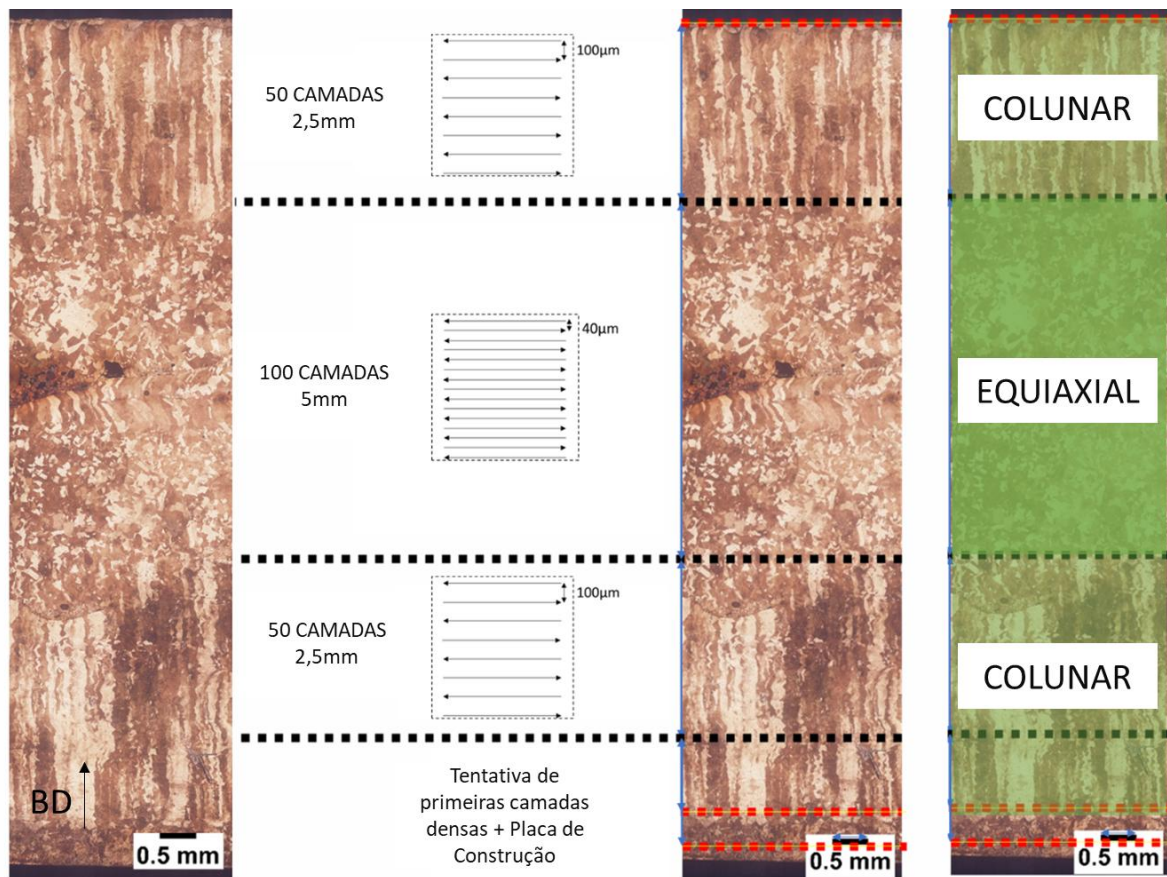


Figura 22 - Transição microestrutural no cobre puro processado por E-PBF. Imagem metalográfica mostrando a variação da microestrutura ao longo da direção de construção (BD), destacando a transição entre microestrutura colunar e equiaxial em diferentes regiões da amostra. Velocidade de varredura de 150mm/s e potência de 600W

#### 4.5. CARACTERIZAÇÃO

Considerando o impacto do *line offset* na forma das poças de fusão e na microestrutura do cobre, as amostras foram caracterizadas por EBSD para avaliar a textura de orientação dos grãos. Na Figura 23 (região superior), correspondente à amostra B2C3, observa-se que a microestrutura equiaxial apresenta certa textura cristalográfica, porém com menor intensidade em comparação à microestrutura colunar. A análise da figura de polo revela valores inferiores aos observados para a microestrutura colunar, mas ainda dentro da faixa considerada indicativa de texturização.

Por outro lado, na Figura 23 (região inferior), correspondente à análise por EBSD da amostra B1C7, a microestrutura colunar apresenta uma textura fortemente pronunciada, evidenciada por uma cor predominante claramente identificável. Isso é confirmado pela escala da figura de polo, que indica valores significativamente mais

elevados do que os encontrados na microestrutura equiaxial. A cor predominante, em tons de vermelho, sugere uma orientação cristalográfica preferencial na direção [001] com relação à BD, o que está de acordo com os resultados encontrados na literatura para cobre puro processado por EB-PBF.

