

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

**EFEITOS DA MICROESTRUTURA, DIREÇÃO DE CONSTRUÇÃO E
FORMAÇÃO DE DEFEITOS NAS PROPRIEDADES DE FLEXÃO E
DESGASTE DO AÇO FERRAMENTA H13 PROCESSADO POR FUSÃO EM
LEITO DE PÓ A LASER**

Adriel Pugliesi de Oliveira

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**

**EFEITOS DA MICROESTRUTURA, DIREÇÃO DE CONSTRUÇÃO E
FORMAÇÃO DE DEFEITOS NAS PROPRIEDADES DE FLEXÃO E
DESGASTE DO AÇO FERRAMENTA H13 PROCESSADO POR FUSÃO EM
LEITO DE PÓ A LASER**

Adriel Pugliesi de Oliveira

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

Orientador: Dr. Piter Gargarella

Coorientador: Dr. Claudemiro Bolfarini

Agência Financiadora: FAPESP – Processo: 2018/15659-1

São Carlos – SP
2024

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho à minha família, a todos os professores que contribuíram com minha formação e a todos os meus amigos que caminharam comigo durante a jornada.

VITAE

Bacharel em engenharia mecânica pela Fundação Educacional Inaciana Padre Saboia de Medeiros – FEI (2017). Técnico em Segurança do Trabalho pelo Centro Paula Souza (2011).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

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

Folha de Aprovação

Defesa de Tese de Doutorado do candidato Adriel Pugliesi de Oliveira, realizada em 13/08/2024.

Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini (UFSCar)

Prof. Dr. Guilherme Zepon (UFSCar)

Prof. Dr. Guilherme Yuuki Koga (UFSCar)

Prof. Dr. Erik Gustavo Del Conte (UFABC)

Prof. Dr. Juliano Soyama (UNICAMP)

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 a Deus por tudo.

Agradeço ao professor Dr. Nelson Guedes de Alcântara pela orientação nas primeiras etapas do projeto. Aos professores Dr. Claudio Kiminami e Claudemiro Bolfarini pela orientação nas etapas de meio e final do projeto. Ao professor Dr. Piter Gargarella pelo suporte, paciência, cuidado e atenção que me ofereceu desde o início do doutorado. Ao professor Dr. Ilya Okulov pela orientação durante meu doutorado sanduiche no IWT-Bremen/Alemanha. Aos professores Dr. Mauro Souza e Dr. Maurício Silva que me ajudaram com as cartas de recomendação para iniciar essa jornada. Ao Dr. Aloísio Lelis Santana por ser como um mentor para mim desde a época da graduação. Agradeço os técnicos da metais do DEMa/UFSCar. Aos professores e funcionários do PPGCEM/DEMa/UFSCar pela estrutura e apoio. Agradeço em especial os professores que me transmitiram conhecimentos através das disciplinas cursadas.

À FAPESP- Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pelo apoio financeiro para realização desse trabalho com bolsa de estudos, processo n°.: 2018/15659-1.

À CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pelo apoio financeiro para realização desse trabalho com bolsa de estudos no exterior, através do projeto de cooperação em pesquisa entre Brasil e Alemanha (PROBRAL), processo nº 88887.891993/2023-00.

Aos alunos de iniciação científica Luiz Henrique e Bianca pela ajuda. Ao Dr Leonardo Gomes por me ajudar quando cheguei em Bremen.

Agradeço aos meus pais José Carlos e Sueli, e meus irmãos José Neto e Murilo, por toda a ajuda e cuidado que tiveram comigo durante todo o trajeto. Agradeço às pessoas que me deram sua inestimável amizade durante a jornada e que espero manter por toda a vida, como Aylanna, Gabriel, Ívero, Wesley, Analu, Lucas, Ana Flávia, Carla, Jaderson, Jose, Alícia, Chrystiane, Renato, Laila, Flávia, Naira e Christyan River.

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

RESUMO

A manufatura aditiva (MA) tem se mostrado promissora para a confecção de peças complexas. Moldes e matrizes se encaixam nessas características, por isso são difíceis de serem usinados, resultam em muito desperdício de material. Para aplicar a MA na fabricação dessas peças é preciso explorar como os principais materiais utilizados nessas ferramentas se comportam após o processamento. Esse trabalho explorou como o aço ferramenta H13 processado por fusão em leito de pó a laser se comportou durante ensaios de flexão e de desgaste, correlacionando esse comportamento com a microestrutura, direção de construção e defeitos formados. A microestrutura revelou uma morfologia celular de martensita envolta em austenita retida. Os ensaios de flexão demonstraram uma alta sensibilidade aos defeitos intrínsecos do processo e pouca sensibilidade à direção de construção da peça (DC). A amostra fabricada com $400\text{J}/\text{mm}^3$ apresentou os maiores valores de densidade e tensão de flexão. Em contraste, a amostra produzida com $600\text{J}/\text{mm}^3$ mostrou um menor número de defeitos e uma deformação mais extensa antes da fratura. Durante os ensaios de desgaste as amostras impressas exibiram um Coeficiente de Atrito (COF) entre 0,72 e 0,85, enquanto as amostras impressas e tratadas termicamente mostraram uma faixa reduzida de $0,72 < \text{COF} < 0,76$. A taxa de desgaste específica (K) não variou significativamente com a DC, porém foram menores para as amostras impressas ($1,2 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$) em relação a amostra processada convencionalmente ($2,2 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$). Esses comportamentos foram explicados considerando o refinamento microestrutural, a fração de austenita retida, o revenimento intrínseco do processo, os mecanismos de desgaste (abrasão, adesão e delaminação) e a presença de defeitos. Os achados sinalizam a possibilidade de se fabricar peças de H13 com geometrias complexas, preservando excelentes propriedades de desgaste, mesmo antes do tratamento térmico.

Palavras-Chave: Manufatura Aditiva; Fusão em leito de pó a laser; Aço Ferramenta; AISI H13.

ABSTRACT

EFFECTS OF MICROSTRUCTURE, BUILD DIRECTION, AND DEFECT FORMATION ON THE BENDING AND WEAR PROPERTIES OF H13 TOOL STEEL PROCESSED BY LASER POWDER BED FUSION.

Additive manufacturing (AM) has shown promise to produce complex parts. Molds and dies fit these characteristics and are therefore difficult to machine, resulting in significant material waste. To apply AM in the manufacture of these parts, it is essential to explore how the primary materials used in these tools behave after processing. This study investigated how H13 tool steel processed by laser powder bed fusion behaved during bending and wear tests, correlating this behavior with microstructure, build direction, and formed defects. The microstructure revealed a cellular morphology of martensite surrounded by retained austenite. The bending tests demonstrated a high sensitivity to intrinsic process defects and little sensitivity to the part's build direction (BD). The sample fabricated with 400J/mm³ showed the highest values of density and bending stress. In contrast, the sample produced with 600J/mm³ exhibited fewer defects and more extensive deformation before fracture. During wear tests, the printed samples displayed a Coefficient of Friction (COF) between 0.72 and 0.85, while the printed and heat-treated samples showed a reduced range of $0.72 < \text{COF} < 0.76$. The specific wear rate (K) did not vary significantly with BD but was lower for the printed samples ($1.2 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$) compared to the conventionally processed sample ($2.2 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$). These behaviors were explained by considering the microstructural refinement, the fraction of retained austenite, the intrinsic tempering of the process, wear mechanisms (abrasion, adhesion, and delamination), and the presence of defects. The findings indicate the possibility of manufacturing H13 parts with complex geometries, maintaining excellent wear properties even before heat treatment.

Keywords: Additive Manufacturing; Laser Powder Bed Fusion; Tool Steel; AISI H13.

PUBLICAÇÕES

- A.P. Oliveira, L.H.Q.R. Lima, B.C. Felipe, C. Bolfarini, R.T. Coelho, P. Gargarella, Effect of microstructure and defect formation on the bending properties of additive manufactured H13 tool steel, **Journal of Materials Research and Technology**. (2021). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.10.011>
- A.P. Oliveira, G. Figueira, R.T. Coelho, C. Bolfarini, P. Gargarella, Application of the Box-Behnken Design in the Optimization of Laser Powder Bed Fusion of H13 Tool Steel, **Materials. Research**, 26 (2023). <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2023-0250>.

SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS	xv
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xxi
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 Manufatura Aditiva.....	3
2.1.1 Fusão em leito de pó a laser (FLP-L)	4
2.1.2 Parâmetros de processo da Fusão em Leito de Pó a laser	5
2.1.3 Influência dos parâmetros de processo nas características da peça final .	7
2.2 Aços Ferramenta	11
2.2.1 Aços ferramenta para trabalho a quente	11
2.2.2 Aço ferramenta AISI H13.....	12
2.3 O aço ferramenta H13 processado por FLP-L.....	14
2.3.1 Estrutura.....	14
2.3.2 Propriedades mecânicas	20
2.3.3 Propriedades de desgaste.....	27
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	31
3.1 Material utilizado.....	31
3.1.1 Caracterização do pó de H13.....	32
3.2 O processo de FLP-L	33

3.3 Produção de amostras do lote 1	33
3.4 Caracterização das amostras do lote 1	34
3.4.1 Caracterização microestrutural	35
3.4.2 Caracterização mecânica	35
3.5 Produção de amostras Lote 2.....	37
3.5.1 Quantificação da densidade e porosidade para a otimização	39
3.5.2 Caracterização microestrutural das amostras de desgaste	41
3.5.3 Ensaios de desgaste	42
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	45
4.1 Caracterização do pó	45
4.2 Amostras do lote 1 – seleção para caracterização	47
4.2.1 Caracterização microestrutural das amostras selecionadas.....	48
4.2.2 Caracterização mecânica – Dureza Vickers e ensaios de flexão.	56
4.3 Amostras do Lote 2 – otimização de parâmetros.	65
4.3.1 Resultados das propriedades de desgaste.....	73
4.3.2 Discussão dos ensaios de desgaste	81
5 CONCLUSÕES	85
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	89
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	91
APÊNDICE A.....	103
APÊNDICE B.....	107
APÊNDICE C	109
ANEXO A	111

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1- Faixas de composição para o AISI H13 [36].	13
Tabela 2.2 - Alguns parâmetros de processo de FSL e propriedades mecânicas do H13 obtidos em diferentes estudos. P (W), v (mm/s), h (µm) e t (µm) são os parâmetros usados na equação 1; Pa = temperatura de pré-aquecimento do substrato em °C; T//DC = tensão de tração (T) paralela à direção de construção (DC); T-DC = T perpendicular à DC; * = ensaio feito a temperatura de 600°C.	21
Tabela 3.1 - Composição química do pó de aço H13 comercial utilizado neste estudo.	32
Tabela 3.2 - Fatores e níveis utilizados nos modelos de design de experimentos.....	37
Tabela 3.3 - Condições operacionais adotadas para realizar os testes de desgaste (Procedimento A prescrito pela norma ASTM G133-05).....	43
Tabela 4.1 - Composição química do pó de H13 (% em peso) utilizado. Valores medidos e valores da empresa fornecedora do pó (LPW).	45
Tabela 4.2 - Amostras selecionadas para investigação, nomeadas com base em suas respectivas densidades de energia aproximadas.	48
Tabela 4.3 - Valores de austenita retida (AR), porosidade e marcas de camada (MC) encontrados em cada uma das amostras estudadas.	49
Tabela 4.4 - Nova densidade relativa, calculada levando-se em conta a fração de fases.....	51
Tabela 4.5 - Resultados do ensaio de dureza Vickers para as amostras nas duas seções distintas (HV 0,5).....	56
Tabela 4.6 - Planejamento Box-Behnken e resultados de densidade e porosidade das amostras com seus valores reais e codificados para o modelo.	66

Tabela 4.7 - ANOVA para a resposta de porosidade (nível de confiança de 95%). P = potência do laser; v = velocidade de varredura; h = espaçamento da hachura.	67
Tabela 4.8 - Parâmetros ótimos obtidos para as duas respostas e o VED correspondente.	71
Tabela 4.9 - Densidade de Arquimedes medida em amostras produzidas com parâmetros ótimos.....	72
Tabela 4.10 - Taxa de desgaste, dureza, porosidade e rugosidade superficial para cada condição testada. Os valores máximos e mínimos representam o desvio padrão.....	76
Tabela A.1 - Densidade, densidade de energia e parâmetros de processamento das amostras.....	103
Tabela 0.1 – Parâmetros do processo FLP-L utilizados para o aço ferramenta H13 em vários trabalhos da literatura. P = Potência do Laser; v = velocidade de varredura; h = espaçamento entre linhas; t = espessura da camada; PH = pré-aquecimento da plataforma de construção; VED = densidade de energia volumétrica.	111

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 - Representação da Fusão em leito de pó a Laser [14].....	4
Figura 2.2 – Ilustração dos principais parâmetros do processo de FLP-L [15]..	6
Figura 2.3 - Esquema qualitativo do efeito do aumento individual de cada parâmetro na peça. Os esquemas de potência e velocidade trazem um corte longitudinal da poça fundida, sendo observada lateralmente o meio da camada a ser construída. O esquema do Hatch traz um corte transversal das pistas, mostrando as camadas depositadas de frente. O esquema de espessura traz uma curvatura imaginária e o efeito da espessura nessa curvatura.	8
Figura 2.4 - Exemplo de curva de Densidade relativa da peça vs. VED para o aço 316L [26].....	9
Figura 2.5 - Alguns exemplos de estratégias de varredura comumente utilizadas na literatura [34]. a) unidirecional; b) bidirecional; c) ilhas; d) unidirecional com passadas alternadas; e) bidirecional com passadas alternadas; f) espiral.....	10
Figura 2.6 - Exemplos de ferramentas produzidas com o Aço H13: a) Matriz de forjamento [40], b) matriz de extrusão [41], e c) molde de injeção de polímeros [42].	13
Figura 2.7 - Imagens do aço H13 processado por FSL com diferentes parâmetros de processo [51].....	15
Figura 2.8 - Imagem de MEV da microestrutura do H13 processado por FSL [48].	16
Figura 2.9 - Modelo mostrando a evolução microestrutural hipotetizada do Aço H13 densificado por FLP-L. Figura adaptada de [47].....	18
Figura 2.10 - Mapas de EDS da estrutura de solidificação feitos por MEV [60] 19	
Figura 2.11 – Imagem de campo claro mostrando um carboneto rico em Mo em matriz de austenita [51].	20

Figura 2.12 - a) Dureza HV do aço H13 em função da temperatura de revenimento. b) Dureza HV do aço H13 em função do tempo de revenimento [48].	23
Figura 2.13 - Exemplos de defeitos que foram pontos de nucleação de trincas durante ensaios de tração em amostras de aço H13 processado por FLP-L [63]. A) Falha de fusão. B) Poro originado por acúmulo de gases.	23
Figura 2.14 - Superfície fraturada com a) trinca superficial, b) trinca de volume, c) cavidade próxima à superfície, d) volume e e) superfície próxima à estrutura lamelar como tipo de fratura.....	26
Figura 3.1 - Fluxograma das etapas metodológicas seguidas no presente trabalho.	31
Figura 3.2 - Amostras produzidas por manufatura aditiva em equipamento Concept Laser M2 Cusing no Instituto SENAI de Inovação em Laser em Joinville/SC. A seta vermelha no topo da imagem representa a direção do fluxo de argônio na máquina em relação às amostras impressas.	34
Figura 3.3 - Esquema dos cortes realizados na amostra para a obtenção dos corpos de prova de cada seção. ‘T’ representa o corte transversal e ‘L’ o longitudinal. Foram retirados dois corpos de prova de cada direção (duplicata).	36
Figura 3.4 - Representação esquemática do dispositivo utilizado para o ensaio de flexão em três pontos. A inserção exhibe o dispositivo na máquina de ensaios com uma das amostras preparadas para o teste.	36
Figura 3.5 - Espaço amostral do delineamento Box-Behnken. Os pontos vermelhos descrevem as condições experimentais que foram avaliadas e os pontos cinzas descrevem as condições adicionais necessárias para realizar um planejamento Fatorial Completo.....	38
Figura 3.6 - Amostras H13 produzidas por LPBF. Os números dentro dos círculos mostram a distribuição dos parâmetros sobre o substrato para otimização.	39

Figura 3.7 – A imagem superior exhibe as dimensões das amostras impressas com os parâmetros ótimos juntamente com a estratégia de varredura empregada neste estudo, que consiste em faixas de 5 mm de largura com movimento unidirecional do laser. A espessura da camada foi definida em 30 micrômetros e, para cada camada subsequente, o padrão rotaciona 32 graus para a direita. A imagem abaixo exhibe amostras reais produzidas com os parâmetros ótimos encontrados.	41
Figura 3.8 - Esquema mostrando a direção de deslizamento nos testes de desgaste em relação à estratégia varredura. BD = direção de construção.	43
Figura 4.1 - a) Distribuição granulométrica do pó de aço H13 utilizado; b) Imagens de pó de H13 obtidas por MEV para faixa de tamanho de partícula <20 μm . As setas brancas indicam algumas partículas satélites.	45
Figura 4.2 - Difratoograma do pó H13 para as diferentes faixas de tamanho de partícula.....	46
Figura 4.3 - Micrografias do pó de H13 para as faixas de tamanho de partículas de (a) 20-25 μm e (b) >35 μm	47
Figura 4.4 - Curvas de densidade vs densidade de energia obtidas por a) método de Arquimedes e b) por picnometria.....	48
Figura 4.5 - Padrões de difração de raios-X das seções longitudinal e transversal das amostras selecionadas.	49
Figura 4.6 - Micrografias ópticas da seção longitudinal das amostras 200 (a), 400 (b) e 600 (c) mostrando as regiões superior, intermediária e inferior. As setas brancas indicam exemplos de regiões que foram fundidas no modo keyhole.....	52
Figura 4.7 - Micrografias de MEV das amostras fabricadas por FLP-L: (a), (c) e (e) são as seções longitudinais das amostras 200, 400 e 600, respectivamente; (b), (d) e (f) são as seções transversais das amostras 200, 400 e 600, respectivamente.	53
Figura 4.8 – Micrografia de MEV da amostra 400.....	54

- Figura 4.9 - (a) Imagem de campo claro TEM da amostra 400T. A inserção mostra o padrão de difração de elétrons. (b) Imagem de campo claro TEM da região analisada pelo ACOM-TEM. (c) Índice, (d) confiabilidade e (e) mapas de fase construídos pelo ACOM-TEM. As imagens de (f) a (j) mostram a mesma sequência de (a) a (e), mas para a amostra 600T. 55
- Figura 4.10 - Resultados dos testes de flexão. L e T indicam a direção (longitudinal ou transversal) paralela à maior superfície da amostra. Os números 1 e 2 servem apenas para diferenciar as réplicas de cada ensaio. ... 58
- Figura 4.11 - Imagens das trincas formadas nos corpos de prova de flexão fraturados: a), b) e c) são imagens MO dos espécimes 200 T1, 400 L1 e 600L2, respectivamente (alguns contornos das trilha foram destacados para facilitar a visualização); d) e e) são imagens de MEV dos espécimes 600T2 e 600L2, respectivamente. 59
- Figura 4.12 - Imagens de MEV das superfícies de fratura com diferentes ampliações: a) e b) amostra 200 L2 - o retângulo indica a presença de lamelas; c) e d) amostra 400 L2 - a seta branca indica marcas de clivagem e as setas pretas apontam para defeitos (fissura e poro); e) e f) amostra 600L1 - o círculo destaca pequenas cavidades. 61
- Figura 4.13 - Imagens de MEV da amostra 200 com maior ênfase nas lamelas. a) seção transversal; b) seção longitudinal. 62
- Figura 4.14 - Exemplos de microtrincas presentes na amostra 200: a) seção transversal; b) seção longitudinal. 62
- Figura 4.15 - Representação esquemática da formação da estrutura lamelar observada na superfície de fratura: a) e b) mostram um volume imaginário com uma microtrinca no contorno da microestrutura celular; c) e d) mostram a fratura durante o teste de flexão, aproveitando a existência da microtrinca; e) e f) mostram uma representação da superfície de fratura com as lamelas. 64
- Figura 4.16 - Gráficos das respostas de densidade e porosidade em função da densidade de energia aplicada..... 66
- Figura 4.17 - Imagens MO tiradas de amostras em diferentes faixas de densidade de energia. As informações nas imagens mostram o VED utilizado e

a porosidade calculada para cada amostra, respectivamente. Todas as imagens têm a mesma ampliação, e a barra de escala é apresentada na Figura f). O fundo cinza foi adicionado artificialmente para aumentar a legibilidade da imagem.....	67
Figura 4.18 - Médias marginais obtidas para a densidade (imagens a), b) e c)) e porosidade (imagens d), e) e f)).	69
Figura 4.19 - Superfícies de resposta obtidas para densidade (g/cm^3) (figuras a), b) e c)) e porosidade (%) (figuras d), e) e f)).	70
Figura 4.20 - Correlação entre densidade e porosidade. (CI e PI representam o intervalo de confiança e o intervalo de predição, respectivamente).	71
Figura 4.21 - Imagem da amostra 3 usada para calcular a porosidade ($0,09 \pm 0,03\%$). O fundo cinza foi adicionado artificialmente para aumentar a legibilidade da imagem.....	72
Figura 4.22 - Gráficos de densidade e porosidade em função da densidade de energia aplicada, mostrando os resultados de peças construídas com parâmetros ótimos.....	73
Figura 4.23 – Imagens de MO e MEV das amostras: a) CC T; b) CC L; c) TT e d) Convencional.	74
Figura 4.24 - Padrões de difração de raios-X das amostras analisadas.	74
Figura 4.25 - Evolução do Coeficiente de Atrito (CoF) em função da distância de deslizamento. As sombras ao fundo representam o desvio padrão das triplicatas ensaiadas.....	76
Figura 4.26 - Imagens de MO usadas para análise de porosidade. Setas vermelhas indicam defeitos como falta de fusão e trincas. O fundo cinza foi adicionado artificialmente para aumentar o contraste da imagem.	77
Figura 4.27 - Imagens de MEV das superfícies desgastadas após testes de desgaste de a) CC T, b) CC L, c) TT e d) Amostra convencional.	78
Figura 4.28 - Mapa de elementos feito por EDX na superfície desgastada da amostra TT.....	79

Figura 4.29 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) da ponta do pino de alumina após os testes de desgaste: a) CC T; b) CC L; c) TT; d) Convencional. Os pontos escuros nas bordas dos pinos são provenientes da tinta condutiva usada para melhorar a condutividade elétrica durante a análise por MEV. 80

Figura 4.30 - Mapeamento MEV-EDX do pino de alumina após o deslizamento recíproco a seco na amostra CC T..... 81

SÍMBOLOS E ABREVIações

AR	Austenita Retida
CAD	Computer Aided-Design – Projeto computadorizado.
COF	Coeficiente de Atrito
DED	Deposição por Energia Direcionada
DRX	Difração de raios X
EBSD	Difração de Elétrons retro espalhados
EDS	Energy Dispersive Spectrometry -Espectrometria por Dispersão de Energia
FLP-L	Fusão em Leito de Pó a Laser
G	Gradiente térmico
H	Hatch – distância entre camadas
K	Taxa de desgaste específico
LOF	Lack of fusion – Falha de fusão
MA	Manufatura Aditiva
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Ótica
Ms	Temperatura de início da transformação martensítica.
P	Potência do Laser
R	Velocidade de Solidificação
TRIP	Transformação induzida por deformação
V	Velocidade de varredura do Laser
VED	Densidade Volumétrica de energia
α	Ferrita Alpha – estrutura cúbica de corpo centrado
γ	Austenita – Estrutura cúbica de faces centradas
δ	Ferrita Delta – estrutura cúbica de corpo centrado
σ_f	Tensão de flexão

1 INTRODUÇÃO

A manufatura aditiva, conhecida popularmente como impressão 3D, é um processo de produção relativamente novo que consiste em construir uma peça camada por camada a partir de um modelo digital. Esse processo tem ganhado cada vez mais espaço no mercado graças a sua capacidade de produzir geometrias complexas e únicas, muitas vezes incapazes de serem concebidas por outros meios. A manufatura aditiva (MA) surgiu inicialmente a partir do conceito de prototipagem rápida, onde um protótipo era construído como parte do processo de desenvolvimento de um produto, porém com o passar do tempo a técnica evoluiu, sendo capaz de conceber não mais apenas um protótipo, mas também a própria peça que se destina ao produto final [1,2].

O processo de MA apresenta potencial para beneficiar diversos setores da indústria, entre eles parte do setor siderúrgico responsável pela confecção de moldes e matrizes. Isso porque o tempo total de produção de um molde por processos convencionais pode levar meses. As etapas de usinagem com frequência removem mais de 50% do material fundido ocasionando muitos desperdícios. Além disso o projeto de canais internos para refrigeração são bastante limitados [3–5]. A MA oferece a possibilidade de reduzir o tempo de produção da peça, evitar desperdícios de matéria prima e projetar canais de refrigeração com maior eficiência, aumentando a vida útil da matriz final [6,7].

Assim sendo, é de grande interesse conseguir processar por MA aços comumente usados em moldes. Um deles é o aço ferramenta AISI H13, que é bastante utilizado em moldes de fundição de ligas de baixo ponto de fusão, como alumínio e magnésio, além de ser matéria prima para matrizes e punções de forjamento, facas de corte a quente, moldes para injeção de polímeros, entre outras aplicações de trabalho a quente, onde é necessário manter-se as propriedades mecânicas estáveis em temperaturas elevadas, usualmente com limite até 600°C [8].

No entanto, ainda existem muitos desafios no estudo da manufatura aditiva. As altas taxas de resfriamento, gradientes térmicos elevados e a repetição de ciclos de aquecimento durante construção da peça fazem com que o controle e entendimento da microestrutura seja mais complexo em relação a

outros processos. A evolução microestrutural e formação de textura implicam em propriedades mecânicas anisotrópicas que ainda não são claramente entendidas. A diversidade de defeitos, como poros, falhas de fusão, inclusões e tensão residual, também afetam as propriedades finais. Tudo isso, somado à miríade de parâmetros de processo envolvidos, faz com que a relação entre processo, microestrutura, propriedade e performance seja de esclarecimento bastante desafiador [1].

A Fusão em Leito de Pó à Laser (FLP-L) é uma das técnicas de MA e tem sido usada em diversos experimentos com o aço H13 [9,10]. Porém, devido aos desafios expostos anteriormente, ainda faltam pesquisas abrangentes sobre a influência dos parâmetros de processo nas propriedades finais [11]. Existe poucos estudos sistemáticos da etapa de otimização de parâmetros e da relação entre eles e a microestrutura, e conseqüentemente as propriedades mecânicas. Além disso algumas propriedades, como por exemplo resistência a flexão e ao desgaste, foram pouco analisadas e estudos que levem em conta a direção de construção da peça são bastante limitados. Estudos de resistência a flexão possibilitam avaliar as propriedades mecânicas em diferentes direções de construção de forma rápida, com pouco volume de material. E as propriedades de desgaste são importantes nos aços ferramenta que se desgastam durante o uso, pois possibilitam prolongar a vida útil da peça. Nesse sentido, ampliar o entendimento da influência dos parâmetros nessas propriedades pode encurtar o caminho para uma futura aplicação da FLP-L na manufatura de moldes e ferramentas, e a conseqüente redução de custos nesse setor.

Frente a isso, o presente trabalho tem como objetivos: i) a obtenção de parâmetros de processos ótimos através da aplicação de metodologias de superfície de resposta; ii) analisar como cada parâmetro influencia na porosidade e na densidade da peça final; iii) Caracterizar detalhadamente a microestrutura e as fases formadas nas peças produzidas. iv) Investigar as propriedades mecânicas de flexão e de desgaste, considerando diferentes direções de construção, antes e após tratamento térmico. v) Correlacionar as propriedades observadas com a microestrutura, levando-se em conta os mecanismos de desgaste e a presença de defeitos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Manufatura Aditiva

A manufatura aditiva (MA) é um processo de fabricação que tem ganhado cada vez mais atenção nos últimos anos devido às vantagens que ele apresenta em relação a outros processos. Algumas delas são a capacidade de produção de peças com formato complexo de maneira mais rápida e barata, redução de etapas de processamento para a obtenção da peça final, produção de peças mais leves incapazes de serem obtidas por outros processos, baixo desperdício de matéria prima e capacidade de produção de peças únicas sem a necessidade de fazer grandes lotes para viabilizar os custos de processamento. Tais vantagens já colocam a MA como uma realidade no atendimento de demandas das indústrias de energia, aeroespacial, naval, médica, automotiva e de bens de consumo [1,7].

Todos os processos de MA consistem em formar a peça final camada por camada, a partir de um projeto computadorizado (CAD), que é então seccionado em vários cortes transversais e enviado para a máquina, que irá interpretar o modelo e fazer a construção da peça em etapas, com uma determinada estratégia de deposição pré-definida. As principais variações do processo de MA consistem no tipo e na forma inicial da matéria prima e em como as camadas serão unidas umas às outras. Tais diferenças afetam profundamente as propriedades microestruturais e mecânicas, assim como a precisão da peça final [2].

Tratando-se de MA de materiais metálicos, a maioria dos processos podem ser categorizados em dois tipos principais, definidos pela norma ASTM F2792. São eles: deposição por energia direcionada (DED) e fusão em leito de pó (FLP). O primeiro se refere a um processo em que o material vai sendo depositado na peça conforme é fundido por meio de uma fonte de energia térmica localizada. No segundo, uma camada de pó é previamente depositada para depois ser unida à peça, também com a ajuda de uma fonte de energia térmica que funde localmente o material particulado para promover a aderência [12]. Será dada mais atenção a esse segundo tipo (FLP), pois é o processo utilizado no presente trabalho.

2.1.1 Fusão em leito de pó a laser (FLP-L)

A Fusão Em Leito de Pó a Laser é um dos tipos de processo de fusão em leito de pó onde um feixe de laser é usado como fonte de energia térmica localizada para fundir o material. Tal processo, ilustrado na Figura 2.1, se inicia com o espalhamento de uma fina camada de pó, geralmente entre 20 e 100 μm , em uma plataforma de fabricação móvel também chamada de substrato. Após o espalhamento, um feixe de laser varre a superfície em direções pré-definidas, fundindo o pó de forma localizada a partir do modelo em CAD, então o substrato desce a distância de uma espessura de camada, o pó é espalhado e o laser passa novamente, unindo a camada anterior com a atual. Esse ciclo se repete até que a peça toda esteja pronta. Para que tudo ocorra de forma segura e não haja oxidação do metal, a câmara de trabalho é preenchida com gás inerte, mantendo o nível de oxigênio abaixo de 0,1% [7,13].

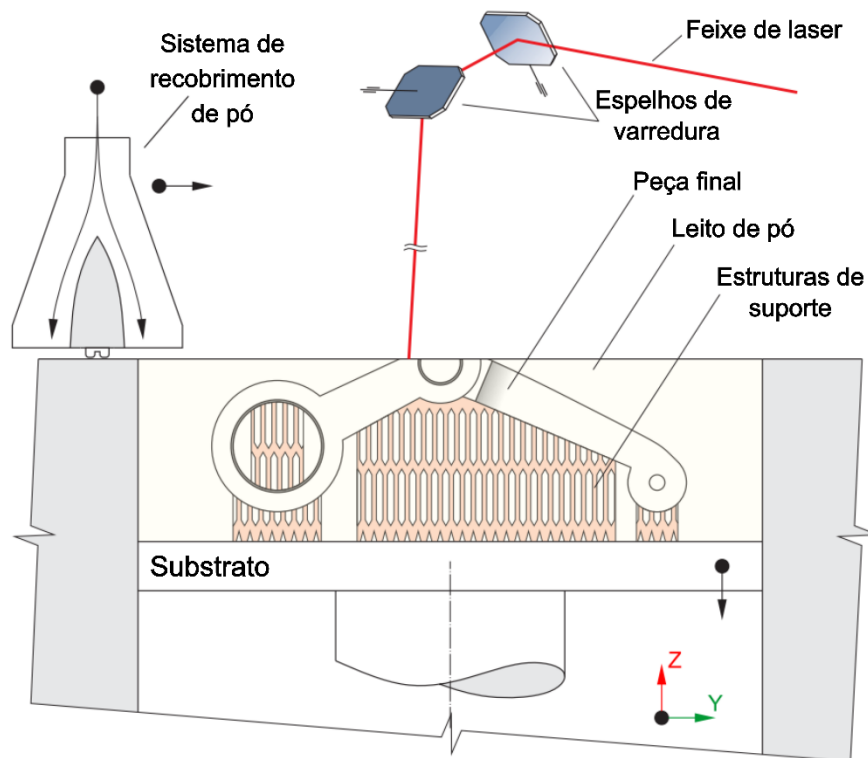


Figura 2.1 - Representação da Fusão em leito de pó a Laser [14].

Com o processo de FLP-L é possível construir geometrias complexas com características mínimas variando entre 40 e 200 μm [13]. O leito de pó fornece certa sustentabilidade para a peça, possibilitando a concepção de pequenos detalhes suspensos, como por exemplo canais internos, sem a necessidade de suportes [2]. O esquema de varredura do laser, sendo na maioria das vezes através de espelhos de galvanômetro, permite o alcance de velocidades de varredura elevadas, possibilitando mais alternativas de processamento. Em contrapartida, a FLP-L apresenta como principais desvantagens menor taxa de deposição de material e dificuldade de remoção de pó residual em possíveis detalhes interiores. Contudo um dos maiores desafios desse e de outros processos de MA é a previsão das propriedades mecânicas da peça final com base nos parâmetros de processo [2,15].

2.1.2 Parâmetros de processo da Fusão em Leito de Pó a laser

Os parâmetros de processo da FLP-L, que são muitos, podem ser organizados em 4 grupos [2,16]:

- a) Parâmetros relacionados ao pó: morfologia da partícula, distribuição granulométrica, capacidade de empacotamento do pó, escoabilidade etc.
- b) Parâmetros relacionados ao laser: tipo do laser, potência, frequência do pulso, diâmetro do ponto focal etc.
- c) Estratégias de varredura: velocidade de varredura, espaçamento entre as camadas, padrão de varredura etc.
- d) Parâmetros relacionados com a temperatura: uniformidade térmica, temperatura do leito de pó etc.

Muitos desses parâmetros também são interdependentes, por exemplo o empacotamento do leito de pó é fortemente influenciado pela morfologia das partículas e presença de partículas satélites.

Antes do processamento de qualquer liga é comum uma etapa de otimização de parâmetros para a maximização da taxa de deposição, mantendo uma densidade adequada [15]. Na tentativa de controlar o processo e também

poder fazer comparações entre estudos, muitos trabalhos adotam o uso da densidade de energia volumétrica - VED (J/mm³) apresentada na equação (1) [2,7,13]:

$$VED = \frac{P}{(v \times t \times h)} \quad (1)$$

onde P é a potência do laser (Watts), v é a velocidade de varredura (mm/s), t é a espessura da camada (μm) e h é a distância entre pistas (*hatching*). A Figura 2.2 apresenta uma ilustração desses quatro parâmetros.

Durante a etapa de otimização, a equação (1) se torna útil para determinar, a partir de uma série de experimentos, qual é a combinação mais adequada que fornece a energia mínima para processar um determinado material e alcançar as propriedades desejadas [2]. Algumas correlações também podem ser observadas, como por exemplo o aumento da espessura da pista fundida com o aumento da VED. Porém a equação (1) não é efetiva em capturar fenômenos complexos, tal como os relacionados à hidrodinâmica da poça de fusão que afetam a morfologia das pistas e consequentemente as propriedades mecânicas posteriores [2,17]. Isso faz com que os parâmetros ótimos obtidos para um determinado sistema (configuração de máquina, tipo do laser, material, etc.) não possam ser aplicados a outro, tornando necessários o conhecimento e a consideração de mais parâmetros, como os já citados anteriormente [17,18].

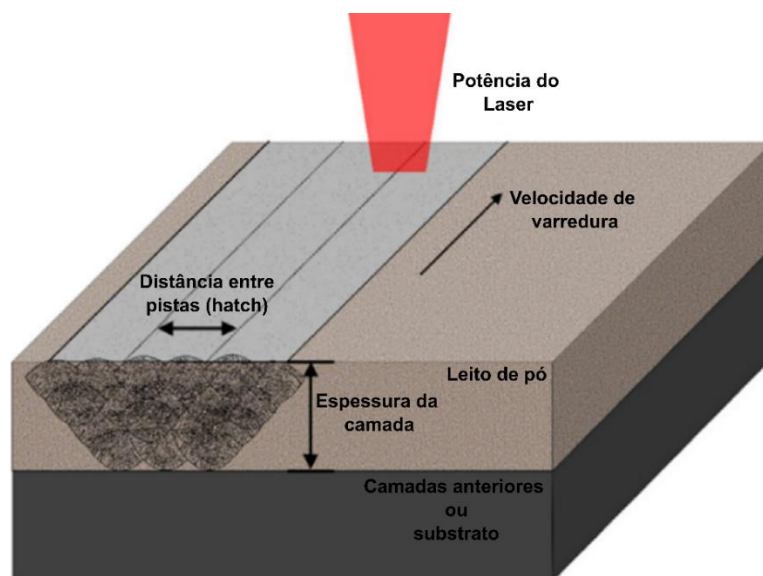


Figura 2.2 – Ilustração dos principais parâmetros do processo de FLP-L [15].

2.1.3 Influência dos parâmetros de processo nas características da peça final

Cada um dos parâmetros presentes na Figura 2.2 influencia a qualidade da peça final de uma determinada forma. Esta seção irá abordar de maneira qualitativa algumas das principais correlações que existem entre os parâmetros de processo e as propriedades da peça final, observáveis em diferentes materiais, porém podendo ser mais ou menos pronunciadas a depender de cada material.

Começando pela potência, ela tem uma relação praticamente linear com a penetração da poça de fusão, quanto mais potência maior será a profundidade da poça [19,20]. Sendo assim, o balanço entre a potência e a espessura da camada é importante, pois uma potência baixa pode não conseguir promover a fusão e adesão adequada entre as camadas, gerando muitos defeitos na peça final. A espessura por sua vez tem grande influência na rugosidade superficial da peça, principalmente em superfícies curvas, pois a curvatura é segmentada em várias camadas. Espessuras de camada menores podem ajudar a reduzir a rugosidade superficial, porém a custo de aumentar o tempo de processamento [7]. Espessuras muito grandes podem aumentar a porosidade da peça [21].

