

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

PROCESSAMENTO, MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES DE
COMPONENTES PRODUZIDOS A PARTIR DE PÓS DESCARTADOS DA
LIGA AlSi10Mg

Mila Christy de Oliveira

São Carlos-SP
2026

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

PROCESSAMENTO, MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES DE
COMPONENTES PRODUZIDOS A PARTIR DE PÓS DESCARTADOS DA
LIGA AlSi10Mg

Mila Christy de Oliveira

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

Orientador: Prof. Dr. José Eduardo Spinelli

Coorientador: Profa. Dra. Marcella Gautê Cavalcante Xavier

Agência Financiadora: CAPES - Processo: 88887.952417/2024-00

São Carlos-SP
2026

DEDICATÓRIA

Aos meus pais:

à minha mãe, *Maria Helena de Oliveira*,

e, em memória de meu pai, *Francisco José de Oliveira*.

À minha irmã,

Alice Milan de Oliveira.

A todos que caminharam comigo durante esta jornada, oferecendo apoio, paciência e compreensão.

VITAE

Bacharel em Engenharia Metalúrgica pelo Instituto Federal de Educação,
Ciência e Tecnologia do Sudeste de Minas (2023).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

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

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Mila Christy de Oliveira, realizada em 26/02/2026.

Comissão Julgadora:

Prof. Dr. José Eduardo Spinelli (UFSCar)

Profa. Dra. Danielle Cristina Camilo Magalhães (UFSCar)

Prof. Dra. Maria Adrina Paixão de Souza da Silva (UFPA)

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

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Prof. José Eduardo Spinelli, pela confiança, disponibilidade, paciência e valiosas contribuições para o desenvolvimento deste trabalho, fundamentais para meu crescimento acadêmico, científico e pessoal.

À minha coorientadora, e amiga, Marcella Gautê Cavalcante Xavier, por todas as palavras, ensinamentos e abraços.

À minha mãe, Maria Helena de Oliveira, pelo cuidado, apoio incondicional e incentivo constante, e, em memória de meu pai, Francisco José de Oliveira, cuja presença e valores seguem sendo fonte de inspiração em minha vida.

À minha irmã, Alice Milan de Oliveira, pelo imenso apoio e presença, mesmo que de longe, ao longo dessa jornada.

Aos amigos e companheiros do laboratório de Microestrutura e Propriedades em Processos de Solidificação – M2PS, em especial à Sarah Maria de Albuquerque Sousa, Anderson Damasceno de Paula, Jaderson R. da Silva Leal, Guilherme L. de Gouveia, Rodrigo A. Valenzuela Reyes, Felipe E. Saldanha, Lorrany Vieira Gomes e Samuel Simioli, por todo suporte, incentivo, conhecimento compartilhado e por todos os momentos de descontração.

Aos amigos Moisés Moura de Cândido Neto, Marina Rocha Teixeira, Poliana Dalpra, Igor Gabriel Coinete Mota, João Victor Fanton, Denize Maria Silva e Silva e Mariana Luna Lourenço pela presença quando estive em dias ensolarados e, principalmente, em temporais.

Ao Abdoul-Aziz Bogno pela orientação nos meus primeiros passos nesta pesquisa, fundamentais para o início e desenvolvimento do trabalho. Ao Prof. Abdallah Elsayed pela oportunidade, hospitalidade, generosidade e pelos aprendizados que foram além de novas técnicas de solidificação em Guelph.

À CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pelo apoio financeiro para realização desse trabalho com bolsa de estudos, processo nº 88887.952417/2024-00.

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

RESUMO

Pós de ligas de alumínio fora de especificação, geralmente descartados, representam um recurso pouco aproveitado na indústria. Nesse contexto, rotas alternativas de consolidação podem tornar a reutilização do pó uma solução promissora e ambientalmente sustentável para a liga AlSi10Mg. No entanto, poucos estudos avaliam sistematicamente a viabilidade dessas rotas, o que é o foco desse Mestrado. A metodologia aplicada inclui a compactação uniaxial de pós, sob cargas entre 30 e 100 kN, com a refusão e solidificação rápida por *suction casting*. O objetivo principal é verificar a possibilidade de produzir componentes com propriedades mecânicas e tribológicas compatíveis com aquelas obtidas por rotas convencionais. Os resultados mostram que a rota adotada produz peças com porosidade extremamente baixa ($\leq 0,2\%$) e microestruturas dendríticas refinadas (espaçamentos entre 2,4 e 4,6 μm). O refino microestrutural é controlado principalmente pela taxa de resfriamento e pela carga de compactação. Cargas intermediárias (50–80 kN) favorecem a densificação e o refino microestrutural, com baixa porosidade. Já a carga de 100 kN resulta em maior porosidade (3,6%) e menor microdureza (87 HV) pela limitada penetração do metal fundido. Amostras com microestrutura mais refinada (50 kN/3 mm) alcançam resistência à compressão superior a 500 MPa e microdureza Vickers de 118 HV, valores que superam a fundição convencional (60–80 HV). Nos ensaios de desgaste, verifica-se uma correlação inversa entre dureza e taxa de desgaste. A amostra mais densa e refinada (50 kN/3 mm) apresentam taxas de $2,3 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, desempenho comparável ao de peças produzidas por *Laser Powder Bed Fusion - LPBF*. Mesmo sob desgaste abrasivo, o refinamento microestrutural manteve influência. A combinação de compactação e *suction casting* confirma-se como estratégia eficiente de upcycling da liga AlSi10Mg, convertendo resíduos em componentes de bom desempenho para aplicações automotivas e aeroespaciais, sobretudo em peças de parede fina.

Palavras-chave: AlSi10Mg; pós metálicos; solidificação; reciclagem; microestrutura; propriedades mecânicas; desgaste.

ABSTRACT

PROCESSING, MICROSTRUCTURE, AND PROPERTIES OF PARTS

PRODUCED FROM DISCARDED AlSi10Mg ALLOY POWDERS

Out-of-spec aluminum powders, usually discarded, represent an underutilized resource. Alternative consolidation routes make powder reuse a promising and environmentally sustainable solution for the AlSi10Mg alloy. The methodology of this work addresses the uniaxial compaction of powders under loads between 30 and 100 kN, followed by remelting and rapid solidification by suction casting. The main objective is to verify the possibility of producing components with mechanical and tribological properties similar or superior to those obtained by conventional routes. The results show that the adopted route produces parts with extremely low porosity ($\leq 0.2\%$) and refined dendritic microstructures (spacings between 2.4 and 4.6 μm). Microstructural refinement is mainly controlled by the cooling rate and the compaction load. Intermediate loads (50–80 kN) enhance densification and refinement, resulting in low porosity, whereas higher load (100 kN) proves detrimental, leading to increased porosity (3.6%) and reduced microhardness (87 HV) due to limited penetration of the molten metal. Samples with more refined microstructures achieve compressive strength above 500 MPa and Vickers microhardness values exceeding 100 HV, values that significantly surpass by conventional casting (60–80 HV). In wear tests, an inverse correlation between hardness and wear rate has been observed. The densest and most refined samples (50 kN/3 mm) exhibit wear rates of $2.3 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, comparable to components produced by Laser Powder Bed Fusion. Even under abrasive conditions, although mass loss was higher, the influence of microstructural refinement remains evident. The combination of compaction and suction casting is thus confirmed as an efficient upcycling strategy for AlSi10Mg, converting powder waste into high-performance components for automotive and aerospace applications, particularly thin-walled parts.

Keywords: AlSi10Mg; powders; solidification; recycling; microstructure; mechanical properties; wear.

PUBLICAÇÕES

- DE OLIVEIRA, M. C., GAUTE CAVALCANTE XAVIER, M., ARAÚJO DE MOURA, D., & SPINELLI, J. E. (2025). Microstructure, Compression Properties and Wear Performance of Compacted Al₁₀SiMg Alloy Powders Processed Through Suction Casting. **Metals**, 15(11), 1261. <https://doi.org/10.3390/met15111261>
- DE OLIVEIRA, M. C., GAUTE CAVALCANTE XAVIER, M., BOGNO, A-A., GARGARELLA, P., & SPINELLI, J. E. Innovative Processing of Compacted Waste Aluminum Alloy Powders via Controlled Remelting and Solidification. **Artigo sob revisão (R1) no periódico Advanced Engineering Materials.**
- M.C. De Oliveira, M.G.C. Xavier, A-A. Bogno, P. Gargarella, J.E. Spinelli, "Repurposing waste AlSi₁₀Mg powders for new parts through compaction followed by remelting", **XXIII B-MRS Meeting 2025**, Out 2025, Bahia, Brasil.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FICHA DE APROVAÇÃO	i
AGRADECIMENTOS	ii
RESUMO.....	iii
ABSTRACT	iv
PUBLICAÇÕES.....	v
ÍNDICE DE ASSUNTOS	vi
ÍNDICE DE TABELAS	vii
ÍNDICE DE FIGURAS	viii
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xi
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO	1
1.1 Objetivos.....	8
CAPÍTULO 2 – ROTA DE PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA ALISI10MG PRODUZIDA COM PÓS REAPROVEITADOS	10
2.1 Introdução.....	10
2.2 Revisão Bibliográfica	11
2.3 Materiais e Métodos	16
2.4 Resultados e discussões.....	28
2.5 Conclusões.....	53
CAPÍTULO 3 – IMPACTO DA COMPACTAÇÃO E DA MICROESTRUTURA DE SOLIDIFICAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE COMPRESSÃO, DUREZA E DESGASTE DA LIGA ALSI10MG	55
3.1 Introdução.....	55
3.2 Revisão Bibliográfica	56
3.3 Materiais e Métodos.....	59
3.4 Resultados e Discussão	63
3.5 Conclusões	78
CAPÍTULO 4 – DISCUSSÃO GERAL E CONCLUSÕES	79
SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	81
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	82

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 1.1 – Participação de mercado atual de pós metálicos em MA por liga metálica (2022) [15].....	4
Tabela 1.2 – Projeção de mercado de pós metálicos em MA por liga para os próximos 10 anos (2023–2033).....	4
Tabela 2.1 – Parâmetros da atomização dos pós utilizados.....	188
Tabela 2.2 – Composição química dos pós da liga AlSi10Mg investigados, obtida por espectrometria de emissão com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES).	29
Tabela 2.3 – Resultados da distribuição granulométrica através do peneiramento de pós da liga AlSi10Mg.....	35
Tabela 2.4 – Análise quantitativa da porosidade formada na liga AlSi10Mg refundido por suction casting, mostrando a influência do diâmetro da amostra (espaçamento dendrítico) e da carga de compactação (30, 50, 80 e 100 kN) sobre a fração de porosidade, densidade de poros, tamanho médio dos poros e circularidade.....	45

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1 – Crescimento do mercado de MA de 2002-2023 [16].....	05
Figura 1.2 – Exemplos de faixas de tamanho de pó em processos de metalurgia do pó [20], [21], [22].....	06
Figura 2.1 – Fluxograma do procedimento experimental utilizado no capítulo 2 desse Mestrado.....	17
Figura 2.2 – Conjunto do molde de aço utilizado para operações de compactação.....	20
Figura 2.3 – Amostras compactadas da liga AlSi10Mg	21
Figura 2.4 – Esquema do sistema de fundição por sucção	23
Figura 2.5 – A(a) Molde de cobre utilizado para a solidificação dos compactados refundidos por suction casting; (b) Fotografia da amostra obtida; e (c) Esquema do corte longitudinal das amostras refundidas	24
Figura 2.6 – Micrografia óptica do pó compactado e refundido da liga AlSi10Mg. Mostrando a conversão da imagem binária usada para medir aspectos relacionados à porosidade.....	26
Figura 2.7 – Representação do “método do intercepto” utilizado para quantificar o espaçamento dendrítico médio, λ	27
Figura 2.8 – Processo de binarização de micrografia óptica da liga AlSi10Mg para quantificação de fração de eutético.....	28
Figura 2.9 – Solidificação prevista da liga AlSi10Mg por (a) Gulliver-Scheil e (b) em equilíbrio, calculada com o Thermo-Calc e o banco de dados TCAL7, utilizando a composição da liga obtida por ICP	30
Figura 2.10 – Ciclos de varredura DSC do pó residual compactado da liga AlSi10Mg ($D_{50} = 30 \mu\text{m}$), ciclo 1 (superior) e ciclo 2 (inferior)	32
Figura 2.11 – Micrografias de MEV dos pós da liga AlSi10Mg investigados (faixa de tamanho: $<20 \mu\text{m} - 150 \mu\text{m}$)	33
Figura 2.12 – Análise típica por mapeamento pontual MEV-EDS de uma partícula da liga AlSi10Mg.....	34
Figura 2.13 – Densidade verde relativa (ρ) dos compactados de pó residual da liga AlSi10Mg ($D_{50} = 30 \mu\text{m}$) em função da pressão de compactação (P). A linha	

contínua representa o ajuste experimental para os dados de AlSi10Mg, dado pela equação $\rho = 0,9 - 0,44 \times \exp(-0,0039 \times P)$. A linha tracejada serve como referência comparativa e representa resultados da literatura [29] para o pó da liga Al6061 (30–40 μm), ajustados para a mesma densidade inicial de empacotamento (0,46) do pó de AlSi10Mg. 37

Figura 2.14 – Micrografias ópticas, em 100x, representativas dos compactados da liga AlSi10Mg solidificados por sucção em coquilha de cobre, evidenciando a presença de poros. As cargas de compressão variaram de 30 kN a 100 kN ... 39

Figura 2.15 – Micrografias ópticas representativas dos compactados da liga AlSi10Mg refundidos e solidificados por sucção em coquilha de cobre, evidenciando as estruturas dendríticas/celulares formadas. 41

Figura 2.16 – Variações de (a) espaçamento dendrítico, (b) velocidade de solidificação e (c) taxa de resfriamento de solidificação em função do diâmetro das amostras da liga AlSi10Mg refundidas..44

Figura 2.17 – Variação da fração de porosidade em função do diâmetro das amostras refundidas (30 kN, 50 kN, 80 kN e 100 kN) do lote de resíduos de pó da liga AlSi10Mg com $D_{50} = 30 \mu\text{m}$46

Figura 2.18 – Variações da (a) densidade de poros, (b) tamanho médio de poros e (c) circularidade em função do diâmetro de amostras refundidas de AlSi10Mg (30 kN, 50 kN, 80 kN e 100 kN) provenientes do lote de pó com $D_{50} = 30 \mu\text{m}$48

Figura 2.19 – Evolução da fração eutética experimental em função do diâmetro da amostra sob diferentes cargas de compactação, considerando o lote de pó residual da liga AlSi10Mg. As imagens de MEV correspondem às microestruturas das amostras refundidas com diâmetros de 2 mm e 6 mm anteriormente compactadas a 50 kN.50

Figura 3.1 – Representação do método utilizado para calcular a calota de volume desgastado nas amostras refundidas e produzidas via *suction casting*.60

Figura 3.2 – Variação da microdureza Vickers com diferentes cargas de compactação em amostras da liga AlSi10Mg de distintos diâmetros.62

Figura 3.3 – Imagens das calotas obtidas através do estereomicroscópio dos ensaios de desgaste a seco (esquerda) e com abrasivo (direita) para a amostra

com pressão de compactação de 50 kN e com diâmetro de 6mm.....63

Figura 3.4 – Taxa de desgaste das amostras de AlSi10Mg obtidas por sucção, com diferentes diâmetros, avaliadas em duas condições: (a) ensaio a seco (10 min/0,5 N/250 rpm) e (b) ensaio abrasivo com SiC (5 min/0,5 N/150 rpm). Os resultados estão apresentados em função da carga de compactação aplicada. Os valores de microdureza foram inseridos na base das colunas, correspondendo a cada condição específica. Abreviações: SD — Solidificação Direcional [1]; LSR — Refundição Superficial a Laser [1]; AM — Manufatura Aditiva [2]; GC — Fundição por Gravidade [2].....64

Figura 3.5 – Imagens por estereomicrografia da superfície desgastada em condição seca, sob cargas de (a) 50 kN e (b) 80 kN. A região destacada próxima ao perímetro da marca de desgaste foi caracterizada por análises de SEM/EDS, com os respectivos valores percentuais em peso (wt.%) dos elementos identificados. O elemento Fe foi investigado tendo em vista sua transferência da esfera de aço.....68

Figura 3.6 – Imagens obtidas por estereomicrografia da superfície desgastada em condição abrasiva (SiC), sob cargas de (a) 50 kN e (b) 80 kN. A região destacada próxima ao perímetro da marca de desgaste foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura/espectroscopia de energia dispersiva de raios X (SEM/EDS), com os respectivos valores percentuais em peso (wt.%) dos elementos identificados.....70

Figura 3.7 – Curvas típicas de tensão–deformação em compressão para amostras de AlSi10Mg no estado como-fundido e obtidas por sucção, com diâmetros de 3 mm e 6 mm, processadas sob cargas de 50 kN (verde) e 80 kN (vermelho) e posteriormente solidificadas por sucção.....71

Figura 3.8 – Relações experimentais entre (a) limite de escoamento; (b) alongamento até a fratura; (c) resistência à compressão; e (d) tenacidade em função do espaçamento dendrítico médio (λ) da liga AlSi10Mg.....74

SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

Al-Si	Alumínio-silício
ASTM	American Standard for Testing of Materials
Cu	Cobre
D₅₀	Tamanho médio de partículas
DEMa	Departamento de Engenharia de Materiais
DSC	Calorimetria exploratória diferencial
DTP	Distribuição de tamanho de partícula
EBM	Electron beam melting
EDS	Espectroscopia por dispersão de raios-x
F_e	Força de empuxo
HCl	Ácido clorídrico
HV	Dureza vickers
Kgf	Quilograma-força
kN	Quilonewton
LE	Limite de escoamento
LPBF	Laser powder bed fusion
LRT	Limite de resistência à tração
MA	Manufatura aditiva
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
Mg	Magnésio
Mg₂Si	Silicieto de magnésio
Mn	Manganês
MO	Microscópio óptico
MP	Metalurgia do pó
P_s	Peso seco amostra
P_{sub}	Peso da amostra submersa
Rpm	Rotação por minuto
RSL	Refusão superficial a laser
SD	Solidificação direcional
Si	Silício
SLM	Selective laser melting

$\dot{T}$	Taxa de resfriamento
V	Velocidade de solidificação
V_a	Volume da amostra
V_w	Volume desgastado
P	Densidade
α	alfa
μ	micron
λ	Espaçamento dendrítico médio

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

As ligas base alumínio-silício (Al-Si) foram originalmente elaboradas para fundição e são responsáveis por um aumento considerável na fabricação de componentes fundidos ao longo das últimas décadas. Essas ligas têm se consolidado como um dos materiais mais predominantes em setores como indústrias aeroespaciais e automotivas, defesa, e engenharia geral [3], [4].

A solidificação é a transformação de uma fase em que o material passa do estado líquido para o estado sólido mediante a extração de calor. Os principais aspectos desse processo incluem redistribuição de solutos, crescimento microestrutural e controle térmico. O processo de solidificação das ligas Al-Si é regido por uma sequência que se inicia tipicamente com a formação de uma matriz dendrítica de α -Al, seguida por reações eutéticas onde o silício e intermetálicos se precipitam nas regiões interdendríticas [5].

Os principais parâmetros que definem a evolução da microestrutura são a taxa de resfriamento ($\dot{T}$) e a velocidade de solidificação (V) [3], [4]. O controle desses parâmetros é fundamental para a qualidade do produto pois regem a escala microestrutural, que está diretamente correlacionada com o comportamento mecânico, traduzido em propriedades como dureza, ductilidade e resistência mecânica da liga. Além disso, enquanto o resfriamento lento na fundição convencional gera espaçamentos dendríticos grosseiros, a solidificação rápida resulta em uma estrutura celular ultrafina e em um alto grau de supersaturação de Si na matriz do alumínio [5], [6].

Elementos de liga são comumente adicionados nas ligas Al-Si, como, por exemplo, Mg, Cu e Mn com intuito de melhorar as propriedades mecânicas. A adição do Mg, por exemplo, é utilizada para obter fases finas através do endurecimento por precipitação, como Mg_2Si , que resultam em melhoria nas propriedades mecânicas, tais como limite de resistência à tração e limite de escoamento. No entanto, podem causar redução na ductilidade e na tenacidade à fratura, quando adicionados em excesso [7].

A liga AlSi10Mg é uma liga Al-Si contendo outros elementos de liga, também conhecida como 'Aural', elaborada e patenteada pela ALCAN, sendo amplamente empregada nas indústrias automotiva e aeroespacial devido às

suas características, como excelente capacidade de fundição, alta resistência à corrosão, baixo peso, elevada resistência a cargas dinâmicas e boas propriedades térmicas e mecânicas, incluindo dureza superior. Essa liga é comumente utilizada na produção de peças fundidas com paredes finas e geometrias complexas que suportam altas cargas, demonstrando ser uma excelente opção para aplicação na manufatura aditiva. As peças fabricadas com essa liga podem ser soldadas, usinadas, erodidas à fio, polidas e revestidas, ampliando sua versatilidade de uso [7], [8].

Ainda no contexto de processamento de ligas AlSi10Mg, a manufatura aditiva (MA) precisa ser citada, processo que teve sua origem há aproximadamente 40 anos e passou por uma evolução significativa desde seus primórdios, quando o foco principal era a prototipagem rápida [9], [10]. Atualmente, essa tecnologia é definida como o processo de unir materiais para fabricar objetos a partir de dados de modelos 3D (CAD), geralmente de forma incremental, camada sobre camada [9], [11]. Para isso, a tecnologia emprega pó ou fio como matéria-prima, que é seletivamente fundida por uma fonte de calor focalizada — tipicamente um laser de alta potência ou feixe de elétrons — e se consolida mediante solidificação rápida durante o resfriamento [10], [11]. Diferente dos métodos tradicionais subtrativos, a MA adiciona material apenas onde é necessário, o que proporciona aos engenheiros uma liberdade de projeto praticamente ilimitada. Essa flexibilidade permite a criação de geometrias complexas, estruturas em treliça e designs leves e otimizados que seriam técnica ou economicamente inviáveis por métodos de fabricação convencionais [11], [12], [13], [14].

Até o momento, poucas ligas de Al foram utilizadas com sucesso na MA, sendo a liga AlSi10Mg uma delas. A facilidade de processamento das ligas AlSi10Mg por manufatura aditiva decorre de sua configuração microestrutural próxima ao constituinte eutético, o que garante uma excelente soldabilidade e minimiza defeitos de fabricação [14]. Em contrapartida, ligas de alta resistência endurecíveis por precipitação, como a série 2XXX (Al-Cu-Mg-Si), apresentam desafios significativos para a MA, pois a rápida solidificação e o resfriamento induzidos pelo processo tendem a gerar fenômenos de trincamento a quente,

prejudicando a integridade estrutural das peças produzidas [10]. O pó de AlSi10Mg produzido pelo processo de atomização a gás, com tamanho de partícula entre 20 μm e 63 μm , é utilizado com sucesso na MA - LPBF para diversas aplicações nas indústrias automotiva e aeroespacial [8]. A ampla utilização de pó de alumínio e suas ligas na fabricação LPBF de componentes leves impulsionou uma expansão significativa na produção de pó para atender às crescentes demandas do setor [15]. Contudo, essa expansão resulta inevitavelmente na geração de materiais residuais inutilizáveis, frequentemente compostos por pós que não possuem formato esférico, são muito pequenos ou excessivamente grandes para o processo desejado, ou já foram submetidos ao processamento LPBF, tornando-se inadequados para reutilização devido ao aumento da oxidação [16].

Para dimensionar o impacto, o mercado global de pós metálicos para manufatura aditiva foi avaliado em aproximadamente US\$ 466,3 milhões em 2022 e está projetado para atingir cerca de US\$ 2,7 bilhões até 2031, com uma taxa de crescimento anual de 21,5% durante o período de previsão. As Tabelas 1.1 e 1.2 a seguir referem-se ao mercado global de pós metálicos para MA. Elas destacam as principais ligas utilizadas, suas aplicações, participação de mercado atual e projeções para os próximos 10 anos, considerando tendências e fatores de crescimento específicos dessa indústria [17].

Tabela 1.1 – Participação de mercado atual de pós metálicos em MA por liga metálica (2022) [17].

Liga	Participação de Mercado (2022)	Principais Aplicações	Fatores de Crescimento
Aço Inoxidável	~48%	Manufatura geral, ferramentaria e automotivo	Custo-benefício, resistência à corrosão
Ligas de Titânio	~20%	Aeroespacial, médica (implantes, próteses)	Baixa densidade, alta resistência, biocompatibilidade
Ligas de Níquel	~15%	Aeroespacial (altas temperaturas), energia	Resistência ao calor, propriedades mecânicas
Ligas de Alumínio	~12%	Aeroespacial, automotivo (peças leves)	Baixa densidade, alta usinabilidade
Cobalto-Cromo	~5%	Odontologia, médica (implantes ortopédicos)	Biocompatibilidade, resistência ao desgaste
Outras	~10%	Aços para ferramentas, ligas de cobre, aplicações específicas	Aplicações de nicho em indústrias específicas

Tabela 1.1 – Projeção de mercado de pós metálicos em MA por liga para os próximos 10 anos (2023–2033).

Liga	Participação Atual (2023)	Participação Projetada (2033)	Crescimento anual	Fatores de Crescimento
Aço Inoxidável	~48%	~40%	~15%	Demanda na manufatura geral, eficiência de custos
Ligas de Titânio	~20%	~25%	~23%	Uso crescente em aeroespacial, medicina e projetos leves
Ligas de Níquel	~15%	~18%	~19%	Aplicações de alta temperatura em turbinas e energia
Ligas de Alumínio	~12%	~15%	~20%	Componentes leves para indústrias automotiva e aeroespacial
Cobalto-Cromo	~5%	~7%	~18%	Crescimento em aplicações médicas como implantes
Outras	~10%	~12%	~17%	Expansão de aplicações de nicho, como cobre e aços para ferramentas

Ao longo das últimas duas décadas, o mercado de MA passou por uma evolução notável, registrando um crescimento expressivo. Conforme ilustrado na Figura 1.1, o número de sistemas de MA de metal vendidos aumentou de aproximadamente 100 unidades em 2002 para 3.793 em 2023 [18].

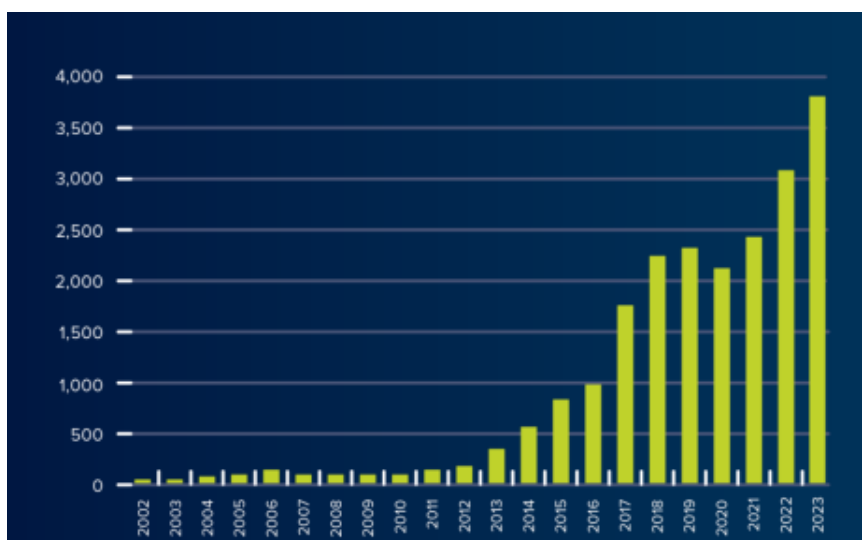


Figura 1.1 – Crescimento do mercado de MA de 2002-2023 [18].

O uso generalizado de pó de alumínio e ligas de alumínio na manufatura aditiva de componentes leves resultou em uma expansão da produção de pó para atender às crescentes demandas desse processo. Essa ampliação da produção, no entanto, leva inevitavelmente à geração de resíduos inutilizáveis, como pós que não possuem a forma esférica ideal, são muito pequenos ou grandes para o processo desejado, ou que já passaram pelo processamento de MA, tornando-se inadequados para reutilização devido ao aumento da oxidação [19].

A Figura 1.2 apresenta as faixas de tamanhos de pós exigidas para diferentes processos de MA, comparando-as com os métodos de metalurgia do pó e os tamanhos típicos de pós produzidos por atomização a gás [20]. No processo de atomização a gás, até 65% do pó gerado pode não atender às especificações necessárias para os processos de fabricação aditiva baseados em pó. Muitos produtores de pós para MA, incluindo os de pó de alumínio, estão acumulando excesso de material e, por isso, necessitam de alternativas de reciclagem para melhorar a sustentabilidade dos processos [21].