Uma hipótese para essa textura moderada na região equiaxial é que ela pode ter se desenvolvido a partir do histórico de textura colunar da amostra, ou seja, a transição microestrutural não ocorreu de forma completamente aleatória. O crescimento epitaxial inicial pode ter influenciado a orientação preferencial dos novos grãos equiaxiais, resultando em uma textura remanescente mesmo após a mudança na morfologia dos grãos.

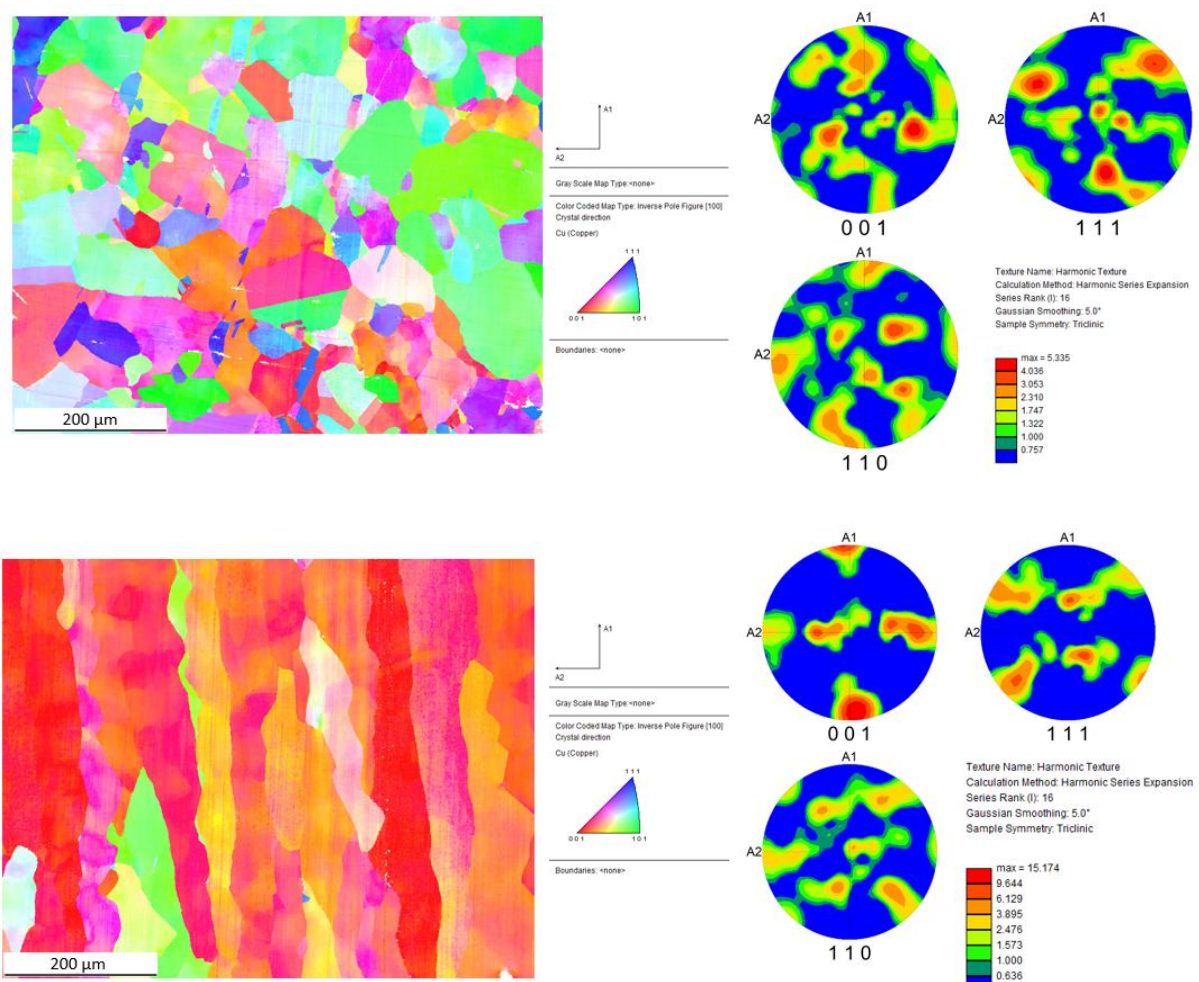


Figura 23 - Mapas de Orientação Cristalográfica (EBSD) e Figuras de Pólo do Cobre Puro Processado por EB-PBF. Os mapas de orientação cristalográfica obtidos por EBSD mostram a diferença entre duas regiões com distintas evoluções microestruturais. A primeira imagem (superior) representa uma microestrutura equiaxial, enquanto a segunda (inferior) exhibe uma microestrutura colunar alinhada com a direção de construção (Build Direction - A1).