O hatch tem função semelhante à da espessura, porém no plano horizontal. Se ele tiver um valor muito alto a potência pode não ser suficiente para promover a adesão entre as pistas adjacentes, causando defeitos de falta de fusão [15]. Quanto à velocidade, sendo muito baixa faz com que o processamento seja igualmente lento, porém se for excessivamente alta o laser não tem tempo o bastante para fundir o pó, não conseguindo formar a peça [7]. A Figura 2.3 apresenta, de forma resumida, um esquema com a influência de cada um dos principais parâmetros na peça final.

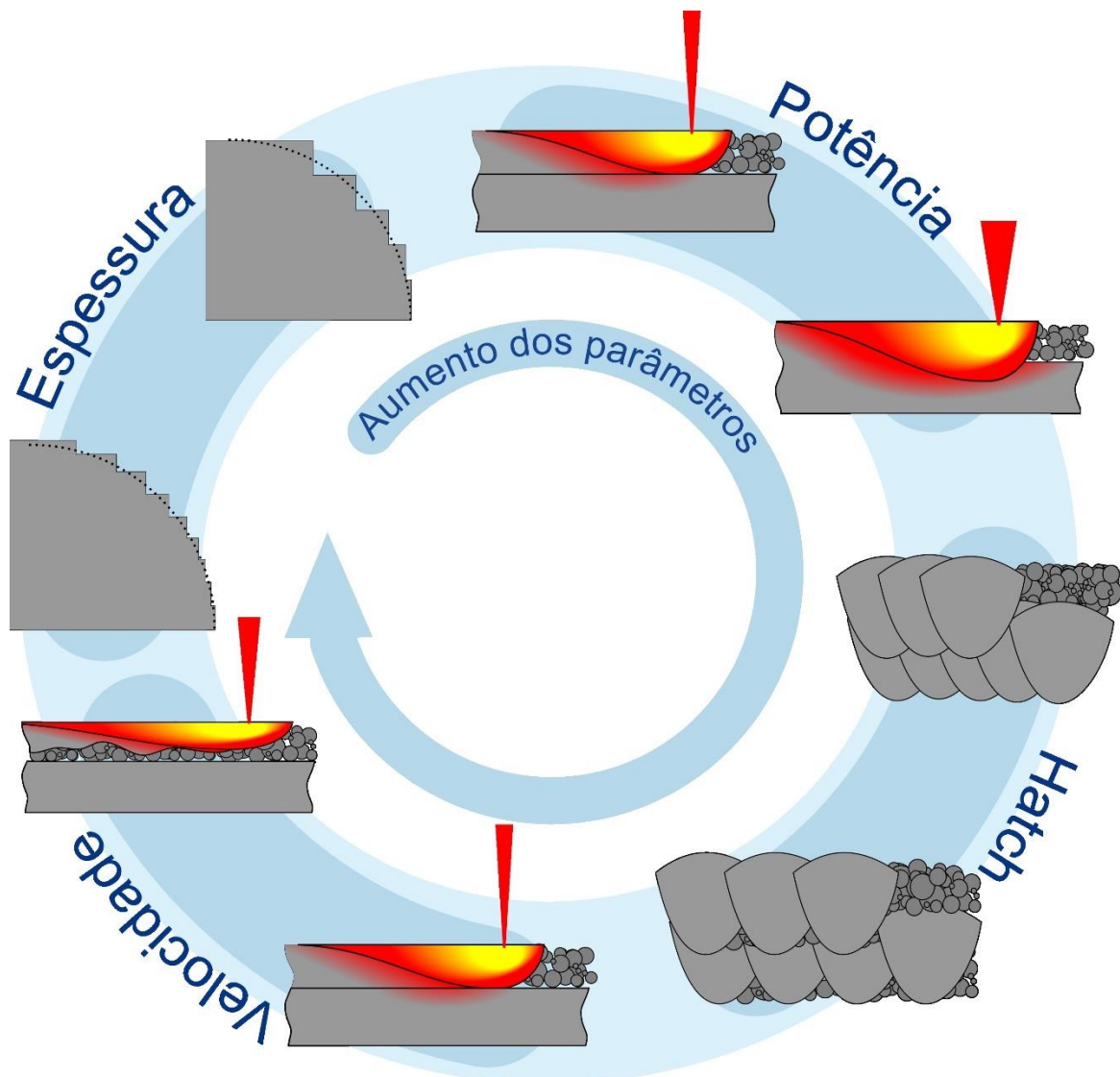


Figura 2.3 - Esquema qualitativo do efeito do aumento individual de cada parâmetro na peça. Os esquemas de potência e velocidade trazem um corte longitudinal da poça fundida, sendo observada lateralmente o meio da camada a ser construída. O esquema do Hatch traz um corte transversal das pistas, mostrando as camadas depositadas de frente. O esquema de espessura traz uma curvatura imaginária e o efeito da espessura nessa curvatura.

Além das influências individuais de cada parâmetro, também existem interações entre eles que ocasionam mudanças de comportamento. Por exemplo a relação linear entre a potência e a profundidade da poça de fusão tem um comportamento diferente em velocidades mais elevadas. O aumento da velocidade reduz a inclinação da reta da relação potência-profundidade, fazendo com que a profundidade cresça mais devagar com o aumento da potência [20].

Na literatura científica é comum ver as características da peça sendo correlacionadas diretamente com a densidade de energia, presente na equação (1). Talvez uma das correlações mais importantes seja entre a densidade de energia e a densidade relativa da peça (Figura 2.4), onde a densidade relativa aumenta com o aumento da densidade de energia, isso porque poros e defeitos associados com falta de fusão e aderência entre as camadas vão sendo extintos [7,13,22,23]. Nesse caso as propriedades mecânicas da peça tendem a melhorar de forma correspondente. Porém se a densidade de energia é aumentada indefinidamente, a densidade relativa volta a cair, pois surgem novos defeitos associados ao aprisionamento de gases, tensões residuais ou à instabilidades na poça de fusão [7,16,22,24]. Além disso, o aumento da densidade de energia pode implicar em microestruturas mais grosseiras, influenciando também as propriedades mecânicas [15,25].

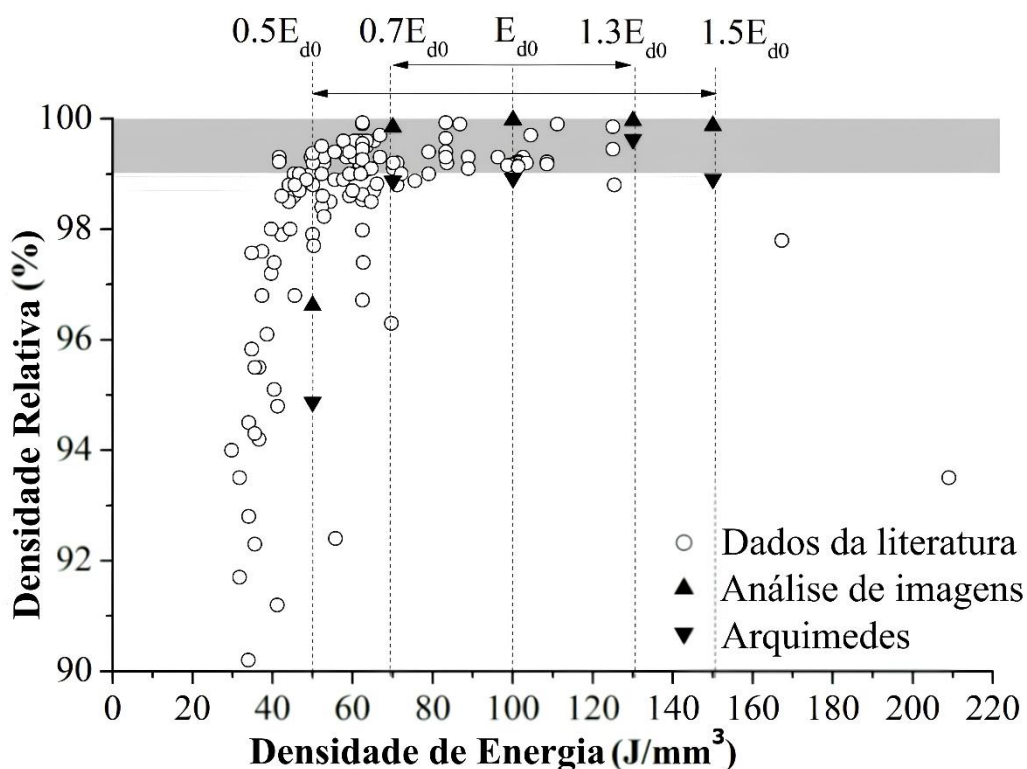


Figura 2.4 - Exemplo de curva de Densidade relativa da peça vs. VED para o aço 316L [26].

A temperatura de pré-aquecimento do substrato e a estratégia de varredura são outros dois parâmetros bastante utilizados, relativamente fáceis de se controlar, e que tem um papel fundamental na peça produzida. O principal

objetivo do pré aquecimento do substrato é minimizar as tensões residuais da peça final, reduzindo os gradientes térmicos impostos pelo laser [27]. Quanto à estratégia de varredura, sabe-se que segmentar o caminho que o laser percorre reduz a tensão residual da peça final, portanto algumas estratégias dividem a área da superfície de varredura em múltiplas regiões que vão sendo percorridas de forma aleatória [28,29]. No entanto, sabe-se também que no final do percurso do laser, a inércia, a mudança de direção e o desligamento do feixe podem provocar porosidade localizada, o que possibilita o acúmulo de defeitos nas vizinhanças das regiões de varredura, deteriorando as propriedades mecânicas da peça [16,19]. Sendo assim, o padrão de varredura deve ser escolhido com cautela e possivelmente alternado entre as camadas a fim de reduzir tensões residuais e distribuir de forma mais homogênea os defeitos intrínsecos do processo [16,30–33]. A Figura 2.5 traz alguns exemplos de algumas estratégias de varredura famosas na manufatura aditiva. Além do caminho que o laser percorre, a rotação entre as camadas e se haverá ou não refusão das camadas também são fatores que devem ser levados em consideração.

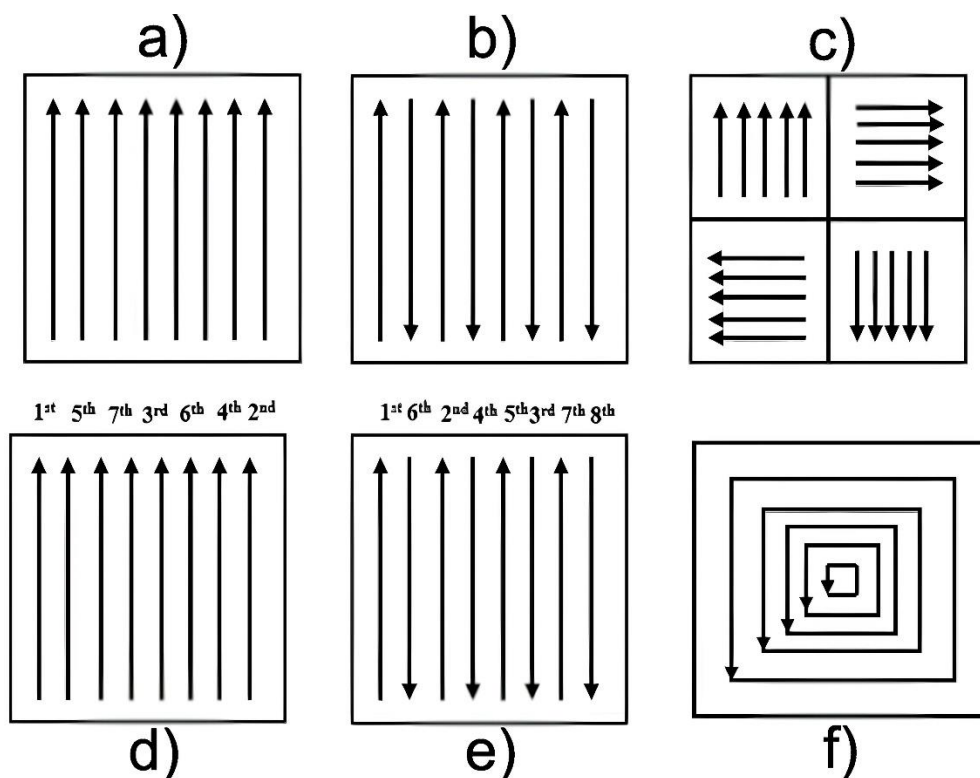


Figura 2.5 - Alguns exemplos de estratégias de varredura comumente utilizadas na literatura [34]. a) unidirecional; b) bidirecional; c) ilhas; d) unidirecional com passadas alternadas; e) bidirecional com passadas alternadas; f) espiral.

2.2 Aços Ferramenta

Aços utilizados para fazer instrumentos de corte, modelagem e conformação de outros materiais, tanto em temperatura ambiente quanto em elevadas, são chamados de aços ferramenta [8]. Tais aços precisam ser capazes de suportar, quando em serviço, solicitações mecânicas elevadas, que muitas vezes se dão de forma rápida e cíclica, sem sofrerem deformações, desgaste ou falharem de forma abrupta [8]. As ligas dessa classe de materiais compartilham as características de serem endurecidas por tratamento térmico e necessitarem de um processo de produção mais rigoroso em relação a outros aços para garantir a qualidade da peça final [3].

Os aços ferramenta são classificados em 9 categorias de acordo com as designações da ASTM (American Society for Testing and Materials) [35,36]. Cada série é composta de uma letra e um número. A letra está associada a alguma característica do aço, que pode ser o tipo de trabalho ao qual ele é aplicado ou fazer referência a algum elemento químico presente. O número pontua uma liga em específico. Os aços ferramenta para trabalho a quente, designados com a letra 'H', receberão maior ênfase nesta seção.

2.2.1 Aços ferramenta para trabalho a quente

Os aços ferramenta para trabalho a quente necessitam suportar os esforços comuns aos aços ferramenta, com o fator adicional de que precisam ser capazes de fazer isso em temperaturas elevadas, com um limite usual de 600°C, porém temperaturas inferiores ainda podem ser consideradas trabalho a quente [37]. Tais materiais são comumente utilizados em matrizes de forjamento a quente, moldes de fundição por gravidade ou sob pressão, extrusoras e mandris [3,8,37].

Algumas das principais características desse grupo de aços são: resistência à deformação e ao desgaste nas temperaturas de trabalho; resistência ao choque térmico e distorções oriundas do tratamento térmico; usinabilidade e resistência às trincas térmicas [38]. A maioria dessas

características são baseadas em duas propriedades, sendo uma delas a tenacidade e a outra resistência a quente [37,38].

A tenacidade é uma propriedade importante, pois ajuda no entendimento de falhas que não estão relacionadas diretamente à falta de resistência ou ao desgaste do material. Tais falhas se originam de trincas térmicas ou mecânicas que prejudicam a vida útil da ferramenta. Especial atenção é dada à relação entre a tenacidade e a dureza dos aços ferramenta. Uma vez que o aumento da dureza leva a um decréscimo de tenacidade, frequentemente tais aços, apesar de poderem atingir durezas entre 50 – 55 HRC, são tratados termicamente para operar em durezas menores, geralmente entre 42 – 50 HRC [3]. O teor dos elementos de liga, como por exemplo o carbono mantido por volta de 0,4%, também é controlado para garantir que esses aços tenham uma tenacidade adequada a fim de maximizar a vida útil da peça [37].

A resistência a quente está diretamente relacionada com um conceito chamado de resistência ao revenimento. Esse último consiste na capacidade do material de resistir às temperaturas elevadas sem sofrer decréscimos significativos na dureza que possam afetar o funcionamento da peça. Novamente, a composição química e o tratamento térmico adequados são a chave para uma boa resistência ao revenimento, uma vez que o fenômeno por trás dessa propriedade é a precipitação de carbonetos secundários que ocorre nas temperaturas de trabalho e mantém a dureza do aço mesmo após longos períodos de exposição ao calor [3,38].

2.2.2 Aço ferramenta AISI H13

O aço H13 é um aço ferramenta para trabalho a quente. Suas faixas de composição química estão indicadas na Tabela 2.1 de acordo com a norma ASTM A681 [36]. O H13 possui como principais características uma boa tenacidade, usinabilidade, resistência ao desgaste, polibilidade e estabilidade dimensional durante o tratamento térmico, além de oferecer alta resistência a trincas por fadiga térmica [39]. Tais propriedades permitem que o H13 seja bastante usado em moldes de fundição de ligas de baixo ponto de fusão, como

alumínio e magnésio, matrizes e punções de forjamento, facas de corte a quente, moldes para injeção de polímeros, entre outras aplicações de trabalho a quente [8,39]. A Figura 2.6 exibe alguns exemplos das principais aplicações.

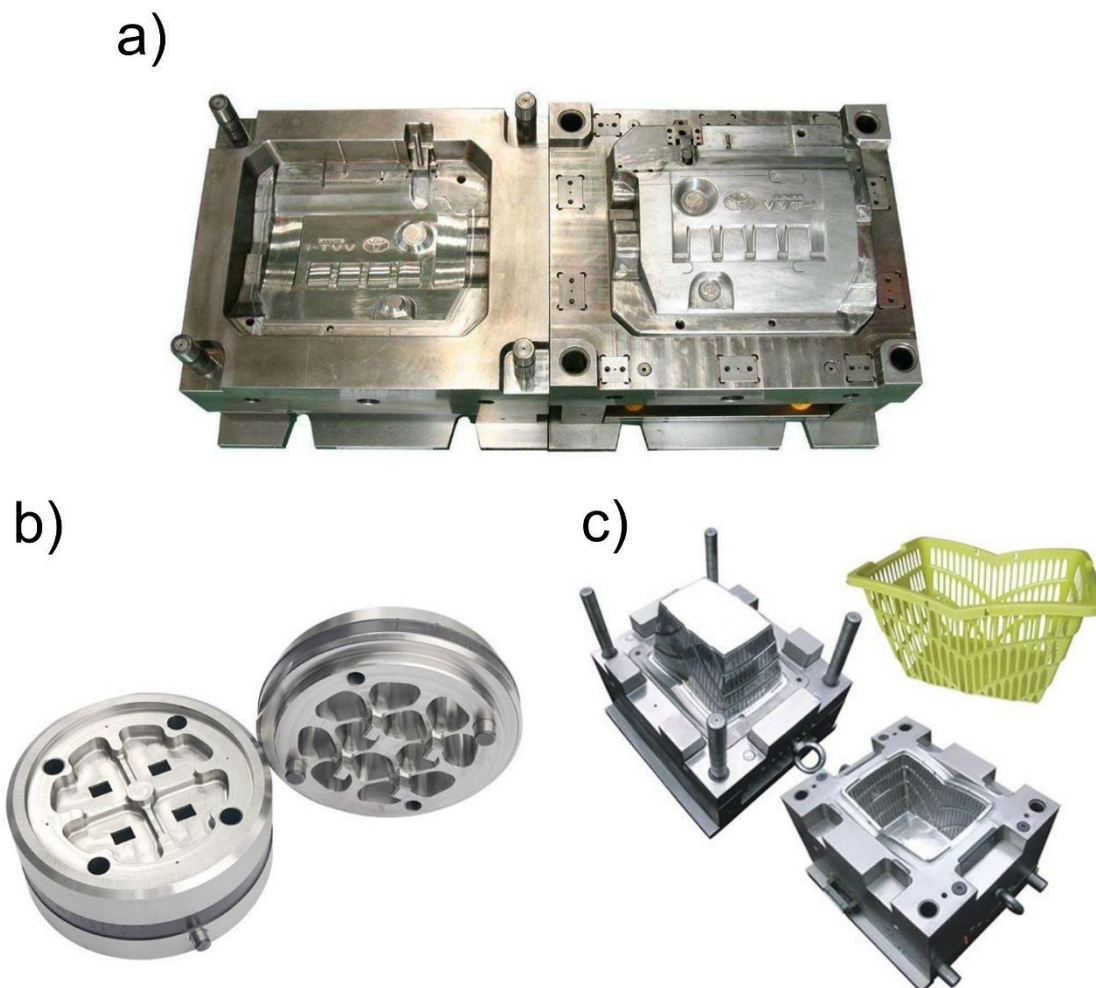


Figura 2.6 - Exemplos de ferramentas produzidas com o Aço H13: a) Matriz de forjamento [40], b) matriz de extrusão [41], e c) molde de injeção de polímeros [42].

Tabela 2.1- Faixas de composição para o AISI H13 [36].

	C	Mn	Si	Cr	V	Mo
%	0,32 -0,45	0,20-0,60	0,80-1,25	4,75-5,50	0,80-1,20	1.10-1.75

2.3 O aço ferramenta H13 processado por FLP-L

Aços ferramenta de modo geral, após sua concepção em fornos específicos, passam por etapas de usinagem até ficarem com o formato da peça final. Materiais utilizados em moldes de fundição e injeção de polímeros, como o caso do H13, com frequência chegam a perder mais de 50% do volume original da peça durante os processos de usinagem [3]. Ao observar novamente a Figura 2.6 é possível perceber como a complexidade e profundidade dos moldes faz com que se tenha muito material removido durante a fabricação. A possibilidade que a MA oferece de construir peças com geometrias complexas próximas à forma final, evitando desperdícios e etapas de usinagem, torna esse processo um candidato atraente para a confecção de moldes e matrizes [43]. Muitos estudos tem sido feitos para se analisar a microestrutura e as propriedades do H13 processado por FLP-L e também para se encontrar parâmetros ótimos de processo [4,5,46–54,9,14,23,27–29,44,45]. Esta seção apresenta as características descobertas, até o momento, desse material manufaturado aditivamente.

2.3.1 Estrutura

Uma das características que definem o processo de MA é justamente a capacidade de construir a peça camada por camada. Esse método de construção obviamente se reflete nas características do material após o processo. A Figura 2.7 exibe imagens de microscopia ótica (MO) do H13 processado por FLP-L. Nas imagens é possível ver a estrutura de camadas característica do processo de MA, onde diferentes vistas têm aparências distintas. O plano x-y exibe a vista superior da poça de fusão gerada pelo laser, o plano z-x seria uma vista longitudinal da poça enquanto que o plano y-z um corte transversal [51]. Além disso as poças apresentam morfologias variadas, pois são influenciadas pelo conjunto de parâmetros de processo, sendo o mais à esquerda tido como um conjunto ótimo e o da direita um conjunto indesejado, dado a grande quantidade de defeitos que produz na peça.

Entender e observar a morfologia da poça de fusão é importante para todos os processos de MA de forma geral, pois alguns tipos de defeito, como falhas de fusão (*lack of fusion - LOF*) e poros *keyhole* são consequências do formato da poça fundida [7,22,24]. No caso de LOF, muitas vezes apenas considerações geométricas, como por exemplo a profundidade da poça e a sobreposição das pistas, são suficientes para resolver o problema [55]. Além disso, com o conhecimento da morfologia da poça e das direções de máxima extração de calor durante a solidificação para cada estratégia de varredura, é possível construir peças com diferentes texturas [56,57].

A estrutura de solidificação de peças impressas também é bastante característica. A Figura 2.8 mostra a microestrutura do H13 processado por FSL, que exibe uma morfologia celular [48]. Isso ocorre porque os gradientes térmicos (G) causados pelo laser na poça de fusão são muito elevados, o que torna a relação G/R (sendo R a velocidade de solidificação) alta o suficiente para induzir uma microestrutura celular. Com isso, as taxas de resfriamento ($G \times R$) também ficam elevadas, produzindo células bastante refinadas [7,48]. Para o H13, o diâmetro equivalente das células geralmente fica em torno de 0,5 a 2 microns [4,47,48,50,52,53,58].

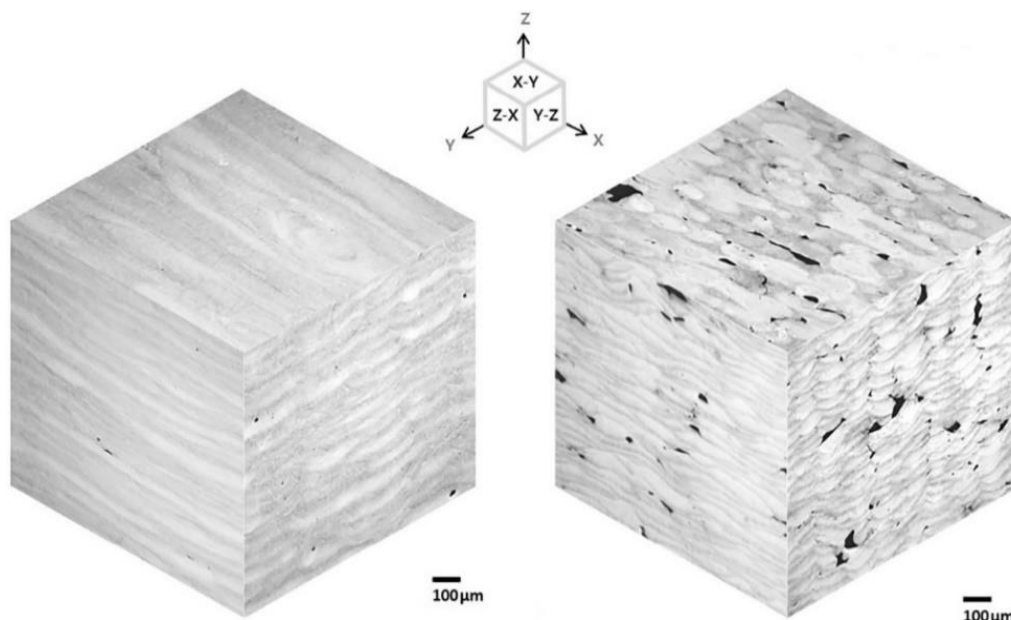


Figura 2.7 - Imagens do aço H13 processado por FSL com diferentes parâmetros de processo [51].

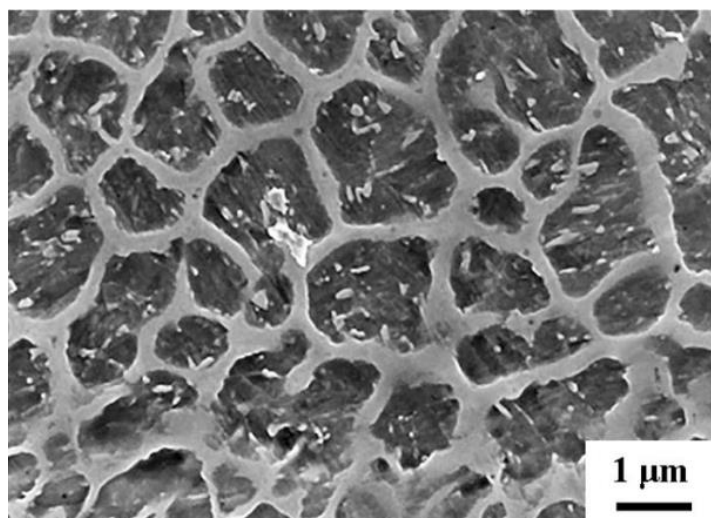


Figura 2.8 - Imagem de MEV da microestrutura do H13 processado por FSL [48].

Muitos estudos já demonstraram que a fase no interior da estrutura celular se trata de martensita e as bordas das células são constituídas por austenita retida [4,47,48,50,52,53,59–61]. O H13 processado por MA apresenta maior fração de austenita em relação ao processado por rotas convencionais. Dois mecanismos foram inicialmente propostos para explicar essa fração mais elevada. O primeiro deles considera que o processo de FLP-L seria semelhante à têmpera e particionamento (*quenching and partitioning – Q&P*) onde o aço seria temperado na primeira passagem do laser, porém na deposição da camada superior a pista seria refundida e a austenita retida se estabilizaria pela difusão de carbono, uma vez que as temperaturas estariam mais elevadas por conta da primeira passagem do laser. O segundo mecanismo envolve segregação dos elementos de liga durante a solidificação [44]. Nesse caso, uma possibilidade é que a primeira fase a se formar durante a solidificação é a ferrita – δ que cresce como célula rejeitando soluto, o que faz com que o líquido remanescente se solidifique diretamente como austenita. Posteriormente com a redução da temperatura, a ferrita – δ que se solidificou primeiro, portanto pobre em soluto, poderia se transformar ou diretamente em ferrita – α , ou em austenita – γ . Na segunda opção, durante a solidificação existirá uma austenita empobrecida em soluto, rodeada por uma austenita rica em soluto. Então as velocidades de resfriamento seriam altas o suficiente para impedir a difusão de elementos de liga, fazendo com que a austenita do núcleo se transforme em martensita e a

austenita ao redor permaneça retida em temperatura ambiente [47]. A Figura 2.9 mostra com maiores detalhes a representação do segundo modelo.

Alguns estudos já demonstraram a segregação de elementos como C, Cr, V e Mo nas paredes celulares (Figura 2.10) [51,60]. Esses elementos seriam os responsáveis por abaixar a temperatura de início de transformação martensítica (M_s) da austenita abaixo da temperatura ambiente.

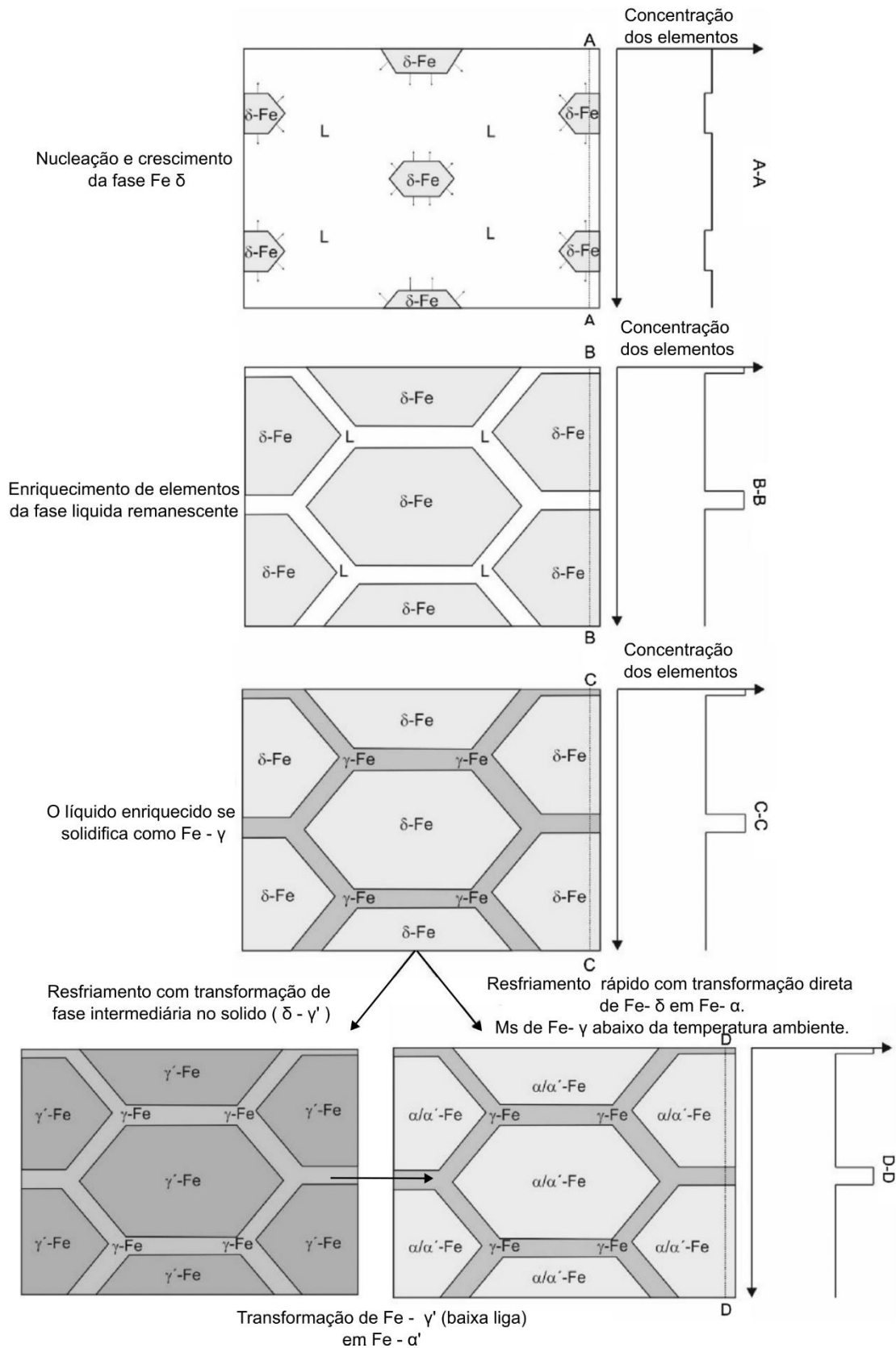


Figura 2.9 - Modelo mostrando a evolução microestrutural hipotetizada do Aço H13 densificado por FLP-L. Figura adaptada de [47]

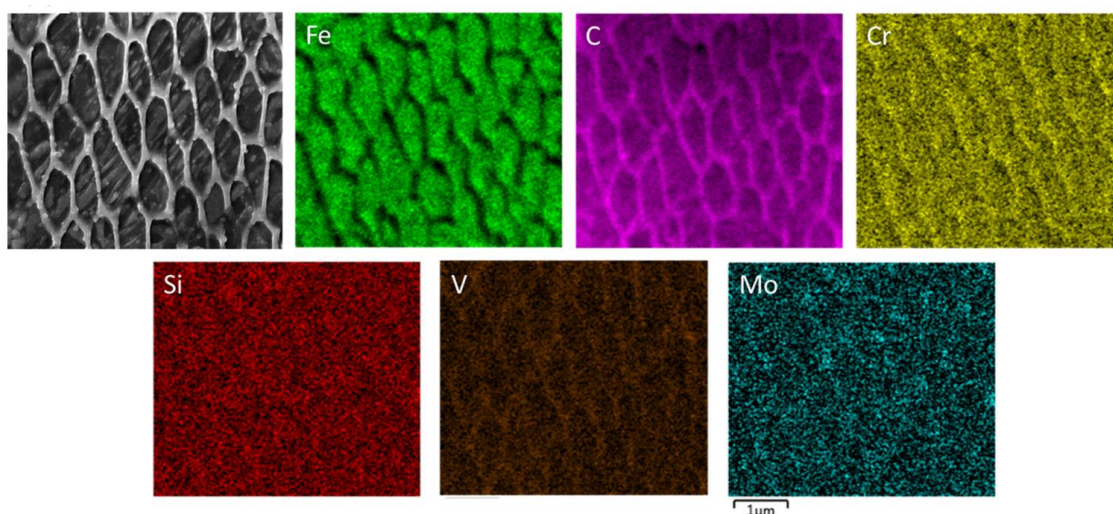


Figura 2.10 - Mapas de EDS da estrutura de solidificação feitos por MEV [60]

A austenita retida normalmente é indesejável em aços ferramenta, uma vez que os esforços impostos nessas peças podem fazer com que ela se converta em martensita durante o trabalho. Isso é ruim por prejudicar a precisão dimensional da peça e por introduzir uma martensita nova e frágil, pois não passou por processos de revenimento. Essa nova martensita pode se tornar sítio de nucleação de trincas [3]. A literatura ainda não mostra com clareza se o H13 processado por FLP-L apresenta ou não o fenômeno de transformação induzida por deformação (TRIP). Os autores Holzweissig et al. [44] observaram por DRX que a porcentagem de austenita retida de suas amostras diminuíram após ensaios de tração [44]. Por outro lado, Lee et al. [51] em suas análises com difração de elétrons retroespalhados (EBSD) não observaram mudanças significativas na fração de austenita retida após ensaios de tração [51]. Ademais, até o momento não existem estudos sistemáticos com o objetivo de observar o efeito TRIP no H13 processado por FLP.

Outro aspecto importante sobre a microestrutura do H13 é a presença de carbonetos. Sabe-se que as rotas de processamento convencionais induzem a formação de carbonetos ricos em vanádio (MC), molibdênio (M_2C , M_6C) e cromo (M_7C_3 , $M_{23}C_6$) [38,51]. A FLP-L apresenta taxas de resfriamento suficientemente elevadas para suprimir a formação de carbonetos, no entanto, a deposição em etapas faz com que as camadas anteriores sofram refusão e reaquecimento intrínsecos do processo de MA. Os parâmetros de processo

influenciam nos ciclos de reaquecimento, e diferentes regiões da poça de fusão podem sofrer ciclos distintos, fazendo com que algumas áreas fiquem mais ou menos revenidas [60]. Essa diferença de níveis de revenimento causa variações no ataque químico, que faz com que as camadas (observadas na Figura 2.7) sejam visíveis. Isso também impacta nas propriedades mecânicas, sendo que as regiões mais claras são mais duras que as escuras [23,60]. Portanto, a ocorrência de precipitação de carbonetos depende tanto dos parâmetros de processo como da região dentro da poça fundida. Lee et al. [51], através da técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET), observou carbonetos do tipo MC e M_2C em suas amostras de H13 processadas por FSL [51] (Figura 2.11). Por outro lado, Ren et al.[52], não observou carbonetos, mesmo utilizando a técnica de MET [52].