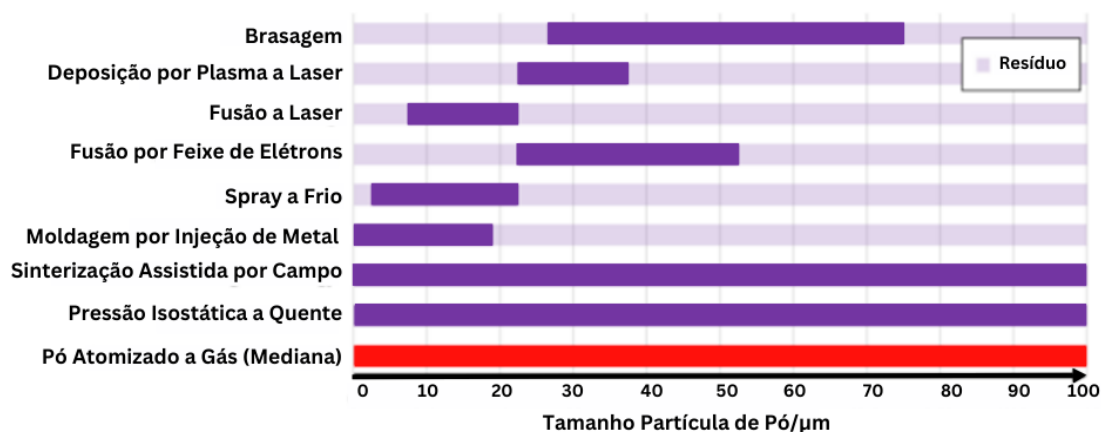


Figura 1.2 – Exemplos de faixas de tamanho de pó em processos de metalurgia do pó [22], [23], [24].

O pó metálico rapidamente solidificado por atomização oferece várias vantagens em relação ao pó metálico tradicional a granel. Contudo, durante a produção, manuseio e processamento, é difícil evitar a oxidação da superfície, especialmente em metais e ligas que têm grande afinidade com o oxigênio [25]. O alumínio é um exemplo de metal que sofre esse fenômeno, formando uma camada de óxido de alumínio em sua superfície por meio de uma reação química espontânea, Equação 1.



Essa camada funciona como uma barreira protetora, evitando a oxidação do alumínio subjacente. Para que a reação com o oxigênio prossiga, é necessário criar caminhos entre a atmosfera e o metal. Esses caminhos são formados durante o aquecimento, quando o alumínio se expande mais rapidamente do que a camada de óxido em sua superfície [26], [27]. Como consequência, o óxido de alumínio se quebra, criando aberturas entre as áreas de óxido, permitindo que ocorra mais oxidação[28].

Diversos estudos investigam óxidos de superfície em pós produzidos por diferentes métodos, analisando seus efeitos na compactação, sinterização e no pós-processamento de componentes [29]. Foi observado que a presença de

óxidos de superfície nanométricos retarda o crescimento das conexões entre as partículas de pó, dificultando a difusão do material. Isso pode elevar as temperaturas de sinterização e prolongar os tempos de processamento, impactando negativamente o controle da oxidação na metalurgia do pó [29].

As partículas de pó armazenadas frequentemente contêm umidade absorvida em suas superfícies, embora a quantidade de umidade em relação à massa do pó seja geralmente mínima. No entanto, o teor de umidade pode afetar a processabilidade e a fluidez do pó, resultando em problemas indesejáveis, como aglomeração, endurecimento ou padrões de fluxo irregulares. Isso pode gerar dificuldades durante as etapas de mistura, enchimento e compactação do molde, prejudicando a eficiência do processo e a qualidade do produto [30].

Um exemplo ocorre na fusão em leito de pó com feixe de laser (PBF-LB), onde a umidade pode causar a formação de poros no material construído [31]. Esses poros se formam pela dissolução de hidrogênio nas partículas de pó no metal fundido, gerando bolhas após a solidificação. De maneira semelhante, a umidade pode influenciar a formação de porosidade tanto em compactados verdes quanto nas partes sinterizadas.

Além disso, o hidrogênio pode impactar negativamente a contração durante a sinterização, devido ao seu aprisionamento em defeitos na rede [32]. O hidrogênio pode se originar da dissociação de moléculas de água nas superfícies das partículas de pó ou na câmara. O alumínio, em particular, é muito suscetível à porosidade causada pelo hidrogênio, embora outros materiais também possam ser afetados [31]. Pós de AlSi10Mg e Scalmalloy, por exemplo, mostram efeitos mais graves em comparação com outros materiais [33]. Descobertas semelhantes foram relatadas por [34] para a liga AlSi10Mg.

A reciclagem na indústria de MA é limitada e foca na reutilização de pós. Contudo, a degradação da qualidade (como oxidação e alteração granulométrica) limita o reúso direto [11], [12], exigindo tecnologias inovadoras para processar sobras de forma sustentável [16], [35].

A motivação principal deste Mestrado é explorar métodos de reciclagem de pós fora de especificação ou não incorporados, empregando as rotas compactação–refusão seguida de solidificação rápida, de modo a promover

práticas viáveis na gestão de pó excedente. Busca-se compreender o processo de fusão e o impacto da microestrutura resultante, além de avaliar aspectos microestruturais como a morfologia e as características do Si, os espaçamentos dendríticos e a porosidade, identificando rotas que maximizem o aproveitamento do pó, e viabilizem a geração de produtos pela rota de upcycling.

O texto do Mestrado está dividido em duas partes: o Capítulo 2 aborda a análise do pó, a avaliação da compactação e a fundição por sucção em coquilha de cobre, com foco na caracterização microestrutural; e o Capítulo 3 trata da determinação das propriedades mecânicas, incluindo ensaios de compressão, microdureza e desgaste.

1.1 Objetivos

1.1.1. Objetivo Geral

O presente trabalho de Mestrado tem como objetivo desenvolver e avaliar uma rota alternativa de processamento, via metalurgia do pó, seguido de refusão, utilizando pós fora de especificação ou reaproveitados da liga AlSi10Mg, estabelecendo correlações entre os parâmetros de processamento, avaliação microestrutural e propriedades mecânicas e desgaste.

1.1.2. Objetivos Específicos

Caracterizar o pó excedente (fora de especificação e/ou não incorporado) quanto à distribuição granulométrica, morfologia, composição e condição superficial, estabelecendo critérios de seleção e preparo para reciclagem por compactação.

Desenvolver e otimizar a rota compactação–refusão seguida de solidificação rápida (fundição por sucção em coquilha de cobre), definindo janelas de processamento (variando parâmetros de compactação e de fusão).

Quantificar e correlacionar a microestrutura obtida (morfologia e características do Si, espaçamentos dendríticos e porosidade) com os parâmetros de processamento, identificando as condições que minimizam defeitos e promovem refinamento microestrutural.

Determinar o desempenho mecânico e tribológico das peças produzidas (compressão, microdureza e desgaste) e compará-lo com produtos convencionais equivalentes, usando faixas usuais de propriedades como referência, de modo a verificar a viabilidade técnica da rota proposta e os limites de aplicação.

CAPÍTULO 2 – ROTA DE PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA ALISI10MG PRODUZIDA COM PÓS REAPROVEITADOS

2.1 Introdução

A investigação sobre ligas leves vem sendo conduzida há várias décadas, mas ganhou impulso significativo nos últimos anos em decorrência de políticas e iniciativas voltadas à mitigação das mudanças climáticas e à busca pela neutralidade de carbono, entendida como o equilíbrio entre as emissões de gases de efeito estufa e sua remoção da atmosfera. Nesse cenário, as ligas de alumínio (Al) ocupam posição de destaque entre os materiais leves, especialmente nos setores automotivo e aeroespacial. O aumento contínuo da demanda por alumínio tem resultado, de forma concomitante, na expansão da produção secundária desse metal. No contexto de metalurgia do pó e processos correlatos, a manufatura aditiva (MA) destaca-se como um dos principais destinos finais de pós metálicos de ligas de Al, os quais são majoritariamente produzidos por atomização a gás. Assim, o desenvolvimento de rotas alternativas e inovadoras para o reaproveitamento de pós descartados tem atraído crescente interesse.

De acordo com o escopo desse Mestrado duas rotas de fabricação são importantes de serem melhor estudadas, quais sejam: a atomização a gás e a fundição por sucção em coquilha de cobre.

A microestrutura interna dos pós metálicos de AlSi10Mg é caracterizada por uma solidificação dendrítica, composta essencialmente por uma matriz de alumínio- α (α -Al) e uma rede interdendrítica preenchida por um constituinte eutético contendo silício [36]. Em pós produzidos por atomização a gás, essa estrutura apresenta um espaçamento dendrítico médio (λ) de aproximadamente $2,19 \pm 0,56 \mu\text{m}$, onde a alta taxa de resfriamento inerente ao processo promove partículas predominantemente esféricas com microestruturas refinadas e distintas de materiais fundidos convencionais [36]. Além disso, a configuração desse arranjo dendrítico é sensível aos parâmetros de fabricação, sendo que

temperaturas de atomização adequadas (como em torno de 900 °C) são cruciais para garantir a esfericidade e a homogeneidade das fases [36], [37].

Segundo Aranda et al (2020), a solidificação de ligas alumínio-silício via suction casting caracteriza-se como um processo de solidificação rápida (RS), com taxas de resfriamento que geralmente superam 10^4 K/s, permitindo desvios significativos do equilíbrio termodinâmico. Essa extração veloz de energia térmica resulta em um intenso refinamento microestrutural, reduzindo o tamanho de fases segregadas para escalas submicrométricas e promovendo a formação de fases metaestáveis que aumentam a dureza e a resistência mecânica da liga. Em processos correlatos, como a atomização a gás, com taxas de resfriamento variando de 10^4 a 10^7 K/s, observa-se que a morfologia de fases frágeis é alterada; por exemplo, intermetálicos que seriam grosseiros e aciculares em fundição convencional tornam-se agulhas muito finas ou estruturas dendríticas equiaxiais refinadas, enquanto o silício eutético e primário assume uma distribuição muito mais homogênea na matriz de alumínio. A homogeneidade e o refinamento da microestrutura são os principais responsáveis pela melhoria na ductilidade e no desempenho mecânico global dessas ligas [38].

2.2 Revisão Bibliográfica

Impulsionado pela busca da neutralidade de carbono, o desenvolvimento de ligas leves de alumínio tornou-se estratégico para a eficiência energética nos setores automotivo e aeroespacial [9], [12], [14]. Na MA, o processo LPBF demanda pós metálicos de alta qualidade, geralmente obtidos via atomização a gás para garantir a integridade das camadas depositadas [11], [16], [39]. Todavia, a geração de resíduos, representados por pós fora de especificação ou degradados, impõe desafios ambientais e econômicos [11], [12], [16]. Surge, portanto, a necessidade premente de rotas de reciclagem e reaproveitamento desses insumos, visando assegurar a eficiência de recursos e o perfil ecológico da manufatura metálica [11], [12].

Nas últimas duas décadas, o mercado de manufatura aditiva apresentou expansão significativa. A utilização intensiva de pós de alumínio e de suas ligas na produção de componentes leves por MA impulsionou a ampliação da

capacidade produtiva desses materiais, de modo a atender às exigências industriais [16], [39]. Como consequência, ocorre a geração inevitável de resíduos, frequentemente associados a pós com morfologia inadequada, distribuição granulométrica fora das especificações ou que já passaram por múltiplos ciclos de MA, tornando-se impróprios para reutilização devido ao aumento da oxidação superficial. Diante desse cenário, diversos fabricantes de pós metálicos para MA, incluindo produtores de pós de Al, acumulam excedentes de material e buscam alternativas de reciclagem que contribuam para a sustentabilidade de seus processos produtivos [16].

Os processos LPBF, também denominados Fusão Seletiva a Laser (Selective Laser Melting – SLM), impõem requisitos mais rigorosos às propriedades dos pós metálicos quando comparados a outras tecnologias de MA, como a Fusão por Feixe de Elétrons (Electron Beam Melting – EBM). O processo LPBF demanda uma faixa granulométrica estreita, normalmente entre 32 e 75 μm , sendo que, em muitos casos, a distribuição considerada ideal para SLM situa-se entre 15 e 45 μm . Esses limites são mais restritivos do que aqueles adotados em EBM, que geralmente emprega pós mais grossos, na faixa de 45 a 106 μm [14], [40], [41].

Embora a atomização a gás continue sendo o método mais eficiente e amplamente utilizado para a produção de pós comercialmente viáveis para a manufatura aditiva, esse processo gera, de forma intrínseca, uma ampla distribuição de tamanhos de partículas [10], [39], [42]. Como resultado, uma fração significativa do material produzido não atende às faixas granulométricas ideais para processos em leito de pó, sendo classificada como excedente ou resíduo. Estima-se que até 65% dos pós metálicos obtidos por atomização a gás não estejam em conformidade com as especificações exigidas. Esses pós fora de especificação são, em geral, considerados inadequados para reutilização direta, principalmente em função do tamanho das partículas e da oxidação superficial [39]. Nesse cenário, caracterizado por critérios rigorosos de qualidade e elevadas taxas de rejeição, a reciclagem das frações granulométricas fora de especificação — excluindo-se a faixa principal de 32–75 μm , investigada neste trabalho — torna-se fundamental para o aproveitamento eficiente dos resíduos.

Apesar das vantagens associadas à MA, como elevada liberdade geométrica e melhor aproveitamento de material, os processos intensivos em energia envolvidos na mineração, no refino das ligas e na produção de pós metálicos contribuem de maneira significativa para a pegada ambiental dessa tecnologia. Norgate et al. [40] destacaram a necessidade de enfrentar os desafios relacionados à reciclagem e ao reúso de materiais na MA como estratégia para reduzir seus impactos ambientais. Em contrapartida, Leung et al. [41] apontaram que a presença de impurezas em pós reciclados pode alterar o comportamento de escoamento do metal fundido em processos baseados em fusão, dificultando a previsão dos efeitos sobre a qualidade final das peças e a formação de defeitos.

Atualmente, grande parte do mercado de manufatura aditiva está concentrada na utilização de pós da liga AlSi10Mg. Essa liga de fundição Al–Si hipoeutética tem despertado grande interesse devido à sua elevada processabilidade por MA, permitindo a fabricação de estruturas leves e geometricamente complexas, especialmente voltadas aos setores automotivo e aeroespacial [11], [43].

No contexto da geração de excedentes e resíduos de pós, é essencial diferenciar os conceitos de reúso e reciclagem. A reciclagem envolve a refusão ou a moagem de materiais sucateados, provenientes tanto do processo produtivo quanto do pós-consumo, com o objetivo de produzir novo material de alimentação para atomização ou novos componentes manufaturados [44]. O reúso, por sua vez, refere-se à reutilização de um mesmo lote de pó em equipamentos de MA até que sejam atingidos limites de qualidade previamente definidos. Enquanto o reúso geralmente exige processamento mínimo, a reciclagem implica transformações mais profundas do material, resultando em novas formas adequadas para etapas subsequentes de fabricação [44].

Em tecnologias de MA, uma parcela significativa do pó alimentado ao sistema permanece sem fusão, dependendo fortemente da geometria do componente produzido [45]. Lutter-Günther et al. [12] relataram que a quantidade de pó residual pode variar de aproximadamente 3% em estruturas do tipo colmeia até cerca de 35% em componentes como engrenagens. O elevado custo

dos pós atomizados a gás, aliado ao alto consumo energético de sua produção, reforça a necessidade de estratégias que ampliem o reúso e a reciclagem desses materiais.

O reúso prolongado de pós pode levar, ao longo do tempo, ao acúmulo de impurezas, como óxidos, além de alterações na distribuição granulométrica resultantes de fusão parcial e das condições de armazenamento. Esses fatores podem comprometer as propriedades mecânicas ou causar desvios em relação às especificações do material, conforme demonstrado por Santecchia et al. [11]. Para mitigar tais efeitos, a General Electric propôs diferentes estratégias de reúso de pós [43], incluindo o sistema de dois recipientes (2-bin system), que envolve peneiramento e reutilização até um limite preestabelecido, e o método de mistura com pó virgem, no qual o pó reutilizado é combinado com material em pó novo para preservar o desempenho desejado.

Avanços recentes também têm demonstrado a viabilidade da reciclagem de pós fora de especificação oriundos de processos de MA. Métodos de produção de pós, como a atomização a gás e a plasma, tendem a gerar materiais com ampla distribuição granulométrica. O peneiramento permite a seleção das partículas com tamanho e morfologia adequados para MA, enquanto os pós rejeitados são geralmente destinados à refusão e reaproveitados em aplicações de menor valor agregado. No entanto, estudos recentes indicam que processos como o Conform™ [44] são capazes de processar pós com baixa fluidez, frequentemente favorecendo partículas maiores e de morfologia irregular para aplicações específicas. Por exemplo, por meio do processo Conform de extrusão contínua, pós de titânio rejeitados podem ser utilizados na fabricação de componentes de alto desempenho. Essa técnica é particularmente adequada para a produção contínua de produtos longos não ferrosos, como fios magnéticos de cobre, fios de trólebus, tubos, barramentos, trocadores de calor multiportas de alumínio, evaporadores e núcleos de fios.

Nesse contexto, a metalurgia do pó (MP) destaca-se como uma rota de fabricação versátil, oferecendo diversas vantagens. O processo permite elevado aproveitamento de material, reduzindo desperdícios e custos, além de possibilitar a obtenção de tolerâncias dimensionais rigorosas, viabilizando a

produção próxima à forma final e minimizando etapas de usinagem [46]. Adicionalmente, a (MP) proporciona bom acabamento superficial e possibilita a fabricação de geometrias relativamente complexas que podem ser difíceis de obter por outros métodos [47]. Sob a perspectiva ambiental, trata-se de uma tecnologia energeticamente eficiente e ambientalmente favorável [46]. A MP é adequada para a produção de componentes em volumes moderados a elevados, e o uso de pós com composição química homogênea resulta em peças com propriedades consistentes. Além disso, o processo é aplicável a uma ampla gama de materiais, incluindo sistemas miscíveis e imiscíveis, bem como metais refratários, permitindo ainda a obtenção de componentes com porosidade controlada para atender a requisitos específicos [39].

Cooper et al. [35] demonstraram que cavacos de alumínio submetidos à extrusão com razão de redução de 9,0 originaram um material denso, com taxas de recuperação de metal comparáveis às obtidas pela fusão convencional de material maciço e superiores às alcançadas pela fusão de briquetes de cavacos. Esse processamento reduziu a oxidação e melhorou o escoamento do metal durante a fusão subsequente, aumentando a eficiência de recuperação. O estudo também evidenciou benefícios ambientais associados à combinação de extrusão e fusão, indicando, por meio de análises de ciclo de vida, economias de até 60 MJ de energia por quilograma de cavacos reciclados e reduções de até 6 kg de emissões equivalentes de CO₂ por quilograma de material reciclado.

Diversos estudos confirmaram a viabilidade do processamento da liga AlSi10Mg por metalurgia do pó. Chen et al. [48] observaram que, embora amostras de AlSi10Mg produzidas por LPBF apresentem resistência à tração significativamente superior às obtidas por MP (aproximadamente 455 MPa frente a 190 MPa), o alongamento na fratura corresponde a apenas cerca de 20% daquele observado em amostras processadas por MP. Para melhorar o desempenho mecânico e reduzir a porosidade de componentes feitos por fusão seletiva a laser (SLM), utiliza-se com eficácia a prensagem isostática a quente (HIP) [49].

A atomização a gás frequentemente gera grandes quantidades de pós fora da faixa granulométrica adequada para comercialização. Dessa forma, rotas

alternativas de processamento, como compactação, sinterização, extrusão, refusão e fundição, devem ser investigadas como estratégias para a reciclagem desses resíduos, visando à obtenção de componentes com propriedades aprimoradas. Embora existam estudos relacionados à metalurgia do pó, não foram identificados, até onde se pode verificar, trabalhos que explorem especificamente a liga AlSi10Mg utilizando a rota de compactação seguida de refusão e solidificação controlada.

A fusão direta de pós de alumínio constitui um desafio relevante, devido à elevada razão entre área superficial e volume das partículas e à formação de camadas de óxido que dificultam a fusão completa do material. Nesse sentido, a fabricação prévia de corpos compactados surge como uma alternativa eficiente para viabilizar a fusão e a solidificação controladas, com o objetivo de controlar a microestrutura e a porosidade. O presente estudo adota a rota de compactação, refusão e solidificação para investigar a evolução microestrutural e as características dos poros formados. Essa abordagem mostra-se como uma alternativa para a reciclagem de pós descartados em processos de LPBF, possibilitando o reaproveitamento de materiais que, de outra forma, seriam majoritariamente destinados ao descarte.

2.3 Materiais e Métodos

2.3.1 Etapas Experimentais

Para a realização da análise da solidificação, caracterização do pó metálico e caracterização microestrutural das amostras do presente trabalho de Mestrado, a metodologia seguiu as etapas descritas abaixo:

1. Estudo da solidificação da liga AlSi10Mg.
 - Análise da solidificação em função da temperatura utilizando ferramenta termodinâmica.
2. Caracterização dos pós da liga AlSi10Mg.
 - Avaliação composicional dos pós da liga AlSi10Mg.
 - Estimativa de D_{50} através da distribuição granulométrica (DTP);
 - Determinação da Densidade verdadeira e aparente.
3. Estudo da Compactação de Pós da liga AlSi10Mg.

4. Condução de experimentos via suction casting.
5. Avaliação microestrutural e de defeitos.
 - Obtenção das micrografias das amostras através do microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura (MEV);
 - Cálculo de porosidade e da fração de área utilizando o software ImageJ;
 - Medição dos espaçamentos dendríticos médios (λ) através do Método de Intercepção utilizando o software ImageJ;
 - Caracterização das fases presentes em termos de morfologia e tamanho.

A Figura 2.1 apresenta uma representação esquemática das etapas deste trabalho.

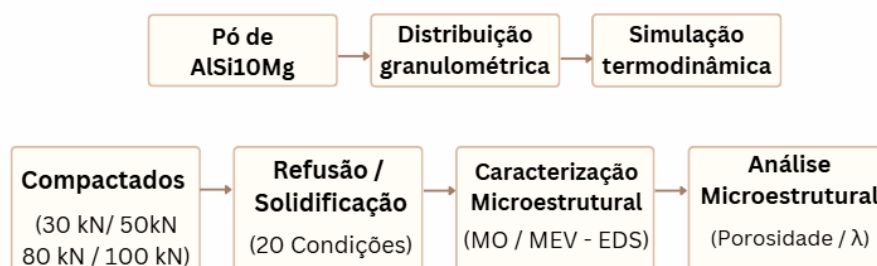


Figura 2.1 - Fluxograma do procedimento experimental utilizado no capítulo 2 desse Mestrado.

2.3.2 *Análise Termodinâmica*

O caminho de solidificação da liga AlSi10Mg foi determinado utilizando o software de cálculo termodinâmico Thermo-calc®, versão 2021a, habilitado com o método CALPHAD (Computer Calculation of Phase) [50] como modelo computacional. A base de dados utilizada para ligas de alumínio foi a TCAL 7.1.

Com esta ferramenta foi possível o intervalo de solidificação para a liga, assim como a sequência de solidificação, utilizando o modelo de Gulliver-Scheil (GS). As simulações de solidificação baseadas no modelo de Scheil consideram condições de solidificação fora do equilíbrio, desconsiderando as difusões de retrocesso no sólido. Nessa abordagem, os resultados dependem do resfriamento de um líquido supersaturado em solutos localizado imediatamente à frente da interface sólido-líquido [51].

Como técnica complementar, empregou-se a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) para a determinação das temperaturas liquidus e eutética da liga AlSi10Mg. As análises foram realizadas em pó compactado, utilizando o equipamento Netzsch STA 449C (Netzsch-Gerätebau GmbH, Selb, Alemanha), equipado com termopares tipo S (Pt–PtRh) posicionados na amostra e na referência. Foram aplicadas taxas específicas de aquecimento e resfriamento nos ciclos térmicos: no ciclo 1, aquecimento a 10 K/min até 700 °C seguido de resfriamento a 20 K/min até a temperatura ambiente; no ciclo 2, aquecimento a 10 K/min até 700 °C seguido de resfriamento a 10 K/min.

2.3.3 Caracterização dos Pós da liga AlSi10Mg

O material utilizado nesta pesquisa foi gerado por atomização a gás em um reator de atomização acoplado fechado (CCA) modelo HERMIGA 75/3VI do fabricante Phoenix Scientific Industries Ltd pertencente ao Laboratório de Atomização e Revestimento (LabAR) localizado no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar).

Os materiais de carga utilizados para esta produção incluíram barras metálicas da liga de Al A356 e peças metálicas de silício. Foram utilizados 2 kg de material sendo 5,8 kg de barras metálicas da liga A356 e 0,2 kg de Si metálico.

A liga A356 e o Si metálico foram misturados no forno de indução do atomizador para formar uma mistura homogênea e garantir uma uniformidade dos elementos de liga antes da atomização. Os parâmetros utilizados estão detalhados na Tabela 2.1 abaixo.

Tabela 2.1 – Parâmetros da atomização dos pós utilizados.

Parâmetros de Atomização	
Temperatura de atomização (°C)	750
Pressão do gás de atomização (bar)	43
Diâmetro do bico de atomização (mm)	1.5
Gás de atomização	Argônio (Ar)
Cadinho	Alumina

A composição química do pó da liga AlSi10Mg foi determinada através de método de análise química por Espectroscopia de emissão Atômica com Plasma

28 Indutivamente Acoplado (ICP-OES), seguindo a norma ASTM E3061 – 17 [52]. Esta técnica é aplicada especialmente em alumínio e suas ligas com objetivo de analisar o material quanto à conformidade dos limites de composição química. O equipamento utilizado para a realização do ensaio foi o Parkin Elmer Optima 8300 presente na Central Analítica do Instituto de Química da Universidade Estadual de Campinas em Campinas-SP.

A distribuição inicial do tamanho de partícula (DTP) do pó investigado varia de $<20\mu\text{m}$ a $>150\mu\text{m}$. Vale ressaltar que os pós com tamanho variando de $32\mu\text{m}$ a $75\mu\text{m}$ foram excluídos do processo de reciclagem, pois são aqueles utilizados de forma majoritária na manufatura aditiva LPBF.

A técnica de peneiramento foi utilizada para a separação granulométrica. Para isso, foi utilizado o equipamento HAVER EML DIGITAL PLUS da Haver & Boecker, configurado com amplitude de vibração de 50% e tempo de peneiramento de 20 minutos. A realização do peneiramento seguiu a norma ASTM B214 [53]. As peneiras empregadas eram da marca BRONZINOX, com telas de aço inoxidável e apresentando aberturas de 20, 45, 75, 106, 150 e $250\mu\text{m}$.

Para estimar D_{50} (tamanho médio das partículas) a partir dos dados de distribuição do tamanho dos pós fornecidos, os seguintes passos foram aplicados:

- Calcular a distribuição de peso cumulativo:
 - Calcular o peso total do pó;
 - Calcular a porcentagem de peso de cada faixa de tamanho;
 - Calcular a porcentagem de peso cumulativo de cada faixa de tamanho;

- Interpolar para encontrar D_{50} :
 - O valor D_{50} é o tamanho de partícula na qual 50% do peso cumulativo é atingido;
 - Encontrar o intervalo de tamanho onde a porcentagem cumulativa cruza 50%;
 - Usando a interpolação linear, Equação 2, interpole dentro desse intervalo para estimar D_{50} :

$$D_{50} = D_I + \left(\frac{50\% - \text{Cumulativo } \%_I}{\text{Cumulativo } \%_S - \text{Cumulativo } \%_I} \right) \times (D_S - D_I) \quad (\text{Eq-2})$$

Onde *Cumulativo %_S*, *Cumulativo %_I* são, respectivamente, a porcentagem de amostra de peso total que consiste em partículas menores ou igual a um limite de tamanho inferior e superior especificado. *D_S* e *D_I* são, respectivamente, o tamanho de partícula no qual o cumulativo de porcentagem inferior e superior ocorrem.

2.3.4 Processamento da liga

2.3.4.1 Compactação

Os ensaios de compactação foram realizados utilizando a Máquina Universal de Ensaio INSTRON 5500 R localizada no LAPEM - Laboratório Multiusuário de Ensaio Mecânicos, da UFSCar. Para comprimir o pó foi utilizada uma matriz cilíndrica, Figura 2.2, de aço ferramenta de ação simples, de peça única, com cavidade de molde de $12 \pm 0,5$ mm de diâmetro e altura de 20 mm, com punções de face plana.