No que diz respeito às propriedades dessa amostra, os testes de dureza indicam que não há variação significativa entre as diferentes microestruturas. A dureza permanece em torno de 50 HV ao longo da amostra, um valor coerente com os encontrados na literatura para cobre puro processado por EB-PBF [24].

## **CONCLUSÃO**

O presente estudo investigou a relação entre os parâmetros de processamento da manufatura aditiva por fusão em leito de pó utilizando feixe de elétrons (EB-PBF) e a evolução microestrutural do cobre puro, com foco na influência da refusão das camadas e da nucleação heterogênea na transição entre crescimento colunar e equiaxial. Os resultados indicaram que a predominância da microestrutura colunar pode estar associada à combinação do crescimento epitaxial e do gradiente térmico intenso, fatores típicos de materiais que solidificam de forma direcional. Essa orientação microestrutural parece ser reforçada pela estratégia de construção camada por camada, na qual a refusão sucessiva das camadas subjacentes favorece a continuidade do crescimento dos grãos colunares ao longo da Build Direction (BD).

Entretanto, sob certas condições de processamento, observaram-se indícios de que a transição para uma microestrutura equiaxial pode ocorrer. A análise das poças de fusão sugere que fatores como a profundidade da poça, a sobreposição entre camadas e a intensidade dos ciclos térmicos sucessivos podem influenciar a redistribuição térmica e favorecer a nucleação heterogênea. Regiões que foram submetidas a tempos prolongados de exposição ao calor apresentaram sinais de reorganização microestrutural, indicando que a refusão pode desempenhar um papel na modificação dos grãos previamente formados.

Embora esses achados forneçam indícios sobre os mecanismos que governam a solidificação no EB-PBF, investigações adicionais ainda são necessárias para validar essas hipóteses. A otimização dos parâmetros de processamento pode proporcionar um maior controle microestrutural e permitir a fabricação de componentes metálicos com propriedades ajustadas às necessidades industriais.

## REFERÊNCIAS

- [1] TEBIANIAN, M. A review of the metal additive manufacturing processes. *Materials*, [s.l.], v. 16, n. 24, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma16247514>
- [2] BATALHA, Rodolfo Lisboa. Selective laser melting of a biocompatible Ti-35Nb-7Zr-5Ta alloy. 2019. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2019.
- [3] NOBRE, Rafael de Moura. Influência dos parâmetros do processo de manufatura aditiva de fusão em leito de pó na microestrutura e textura cristalográfica da liga Nb-47Ti. 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2021.
- [4] JOSHI, Satyawati S. Crystal habit modification using habit modifiers. In: INTECH. *Modern aspects of bulk crystal and thin film preparation*. [s.l.]: InTech, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.5772/28451>.
- [5] ZEPON, Guilherme. Solidificação: Nucleação e Inoculação. Aula ministrada na disciplina 32310 – Fundição – Turma A – 2º Sem. 2024. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, 05 dez. 2024.
- [6] NOBRE, Rafael de Moura. Microestrutura e textura cristalográfica da liga Nb-47Ti produzida por fusão seletiva a laser. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 74., 2019, São Paulo. *Anais...* São Paulo: ABM, 2019. p. [número das páginas].
- [7] KOU, S. *Welding metallurgy*. 2. ed. New Jersey: Wiley-Interscience, 2003. 466 p.
- [8] ZEPON, Guilherme. Solidificação: Redistribuição de Solute. Aula ministrada na disciplina 32310 – Fundição – Turma A – 2º Sem. 2024. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, 12 dez. 2024.
- [9] GARCIA, A. *Solidificação: fundamentos e aplicações*. 2. ed. Campinas: Editora da Unicamp, 2007. 400 p.