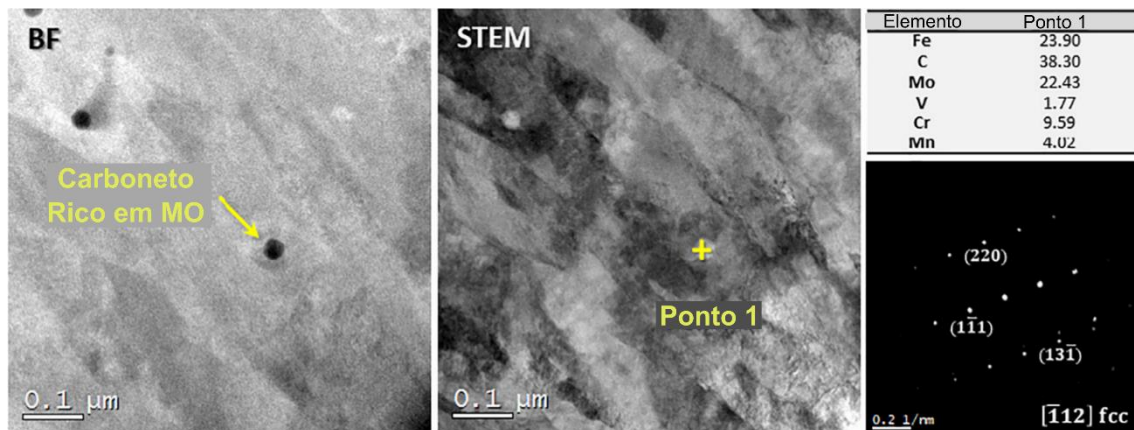


Figura 2.11 – Imagem de campo claro mostrando um carboneto rico em Mo em matriz de austenita [51].

2.3.2 Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas mais encontradas nas bibliografias analisadas sobre o H13 processado por FLP-L são a dureza e a resistência à tração [27,28,65–67,44,49–52,62–64]. A Tabela 2.2 exibe relações entre parâmetros de processo e as propriedades mecânicas obtidas para o aço H13. Muitos desses trabalhos fazem seus próprios estudos em H13 processado por rotas convencionais para conseguir estabelecer comparações. Para facilitar tais comparações, vamos considerar que esse aço, temperado em óleo a partir de 1010°C e duplamente revenido (2h + 2h) a 575°C, apresenta dureza de 48 HRC

(~484 Hv), limite de resistência a tração igual a 1730 MPa e alongamento de 13,5% [8].

Da Tabela 2.2 observa-se que uma vasta combinação de parâmetros tem sido relatada como ótima para o H13. A densidade volumétrica de energia (*VED*), como já comentada anteriormente, não considera muitas variáveis importantes, o que dá margem para valores de *VED* idênticos implicarem em diferentes propriedades, como é o caso dos valores da referência [27], onde os mesmos parâmetros são usados, porém com diferentes pré-aquecimentos do substrato. O mesmo ocorre em [65], quando há somente alteração na estratégia de varredura do laser.

Tabela 2.2 - Alguns parâmetros de processo de FSL e propriedades mecânicas do H13 obtidos em diferentes estudos. P (W), v (mm/s), h (μm) e t (μm) são os parâmetros usados na equação 1; Pa = temperatura de pré-aquecimento do substrato em $^{\circ}\text{C}$; T//DC = tensão de tração (T) paralela à direção de construção (DC); T \perp -DC = T perpendicular à DC; * = ensaio feito a temperatura de 600 $^{\circ}\text{C}$.

Parâmetros de processo	Densidade de energia (J/mm^3)	Dureza (HV)	Limite de Resistência (MPa)	Alongamento (%)	Ref.
P=300, v=800, h=105, t=30	119	894 \pm 48	1712 \pm 103	4,1 \pm 1,2	[27]
P=300, v=800, h=105, t=30, Pa=200	119	706 \pm 147	1620 \pm 215	4,1 \pm 2,3	[27]
P=300, v=800, h=105, t=30, Pa=400	119	667 \pm 83	1965 \pm 145	3,7 \pm 1,7	[27]
P=175, v=725, h=100, t=30, T//DC	80	715	1628	1,7	[65]
P=175, v=725, h=100, t=30, T//DC	80	577	1749	3,2	[65]
P=280, v=980, h=120, t=40, T \perp -DC, *	60	-	1250 \pm 24	8,3 \pm 0,56	[48]
P=280, v=980, h=120, t=40, T//DC, *	60	-	1203 \pm 6	7,7 \pm 0,70	[48]
P=170, v=400, h=100, t=40, T \perp -DC	106	561	1909	12,4	[52]
P=90, v=200, h=80, t=25, T \perp -DC	225	585 \pm 6	1704 \pm 30	1,55 \pm 0,05	[51]
P=175, v=750, h=120, t=30, Pa=100, T//DC	65	-	1550-1650	2-2,25	[44]
P=175, v=750, h=120, t=30, Pa=100, T \perp -DC	65	-	1150-1275	1,5	[44]
P=175, v=607, h=120, t=30, Pa=200	80	674	1370 \pm 175	1,7 \pm 0,6	[6]
P=350, v=470, h=120, t=30, T//DC	207	673	1855 \pm 164	5,11 \pm 0,51	[14]

P=175, v=725, h=100, t=30, Pa=200, T-DC	80	565±7	1430 ± 12	2,42 ± 0,21	[53]
P = 4000, v.h.t = 84, T-DC	48	585	1620 ± 25	4,7 ± 0,7	[68]
P = 4000, v.h.t = 56, T-DC	71	600	1850 ± 35	4,3 ± 0,8	[68]
P = 4000, v.h.t = 40, T-DC	100	615	1920 ± 30	3,1 ± 0,6	[68]

Observando-se os valores de dureza, por FLP-L obtém-se resultados superiores aos alcançadas por processos convencionais [25]. Essa tendência pode estar associada com: a presença de martensita não ou pouco revenida; a formação da subestrutura celular; os grãos mais refinados e as tensões residuais induzidas pelas altas taxas de resfriamento [48]. Além disso, os valores de dureza a quente também são maiores para o H13 processado por FLP-L. A Figura 2.12 mostra os gráficos de dureza nas condições do material como processado e forjado, um em função da temperatura de revenimento e outro em função do tempo. Nota-se, que para mesmas temperaturas, o H13 processado por FLP-L apresenta maior dureza, e mantém a dureza por mais tempo. Esse efeito é atribuído à morfologia celular com alta segregação de elementos de liga mais pesados. Esses elementos ficam presos na austenita retida, onde apresentam maior dificuldade de difusão, elevando a dureza a quente [47,48,59]. Esse mesmo fenômeno também pode fazer com que o pico de dureza por precipitação secundária fique levemente deslocado para temperaturas de revenimento maiores [47].

Algumas das mesmas características microestruturais que contribuem para elevar a dureza também abaixam a ductilidade do material. A fragilização é intensificada devido a defeitos introduzidos pelo processo, como poros, trincas, falhas de fusão e partículas heterogêneas [9,48,63]. Mesmo quando determinado tratamento térmico é realizado de modo a deixar a dureza final do H13 convencional mais elevada, o alongamento ainda é de 3 a 6 vezes maior do que o obtido por FLP-L [8]. A **Erro! Fonte de referência não encontrada.** mostra dois exemplos de defeitos introduzidos pelo processo de FLP-L que foram pontos para nucleação de trinca durante ensaios de tração [63].

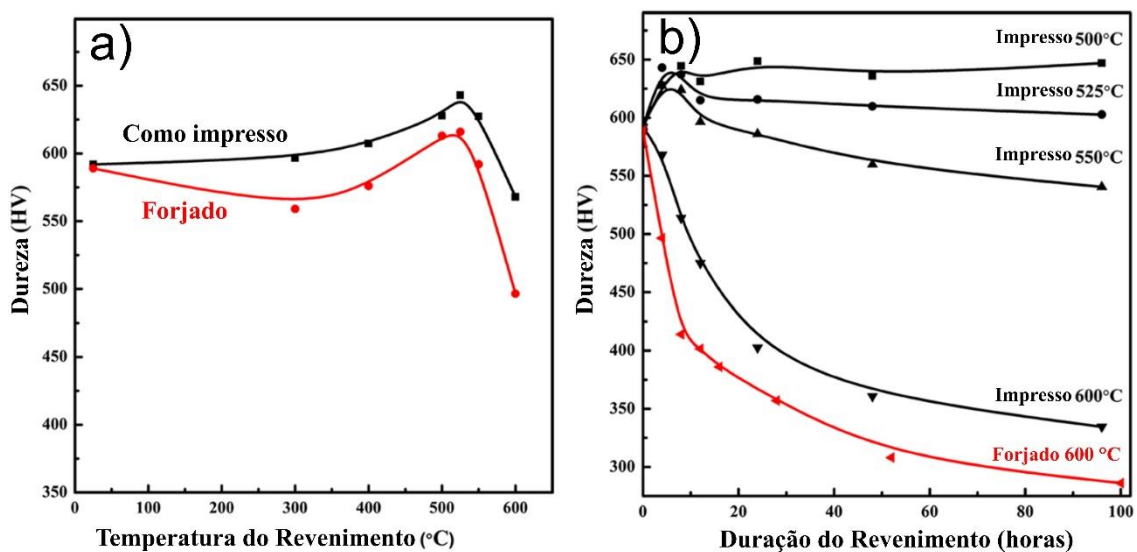


Figura 2.12 - a) Dureza HV do aço H13 em função da temperatura de revenimento. b) Dureza HV do aço H13 em função do tempo de revenimento [48].

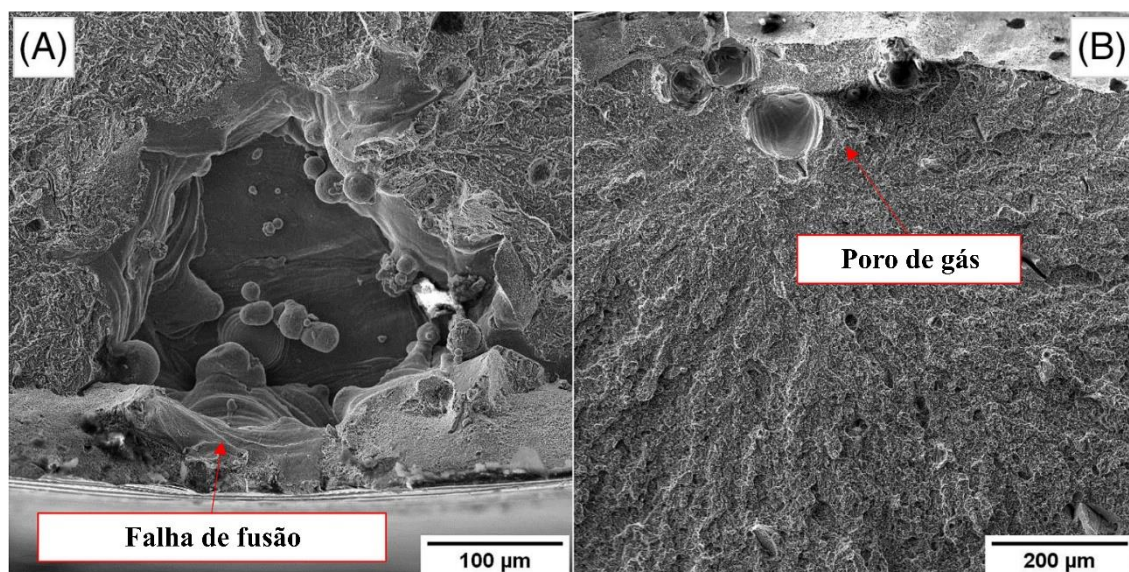


Figura 2.13 - Exemplos de defeitos que foram pontos de nucleação de trincas durante ensaios de tração em amostras de aço H13 processado por FLP-L [63]. A) Falha de fusão. B) Poro originado por acúmulo de gases.

O limite de resistência à tração apresenta variação significativa, sendo em geral, mais baixa em relação ao obtido por processos convencionais. Possíveis justificativas para essa variação geral e também para os largos desvios padrões baseiam-se em aspectos relacionados com tensão residual, heterogeneidade da microestrutura e defeitos [6,14,48]. Nota-se nos dados das

referências [44] e [48] que o H13 após a FLP-L apresenta anisotropia, onde os corpos de prova com direção de tração paralela à direção de construção das camadas apresentam limites de resistência e alongamentos superiores. Inicialmente o maior tempo gasto na produção desses corpos de prova verticais foi usado para justificar o limite de resistência mais elevado, nesse caso mais energia térmica seria direcionada para a amostra, que apresentaria mais austenita retida, a qual poderia se converter em martensita posteriormente durante o ensaio [44]. O alongamento superior foi atribuído à presença de maior número de fronteiras entre camadas depositadas que a amostra vertical possui. Essas fronteiras se originam no limite da interface sólido-líquido formada durante passagem do laser. Tais fronteiras teriam forças de ligação mais fracas do que os contornos de grãos, o que possibilitaria que os limites entre as camadas sofressem deslizamento mais facilmente durante a aplicação do carregamento, permitindo uma deformação plástica superior [48]. No entanto, recentemente, surgiram evidências de que a possível causa da maior fragilização na seção transversal seria a presença de pequenos filmes de austenita retida (menores que 200 nm) que crescem dentro da estrutura celular e agem como caminhos preferenciais de propagação da trinca [62].

Outras propriedades importantes como tenacidade ao impacto, fadiga, tenacidade à fratura, resistência ao desgaste e à flexão foram menos exploradas até então. Com relação à tenacidade à fratura, os trabalhos encontrados apresentam resultados de testes Charpy com energia absorvida pela amostra de H13 entre 5 e 15 joules (J) [14,52]. Uma amostra convencional nas mesmas condições citadas no início dessa seção absorve em torno de 27 J [8]. O resultado inferior novamente foi justificado com a presença de defeitos e tensão residual [52].

Ensaio de fadiga foram feitos em corpos de prova de H13 como construído, ou seja, sem tratamento superficial e também em corpos de prova torneados e tratados termicamente [6,49]. Dörfert et al. [49] observaram que as falhas apresentam diferentes origens a depender do estado da amostra. Para corpos de prova sem redução da rugosidade superficial, a origem de todas as fraturas foi na superfície das amostras, sendo essa condição a pior em termos

de vida em fadiga. Em corpos de prova que passaram por torneamento, a ruptura se iniciou principalmente em defeitos como poros e cavidades, porém em alguns casos a própria matriz originou a falha e mesmo nesses casos a resistência a fadiga foi menor em relação ao H13 processado de forma convencional (283 MPa contra 600 MPa). Segundo o autor [49], mesmo uma peça livre de poros ainda teria a resistência a fadiga limitada pela matriz, e uma possível explicação é a maior quantidade de oxigênio presente nas peças de H13 obtidas por FLP-L. A Figura 2.14 mostra diferentes superfícies de fratura analisadas por Dörfert et al., em algumas delas é possível notar uma estrutura lamelar possivelmente associada com o modo de falha na matriz [49]. Mazur et al. [6] mostraram com seus ensaios de fadiga que as amplitudes de tensão para o H13 impresso são cerca de 20% do convencional, considerando o mesmo número de ciclos. Um tratamento térmico para alívio de tensões pode melhorar os valores de amplitude de duas a três vezes [6].

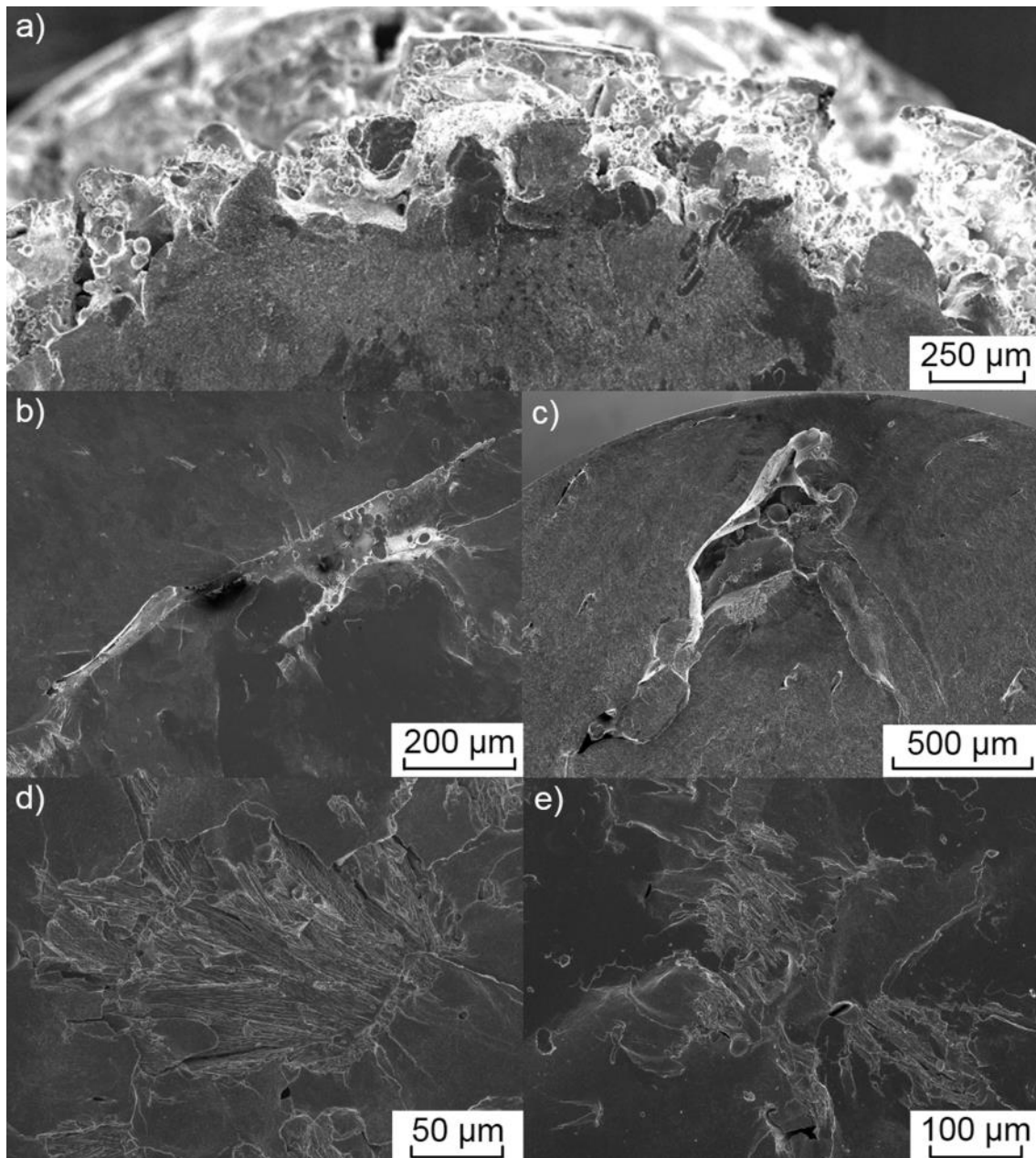


Figura 2.14 - Superfície fraturada com a) trinca superficial, b) trinca de volume, c) cavidade próxima à superfície, d) volume e e) superfície próxima à estrutura lamelar como tipo de fratura.

Sobre a tenacidade à fratura do H13 por FSL, os trabalhos encontrados não conseguiram cumprir em seus testes todos os requisitos previstos em norma para a obtenção de valores passíveis de comparação (K_{Ic} por exemplo), no entanto fornecem informações úteis quanto aos mecanismos de propagação de trinca [23,69]. Esses estudos mostram que as fronteiras entres as camadas e poças de fusão são regiões preferenciais para a propagação de trinca, além disso a tenacidade à fratura é maior em copos de prova cujo entalhe

é perpendicular ao plano de deposição da camada, mesmo com essas amostras apresentando dureza mais elevada. Isso ocorre porque a trinca principal acaba sendo desviada por trincas menores que surgem durante o ensaio, entre as fronteiras, em regiões com maior número de precipitação de carbonetos, e aliviam as tensões na frente da trinca principal [23,69].

Não foram encontrados até o momento estudos que abordassem resistência à flexão do H13 processado por FLP-L. As propriedades de resistência ao desgaste foram exploradas apenas de forma muito superficial. Isso, somado aos dados apresentados anteriormente, deixa evidente que apesar do grande número de estudos mostrarem a FLP-L como uma rota de processamento promissora para a fabricação de moldes de matrizes, essa técnica aplicada ao H13 ainda carece de mais estudos que abordem de forma sistemática a obtenção dos parâmetros ótimos de processo, bem como sua correlação com as propriedades mecânicas finais, principalmente as relacionadas à tenacidade, fadiga, flexão e desgaste. Sendo o desgaste uma propriedade importante para aços ferramenta, a próxima subseção será dedicada apenas a ele.

2.3.3 Propriedades de desgaste

As propriedades de desgaste dos aços ferramenta são cruciais para garantir a eficiência e a durabilidade dos processos de fabricação. Esses aços são utilizados em aplicações que envolvem altas tensões e abrasão, como corte, moldagem e estampagem de materiais. A resistência ao desgaste influencia diretamente a vida útil das ferramentas, a qualidade dos produtos e os custos de produção. Portanto, a compreensão e a otimização das propriedades de desgaste permitem a seleção adequada de materiais, melhorias no desempenho das ferramentas e redução das paradas de manutenção, contribuindo para processos industriais mais econômicos e eficazes. Especificamente para os aços ferramenta do tipo H13, a importância das propriedades de desgaste é ainda mais acentuada devido às suas aplicações em ambientes de alta temperatura, como em moldes para fundição sob pressão e ferramentas de forjamento. Dada

essa importância, esta subseção é dedicada a mostrar o que a literatura científica apresenta sobre as propriedades de desgaste para o aço ferramenta H13.

Falando do H13 processado por rotas convencionais, as propriedades de desgaste foram amplamente investigadas. Bahrami et al. [70] estudaram o impacto do tratamento térmico na resistência ao desgaste usando uma configuração de pino sobre disco. Eles descobriram que, sob uma carga de 29 N após 1000 m de deslizamento, o aço H13 apenas temperado perde menos peso (0,03 g) comparado ao aço H13 temperado e revenido (0,04 g). Contudo, sob uma carga de 98 N após 1000 m, a condição revenida apresentou menor perda de peso (0,05 g) em comparação à condição temperada (0,07 g). Wei et al. [71] estudaram a influência de diferentes temperaturas de revenimento e de ensaios utilizando um pino de H13 sobre um disco de aço D2 com uma distância de deslizamento de 1200 m. Eles mostraram que, em temperatura ambiente, o desgaste é predominantemente adesivo, enquanto em temperaturas de 200°C a 400°C, torna-se oxidativo. Wei et al. [71] também demonstraram que a taxa de desgaste em temperatura ambiente variou conforme a temperatura de revenimento, sendo máxima (10×10^{-5} mg/mm) para revenido a 500°C e mínima (3.5×10^{-5} mg/mm) para revenido a 600°C.

Saindo dos processos convencionais e entrando na área de processamento a laser, também existem alguns estudos interessantes. Chen et al. [72] mostraram que o processamento a laser na superfície do aço H13 pode reduzir a perda de peso por desgaste em cerca de 57% ao aumentar a dureza superficial. Telasang et al. [73] verificaram que a taxa de desgaste de superfícies de H13 endurecidas ou fundidas por laser caiu de 22.5×10^{-5} mm³/N.m para aproximadamente 1×10^{-5} mm³/N.m após 150 m de deslizamento, com uma carga de 20 N, e o coeficiente de atrito diminuiu de 0.75 ~ 0.9 para 0.5 ~ 0.6. Karmakar et al. [74] observaram que a refusão a laser aumenta a dureza e a resistência ao desgaste do H13, similarmente aos efeitos de diferentes tratamentos de revenimento.

Porém, no âmbito de peças de H13 processadas por manufatura aditiva, ainda existem poucos estudos. Guenther et al. [75] realizaram testes de desgaste sob lubrificação em peças de H13 processadas por manufatura aditiva

com diferentes acabamentos superficiais e texturização a laser. Os valores do coeficiente de fricção exibiram uma gama de resultados, começando em 0.14 para as amostras texturizadas, diminuindo para 0.11 para as amostras tal como impressas, e eventualmente alcançando valores entre 0.01 e 0.02 para as amostras lixadas e polidas. Fonseca et al. [61] fizeram testes do tipo esfera-sobre-disco com esferas de WC-Co contra discos de H13 processados por FLP-L após diferentes tipos de revenimento. Eles observaram que nem os coeficientes de atrito, nem os mecanismos de desgastes observados (adesão e fadiga) se modificam com os tratamentos térmicos empregados, porém existe maior perda de material por desgaste para amostras que passaram por temperaturas de revenimento mais elevadas.

Sendo esses os dois únicos trabalhos encontrados investigando como o processamento por FLP-L influência nas propriedades de desgaste do H13, nota-se que é de extrema importância a realização de mais estudos nessa área para o esclarecimento das relações entre processo, microestrutura e propriedades.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 3.1 traz um resumo das etapas metodológicas seguidas nesse trabalho. Em determinado ponto o trabalho foi dividido em dois caminhos diferentes com base na mudança da máquina de manufatura aditiva utilizada. As próximas sessões abordarão cada etapa de forma mais detalhada.

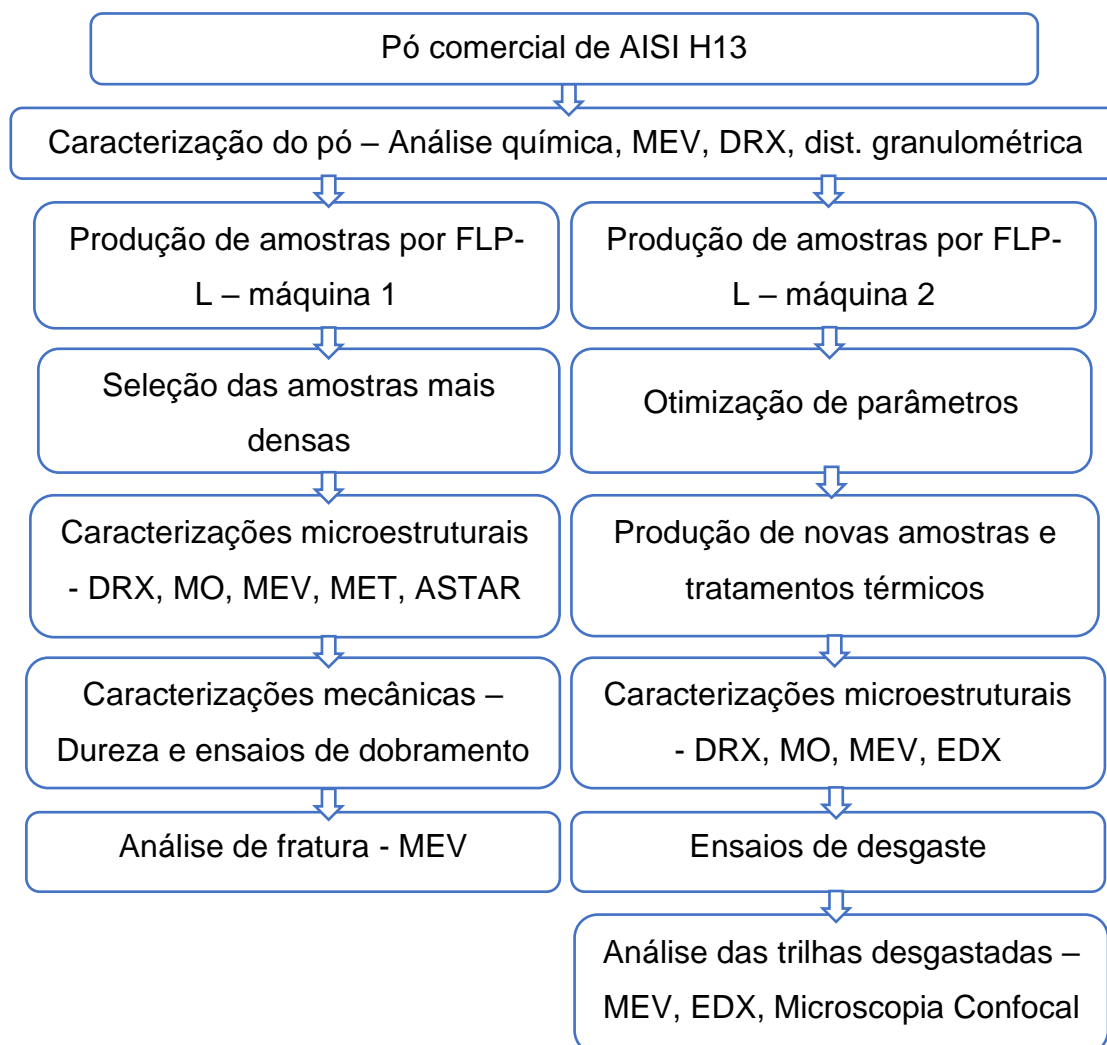


Figura 3.1 - Fluxograma das etapas metodológicas seguidas no presente trabalho.

3.1 Material utilizado

O material utilizado foi o pó comercial do aço AISI H13 fabricado pela empresa LPW Technology Ltd (Reino Unido) através de atomização a gás. Sua

distribuição granulométrica informada é de 15 a 45 microns, e a composição química é dada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição química do pó de aço H13 comercial utilizado neste estudo.

Análise Química [Wt%]			
Elemento	Limite especificado		Real
	Min	Max	
Fe	Diferença		Diferença
C	0,32	0,45	0,36
Mn	0,20	0,50	0,40
Si	0,80	1,20	1,00
Cr	4,75	5,50	5,21
Ni		0,30	0,10
Mo	1,10	1,75	1,47
V	0,80	1,20	0,90
Cu		0,25	0,12
P		0,03	<0,30
S		0,03	<0,30
N		0,10	0,06
O		0,10	0,02

3.1.1 Caracterização do pó de H13

Um espectrômetro de emissão óptica de plasma acoplado indutivamente (ICP-OES, Varian, VISTA) foi usado para confirmar a composição química do pó, com o elemento carbono determinado por combustão direta em um dispositivo LECO CS-844. A distribuição do tamanho das partículas foi investigada por peneiramento. A morfologia do pó, a presença de partículas satélites e a microestrutura das faixas granulométricas foram analisadas usando um microscópio eletrônico de varredura Phillips XL-30 FEG. A microestrutura do pó foi observada após ele ter sido embutido em resina, lixado manualmente, polido e depois atacado quimicamente com solução de Crnkovic (100mL de água destilada, 1,2g de ácido pícrico, 1,2mL de HCl e 10mL de detergente neutro). As fases presentes no pó foram analisadas em um difratômetro de raios X Bruker XRD 8 Advance (Cu-K α 1) e os picos foram indexados usando o software Maud.

3.2 O processo de FLP-L

O processo de FLP-L foi realizado em duas etapas, cada uma delas utilizando uma máquina de MA distinta. Portanto, para facilitar o entendimento, daqui em diante será realizado uma divisão da metodologia e dos resultados com base nos trabalhos feitos nas duas máquinas.

3.3 Produção de amostras do lote 1

A primeira etapa foi uma análise exploratória de parâmetros de processo. Nela foram preparadas 90 amostras (15 mm x 15 mm x 5 mm) no Instituto SENAI de Inovação em Laser em Joinville/SC, utilizando-se a máquina Concept Laser M2 Cusing. Cada amostra (Figura 3.2) foi produzida com uma combinação de parâmetros diferente. Os parâmetros variados foram potência do laser (entre 200 e 400 W), velocidade de varredura (entre 200 e 1000 mm/s), e o espaçamento entre as pistas (hatch – entre 90 e 105 μm). A espessura da camada definida na máquina foi de 30 μm . A estratégia de varredura de tabuleiro de xadrez (quadrados de 5 mm) unidirecional sem rotação entre as camadas foi usada para todas as amostras. O gás inerte utilizado durante a impressão foi o argônio. O fluxo do gás pode ser visto na imagem. A sequência de impressão foi a mesma sequência de numeração das amostras. Uma tabela completa das combinações usadas para cada amostra pode ser encontrada no APÊNDICE .

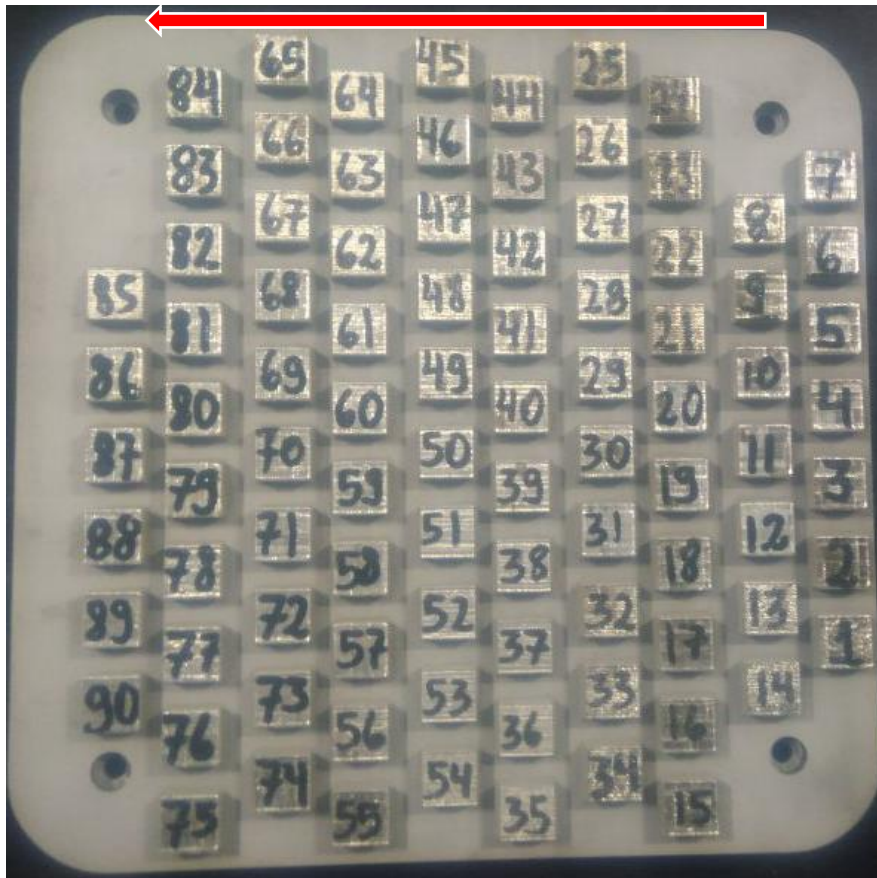


Figura 3.2 - Amostras produzidas por manufatura aditiva em equipamento Concept Laser M2 Cusing no Instituto SENAI de Inovação em Laser em Joinville/SC. A seta vermelha no topo da imagem representa a direção do fluxo de argônio na máquina em relação às amostras impressas.

3.4 Caracterização das amostras do lote 1

As 90 amostras tiveram sua densidade medida por picnometria usando um picnômetro Micromeritics AccuPyc 1330. Para comparação, o método de Arquimedes também foi realizado em um densímetro digital Gehaka DSL 910. Cinco medições de densidade foram feitas usando ambas as técnicas. A densidade média para cada amostra foi calculada e, em seguida, as curvas de densidade versus densidade de energia foram plotadas. Após a análise dos resultados, três amostras com densidade superior foram selecionadas em diferentes faixas de VED. As amostras em diferentes faixas foram selecionadas propositalmente para se observar o comportamento da amostra mais densa em casa faixa. As faixas foram escolhidas de modo a se ter mais ou menos um

espaçamento de 200 J/mm³ de VED entre elas. Essas amostras passaram por caracterizações microestruturais e mecânicas.

3.4.1 Caracterização microestrutural

As amostras foram cortadas em duas seções: uma paralela à direção da construção - seção longitudinal (L), e outra perpendicular à direção da construção - seção transversal (T). Um microscópio óptico Olympus BX41M-LED (OM) e um microscópio eletrônico de varredura Phillips XL-30 FEG (SEM) foram usados na caracterização microestrutural. As fases nas amostras foram investigadas usando um difratômetro de raios X Simens D5005 (Cu-K α 1). Foi realizado também um mapeamento de fases por orientação cristalográfica computadorizada em microscopia eletrônica de transmissão (ACOM-TEM) usando um sistema Astar Nanomegas acoplado a um TEM FEI TECNAI 52-TWIN. As amostras de TEM foram lixadas até atingir uma espessura abaixo de 100 μ m e então foram polidas usando um sistema de polimento iônico de precisão Gatan, modelo 691.

3.4.2 Caracterização mecânica

Dois técnicas de caracterização mecânica foram utilizadas: dureza Vickers e ensaios de flexão. Para o teste de dureza Vickers, foi usado um Tech Corp FM-800 Future; a força aplicada foi de 0,5 kgf com tempo de permanência de 15 s. Quinze indentações foram feitas em diferentes locais das amostras para cálculo do valor médio de dureza, seguindo a norma ASTM E92 [76]. Para o ensaio de flexão, foram confeccionados dois corpos de prova (duplicata) a partir dos cortes longitudinais e transversais, nas dimensões aproximadas de 5 x 3 x 0,5 mm (Figura 3.3). O acabamento superficial e alinhamento foi feito utilizando-se um aparelho de lapidação/polimento South Bay Technology, modelo 150 e uma lixa d'água nº 240. A espessura dos corpos de prova foi verificada nos quatro cantos e no centro usando um micrômetro (precisão de 0,01 mm). A variação entre as medidas foi <2% do valor médio da espessura, conforme

recomendado em [77]. Os ensaios de flexão foram realizados no equipamento Instron 5500R com dispositivo projetado para ensaios de flexão em três pontos, mostrado na Figura 3.4. A taxa de deformação utilizada foi de 0,01 mm/min. As superfícies de fratura foram analisadas pelos microscópios de MO e MEV já mencionados anteriormente.

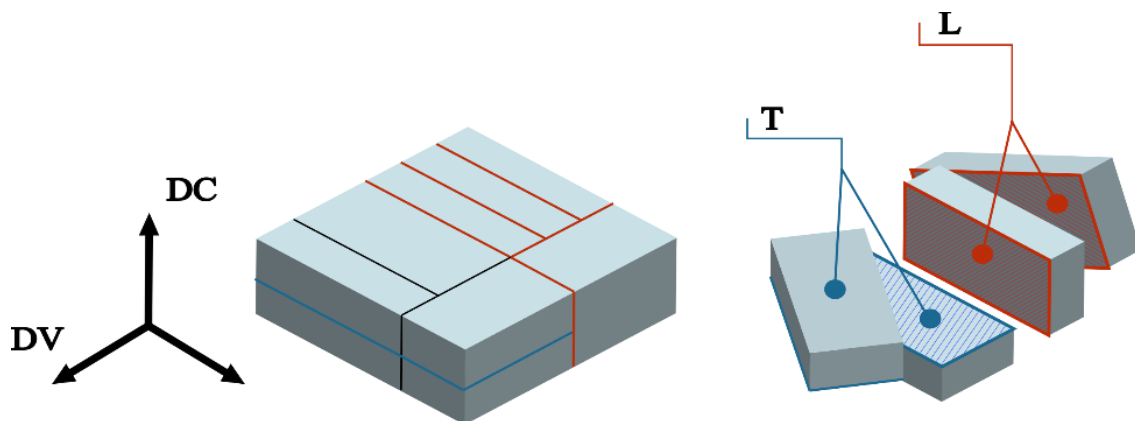


Figura 3.3 - Esquema dos cortes realizados na amostra para a obtenção dos corpos de prova de cada seção. 'T' representa o corte transversal e 'L' o longitudinal. Foram retirados dois corpos de prova de cada direção (duplicata).