Figura 2.2 – Conjunto do molde de aço utilizado para operações de compactação.

Somente o punção de aço da ferramenta superior se moveu durante as compactações, que ocorreram em temperatura ambiente. Para investigar o efeito da variação de cargas foram escolhidas quatro cargas diferentes (30_kN, 50_kN, 80_kN e 100_kN), as quais foram aplicadas em uma velocidade de 0,033 mm/s.

A seleção das cargas foi baseada na matriz de compactação disponível no equipamento e no limite de escoamento da liga (~150 a ~300 MPa) [54]. As compactações foram realizadas em múltiplas etapas, onde para cada compactação foi utilizada uma carga única.

Uma mistura de talco (silicato de magnésio) e etanol foi usada como lubrificante para minimizar o atrito e facilitar a remoção do compactado a verde.

Os corpos compactados, apresentam diâmetro de $12 \pm 0,5$ mm de diâmetro e altura de $11 \pm 0,5$ mm, conforme Figura 2.3.



Figura 2.3 – Amostras compactadas da liga AlSi10Mg.

Para medir a densidade de compactados, foram utilizados os seguintes equipamentos: balança analítica, etanol (de densidade conhecida), fio fino, placa metálica leve, béquer e um termômetro. O procedimento iniciou com a limpeza e secagem da amostra, seguida da medição e registro da temperatura do etanol, necessária para determinar sua densidade com precisão.

O peso seco da amostra (P_s) foi medido em uma balança analítica. Em seguida, a amostra foi suspensa em um suporte submerso no etanol, garantindo que não tocasse nas laterais ou no fundo do recipiente. Após zerar a balança (ou registrar o peso inicial do suporte), a amostra foi submersa completamente no etanol, aguardando a liberação de eventuais bolhas de ar. Durante esse processo, a temperatura do etanol foi novamente registrada.

O peso da amostra submersa (P_{sub}) foi então medido, e a força de empuxo (F_E) foi calculada pela diferença entre o peso seco e o peso submerso de acordo com a Equação 3.

$$F_E = P_s - P_{sub} \quad (3)$$

A partir dessa força, o volume da amostra (V_a) é determinado pela Equação 4, onde ρ_{etanol} é o volume de etanol deslocado na temperatura considerada e é tabelado.

$$V_a = F_E - \rho_{etanol} \quad (4)$$

Finalmente, a densidade da amostra ($\rho_{amostra}$) é o peso seco resultante da amostra, seguindo a Equação 5. A densidade média é calculada registrando os resultados e repetindo o processo para garantir precisão e consistência. Durante este processo, é importante estar atento para remover bolhas da superfície da amostra e garantir uma medição precisa.

$$\rho_{amostra} = \frac{P_s}{V} \quad (5)$$

2.3.4.2. Refusão seguida de solidificação rápida

A etapa de refusão e solidificação dos corpos compactados foi realizada pela técnica de fundição por sucção em coquilha de cobre através de um forno a arco de plasma Discovery (EDG Equipamentos, São Carlos, Brasil), o qual é constituído por uma câmara de fusão por arco de plasma na parte superior e um sistema de sucção por vácuo na parte inferior, conforme Figura 2.4. A fusão foi conduzida em atmosfera controlada de argônio, assegurando condições inertes durante o experimento. Cada compactado foi posicionado sobre uma placa de cobre utilizada como molde/crucible, garantindo alinhamento centralizado. O arco de plasma para fusão, operando a 25 V, foi gerado por um eletrodo de tungstênio localizado a 10 mm acima da superfície do compactado.

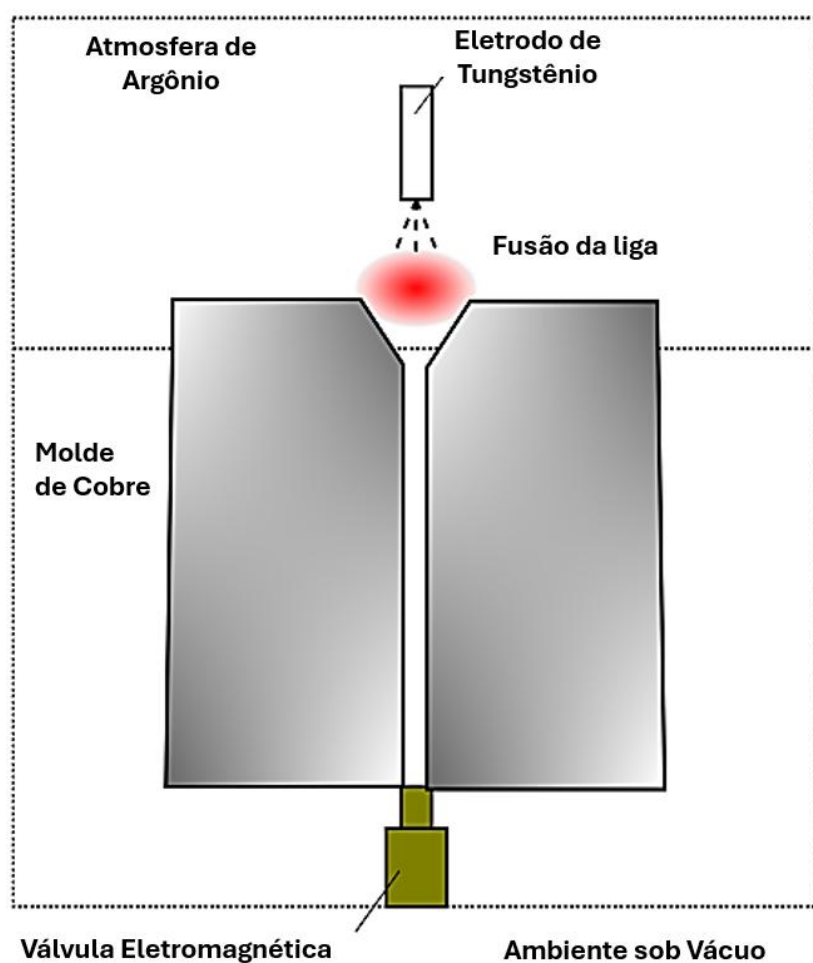


Figura 2.4 – Esquema do sistema de fundição por sucção.

Após a completa fusão, o sistema de sucção conduziu o metal líquido para o molde de cobre devido à diferença de pressão entre a parte superior, preenchida com argônio, e a inferior, selada a vácuo. O molde de cobre utilizado, mostrado na Figura 2.5a, apresenta diâmetros escalonados de 6 mm, 5 mm, 4 mm, 3 mm e 2 mm, possibilitando a solidificação sob diferentes taxas de resfriamento. As amostras produzidas nesta etapa estão representadas na Figura 2.5b, seguida do esquema de corte para subseqüentes análises, mostrado na Figura 2.5c.

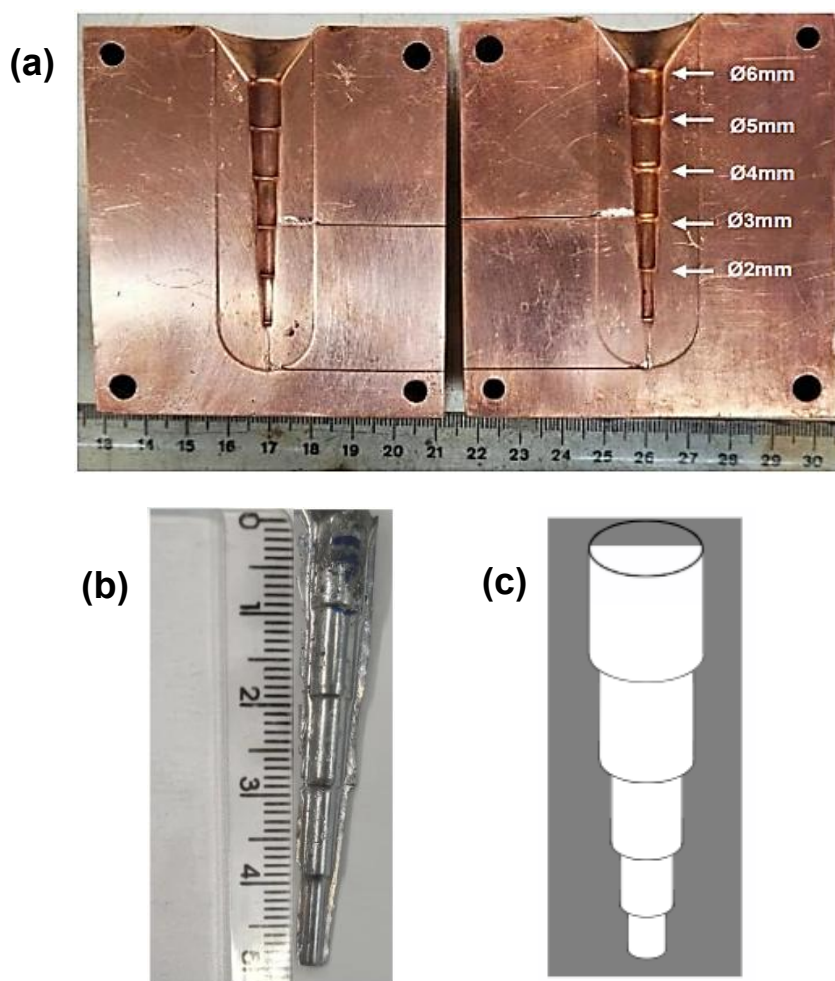


Figura 2.5 – (a) Molde de cobre utilizado para a solidificação dos compactados refundidos por suction casting; (b) Fotografia da amostra obtida; e (c) Esquema do corte longitudinal das amostras refundidas.

2.3.5 Caracterização das Microestruturas de Solidificação

Primeiramente as amostras solidificadas foram cortadas em suas seções longitudinais. Para os cortes das amostras os equipamentos utilizados foram: cortadora IsoMet 5000 Bluehler, presente no DEMa – UFSCar, e disco de corte diamantado resfriado a água. Posteriormente, as amostras foram devidamente embutidas a frio com resina epóxi em temperatura ambiente e identificadas.

Para a preparação metalográfica, as amostras foram submetidas a lixamento com lixas de granulometria #320, #400, #600, #1200 e #2500. O procedimento de polimento metalográfico, em conformidade com a norma ASTM E3-11 [55], realizado utilizando o equipamento Arotec AROPOL 2V localizado no

laboratório do grupo M2PS, utilizou-se uma suspensão de alumina com granulometria de 1 μm seguido de uma suspensão de sílica coloidal com granulometria de 0,001 μm , aplicando-se sobre o pano de polimento.

Para revelar a microestrutura, a amostra foi submetida a um ataque químico utilizando o reagente químico Keller (2,5 ml de ácido nítrico, 1,5 ml de ácido clorídrico e 1,0% de ácido fluorídrico diluídos em 95 ml de água destilada). A microestrutura foi revelada através do processo de ataque químico por imersão na solução com tempo de permanência de 30 a 60 segundos.

As microestruturas foram registradas utilizando o microscópio óptico (MO) Olympus BX41M-LED, equipado com o sistema de processamento de imagens Infinity Capture, localizado no DEMa – UFSCar. Além disso foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo Philips XL 30 FEG, equipado com microanálise de Raios-X (EDS- Espectroscopia por Dispersão de Raios – X), pertencente ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE – DEMa - UFSCar). Enquanto o MO permitiu observar a microestrutura em menor ampliação (1000x), o MEV nos permite uma observação detalhada da microestrutura das amostras em:

- Modo de elétrons espalhados (BSE): Fornece contraste de número atômico (Z), em uma tensão de aceleração de 20kV. Quanto maior o número atômico, mais brilhante é o elemento rico da fase mostrada na imagem.
- Modo de elétrons secundários (SE): Fornece informações de superfície mais detalhados, também em uma tensão de aceleração de 20kV.

As medidas de tamanho e fração de porosidade e espaçamentos dendrítico médio (λ) foram realizadas utilizando o software ImageJ-win32 [56], [57].

Para cada diâmetro de amostra, cinco micrografias foram adquiridas.

A caracterização quantitativa de porosidade (incluindo densidade de poros, tamanho, fração volumétrica e esfericidade) foi realizada através de cinco micrografias, em aumento de 100x, de cada diâmetro da amostra obtidas através do MO e analisadas utilizando o software ImageJ.

Cada micrografia foi aberta no software, informada a escala (Analyze > Set Scale) e, posteriormente, convertida em escala de cinza de 8 bits (Image > Type > 8-bit). Logo em seguida a micrografia foi binarizada (Image > Adjust > Threshold > B&W), conforme Figura 2.6 abaixo, para realçar os poros. Para realizar as análises foi utilizado os comandos Analyze > Analyze Particles. Os itens selecionados para gerar os resultados foram: Display results; Clear results; Summarize); Size (10 - Infinity); Show (Outlines).

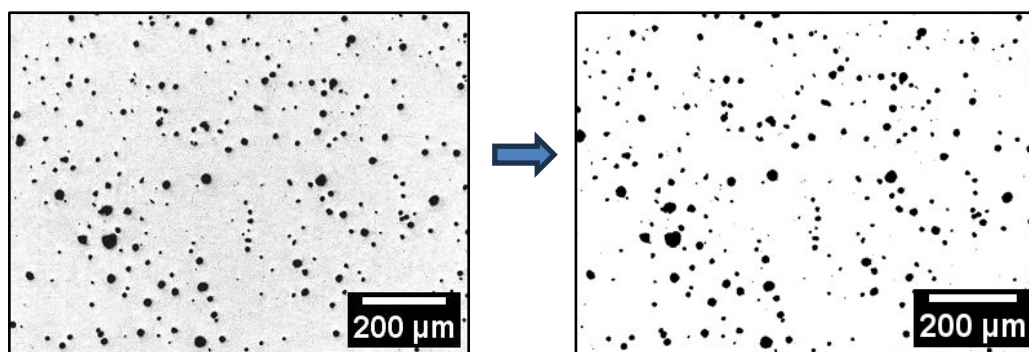


Figura 2.6 – Micrografia óptica do pó compactado e refundido da liga AlSi10Mg, mostrando a conversão da imagem binária usada para medir aspectos relacionados à porosidade.

A escala de comprimento microestrutural foi avaliada considerando o espaçamento dendrítico médio (λ). O cálculo do espaçamento foi determinado pelo Método do Intercepto conforme a norma ASTM E112 [58]. Nesse método, a distância centro a centro entre ramificações (células) é obtida a partir de segmentos de reta com comprimentos conhecidos (L), e contabilizados quantos braços dendríticos adjacentes (n) são cruzados pelos segmentos criados [59]. As medições foram realizadas utilizando cinco micrografias, com aumento de 500x, de cada diâmetro da amostra, através do software ImageJ. O cálculo realizado através da Equação 6 e representado visualmente na Figura 2.7.

$$\lambda = \frac{L}{(n-1)} \quad (6)$$

A micrografia foi aberta no ImageJ e informada a escala (Analyze > Set Scale). Então foram traçadas linhas centro a centro nas células. Tais linhas foram

medidas (Analyze > Measure) e inseridas como valor de L na Equação acima. O número de braços dendríticos que a linha cruz foi adicionado como valor de n . Os valores encontrados de λ foram resultados de 20 medidas de cada amostra, extraindo as 5 maiores e as 5 menores e realizando a média de 10 medidas intermediárias.

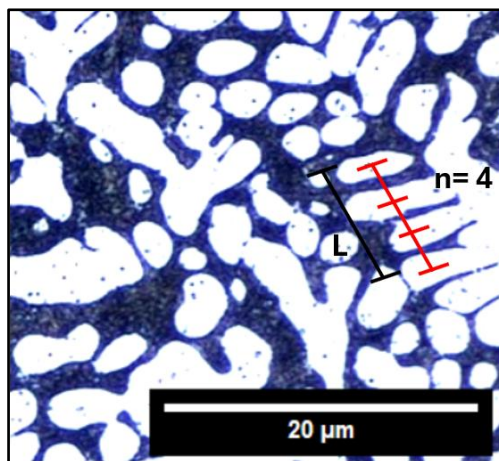


Figura 2.7 – Representação do “método do intercepto” utilizado para quantificar o espaçamento dendrítico médio, λ .

A Figura 2.8 abaixo demonstra a caracterização da morfologia e da fração de fase do silício foi realizada por meio de cinco micrografias de cada diâmetro da amostra, obtidas via microscopia óptica (MO) com aumento de 100x. O processamento das imagens foi efetuado utilizando software ImageJ, seguindo um protocolo padronizado de calibração de escala e binarização.

Para a quantificação das fases, utilizaram-se os parâmetros *%Area* e *Limit to Threshold* na configuração do comando *Set Measurements* do ImageJ. Este procedimento permitiu a distinção entre a matriz de alumínio alfa (α -Al), representada pelas áreas claras, e a fase eutética, correspondente às regiões escuras. O valor final da fração de fase eutética para cada diâmetro da

amostra foi determinado pela média aritmética das medições realizadas nas cinco micrografias correspondentes.

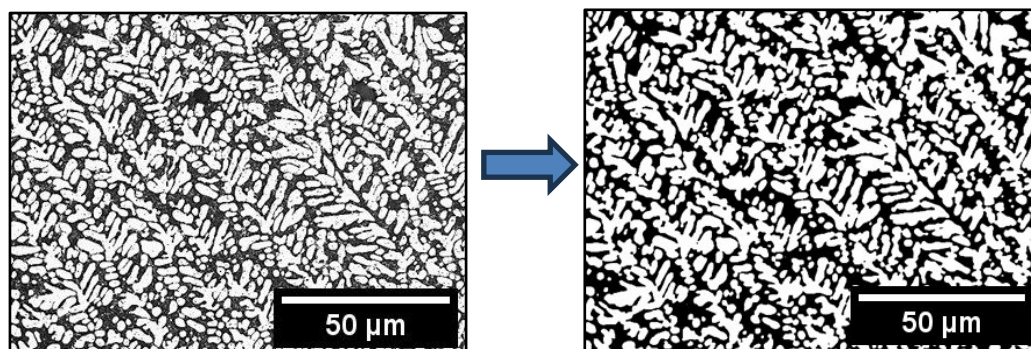


Figura 2.8 – Processo de binarização de micrografia óptica da liga AlSi10Mg para quantificação de fração de eutético.

A caracterização morfológica do silício utilizou amostras preparadas via lixamento e polimento padrão. O ataque químico consistiu na imersão das amostras em uma solução diluída de HCl (1 parte de ácido para 2 partes de água destilada) por um período de 120 a 180 segundos para a completa revelação microestrutural por meio do MEV.

2.4 Resultados e discussões

2.4.1 Solidificação

Com o intuito de assegurar que as características de solidificação identificadas nesses pós estivessem associadas às propriedades intrínsecas da liga, e não a desvios na composição química, a análise composicional foi realizada por ICP-OES, técnica amplamente reconhecida por sua elevada precisão e sensibilidade na detecção de múltiplos elementos. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 2.2. Os teores dos elementos constituintes da liga encontram-se integralmente dentro dos limites especificados pelas normas DIN EN 1706 e EN AC 43000 [60], [61] para a liga AlSi10Mg.

Tabela 2.2 – Composição química dos pós da liga AlSi10Mg investigados, obtida por espectrometria de emissão com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES).

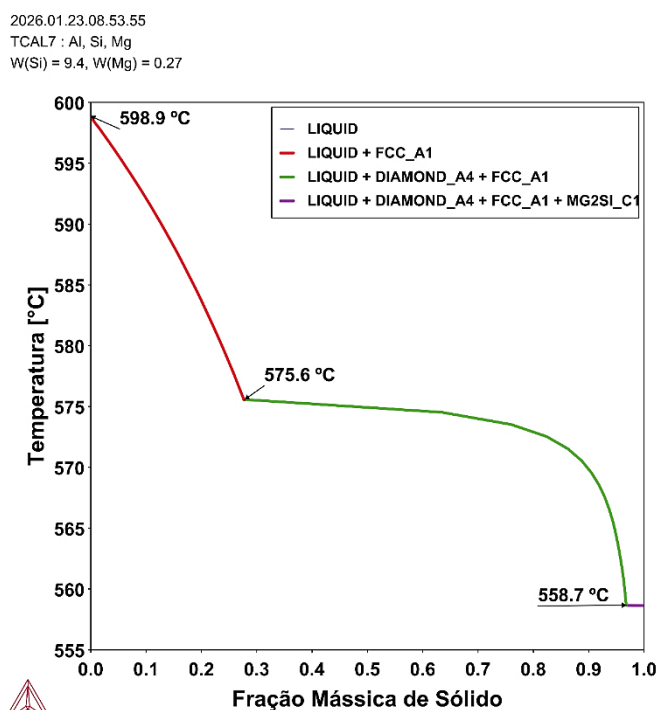
Elementos	Si	Mg	Fe	Cu	Zr	Mn	Ti	Al
(% em peso)	9,40 ± 0,30	0,27 ± 0,01	0,20 ± 0,02	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,10 ± 0,01	Balanço

A compreensão do caminho de solidificação da liga é fundamental para a interpretação de seu comportamento térmico e do desenvolvimento microestrutural. Nesse sentido, podem ser aplicados tanto os modelos de equilíbrio quanto o de Scheil (Gulliver–Scheil). O modelo de equilíbrio assume difusão completa tanto nas fases líquida quanto sólida, resultando em uma composição uniforme, enquanto o modelo de Scheil considera ausência de difusão no estado sólido, levando ao acúmulo de soluto durante a solidificação [27], [62].

Conforme Figura 2.9, o modelo de Scheil prevê o início da solidificação a 598,9 °C e o término a 558,7 °C, indicando uma faixa de solidificação mais ampla em razão da microsegregação e da ausência de difusão no estado sólido. Por sua vez, o modelo de equilíbrio apresenta um início de solidificação semelhante (598,7 °C), porém com término em temperatura mais elevada (570,3 °C) e uma faixa mais estreita. Ambos os modelos identificam a reação eutética em torno de 575,5–575,6 °C; entretanto, o modelo de equilíbrio prevê a formação precoce e contínua de silício (DIAMOND_A4, até 8,05%), enquanto o modelo de Scheil adia sua formação para os estágios finais da solidificação. Os resultados obtidos evidenciam que o modelo de Scheil descreve de maneira mais realista o processo de solidificação em ligas Al–Si fundidas, uma vez que contempla fenômenos característicos das condições práticas de resfriamento, nas quais o equilíbrio termodinâmico raramente é plenamente atingido[51]. Diferentemente de modelos simplificados, o modelo de Scheil considera ausência de difusão no estado sólido e redistribuição instantânea do soluto no líquido, reproduzindo o cenário de microsegregação acentuada observado experimentalmente, em que gradientes de concentração persistem nos grãos solidificados. Essa abordagem

permite prever a formação de fases secundárias complexas no estágio final da solidificação, resultantes do acúmulo de soluto no líquido remanescente[6].

(a)



(b)

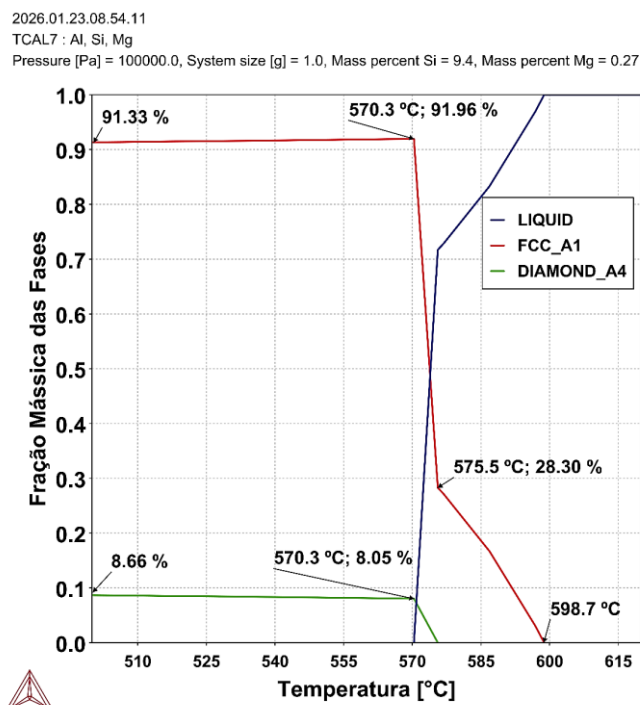


Figura 2.9 – Solidificação prevista da liga AlSi10Mg por (a) Gulliver–Scheil e (b) em equilíbrio, calculada com o Thermo-Calc e o banco de dados TCAL7, utilizando a composição da liga obtida por ICP.

No entanto, as previsões do modelo de Scheil apresentaram pequenas diferenças em relação aos resultados experimentais obtidos a partir das curvas de DSC, conforme mostrado na Figura 2.10. Como pode ser observado nas Figuras 2.10a e 2.10b, os dois ciclos de fusão e solidificação realizados em uma mesma amostra, sob a mesma taxa de aquecimento ($10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$), porém com diferentes taxas de resfriamento (20 e $10\text{ }^{\circ}\text{C/min}$, respectivamente), apresentaram intervalos de solidificação distintos ($30\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente, nos ciclos 1 e 2) quando comparados à previsão do modelo de Scheil ($40,2\text{ }^{\circ}\text{C}$). Essa diferença pode ser atribuída à composição real da amostra (por exemplo, presença de impurezas e inclusões) e ao seu histórico térmico. Além disso, observa-se uma diferença tanto nas temperaturas de fusão quanto de solidificação entre o primeiro e o segundo ciclos térmicos. As temperaturas de transformação são influenciadas pelas taxas de resfriamento, sendo que taxas mais elevadas promovem maior super-resfriamento (*undercooling*) e, conseqüentemente, temperaturas de solidificação mais baixas [6]. Este fenômeno é o principal motor para o refinamento microestrutural, pois o aumento do super-resfriamento amplia a força motriz para a nucleação, resultando em estruturas dendríticas mais finas e em maior supersaturação de soluto na matriz sólida [5], [10]. A menor temperatura de fusão observada no primeiro ciclo em comparação ao segundo pode ser atribuída a diversos fatores, tais como a remoção de óxidos superficiais, a homogeneização microestrutural, a redistribuição de elementos e o alívio de tensões ocorridos durante o primeiro aquecimento [28].

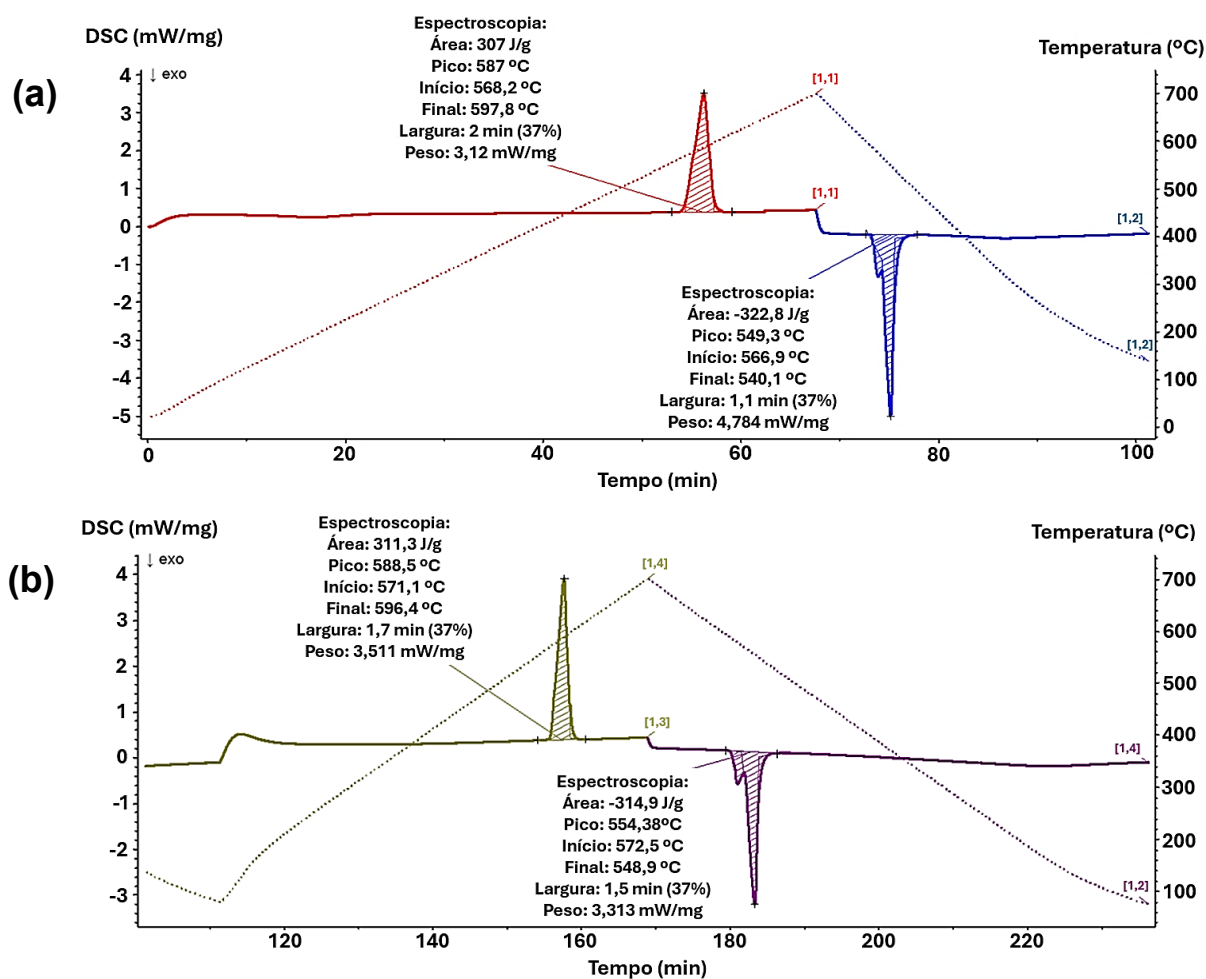


Figura 2.10 – Ciclos de varredura DSC do pó residual compactado da liga AlSi10Mg ($D_{50} = 30 \mu\text{m}$); (a) ciclo 1 e, (b) e ciclo 2.