- [10] MUKHERJEE, Tuhin. Chapter 8. In: MUKHERJEE, Tuhin; DEBROY, Tarasankar. Theory and practice of additive manufacturing. 1. ed. Hoboken: Wiley, 2023. cap. 8
- [11] KING, W. E. et al. Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges. Applied Physics Reviews, [s.l.], v. 2, 041304, 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1063/1.4937809>.
- [12] RAI, R. A computationally efficient model of convective heat transfer and solidification characteristics during keyhole mode laser welding. Journal of Applied Physics, [s.l.], v. 101, n. 5, mar. 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.2537587>.
- [13] MADISON, J. D. Advancing quantitative description of porosity in autogenous laser-welds of 304L stainless steel. Integrating Materials and Manufacturing Innovation, [s.l.], v. 3, n. 1, p. 1-17, maio 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1186/2193-9772-3-11>.
- [14] ZHAO, J. Causes analysis on cracks in nickel-based single crystal superalloy fabricated by laser powder deposition additive manufacturing. Materials & Design, [s.l.], v. 160, p. 1238-1249, 2018.
- [15] RAGHAVAN, N. et al. Numerical modeling of heat-transfer and the influence of process parameters on tailoring the grain morphology of IN718 in electron beam additive manufacturing. Acta Materialia, [s.l.], v. 112, p. 303-314, 15 jun. 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.03.027>
- [16] DEBROY, T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. Progress in Materials Science, [s.l.], v. 92, n. 5, p. 112-224, mar. 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.
- [17] HUNT, J. D. Steady state columnar and equiaxed growth of dendrites and eutectic. Materials Science and Engineering, [s.l.], v. 65, n. 1, p. 75-83, 1 jul. 1984.

- [19] TAMAYO, José A. et al. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy via electron beam melting for the development of implants for the biomedical industry. *Heliyon*, [s.l.], v. 7, n. 5, e06892, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e06892>.
- [20] LIN, Z.; DABAKHSH, S.; RASHID, A. Developing processing windows for powder pre-heating in electron beam melting. *Journal of Manufacturing Processes*, [s.l.], v. 83, p. 180–191, 1 nov. 2022.
- [21] YIM, S. et al. Effect of mechanical ball milling on the electrical and powder bed properties of gas-atomized Ti–48Al–2Cr–2Nb and elucidation of the smoke mechanism in the powder bed fusion electron beam melting process. *Journal of Materials Science and Technology*, [s.l.], v. 137, p. 36–55, 20 fev. 2023
- [22] MAHALE, Tushar Ramkrishna. *Electron beam melting of advanced materials and structures*, 2009.
- [23] SALLICA-LEVA, E. Microstructure and mechanical behavior of porous Ti–6Al–4V parts obtained by selective laser melting. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, [s.l.], v. 26, 2013, p. 98-108. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2013.05.011>
- [24] THOMAS, Alizée. *Development of Copper electrical conductors by Electron Powder Bed Fusion process (E-PBF)*. 2021. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Université Grenoble Alpes, Grenoble, 2021. Disponível em: <https://theses.hal.science/tel-03253486>
- [25] MOHAMMAD, A. et al. Effect of melt parameters on density and surface roughness in electron beam melting of gamma titanium aluminide alloy. *Rapid Prototyping Journal*, [s.l.], v. 23, n. 3, p. 474–485, 2017
- [26] VOORT, George F. *Metallography and welding process*. In: VOORT, George F. (Ed.). *Applied Metallography*. 1. ed. New York: Springer, 1986. cap. 12, p. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-1-4684-9084-8>

[27] THOMAS, Alizée. Tailoring the crystallographic texture of pure copper through control of the scanning strategy in Electron Powder Bed Fusion. *Materialia*, [s.l.], v. 24, 2022, p. 101495. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2022.101495>

[28] DEHOFF, R. R. et al. Site specific control of crystallographic grain orientation through electron beam additive manufacturing. *Materials Science and Technology*, [s.l.], v. 31, n. 8, p. 931-938, 1 jun. 2015.

[29] CARVALHO, Nathan Bissaro. Uma revisão crítica sobre a reutilização de pó metálico na manufatura aditiva. 2024. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2024. Disponível em: <https://repositorio.ufscar.br/handle/2050014289/21034>

[30] CUNNINGHAM, C. R. et al. Cost modelling and sensitivity analysis of wire and arc additive manufacturing. *Procedia Manufacturing*, [s.l.], v. 11, p. 650–657, 2017.

[31] CHAUVET, E. et al. Hot cracking mechanism affecting a non-weldable Ni-based single crystal superalloy produced by selective electron beam melting. *Acta Materialia*, [s.l.], v. 142, p. 82–94, 2018.

[32] KUMAR ANANT, J. An overview of copper toxicity relevance to public health. *European Journal of Pharmaceutical and Medical Research*, [s.l.]. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/329125485>.

[33] LODES, M. A.; GUSCHLBAUER, R.; KÖRNER, C. Process development for the manufacturing of 99.94% pure copper via selective electron beam melting. *Materials Letters*, [s.l.], v. 143, p. 298–301, 15 mar. 2015.

[34] KÖRNER, C. et al. Tailoring the grain structure of IN718 during selective electron beam melting. In: *MATEC WEB OF CONFERENCES*, 14., 2014. Anais... [S.l.]: MATEC, 2014. p. 08001.