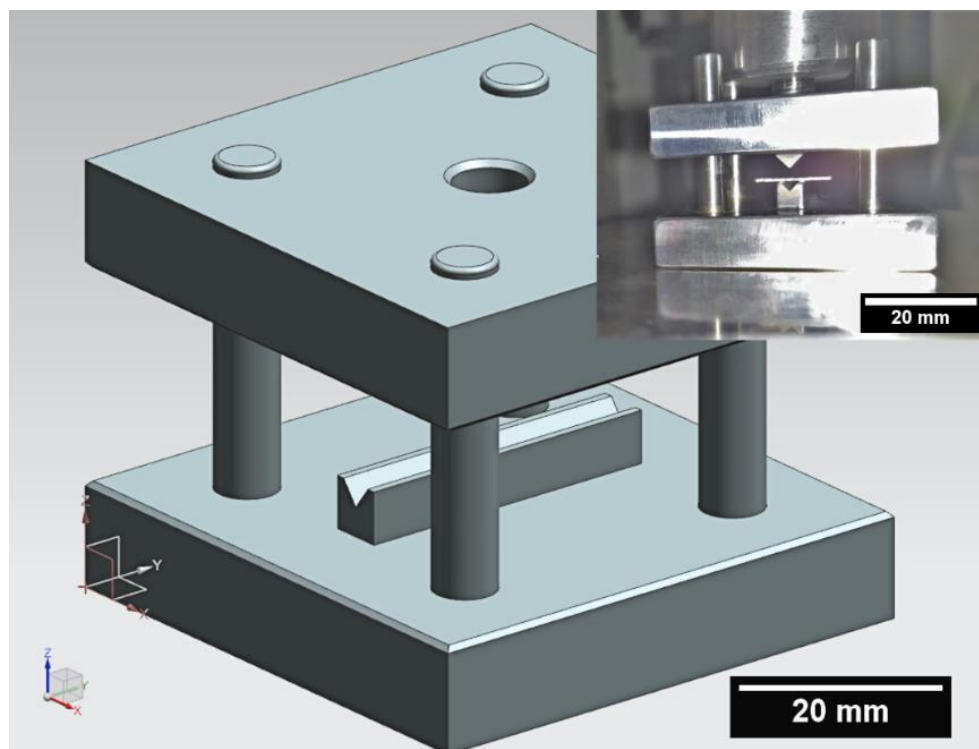


Figura 3.4 - Representação esquemática do dispositivo utilizado para o ensaio de flexão em três pontos. A inserção exibe o dispositivo na máquina de ensaios com uma das amostras preparadas para o teste.

3.5 Produção de amostras Lote 2

As amostras desse lote foram produzidas em uma máquina AM OmniSint-160 (OmniTek, Brasil), equipada com laser de fibra Yb:YAG com potência máxima de 400W. O gás inerte utilizado foi o argônio. Um total de 81 amostras (dimensões 10 x 10 x 7 mm) foram impressas com base em um modelo de design de experimentos fatorial completo (3^3) com triplicata em todos os pontos.

Os parâmetros escolhidos para o estudo foram potência do laser, velocidade de varredura e hatch. Eles são apresentados na Tabela 3.2. Os níveis de cada parâmetro foram selecionados com base nos parâmetros relatados como ótimos por trabalhos que não consideravam o pré-aquecimento do substrato, recurso indisponível na máquina empregada [14,27,48,51,52,60] (os parâmetros encontrados na literatura estão resumidos na Tabela 1 do A). Com esses dados, calculou-se a média e o desvio padrão de cada parâmetro selecionado, independentemente da estratégia de varredura empregada em cada estudo específico. Os níveis de cada parâmetro foram definidos de forma que o ponto central ficasse próximo da média e os intervalos inferior e superior próximos do desvio padrão. A estratégia de varredura utilizada neste trabalho foi um movimento unidirecional do laser, realizado em tiras de 5 mm e com rotação de 32° entre as camadas (Figura 3.7). Essa estratégia de varredura foi escolhida por já ter sido aplicada com sucesso na mesma máquina em que foram impressas as amostras [60].

Tabela 3.2 - Fatores e níveis utilizados nos modelos de design de experimentos.

Parâmetros	Níveis		
	-1	0	1
Potência do laser [W]	147	197	247
Hatch [μm]	80	90	100
Velocidade de varredura [mm/s]	550	700	850

Dessas 81 amostras, 39 foram selecionadas com base em um design Box-Behnken (BB) com uma triplicata de todos os pontos. Este modelo foi escolhido porque permite que o método de análise de superfície de resposta seja usado com relativamente poucas amostras. Além disso, o modelo BB naturalmente exclui combinações extremas de parâmetros, que produzem muitos defeitos na manufatura aditiva. A Figura 3.5 detalha o espaço amostral do delineamento Box-Behnken.

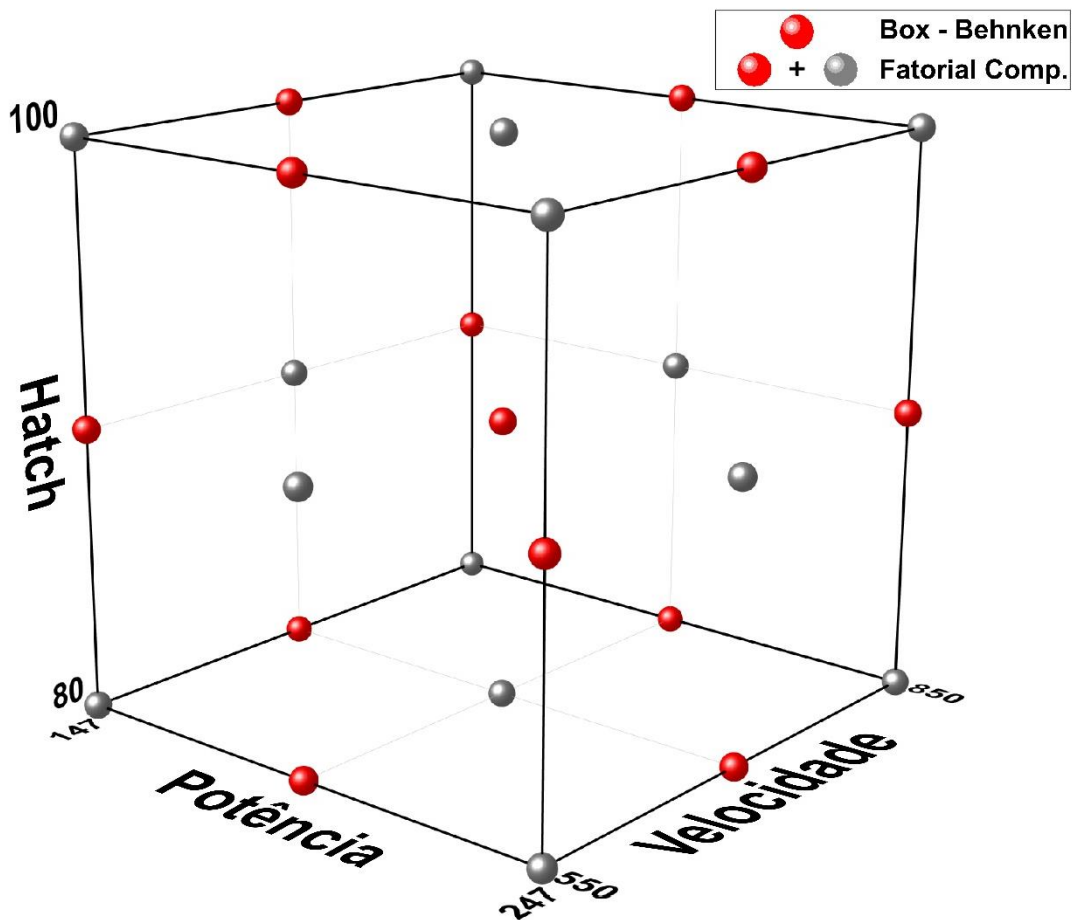


Figura 3.5 - Espaço amostral do delineamento Box-Behnken. Os pontos vermelhos descrevem as condições experimentais que foram avaliadas e os pontos cinzas descrevem as condições adicionais necessárias para realizar um planejamento Fatorial Completo.

A Figura 3.6 exibe as amostras impressas na plataforma de construção. Os números dentro dos círculos representam a combinação dos parâmetros utilizados para cada amostra do modelo BB (que estão correlacionados com os dados da Tabela 4.6, na sessão de resultados). Os números repetidos representam as triplicatas, possibilitando saber em qual

região do substrato cada triplicata foi posicionada. As amostras não numeradas são amostras do modelo fatorial completo, que foram impressas de forma extra, caso o modelo BB não produzisse os resultados adequados para otimização. Os números fora dos círculos, gravados diretamente nas amostras, representam a sequência de impressão, que começou de baixo para cima e da esquerda para direita. O fluxo de argônio no interior da máquina é não contínuo, uma vez que o modelo de máquina utilizado não possui extrator de fumo.

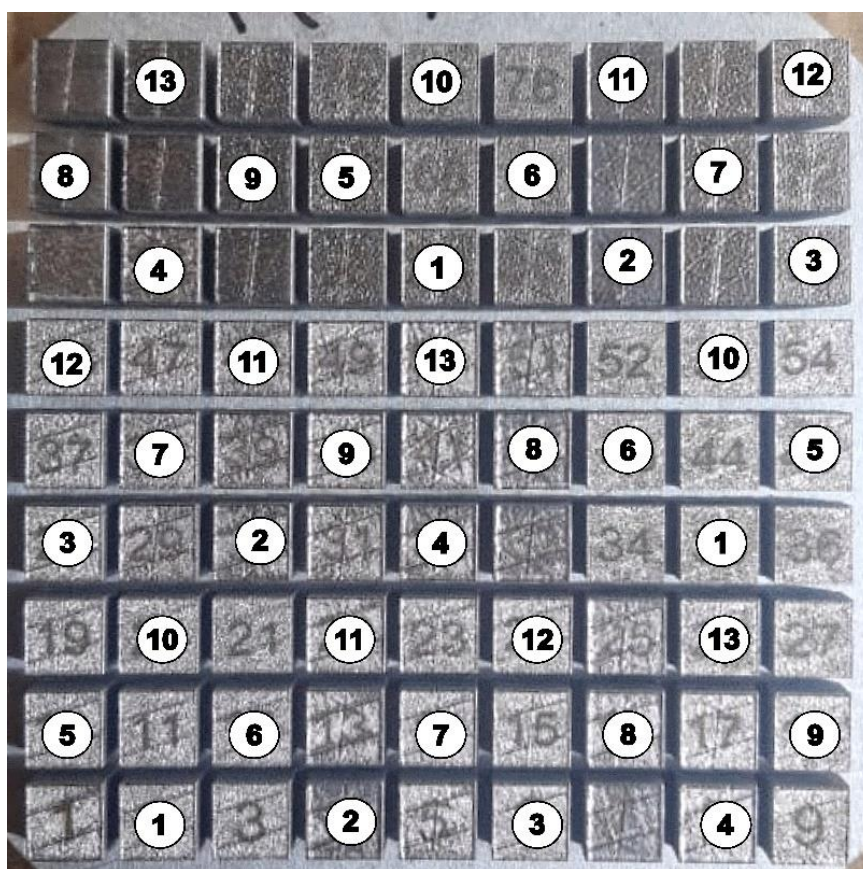


Figura 3.6 - Amostras H13 produzidas por LPBF. Os números dentro dos círculos mostram a distribuição dos parâmetros sobre o substrato para otimização.

3.5.1 Quantificação da densidade e porosidade para a otimização

As amostras tiveram sua densidade medida pelo método de Arquimedes utilizando um Densímetro Digital Gehaka DSL 910. Para a quantificação da porosidade, as 39 amostras de BB selecionadas foram cortadas longitudinalmente a aproximadamente 2 mm da superfície lateral direita, considerando a visão externa da máquina. Posteriormente, foram lixadas e polidas com pasta diamantada (3 μm). Cinco imagens com aumento de 50x

foram feitas em cada amostra, em diferentes regiões da superfície polida. As imagens foram adquiridas com um microscópio óptico Olympus BX41M-LED e os poros foram medidos com contagens de pixels usando o software ImageJ. A porosidade média das cinco imagens foi considerada como a porosidade da amostra. As duas respostas distintas (densidade e porosidade) foram escolhidas para avaliar se apresentariam uma boa correlação. Se o aço H13 impresso tiver uma fração significativamente variável de austenita retida entre os parâmetros testados, espera-se que a densidade e a porosidade não se correlacionem muito bem. Entretanto, se a variação da austenita retida não for significativa, espera-se que a densidade e a porosidade apresentem uma boa correlação.

Para análise dos dados foi utilizado o software STATISTICA 12 com nível de confiança fixado em 95%. Superfícies de resposta foram obtidas para densidade e porosidade. Parâmetros ótimos de porosidade foram escolhidos para serem utilizados na confecção dos corpos de prova para ensaios de desgaste (dimensões 10 x 10 x 20 mm - Figura 3.7). Tais amostras foram construídas com o mesmo pó reaproveitado depois de peneirado. Novas análises de densidade e porosidade foram realizadas e comparadas com dados anteriores.

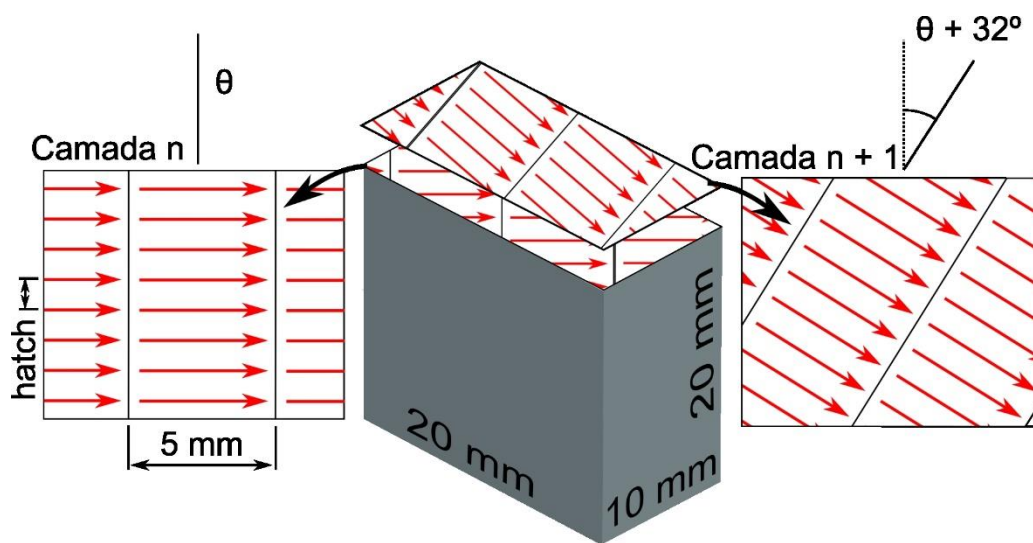


Figura 3.7 – A imagem superior exibe as dimensões das amostras impressas com os parâmetros ótimos juntamente com a estratégia de varredura empregada neste estudo, que consiste em faixas de 5 mm de largura com movimento unidirecional do laser. A espessura da camada foi definida em 30 micrômetros e, para cada camada subsequente, o padrão rotaciona 32 graus para a direita. A imagem abaixo exibe amostras reais produzidas com os parâmetros ótimos encontrados.

3.5.2 Caracterização microestrutural das amostras de desgaste

As amostras foram lixadas e polidas com pasta de diamante (3 μm) antes dos testes de desgaste. A porosidade das amostras foi quantificada utilizando análise de imagem (ImageJ) por meio da análise de cinco fotos por amostra via microscopia óptica. Além disso, a microestrutura dessas amostras

foi examinada utilizando microscopia óptica (Olympus BX41M-LED) após ataque com Nital 2% e utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI Quanta 400 equipado com detector de espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX).

A densidade das amostras foi determinada utilizando o método de Arquimedes com o densímetro digital Gehaka DSL 910. A dureza Vickers de cada amostra foi medida utilizando um microdurometro HMV Shimadzu. A identificação de fases foi conduzida por difração de raios X utilizando um difratômetro de raios X modelo D8 Advance ECO da Bruker equipado com um detector de alta velocidade SSD 160.

3.5.3 *Ensaio de desgaste*

As amostras FLP-L produzidas foram testadas em três condições diferentes. Primeiramente, o teste de desgaste foi realizado em uma superfície perpendicular à direção de construção (chamada Como Construído Transversal - CC T - ver Figura 3.8). Na segunda condição, o teste foi realizado em uma superfície paralela à direção de construção (chamada Como Construído Longitudinal - CC L). Finalmente, a terceira condição foi realizada em uma amostra impressa e tratada termicamente (chamada de TT). Esta amostra foi analisada apenas na superfície perpendicular à direção de construção, porque o tratamento térmico utilizado remove a morfologia celular texturizada típica do processo FLP-L [47]. O tratamento térmico consistiu em austenitização a 1010 °C em um forno de fabricação própria (precisão de ± 6 °C), seguido de têmpera ao ar e revenimento duplo a 552°C em um forno elétrico (precisão de ± 5 °C). Para efeitos de comparação, uma quarta amostra foi produzida por fusão a arco elétrico em atmosfera de argônio usando um forno da Edmund Bühler GmbH. Esta amostra passou pelo mesmo tratamento térmico mencionado anteriormente e foi chamada de "convencional".

Foram realizados testes tribológicos à temperatura ambiente em uma máquina Plint & Partners TE 67/R. Os testes foram do tipo recíproco em uma configuração de esfera-sobre-placa, realizados em triplicata. O pino é feito de

Al₂O₃. A Tabela 3.3 mostra as condições do teste, que foram quase todas realizadas de acordo com o padrão (ASTM G133-05, "Procedimento A" [78]), com exceção do raio da ponta do pino, que foi de 5,2 mm ao invés de 4,76 mm.

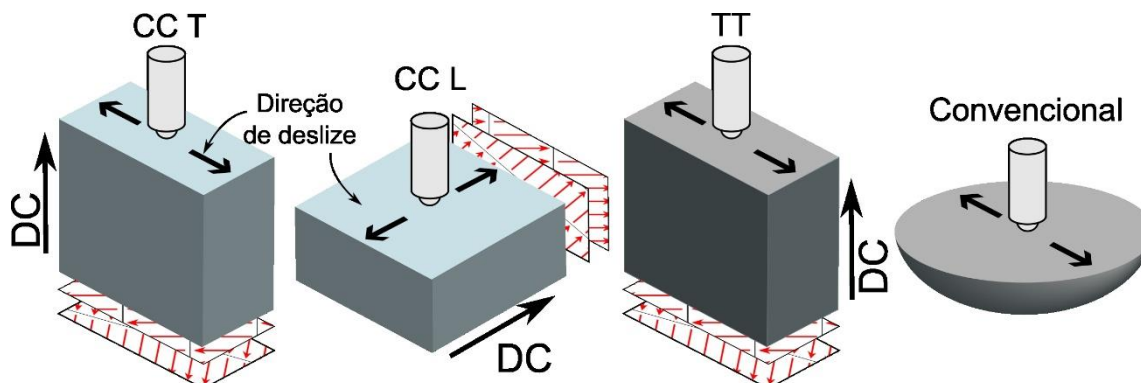


Figura 3.8 - Esquema mostrando a direção de deslizamento nos testes de desgaste em relação à estratégia varredura. BD = direção de construção.

Tabela 3.3 - Condições operacionais adotadas para realizar os testes de desgaste (Procedimento A prescrito pela norma ASTM G133-05).

Condições do ensaio	Norma	Aplicado
Raio do pino	4.76 mm	5.2 mm
Carga	25 N	25 N
Comprimento de desliz.	10 mm	10 mm
Frequência	5 Hz	5 Hz
Distância	100 m	100 m
Duração	16.7 min	16.7 min
Veloc. Média de desliz.	0.1 ms ⁻¹	0.1 ms ⁻¹
Humidade relativa	50 ± 10%	51 ± 8%
Temperatura	22 ± 3°C	21 ± 2°C
Lubrificação	Não aplicado	Não aplicado

O coeficiente de atrito (COF) foi calculado automaticamente. A perda de volume foi medida por meio de topografia de superfície em 3D usando um microscópio Olympus LEXT OLS 4000. A rugosidade da superfície também foi examinada usando microscopia confocal em três regiões distintas para cada amostra. A análise das superfícies desgastadas foi realizada por MEV nas condições e instalações mencionadas anteriormente. A taxa de desgaste específico foi calculada a partir da fórmula $K = V/(F \cdot D)$, onde V (mm³) é o volume de material removido, F (N) é a carga normal e D (m) é a distância de deslizamento.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização do pó

A Tabela 4.1 mostra a composição química do pó de H13 fornecido pelo fabricante (LPW) e a composição medida experimentalmente. As composições nominais e medidas são muito semelhantes, e ambas estão dentro dos valores sugeridos pela norma ASTM A681 [36]. A Figura 4.1 - a) mostra a distribuição de tamanho de partículas do pó. Pode-se observar que o d50 está em torno de 25-30 μm e 70% do pó é <35 μm . Esses tamanho médio e distribuição de tamanho de partículas são semelhantes aos comumente usados em FLP-L de aços [14,48,50,52,79,80]. A morfologia e a presença de partículas satélites foram observadas por MEV, conforme mostrado na Figura 4.1 - b). A morfologia do pó é quase esférica, com uma superfície relativamente áspera. Uma alta fração de partículas de satélite pode ser observada. O APÊNDICE B contém mais imagens do pó tiradas em diferentes distribuições de tamanho.

Tabela 4.1 - Composição química do pó de H13 (% em peso) utilizado. Valores medidos e valores da empresa fornecedora do pó (LPW).

	Fe	C	Mn	Si	Cr	V	W	Mo
Medido	Bal.	0,39	0,44	0,92	5,01	0,92	-	1,34
LPW	Bal.	0,36	0,4	1,00	5,21	0,90	-	1,47

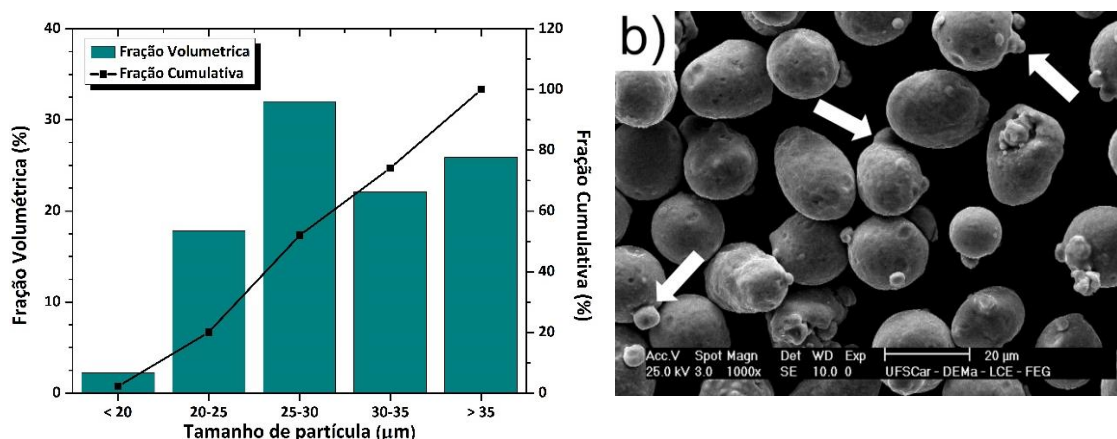


Figura 4.1 - a) Distribuição granulométrica do pó de aço H13 utilizado; b) Imagens de pó de H13 obtidas por MEV para faixa de tamanho de partícula <math>< 20 \mu\text{m}</math>. As setas brancas indicam algumas partículas satélites.

Os resultados da difração de raios X (DRX) são mostrados na Figura 4.2. Padrões de DRX semelhantes foram obtidos para as diferentes faixas de tamanho de partícula, com formação de apenas duas fases: martensita e austenita retida. A Figura 4.3 mostra a microestrutura do pó de H13, onde a martensita formada a partir de dendritas prévias de austenita coexiste com austenita retida. Esses resultados estão de acordo com os resultados de DRX e a com a literatura [21].

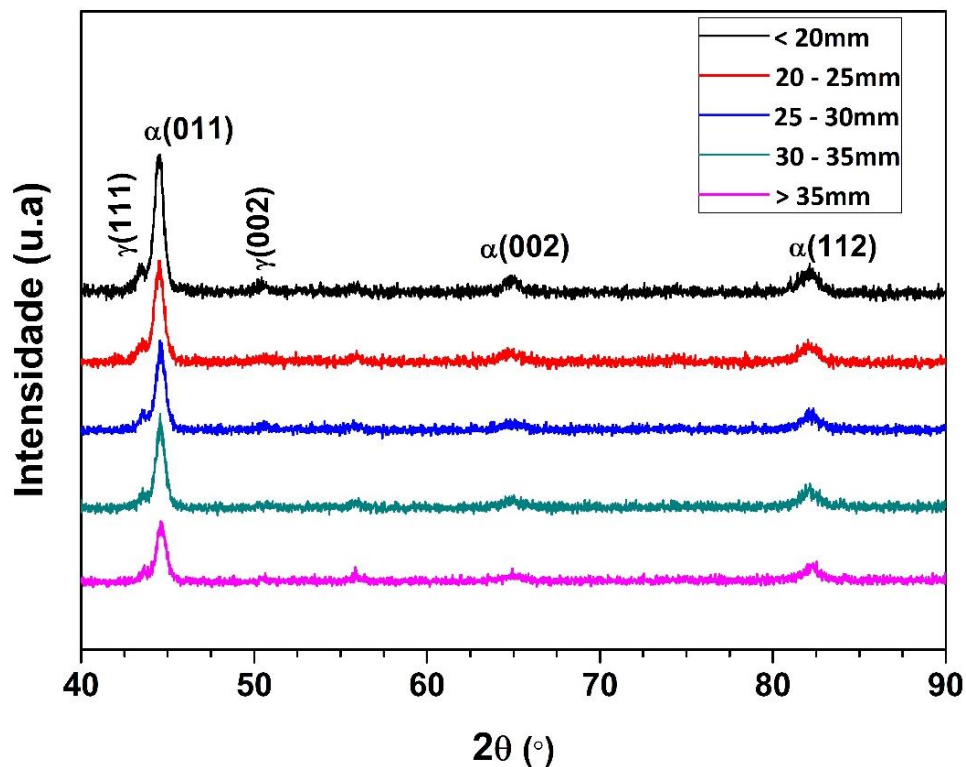


Figura 4.2 - Difratograma do pó H13 para as diferentes faixas de tamanho de partícula.

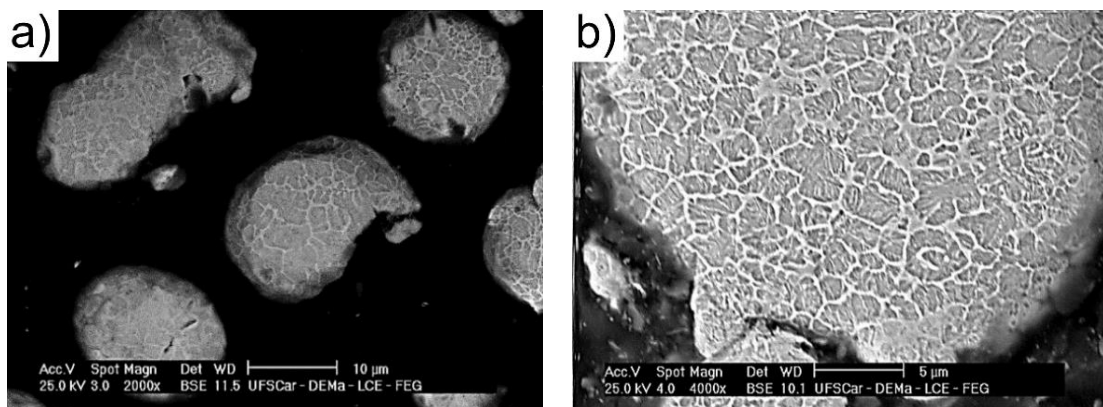


Figura 4.3 - Micrografias do pó de H13 para as faixas de tamanho de partículas de (a) 20-25 μm e (b) $>35 \mu\text{m}$.

4.2 Amostras do lote 1 – seleção para caracterização

Todas as 90 amostras produzidas no primeiro lote passaram por análises de densidade pelo método de Arquimedes e Picnometria com gás hélio. Os resultados são mostrados na Figura 4.4. Pelas duas curvas é possível perceber que a densidade é menor para valores de densidade de energia (VED) baixos. No entanto, a densidade aumenta rapidamente com o aumento da VED até atingir um valor máximo, antes de começar a diminuir novamente. Esse comportamento está de acordo com a literatura [7,13,22,52], e é bem explicado pelos tipos de defeitos formados durante o processo. Baixos valores de VED podem não ser suficientes para fundir completamente as camadas de pó. Neste caso, a falta de fusão (LOF) é o problema mais comum [13,22,46]. Em altos valores de VED, defeitos como a porosidade Keyhole [7,22,46] ou pequenos poros causados pela vaporização do material [13] são os que afetam a densidade.

Pode-se observar também que os valores de densidade obtidos pelo método de Arquimedes são inferiores aos obtidos pela picnometria. Isso pode ser explicado pelo tamanho do átomo do gás hélio (0,31 Å), que é muito menor que a molécula de água (2,75 Å), e pela viscosidade do gás hélio (Hélio 25 °C, 1 bar: $19,68 \times 10^{-6} \text{Ns/m}^2$) que é menor que a viscosidade da água (água 25 °C, 1 bar: $891 \times 10^{-6} \text{Ns/m}^2$). Tais características permitem que os átomos de gás hélio penetrem melhor nos poros abertos na superfície da amostra, proporcionando um valor de densidade superior ao do método de Arquimedes, conforme observado por de Terris et al. [22]. Além disso, o método de Arquimedes apresenta um desvio padrão maior nas medições. Isso está relacionado com formação de pequenas bolhas de água na superfície das amostras durante os testes, aumentando o erro.

Pelas razões apresentadas, a densidade de picnometria foi usada para selecionar as três amostras com a maior densidade obtida ($>99,5\%$), mas com diferentes densidades de energia ($\sim 200, 400$ e 600J/mm^3). Os parâmetros utilizados para produzir essas amostras são apresentados na Tabela 4.2,

juntamente com a densidade medida por picnometria e a densidade relativa com base no valor teórico ($7,9 \text{ g/cm}^3$) presente em [7]. Embora as amostras apresentem densidades semelhantes, pode-se observar que elas foram produzidas sob densidades de energia completamente diferentes. Suas diferenças nas propriedades estruturais e mecânicas serão discutidas mais adiante.

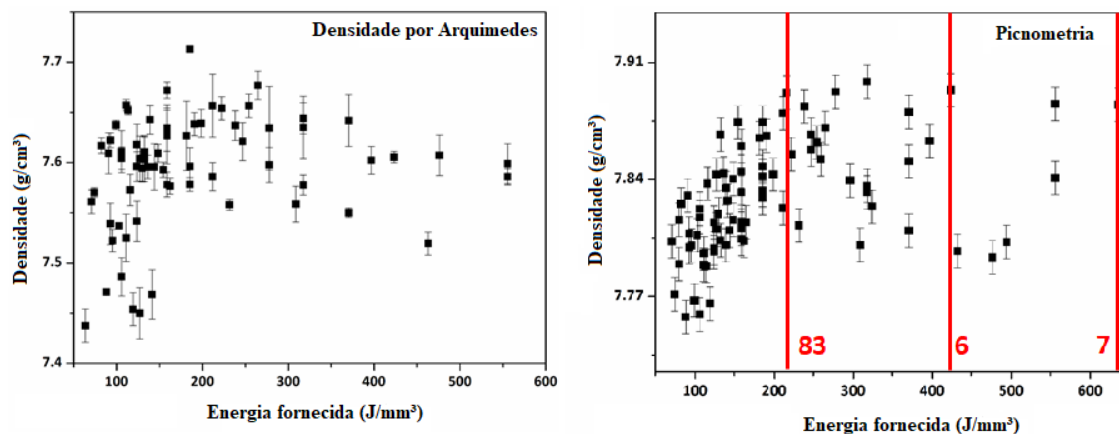


Figura 4.4 - Curvas de densidade vs densidade de energia obtidas por a) método de Arquimedes e b) por picnometria.

Tabela 4.2 - Amostras selecionadas para investigação, nomeadas com base em suas respectivas densidades de energia aproximadas.

Amostra	Potência (W)	Velocidade (mm/s)	Hatch (mm)	VED (J/mm ³)	Densidade por picnometria (g/cm ³)	Densidade relativa (%)
200	350	600	0,090	216,0	7,892	99,90
400	400	300	0,105	423,3	7,894	99,92
600	400	200	0,105	634,9	7,885	99,81

4.2.1 Caracterização microestrutural das amostras selecionadas

A Figura 4.5 mostra os padrões XRD das amostras escolhidas tomadas nas seções longitudinal e transversal. Como pó, as amostras apresentam duas fases: martensita ($a=2,87 \text{ \AA}$, grupo espacial: IM-3M) e austenita retida ($a=3,61 \text{ \AA}$, grupo espacial: FM-3M). De acordo com a análise quantitativa de fases realizada pelo método de Rietveld com o software Maud (mais informações no

APÊNDICE C), o percentual volumétrico de austenita retida (AR) variou entre as amostras, e os valores são apresentados na Tabela 4.3. Também é possível observar que a intensidade dos picos se altera de uma seção de amostra para outra, o que sugere a presença de textura. Isso é esperado em amostras de MA devido ao fluxo preferencial de extração de calor em direção ao substrato, conforme já evidenciado em outros estudos [9,51]. Nota-se também que essa variação é mais acentuada nos picos da fase austenítica. Esse fenômeno pode ocorrer de forma semelhante ao observado nos aços maraging, onde a austenita assume uma textura fibrosa na direção $\langle 001 \rangle$. No entanto, a martensita é pouco texturizada, pois a transformação martensítica pode induzir diferentes orientações cristalográficas, mesmo a partir de um grão de austenita orientado, minimizando assim os efeitos de textura [9,60].

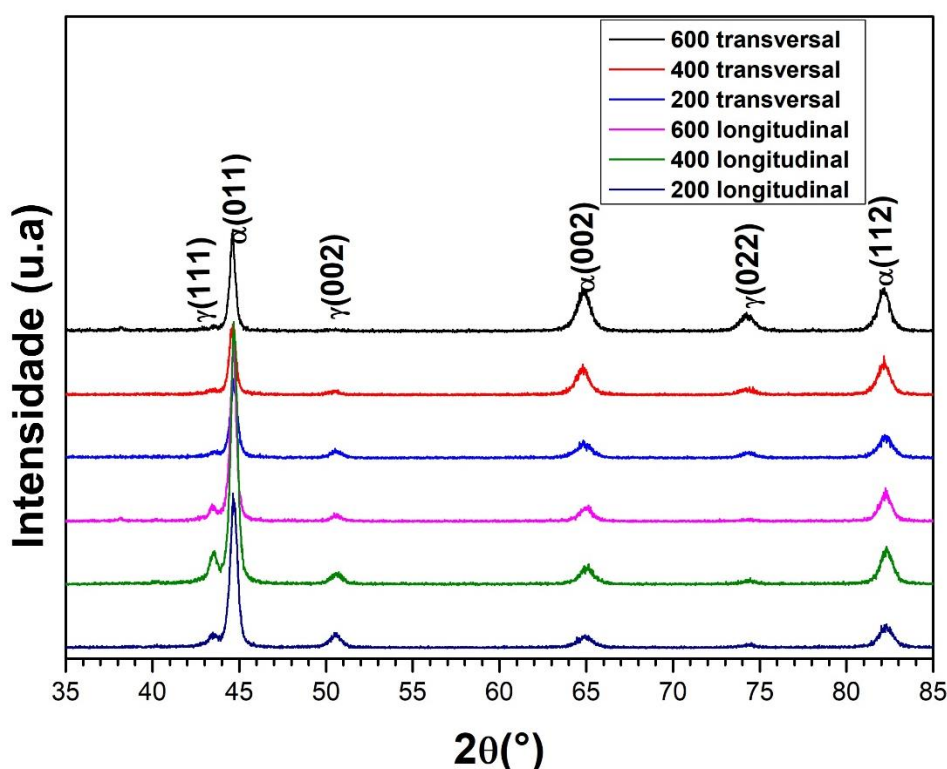


Figura 4.5 - Padrões de difração de raios-X das seções longitudinal e transversal das amostras selecionadas.

Tabela 4.3 - Valores de austenita retida (AR), porosidade e marcas de camada (MC) encontrados em cada uma das amostras estudadas.

	200	400	600
AR (%)	18,0 ±1,1	16,8 ±1,2	10,1 ±0,4

Porosidade (%)	0,381 ±0,114	0,365 ±0,235	0,124 ±0,010
MC (µm)	30,18 ±10,61	46,01 ±9,14	46,46 ±13,05

A Figura 4.6 apresenta imagens de MO das regiões superior, média e inferior das três amostras escolhidas, no corte longitudinal. Para todas as amostras é possível observar as marcas características das camadas depositadas. Para melhor quantificar a presença de poros, foram realizadas análises de 15 imagens diferentes da seção longitudinal de cada amostra usando o software ImageJ. Os resultados são mostrados na Tabela 4.3.