2.4.2 Caracterização dos Pó

As micrografias obtidas por MEV dos pó da liga AlSi10Mg, contemplando partículas com diâmetros inferiores a $20 \mu\text{m}$ até aproximadamente $150 \mu\text{m}$ (Figura 2.11), evidenciam um elevado grau de esfericidade, bem como a ocorrência de partículas satélite. Embora o conteúdo de umidade não tenha sido quantificado, admite-se que seja relativamente alto em função das condições inadequadas de armazenamento. Vale ressaltar que não foi intuito desse trabalho estudar as camadas de óxidos e sua formação e evolução com os processos. A densidade real do pó, igual a $2,65 \text{ g/cm}^3$, determinada por meio de picnometria por deslocamento de gás, apresentou-se próxima à densidade teórica da liga AlSi10Mg em estado sólido que varia entre $2,67 \text{ g/cm}^3$ e $2,68$

g/cm³[10], [12]. Essa variação pode ser atribuída à ocorrência de poros internos nas partículas de pó, resultantes do processo de atomização e que não são acessíveis pelo gás durante a medição picnométrica[13], [41]. A figura reúne três diferentes imagens obtidas por MEV, sendo duas na mesma ampliação e uma em maior aumento, com o objetivo de ilustrar a uniformidade morfológica das partículas e a repetibilidade dos defeitos observados em distintos campos analisados.

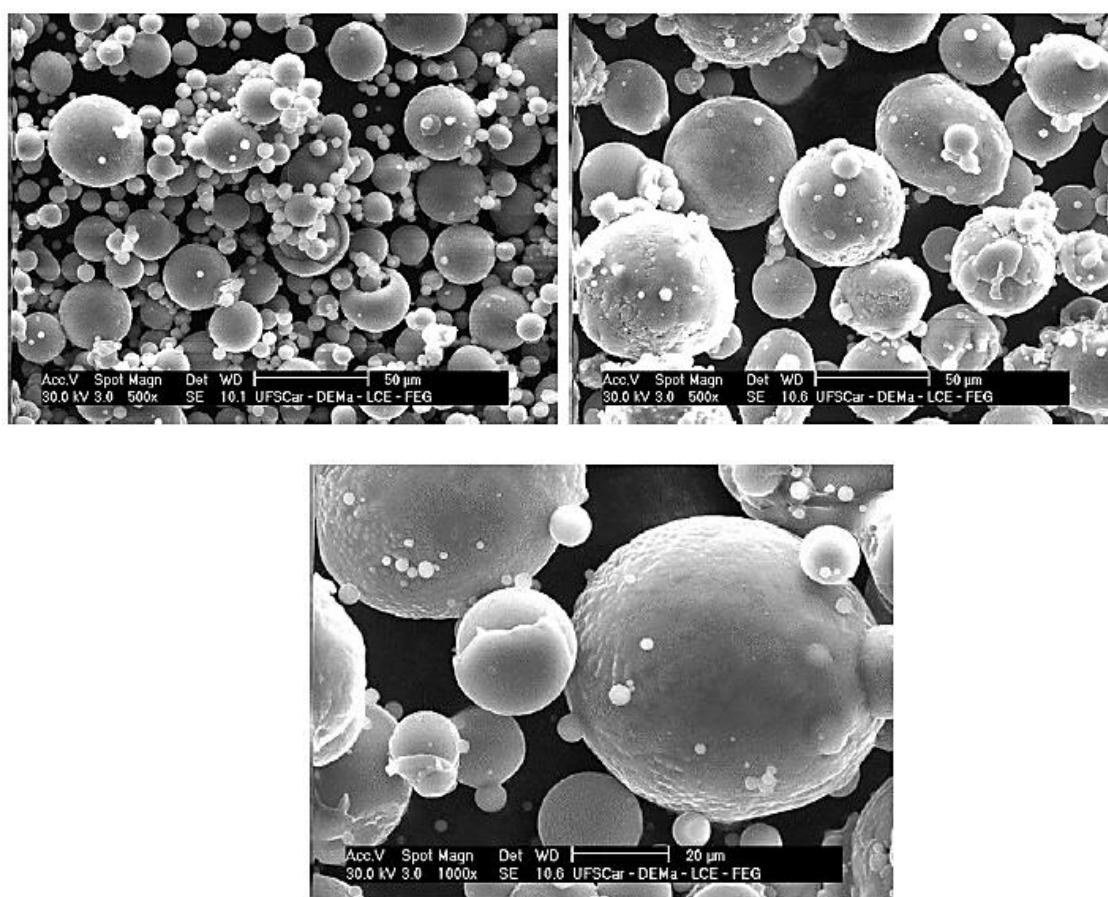


Figura 2.11 – Micrografias de MEV dos pós da liga AlSi10Mg investigados (faixa de tamanho: < 20 μm – 150 μm).

A Figura 2.12 apresenta micrografias MEV-EDS das partículas de pó residual após a remoção da fração granulométrica entre 32 μm e 75 μm . Observa-se que o silício e os demais elementos de liga estão distribuídos de maneira homogênea ao longo das partículas, indicando uniformidade química no material. Adicionalmente, a identificação de uma camada oxidada contínua na

superfície das partículas aponta para a ocorrência de oxidação superficial, comportamento compatível com as condições às quais o material foi submetido. O processo de atomização a gás favorece elevada homogeneidade química nos pós de AlSi10Mg em razão das altas taxas de solidificação envolvidas [6], [13]. Essas taxas de resfriamento limitam a difusão atômica durante a solidificação, reduzindo a segregação elementar e promovendo a formação de uma microestrutura fina e uniforme. Ademais, a fragmentação turbulenta e a solidificação rápida das gotículas fundidas durante a atomização contribuem para a distribuição homogênea de elementos como Si e Mg em todo o volume das partículas, minimizando gradientes composicionais e regiões segregadas [63], [64].

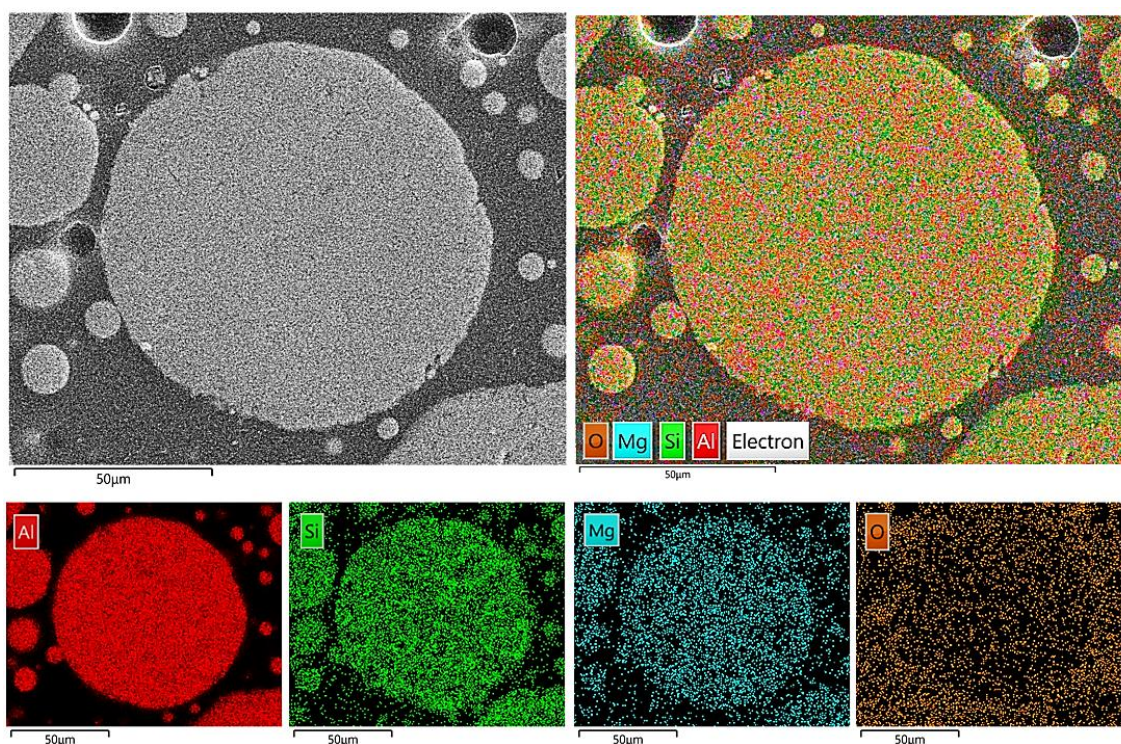


Figura 2.12 – Análise típica por mapeamento pontual MEV-EDS de uma partícula da liga AlSi10Mg.

Quanto à distribuição granulométrica dos pós, os resultados obtidos por peneiramento para o lote analisado estão apresentados na Tabela 5. Observa-se que a maior concentração de partículas encontra-se nas faixas inferiores, com

destaque para os intervalos $<20\ \mu\text{m}$ e $20\text{--}32\ \mu\text{m}$, que representam, respectivamente, 23,55% e 31,92% da massa total. A soma acumulada até $32\ \mu\text{m}$ atinge 55,48%, indicando que mais da metade do material está composta por partículas abaixo desse limite. As faixas subsequentes apresentam contribuições decrescentes, com 17,94% entre $32\text{--}106\ \mu\text{m}$, 14,28% entre $106\text{--}150\ \mu\text{m}$ e 12,31% acima de $150\ \mu\text{m}$. Essa distribuição evidencia uma predominância de partículas finas, o que pode favorecer a densificação durante a compactação, embora também possa comprometer a fluidez do pó devido ao aumento das forças de coesão entre as partículas, o que dificulta o escoamento livre e a deposição de camadas uniformes [13], [39].

Tabela 2.3 – Resultados da distribuição granulométrica através do peneiramento de pós da liga AlSi10Mg.

Passado (μm)	Retido (μm)	Faixa Granulométrica (μm)	Peso do Pó (%)	Peso do Pó (%)	Peso Cumulativo (%)
20		<20	33,05	23,55	23,55
32	20	20-32	44,79	31,92	55,48
106	32	32-106	25,17	17,94	73,42
150	106	106-150	20,03	14,28	87,69
	150	>150	17,27	12,31	100

Considerando que o valor acumulado de 50% encontra-se dentro da faixa de $20\text{--}32\ \mu\text{m}$, foi necessário aplicar interpolação para estimar o diâmetro médio (D_{50}). Para isso, foram utilizados os limites inferior ($D_i = 20\ \mu\text{m}$, com 23,55% acumulado) e superior ($D_s = 32\ \mu\text{m}$, com 55,48% acumulado) da faixa em questão. A interpolação linear entre esses pontos permite calcular com precisão o valor de D_{50} , que representa uma métrica relevante para correlacionar a distribuição granulométrica com o desempenho dos pós nos processos subsequentes de compactação e sinterização.

A porcentagem acumulada de pós atinge 50% entre a faixa de 20-32 μ m (onde a porcentagem cumulativa é de 55,48%), de modo que precisamos realizar interpolação dentro da faixa de 20-32 μ m.

- Para D_I : 20 μ m, *Cumulativo %_I*: 23,55%
- Para D_S : 32 μ m, *Cumulativo %_S*: 55,48%

A interpolação resulta em $D_{50} \approx 30 \mu\text{m}$.

2.4.3 Características de Compactação da liga AlSi10Mg

A Figura 2.13 apresenta a variação da densidade relativa (ρ) em função da pressão de compactação (P). A escolha das cargas aplicadas visa estudar o comportamento do material dentro de um intervalo de valores que abrange desde um ponto próximo ao limite de escoamento até uma condição de extrapolação significativa. Observa-se que, em pressões mais elevadas (≥ 450 MPa), valor selecionado por estar muito além do valor de limite de escoamento da liga e extrapolar consideravelmente sua resistência, a densificação tende à estabilização, indicando que o limite de escoamento da liga (~ 300 MPa) foi superado. Nessa condição, ocorre deformação plástica das partículas, necessária e fundamental no processo de compactação de pós metálicos, favorecendo seu rearranjo e promovendo uma redução efetiva dos vazios interpartículas. Em contraste, a 280 MPa, carga escolhida especificamente por estar próxima ao limite de escoamento da liga, a densidade obtida é menor e mais heterogênea, evidenciando compactação insuficiente. Assim, a deformação plástica, a qual é iniciada quando a pressão aplicada excede o limite de escoamento, constitui o principal mecanismo responsável pelo aumento da densidade, ao reduzir os espaços vazios entre partículas. Os dados experimentais ajustados seguem a Equação 7:

$$\rho = 0.9 - 0.44e^{-0,0039P} \quad (7)$$

As densidades relativas obtidas para a liga AlSi10Mg são inferiores às reportadas para a liga Al6061, 0,46 para o AlSi10Mg, em comparação a 0,55 para o 6061, o que se deve à menor densidade inicial de empacotamento dos

pós [12], [65], conforme pode ser visto na Figura 2.13. Para fins comparativos, as curvas foram normalizadas considerando a densidade inicial dos pós de AlSi10Mg, e a curva referente ao 6061 foi deslocada para compensar a diferença entre 0,46 e 0,55. Esse procedimento permitiu alinhar as curvas e evidenciar que ambas apresentam tendências semelhantes de ganho de densidade com o aumento da pressão. Conforme ilustrado na Fig. 2.13, a equivalência das densidades de empacotamento resulta no alinhamento das curvas de compactação das duas ligas, destacando a influência direta desse parâmetro na densidade verde.

Neste estudo, o comportamento de compressibilidade dos pós de AlSi10Mg foi comparado ao da liga Al6061 com o objetivo de estabelecer uma referência confiável para a relação entre densidade relativa e pressão de compactação. A liga Al6061 foi selecionada como material de referência devido à sua resposta mecânica amplamente documentada durante a compactação a frio [26], além de apresentar resistência e ductilidade intermediárias quando comparada ao alumínio puro e às ligas de alumínio com alto teor de silício.

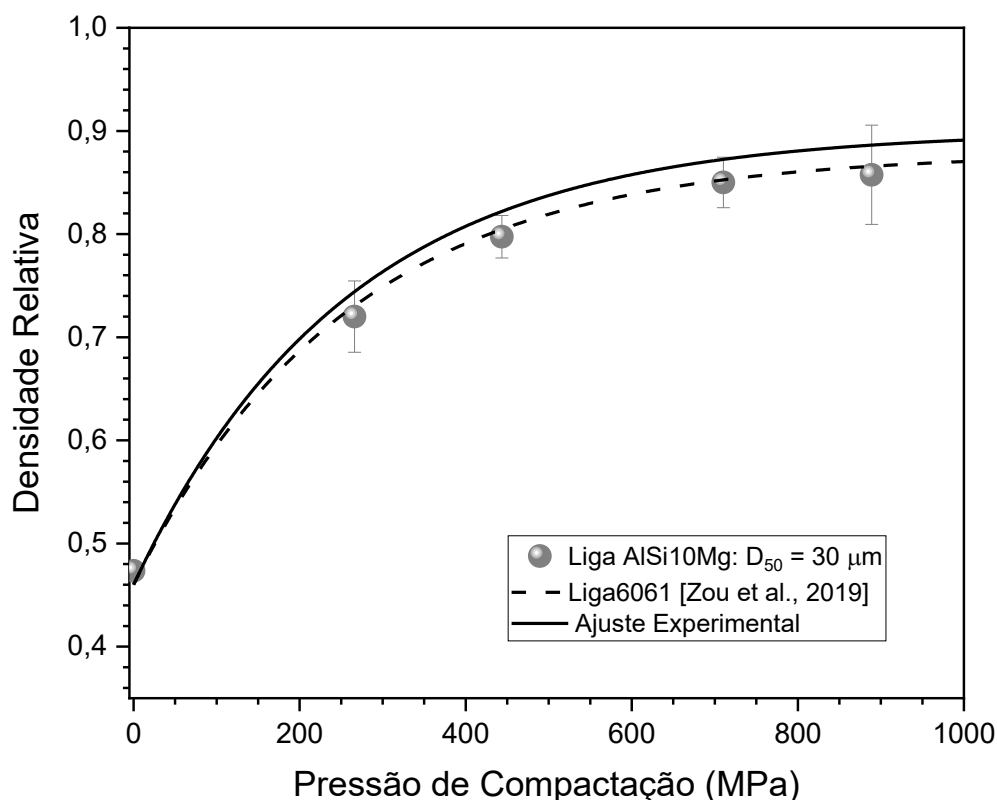


Figura 2.13 – Densidade verde relativa (ρ) dos compactados de pó residual da liga AlSi10Mg ($D_{50} = 30 \mu\text{m}$) em função da pressão de compactação (P). A linha contínua representa o ajuste experimental para os dados de AlSi10Mg, dado pela equação $\rho = 0,9 - 0,44 \times \exp(-0,0039 \times P)$. A linha tracejada serve como referência comparativa e representa resultados da literatura [29] para o pó da liga Al6061 (30–40 μm), ajustados para a mesma densidade inicial de empacotamento (0,46) do pó de AlSi10Mg.

2.4.4 Formação de Poros e Microestrutura dendrítica

A análise microestrutural de ligas AlSi10Mg obtidas a partir da fusão/solidificação de compactados de pó é essencial para compreender os mecanismos de solidificação, a formação de porosidade e a evolução da microestrutura sob diferentes condições de processamento. A técnica de solidificação por sucção (suction casting) permite avaliar o comportamento do material sob altas taxas de resfriamento e gradientes térmicos acentuados. Nesse contexto, a caracterização das amostras solidificadas fornece

informações fundamentais sobre a morfologia dendrítica, a distribuição de poros e os efeitos da compactação prévia dos pós na microestrutura final.

A solidificação das amostras ocorre predominantemente de forma unidirecional na vertical, iniciando-se na base da peça (diâmetro de 2 mm) e progredindo em direção ao topo (diâmetro de 6 mm). Porém há também um gradiente térmico no sentido horizontal, uma vez que há a perda de temperatura através da parede dos moldes. Além disso, há também a influência da diferença de volume da peça, pois parte inferior do molde apresenta menor diâmetro e, conseqüentemente, solidificará primeiro. A análise metalográfica de seções longitudinais confirma a presença de uma microestrutura dendrítica típica de solidificação direcional, caracterizada por braços dendríticos alinhados ao fluxo de calor.

As seções analisadas, com diâmetros de 6 mm, 4 mm e 2 mm, revelam a presença de porosidade distribuída ao longo de todo o volume das amostras. A Figura 2.14 apresenta micrografias representativas das amostras da liga AlSi10Mg solidificadas por sucção após a fusão dos compactados de pó ($D_{50} = 30 \mu\text{m}$). Observa-se que a morfologia dos poros varia de esférica a irregular, dependendo tanto da pressão de compactação aplicada aos pós quanto da taxa de resfriamento durante a solidificação. Nas extremidades de carga (30 e 100 kN) e em baixas taxas de resfriamento, houve predominância de poros esféricos; contudo, sob pressões intermediárias (50 e 80 kN) e em taxas maiores, a morfologia tornou-se majoritariamente irregular, resultado de contrações durante a solidificação. Essas variáveis influenciam diretamente a microestrutura final, especialmente o espaçamento dendrítico médio (λ) e a microdureza, aspectos que serão discutidos em maior profundidade na sequência.

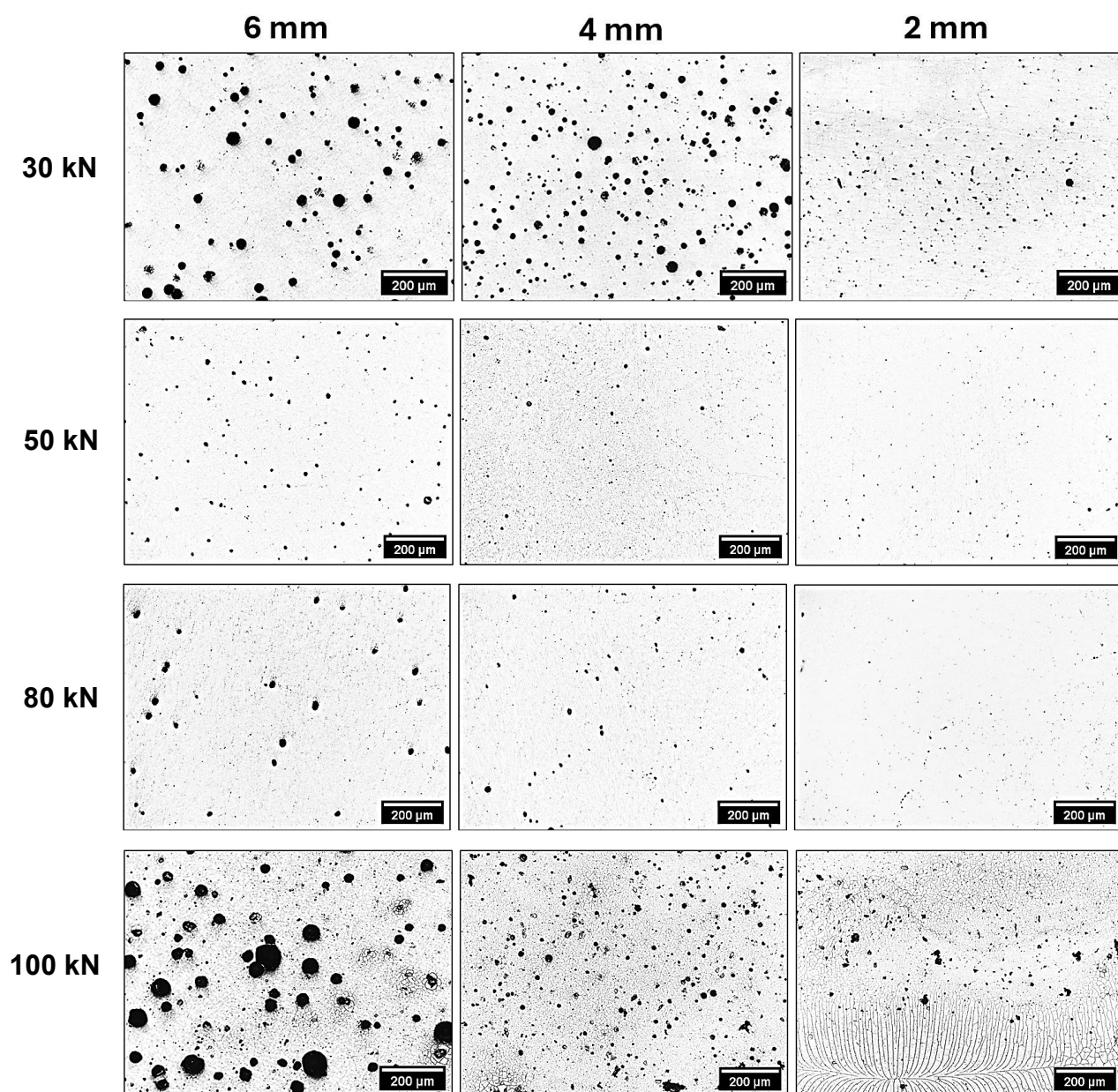


Figura 2.14 – Micrografias ópticas, em 100x, representativas dos compactados da liga AlSi10Mg solidificados por sucção em coquilha de cobre, evidenciando a presença de poros. As cargas de compressão variaram de 30 kN a 100 kN.

A porosidade observada nas amostras é predominantemente gasosa, apresentando geometria predominante quase esférica. Essa morfologia está associada à minimização da energia interfacial gás-líquido, uma vez que o metal líquido exerce pressão isotrópica sobre o gás aprisionado durante a solidificação. A formação de bolhas esféricas representa a configuração de menor energia superficial, sendo favorecida pela tensão superficial do alumínio líquido [11], [41].

Além disso, durante a compactação dos pós, parte dos poros interpartículas pode ser parcialmente fechada, aprisionando pequenas quantidades de gás. Durante o aquecimento subsequente, esse gás pode se expandir, dificultando a densificação completa e contribuindo para a formação de porosidade residual [33]. Outro fator relevante é a presença de filmes de óxidos nativos nos pós de alumínio, formados durante a atomização. Esses filmes podem aprisionar gás entre partículas e, durante a exposição térmica, favorecer o espessamento local dos óxidos nos contatos interpartículas [66], [67]. No presente estudo, entretanto, tais efeitos são limitados pelas pressões de compactação moderadas e pelas condições de aquecimento empregadas.

A análise do espaçamento dendrítico médio (λ) constitui uma ferramenta essencial para compreender a dinâmica de solidificação de ligas metálicas, especialmente em ligas base Al-Si submetidos a altas taxas de resfriamento. O espaçamento dendrítico está diretamente relacionado à velocidade de solidificação e ao gradiente térmico imposto, influenciando propriedades mecânicas, dureza e comportamento subsequente da liga.

Foi examinada, portanto, a evolução da escala microestrutural dendrítica em amostras da liga AlSi10Mg solidificadas por sucção em coquilha de cobre, considerando tanto o diâmetro das seções solidificadas quanto as cargas aplicadas aos compactados de pó antes da fusão. A Figura 2.15 apresenta a evolução da escala dendrítica em função do diâmetro solidificado e das cargas aplicadas aos pós residuais antes da solidificação.

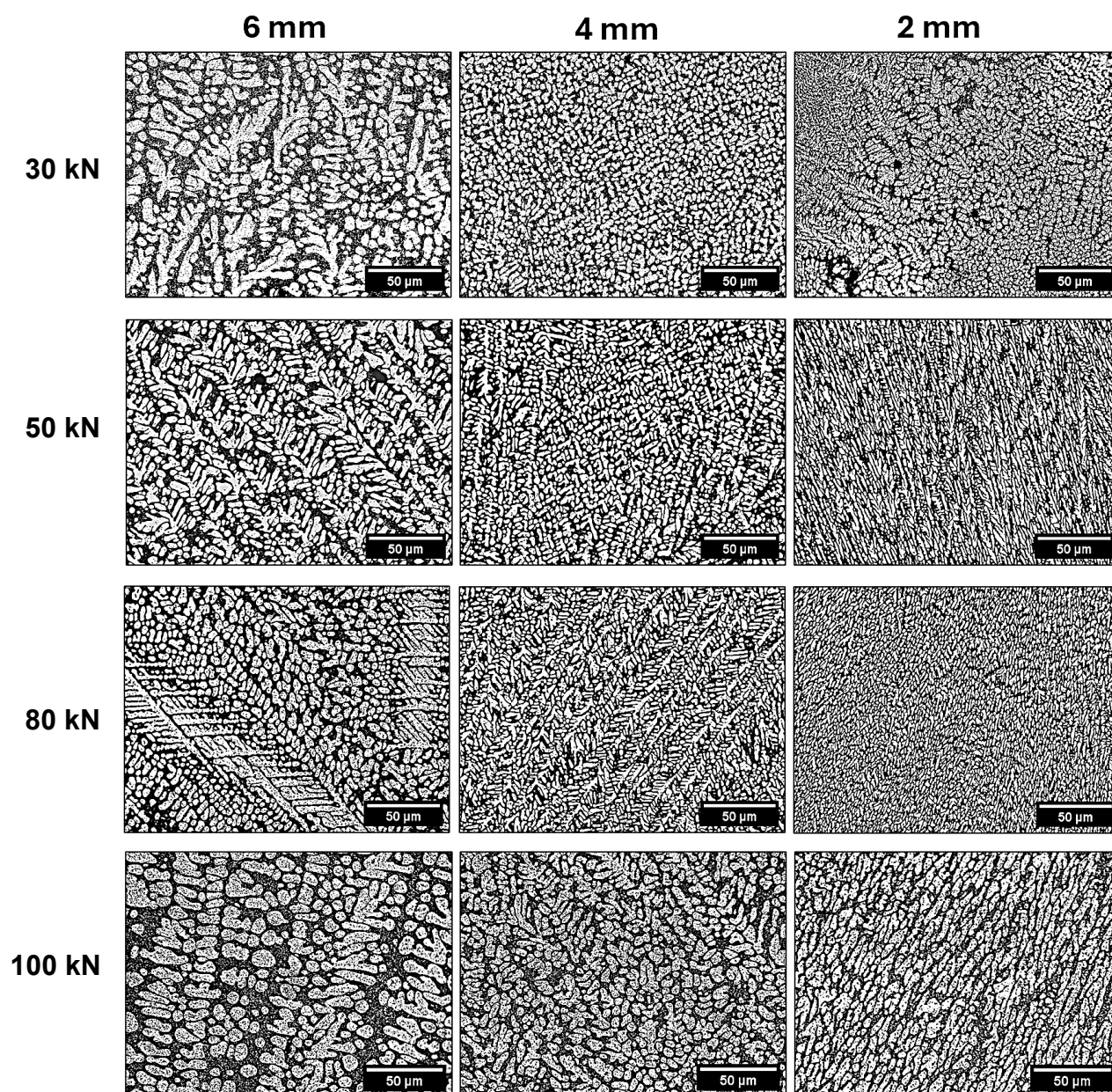


Figura 2.15 – Micrografias ópticas representativas dos compactados da liga AlSi10Mg refundidos e solidificados por sucção em coquilha de cobre, evidenciando as estruturas dendríticas/celulares formadas.