As amostras 200 e 400 apresentaram maior fração de poros que a amostra 600. Isso parece contraditório porque as amostras 200 e 400 apresentaram densidade ligeiramente maior que a amostra 600. A fração volumétrica das fases pode explicar isso. A austenita apresenta uma densidade maior que a martensita. A maior fração de austenita retida nas amostras 200 e 400 (Tabela 4.3) pode ter compensado a fração ligeiramente maior de poros nessas amostras, o que pode explicar a maior densidade observada. Para se entender melhor esse comportamento, é preciso considerar uma nova densidade teórica, que leve em conta as duas fases presentes. A densidade teórica pode ser calculada a partir da seguinte equação:

$$\rho = \frac{n \cdot A}{V_c \cdot N_a} \quad (2)$$

Onde n é o número de átomos por célula unitária. A é o peso atômico, V_c é o volume da célula unitária e N_a é o número de Avogadro. Para fins de simplificação, uma vez que o ferro é o elemento predominante na liga, consideremos apenas ele. O volume da célula cúbica de corpo centrado (CCC) para a ferrita é $4R/(3\frac{1}{2})^3$. Para a austenita (cúbica de faces centradas – CFC) o V_c corresponde a $16R^3(2)^{\frac{1}{2}}$. O peso e o raio atômico são 55,845 g/mol e 1,241 ångströms respectivamente [81]. Sabendo-se que o n_{ccc} é igual a 2 e o n_{cfc} igual a 4, e que o N_a é igual a 6,023E+23, concluímos que a densidade teórica é igual a aproximadamente 7,877 g/cm³ para a ferrita e 8,576 g/cm³ para a austenita. Com a fração de fases de cada amostra, disponível na Tabela 4.3, é possível calcular uma nova densidade teórica para cada amostra. Por exemplo para amostra 200, a nova densidade teórica seria $\rho = 0,82x(7,877) + 0,18x(8,576)$.

Dessa forma tem-se, na Tabela 4.4, os valores da densidade teórica e da densidade relativa ajustados. Nota-se que agora a amostra 600 é a com maior porcentagem de densificação. O que esta de acordo com o seu menor número de defeitos apresentado.

Tabela 4.4 - Nova densidade relativa, calculada levando-se em conta a fração de fases.

Amostra	Densidade por picnometria (g/cm ³)	Densidade teórica considerando a fração de fases (g/cm ³)	Nova densidade relativa (%)
200	7,892	8,003	98,61
400	7,894	7,995	98,74
600	7,885	7,948	99,21

De forma complementar à análise dos poros, foi realizada uma análise das distâncias entre as marcas das camadas (MC) observado nas figuras, com cinco medidas para cada imagem, totalizando 15 medidas por amostra. Esses resultados também são apresentados na Tabela 4.3. Pode-se observar que as amostras com maiores densidades de energia apresentaram maior espaçamento médio entre as MCs, superando o valor da espessura da camada utilizada (30 μm). Isso indica que houve maior penetração da poça de fusão nas camadas anteriores, o que é importante para promover uma boa adesão entre as camadas, evitando defeitos de falta de fusão [7]. Além disso, a amostra com a menor densidade de energia também apresentou o menor espaçamento médio entre as MCs e a maior porcentagem de poros.

Espaçamentos maiores, conforme indicado pelas setas na Figura 4.6 (a) e (b), não foram incluídos na análise da espessura da marca. Segundo Deirmina et al. [23], as diferenças no contraste de corrosão indicam regiões cuja martensita sofreu menos revenimento durante o reaquecimento intrínseco do processo MA. Esta também pode ser a razão pela qual todas as amostras apresentaram uma região muito clara nas últimas camadas depositadas (que não sofrem reaquecimento por serem as últimas camadas), conforme visto na parte superior das imagens das Figura 4.6(a), (b) e (c). Portanto, as regiões mais claras correspondem a regiões menos revenidas, e sua aparência, exceto nas

camadas superiores, pode ser explicada pelo modo de fusão Keyhole, no qual a pressão de recuo acima da poça de fusão torna-se predominante e excede a tensão superficial do metal fundido, fazendo com que a poça penetre profundamente em muitas camadas previamente depositadas [22,24]. Neste caso, após a solidificação, o calor transmitido pela deposição da próxima camada pode não ser suficiente para causar um revenimento intrínseco no fundo da poça de fusão inicial produzida no modo keyhole, pois será equivalente a poucas camadas de profundidade. A maior camada observada na Figura 4.6 (b) apresentou 144,63 μm em sua maior espessura, o que resultaria em uma profundidade de aproximadamente 4,8 camadas, considerando a espessura de 30 μm utilizada.

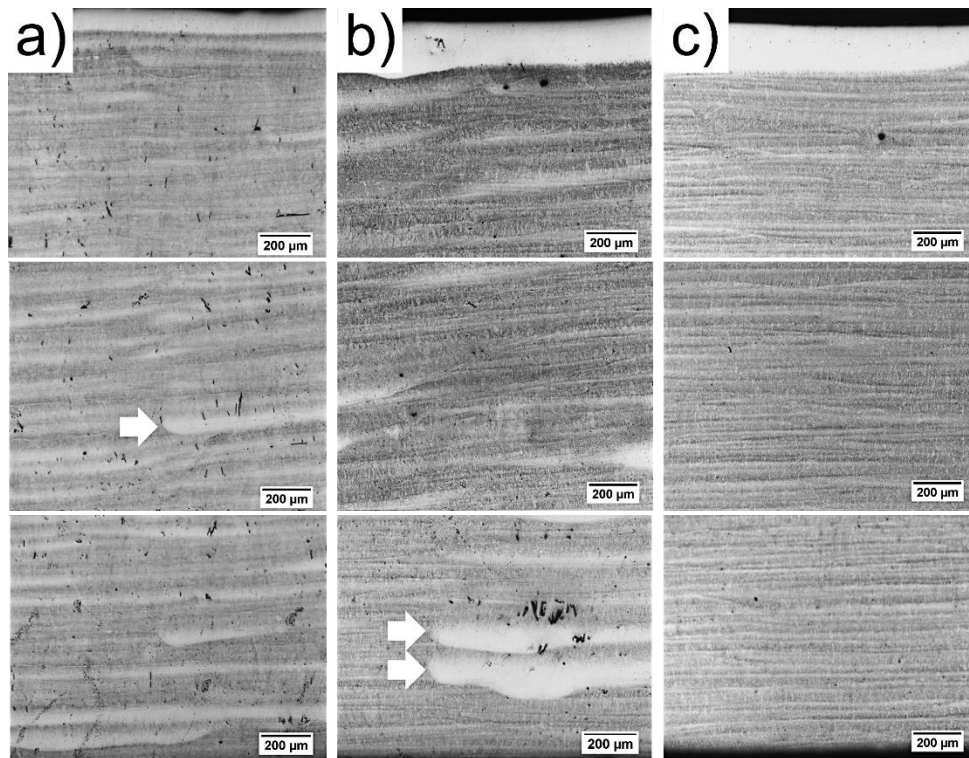


Figura 4.6 - Micrografias ópticas da seção longitudinal das amostras 200 (a), 400 (b) e 600 (c) mostrando as regiões superior, intermediária e inferior. As setas brancas indicam exemplos de regiões que foram fundidas no modo keyhole.

A Figura 4.7 mostra a microestrutura das amostras selecionadas, observadas por MEV. Uma estrutura celular de martensita circundada por austenita retida foi observada para todas as amostras, com tamanhos de célula variando aproximadamente entre 0,6 e 2,8 μm . Essa microestrutura é explicada pela alta taxa de resfriamento do processo (em torno de 10^4 K/s) [4,7,82]. E pode

variar um pouco a depender da região da poça de fusão. A Figura 4.8 mostra uma imagem da amostra 400 observada com maior magnificação. A imagem foi obtida na região central do corte longitudinal. Pequenas partículas de contraste semelhante a fase presente entre as células podem ser observadas dentro da estrutura celular. Elas serão melhor discutidas posteriormente. A formação da microestrutura celular do aço H13 processado por FLP-L tem sido amplamente relatada na literatura [4,11,23,48,50–52,60], e hipóteses sobre seu desenvolvimento podem ser encontradas em [47].

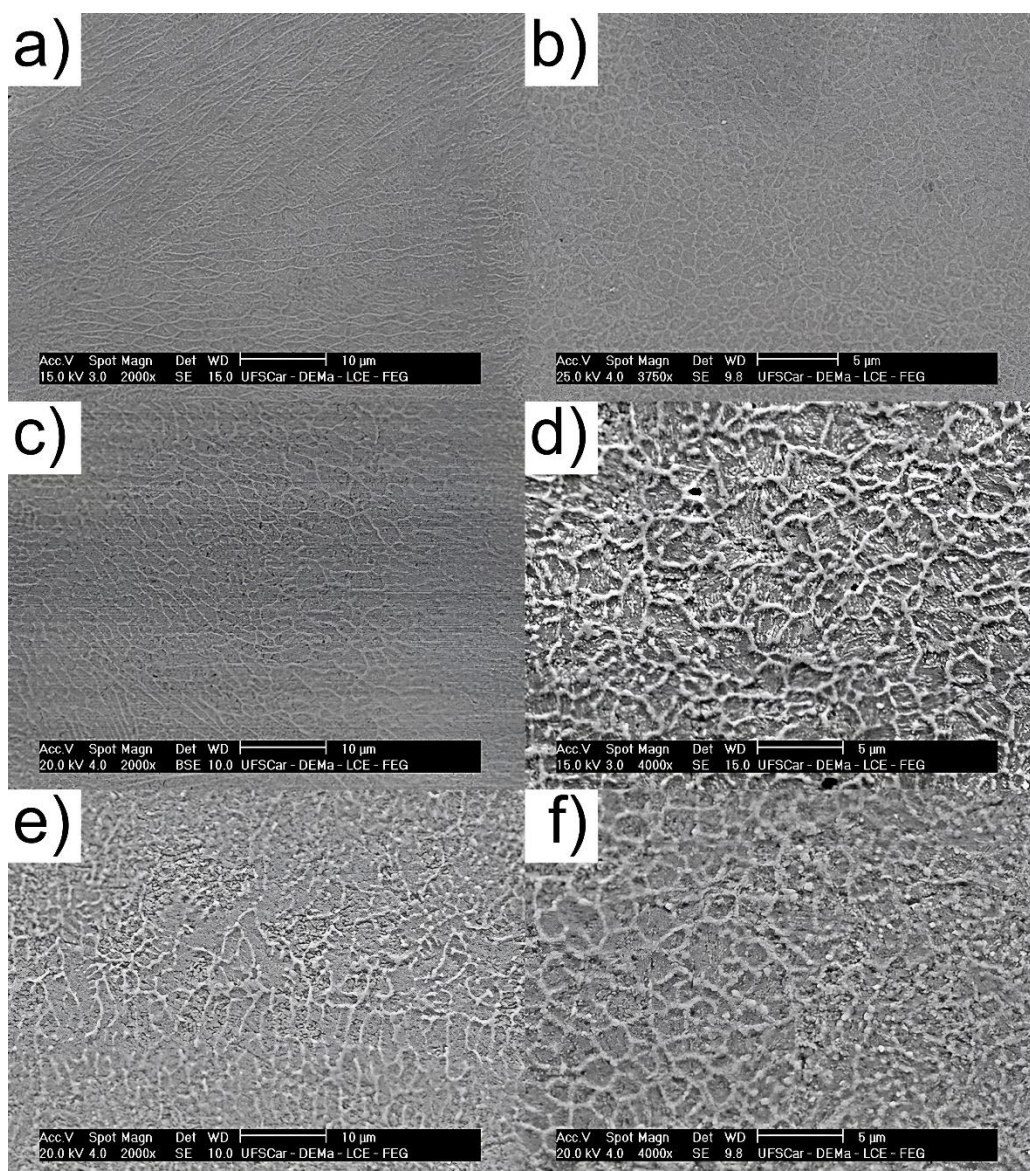


Figura 4.7 - Micrografias de MEV das amostras fabricadas por FLP-L: (a), (c) e (e) são as seções longitudinais das amostras 200, 400 e 600, respectivamente; (b), (d) e (f) são as seções transversais das amostras 200, 400 e 600, respectivamente.

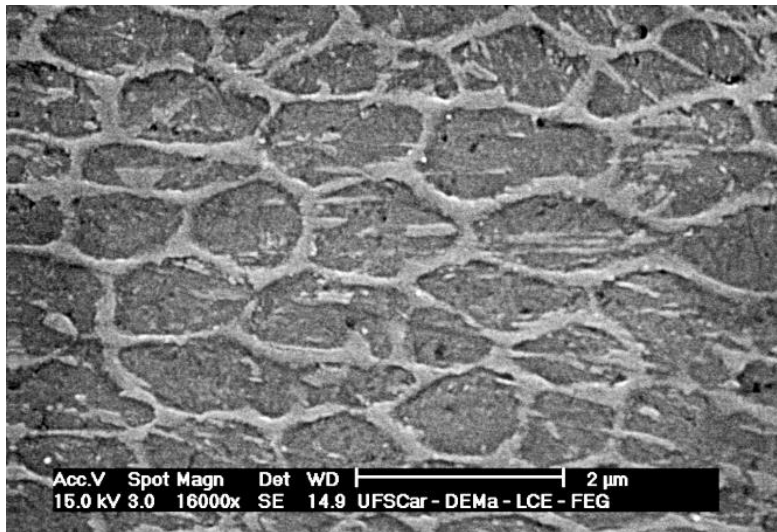


Figura 4.8 – Micrografia de MEV da amostra 400.

A Figura 4.9 mostra as imagens MET das amostras 400T e 600T. A imagem de campo claro da amostra 400T confirma a presença de martensita e austenita retida observada por DRX; as figuras (b), (c) e (d) trazem a imagem de campo claro da região analisada pelo ACOM-TEM, e são os mapas de índice, confiabilidade e fases, respectivamente (mais informações sobre esses índices podem ser encontradas em [83]). Olhando para esses mapas, é possível perceber que a análise foi confiável para quase toda a região, mas em alguns pontos identificados como fase austenítica, a indexação não foi alta. A razão disso pode ser que a região é uma fase diferente das outras, portanto não é nem martensita, nem austenita retida (pode ser um precipitado por exemplo). Outra possibilidade é que a rede cristalina nesta região esteja distorcida por tensões residuais ou elementos em solução sólida, dificultando a indexação.

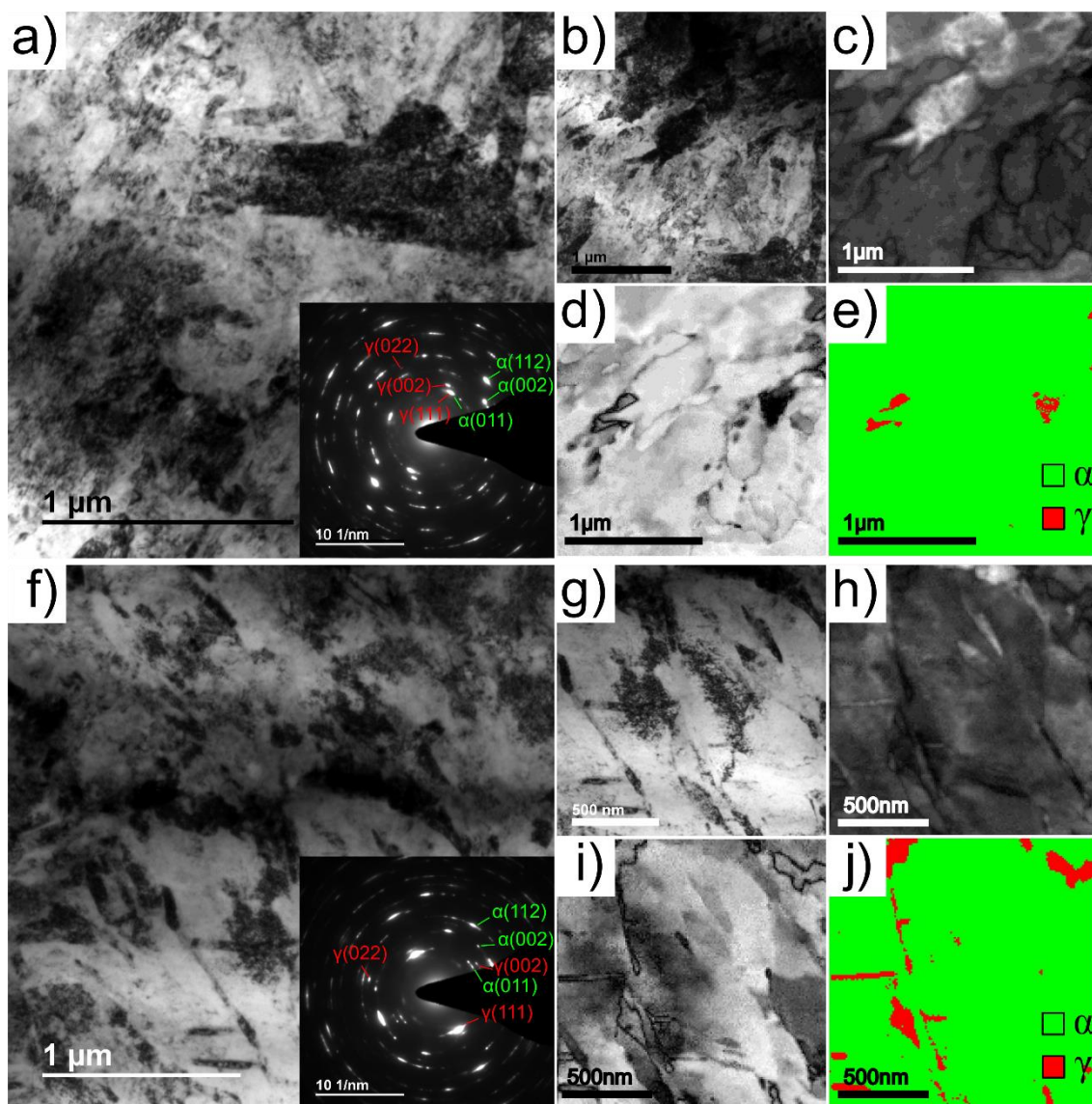


Figura 4.9 - (a) Imagem de campo claro TEM da amostra 400T. A inserção mostra o padrão de difração de elétrons. (b) Imagem de campo claro TEM da região analisada pelo ACOM-TEM. (c) Índice, (d) confiabilidade e (e) mapas de fase construídos pelo ACOM-TEM. As imagens de (f) a (j) mostram a mesma sequência de (a) a (e), mas para a amostra 600T.

Na Figura 4.9, as imagens de (f) a (j) seguem a mesma lógica sequencial de (a) a (e), mas para a amostra 600T. No padrão de difração também foram identificadas apenas martensita e austenita retida. A análise ACOM-TEM mostrou resultados interessantes para esta amostra. A confiabilidade das fases de austenita é melhor quando comparada com a da amostra 400. Essa fase austenítica é de ordem nanométrica, e se difere da parede da morfologia celular vista nas imagens de MEV (que é da ordem de microns). É possível notar que a

austenita retida é alongada em algumas regiões, sugerindo que a fase presente no interior das células mostradas na Figura 4.8 também pode ser austenita retida entre as ripas de martensita. Isso está de acordo com outras observações presentes na literatura [84]. Mais estudos precisam ser conduzidos para esclarecer esse efeito e como a austenita retida também pode se formar dentro das células.

4.2.2 Caracterização mecânica – Dureza Vickers e ensaios de flexão.

A Tabela 4.5 mostra os valores de dureza Vickers encontrados para cada amostra nas duas seções analisadas. Considerando o desvio padrão, não é observada diferença significativa na dureza Vickers entre as seções da mesma amostra. A amostra 600 apresentou menor dureza Vickers como resultado da maior densidade de energia, que impõe um fluxo de calor elevado em direção ao substrato, favorecendo o revenido intrínseco [7,23,25]. Esse efeito causa um tratamento térmico natural durante o processo que pode favorecer a aniquilação das discordâncias, o revenido da martensita supersaturada e o alívio das tensões residuais resultantes da solidificação rápida das camadas, reduzindo a dureza da amostra.

Tabela 4.5 - Resultados do ensaio de dureza Vickers para as amostras nas duas seções distintas (HV 0,5).

200 L	200 T	400 L	400 T	600 L	600 T
644 ±11	653 ±16	657 ±11	658 ±21	601 ±29	643 ±14

A Figura 4.10 mostra as curvas de tensão de flexão versus extensão de flexão medidas para quatro espécimes diferentes de cada amostra, sendo dois deles retirados transversalmente e dois longitudinalmente (olhar novamente a Figura 3.3). A tensão de flexão foi calculada a partir da seguinte equação [77]:

$$\sigma_F = (1.5FL)/(bt^2),$$

onde: F é a carga aplicada, L é a distância entre os dois pontos, e b e t são a largura e a espessura dos espécimes, respectivamente.

A amostra 200 apresentou os picos de tensão de flexão mais baixos, assim como uma deformação plástica relativamente pequena, o que é atribuído ao grande número de defeitos nessa amostra (Figura 4.6). Um dos espécimes da amostra 400 apresentou a maior tensão de flexão registrada entre todos, enquanto o outro apresentou desempenho semelhante ao da amostra 200. A amostra 400 mostrou a diferença mais significativa entre os dois espécimes testados. Isso pode ser explicado pelo número intermediário de defeitos presentes, os quais muitas vezes não estão uniformemente distribuídos, como pode ser observado na parte inferior da Figura 4.6(b). Isso pode ter contribuído para enfraquecer o material. Provavelmente, a região da qual o segundo espécime da amostra 400 foi retirado tinha mais defeitos e determinou seu baixo desempenho. A amostra 600 apresentou valores intermediários de tensão de flexão, mas os valores de extensão mais altos. Além disso, os picos de tensão foram maiores para a seção transversal. Isso pode ser efeito da textura observada anteriormente. Esse efeito foi sutil, sendo mais perceptível nesta amostra devido ao seu menor número de defeitos.

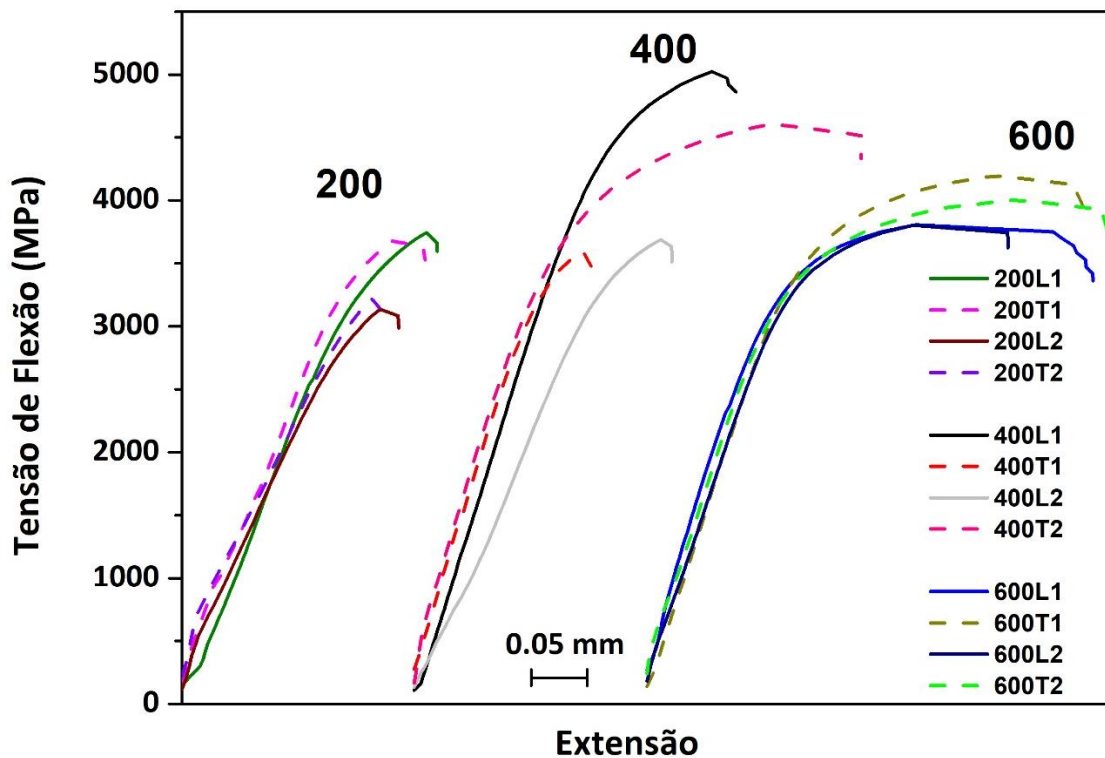


Figura 4.10 - Resultados dos testes de flexão. L e T indicam a direção (longitudinal ou transversal) paralela à maior superfície da amostra. Os números 1 e 2 servem apenas para diferenciar as réplicas de cada ensaio.

A Figura 4.11 mostra as trincas formadas durante os testes de flexão. As imagens (a), (b) e (c) foram obtidas por MO e mostram as marcas das trilhas depositadas (linhas pontilhadas) durante o processamento das amostras 200T1, 400L1 e 600L2, respectivamente. É possível observar que as trincas começaram em regiões que não coincidem com os limites da poça de fusão. Também é possível notar que as trincas nas imagens (a) e (b) mostram mudanças de direção mais abruptas do que aquela na imagem (c), o que pode estar associado ao maior número de defeitos nessas amostras e ser percebido por seus piores desempenhos, mostrados na Figura 4.10.

As Figura 4.11 (d) e (e) são das amostras 600T2 e 600L2, respectivamente, e foram obtidas por MEV para observar o caminho seguido pela trinca na microestrutura. Não é possível especificar, nessas imagens, nenhuma preferência pelo caminho de propagação na microestrutura celular. Isso difere de alguns outros materiais processados por FLP-L [85–87]. Esses resultados demonstram que para o H13 defeitos como poros e trincas têm maior

influência na falha mecânica e no caminho da trinca do que a diferenciação entre as fases na estrutura celular.

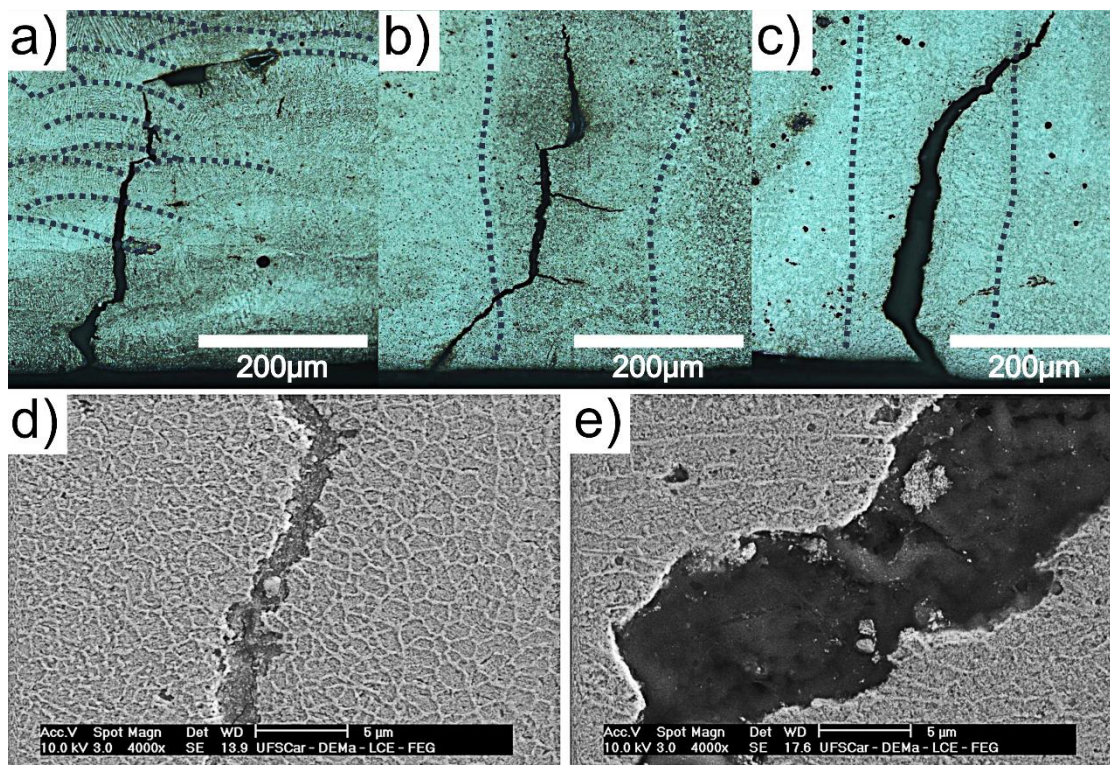


Figura 4.11 - Imagens das trincas formadas nos corpos de prova de flexão fraturados: a), b) e c) são imagens MO dos espécimes 200 T1, 400 L1 e 600L2, respectivamente (alguns contornos das trilhas foram destacados para facilitar a visualização); d) e e) são imagens de MEV dos espécimes 600T2 e 600L2, respectivamente.

A Figura 4.12 mostra as superfícies de fratura das amostras 200L, 400L e 600L. Na imagem (b), destaca-se a presença de lamelas na superfície de fratura. A amostra 200 foi a única que mostrou essa característica, que se acredita estar associada a um grande número de microtrincas presentes nesta amostra. Esse efeito será explicado mais adiante. As amostras 400L e 600L também estão exibidas nas imagens d) e f), respectivamente. As setas pretas indicam a existência de alguns defeitos, como trincas e poros, enquanto a seta branca indica um dos locais onde a falha por clivagem é evidente. Pode-se observar que o mecanismo de fratura foi principalmente por clivagem com formação de alguns pequenos *dimples* (quase-clivagem) na amostra 600. Isso está de acordo com relatos anteriores da literatura. Ren et al. [52] observaram que tensões de tração causam uma fratura por quase-clivagem em amostras de

aço H13 processadas por LPBF como impressas. Eles afirmaram que a presença de austenita retida, que é mais dúctil do que a martensita, favoreceu a formação de *dimples*. Yan et al. [53] observaram apenas clivagem em suas amostras de aço H13 como impressas, mas a formação de *dimples* ocorreu após tratamentos térmicos de revenimento a 600 °C. Outros autores também observaram fratura resultante de quase-clivagem após tratamentos de alívio de tensão em amostras de aço H13 impressas [88,89]. Em conclusão, a alta resistência do aço H13 junto com alguns defeitos impostos pelo processo de AM fazem com que este material apresente uma fratura predominantemente frágil, como observado neste estudo nas amostras 200 e 400. No entanto, o pequeno número de defeitos presentes na amostra 600, combinado com a alta densidade de energia imposta durante o processo e o consequente revenimento intrínseco sofrido por esta amostra, contribuem para o mecanismo de fratura por quase-clivagem apresentado por esta amostra, em concordância com sua maior extensão observada durante os testes de flexão.

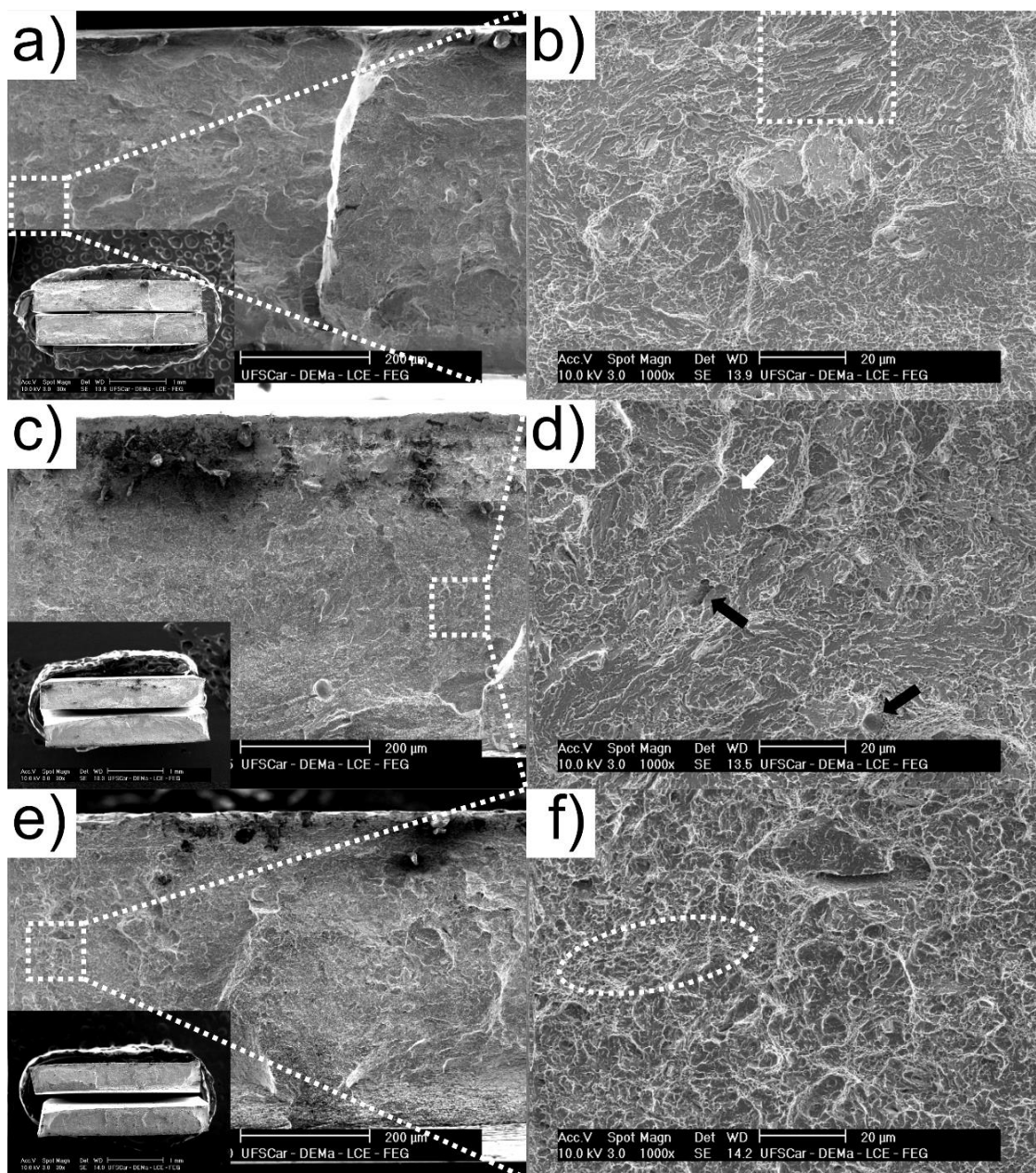


Figura 4.12 - Imagens de MEV das superfícies de fratura com diferentes ampliações: a) e b) amostra 200 L2 - o retângulo indica a presença de lamelas; c) e d) amostra 400 L2 - a seta branca indica marcas de clivagem e as setas pretas apontam para defeitos (fissura e poro); e) e f) amostra 600 L1 - o círculo destaca pequenas cavidades.

A Figura 4.13 mostra novas imagens da amostra 200 para exibir com maior nitidez o efeito das lamelas citado anteriormente. Para explicar melhor essa característica, pode-se observar a Figura 4.14, que também é da amostra 200, mas de outra região examinada em análises preliminares. Algumas microtrincas estão presentes nos contornos da estrutura celular. A Figura 4.14

(a) mostra a seção transversal, enquanto a Figura 4.14 (b) mostra a seção longitudinal, onde é possível observar que a microtrinca, além de estar localizada ao redor da estrutura celular, separa duas regiões com direções de crescimento diferentes. A origem de tais defeitos pode ser o resultado de tensões residuais causadas pelo alto gradiente de temperatura imposto pelo laser. Nesse caso, a zona afetada pelo calor se expande com o aumento da temperatura, mas sua expansão é limitada pelas camadas inferiores ou pelo substrato, gerando assim tensões de compressão. Em contrapartida, quando a poça fundida solidifica e esfria rapidamente, a camada superficial tende a contrair e, novamente, é impedida pelas camadas inferiores, o que gera tensões de tração. Se o estresse exceder a resistência à tração do material, podem ocorrer trincas [7,90].

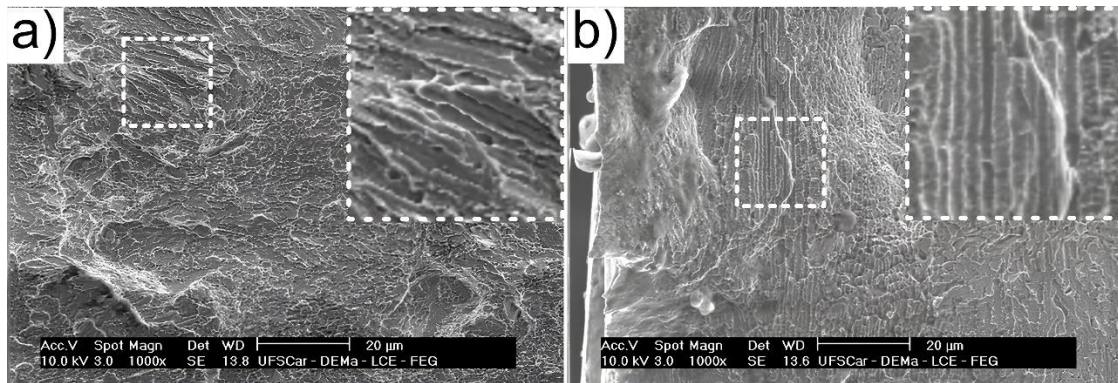


Figura 4.13 - Imagens de MEV da amostra 200 com maior ênfase nas lamelas. a) seção transversal; b) seção longitudinal.

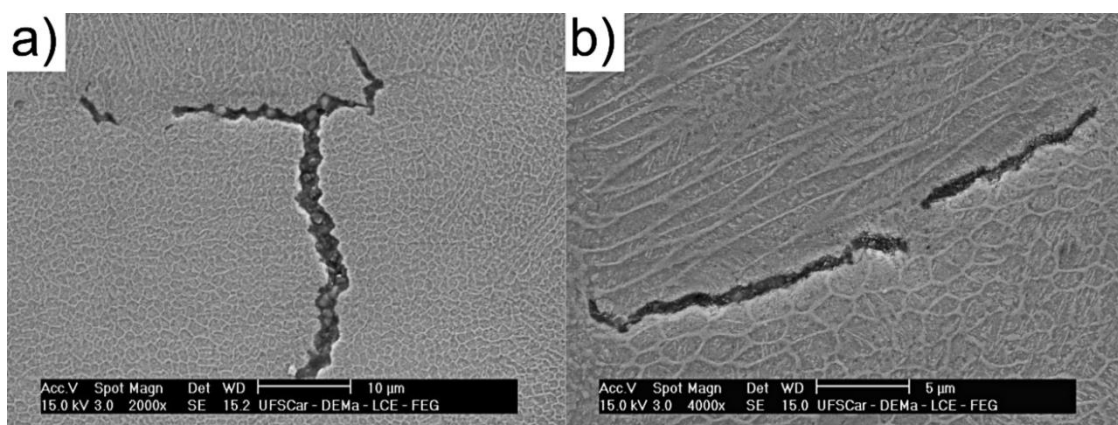


Figura 4.14 - Exemplos de microtrincas presentes na amostra 200: a) seção transversal; b) seção longitudinal.

No entanto, as microtrincas na Figura 4.14 são semelhantes às trincas de solidificação frequentemente observadas em superligas de níquel, ou mesmo

em ligas de alta entropia processadas por AM [31,91]. As trincas de solidificação aparecem nas etapas finais da solidificação, quando a contração térmica da fração já solidificada causa tensões que a fração ainda líquida não é capaz de suportar, gerando fissuras. Este problema é mais comumente encontrado em ligas que apresentam coeficientes de expansão térmica elevados e amplos intervalos de solidificação. A segregação de soluto é outro fator de risco, pois pode diminuir localmente o ponto de fusão [7,92]. Lee et al. [51] e Fonseca et al. [60] demonstraram que há segregação de soluto nas bordas da microestrutura celular de aço H13 processado por LPBF, o que também é considerado uma das causas da formação de austenita retida. Krell et al. [47] observaram através de simulações termodinâmicas usando o modelo de Scheil que o intervalo de solidificação do H13 é mais expressivo devido à segregação de soluto. Com base nessas informações, acreditamos que as trincas observadas na amostra 200 poderiam ser oriundas de solidificação, e não de tensões residuais.

Na soldagem, é sabido que a presença de trincas de solidificação pode mostrar uma morfologia dendrítica na superfície de fratura [92]. Guo et al. [31] observaram morfologia dendrítica em superfícies fraturadas em ensaios de tração de ligas de alta entropia FeCoCrNiMn-(N, Si) processadas por FLP-L, e associaram esses achados com trincas de solidificação. Dörfert et al. [49] encontraram estruturas lamelares na superfície de fratura de amostras de aço H13 testadas por fadiga, sem atribuir tais lamelas a qualquer mecanismo de fratura ou abordar possíveis causas. Estruturas similares também foram identificadas nas fraturas de aço H13 processado por FLP-L por Džugan et al. [89] após testes de tração. A Figura 4.15 sugere uma representação esquemática para explicar como a estrutura lamelar pode ser vista na superfície de fratura como resultado da presença de microtrincas de solidificação. As Figura 4.15 (a) e (b) definem um volume imaginário no material onde existe uma trinca de solidificação no contorno da microestrutura celular. As imagens (c) e (d) mostram como a fratura pode se originar ou tirar proveito de trincas pré-existentes para minimizar a energia necessária para a propagação. Finalmente, as imagens (e) e (f) mostram o surgimento de lamelas na superfície de fratura. É interessante observar que a presença de microtrincas na morfologia celular

pode levar à observação de lamelas na superfície de fratura em diferentes tipos de testes mecânicos além do teste de flexão.

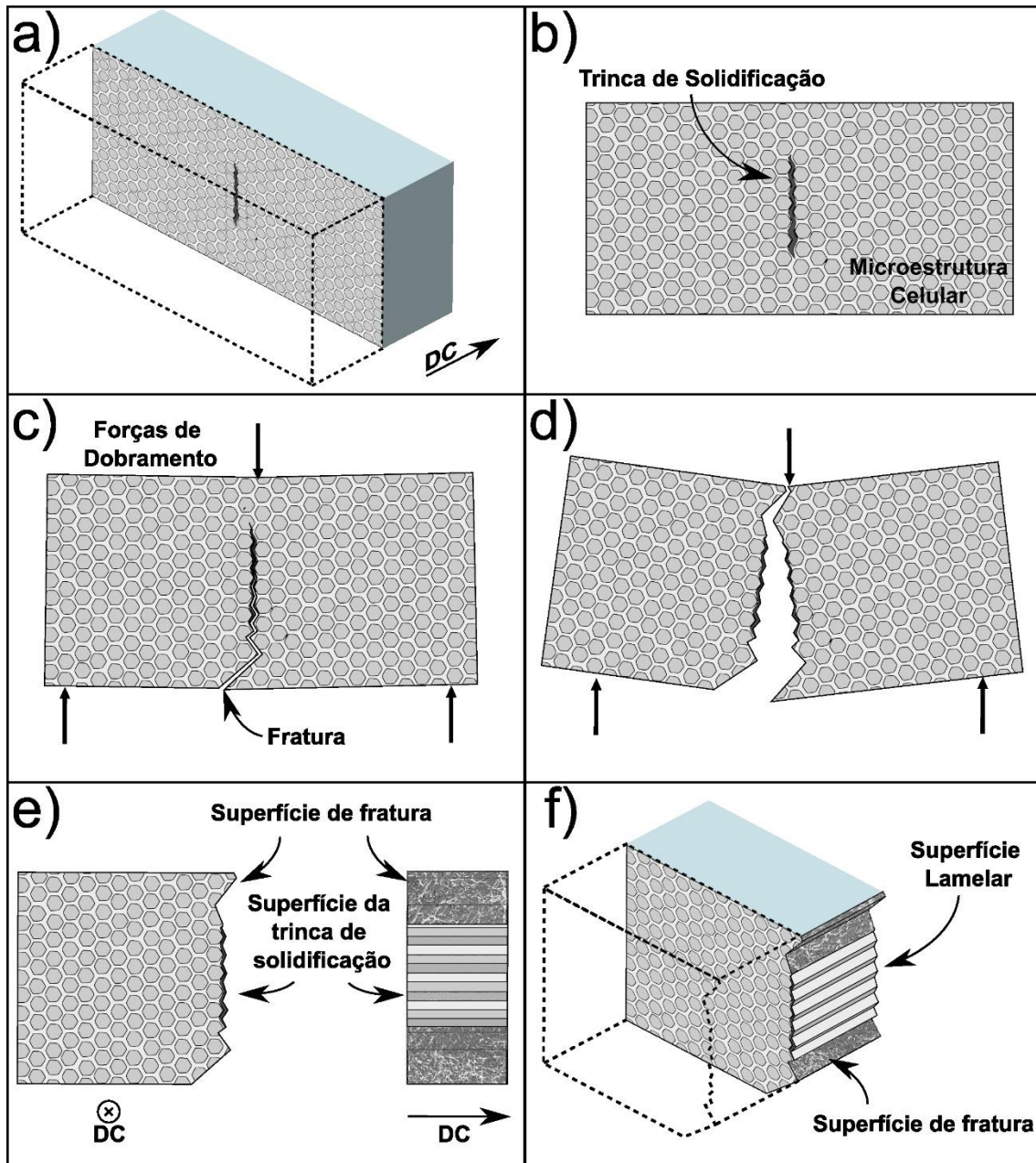


Figura 4.15 - Representação esquemática da formação da estrutura lamelar observada na superfície de fratura: a) e b) mostram um volume imaginário com uma microtrinca no contorno da microestrutura celular; c) e d) mostram a fratura durante o teste de flexão, aproveitando a existência da microtrinca; e) e f) mostram uma representação da superfície de fratura com as lamelas.

4.3 Amostras do Lote 2 – otimização de parâmetros.

As amostras do lote 2 foram produzidas em uma máquina de MA Omnisint-160 seguindo um modelo de projeto de experimentos Box-Behnken para a otimização de parâmetros.

A Tabela 4.6 mostra os parâmetros, os níveis escolhidos e as combinações propostas para o experimento Box-Behnken. As respostas de densidade e porosidade, correspondentes a cada triplicata de cada combinação, podem ser vistas nas colunas finais da tabela. Esses resultados podem ser visualizados graficamente plotando a densidade e a porosidade em função da densidade de energia volumétrica [7], como mostrado na Figura 4.16. É possível observar que a densidade aumenta rapidamente com o aumento da densidade volumétrica de energia (VED) até um nível relativamente estável. Isso já foi observado em estudos anteriores e pode ser explicado pelos tipos de defeitos formados em cada etapa do processo. Inicialmente, em baixo VED, o tipo de defeito predominante é a falta de fusão (LOF). Este defeito tem uma forma altamente irregular e é causado por lacunas onde o material não foi fundido pelo laser [46,52,60,93].

À medida que o VED aumenta, o LOF diminui, aumentando a densidade. No entanto, quando o VED aumenta muito, os defeitos não são mais causados por falta de fusão, mas pela instabilidade da poça de fusão, aprisionamento de gases ou evaporação de elementos de liga [7,52,60]. Esses defeitos podem ser poros menores e mais circulares ou poros maiores causados por instabilidade da poça (Keyhole).

A porosidade apresenta um comportamento inverso ao da densidade (Figura 4.16). Os desvios padrão de cada condição também diminuem com o aumento do VED. A Figura 4.17 mostra, com imagens de MO, como a porosidade varia. Das imagens a) a d), a porosidade diminui com o aumento do VED. Das imagens d) a e), a porosidade aumenta ligeiramente novamente com o aumento do VED. Nas imagens é possível notar como os defeitos variam de falhas de fusão em baixo VED, para poros mais circulares em altos VED, conforme mencionado.

Tabela 4.6 - Planejamento Box-Behnken e resultados de densidade e porosidade das amostras com seus valores reais e codificados para o modelo.

Exp	Potência [W]	Hatch [μm]	Vel. [mm/s]	Densidade [g/cm ³]			Porosidade [%]		
1	147 (-1)	80 (-1)	700 (0)	7,660	7,475	7,573	0,377	3,305	0,923
2	197 (0)	80 (-1)	550 (-1)	7,647	7,641	7,635	0,365	0,083	0,111
3	197 (0)	80 (-1)	850 (1)	7,620	7,646	7,549	0,435	0,415	1,460
4	247 (1)	80 (-1)	700 (0)	7,653	7,638	7,633	0,196	0,118	0,179
5	147 (-1)	90 (0)	550 (-1)	7,635	7,577	7,592	0,707	1,62	0,909
6	147 (-1)	90 (0)	850 (1)	7,340	7,203	7,273	6,433	8,20	8,92
7	197 (0)	90 (0)	700 (0)	7,651	7,643	7,639	0,211	0,310	0,492
8	247 (1)	90 (0)	550 (-1)	7,688	7,623	7,628	0,224	0,216	0,264
9	247 (1)	90 (0)	850 (1)	7,644	7,634	7,637	0,625	0,252	0,324
10	147 (-1)	100 (1)	700 (0)	7,470	7,323	7,381	3,993	6,285	5,707
11	197 (0)	100 (1)	550 (-1)	7,680	7,629	7,665	0,113	0,135	0,113
12	197 (0)	100 (1)	850 (1)	7,577	7,572	7,534	1,078	1,392	2,690
13	247 (1)	100 (1)	700 (0)	7,649	7,651	7,664	0,284	0,187	0,163

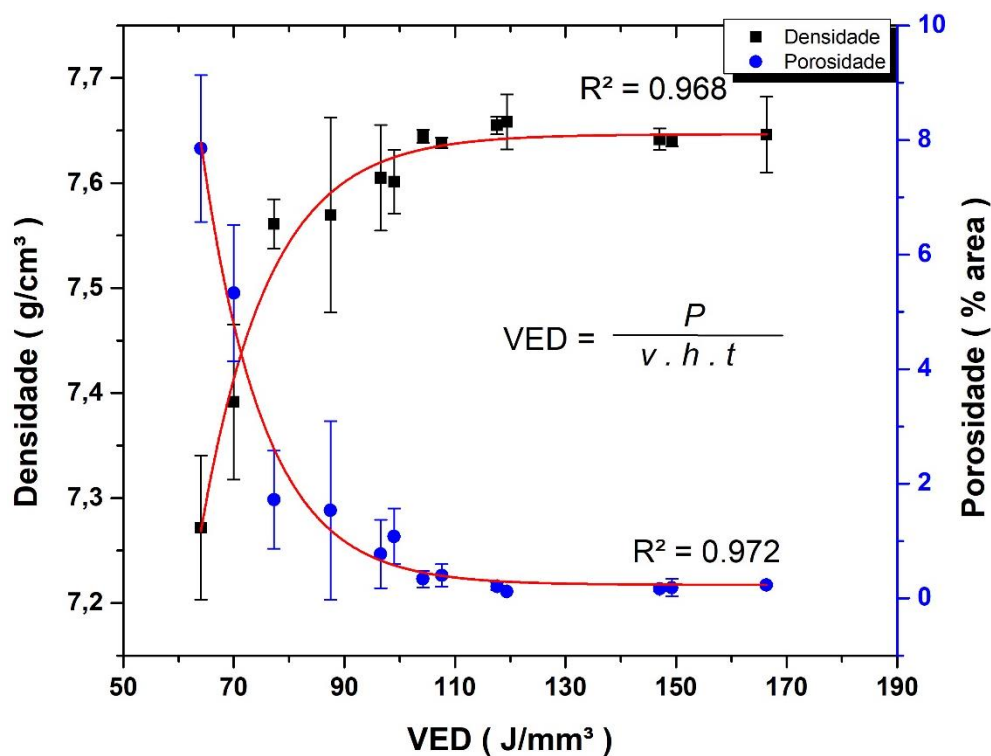


Figura 4.16 - Gráficos das respostas de densidade e porosidade em função da densidade de energia aplicada.

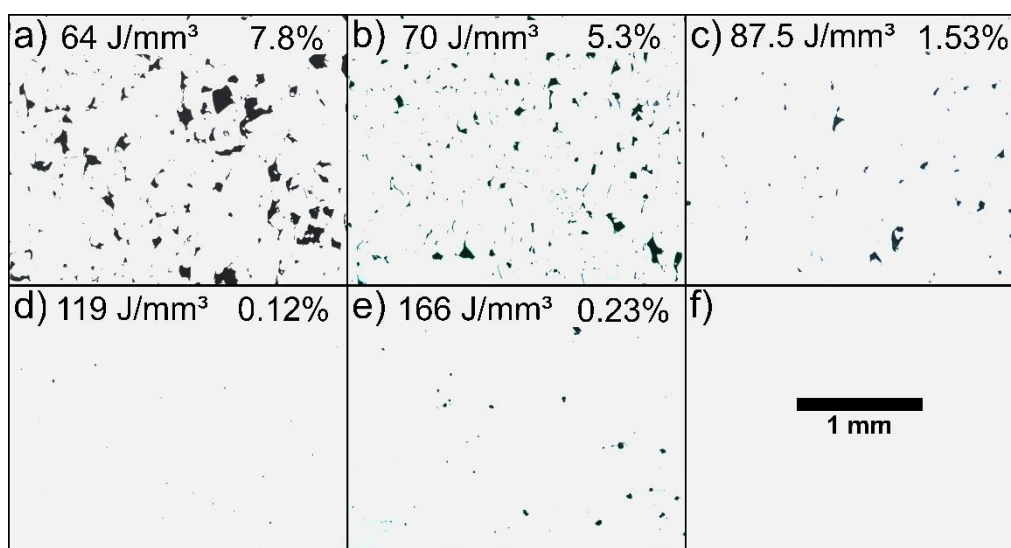


Figura 4.17 - Imagens MO tiradas de amostras em diferentes faixas de densidade de energia. As informações nas imagens mostram o VED utilizado e a porosidade calculada para cada amostra, respectivamente. Todas as imagens têm a mesma ampliação, e a barra de escala é apresentada na Figura f). O fundo cinza foi adicionado artificialmente para aumentar a legibilidade da imagem.

Os resultados apresentados na Tabela 4.6 foram submetidos à análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.7 apresenta a ANOVA com o teste de falta de ajuste realizado para validar o modelo matemático. Como o valor P para a falta de ajuste é menor que 0,05, nota-se que a falta de ajuste foi significativa. Assim, o modelo quadrático não se ajusta perfeitamente aos dados obtidos, pois o quadrado médio da falta de ajuste (MSlof) e o erro médio quadrado puro (MSPe), que são estimativas desses erros, são estatisticamente diferentes.

Tabela 4.7 - ANOVA para a resposta de porosidade (nível de confiança de 95%). P = potência do laser; v = velocidade de varredura; h = espaçamento da hachura.

Resumo do modelo: R-sqr = 87.54 %; Adj: 83.67 %					
Fator	SS	df	MS	F	p
P [L]	81.9839	1	81.98393	154.6316	0.000000
P [Q]	17.1693	1	17.16931	32.3834	0.000005
h [L]	8.3700	1	8.36998	15.7868	0.000501
h [Q]	0.0836	1	0.08356	0.1576	0.694606
v [L]	31.1863	1	31.18630	58.8211	0.000000
v [Q]	1.5285	1	1.52847	2.8829	0.101465
P versus h	10.5259	1	10.52589	19.85310	0.00014
P versus v	32.7235	1	32.72348	61.72045	2.48105E-08
h versus v	0.7738	1	0.77379	1.45945	0.23789

Falta de Aj.	12.9750	3	4.32499	8.15746	0.00054
Erro puro	13.7849	26	0.53019		
Total SS	214.7243	38			
Equação de regressão	$1.633 \pm 0.121 - 1.848 \pm 0.148 (P) - 0.791 \pm 0.139 (P^2) + 0.590 \pm 0.148 (h) + 0.055 \pm 0.139 (h^2) + 1.139 \pm 0.148 (v) - 0.236 \pm 0.139 (v^2) - 0.936 \pm 0.210 (P \times h) - 1.651 \pm 0.210 (P \times v) + 0.253 \pm 0.210 (h \times v)$				

A falta de ajuste pode ter acontecido por dois motivos principais: 1) a ausência de aleatoriedade no posicionamento das amostras no substrato e/ou 2) um domínio experimental muito amplo. No primeiro caso, devido a uma limitação do software da máquina utilizada, não foi possível distribuir as amostras de forma verdadeiramente aleatória. Cada triplicata foi distribuída apenas de forma que ficasse distante uma da outra. Isso pode ser um problema, pois as amostras próximas da borda do substrato tendem a sofrer mais defeitos devido à aberração cromática do laser quando um feixe com formato gaussiano é empregado. Assim, a ausência de uma distribuição verdadeiramente aleatória do posicionamento das amostras pode ter ocasionado a falta de ajuste do modelo. No segundo caso, a distância entre os níveis de cada variável pode ter facilitado a falta de ajuste, uma vez que vários fenômenos físicos podem ocorrer entre cada condição. Entretanto, a falta de ajuste foi pequena, e o modelo ainda apresentou boa capacidade preditiva. Isso pode ser avaliado pelos valores de R-quadrado obtidos para densidade e porosidade, que foram 0,861 e 0,875, respectivamente. Além disso, a fabricação de novas peças com os parâmetros ótimos encontrados também confirma a validade do modelo. Isso será exibido mais adiante.

Na Tabela 4.7 também é possível observar que a potência do laser, a velocidade e a interação entre potência e velocidade são os três fatores que mais influenciam na resposta. No entanto, o hatch e a interação entre a potência e o hatch também tiveram influência significativa. Resultados semelhantes foram obtidos considerando a densidade como resposta.

A Figura 4.18 mostra as médias marginais. Nas imagens é possível ver como cada parâmetro isolado influencia nas respostas. A imagem a) mostra que o aumento da potência faz com que a densidade aumente abruptamente até

197W. De 197W a 247W a densidade continua a aumentar ligeiramente. O aumento da velocidade, visto na imagem b), faz com que a densidade caia praticamente constantemente dentro dos pontos analisados. O aumento do hatch, por sua vez, causa inicialmente uma diminuição da densidade (de 80 μm para 90 μm) e depois um leve aumento (de 90 μm para 100 μm), mas com um grande desvio padrão. As imagens d), e) e f) mostram que para a porosidade o comportamento é praticamente o inverso do observado para a densidade.

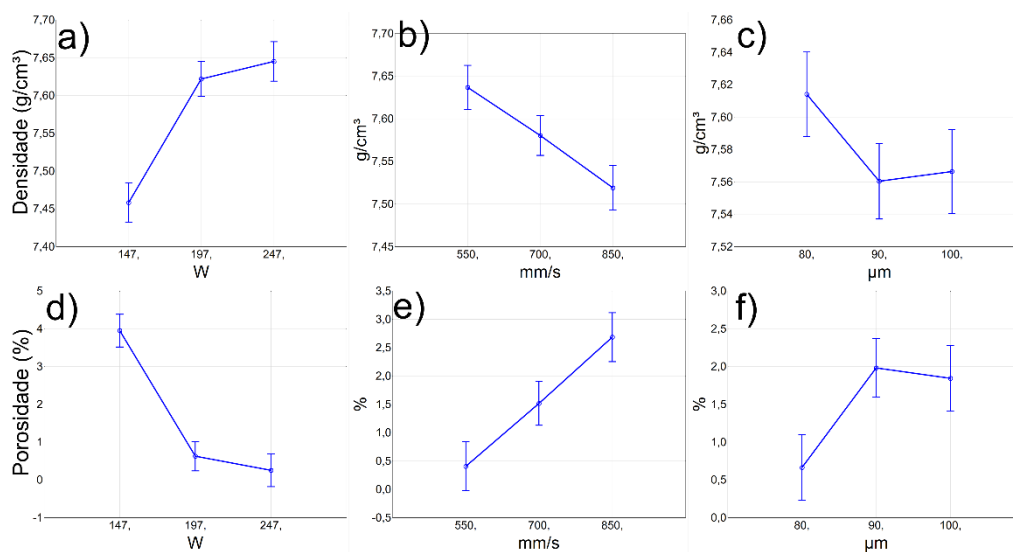


Figura 4.18 - Médias marginais obtidas para a densidade (imagens a), b) e c)) e porosidade (imagens d), e) e f)).

A Figura 4.19 mostra as superfícies de resposta obtidas. As superfícies permitem analisar como a interação entre os parâmetros afeta a resposta. De acordo com a Tabela 4.7, duas interações tiveram valores significativos. Uma delas é a interação entre a Potência e a velocidade, vistas na imagem a) e d). Tomando-se como base a imagem d) que mostra a porosidade, notamos que em baixa potência, aumentar a velocidade faz com que os defeitos aumentem severamente. Mas em alta potência, aumentar a velocidade causa uma leve diminuição nos defeitos. Isso pode estar relacionado à geometria da poça de fusão, que em altas potências acaba ficando muito profunda, favorecendo a formação de defeitos Keyhole. No entanto, à medida que a velocidade aumenta, a geometria da poça de fusão muda, tornando-se mais rasa e permitindo maior estabilidade [19,24].

As imagens b) e c) mostram a interação do hatch com potência e velocidade, respectivamente. Para esses dois casos, existe uma faixa de processamento onde o hatch pode ser variado sem quedas significativas na densidade. As imagens d), e) e f) mostram as superfícies de resposta para porosidade. O comportamento é quase um espelho das respostas de densidade. Observa-se que na escala de porosidade, existem valores abaixo de zero. Isso é fisicamente impossível na prática e reflete as limitações do modelo discutidas anteriormente.

De acordo com a Tabela 4.7, a interação entre a potência e o hatch também foi significativa (imagem e)). Nota-se que ao aumentar a hatch em baixas potências, os defeitos aumentam mais severamente, o que está relacionado com a maior probabilidade de formação de defeitos de falta de fusão. Em altas potências, aumentar o hatch faz com que os defeitos diminuam levemente. Isso acontece porque, com distância de hatch baixa, o alto nível de trilhas sobrepostas eleva a temperatura do leito de pó, favorecendo a formação de defeitos Keyhole. Aumentar o hatch diminui a sobreposição, permitindo uma melhor distribuição de temperatura [24].

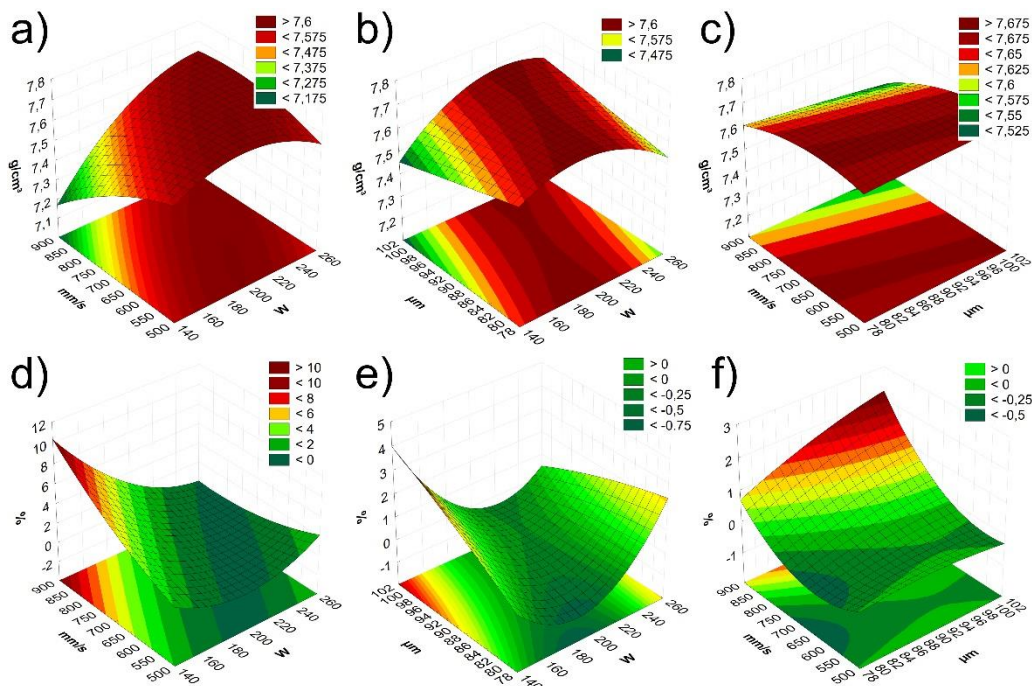


Figura 4.19 - Superfícies de resposta obtidas para densidade (g/cm^3) (figuras a), b) e c)) e porosidade (%) (figuras d), e) e f)).

A Tabela 4.8 mostra os parâmetros ideais (densidade máxima e porosidade mínima) calculados pelo software a partir dos dados do modelo. Observe que os parâmetros ótimos foram muito semelhantes para as duas respostas. Nenhum parâmetro teve diferença maior que 3,5%, e o VED variou apenas 1,5%. A Figura 4.20 apresenta uma curva de correlação entre densidade e porosidade, feita com os dados da Tabela 4.6. Nota-se que a correlação entre as duas respostas foi alta ($r^2 = 0,9679$). Esses resultados mostram que é possível usar a densidade como resposta e ainda assim obter uma boa qualidade de otimização dos parâmetros. Ou seja, se houver alguma variação na fração das fases constituintes (Martensita e Austenita Retida), essa variação não é significativa a ponto de impossibilitar o uso da densidade como resposta durante a otimização dos parâmetros. Isso é bastante interessante, pois a quantificação da porosidade por MO em todas as amostras é significativamente mais trabalhosa e demorada, pois precisam ser cortadas, lixadas e polidas.

Tabela 4.8 - Parâmetros ótimos obtidos para as duas respostas e o VED correspondente.

	Potência	Velocidade	Hatch	VED
Densidade	211 W	586 mm/s	92 μm	130 J/mm ³
Porosidade	212 W	580 mm/s	95 μm	128 J/mm ³

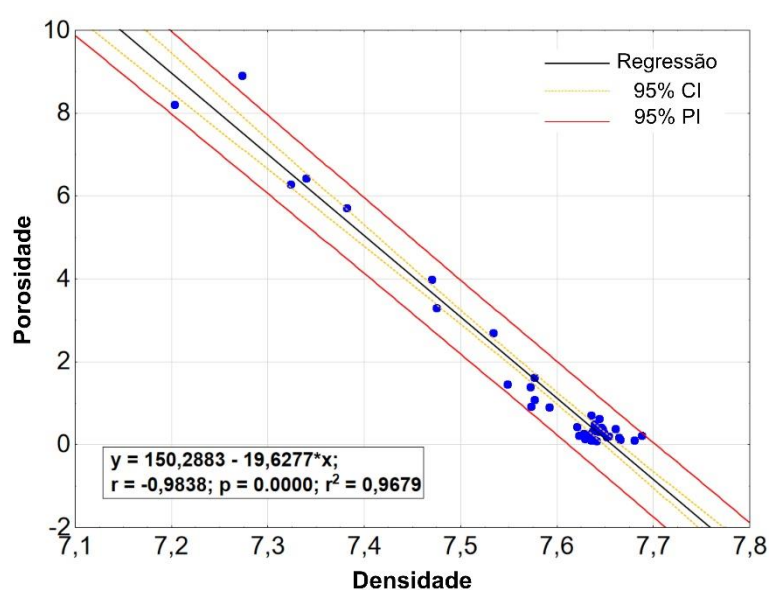


Figura 4.20 - Correlação entre densidade e porosidade. (CI e PI representam o intervalo de confiança e o intervalo de predição, respectivamente).

Os parâmetros ótimos de processo considerando-se a porosidade (Tabela 4.8) foram escolhidos para fabricar seis peças novas e testar a validade do modelo, conforme mostrado anteriormente na Figura 3.7. A Tabela 4.9 mostra os valores de densidade para todas as peças novas. A amostra 3 foi cortada a 2mm da superfície, lixada e polida, e então levada ao OM para cálculo de porosidade. Uma imagem dela pode ser vista na Figura 4.21.

Tabela 4.9 - Densidade de Arquimedes medida em amostras produzidas com parâmetros ótimos.

Amostra	Densidade (g/cm³)
1	7,640 ± 0,005
2	7,684 ± 0,004
3	7,684 ± 0,020
4	7,688 ± 0,006
5	7,686 ± 0,006
6	7,678 ± 0,009

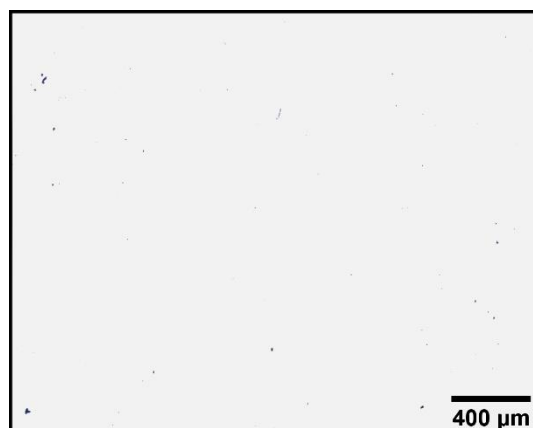


Figura 4.21 - Imagem da amostra 3 usada para calcular a porosidade ($0,09 \pm 0,03\%$). O fundo cinza foi adicionado artificialmente para aumentar a legibilidade da imagem.

A Figura 4.21 mostra as curvas da Figura 4.16 com a adição de dados das amostras fabricadas com os parâmetros ótimos. É possível notar que tanto a densidade quanto a porosidade apresentaram resultados melhores do que todas as outras condições analisadas. Para a densidade, apenas a amostra 1 apresentou valor inferior ao maior valor obtido anteriormente para a média das triplicatas ($7,658\text{g/cm}^3$). Quanto à porosidade, o menor valor médio entre as triplicatas Box-Behnken foi de $0,12\%$, enquanto o valor encontrado para a condição ótima foi de $0,09 \pm 0,03\%$. Esses resultados confirmam que o modelo

teve uma boa capacidade preditiva, encontrando com sucesso os parâmetros ótimos de processo.

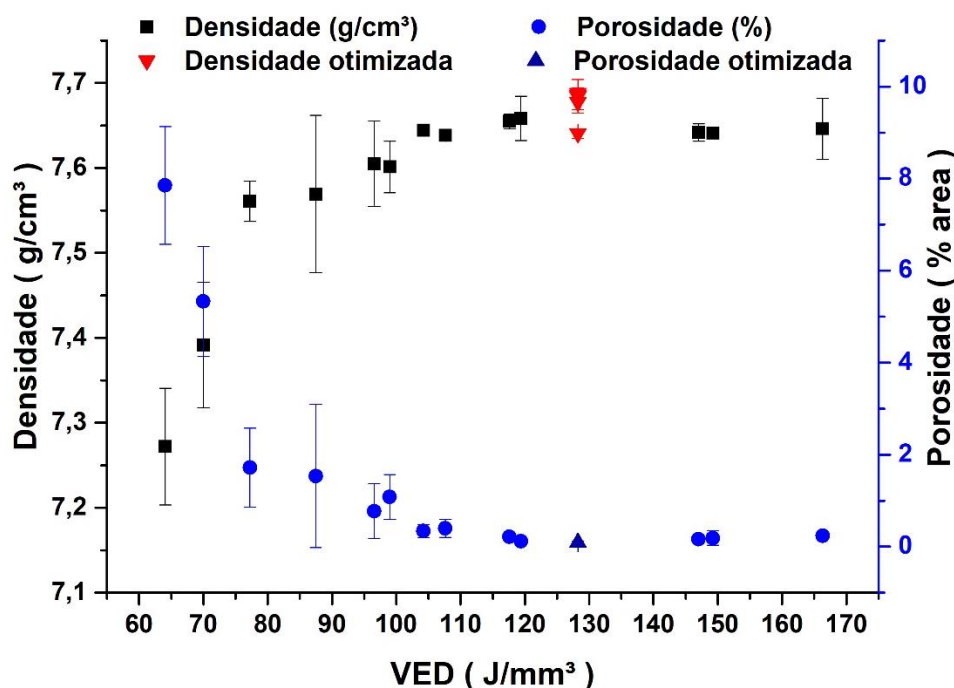


Figura 4.22 - Gráficos de densidade e porosidade em função da densidade de energia aplicada, mostrando os resultados de peças construídas com parâmetros ótimos.

4.3.1 Resultados das propriedades de desgaste

A Figura 4.23 mostra a microestrutura das amostras sob diferentes condições de processamento e tratamentos térmicos. Nas amostras CC T (Figura 4.23 a), pode-se observar as marcas das poças de fusão vistas de cima. A imagem a.2 mostra uma microestrutura celular do aço H13 quando processado por FLP-L. A Figura 4.23 b) exibe a amostra CC L, com as marcas das poças de fusão vistas em uma seção longitudinal em relação a direção de construção. A imagem b.2) exibe a morfologia celular característica desta condição. As imagens c) e d) mostram as condições TT e Convencional, respectivamente. Elas apresentam morfologia semelhante entre si, consistindo em martensita temperada e algumas carbonetos dispersos na matriz, como mostram as Figura 4.23 c.2) e 43 d.2), respectivamente.

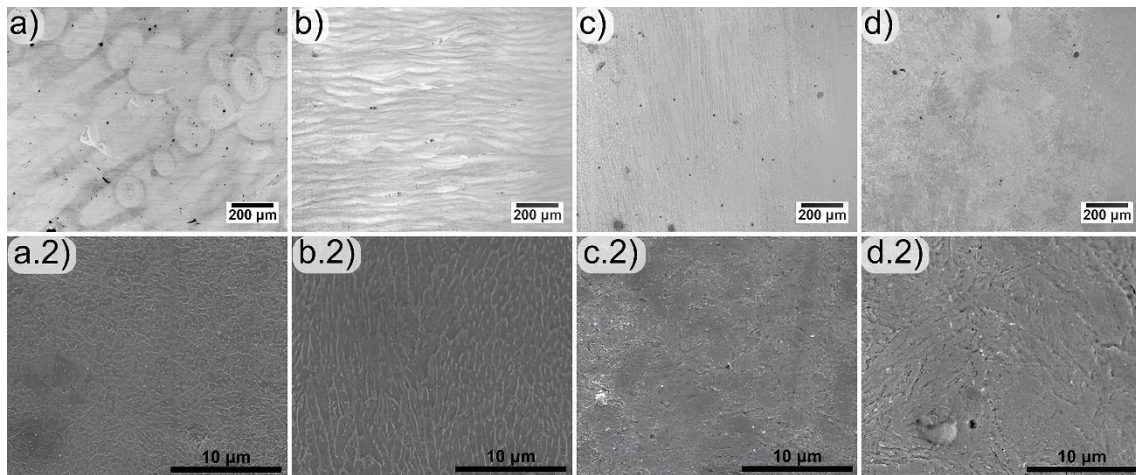


Figura 4.23 – Imagens de MO e MEV das amostras: a) CC T; b) CC L; c) TT e d) Convencional.

A Figura 4.24 exibe os resultados da difração de raios-X. Os padrões confirmam a presença de austenita retida nas amostras como construídas e a presença apenas de martensita temperada nas amostras TT e convencional.