Após a medição do espaçamento dendrítico, λ , em cada seção das amostras, a taxa de resfriamento correspondente (CR) foi estimada por meio da relação empírica entre λ e $\dot{T}$, expressa pela Equação 8 [68]:

$$\lambda = 34x(CR)^{-0,27} \quad (8)$$

A contante e o expoente são específicos para a liga AlSi10Mg e indicam a sensibilidade da liga ao resfriamento em ligas de alumínio [5], [6].

O espaçamento dendrítico é fortemente influenciado pela velocidade de solidificação: velocidades mais elevadas restringem a difusão de soluto no líquido, resultando em espaçamentos mais finos; já velocidades menores permitem maior difusão, produzindo microestruturas mais grosseiras. Para estimar a velocidade de solidificação, v , empregou-se uma segunda correlação empírica, apresentada na Equação 9 [5]:

$$\lambda = 22x(v)^{-2/3} \quad (9)$$

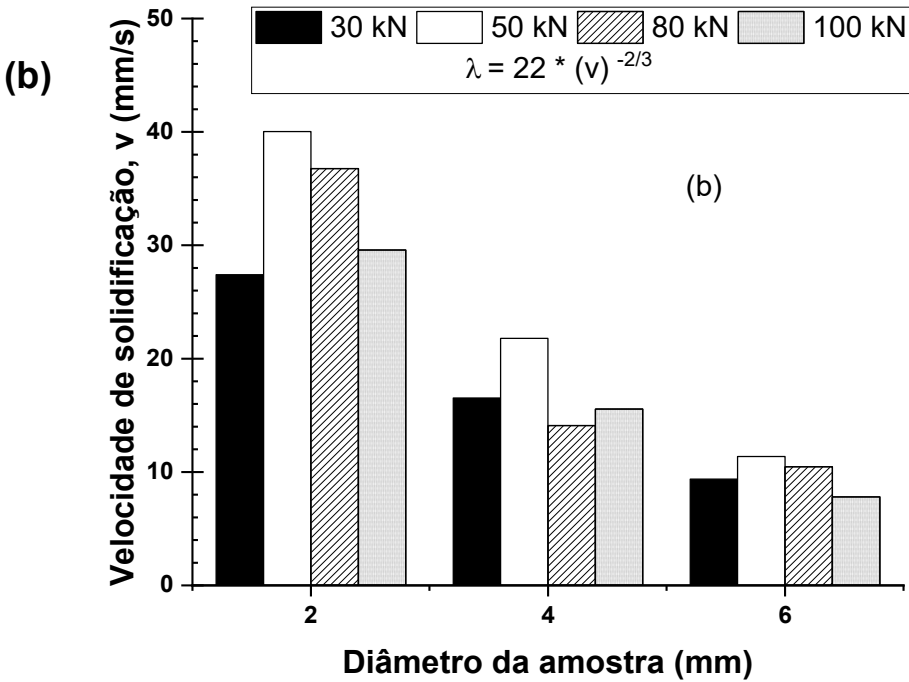
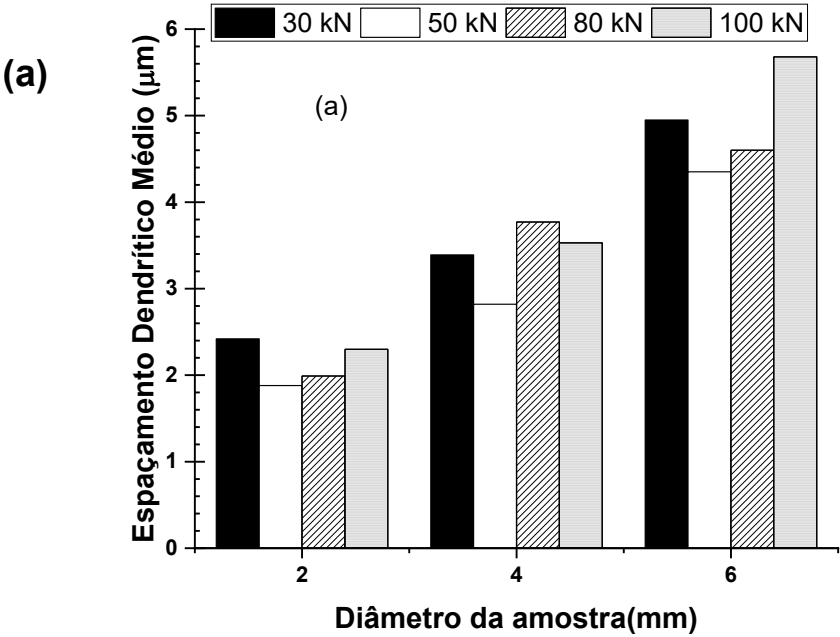
Essa relação, estabelecida para a liga AlSi10Mg, correlaciona o espaçamento dendrítico (λ) com a cinética da interface de solidificação, permitindo determinar a velocidade com que a frente de solidificação avança ao longo do material [5].

Embora o uso dessas expressões seja comumente empregado como uma técnica válida para a determinação de parâmetros térmicos de solidificação, deve-se atentar que se trata de uma extrapolação, de modo que os valores obtidos são necessariamente aproximados.

A Figura 2.16(a) apresenta a relação entre o espaçamento dendrítico médio (λ) e o diâmetro das amostras para todas as cargas avaliadas. Como esperado, o λ aumenta com o diâmetro da seção solidificada, independentemente da carga de compactação. Esse comportamento está associado à redução da velocidade de solidificação e da taxa de resfriamento (TR) em seções mais espessas. Em regiões de maior diâmetro, o resfriamento mais lento favorece o crescimento dendrítico prolongado, resultando em espaçamentos dendríticos maiores. Já em regiões com diâmetros menores, o resfriamento é mais rápido, resultando em espaçamentos menores e, além disso, promove uma mudança na morfologia de dendritas para células.

Para um mesmo diâmetro, observa-se que as amostras compactadas a 30 kN e 100 kN apresentam, em geral, valores mais elevados de λ quando comparadas às demais cargas. Esse efeito parece estar relacionado à maior

porosidade e ao tamanho mais expressivo dos poros nas amostras compactadas a 30 kN, o que reduz a condutividade térmica local e retarda o resfriamento, produzindo microestruturas mais grosseiras. As Figuras 2.16(b) e 2.16(c) ilustram esse comportamento, evidenciando a influência da porosidade na dissipação térmica.



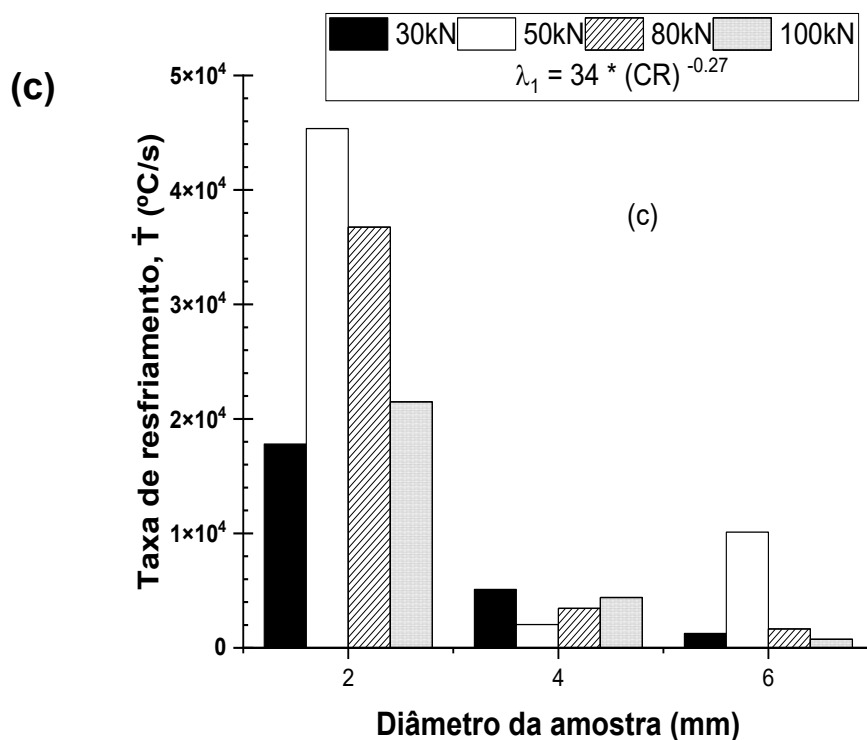


Figura 2.16 – Variações de (a) espaçamento dendrítico, (b) velocidade de solidificação e (c) taxa de resfriamento de solidificação em função do diâmetro das amostras da liga AlSi10Mg refundidas.

Devido ao tamanho fino dos pós e à elevada área superficial específica, espera-se que a camada de óxido nativa desempenhe papel relevante no controle da coalescência das gotas durante a fusão dos compactados. Técnicas como análise por fusão em gás inerte, espectroscopia de fotoelétrons por raios X (XPS) ou microscopia eletrônica de transmissão com EDS poderiam quantificar o teor de oxigênio ou a espessura da camada de óxido. No entanto, essas análises não estavam no escopo desse Mestrado.

Pressões de compactação mais elevadas (100 kN) podem introduzir tensões residuais que prejudicam a refundição, aprisionam gases e alteram a solidificação, levando a maior porosidade e maior espaçamento dendrítico. Em contraste, compactações intermediárias (50–80 kN) preservaram melhor a morfologia dos pós, resultando em fusão mais uniforme, estruturas dendríticas

mais finas, menor fração de porosidade e menor densidade de poros, conforme mostrado na Tabela 2.4.

Tabela 2.4 – Análise quantitativa da porosidade formada na liga AlSi10Mg refundido por *suction casting*, mostrando a influência do diâmetro da amostra (espaçamento dendrítico) e da carga de compactação (30, 50 , 80 e 100 kN) sobre a fração de porosidade, densidade de poros, tamanho médio dos poros e circularidade.

Carga (kN)	Diâmetro (mm)	λ (μm)	$\lambda^{-1/2}$ ($\mu\text{m}^{-1/2}$)	Porosity Fraction (%)	Densidade de Poros (poros/mm ²)	Tamanho médio dos poros (m ²)	Circularidade dos poros (adim)
30	6	5,0	0,10	4,43	129,3	298,0	0,80
	5	4,0	0,12	4,27	281,3	127,8	0,83
	4	3,4	0,14	3,72	229,0	77,0	0,90
	3	3,3	0,15	3,44	299,8	111,3	0,88
	2	2,4	0,21	1,07	165,3	38,1	0,75
50	6	4,4	0,11	1,16	109,2	113,0	0,82
	5	4,1	0,12	1,04	105,5	99,3	0,82
	4	3,8	0,13	0,90	118,7	73,7	0,84
	3	2,8	0,18	0,53	107,2	44,3	0,87
	2	2,0	0,25	0,08	39,0	263,3	0,78
80	6	4,6	0,11	1,07	39,0	263,2	0,67
	5	4,1	0,12	0,46	67,7	73,4	0,76
	4	2,8	0,18	0,24	53,5	42,4	0,76
	3	2,4	0,21	0,19	64,0	31,0	0,76
	2	1,9	0,26	0,08	23,2	30,9	0,69
100	6	5,7	0,08	3,62	78,8	116,3	0,53
	5	5,0	0,10	2,72	35,8	83,4	0,57
	4	3,5	0,14	1,65	28,6	67,8	0,79
	3	2,9	0,17	1,65	26,3	41,3	0,76
	2	2,3	0,21	0,41	17,3	23,2	0,81

A análise da integridade estrutural das amostras revela que a frente de solidificação, ao progredir de forma ascendente, conforme Figura 2.17, exerce um papel seletivo na morfologia dos defeitos; o aumento da taxa de resfriamento em direção à base restringe o crescimento de poros e favorece a migração de gases, como H_2 e Ar , para as zonas superiores [69].

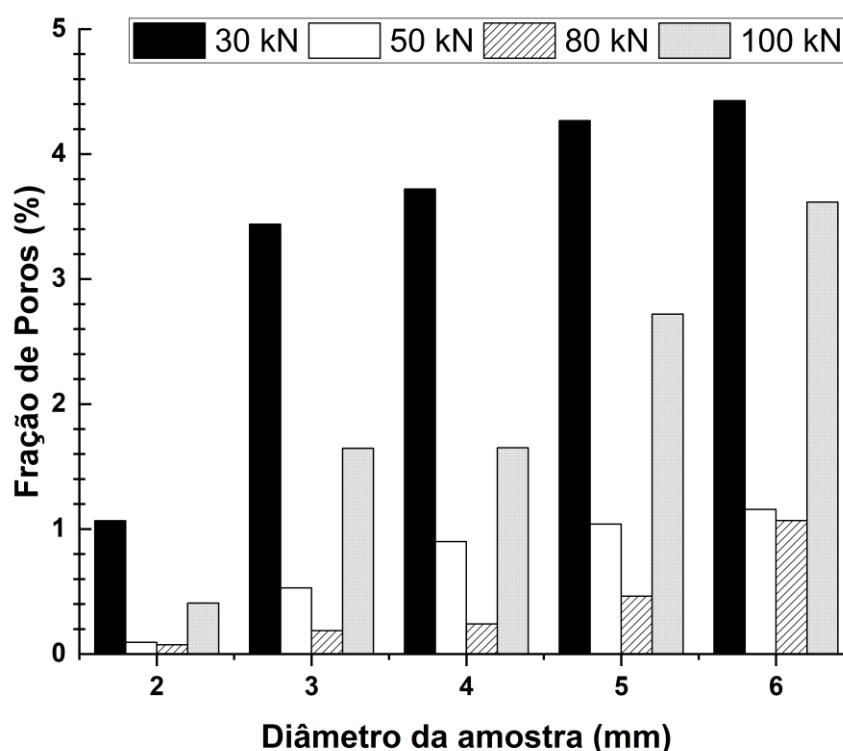
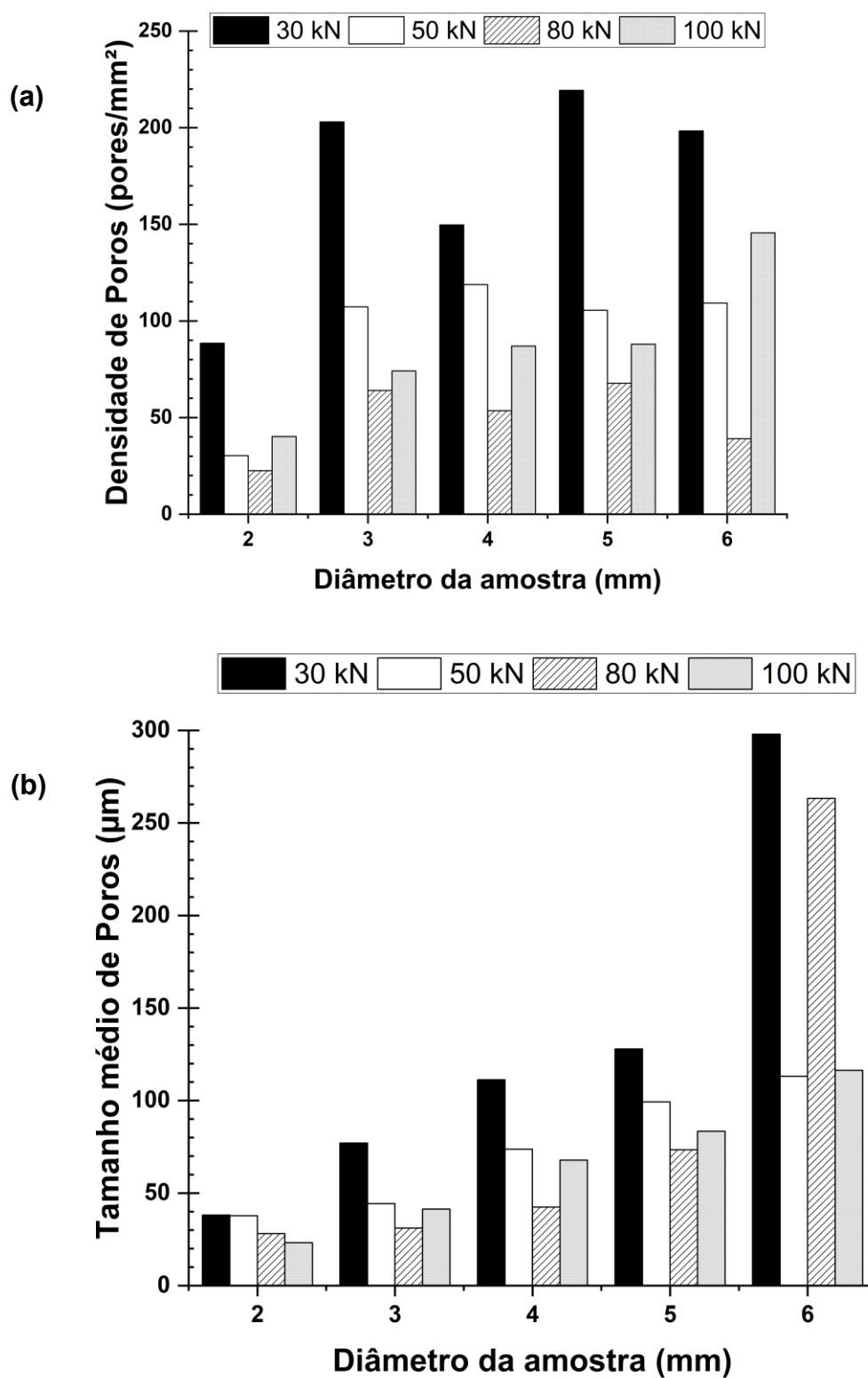


Figura 2.17 – Variação da fração de porosidade em função do diâmetro das amostras refundidas (30 kN, 50 kN, 80 kN e 100 kN) do lote de resíduos de pó da liga AlSi10Mg com $D_{50} = 30 \mu m$.

Conforme detalhado na Figura 2.18, este fenômeno é fortemente modulado pela pressão de compactação e pelo diâmetro da amostra. Compactos submetidos a 30 kN apresentaram, sistematicamente, as maiores densidades de poros — atingindo ~ 220 poros/ mm^2 no diâmetro de 5 mm — o que corrobora a tese de que baixas pressões de compactação resultam em empacotamento deficiente e maior aprisionamento de gases [66]. Em contrapartida, o emprego

de pressões elevadas (80–100 kN) promoveu uma densificação mais eficiente, limitando a densidade e o tamanho dos poros em todos os diâmetros estudados.



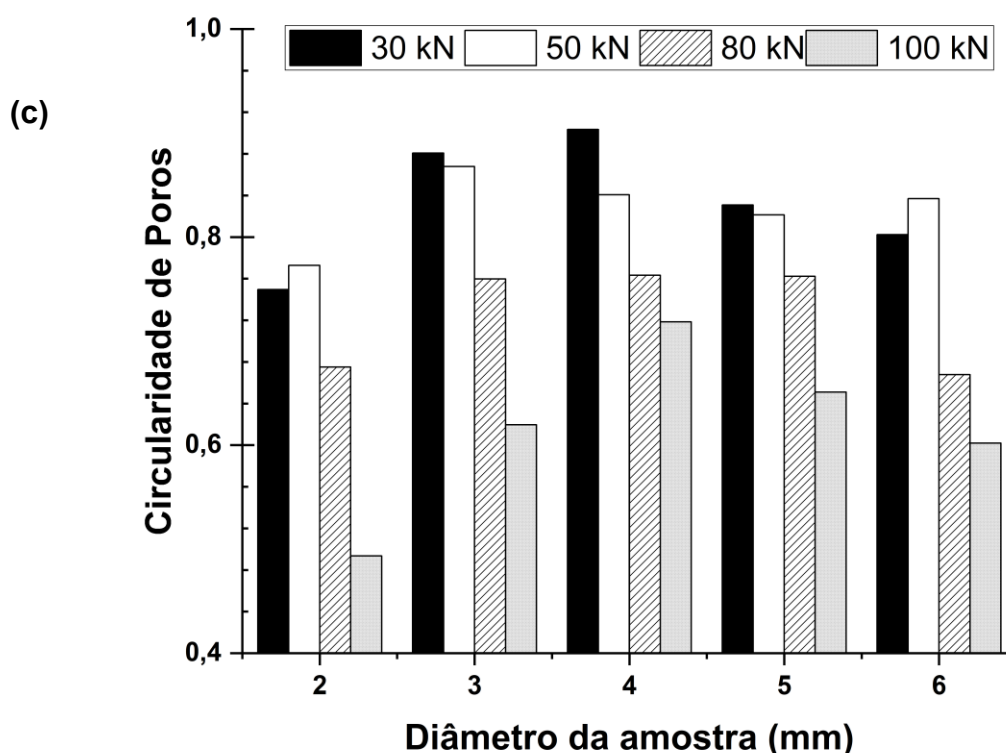


Figura 2.18 – Variações da (a) densidade de poros, (b) tamanho médio de poros e (c) circularidade em função do diâmetro de amostras refundidas de AlSi10Mg (30 kN, 50 kN, 80 kN e 100 kN) provenientes do lote de pó com $D_{50} = 30 \mu\text{m}$.

Simultaneamente, observou-se que o tamanho médio dos poros é proporcional ao diâmetro da amostra, sendo impulsionado por taxas de resfriamento reduzidas que conferem maior tempo para o crescimento e coalescência de bolhas. Este efeito é evidenciado no diâmetro de 6 mm, onde o compacto de 30 kN exibiu poros de $\sim 300 \mu\text{m}$, comparados aos $\sim 120 \mu\text{m}$ observados sob 100 kN. A morfologia desses poros também sofreu alterações significativas: a circularidade tendeu a diminuir com o aumento do diâmetro e da carga, atingindo valores mínimos de $\sim 0,6$ nos compactos de 100 kN. Tais resultados indicam que, enquanto taxas de resfriamento menores em amostras espessas favorecem a formação de poros maiores e menos circulares devido à coalescência, a aplicação de altas pressões de compactação atua como um

mecanismo restritor, reduzindo as dimensões finais dos poros apesar de sua maior irregularidade geométrica.

2.4.5 Morfologia do Silício

Hearn [68] descreveu cinco morfologias distintas de Si eutético associadas ao aumento da taxa de resfriamento: placas, placas esqueléticas, fibras no plano, fibras fora do plano e estruturas fibrosas, as quais se sucedem com aumento da velocidade de solidificação. Essa sequência reflete uma transição contínua de lamelas para fibras, impulsionada pelo aumento do super-resfriamento e da velocidade de solidificação.

A fusão mais uniforme obtida sob 80 kN de compactação parece ter promovido uma fração eutética mais elevada, especialmente sob maiores taxas de resfriamento. Sob uma carga de 50 kN, Figura 2.19, a variação da velocidade de solidificação de 11,4 mm/s para 40 mm/s (de 6 mm para 2 mm) resultou em uma transição morfológica de fibras fora do plano para fibras, em concordância com a literatura.

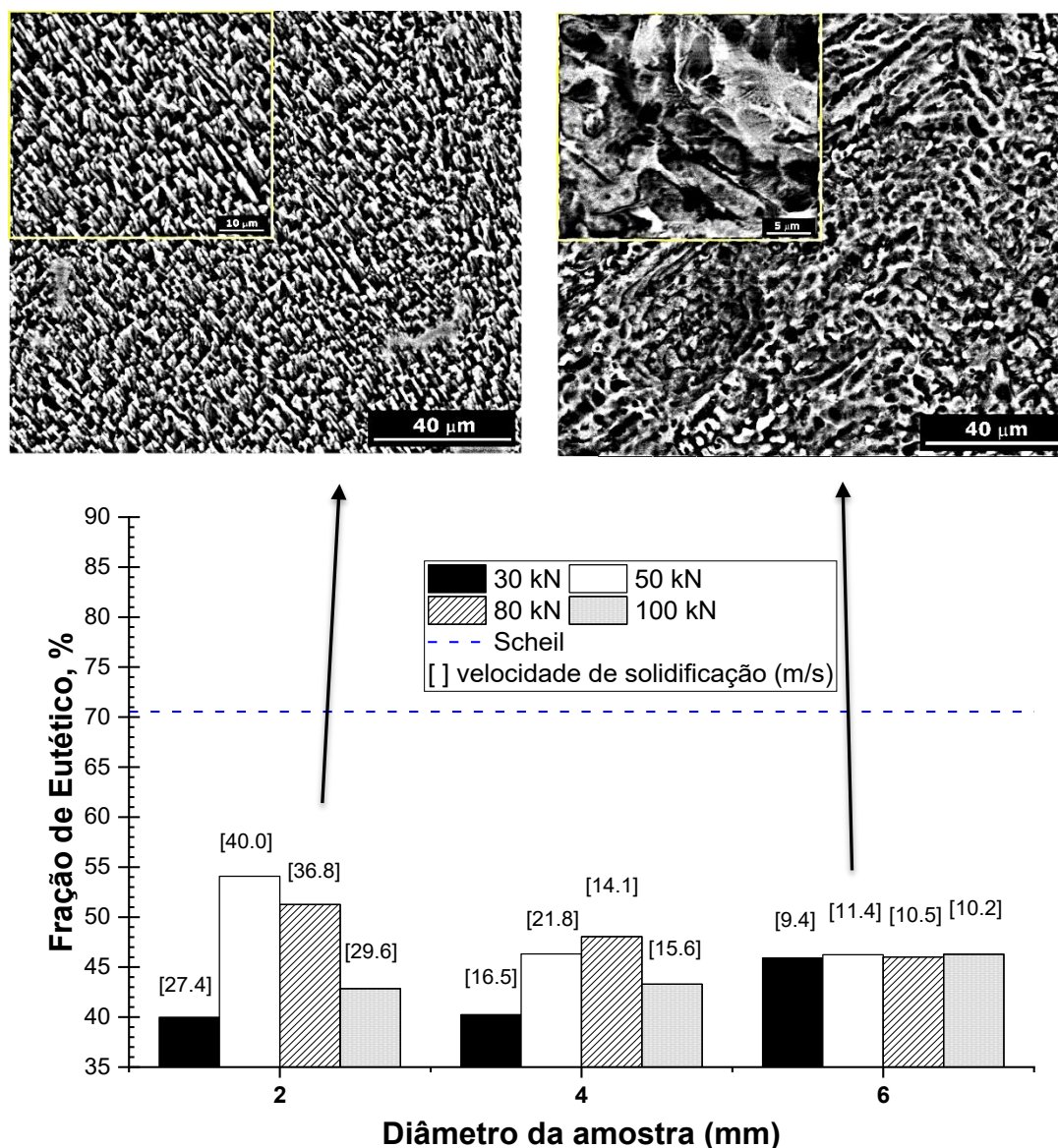


Figura 2.19 – Evolução da fração eutética experimental em função do diâmetro da amostra sob diferentes cargas de compactação, considerando o lote de pó residual da liga AlSi10Mg. As imagens de MEV correspondem às microestruturas das amostras refundidas com diâmetros de 2 mm e 6 mm anteriormente compactadas a 50 kN.

É importante ressaltar que a solidificação por sucção oferece a combinação de solidificação rápida e preenchimento assistido por pressão necessária para converter pós da liga AlSi10Mg fora de especificação em

produtos densos e de microestrutura refinada. A forte capacidade de sucção do metal líquido e o eficiente preenchimento de canais estreitos tornam o processo especialmente adequado para componentes de paredes finas com menos de 6 mm de espessura, nos quais técnicas convencionais de fundição frequentemente apresentam porosidade e alimentação incompleta. Dessa forma, a solidificação por sucção possibilita microestruturas mais finas e superfícies de alta qualidade, adequadas para trocadores de calor, carcaças, suportes e outros componentes leves produzidos a partir da liga AlSi10Mg reciclado [70].

2.5 Conclusões

Os resultados obtidos no estudo do Capítulo 2 demonstram que o diâmetro das amostras exerce influência direta sobre o processo de solidificação dos compactados de pós residuais da liga AlSi10Mg. Amostras com maior diâmetro (6 mm) apresentaram taxas de resfriamento inferiores, o que resultou em microestruturas dendríticas mais grosseiras e em maior espaçamento dendrítico. Esse comportamento evidencia que seções mais espessas dissipam calor de forma menos eficiente, favorecendo o desenvolvimento de arranjos microestruturais dendríticos de maior escala.

A microestrutura dendrítica também se mostrou sensível à pressão de compactação aplicada aos pós antes da refundição. Cargas mais elevadas, como 30 kN e 100 kN, resultaram em microestruturas mais grosseiras devido ao resfriamento mais lento, associado à maior porosidade e ao aumento do tamanho dos poros, fatores que reduzem a difusividade térmica. Esses resultados reforçam a importância do controle simultâneo da taxa de resfriamento e da pressão de compactação para otimizar a microestrutura e o desempenho do componente fabricado a partir de pó reciclado.

Pressões intermediárias de compactação, entre 50 e 80 kN, mostraram-se mais eficazes na redução da porosidade e na melhoria da microestrutura, promovendo melhor ligação entre partículas e reduzindo o aprisionamento de gases. Em contraste, pressões excessivas, como 100 kN, levaram a maior porosidade e a uma solidificação menos uniforme, provavelmente devido à

dificuldade de penetração do metal líquido durante a refundição e à consequente redução da eficiência térmica.

Por fim, o processo de refundição dos pós residuais compactados de AlSi10Mg, especialmente sob pressões intermediárias (50–80 kN), resultou em níveis de porosidade reduzidos ($\leq 0,2\%$), comparáveis aos observados em ligas produzidas por rotas convencionais. Esses resultados indicam que a reciclagem de pós da liga AlSi10Mg, quando conduzida sob condições otimizadas, representa uma rota promissora para a produção de materiais de alto desempenho, com potencial para aplicações industriais e perspectivas favoráveis de upcycling.

CAPÍTULO 3 – IMPACTO DA COMPACTAÇÃO E DA MICROESTRUTURA DE SOLIDIFICAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE COMPRESSÃO, DUREZA E DESGASTE DA LIGA ALSI10MG

3.1 Introdução

O comportamento mecânico da liga AlSi10Mg está diretamente relacionado à microestrutura desenvolvida durante o processamento [1], [71], [72]. Em condições de solidificação lenta, típicas de processos convencionais de fundição, a liga apresenta microestruturas dendríticas grosseiras [73], o que limita sua dureza a valores entre 60 e 80 HV [1] e o limite de escoamento sob tração a cerca de 140 MPa [8,22]. Em contraste, processos caracterizados por elevadas taxas de resfriamento, como o Laser Powder Bed Fusion (LPBF), promovem a formação de uma microestrutura multiescala altamente refinada [54], composta por uma matriz celular ultrafina, com espaçamento inferior a 2 μm [3], [54], associada à segregação de partículas eutéticas de silício em escala nanométrica nos contornos celulares [54].

Essa configuração microestrutural resulta em melhorias expressivas nas propriedades mecânicas da liga, com valores de dureza superiores a 120 HV [24] e limite de escoamento em tração na faixa de 290 a 300 MPa [54]. Além disso, a resistência ao desgaste é significativamente aumentada em amostras processadas por LPBF, que apresentam taxas de desgaste da ordem de $2,2 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, quando comparadas a materiais processados por rotas convencionais ($\sim 4,9 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$) [19].

Apesar das vantagens associadas à manufatura aditiva, a eficiência no uso da liga constitui um desafio relevante. Em processos como o LPBF, apenas uma fração do pó alimentado é efetivamente fundida para formar o componente final, enquanto até 96% do material pode permanecer como pó não utilizado na câmara de construção [3], [12]. A reutilização sequencial desses pós, embora necessária do ponto de vista econômico e ambiental [12], [74], pode levar à degradação de suas características, incluindo crescimento de partículas, aumento da oxidação superficial e formação de subprodutos, como respingos metálicos [11], [74], [75], [76].

Nesse cenário, torna-se essencial o desenvolvimento de rotas alternativas de processamento capazes de consolidar esses pós excedentes do processo LPBF em componentes densos, preservando ou mesmo aprimorando o comportamento mecânico da liga. Técnicas baseadas em compactação seguida de refusão e solidificação rápida surgem como alternativas promissoras, uma vez que permitem romper a rede de óxidos dos pós e promover microestruturas refinadas, relativamente próximas às obtidas por processos de manufatura aditiva [1], [11], [38], [54], [77]. Entre essas técnicas, a fundição por sucção (suction casting) destaca-se por possibilitar a refusão completa do material [11] e impor elevadas taxas de resfriamento durante a solidificação [1], [38], favorecendo o refinamento microestrutural e, conseqüentemente, a melhoria das propriedades mecânicas.

Diante desse contexto, o estudo do Capítulo 3 propõe uma rota inovadora para o reaproveitamento de pós de AlSi10Mg fora de especificação, combinando compactação uniaxial, refusão e solidificação rápida por fundição por sucção. O objetivo principal é avaliar a influência das condições de compactação e da taxa de resfriamento sobre a microestrutura e o comportamento mecânico da liga, com ênfase nas propriedades de resistência à compressão, dureza e desgaste, contribuindo para o desenvolvimento de estratégias mais sustentáveis e eficientes para o processamento de ligas de alumínio.

3.2 Revisão Bibliográfica

O comportamento mecânico de componentes fundidos produzidos por MA é amplamente superior ao de métodos convencionais devido às taxas extremas de resfriamento, que podem atingir entre 10^6 e 10^8 K/s [3], [78]. Essa solidificação ultra-rápida impede o crescimento excessivo de grãos, resultando em microestruturas superfinais e grãos altamente refinados que elevam a resistência mecânica e a dureza do material final [3], [8]. Esse fenômeno de refinamento de grão é um dos pilares para a obtenção de propriedades que frequentemente superam as versões fundidas ou forjadas das mesmas ligas [8], [22], [78].

O refinamento microestrutural é a diferença mais marcante entre os métodos de fabricação convencionais e os de resfriamento rápido. Enquanto na

solidificação direcional (SD) — que simula fundição em moldes permanentes — a microestrutura é caracterizada por arranjos dendríticos grosseiros, o tratamento por refusão superficial a laser (RSL) é capaz de produzir células cerca de 100 vezes menores [79]. A alta taxa de resfriamento gera uma microestrutura celular superfina, na qual o silício se distribui em uma rede fibrosa ao redor das células de alumínio [3], [78], [79].

A presença do magnésio (Mg) nessas ligas de alumínio desempenha um papel fundamental no endurecimento por precipitação através da formação da fase Mg_2Si [8], [34], [80]. O magnésio aumenta limite de escoamento (LE) e a resistência à tração (LRT), embora a adição excessiva desse elemento possa comprometer a ductilidade e a tenacidade à fratura do material [7]. O controle preciso do magnésio é, portanto, essencial para equilibrar a resistência mecânica com a capacidade de deformação plástica [27].

As propriedades de tração, como o limite de escoamento (LE) e a resistência à tração (LRT), seguem a mesma tendência de superioridade no processamento aditivo. O componente produzido por SLM apresenta um LE próximo de 300 MPa e LRT de até 455 MPa, superando amplamente os ~170 MPa e ~313 MPa da fundição convencional, respectivamente. Esse ganho de resistência é atribuído ao mecanismo de fortalecimento de Hall-Petch e ao impedimento do movimento de discordâncias pela rede de silício refinada [3], [81].

Entretanto, o aumento na resistência estática muitas vezes ocorre em detrimento da ductilidade e da vida útil sob fadiga. Peças produzidas por AM tendem a apresentar um alongamento inferior ao das peças fundidas devido à presença de defeitos intrínsecos, como porosidade residual, óxidos inclusos e partículas de pó não fundidas, que atuam como concentradores de tensão. A falha nesses materiais costuma ser caracterizada como frágil quando se propaga através da rede de silício eutético [3].

A microdureza Vickers da liga $AlSi10Mg$ responde diretamente a esse refinamento. Amostras processadas por RSL podem atingir durezas de até 145 HV, o que representa um aumento de aproximadamente 56% em relação às obtidas por solidificação direcional lenta [79]. Esse fenômeno é

explicado pela distribuição homogênea de partículas eutéticas finas e intermetálicos na rede de células refinadas, que dificultam a movimentação de discordâncias. Estudos comparativos entre a fundição sob pressão e a Fusão Seletiva a Laser (FSL) mostram que esta última atinge propriedades de tração e dureza superiores mesmo sem tratamento térmico, devido à supersaturação de silício na matriz de alumínio [79], [82].

A resistência ao desgaste da liga AlSi10Mg é otimizada pela alta densidade de contornos celulares e pela morfologia do silício. Nas amostras fundidas convencionalmente, o desgaste é dominado por mecanismos adesivos e pela fragmentação de partículas grosseiras de silício em forma de placa. Já no processamento a laser, a formação de uma rede eutética fibrosa e ultrafina atua como uma barreira eficiente contra a deformação plástica, reduzindo consideravelmente o volume desgastado [79], [82]. O tratamento de superfície a laser, portanto, melhora o desempenho tribológico global da liga ao criar uma camada superficial com intermetálicos finamente dispersos e melhor ligação com a matriz [83].

A reutilização cíclica de pós metálicos em manufatura aditiva (AM) introduz variáveis críticas que alteram o desempenho mecânico das peças produzidas. Esse processo de reuso promove um incremento gradual no teor de oxigênio, fenômeno particularmente acentuado no processo LPBF devido às elevadas temperaturas de pré-aquecimento do leito. Embora o acúmulo de elementos intersticiais, como o oxigênio, possa elevar a resistência mecânica por endurecimento de solução sólida, a integridade estrutural e a confiabilidade do material são comprometidas. A degradação da morfologia superficial das partículas e a presença de contaminantes agem como sítios preferenciais para a iniciação de microtrincas, prejudicando severamente a vida útil sob fadiga [78], [84].

3.3 Materiais e Métodos

3.3.1 Procedimento Experimental

Para a realização da caracterização do comportamento mecânico das amostras do presente trabalho de mestrado, a metodologia seguiu as etapas descritas abaixo:

1. Ensaio de Microdureza Vickers
 - Preparação das amostras
 - Parâmetros utilizados

2. Ensaio de Desgaste microadesivo
 - Preparação das amostras
 - Ensaio microadesivo
 - Ensaio abrasivo
 - Obtenção e análise dos dados

3. Ensaio de compressão
 - Preparação das amostras

3.3.2 Ensaio de Microdureza Vickers

3.3.2.1 Preparação das Amostras

Inicialmente, as amostras escalonadas produzidas por suction casting em 4 cargas de compactação distintas foram seccionadas em cortes longitudinais. Para esse procedimento, utilizou-se a cortadora IsoMet 5000 (Bluehler), disponível no DEMa – UFSCar, equipada com disco diamantado refrigerado por água, garantindo precisão e evitando aquecimento excessivo durante o corte. Em seguida, as amostras foram embutidas a frio em resina epóxi, mantida em temperatura ambiente, e devidamente identificadas para posterior análise.

A preparação metalográfica envolveu etapas sucessivas de lixamento com lixas de diferentes granulometrias (#320, #400, #600, #1200 e #2500), assegurando o nivelamento gradual da superfície. O polimento foi realizado conforme a norma ASTM E3-11 [55], utilizando o equipamento Arotec AROPOL

2V, localizado no laboratório do grupo M2PS. O processo consistiu na aplicação de suspensão de alumina com granulometria de 1 μm , seguida de suspensão de sílica coloidal de 0,001 μm sobre pano de polimento, resultando em superfícies adequadas para análise microestrutural.

3.3.2.2 Parâmetros Utilizados

A caracterização da dureza das amostras foi realizada por meio de ensaios de microdureza Vickers, utilizando o microdurômetro Shimadzu HMV-G20ST (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japão), em conformidade com a norma ASTM E92-17 [85]. Para cada condição experimental, definida pelo diâmetro da amostra e pela carga de compactação aplicada, foram efetuadas dez indentações distribuídas de maneira uniforme ao longo da seção longitudinal. Durante o procedimento, evitou-se a realização de medições em regiões com presença de porosidade, bordas ou irregularidades superficiais, de modo a garantir maior precisão.

A carga aplicada em cada ensaio foi de 0,2 kgf, com tempo de permanência de 10 s. O valor de dureza representativo de cada amostra correspondeu à média aritmética das dez medições realizadas. Essa metodologia permitiu reduzir a influência de heterogeneidades locais e assegurou a reprodutibilidade e a confiabilidade estatística dos resultados obtidos.

3.3.3 Ensaio de Desgaste

3.3.3.1 Preparação das Amostras

As amostras selecionadas para este estudo foram aquelas obtidas a partir de compactados submetidos a pressões de 50–80 kN, por apresentarem menor fração de porosidade e microestruturas mais refinadas, conforme visto no Capítulo 2. O segmento correspondente ao diâmetro de 2 mm da amostra escalonada não foi considerado, uma vez que não dispunha de área útil suficiente para a realização dos ensaios previstos.

A preparação das amostras foi realizada por meio de um processo de lixamento sequencial, avançando gradualmente até a granulometria de 2500

mesh. Em cada troca de lixa, as amostras foram rotacionadas em 90°, de modo a uniformizar o desgaste superficial. A etapa final foi conduzida no sentido perpendicular à rotação da calota da máquina de desgaste, assegurando maior regularidade no acabamento. Para otimizar essa última etapa, empregou-se detergente durante o lixamento, o que contribuiu para a obtenção de uma superfície mais homogênea e para a redução de possíveis interferências nas análises subsequentes.

Concluído o processo, as amostras foram cuidadosamente limpas com acetona, garantindo a completa remoção de resíduos e a preparação adequada das superfícies para caracterização metalográfica

3.3.3.2 Desgaste Microadesivo

O primeiro tipo de ensaio de desgaste foi conduzido pelo método da cratera de esfera, caracterizado como microdesgaste adesivo a seco. Nesse procedimento, uma esfera de aço AISI 52100 (818 HV), com 25,4 mm de diâmetro, foi girada contra a superfície da amostra durante 10 min, sob carga de 0,5 N e velocidade de 250 rpm. A interação entre a esfera e a superfície gerou crateras de desgaste.

3.3.3.3 Desgaste Abrasivo

O segundo tipo de ensaio de desgaste utilizou o mesmo equipamento, mas com a presença de uma solução abrasiva contendo 3% em volume de pó de carbetto de silício (SiC) verde, com granulometria de 320 mesh. A solução foi preparada considerando a proporção volumétrica entre água destilada e SiC, com base em suas densidades. O teste foi realizado sob carga de 0,5 N, velocidade de 150 rpm e duração total de 5 min. Durante o ensaio, a solução abrasiva foi reaplicada em gotas a cada 15 s, garantindo a manutenção das condições de abrasão.

3.3.3.4 Obtenção e Análise dos Dados

A caracterização das calotas esféricas envolveu a aquisição de imagens via estereomicroscopia (Olympus SZ61/LC30). Para a medição de seus

diâmetros (quatro leituras por calota) através do software ImageJ, cada imagem foi aberta no ImageJ, informada a escala (Analyze > Set Scale) e traçadas quatro retas, conforme Figura 3.1. Para medição das retas foi utilizado o comando Analyze > Measure.

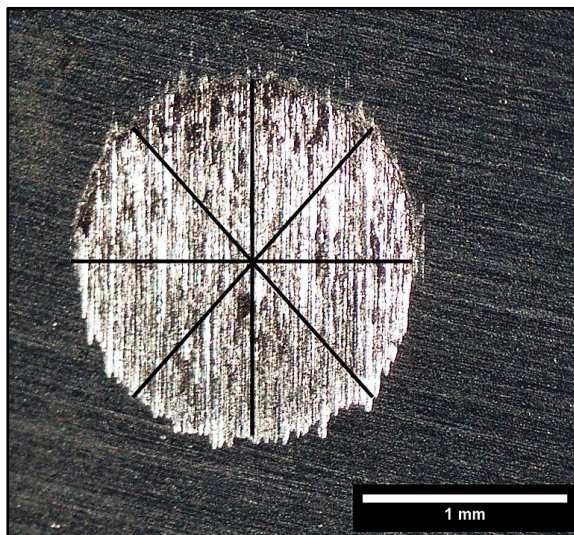


Figura 3.1 – Representação do método utilizado para calcular a calota de volume desgastado nas amostras refundidas e produzidas via *suction casting*.

A determinação dos volumes desgastados (V_w) foi realizada por meio da Equação 10, na qual d corresponde ao diâmetro médio da calota e R ao raio da esfera.

$$V_w = \pi d^4 \frac{\pi d^4}{64R} \quad (10)$$

O cálculo considerou a média aritmética de quatro medições independentes do diâmetro de cada cratera de desgaste. Para assegurar a consistência dos resultados, cada condição experimental foi repetida três vezes ($n = 3$). Os valores finais de V_w apresentados correspondem à média dos três ensaios independentes, garantindo a reprodutibilidade e a confiabilidade estatística dos dados obtidos.

3.3.4 Ensaio de Compressão

3.3.4.1 Preparação das Amostras

A preferência da realização do ensaio de compressão se deu pela limitada área útil das amostras escalonadas, uma vez que não seria possível a realização do ensaio de tração. Dessa forma, para a realização dos ensaios de compressão, foram confeccionados corpos de prova a partir de cada diâmetro das amostras escalonadas, com o objetivo de estabelecer correlações entre o comportamento mecânico e as variações microestruturais decorrentes das diferentes condições de solidificação.

Os corpos de prova apresentaram dimensões de 3 mm de diâmetro e 5 mm de altura, em conformidade com a norma ASTM E9-19 (2025) [86]. Os ensaios foram realizados em triplicata, utilizando uma máquina universal de ensaios INSTRON 5500R (Instron, Norwood, MA, EUA), sob taxa de deformação controlada de $0,001 \text{ s}^{-1}$, assegurando a repetibilidade e a confiabilidade dos resultados obtidos.

3.4 Resultados e Discussão

3.4.1 Microdureza Vickers

A microdureza Vickers das amostras apresentou uma dependência direta com a o refinamento da microestrutura e a carga de compactação prévia à fusão. De forma geral, os valores obtidos superaram significativamente os da liga em estado bruto de fundição convencional (60–80 HV), atingindo patamares $\geq 100 \text{ HV}$ nas condições de maior refinamento microestrutural. Este aumento na dureza é atribuído ao expressivo refino do espaçamento dendrítico e à formação de uma estrutura eutética mais fina, aproximando grosseiramente o desempenho mecânico do material reciclado aos níveis observados na manufatura aditiva (LPBF), que tipicamente ultrapassa os 120 HV.

A Figura 3.2 mostra que o refinamento microestrutural, governado pelo diâmetro da amostra no molde de cobre, mostrou-se o fator mais crítico para a elevação da dureza. Amostras com menores diâmetros (como 2 mm e 3 mm) experimentaram taxas de resfriamento mais elevadas, o que resultou em menores espaçamentos dendríticos (entre 2,4 e 2,8 μm) e, consequentemente, em maiores valores de microdureza. Em contrapartida, as seções de 6 mm, que

resfriaram mais lentamente, desenvolveram microestruturas mais grosseiras e maior porosidade, o que levou a uma redução na resistência mecânica local.

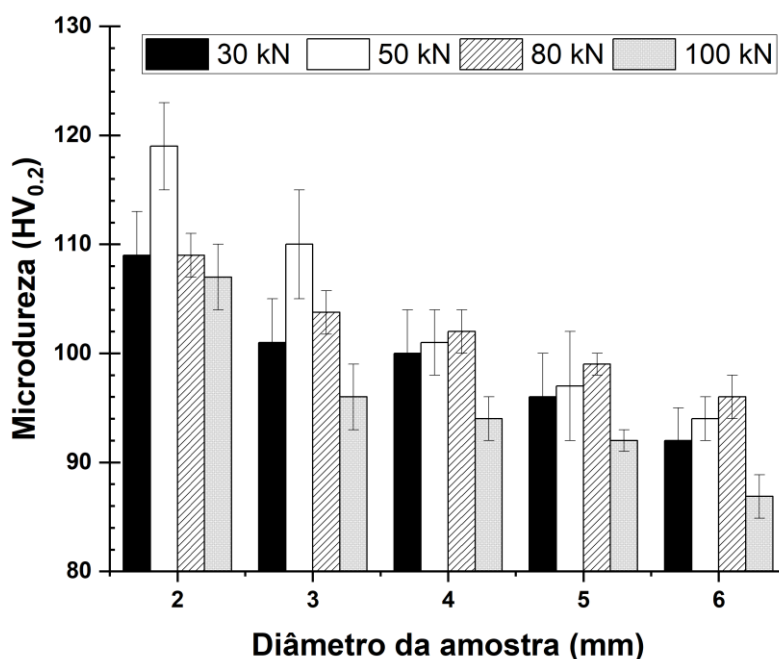


Figura 3.2 – Variação da microdureza Vickers com diferentes cargas de compactação em amostras da liga AlSi10Mg de distintos diâmetros.

A análise das diferentes cargas de compactação revelou que existe uma janela ideal entre 50 ~~kN~~ e 80 kN para maximizar a dureza. Nessas condições intermediárias, a compactação foi suficiente para promover uma melhor união entre as partículas e reduzir a densidade de poros após a refusão, conforme demonstrado no capítulo 2. No entanto, a aplicação de uma carga excessiva de 100 kN resultou em um declínio na microdureza. Esse fenômeno é explicado pelo fato de que pressões excessivas podem aprisionar gases e dificultar a penetração do metal fundido durante a refusão, resultando em uma estrutura menos uniforme, com maiores espaçamentos dendríticos e maior porosidade final.

3.4.2 Ensaio de Desgaste

A Figura 3.3 evidencia que, em uma análise morfológica das calotas, a imagem à esquerda evidencia sulcos lineares de desgaste e bordas nítidas, indicando uma remoção de material por micro-riscamento. Já a imagem à direita apresenta uma superfície interna mais homogênea e fosca, com menor evidência de sulcos profundos e com bordas indefinidas, refletindo uma interação maior entre o abrasivo e a matriz da liga AlSi10Mg.

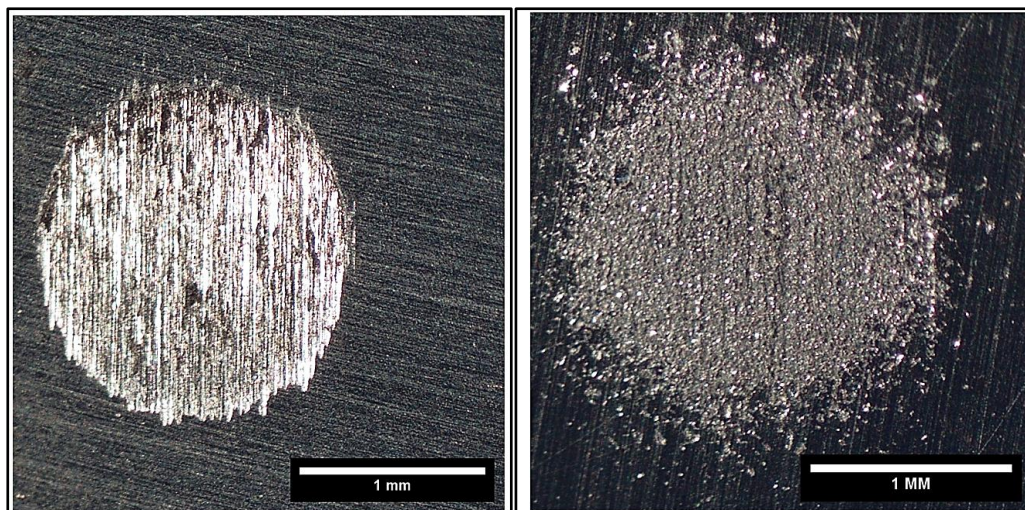


Figura 3.3 – Imagens das calotas obtidas através do estereomicroscópio dos ensaios de desgaste a seco (esquerda) e com abrasivo (direita) para a amostra com pressão de compactação de 50 kN e com diâmetro de 6mm.

O desempenho tribológico da liga AlSi10Mg reciclada demonstrou uma forte dependência do refino microestrutural e dos níveis de porosidade, apresentando taxas de desgaste comparáveis às de peças produzidas por manufatura aditiva (MA). A Figura 3.4 apresenta as taxas médias de desgaste obtidas para cada diâmetro das amostras, provenientes de compactados refundidos sob pressões de 50–80 kN, juntamente com os respectivos valores de dureza Vickers (HV) e demais dados relativos a cada condição experimental. Observa-se que o volume desgastado nas amostras submetidas ao ensaio com solução abrasiva foi significativamente maior (aproximadamente três vezes) em comparação às amostras ensaiadas em condição seca (sem solução abrasiva). Entretanto, quando analisados os valores de taxa de desgaste considerando um mesmo diâmetro e carga de compactação, os resultados permaneceram relativamente próximos. Esse comportamento se deve à menor duração dos

ensaios realizados com solução abrasiva, o que compensou o maior volume removido, conforme evidenciado na Figura 3.4.

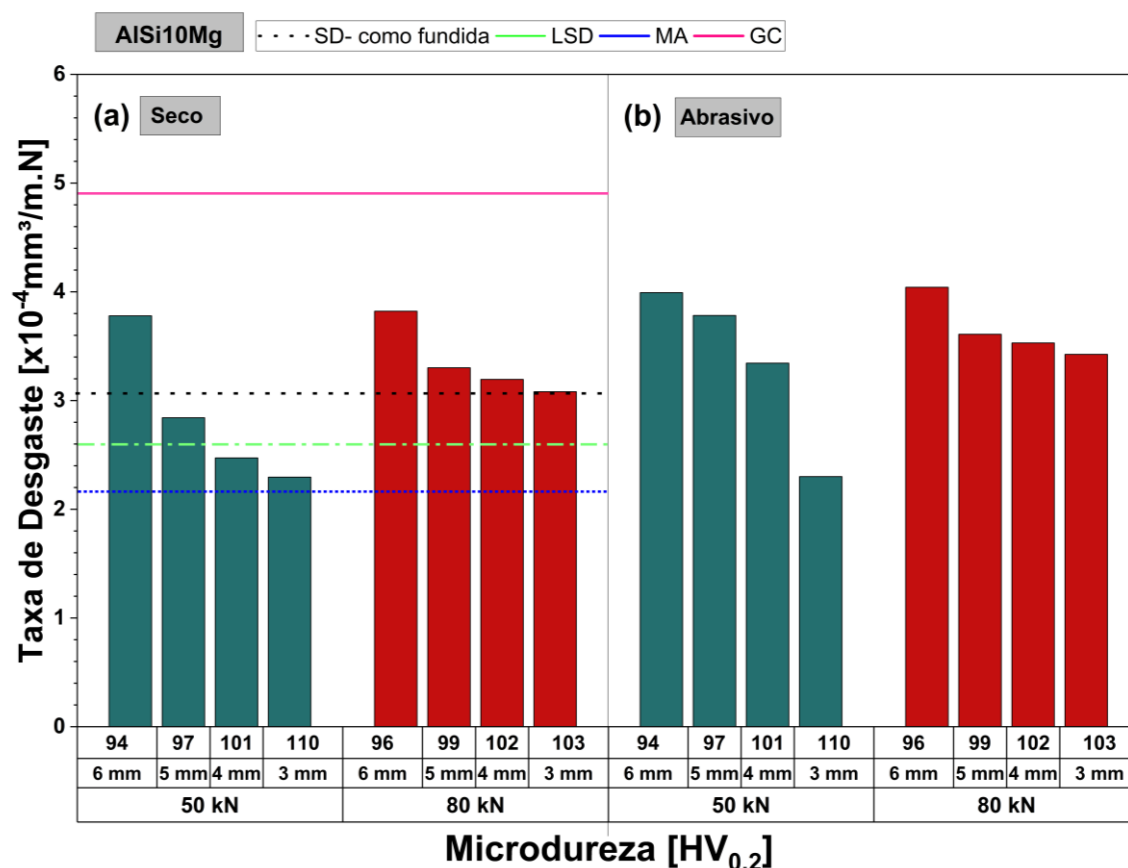


Figura 3.4 – Taxa de desgaste das amostras de AlSi10Mg obtidas por sucção, com diferentes diâmetros, avaliadas em duas condições: (a) ensaio a seco (10 min/0,5 N/250 rpm) e (b) ensaio abrasivo com SiC (5 min/0,5 N/150 rpm). Os resultados estão apresentados em função da carga de compactação aplicada.