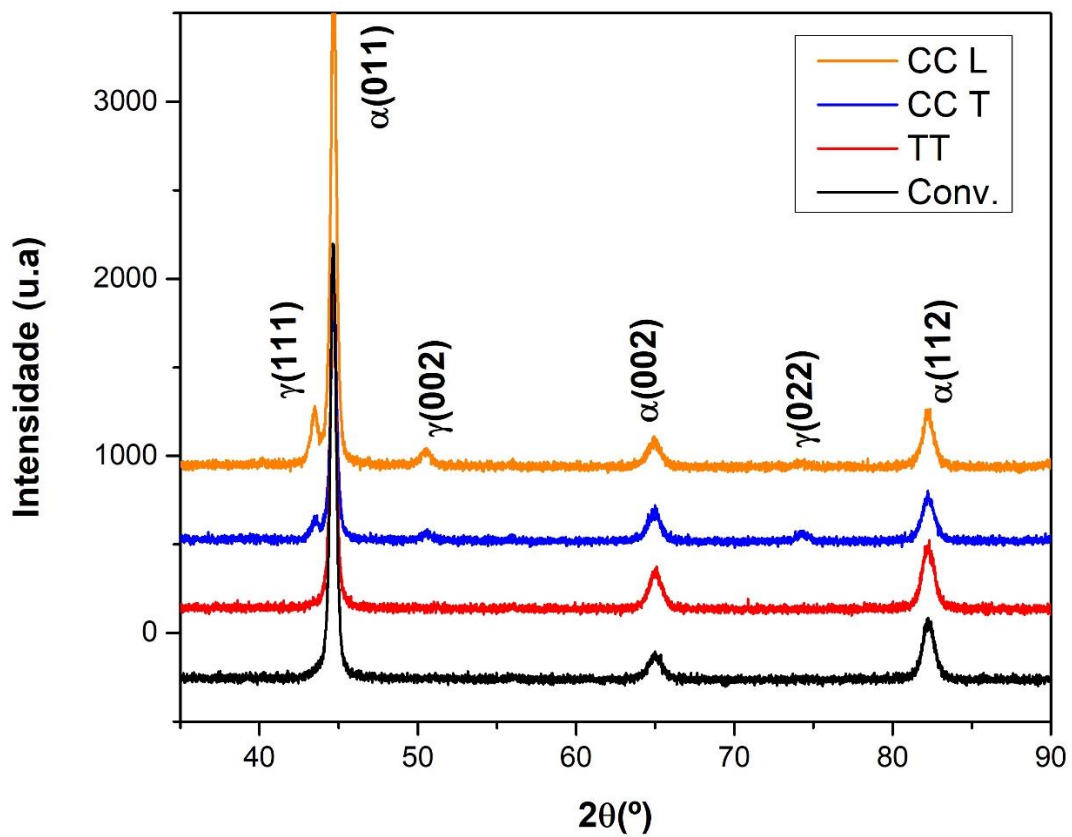


Figura 4.24 - Padrões de difração de raios-X das amostras analisadas.

A Figura 4.25 mostra a evolução do coeficiente de atrito (COF) das amostras em função da distância de deslizamento durante o teste de desgaste. Cada curva foi obtida a partir da média dos três testes realizados para cada amostra. A sombra atrás de cada curva representa o desvio padrão. O COF de todas as amostras começou em torno de 0,74 e aumentou ligeiramente à medida que o teste avançava. Após metade da distância, o COF das amostras como construídas tende a aumentar um pouco mais, encerrando o teste em torno de 0,82.

A Tabela 4.10 apresenta os valores de taxa de desgaste, dureza, porosidade e rugosidade da superfície (medida usando microscopia confocal) observados em cada uma das condições testadas. A amostra CC L apresentou a menor taxa de desgaste específico ($1,2 \times E^{-4} \text{ mm}^3/\text{N.m}$), enquanto a amostra TT apresentou o valor mais alto ($3,0 \times E^{-4} \text{ mm}^3/\text{N.m}$). A Figura 4.26 mostra algumas imagens de MO usadas para quantificar a porosidade. É possível notar que, embora a amostra convencional tenha apresentado um valor ligeiramente maior de porosidade (0,6%), essa amostra possui pequenos poros circulares, uniformemente distribuídos em toda a amostra. As amostras impressas apresentam menos defeitos (0,4%), no entanto, seus defeitos são maiores (alguns maiores que 100 micrômetros), com formas irregulares e bordas afiadas.

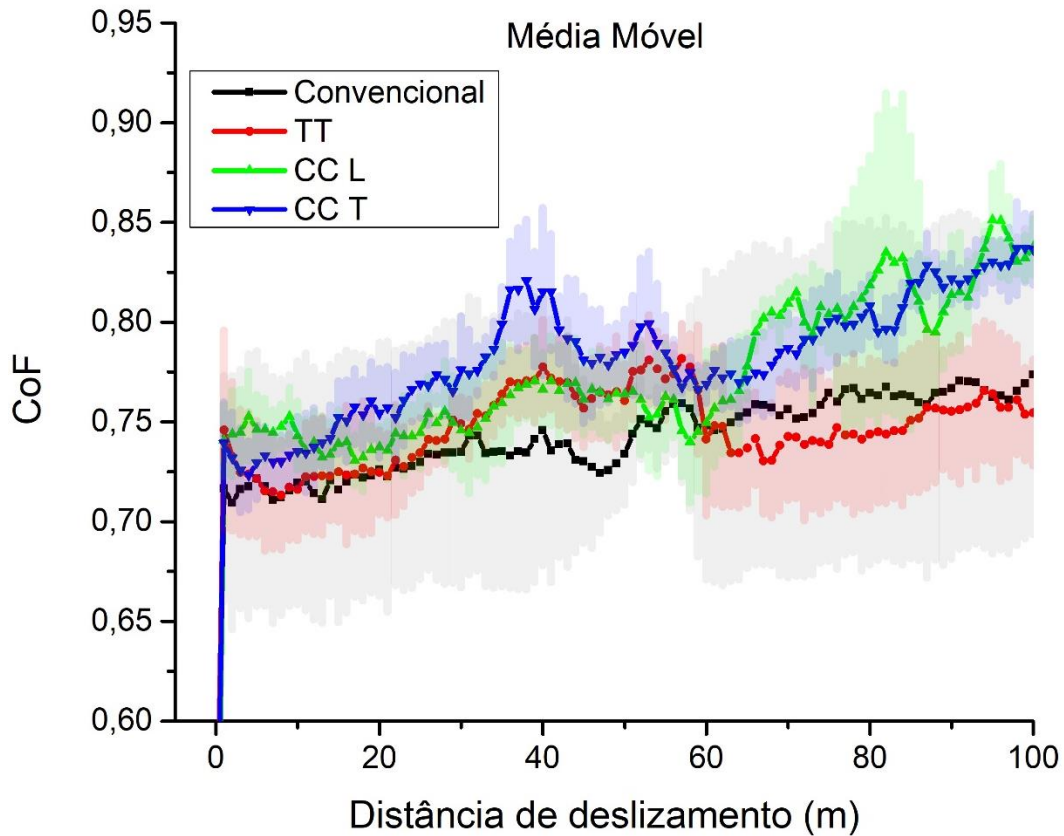


Figura 4.25 - Evolução do Coeficiente de Atrito (CoF) em função da distância de deslizamento. As sombras ao fundo representam o desvio padrão das triplicatas ensaiadas.

Tabela 4.10 - Taxa de desgaste, dureza, porosidade e rugosidade superficial para cada condição testada. Os valores máximos e mínimos representam o desvio padrão.

Condição	CC T	CC L	HT	Convencional
K (mm³/N.m)	$(1.7 \pm 1.0)10^{-4}$	$(1.2 \pm 0.4)10^{-4}$	$(3.0 \pm 0.2)10^{-4}$	$(2.2 \pm 0.6)10^{-4}$
Dureza (HV)	556 ± 22	579 ± 18	547 ± 6	560 ± 21
Porosidade (%)	0.4 ± 0.3	0.4 ± 0.2	0.5 ± 0.4	0.6 ± 0.2
Rugosidade RA (μm)	0.010 ± 0.005	0.013 ± 0.009	0.012 ± 0.005	0.015 ± 0.011

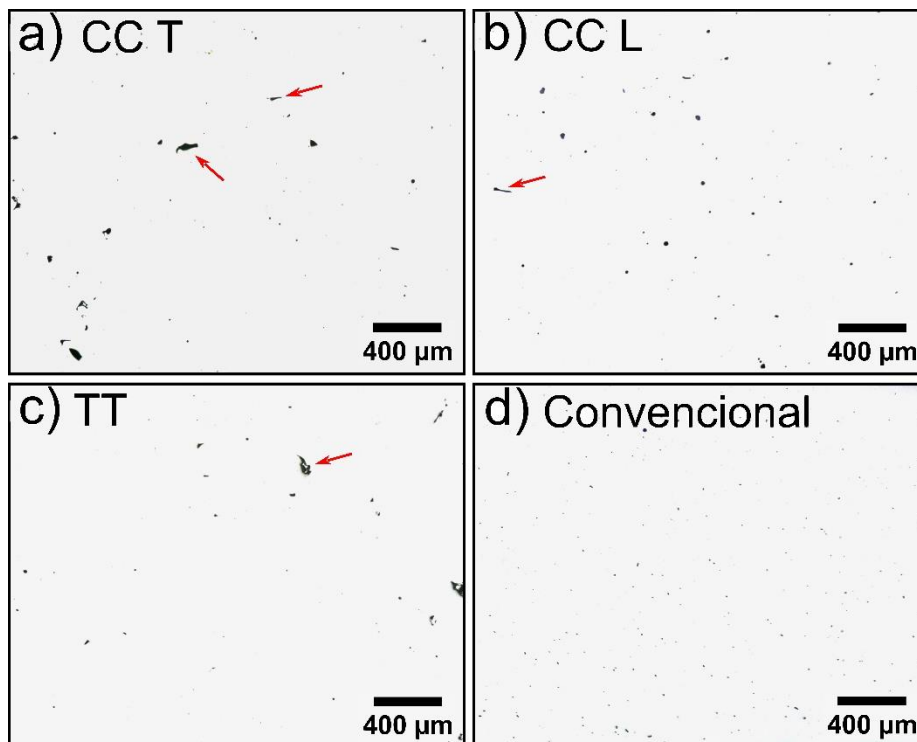


Figura 4.26 - Imagens de MO usadas para análise de porosidade. Setas vermelhas indicam defeitos como falta de fusão e trincas. O fundo cinza foi adicionado artificialmente para aumentar o contraste da imagem.

A Figura 4.27 exibe imagens de MEV das trilhas desgastadas juntamente com análises semiquantitativas de EDX. Nas imagens de maior ampliação, é possível observar sinais de abrasão, deformação plástica e delaminação. A imagem c), correspondente à amostra TT, mostra um maior número de crateras de delaminação. As análises de EDX das amostras revelam baixos valores de oxigênio (O) na superfície de contato lisa e uma alta concentração de oxigênio nos detritos acumulados dentro das crateras de delaminação.

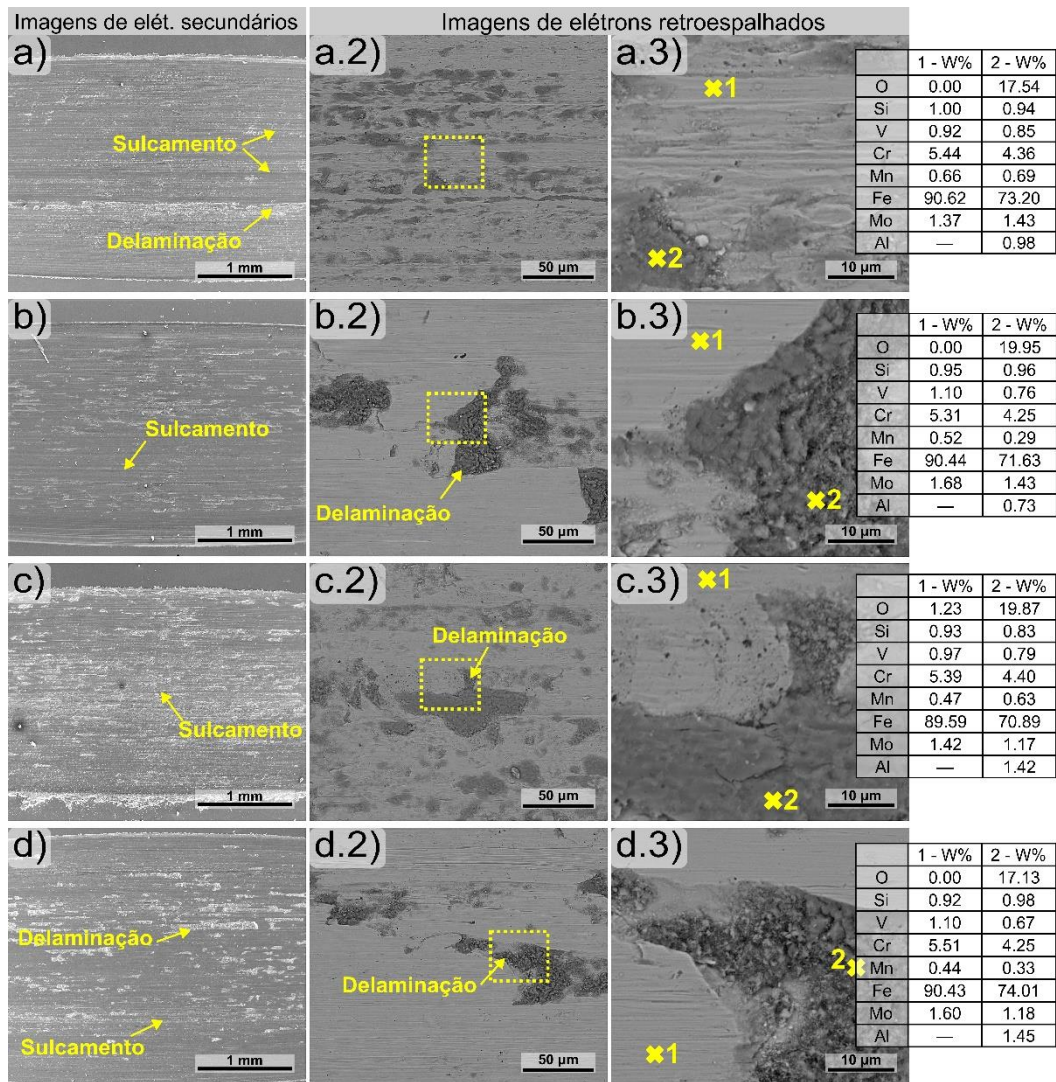


Figura 4.27 - Imagens de MEV das superfícies desgastadas após testes de desgaste de a) CC T, b) CC L, c) TT e d) Amostra convencional.

A Figura 4.28 mostra um mapeamento de MEV-EDX da trilha desgastada da amostra TT. Pode-se observar uma alta concentração de oxigênio, ferro e alumínio na região mais escura.

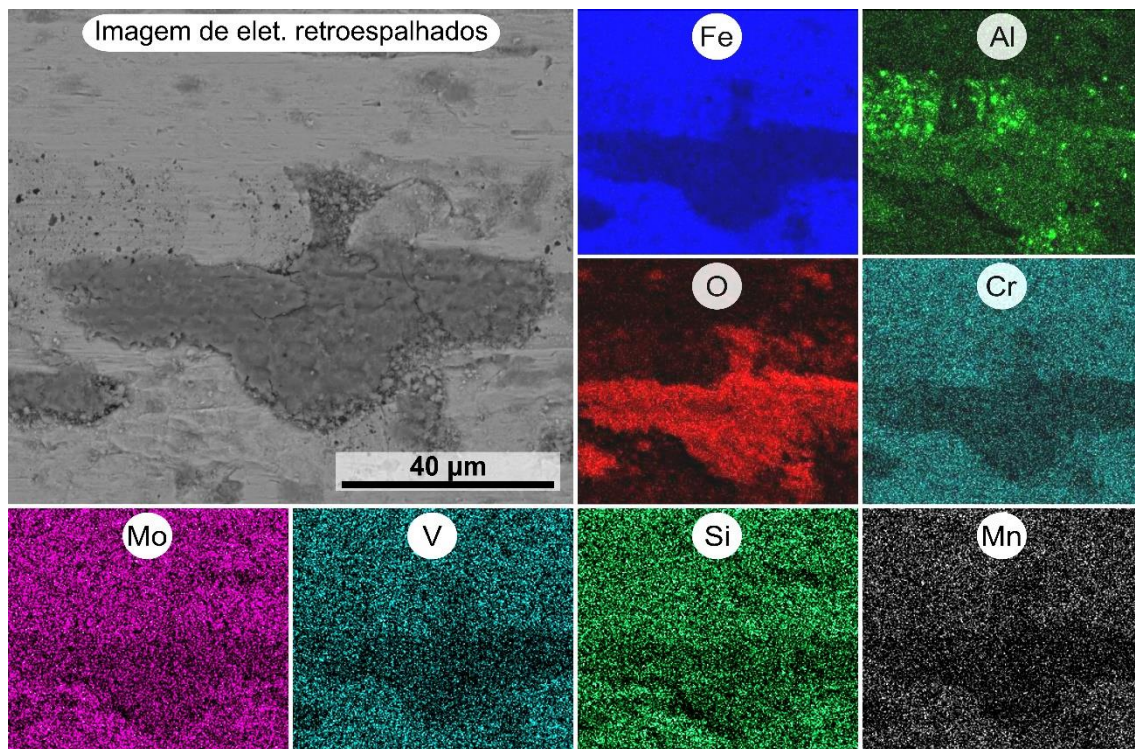


Figura 4.28 - Mapa de elementos feito por EDX na superfície desgastada da amostra TT.

A Figura 4.29 mostra imagens de MEV dos pinos de alumina após os testes de desgaste. Note a presença de duas fases, uma mais escura e outra mais clara. As análises de EDX mostram que a região mais clara é o H13 aderido à superfície do pino. A região mais escura é o próprio pino (Al_2O_3). A Figura 4.30 exibe um mapa de elementos da amostra CC T, confirmando os elementos do material aderido. Na imagem, é possível notar que houve deformação plástica do H13 aderido à superfície do pino.

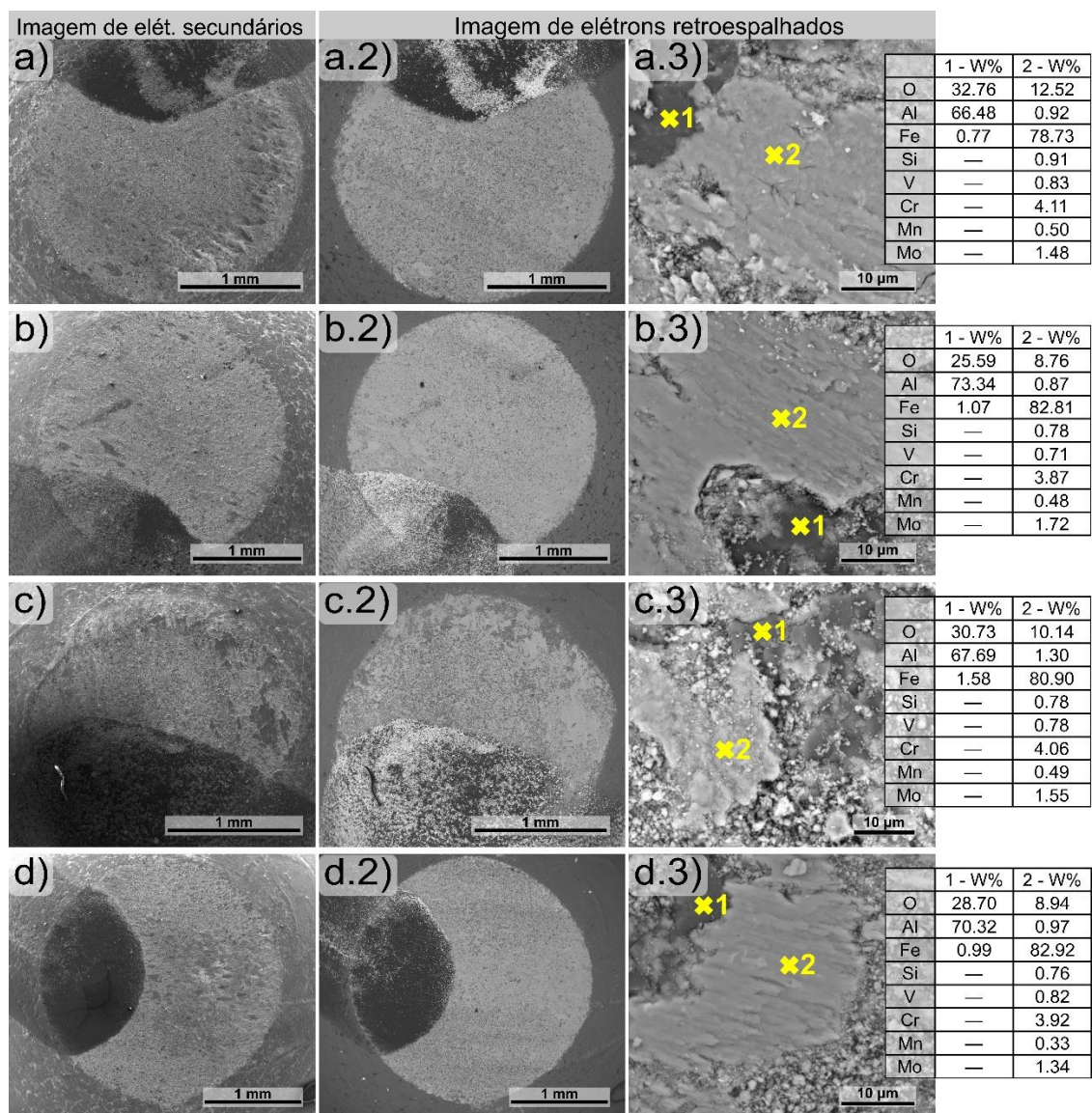


Figura 4.29 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) da ponta do pino de alumina após os testes de desgaste: a) CC T; b) CC L; c) TT; d) Convencional. Os pontos escuros nas bordas dos pinos são provenientes da tinta condutiva usada para melhorar a condutividade elétrica durante a análise por MEV.

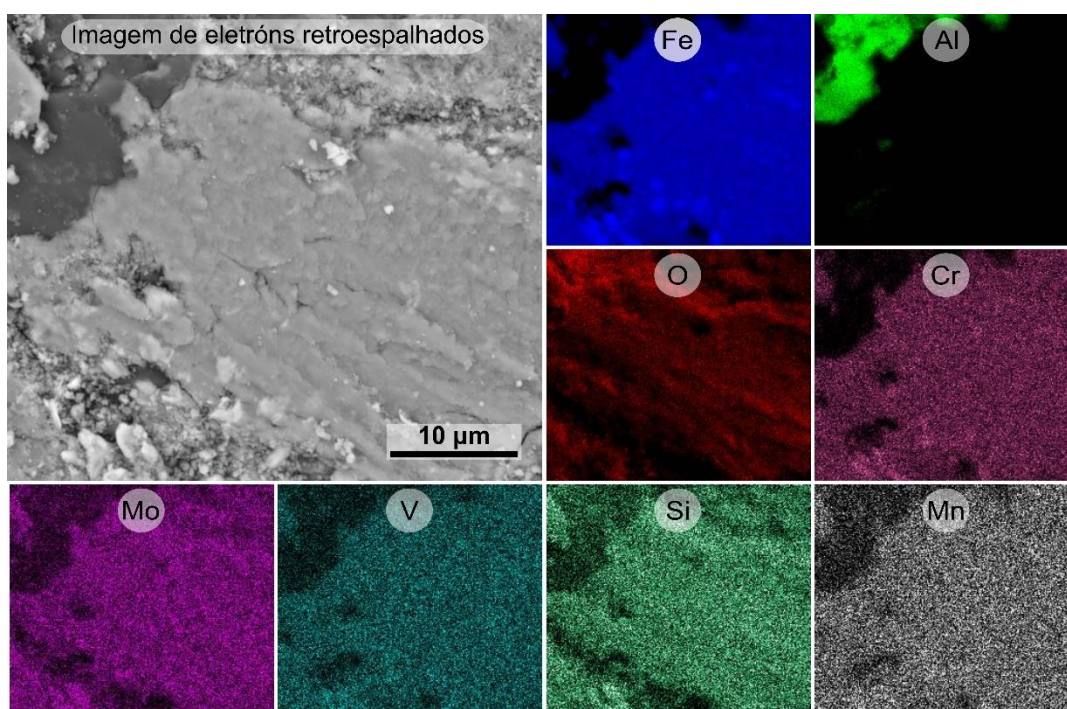


Figura 4.30 - Mapeamento MEV-EDX do pino de alumina após o deslizamento recíproco a seco na amostra CC T.

4.3.2 Discussão dos ensaios de desgaste

A resistência ao desgaste de materiais em geral está correlacionada com sua dureza [3,94]. Sabe-se que o H13, quando processado através da FLP-L, apresenta de 10 a 25% de austenita retida, dependendo dos parâmetros de processamento [23,59,95]. Como a austenita retida é uma fase mais macia, espera-se que sua presença cause uma redução na dureza do H13 impresso quando comparado com o H13 processado de forma convencional. No entanto, devido ao grande refinamento microestrutural causado pelas altas taxas de resfriamento, o H13 impresso apresentou dureza semelhante à do convencional. Esses resultados estão em acordo com estudos na literatura [47,52].

Durante os testes de desgaste, todas as amostras inicialmente exibiram um COF comparável variando entre 0,7 e 0,75, com um leve aumento observado conforme o teste avançava. No entanto, uma distinção entre as amostras tornou-se evidente após a metade da distância de teste. As amostras termicamente tratadas concluíram o teste com um COF de aproximadamente

0,75, enquanto as amostras impressas apresentaram um COF mais elevado, excedendo 0,8. Duas observações podem ser feitas a partir disso. A primeira é que os valores relativamente elevados de COF sugerem a presença de um mecanismo de adesão [70,71], e a segunda é que as amostras impressas podem estar experimentando ligeiramente mais adesão em comparação com as amostras termicamente tratadas. Ambos os casos serão explicados mais detalhadamente.

A adesão ocorre quando algumas asperezas de uma superfície se unem às asperezas de outra superfície, formando micro juntas. Esse fenômeno pode ser favorecido dependendo das condições de temperatura, carga, pressão, lubrificação ou afinidade química entre as duas superfícies [96]. Quando as duas superfícies aderidas entram em movimento relativo, pode ocorrer desgaste por adesão, onde material de uma superfície pode ser transferido para a outra superfície e vice-versa. Como mais força é necessária para quebrar as micro juntas durante o desgaste por adesão, a presença desse mecanismo é um dos principais contribuintes para um alto coeficiente de atrito [94]. No presente estudo, análises de EDX não revelaram a formação de camada de óxido nas trilhas desgastadas, o que poderia prevenir o desgaste por adesão (Figura 4.27). Este resultado está alinhado com a literatura existente sobre H13 testado em temperatura ambiente [71,97]. Além disso, análises de EDX dos pinos confirmaram a transferência de H13, corroborando a ocorrência de adesão (Figura 4.29).

Em testes de pino sobre disco, já foi observado que o COF do H13 pode aumentar ao longo do teste devido ao revenimento intrínseco causado pelo aumento das temperaturas superficiais resultantes do atrito [70]. Esse efeito é mais pronunciado na austenita retida, uma fase mais maleável e suscetível ao amolecimento com o aumento da temperatura em comparação com a martensita. Conseqüentemente, esse amolecimento promove o mecanismo de adesão, levando a um aumento gradual do COF nas amostras impressas à medida que o teste avança. Em contraste, as amostras tratadas termicamente, que têm uma fração reduzida de austenita retida, não experimentam um aumento significativo do COF ao longo do teste.

Apesar do COF final estar ligeiramente elevado, as amostras impressas exibiram uma taxa de desgaste ligeiramente menor em comparação com as outras. A amostra CC L mostrou a menor taxa de desgaste (1.2×10^{-4} mm³/N.m). No entanto, os valores estão muito próximos aos valores de taxa de desgaste da amostra convencional, considerando o desvio padrão (Tabela 4.10). Quando a amostra processada por FLP-L passa pelo mesmo tratamento térmico (amostra TT), sua taxa de desgaste se torna ligeiramente maior ($3,0 \times 10^{-4}$ mm³/N.m) do que a taxa de desgaste do H13 processado de forma convencional. Esse comportamento pode ser o resultado de defeitos microestruturais causados pelo processo de impressão, conforme mostrado na Figura 4.26. Uma explicação mais detalhada envolve entender os mecanismos de desgaste.

Além do mecanismo de adesão explicado anteriormente, todas as amostras também exibiram sinais de abrasão e delaminação (Figura 4.27). A delaminação muitas vezes pode estar associada à formação de uma camada de óxido [71,98], mas nem sempre. Como proposto por Suh [99], durante o desgaste, a camada logo abaixo da superfície sofre mais trabalho a frio do que a interface. À medida que o desgaste avança, as discordâncias se acumulam a uma distância finita da superfície, formando vazios. Com o tempo, os vazios se tornam fissuras paralelas à superfície de deslizamento e, quando atingem um comprimento crítico, ocorre a delaminação. Se houver partículas de segunda fase, esse mecanismo é acentuado. Isso também vale para defeitos. Como as amostras de H13 processadas por FLP-L podem mostrar trincas de solidificação [95], falhas de adesão entre camadas [66] e defeitos irregulares com ângulos agudos (Figura 4.26), esses defeitos são pontos preferenciais para empilhamento de discordâncias, acentuando o mecanismo de delaminação. Isso explica por que a amostra impressa e tratada termicamente (TT) teve desempenho pior do que a amostra “convencional” durante os testes de desgaste, apesar dessas duas amostras passarem pelo mesmo tratamento térmico e terem microestruturas similares.

Como as amostras CC L e CC T exibem defeitos como a amostra TT, poderíamos esperar que elas tivessem um nível mais alto de delaminação também. No entanto, seu maior refinamento microestrutural, que não foi afetado

pelo processo de tratamento térmico, proporciona maior tenacidade e, portanto, maior resistência à delaminação. Isso pode explicar por que as amostras impressas tiveram um desempenho ligeiramente melhor nos testes de desgaste e dureza. No entanto, todas as amostras exibiram os mesmos mecanismos de desgaste e valores de desempenho semelhantes considerando o desvio padrão. Isso demonstra que é possível produzir peças com geometrias complexas através da manufatura aditiva, mantendo as boas propriedades de desgaste do H13 independentemente do tratamento térmico. Esses resultados também podem abrir espaço para que a peça seja utilizada na condição de impressão, dependendo da aplicação, economizando os custos associados ao tratamento térmico e abrindo uma nova rota de processamento para a produção de peças complexas.

5 CONCLUSÕES

Esse trabalho investigou sistematicamente a fabricação de peças de aço ferramenta H13 pelo processo de fusão em leito de pó a laser, a partir de um pó produzido comercialmente. Foram feitas otimizações de parâmetros e avaliações de qualidade levando-se em conta formação de defeitos, densidade e porosidade das peças. A microestrutura foi analisada por diferentes métodos e foram conduzidos ensaios mecânicos de flexão e desgaste.

Foi observada uma estrutura celular com tamanho variando aproximadamente entre 0,6 e 2,8 μm , contendo células de martensita rodeadas por austenita retida em todas as amostras. Observou-se que a quantidade de austenita retida e porosidade diminui com o aumento da densidade de energia aplicada.

Entre as amostras produzidas no primeiro lote (máquina Concept Laser M2 Cusing) a amostra mais densa foi concebida com uma densidade de energia de 423,3 J/mm^3 , apresentando os maiores valores de tensão de flexão; no entanto, a amostra 600 (634,9 J/mm^3) apresentou o menor número de defeitos e maior extensão de fratura. Portanto, a densidade relativa não é inversamente proporcional ao número de defeitos. A fração de austenita retida, que é uma fase mais densa do que a martensita, explica essa aparente contradição.

A fratura é governada pelos defeitos formados durante o processamento, como microtrincas e porosidade, sem um efeito significativo da formação de fases ou dimensões celulares, e seu mecanismo envolve principalmente clivagem com alguma formação de *dimples*, observada na amostra 600.

Algumas regiões da superfície de fratura da amostra 200 mostraram uma estrutura lamelar, que se acredita ser o interior das microtrincas de solidificação observadas no plano de falha.

O teste de flexão mostrou-se mais sensível aos defeitos das peças do que o teste de dureza Vickers, sendo uma alternativa interessante para avaliar o desempenho mecânico de amostras pequenas. Isso pode ajudar na obtenção de parâmetros ótimos para peças produzidas por MA.

As amostras do lote 2 (OmniSint-160) foram produzidas segundo um modelo de projeto de experimento Box Behnken utilizado para a otimização de parâmetros. As seguintes conclusões são feitas:

- O modelo Box Behnken foi muito útil para otimização de parâmetros, fornecendo bons resultados e com menos amostras utilizadas em relação a trabalhos já relatados na literatura.

- Análises do modelo estatístico para as duas respostas distintas (densidade por Arquimedes e porosidade por OM) mostraram valores de parâmetros ótimos muito semelhantes, dentro da faixa de parâmetros utilizada. Esses resultados favorecem a utilização do método de Arquimedes, pois o cálculo da porosidade de todas as amostras por MO é mais trabalhoso e demorado.

- As interações entre os parâmetros foram investigadas e duas apresentaram impacto significativo nas respostas. A interação entre a potência do laser e a velocidade de varredura, e a interação entre a potência do laser e o espaçamento da hachura. Essas interações devem ser levadas em conta durante esforços de otimização de parâmetros sempre que houver necessidade (por exemplo em caso de mudança de máquina, ou granulometria do pó utilizado).

Com os resultados de parâmetros ótimos obtidos com a metodologia de superfície de resposta, foram produzidas novas peças para testes de desgaste recíproco, sem lubrificação, antes e depois dos tratamentos térmicos. Os resultados foram comparados com os resultados de desgaste do mesmo material processado de forma convencional. As seguintes conclusões podem ser tiradas:

- Todas as condições testadas mostraram os mesmos mecanismos de desgaste, que foram delaminação, abrasão e adesão. Não foi observada formação de camada de óxido.

- A taxa de desgaste não varia significativamente entre os planos paralelo e perpendicular à direção de construção da peça.

- As amostras impressas mostraram uma taxa de desgaste ligeiramente menor ($1,7 \times 10^{-4}$ e $1,2 \times 10^{-4}$ mm³/N.m) do que a amostra

convencional ($2,2 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N.m}$), devido ao seu maior refinamento microestrutural.

•A amostra impressa e tratada termicamente teve uma taxa de desgaste ligeiramente maior ($3,0 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N.m}$) do que a amostra convencional, devido a defeitos intrínsecos do processo de impressão, considerando que ambas apresentaram microestruturas semelhantes após o tratamento térmico.

Os resultados mostraram que é possível processar o H13 por FLP-L e ainda assim manter boas propriedades de desgaste desse material. Isso sinaliza a possibilidade de aproveitar as vantagens do processo de manufatura aditiva do H13 em setores onde a resistência ao desgaste é importante.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Algumas sugestões para trabalhos futuros são:

- Estudar diferentes tipos de recobrimento de peças de aço H13 impresso a fim de melhorar as propriedades de desgaste.
- Estudar processos híbridos de manufatura aditiva para o aço H13 como por exemplo FLP-L + DED, onde uma possível camada de recobrimento já possa ser diretamente adicionada por DED ao final da impressão, agilizando o processo.
- Explorar a manufatura aditiva com lasers de alta potência (maior que 1000 watts) e entender o comportamento do H13 com esses tipos de lasers, a fim de se reduzir os tempos de impressão.
- Explorar possíveis modificações na composição desse aço a fim de se tentar minimizar trincas de solidificação e deixar esse material ainda mais adequado para o processo de FLP-L.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] T. DebRoy, T. Mukherjee, J.O. Milewski, J.W. Elmer, B. Ribic, J.J. Blecher, W. Zhang, Scientific, technological and economic issues in metal printing and their solutions, *Nat. Mater.* 18 (2019) 1026–1032. <https://doi.org/10.1038/s41563-019-0408-2>.
- [2] I. Gibson, D.W. Rosen, B. Stucker, *Additive Manufacturing Technologies: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing*, 1st ed., Springer Publishing Company, Incorporated, 2009.
- [3] R.A. Mesquita, *Tool Steels: Properties and Performance*, 1st ed., CRC Press, New York, 2016. <https://doi.org/https://doi.org/10.1201/9781315181516>.
- [4] J.J. Yan, D.L. Zheng, H.X. Li, X. Jia, J.F. Sun, Y.L. Li, M. Qian, M. Yan, Selective laser melting of H13: microstructure and residual stress, *J. Mater. Sci.* 52 (2017) 12476–12485. <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1380-3>.
- [5] M. Mazur, M. Leary, M. McMillan, J. Elambasseril, M. Brandt, SLM additive manufacture of H13 tool steel with conformal cooling and structural lattices, *Rapid Prototyp. J.* 22 (2016) 504–518. <https://doi.org/10.1108/RPJ-06-2014-0075>.
- [6] M. Mazur, P. Brincat, M. Leary, M. Brandt, Numerical and experimental evaluation of a conformally cooled H13 steel injection mould manufactured with selective laser melting, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 93 (2017) 881–900. <https://doi.org/10.1007/s00170-017-0426-7>.
- [7] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties, *Prog. Mater. Sci.* 92 (2018) 112–224. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.
- [8] A.S.M.I.H. Committee, *ASM Handbook, Volume 01 - Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*, ASM International., n.d. <https://books.google.com.br/books?id=MlgNzQEACAAJ>.
- [9] P. Bajaj, A. Hariharan, A. Kini, P. Kürsteiner, D. Raabe, E.A. Jäggle, Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties,

- Mater. Sci. Eng. A. 772 (2019) 138633.
<https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2019.138633>.
- [10] N. Haghdadi, M. Laleh, M. Moyle, S. Primig, Additive manufacturing of steels: a review of achievements and challenges, *J. Mater. Sci.* 56 (2021) 64–107. <https://doi.org/10.1007/s10853-020-05109-0>.
- [11] J. Wang, A short review on selective laser melting of H13 steel, (2020) 2453–2466.
- [12] ASTM International, F2792-12a - Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies, *Rapid Manuf. Assoc.* (2013) 10–12. <https://doi.org/10.1520/F2792-12A.2>.
- [13] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, C. Emmelmann, *Acta Materialia Additive manufacturing of metals*, *Acta Mater.* 117 (2016) 371–392. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.019>.
- [14] M. Ackermann, J. Šafka, L. Voleský, J. Bobek, J.R. Kondapally, Impact testing of H13 tool steel processed with use of selective laser melting technology, *Mater. Sci. Forum.* 919 (2018) 43–51. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.919.43>.
- [15] H. Fayazfar, M. Salarian, A. Rogalsky, D. Sarker, P. Russo, V. Paserin, E. Toyserkani, A critical review of powder-based additive manufacturing of ferrous alloys: Process parameters, microstructure and mechanical properties, *Mater. Des.* 144 (2018) 98–128. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.02.018>.
- [16] B. Zhang, Y. Li, Q. Bai, Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting: A Review, *Chinese J. Mech. Eng. (English Ed.)* 30 (2017) 515–527. <https://doi.org/10.1007/s10033-017-0121-5>.
- [17] U. Scipioni Bertoli, A.J. Wolfer, M.J. Matthews, J.P.R. Delplanque, J.M. Schoenung, On the limitations of Volumetric Energy Density as a design parameter for Selective Laser Melting, *Mater. Des.* 113 (2017) 331–340. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.037>.
- [18] L. Dowling, J. Kennedy, S. O’Shaughnessy, D. Trimble, A review of critical repeatability and reproducibility issues in powder bed fusion, *Mater. Des.* 186 (2020) 108346. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108346>.

- [19] S.A. Khairallah, A.A. Martin, J.R.I. Lee, G. Guss, N.P. Calta, J.A. Hammons, M.H. Nielsen, K. Chaput, E. Schwalbach, M.N. Shah, M.G. Chapman, T.M. Willey, A.M. Rubenchik, A.T. Anderson, Y.M. Wang, M.J. Matthews, W.E. King, Controlling interdependent meso-nanosecond dynamics and defect generation in metal 3D printing, *Science* (80-.). 368 (2020) 660–665. <https://doi.org/10.1126/science.aay7830>.
- [20] R. Cunningham, C. Zhao, N. Parab, C. Kantzos, J. Pauza, K. Fezzaa, T. Sun, A.D. Rollett, Keyhole threshold and morphology in laser melting revealed by ultrahigh-speed x-ray imaging, *Science* (80-.). 363 (2019) 849–852. <https://doi.org/10.1126/science.aav4687>.
- [21] R. Nandhakumar, K. Venkatesan, A process parameters review on selective laser melting-based additive manufacturing of single and multi-material: Microstructure, physical properties, tribological, and surface roughness, *Mater. Today Commun.* 35 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.105538>.
- [22] T. de Terris, O. Andreau, P. Peyre, F. Adamski, I. Koutiri, C. Gorny, C. Dupuy, Optimization and comparison of porosity rate measurement methods of Selective Laser Melted metallic parts, *Addit. Manuf.* 28 (2019) 802–813. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.05.035>.
- [23] F. Deirmina, N. Peghini, B. AlMangour, D. Grzesiak, M. Pellizzari, Heat treatment and properties of a hot work tool steel fabricated by additive manufacturing, *Mater. Sci. Eng. A.* 753 (2019) 109–121. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.027>.
- [24] S.A. Khairallah, A.T. Anderson, A. Rubenchik, W.E. King, Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones, *Acta Mater.* 108 (2016) 36–45. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.014>.
- [25] J.S. Zuback, T. DebRoy, The hardness of additively manufactured alloys, *Materials (Basel)*. 11 (2018). <https://doi.org/10.3390/ma11112070>.
- [26] M. Zhang, C.N. Sun, X. Zhang, P.C. Goh, J. Wei, D. Hardacre, H. Li, Fatigue and fracture behaviour of laser powder bed fusion stainless steel 316L: Influence of processing parameters, *Mater. Sci. Eng. A.* 703 (2017)

- 251–261. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.071>.
- [27] R. Mertens, B. Vrancken, N. Holmstock, Y. Kinds, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, Influence of Powder Bed Preheating on Microstructure and Mechanical Properties of H13 Tool Steel SLM Parts, *Phys. Procedia*. 83 (2016) 882–890. <https://doi.org/10.1016/J.PHPRO.2016.08.092>.
- [28] L. Mugwagwa, D. Dimitrov, S. Matope, I. Yadroitsev, Evaluation of the impact of scanning strategies on residual stresses in selective laser melting, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 102 (2019) 2441–2450. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03396-9>.
- [29] T. Kurzynowski, W. Stopyra, K. Gruber, G. Ziólkowski, B. Kuznicka, E. Chlebus, Effect of scanning and support strategies on relative density of SLM-ed H13 steel in relation to specimen size, *Materials (Basel)*. 12 (2019). <https://doi.org/10.3390/ma12020239>.
- [30] D. Ramos, F. Belblidia, J. Sienz, New scanning strategy to reduce warpage in additive manufacturing, *Addit. Manuf.* 28 (2019) 554–564. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.05.016>.
- [31] L. Guo, J. Gu, B. Gan, S. Ni, Z. Bi, Z. Wang, M. Song, Effects of elemental segregation and scanning strategy on the mechanical properties and hot cracking of a selective laser melted FeCoCrNiMn-(N,Si) high entropy alloy, *J. Alloys Compd.* 865 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.158892>.
- [32] A.T. Clare, R.S. Mishra, M. Merklein, H. Tan, I. Todd, L. Chechik, J. Li, M. Bambach, Alloy design and adaptation for additive manufacture, *J. Mater. Process. Technol.* 299 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2021.117358>.
- [33] J. Jhabvala, E. Boillat, T. Antignac, R. Glardon, On the effect of scanning strategies in the selective laser melting process, *Virtual Phys. Prototyp.* 5 (2010) 99–109. <https://doi.org/10.1080/17452751003688368>.
- [34] H. Jia, H. Sun, H. Wang, Y. Wu, H. Wang, Scanning strategy in selective laser melting (SLM): a review, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 113 (2021) 2413–2435. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-06810-3>.
- [35] A.A.M. Practice, Standard Specification for Tool Steel High Speed 1 A370

- Test Methods and Definitions for Mechanical Testing, i (2020). <https://doi.org/10.1520/A0600-92AR16.2>.
- [36] S. Specification, Standard Specification for Tool Steels Alloy 1, 94 (2005) 1–14. <https://doi.org/10.1520/A0681-08.2>.
- [37] R.A. Mesquita, C.A. Barbosa, Failure Analysis in Tool Steels, in: Fail. Anal. Heat Treat. Steel Components, ASM International., 2008: pp. 311–350. <https://doi.org/10.31399/asm.tb.fahtsc.9781627082846>.
- [38] G. Roberts, G. Krauss, R. Kennedy, Tool Steels: 5th Edition, Book. (1998) 121. <https://doi.org/10.1361/t>.
- [39] Villares Metals, Vh13Iso, Aços Para Trab. a Quente. (2006). <http://www.villaresmetals.com.br/villares/pt/Produtos/Acos-Ferramenta/Trabalho-a-quente/VH13ISO> (accessed June 21, 2020).
- [40] Songshun Steel & TOP Steel Manufacturer Supplier, Discussion of Failure Analysis in H13 Steel Die, (n.d.). <https://songshunsteel.com/analysis-h13-steel-die/> (accessed April 29, 2024).
- [41] hyspex, Ferramentaria de Extrusão de Alumínio, (n.d.). <https://hyspex.com.br/ferramentaria-de-extrusao-de-aluminio/> (accessed May 15, 2024).
- [42] H. Jee, Moldagem de injeção Plástica, (n.d.). <https://br.pinterest.com/pin/507429083009724146/> (accessed May 15, 2024).
- [43] F. Klocke, K. Arntz, M. Teli, K. Winands, M. Wegener, S. Oliari, State-of-the-art Laser Additive Manufacturing for Hot-work Tool Steels, Procedia CIRP. 63 (2017) 58–63. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2017.03.073>.
- [44] M.J. Holzweissig, A. Taube, F. Brenne, M. Schaper, T. Niendorf, Microstructural Characterization and Mechanical Performance of Hot Work Tool Steel Processed by Selective Laser Melting, Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci. 46 (2015) 545–549. <https://doi.org/10.1007/s11663-014-0267-9>.
- [45] J. Šafka, M. Ackermann, L. Voleský, Structural properties of H13 tool steel parts produced with use of selective laser melting technology, J. Phys. Conf. Ser. 709 (2016). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/709/1/012004>.

- [46] P. Laakso, T. Riipinen, A. Laukkanen, T. Andersson, A. Jokinen, A. Revuelta, K. Ruusuvaori, Optimization and simulation of SLM process for high density H13 tool steel parts, *Phys. Procedia*. 83 (2016) 26–35. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.004>.
- [47] J. Krell, A. Röttger, K. Geenen, W. Theisen, General investigations on processing tool steel X40CrMoV5-1 with selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 255 (2018) 679–688. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.01.012>.
- [48] M. Wang, W. Li, Y. Wu, S. Li, C. Cai, S. Wen, Q. Wei, Y. Shi, F. Ye, Z. Chen, High-Temperature Properties and Microstructural Stability of the AISI H13 Hot-Work Tool Steel Processed by Selective Laser Melting, *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.* 50 (2019) 531–542. <https://doi.org/10.1007/s11663-018-1442-1>.
- [49] R. Dörfert, J. Zhang, B. Clausen, H. Freiße, J. Schumacher, F. Vollertsen, Comparison of the fatigue strength between additively and conventionally fabricated tool steel 1.2344, *Addit. Manuf.* 27 (2019) 217–223. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.01.010>.
- [50] M. Narvan, K.S. Al-Rubaie, M. Elbestawi, Process-structure-property relationships of AISI H13 tool steel processed with selective laser melting, *Materials (Basel)*. 12 (2019) 1–20. <https://doi.org/10.3390/ma12142284>.
- [51] J. Lee, J. Choe, J. Park, J.H. Yu, S. Kim, I.D. Jung, H. Sung, Microstructural effects on the tensile and fracture behavior of selective laser melted H13 tool steel under varying conditions, *Mater. Charact.* 155 (2019) 109817. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109817>.
- [52] B. Ren, D. Lu, R. Zhou, Z. Li, J. Guan, Preparation and mechanical properties of selective laser melted H13 steel, *J. Mater. Res.* 34 (2019) 1415–1425. <https://doi.org/10.1557/jmr.2019.10>.
- [53] J. Yan, H. Song, Y. Dong, W.M. Quach, M. Yan, High strength (~2000 MPa) or highly ductile (~11%) additively manufactured H13 by tempering at different conditions, *Mater. Sci. Eng. A*. 773 (2020) 138845. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138845>.
- [54] M. Wang, Y. Wu, Q. Wei, Y. Shi, Thermal fatigue properties of h13 hot-

- work tool steels processed by selective laser melting, *Metals (Basel)*. 10 (2020). <https://doi.org/10.3390/met10010116>.
- [55] M. Tang, P.C. Pistorius, J.L. Beuth, Prediction of lack-of-fusion porosity for powder bed fusion, *Addit. Manuf.* 14 (2017) 39–48. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.12.001>.
- [56] H.L. Wei, J. Mazumder, T. DebRoy, Evolution of solidification texture during additive manufacturing, *Sci. Rep.* 5 (2015) 1–7. <https://doi.org/10.1038/srep16446>.
- [57] G.P. Dinda, A.K. Dasgupta, J. Mazumder, Texture control during laser deposition of nickel-based superalloy, *Scr. Mater.* 67 (2012) 503–506. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.06.014>.
- [58] M. Zhao, C. Duan, X. Luo, Metallurgical defect behavior , microstructure evolution , and underlying thermal mechanisms of metallic parts fabricated by selective laser melting additive manufacturing Metallurgical defect behavior , microstructure evolution , and underlying thermal m, 021201 (2020). <https://doi.org/10.2351/1.5141074>.
- [59] E.B. Fonseca, J.D. Escobar, A.H.G. Gabriel, G.G. Ribamar, T. Boll, É.S.N. Lopes, Tempering of an additively manufactured microsegregated hot-work tool steel: A high-temperature synchrotron X-ray diffraction study, *Addit. Manuf.* 55 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102812>.
- [60] E.B. Fonseca, A.H.G. Gabriel, L.C. Araújo, P.L.L. Santos, K.N. Campo, E.S.N. Lopes, Assessment of laser power and scan speed influence on microstructural features and consolidation of AISI H13 tool steel processed by additive manufacturing, *Addit. Manuf.* 34 (2020) 101250. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101250>.
- [61] E.B. Fonseca, A.H.G. Gabriel, J.A. Ávila, R.F. Vaz, D.B. Valim, I.G. Cano, É.S.N. Lopes, Fracture toughness and wear resistance of heat-treated H13 tool steel processed by laser powder bed fusion, *Addit. Manuf.* (2023) 103862. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2023.103862>.
- [62] Q. Tan, Y. Yin, F. Wang, H. Chang, S. Liu, G. Liang, T. Wu, M.X. Zhang, Rationalization of brittleness and anisotropic mechanical properties of H13 steel fabricated by selective laser melting, *Scr. Mater.* 214 (2022) 114645.

- <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.114645>.
- [63] M. Zanni, F. Berto, P.E. Vullum, L. Tonelli, A. Morri, L. Ceschini, Effect of heat treatment and defects on the tensile behavior of a hot work tool steel manufactured by laser powder bed fusion, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 46 (2023) 2681–2696. <https://doi.org/10.1111/ffe.14025>.
- [64] K. Bae, H.S. Moon, Y. Park, I. Jo, J. Lee, Influence of Tempering Temperature and Time on Microstructure and Mechanical Properties of Additively Manufactured H13 Tool Steel, *Materials (Basel)*. 15 (2022). <https://doi.org/10.3390/ma15238329>.
- [65] J.J. Yan, M.T. Chen, W.M. Quach, M. Yan, B. Young, Mechanical properties and cross-sectional behavior of additively manufactured high strength steel tubular sections, *Thin-Walled Struct.* 144 (2019) 106158. <https://doi.org/10.1016/j.tws.2019.04.050>.
- [66] Y. Sun, J. Wang, M. Li, Y. Wang, C. Li, T. Dai, M. Hao, H. Ding, Thermal and mechanical properties of selective laser melted and heat treated H13 hot work tool steel, *Mater. Des.* 224 (2022) 111295. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.111295>.
- [67] K. Chadha, Y. Tian, K. Nyamuchiwa, J. Spray, C. Aranas, Austenite transformation during deformation of additively manufactured H13 tool steel, *Mater. Today Commun.* 33 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.104332>.
- [68] G. Huang, K. Wei, X. Zeng, Microstructure and mechanical properties of H13 tool steel fabricated by high power laser powder bed fusion, *Mater. Sci. Eng. A*. 858 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144154>.
- [69] M. Pellizzari, S. Furlani, F. Deirmina, R. Siriki, B. AlMangour, D. Grzesiak, Fracture Toughness of a Hot Work Tool Steel Fabricated by Laser-Powder Bed Fusion Additive Manufacturing, *Steel Res. Int.* 91 (2020) 1–7. <https://doi.org/10.1002/srin.201900449>.
- [70] A. Bahrami, S.H.M. Anijdan, M.A. Golozar, M. Shamanian, N. Varahram, Effects of conventional heat treatment on wear resistance of AISI H13 tool steel, *Wear*. 258 (2005) 846–851. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2004.09.008>.

- [71] M.X. Wei, S.Q. Wang, L. Wang, X.H. Cui, K.M. Chen, Effect of tempering conditions on wear resistance in various wear mechanisms of H13 steel, *Tribol. Int.* 44 (2011) 898–905. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2011.03.005>.
- [72] L. Chen, H. Zhou, Y. Zhao, L.Q. Ren, X.Z. Li, Abrasive particle wear behaviors of several die steels with non-smooth surfaces, *J. Mater. Process. Technol.* 190 (2007) 211–216. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.02.043>.
- [73] G. Telasang, J. Dutta Majumdar, G. Padmanabham, I. Manna, Wear and corrosion behavior of laser surface engineered AISI H13 hot working tool steel, *Surf. Coatings Technol.* 261 (2015) 69–78. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.11.058>.
- [74] D. Patra Karmakar, M. Gopinath, A.K. Nath, Effect of tempering on laser remelted AISI H13 tool steel, *Surf. Coatings Technol.* 361 (2019) 136–149. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.01.022>.
- [75] E. Guenther, M. Kahlert, M. Vollmer, T. Niendorf, C. Greiner, Tribological performance of additively manufactured aisi h13 steel in different surface conditions, *Materials (Basel)*. 14 (2021) 1–10. <https://doi.org/10.3390/ma14040928>.
- [76] ASTM92-17, Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, (2017) 1–27. <https://doi.org/10.1520/E0092-17.2>.
- [77] ASTM, E 855-90: Standard Test Methods for Bend Testing of Metallic Flat Materials for Spring Applications Involving Static Loading 1, 90 (2000) 1–8. <https://doi.org/10.1520/E0855-08R13.2>.
- [78] Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear 1, i (2021) 1–9. <https://doi.org/10.1520/G0133-05R16.2>.
- [79] F. Impaziente, L. Giorleo, F. Mazzucato, Selective laser melting of H13 tool steel powder: effect of process parameter on complex part production, *Prog. Addit. Manuf.* (2023). <https://doi.org/10.1007/s40964-023-00504-w>.
- [80] Y.W. Kim, H. Park, Y.S. Eom, D.G. Ahn, K.T. Kim, J. hun Yu, Y.S. Choi, J.M. Park, High-speed manufacturing-driven strength-ductility

- improvement of H13 tool steel fabricated by selective laser melting, *Powder Metall.* 66 (2023) 582–592. <https://doi.org/10.1080/00325899.2023.2241245>.
- [81] W.D. Callister, D.G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering: An Introduction*, 10th ed., 2018.
- [82] J. Yan, Y. Zhou, R. Gu, X. Zhang, W.M. Quach, M. Yan, A comprehensive study of steel powders (316L, H13, P20 and 18Ni300) for their selective laser melting additive manufacturing, *Metals (Basel)*. 9 (2019). <https://doi.org/10.3390/met9010086>.
- [83] E.F. Rauch, M. Véron, Automated crystal orientation and phase mapping in TEM, *Mater. Charact.* 98 (2014) 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.08.010>.
- [84] S. Li, S. Yang, Y. Zhao, Y. Dong, Z. Wang, 2 GPa H13 steels fabricated by laser powder bed fusion and tempering: Microstructure, tensile property and strengthening mechanism, *Mater. Sci. Eng. A.* 888 (2023). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145803>.
- [85] J. Delahaye, J.T. Tchuindjang, J. Lecomte-Beckers, O. Rigo, A.M. Habraken, A. Mertens, Influence of Si precipitates on fracture mechanisms of AlSi10Mg parts processed by Selective Laser Melting, *Acta Mater.* 175 (2019) 160–170. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.06.013>.
- [86] Y. Zhong, L. Liu, S. Wikman, D. Cui, Z. Shen, Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting, *J. Nucl. Mater.* 470 (2016) 170–178. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.12.034>.
- [87] Z.H. Xiong, S.L. Liu, S.F. Li, Y. Shi, Y.F. Yang, R.D.K. Misra, Role of melt pool boundary condition in determining the mechanical properties of selective laser melting AlSi10Mg alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 740–741 (2019) 148–156. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.083>.
- [88] M. Åsberg, G. Fredriksson, S. Hatami, W. Fredriksson, P. Krakhmalev, Influence of post treatment on microstructure, porosity and mechanical properties of additive manufactured H13 tool steel, *Mater. Sci. Eng. A.* 742 (2019) 584–589. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.08.046>.

- [89] J. Džugan, K. Halmešová, M. Ackermann, M. Koukolíková, Z. Trojanová, Thermo-physical properties investigation in relation to deposition orientation for SLM deposited H13 steel, *Thermochim. Acta.* 683 (2020) 178479. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2019.178479>.
- [90] Y. He, M. Zhong, J. Beuth, B. Webler, A study of microstructure and cracking behavior of H13 tool steel produced by laser powder bed fusion using single-tracks, multi-track pads, and 3D cubes, *J. Mater. Process. Technol.* 286 (2020) 116802. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116802>.
- [91] P. Nie, O.A. Ojo, Z. Li, Numerical modeling of microstructure evolution during laser additive manufacturing of a nickel-based superalloy, *Acta Mater.* 77 (2014) 85–95. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.05.039>.
- [92] S. Kou, Solidification and liquation cracking issues in welding, *Jom.* 55 (2003) 37–42. <https://doi.org/10.1007/s11837-003-0137-4>.
- [93] M. Yonehara, T.T. Ikeshoji, T. Nagahama, T. Mizoguchi, M. Tano, T. Yoshimi, H. Kyogoku, Parameter optimization of the high-power laser powder bed fusion process for H13 tool steel, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 110 (2020) 427–437. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-05879-6>.
- [94] P.J. Blau, *ASM Handbook, Volume 18 - Friction, Lubrication, and Wear Technology*, ASM International., n.d. <https://books.google.de/books?id=JBszygEACAAJ>.
- [95] A.P. Oliveira, L.H.Q.R. Lima, B.C. Felipe, C. Bolfarini, R.T. Coelho, P. Gargarella, Effect of microstructure and defect formation on the bending properties of additive manufactured H13 tool steel, *J. Mater. Res. Technol.* (2021). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.10.011>.
- [96] B. Podgornik, Adhesive Wear Failures, *J. Fail. Anal. Prev.* 22 (2022) 113–138. <https://doi.org/10.1007/s11668-021-01322-4>.
- [97] M. Uma Devi, T.K. Chakraborty, O.N. Mohanty, Wear behaviour of plasma nitrided tool steels, *Surf. Coatings Technol.* 116–119 (1999) 212–221. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00118-8](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00118-8).
- [98] S.Q. Wang, M.X. Wei, F. Wang, X.H. Cui, K.M. Chen, Effect of morphology of oxide scale on oxidation wear in hot working die steels, *Mater. Sci. Eng.*

A. 505 (2009) 20–26. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.10.032>.

[99] N.P. Suh, Update on the delamination theory of wear., 25 (1981) 111–124.

APÊNDICE A

Tabela A.1 - Densidade, densidade de energia e parâmetros de processamento das amostras.

Num.	Potência [W]	Velocid. [mm/s]	Overlap (teórico) [%]	Espaçamento entre Filetes [mm]	Espessura da camada [mm]	Densidade de Energia [J/mm ³]	Densidade [g/cm ³]
01	400	800	30	0,105	0,03	158,730	7,832
02	400	700	30	0,105	0,03	181,406	7,865
03	400	600	30	0,105	0,03	211,640	7,880
04	400	500	30	0,105	0,03	253,968	7,862
05	400	400	30	0,105	0,03	317,460	7,898
06	400	300	30	0,105	0,03	423,280	7,894
07	400	200	30	0,105	0,03	634,921	7,885
08	350	600	30	0,105	0,03	185,185	7,938
09	350	500	30	0,105	0,03	222,222	7,890
10	350	400	30	0,105	0,03	277,778	7,892
11	350	300	30	0,105	0,03	370,370	7,880
12	350	200	30	0,105	0,03	555,556	7,841
13	400	1000	30	0,105	0,03	126,984	7,810
14	400	900	30	0,105	0,03	141,093	7,827
15	300	700	30	0,105	0,03	136,054	7,844
16	300	600	30	0,105	0,03	158,730	7,860
17	300	500	30	0,105	0,03	190,476	7,866
18	300	400	30	0,105	0,03	238,095	7,884
19	300	300	30	0,105	0,03	317,460	7,832
20	300	200	30	0,105	0,03	476,190	7,793
21	350	1000	30	0,105	0,03	111,111	7,789
22	350	900	30	0,105	0,03	123,457	7,797
23	350	800	30	0,105	0,03	138,889	7,801
24	350	700	30	0,105	0,03	158,730	7,811
25	250	800	30	0,105	0,03	99,206	7,768
26	250	700	30	0,105	0,03	113,379	7,788
27	250	600	30	0,105	0,03	132,275	7,804
28	250	500	30	0,105	0,03	158,730	7,804
29	250	400	30	0,105	0,03	198,413	7,843
30	250	300	30	0,105	0,03	264,550	7,871
31	250	200	30	0,105	0,03	396,825	7,863
32	300	1000	30	0,105	0,03	95,238	7,801

33	300	900	30	0,105	0,03	105,820	7,759
34	300	800	30	0,105	0,03	119,048	7,766
35	200	1000	30	0,105	0,03	63,492	7,705
36	200	900	30	0,105	0,03	70,547	7,803
37	200	700	30	0,105	0,03	90,703	7,830
38	200	600	30	0,105	0,03	105,820	7,817
39	200	500	30	0,105	0,03	126,984	7,843
40	200	400	30	0,105	0,03	158,730	7,815
41	200	300	30	0,105	0,03	211,640	7,823
42	200	200	30	0,105	0,03	317,460	7,836
43	250	1000	30	0,105	0,03	79,365	7,816
44	250	900	30	0,105	0,03	88,183	7,758
45	250	1000	40	0,090	0,03	92,593	7,799
46	200	200	40	0,090	0,03	370,370	7,569
47	200	300	40	0,090	0,03	246,914	7,867
48	200	400	40	0,090	0,03	185,185	7,848
49	200	500	40	0,090	0,03	148,148	7,840
50	200	600	40	0,090	0,03	123,457	7,814
51	200	700	40	0,090	0,03	105,820	7,822
52	200	800	40	0,090	0,03	92,593	7,808
53	200	900	40	0,090	0,03	82,305	7,825
54	200	1000	40	0,090	0,03	74,074	7,771
55	300	900	40	0,090	0,03	123,457	7,799
56	300	1000	40	0,090	0,03	111,111	7,796
57	250	200	40	0,090	0,03	462,963	7,767
58	250	300	40	0,090	0,03	308,642	7,801
59	250	400	40	0,090	0,03	231,481	7,813
60	250	500	40	0,090	0,03	185,185	7,874
61	250	600	40	0,090	0,03	154,321	7,874
62	250	700	40	0,090	0,03	132,275	7,867
63	250	800	40	0,090	0,03	115,741	7,838
64	250	900	40	0,090	0,03	102,881	7,807
65	350	800	40	0,090	0,03	162,037	7,803
66	350	900	40	0,090	0,03	144,033	7,810
67	350	1000	40	0,090	0,03	129,630	7,819
68	300	200	40	0,090	0,03	555,556	7,885
69	300	300	40	0,090	0,03	370,370	7,809

70	300	400	40	0,090	0,03	277,778	7,903
71	300	500	40	0,090	0,03	222,222	7,855
72	300	600	40	0,090	0,03	185,185	7,842
73	300	700	40	0,090	0,03	158,730	7,845
74	300	800	40	0,090	0,03	138,889	7,835
75	400	700	40	0,090	0,03	211,640	7,918
76	400	800	40	0,090	0,03	185,185	7,834
77	400	900	40	0,090	0,03	164,609	7,815
78	400	1000	40	0,090	0,03	148,148	7,816
79	350	200	40	0,090	0,03	648,148	7,750
80	350	300	40	0,090	0,03	432,099	7,797
81	350	400	40	0,090	0,03	324,074	7,824
82	350	500	40	0,090	0,03	259,259	7,852
83	350	600	40	0,090	0,03	216,049	7,892
84	350	700	40	0,090	0,03	185,185	7,829
85	200	800	30	0,105	0,03	79,365	7,790
86	400	200	40	0,090	0,03	740,741	7,810
87	400	300	40	0,090	0,03	493,827	7,803
88	400	400	40	0,090	0,03	370,370	7,851
89	400	500	40	0,090	0,03	296,296	7,840
90	400	600	40	0,090	0,03	246,914	7,858

APÊNDICE B

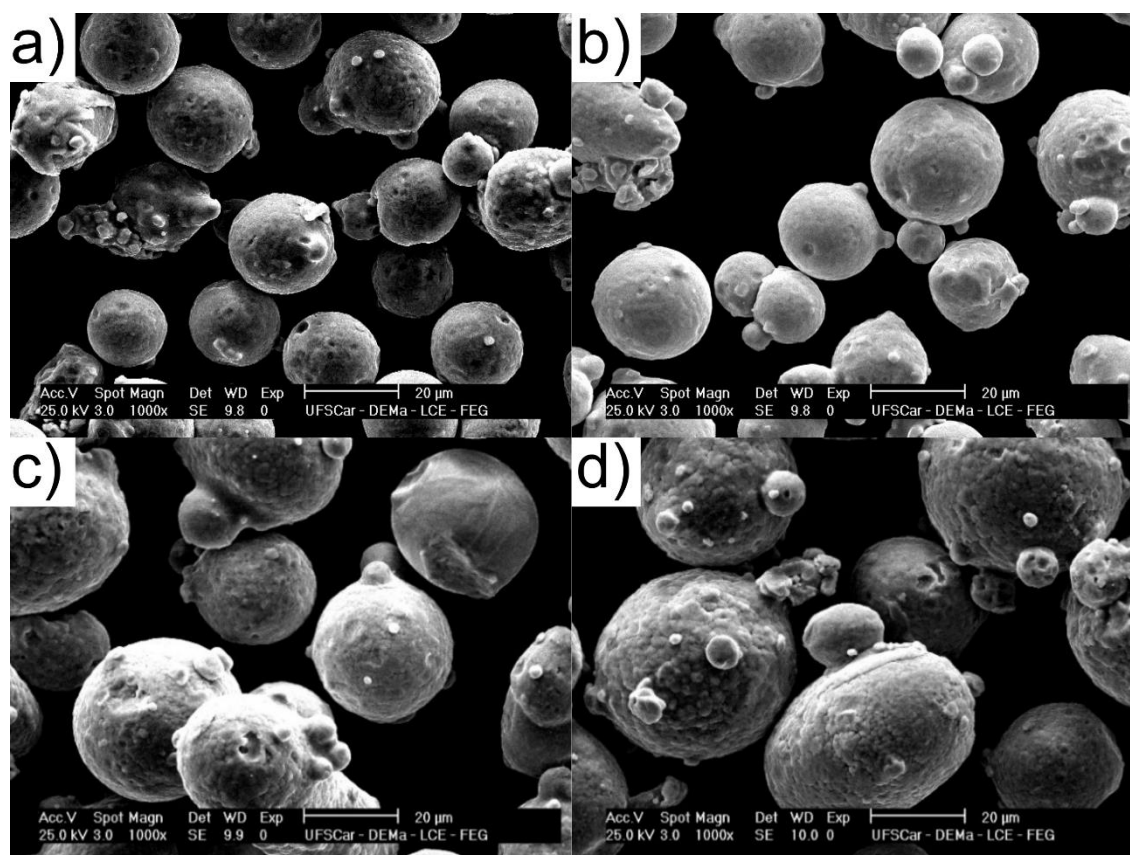
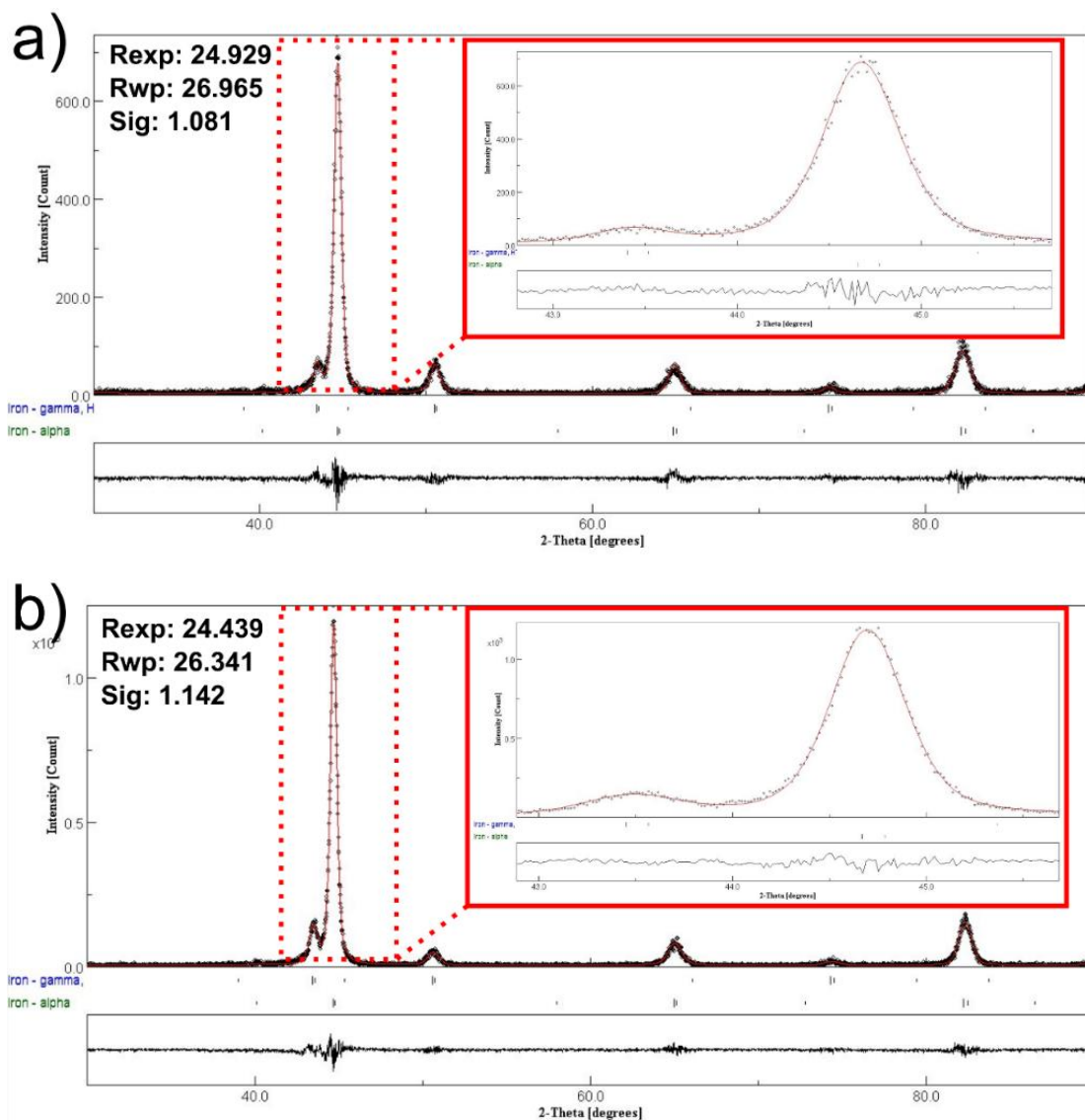


Fig. 1 - Imagens do pó H13 obtidas por SEM para as seguintes faixas de tamanho de partícula: (a) 20-25 µm, (b) 25-30 µm, (c) 30-35 µm e (d) >35 µm.

APÊNDICE C

A **Fig. 2** exibe os padrões experimentais de DRX juntamente com os padrões calculados. As imagens também mostram uma ampliação dos dois primeiros picos e os parâmetros de refinamento de qualidade fornecidos pelo software. Em todos eles, o parâmetro Sig estava muito próximo de 1, o que indica um ajuste adequado.



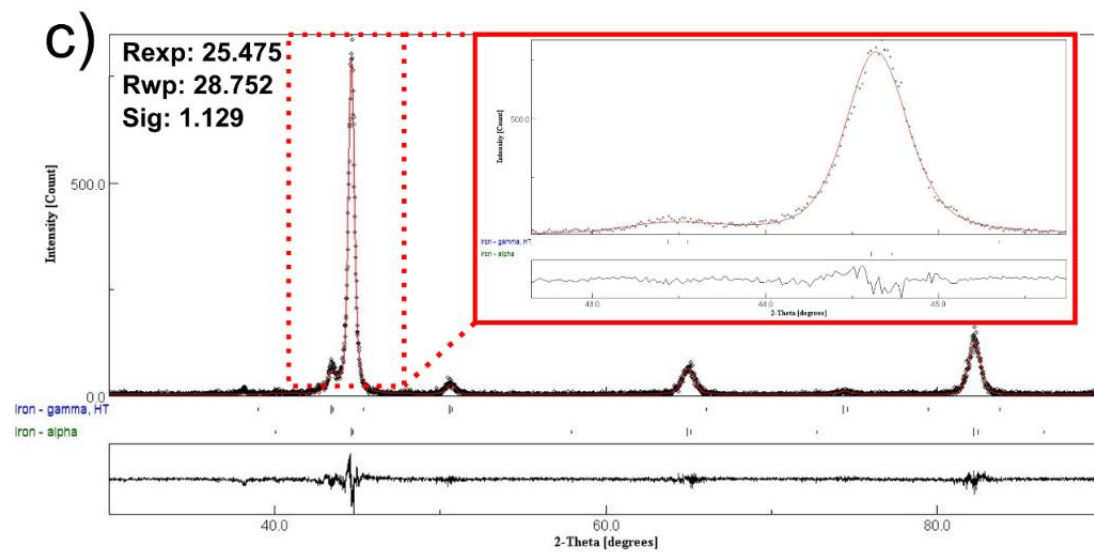


Fig. 2 -Ajuste dos padrões de DRX utilizados para a quantificação de fases. As imagens a), b) e c) correspondem às amostras 200, 400 e 600, respectivamente. O quadro inserido mostra uma ampliação dos dois primeiros picos. Os valores de Rexp, Rwp e Sig são fornecidos pelo software e descrevem a qualidade do refinamento.

ANEXO A

Tabela 0.1 – Parâmetros do processo FLP-L utilizados para o aço ferramenta H13 em vários trabalhos da literatura. P = Potência do Laser; v = velocidade de varredura; h = espaçamento entre linhas; t = espessura da camada; PH = pré-aquecimento da plataforma de construção; VED = densidade de energia volumétrica.

Parâmetros de processo					VED (J/mm ³)	Impressora 3D	REF.
P (W)	v(mm/s)	h(μm)	t(μm)	PH(°C)			
300	800	105	30	-	119	In-house developed (Yb:YAG fiber laser 300W)	[27]
280	980	120	40	-	60	EOS M280 SLM machine	[48]
170	400	100	40	-	106	EOS M290 SLM machine (EOS, Munich, Germany)	[52]
90	200	80	25	-	225	Concept laser M-LAB	[51]
172	700	80	30	-	102	OmniSint-160 machine (OmniTek)	[60]
175	725	100	30	-	80	SLM® 125HL (SLM Solutions Group AG)	[65]
350	470	120	30	-	207	SLM 280HL SLM Solutions AG	[14]
175	725	100	30	200	80	SLM 125HL (SLM Solutions Group AG)	[53]
300	800	105	30	200	119	In-house developed (Yb:YAG fiber laser 300W)	[27]
300	800	105	30	400	119	In-house developed (Yb:YAG fiber laser 300W)	[27]
175	750	120	30	100	65	SLM 250HL	[44]
175	607	120	30	200	80	SLM 250HL (SLM Solutions Group AG)	[6]
300	1000	80	40	200	93,75	EOS M280	[50]
160	535	100	30	200	100	SLM 125HL	[46]
300	1000	100	30	200	100	SLM 125HL	[46]