Os valores de microdureza foram inseridos na base das colunas, correspondendo a cada condição específica. Abreviações: SD — Solidificação Direcional [1]; LSR — Refundição Superficial a Laser [1]; AM — Manufatura Aditiva [2]; GC — Fundição por Gravidade [2].

Nas ligas base Al–Si, o volume desgastado em condições abrasivas é significativamente superior ao observado em deslizamento a seco, devido à predominância dos mecanismos de desgaste abrasivo. A presença de partículas duras entre o contra-corpo e a superfície da liga atua como microferramentas de corte, produzindo sulcos e promovendo a remoção das fases eutéticas por

microfratura ou destacamento de partículas. Uma vez fraturado o Si, de natureza frágil, a matriz de Al, mais dúctil, é facilmente sulcada e arrancada, resultando em elevada remoção de material. Além disso, os abrasivos interrompem continuamente a formação de filmes protetores de óxido ou de transferência, normalmente presentes em condições de deslizamento a seco, expondo material fresco a novos danos. Dessa forma, o deslizamento a seco favorece mecanismos de desgaste adesivo e oxidativo leve, com perdas volumétricas relativamente menores [87], [88].

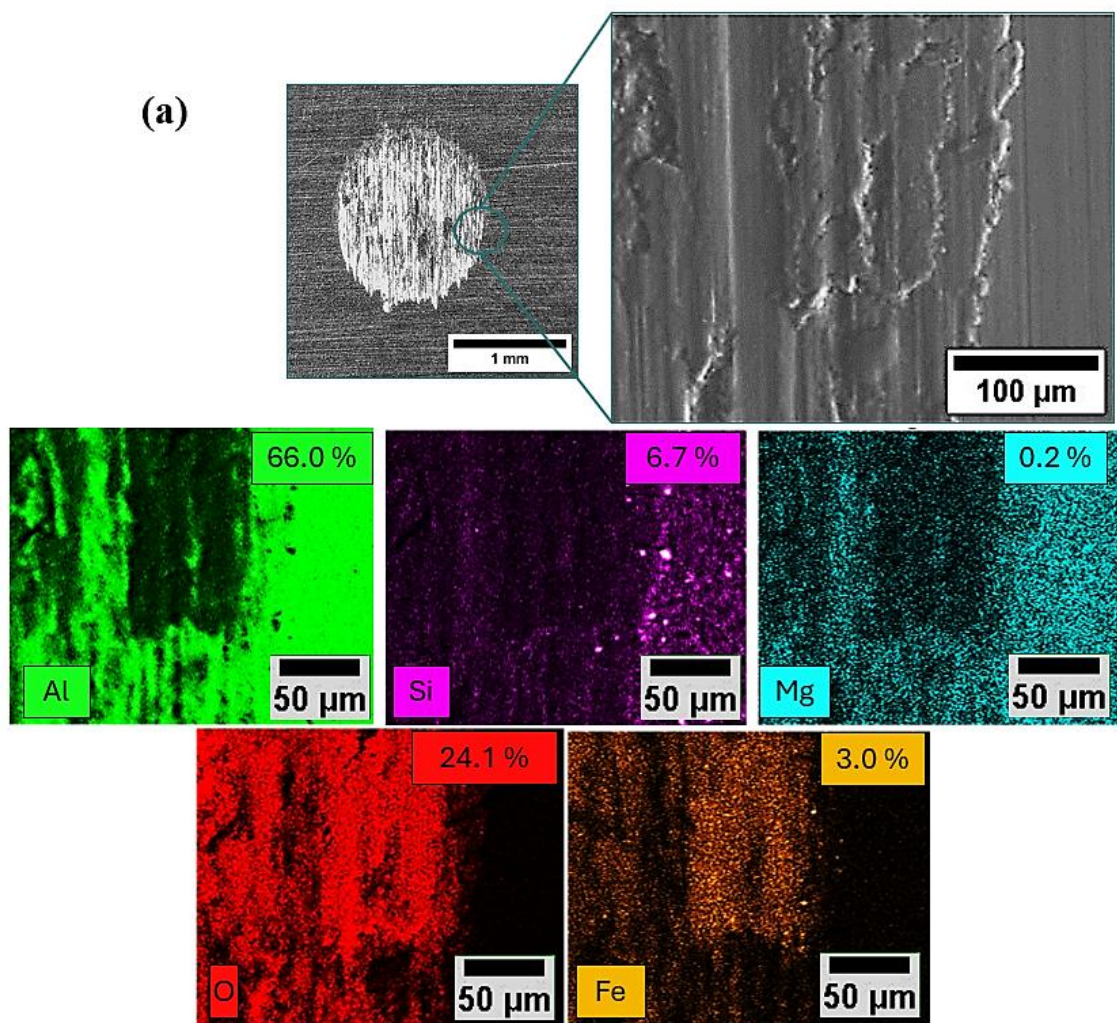
As amostras obtidas por sucção a partir de compactados de 50 kN, solidificadas sob maiores taxas de resfriamento, apresentaram as menores taxas de desgaste a seco ($2,3 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ para o diâmetro de 3 mm), resultado associado à maior dureza e menor fração de porosidade em comparação às amostras solidificadas em condições mais lentas (4 mm, 5 mm e 6 mm). No caso das amostras de 50 kN com maior diâmetro, correspondendo à menor taxa de resfriamento, observou-se a maior taxa média de desgaste ($3,8 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), relacionada à menor dureza média de 94 HV.

As amostras obtidas por sucção a partir de compactados de 80 kN apresentaram comportamento distinto em relação às de 50 kN. Para o menor diâmetro (3 mm), correspondente à maior taxa de resfriamento, registrou-se a menor taxa de desgaste a seco ($3,0 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), associada à dureza de 103 HV. Com o aumento do diâmetro, a taxa de desgaste cresceu gradualmente, atingindo o valor máximo de $3,9 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ para a amostra de 6 mm, que apresentou a menor dureza média (96 HV). Esses resultados reforçam a correlação inversa entre dureza e desempenho ao desgaste em deslizamento a seco, demonstrando que compactados processados sob maiores cargas (80 kN) seguem a mesma dependência microestrutural observada para 50 kN. Tendência semelhante pode ser associada à evolução microestrutural e à porosidade das amostras durante o desgaste abrasivo, conforme também relatado por Tonolini et al. [2].

Tonolini et al. [2] mostraram que o comportamento ao desgaste da liga AlSi10Mg difere significativamente entre amostras produzidas por manufatura aditiva (MA) e por fundição por gravidade, no estado como-produzido. Os valores

de taxa de desgaste dessas condições podem ser observados na Figura 3.3, representados por linhas horizontais. A liga obtida por AM apresentou a menor taxa de desgaste ($\sim 2,2 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), favorecida por sua microestrutura ultrafina, elevada dureza e baixa fração de porosidade (2,5%). Em contraste, a liga fundida por gravidade exibiu maior taxa de desgaste ($\sim 4,9 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), consistente com sua menor dureza e microestrutura dendrítica–eutética mais grosseira. As amostras de 3 mm e 4 mm obtidas por sucção apresentaram arranjo dendrítico–eutético extremamente refinado e densidade próxima da total, o que contribuiu para seu desempenho superior em desgaste a seco.

A Figura 3.5 apresenta as superfícies desgastadas em condição seca das amostras de 3 mm refundidas sob 50–80 kN, juntamente com os resultados da análise por espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Foram analisados os elementos Al, Si, Mg, O e Fe, com valores médios semiquantitativos em peso obtidos apenas para fins comparativos. O contato da esfera de aço rotativa com a superfície da liga gera uma interação tribológica complexa. O desgaste adesivo ocorre por ligações localizadas e subsequente destacamento de fragmentos devido às fortes forças interfaciais, como evidenciado nas imagens de topografia em MEV com áreas extensas de delaminação. Simultaneamente, mecanismos abrasivos se manifestam pelo movimento relativo e pelas microasperidades da esfera, que sulcam, cortam ou destacam material da superfície, intensificados pela formação de óxidos, conforme observado nos mapas de EDS em cores na Figura 3.5. Essa ação combinada resulta na remoção de material tanto por transferência induzida por adesão quanto por arrancamento abrasivo da superfície da liga.



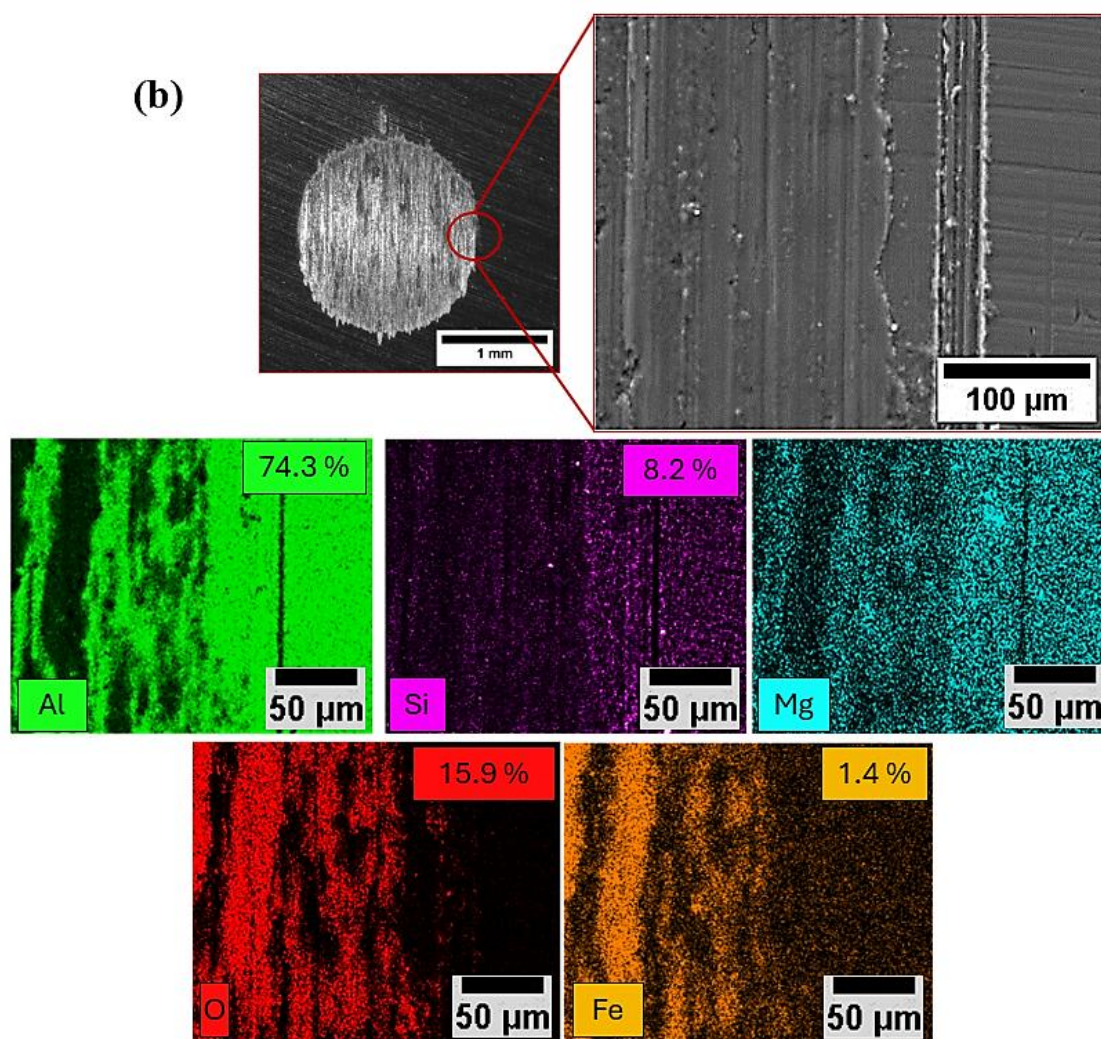
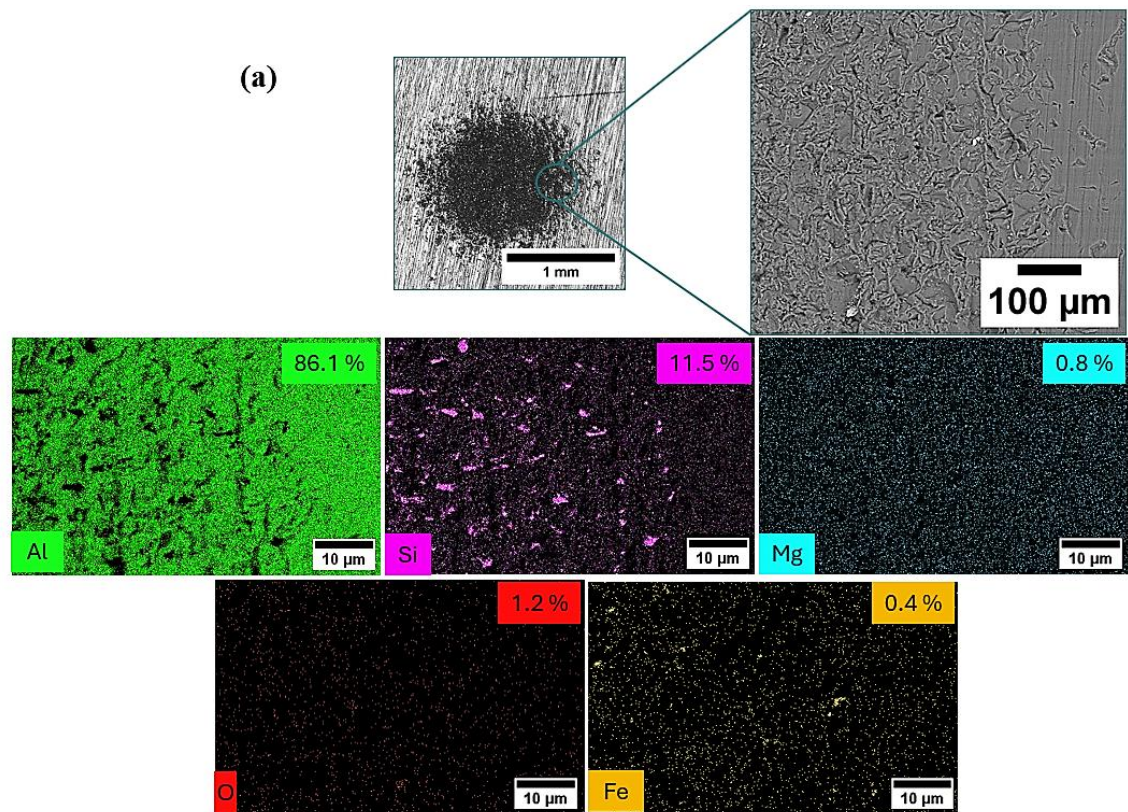


Figura 3.5 – Imagens por estereomicrografia da superfície desgastada em condição seca, sob cargas de (a) 50 kN e (b) 80 kN. A região destacada próxima ao perímetro da marca de desgaste foi caracterizada por análises de SEM/EDS, com os respectivos valores percentuais em peso (wt.%) dos elementos identificados. O elemento Fe foi investigado tendo em vista sua transferência da esfera de aço.

A Figura 3.6 ilustra as superfícies desgastadas das amostras de 3 mm refundidas sob 50–80 kN em condição abrasiva, juntamente com a análise EDS das marcas de desgaste, mostrando a presença e distribuição de Al, Si, Mg, O e Fe. A topografia em MEV revela extensas regiões delaminadas, indicando desgaste abrasivo severo causado pelas partículas de SiC. Os mapas de EDS evidenciam que a matriz de Al (84,2% e 86,1%) é preferencialmente sulcada,

enquanto as partículas de Si (11,5%) sofrem fratura e destacamento. Os teores de oxigênio (1,2% e 1,7%) sugerem ocorrência de tribo-oxidação, cujos filmes frágeis são fraturados e removidos, intensificando ainda mais o processo de delaminação.



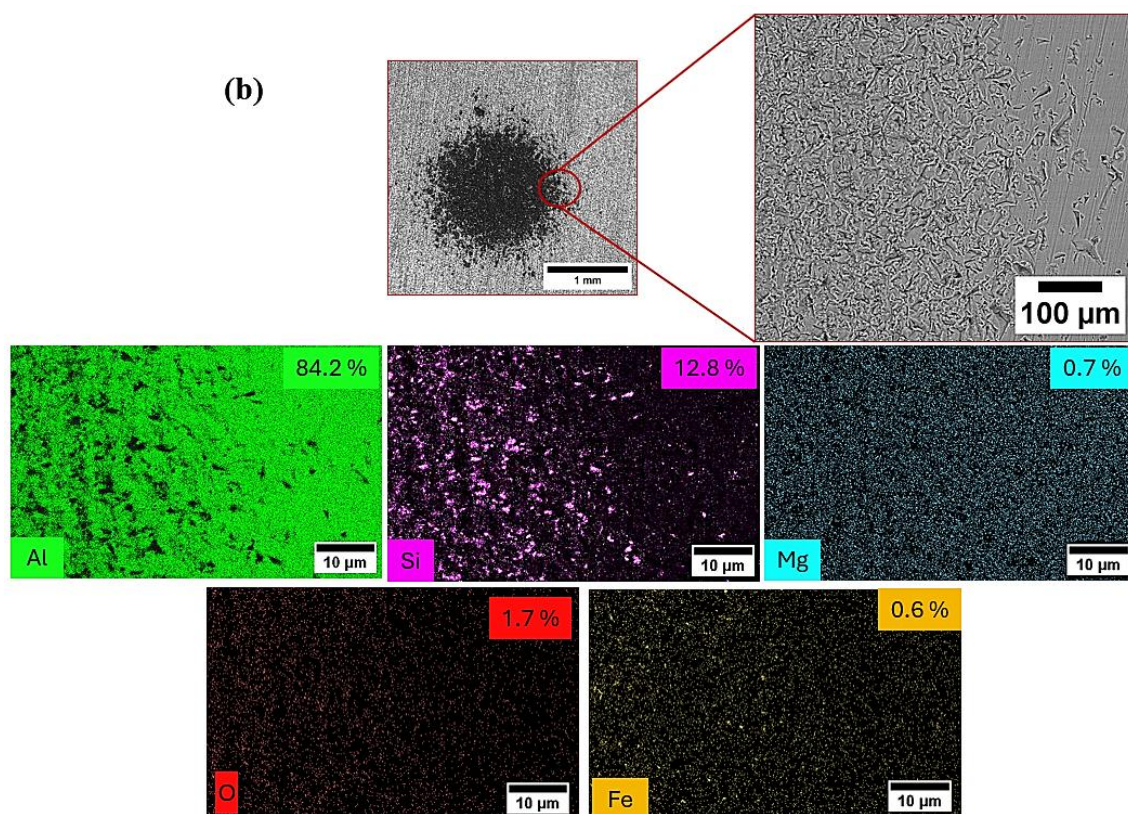


Figura 3.6 – Imagens obtidas por estereomicrografia da superfície desgastada em condição abrasiva (SiC), sob cargas de (a) 50 kN e (b) 80 kN. A região destacada próxima ao perímetro da marca de desgaste foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura/espectroscopia de energia dispersiva de raios X (SEM/EDS), com os respectivos valores percentuais em peso (wt.%) dos elementos identificados.

3.4.3 Ensaio de Compressão

Os resultados dos ensaios de compressão demonstraram que a rota de reciclagem proposta melhora significativamente o desempenho mecânico da liga AlSi10Mg em comparação ao estado fundido convencional (*as-cast*). As amostras com microestrutura refinada atingiram resistências superiores a 500 MPa, superando amplamente os cerca de 300 MPa observados na liga fundida tradicional. Esse ganho de resistência é atribuído ao refinamento do espaçamento dendrítico, que atua como barreira ao movimento de discordâncias, e a uma rede de silício menos conectada, que favorece a integridade estrutural sob carga.

A Figura 3.7 apresenta curvas representativas de tensão–deformação em compressão para amostras de AlSi10Mg consolidadas sob cargas de 50–80 kN, seguidas de solidificação por sucção, em comparação com a liga no estado como-fundido [8]. As amostras com espaçamento dendrítico inferior (2,4–2,8 μm) exibiram os maiores valores de resistência à compressão, superiores a 500 MPa, associados a excelente capacidade de deformação plástica. Para microestruturas mais grosseiras (4,4–4,6 μm), a resistência diminuiu, mas permaneceu significativamente superior à condição como-fundida (espaçamento dendrítico de 35 μm), que apresentou cerca de 300 MPa. Esses resultados evidenciam que o refinamento microestrutural obtido por meio da compactação de pó seguida de refundição melhora de forma expressiva o desempenho em compressão do AlSi10Mg reciclado. Sob compressão, microestruturas refinadas (menor λ) combinam maior resistência devido ao aumento das barreiras às discordâncias, com maior ductilidade, favorecida por uma rede de Si menos conectada e menor fração de porosidade [89].

No caso das amostras consolidadas sob 80 kN, observou-se refinamento microestrutural e redução da fração volumétrica de porosidade. Entretanto, a distribuição de tamanho e forma dos poros mostrou-se menos favorável, resultando em resistência à compressão ligeiramente inferior à condição de 50 kN, em concordância em certa medida com os resultados de microdureza Vickers.

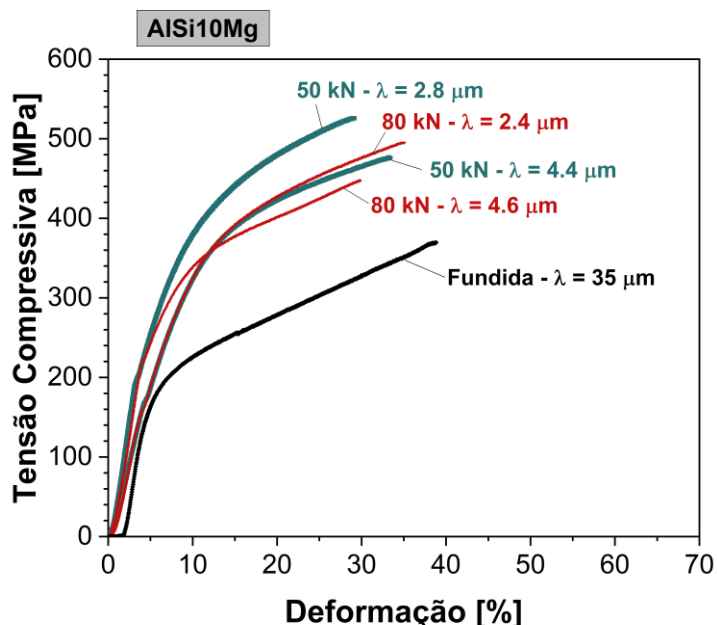


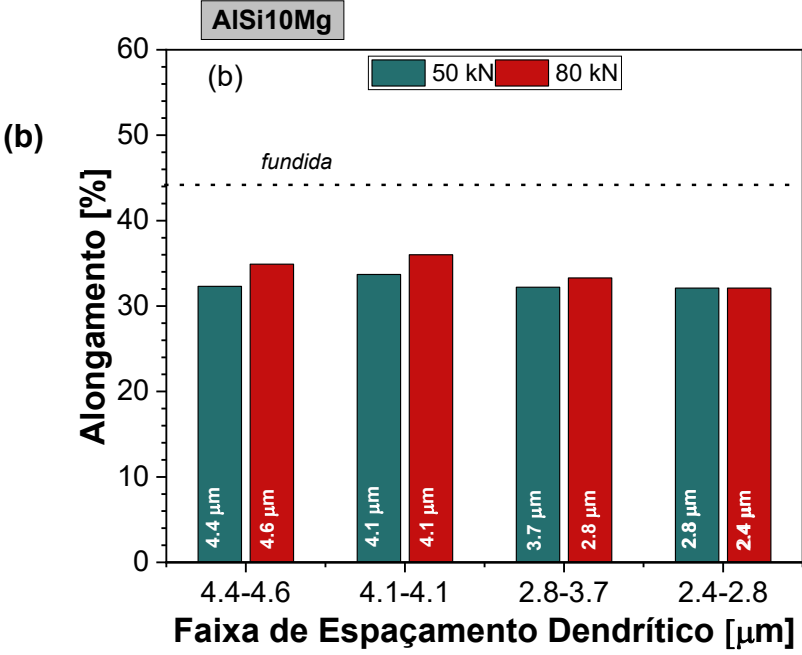
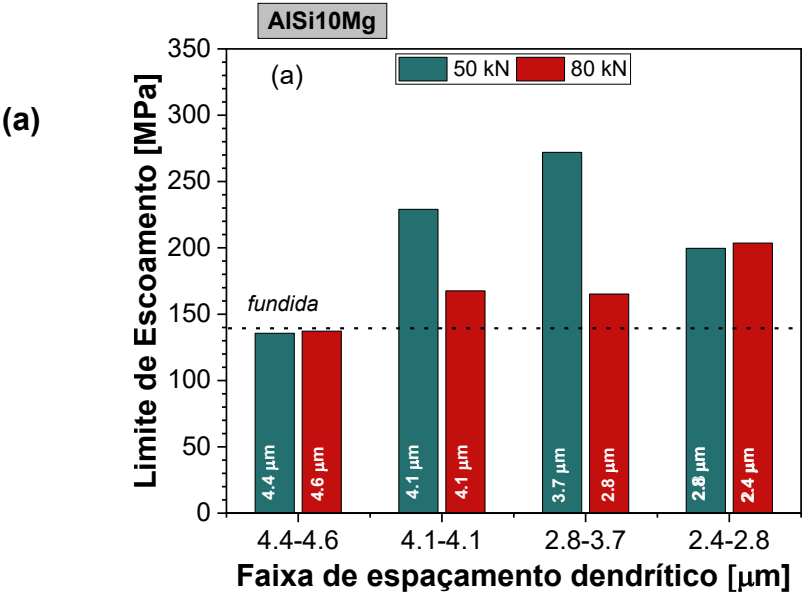
Figura 3.7 – Curvas típicas de tensão–deformação em compressão para amostras de AlSi10Mg no estado como-fundido e obtidas por sucção, com diâmetros de 3 mm e 6 mm, processadas sob cargas de 50 kN (verde) e 80 kN (vermelho) e posteriormente solidificadas por sucção.

A Figura 3.8 apresenta a evolução da resistência ao escoamento, alongamento, resistência à compressão e tenacidade em função do espaçamento dendrítico. As condições recicladas (50–80 kN) exibiram valores de resistência ao escoamento em compressão significativamente superiores à liga como-fundida (~140 MPa). Para a condição de 50 kN, observou-se aumento da resistência ao escoamento com o refinamento microestrutural, atingindo aproximadamente 270 MPa. Já para 80 kN, os valores foram ligeiramente inferiores, apesar do refinamento dendrítico semelhante, refletindo a influência negativa de poros maiores e com geometria irregular.

O alongamento até a fratura, por sua vez, foi mais elevado na liga como-fundida (~50%), enquanto as amostras recicladas estabilizaram entre 30–35%, independentemente do espaçamento dendrítico. A resistência à compressão seguiu claramente a tendência de refinamento: a liga como-fundida atingiu 360 MPa, enquanto as amostras de 50 kN ultrapassaram 500 MPa. Para as amostras compactadas sob 80 kN, os valores permaneceram consistentemente

abaixo dos obtidos em 50 kN. A tenacidade, área do gráfico sob a curva de compressão, variou de forma significativa nas condições recicladas, alcançando cerca de 140 MJ/m^3 para espaçamentos intermediários ($4,1 \mu\text{m}$), antes de apresentar leve redução para amostras correspondentes a espaçamentos mais finos. Em todas as situações, a condição de 50 kN superou a de 80 kN.

De modo geral, a condição de 50 kN proporcionou a melhor combinação de resistência ao escoamento, resistência à compressão e tenacidade. Assim, a evolução das propriedades em função do espaçamento dendrítico demonstrou que a resistência aumenta com o refinamento, o alongamento é reduzido em comparação à liga como-fundida, mas sendo pouco sensível ao espaçamento dendrítico, e a tenacidade é maximizada em escalas dendríticas intermediárias.



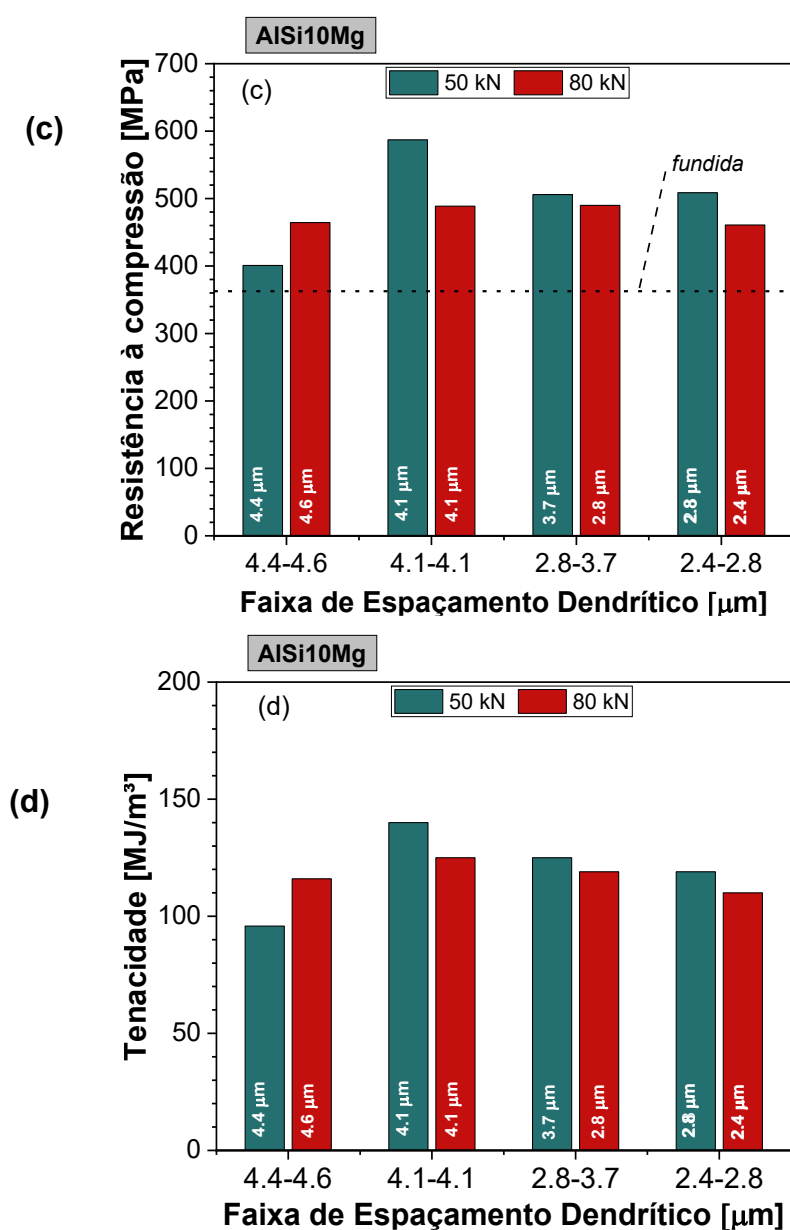


Figura 3.8 – Relações experimentais entre (a) limite de escoamento; (b) alongamento até a fratura; (c) resistência à compressão; e (d) tenacidade em função do espaçamento dendrítico médio (λ) da liga AlSi10Mg.

3.5 Conclusões

A microdureza Vickers apresentou aumento significativo com a redução do espaçamento dendrítico, alcançando valores de até 103 HV em amostras de 3 mm compactadas sob 80 kN. Esses resultados superam a faixa típica de dureza (60–80 HV) observada em ligas obtidas por fundição convencional, evidenciando o papel do refinamento e da densificação na melhoria da resposta mecânica.

Nos ensaios de compressão, verificou-se que amostras com microestruturas mais finas e menor porosidade atingiram resistências superiores a 500 MPa, especialmente na condição associada de 50 kN/3 mm. A condição de 50 kN mostrou-se mais favorável ao equilíbrio entre resistência, ductilidade e tenacidade, enquanto em 80 kN, apesar do refinamento, a presença de poros maiores e irregulares reduziu ligeiramente o desempenho.

Quanto ao desgaste, em deslizamento a seco predominaram mecanismos adesivos e oxidativos leves, resultando em taxas reduzidas ($2,3\text{--}3,9 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$). As menores taxas foram associadas às amostras mais duras e densas, confirmando a correlação inversa entre dureza e desgaste. Sob condições abrasivas, o mecanismo dominante foi o microcorte em três corpos e o destacamento de partículas de Si, ocasionando maior perda de material. Ainda assim, manteve-se a mesma dependência microestrutural: amostras mais finas, duras e com menor porosidade apresentaram resistência ao desgaste superior.

CAPÍTULO 4 – DISCUSSÃO GERAL E CONCLUSÕES

A análise dos resultados mostra que a estratégia de reciclagem adotada, unindo a compactação de pós de AlSi10Mg fora de especificação com a refusão e a solidificação rápida por *suction casting*, se revelou uma rota viável para produzir componentes de alto desempenho. O ponto central da análise dos dois estudos dos Capítulos 2 e 3 desse Mestrado está na forma como as propriedades mecânicas e de desgaste se relacionam diretamente com a microestrutura formada durante o processamento. As altas taxas de resfriamento impostas durante a solidificação em molde de cobre levaram a um refinamento expressivo da rede dendrítica, reduzindo o espaçamento para valores entre 2,4 μm e 4,6 μm . Essa redução é muito maior do que a obtida em fundição convencional e aproxima, em certa medida, a liga reciclada das características observadas em processos avançados de manufatura aditiva.

A eficiência desse processo proposto nesse Mestrado depende da combinação entre a carga de compactação e a velocidade de solidificação. As cargas intermediárias, entre 50 e 80 kN, mostraram-se ideais para garantir boa densificação e união entre as partículas, resultando em porosidade extremamente baixa, abaixo de 2% nas condições de 6 mm para ambas as cargas. Por outro lado, quando a pressão foi elevada para 100 kN, o efeito foi negativo: houve aumento da porosidade, 3,62%, e queda na dureza, 87 HV, consequência da dificuldade de penetração do metal fundido e do aprisionamento de gases durante a refusão. Isso evidencia que controlar a densidade inicial é essencial para assegurar o processamento posterior e o refinamento uniforme da microestrutura.

Os ganhos em dureza e resistência à compressão refletem diretamente esse refinamento da rede dendrítica. A microdureza Vickers atingiu o valor de 118 HV na condição de 50 kN – 2 mm, resultado da transformação do silício eutético em fibras muito finas sob altas taxas de resfriamento. Do ponto de vista estrutural, a amostra mais refinada, 50 kN – 3 mm, alcançou resistência à compressão superior a 500 MPa, bem acima dos 300 MPa da liga obtida por fundição convencional. Essa melhoria está ligada à maior quantidade de

barreiras ao movimento de discordâncias e à menor conectividade da fase de silício, o que favorece a deformação plástica sem fraturas prematuras.

O comportamento em desgaste reforça essa interdependência. Observou-se uma correlação inversa entre dureza e taxa de desgaste: quanto mais refinada e densa a microestrutura, menor a perda de volume desgastado da liga. As amostras de menor diâmetro, solidificadas sob maiores taxas de resfriamento e com cargas de compactação otimizadas, apresentaram as menores taxas de desgaste adesivo ($2,3 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$), comparáveis às obtidas em peças produzidas por *LPBF*. Tanto em condições de deslizamento a seco quanto abrasivo, a resistência ao desgaste foi garantida pela capacidade da microestrutura refinada de ancorar as fases eutéticas e resistir ao microcorte.

Em síntese, os resultados confirmam que o controle cuidadoso da solidificação compensa a origem reciclada do pó da liga *AlSi10Mg*, transformando resíduos industriais em um material capaz de competir com tecnologias avançadas de processamento e se posicionar como uma alternativa de alto desempenho.

SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Análise da espessura e da natureza da camada de óxido superficial, pois interfere diretamente na fração de poros dos componentes produzidos;
- Investigar métodos como sinterização ou extrusão a quente para comparar o desempenho mecânico com o método compactação+suction casting;
- Realizar ensaios de fadiga para entender como a porosidade e o refino dendrítico influenciam na vida útil da liga sob carregamento cíclico.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] D. Moura, G. Gouveia, and J. Spinelli, "Microstructure and Wear Resistance of Laser-Treated and Slow Cooled AlSi10Mg-(x)Ni Alloys," *Metals (Basel)*., vol. 13, no. 8, pp. 1–14, 2023, doi: 10.3390/met13081426.
- [2] P. Tonolini, L. Montesano, M. Tocci, A. Pola, and M. Gelfi, "Wear Behavior of AlSi10Mg Alloy Produced by Laser-Based Powder Bed Fusion and Gravity Casting," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 23, no. 10, 2021, doi: 10.1002/adem.202100147.
- [3] Q. Yan, B. Song, and Y. Shi, "Comparative study of performance comparison of AlSi10Mg alloy prepared by selective laser melting and casting," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 41, pp. 199–208, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.jmst.2019.08.049.
- [4] D. K. Dwivedi, "Adhesive wear behaviour of cast aluminium-silicon alloys: Overview," *Mater. Des.*, vol. 31, no. 5, pp. 2517–2531, May 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2009.11.038.
- [5] M. Gandolfi, M. G. C. Xavier, L. F. Gomes, R. A. V. Reyes, A. Garcia, and J. E. Spinelli, "Relationship between microstructure evolution and tensile properties of als10mg alloys with varying mg content and solidification cooling rates," *Metals (Basel)*., vol. 11, no. 7, 2021, doi: 10.3390/met11071019.
- [6] J. E. Spinelli, A. A. Bogno, and H. Henein, "Two-Zone Microstructures in Al-18Si Alloy Powders," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 49, no. 2, pp. 550–562, Feb. 2018, doi: 10.1007/s11661-017-4432-z.
- [7] C. Québec, "DEVELOPMENT OF AI-SI-MG ALLOYS FOR PERMANENT MOLD CASTING AND HIGH-PRESSURE VACUUM DIE CASTING APPLICATIONS."
- [8] R. E. Gite and V. D. Wakchaure, "A review on process parameters, microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg alloy," *Mater. Today Proc.*, vol. 72, pp. 966–986, 2023, doi: 10.1016/j.matpr.2022.09.100.

- [9] M. R. Khosravani and T. Reinicke, "On the environmental impacts of 3D printing technology," *Appl. Mater. Today*, vol. 20, p. 100689, 2020, doi: 10.1016/j.apmt.2020.100689.
- [10] R. Casati, M. H. Nasab, M. Coduri, V. Tirelli, and M. Vedani, "Effects of platform pre-heating and thermal-treatment strategies on properties of alsi10mg alloy processed by selective laser melting," *Metals (Basel)*., vol. 8, no. 11, p. 954, 2018, doi: 10.3390/met8110954.
- [11] E. Santecchia, S. Spigarelli, and M. Cabibbo, "Material reuse in laser powder bed fusion: Side effects of the laser—metal powder interaction," *Metals (Basel)*., vol. 10, no. 3, pp. 1–21, 2020, doi: 10.3390/met10030341.
- [12] M. Lutter-Günther, C. Gebbe, T. Kamps, C. Seidel, and G. Reinhart, "Powder recycling in laser beam melting: strategies, consumption modeling and influence on resource efficiency," *Production Engineering*, vol. 12, no. 3–4, pp. 377–389, 2018, doi: 10.1007/s11740-018-0790-7.
- [13] L. Cordova, T. Bor, M. de Smit, S. Carmignato, M. Campos, and T. Tinga, "Effects of powder reuse on the microstructure and mechanical behaviour of Al–Mg–Sc–Zr alloy processed by laser powder bed fusion (LPBF)," *Addit. Manuf.*, vol. 36, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101625.
- [14] N. Read, W. Wang, K. Essa, and M. M. Attallah, "Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development," *Mater. Des.*, vol. 65, pp. 417–424, Jan. 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2014.09.044.
- [15] J. Mascarenhas, "Powder metallurgy: A major partner of the sustainable development," *Materials Science Forum*, vol. 455–456, no. May 2004, pp. 857–860, 2004, doi: 10.4028/www.scientific.net/msf.455-456.857.
- [16] S. A. Smythe, B. M. Thomas, and M. Jackson, "Recycling of titanium alloy powders and swarf through continuous extrusion (Conformtm) into affordable wire for additive manufacturing," *Metals (Basel)*., vol. 10, no. 6, pp. 1–18, 2020, doi: 10.3390/met10060843.
- [17] and F. Global Industry Analysis, Size, Share, Growth, Trends, "Metal Powders for Additive Manufacturing Market [Application: 3D Printing, Rapid Prototyping (RP), Direct Digital Manufacturing (DDM), Others],"

- Transparency Market Research*, p. 305, 2023, [Online]. Available: <https://www.transparencymarketresearch.com/metal-powders-additive-manufacturing-market.html>
- [18] Wohlers Report 2024, “3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry Annual Worldwide Progress Report,” *Wohlers Associates*, 2024.
 - [19] “cold compactation of composite powders.pdf.”
 - [20] R. M. German, “Thermodynamic and Kinetic Factors BT - Liquid Phase Sintering,” pp. 43–64, 1985, [Online]. Available: https://doi.org/10.1007/978-1-4899-3599-1_3
 - [21] T. H. Courtney, “Densification and structural development in liquid phase sintering,” 1983.
 - [22] J. J. Dunkley, “Metal powder atomisation methods for modern manufacturing,” *Johnson Matthey Technology Review*, vol. 63, no. 3, pp. 226–232, 2019, doi: 10.1595/205651319X15583434137356.
 - [23] X. Yang, F. Gao, F. Tang, X. Hao, and Z. Li, “Effect of Surface Oxides on the Melting and Solidification of 316L Stainless Steel Powder for Additive Manufacturing,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 52, no. 10, pp. 4518–4532, 2021, doi: 10.1007/s11661-021-06405-3.
 - [24] J. Zygmuntowicz, M. Piatek, A. Miazga, K. Konopka, and W. Kaszuwara, “Dilatometric sintering study and characterization of Alumina-nickel composites,” *Processing and Application of Ceramics*, vol. 12, no. 2, pp. 111–117, 2018, doi: 10.2298/pac1802111z.
 - [25] B. EUSTATHOPOULOS, Nicolas; NICHOLAS, Michael G.; DREVET, *Wettability at High Temperatures*, 1st ed. Elsevier Ltd, 1999.
 - [26] Krishnakant. DAVER, Edul Minoo; ULLRICH, William Joseph; BALUBHAI PATEL, “Aluminium P/M Parts - Materials, Production and Properties,” *Key Eng. Mater.*, vol. 29, pp. 401–428, 1988.
 - [27] W. Kehl and H. F. Fischmeister, “Liquid phase sintering of al—cu compacts,” *Powder Metallurgy*, vol. 23, no. 3, pp. 113–119, 1980, doi: 10.1179/pom.1980.23.3.113.
 - [28] A. Kimura *et al.*, “Reduction mechanism of surface oxide in aluminum alloy powders containing magnesium studied by x-ray photoelectron

- spectroscopy using synchrotron radiation,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 70, no. 26, pp. 3615–3617, 1997, doi: 10.1063/1.119250.
- [29] T. B. Sercombe and G. B. Schaffer, “On the role of magnesium and nitrogen in the infiltration of aluminium by aluminium for rapid prototyping applications,” *Acta Mater.*, vol. 52, no. 10, pp. 3019–3025, 2004, doi: 10.1016/j.actamat.2004.03.004.
- [30] P. Mellin *et al.*, “Moisture content analysis of metal powders using oven desorption followed by Karl Fischer titration,” *Metal Powder Report*, vol. 75, no. 1, pp. 34–39, 2020, doi: 10.1016/j.mprp.2019.04.002.
- [31] S. et al SZEMKUS, “Avoiding humidity influences for robust powder bed fusion processing,” *Proceedings of EuroPM2017 Congress & Exhibition, Milan, IT, European Powder Metallurgy Association (EPMA)*, 2017.
- [32] B. K. T. Pieczonka¹, T. Schubert², S. Baunack³, “Sintering Behaviour of Aluminium in Different Atmospheres,” *Conference: 4th International Conference on Science, Technology and Applications of Sintering, Sintering*, 2005.
- [33] L. Cordova, M. Campos, and T. Tinga, “Assessment of moisture content and its influence on laser beam melting feedstock,” *Proceedings Euro PM 2017: International Powder Metallurgy Congress and Exhibition*, no. October, pp. 2–8, 2017.
- [34] D. M. Bauer, E. Schwarzenböck, I. Ludwig, N. Schupp, F. Palm, and G. Witt, “Investigations of aging behaviour for aluminium powders during an atmosphere simulation of the LBM process,” *Powder Metallurgy*, vol. 60, no. 3, pp. 175–183, 2017, doi: 10.1080/00325899.2017.1288841.
- [35] D. R. Cooper, J. Song, and R. Gerard, “Metal recovery during melting of extruded machining chips,” *J. Clean. Prod.*, vol. 200, pp. 282–292, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2018.07.246.
- [36] M. Vanzetti *et al.*, “Design and Characterization of Innovative Gas-Atomized Al-Si-Cu-Mg Alloys for Additive Manufacturing,” *Metals (Basel)*, vol. 13, no. 11, Nov. 2023, doi: 10.3390/met13111845.
- [37] Nguyễn Tiến Mạnh, Đoàn Văn Phúc, Ninh Đức Hà, Lê Minh Trí, and Trần Xuân Tiến, “Khảo sát quá trình chế tạo bột in 3D kim loại bằng phương

- pháp phân tán hợp kim nóng chảy sử dụng ly tâm kết hợp khí cao áp,” *Journal of Military Science and Technology*, vol. 98, pp. 101–108, Oct. 2024, doi: 10.54939/1859-1043.j.mst.98.2024.101-108.
- [38] V. A. Aranda, I. A. Figueroa, G. González, J. A. García-Hinojosa, and I. Alfonso, “Study of the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Fe with additions of chromium by suction casting,” *J. Alloys Compd.*, vol. 853, 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.157155.
- [39] J. Dawes, R. Bowerman, and R. Trepleton, “Introduction to the additive manufacturing powder metallurgy supply chain,” *Johnson Matthey Technology Review*, vol. 59, no. 3, pp. 243–256, 2015, doi: 10.1595/205651315X688686.
- [40] T. E. Norgate, S. Jahanshahi, and W. J. Rankin, “Assessing the environmental impact of metal production processes,” *J. Clean. Prod.*, vol. 15, no. 8–9, pp. 838–848, 2007, doi: 10.1016/j.jclepro.2006.06.018.
- [41] C. L. A. Leung, S. Marussi, M. Towrie, R. C. Atwood, P. J. Withers, and P. D. Lee, “The effect of powder oxidation on defect formation in laser additive manufacturing,” *Acta Mater.*, vol. 166, pp. 294–305, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.actamat.2018.12.027.
- [42] J. O. . Milewski, *Additive manufacturing of metals: from fundamental technology to rocket nozzles, medical implants, and custom jewelry*, 1^a ed. 2017. Springer, 2017.
- [43] A. Okello, V. Samper, and G. E. Additive, “Powder Reuse White Paper Effective Powder Reuse Strategies Effective Powder Reuse Strategies GE Additive.”
- [44] B. M. Thomas, F. Derguti, and M. Jackson, “Continuous extrusion of a commercially pure titanium powder via the Conform process,” *Materials Science and Technology (United Kingdom)*, vol. 33, no. 7, pp. 899–903, May 2017, doi: 10.1080/02670836.2016.1245256.
- [45] M. Baumers and M. Holweg, “On the economics of additive manufacturing: Experimental findings,” *Journal of Operations Management*, vol. 65, no. 8, pp. 794–809, Dec. 2019, doi: 10.1002/joom.1053.

- [46] T. T. . Wohlers, Tim. Caffrey, and R. I. . Campbell, “Wohlers report 2016 : 3D printing and additive manufacturing state of the industry: annual worldwide progress report,” 2016.
- [47] Y. S. ; K. V. E. ; P. G. V. ; and B. J. T. , Lerner, “Solidification Analysis Of Heat Sink/Chill Effectiveness In Of An Aluminum Alloy,” *Faculty Publications.*, vol. 133, no. 3, pp. 46–57, 2005.
- [48] B. Chen *et al.*, “Comparison Study on Additive Manufacturing (AM) and Powder Metallurgy (PM) AlSi10Mg Alloys,” *JOM*, vol. 70, no. 5, pp. 644–649, May 2018, doi: 10.1007/s11837-018-2793-4.
- [49] T. Hirata, T. Kimura, and T. Nakamoto, “Effects of hot isostatic pressing and internal porosity on the performance of selective laser melted AlSi10Mg alloys,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 772, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.msea.2019.138713.
- [50] U. R. Kattner, “the Calphad Method and Its Role in Material and Process Development,” *Tecnol. Metal. Mater. Min.*, vol. 13, no. 1, pp. 3–15, 2016, doi: 10.4322/2176-1523.1059.
- [51] A. Garcia, “Solidificação: Fundamentos e Aplicações,” vol. 2, p. 400, 2007.
- [52] C. Ag-, B. Statements, and W. Pycnometer, “Standard Test Method for Analysis of Aluminum and Aluminum Alloys by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (Performance Based Method),” no. March, pp. 22–25, 2015, doi: 10.1520/E3061.
- [53] ASTM, “Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal Powders,” *Designation: E 778 – 87 (Reapproved 2004)*, vol. i, no. Reapproved, p. 2, 2018.
- [54] S. H. Li, Y. Zhao, and U. Ramamurty, “Role of the solidification cells on the yield strength of the Al-Si-Mg alloy manufactured using laser powder bed fusion: A micropillar compression study,” *Scr. Mater.*, vol. 234, 2023, doi: 10.1016/j.scriptamat.2023.115566.
- [55] S. T. Method, “Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens,” vol. 08, no. Reapproved 1989, pp. 3–4, 2000, doi: 10.1520/C1709-18.

- [56] T. Ferreira and W. Rasband, "ImageJ User Guide User Guide ImageJ," *Image J user Guide*, vol. 1.46r, 2012, doi: 10.1038/nmeth.2019.
- [57] C. A. Schneider, W. S. Rasband, and K. W. Eliceiri, "NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis," *Nat. Methods*, vol. 9, no. 7, pp. 671–675, 2012, doi: 10.1038/nmeth.2089.
- [58] S. T. Methods, "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size," *ASTM International: West Conshohocken, PA, USA*, vol. 13, no. Reapproved, pp. 5–7, 2004, doi: 10.1520/E0112-13R21.Section.
- [59] M. Gü Ndü Z, "Directional solidification of aluminium-copper alloys," 2002. [Online]. Available: www.elsevier.com/locate/msea
- [60] D. E. 1706 DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG (DIN), "Aluminium and aluminium alloys – Castings – Chemical composition and mechanical properties," Berlin, 2021. [Online]. Available: www.din.de
- [61] E. 1706 EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION (CEN), "Aluminium and aluminium alloys - Castings - Chemical composition and mechanical properties," 2010.
- [62] R. N. Lumley, T. B. Sercombe, and G. B. Schaffer, "Surface oxide and the role of magnesium during the sintering of aluminum," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 30, no. 2, pp. 457–463, 1999, doi: 10.1007/s11661-999-0335-y.
- [63] W. Bin Im, S. J. Park, Y. C. Yun, and B. C. Kim, "Manufacture of AlSi10Mg Alloy Powder for Powder Bed Fusion(PBF) Process using Gas Atomization Method," *Journal of Korean Powder Metallurgy Institute*, vol. 28, no. 2, pp. 120–126, Apr. 2021, doi: 10.4150/KPMI.2021.28.2.120.
- [64] F. Marinucci, A. Aversa, D. Manfredi, M. Lombardi, and P. Fino, "Evaluation of a Laboratory-Scale Gas-Atomized AlSi10Mg Powder and a Commercial-Grade Counterpart for Laser Powder Bed Fusion Processing," *Materials*, vol. 15, no. 21, Nov. 2022, doi: 10.3390/ma15217565.
- [65] F. Zou *et al.*, "Constitutive model and compaction equation for aluminum alloy powder during compaction," *Journal of Advanced Mechanical Design, Systems and Manufacturing*, vol. 13, no. 1, 2019, doi: 10.1299/jamdsm.2019jamdsm0015.

- [66] R. M. German, "Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing: The Processes, Materials, Products, Properties and Applications," p. 466, 2005, doi: 10.1145/2505515.2507827.
- [67] Q. Yan, X. Zou, B. Xiong, G. Lu, S. Zhang, and C. Cai, "Effect of solidification pressure on secondary dendrite arm spacing of aluminum alloy," in *Applied Mechanics and Materials*, 2012, pp. 1522–1525. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.117-119.1522.
- [68] W.A. HEARN, "Investigation of Eutectic Silicon Morphology in Rapidly Solidified AlSi Alloys," University of Alberta, 2018.
- [69] A. M. Samuel, E. Samuel, V. Songmene, and F. H. Samuel, "A Review on Porosity Formation in Aluminum-Based Alloys," Mar. 01, 2023, *MDPI*. doi: 10.3390/ma16052047.
- [70] C. C. Roth, T. Tancogne-Dejean, and D. Mohr, "Plasticity and fracture of cast and SLM AlSi10Mg: High-throughput testing and modeling," *Addit. Manuf.*, vol. 43, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.101998.
- [71] M. D. Peres, C. A. Siqueira, and A. Garcia, "Macrostructural and microstructural development in Al-Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions," *J. Alloys Compd.*, vol. 381, no. 1–2, pp. 168–181, 2004, doi: 10.1016/j.jallcom.2004.03.107.
- [72] C. A. Siqueira, N. Cheung, and A. Garcia, "Solidification thermal parameters affecting the columnar-to-equiaxed transition," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 33, no. 7, pp. 2107–2118, 2002, doi: 10.1007/s11661-002-0042-4.
- [73] W. Zhang, H. Zhu, Z. Hu, and X. Zeng, "Study on the Selective Laser Melting of AlSi10Mg," *Jinshu Xuebao/Acta Metallurgica Sinica*, vol. 53, no. 8, pp. 918–926, 2017, doi: 10.11900/0412.1961.2016.00472.
- [74] C. Weiss, C. L. Haefner, and J. Munk, "On the Influence of AlSi10Mg Powder Recycling Behavior in the LPBF Process and Consequences for Mechanical Properties," *Jom*, vol. 74, no. 3, pp. 1188–1199, 2022, doi: 10.1007/s11837-021-05080-4.
- [75] F. Del Re *et al.*, "Statistical approach for assessing the effect of powder reuse on the final quality of AlSi10Mg parts produced by laser powder bed

- fusion additive manufacturing,” *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 97, no. 5–8, pp. 2231–2240, 2018, doi: 10.1007/s00170-018-2090-y.
- [76] M. Matušů, L. Džuberová, J. Papuga, J. Rosenthal, J. Šimota, and L. Beránek, “Fatigue analysis and heat treatment comparison of additively manufactured specimens from AlSi10Mg alloy,” *Int. J. Fatigue*, vol. 185, no. January, 2024, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2024.108357.
- [77] Y. Otani, K. Saki, N. Takata, A. Suzuki, M. Kobashi, and M. Kato, “CALPHAD-aided design of high-strength Al-Si-Mg alloys for sufficient laser powder bed fusion processability,” *J. Alloys Compd.*, vol. 977, no. January, p. 173449, 2024, doi: 10.1016/j.jallcom.2024.173449.
- [78] P. Moghimian *et al.*, “Metal powders in additive manufacturing: A review on reusability and recyclability of common titanium, nickel and aluminum alloys,” *Addit. Manuf.*, vol. 43, no. May, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102017.
- [79] D. A. de Moura, “ESTUDO DA SOLIDIFICAÇÃO, REFUSÃO A LASER, PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA AO DESGASTE DE LIGAS AlSi10MgXNi (X=0,1,2,3),” Universidade Federal de São Carlos, 2024.
- [80] G. S. Upadhyaya, “Powder Metallurgy Technology,” *Cambridge International Science Publishing*, no. 1, pp. 1–5, 2014, doi: 10.1073/pnas.0703993104.
- [81] S. S. Li *et al.*, “Development and applications of aluminum alloys for aerospace industry,” *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 27, pp. 944–983, 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.09.274.
- [82] Y. J. Liu, Z. Liu, Y. Jiang, G. W. Wang, Y. Yang, and L. C. Zhang, “Gradient in microstructure and mechanical property of selective laser melted AlSi10Mg,” *J. Alloys Compd.*, vol. 735, pp. 1414–1421, 2018, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.11.020.
- [83] G. Requena, G. Garcés, M. Rodríguez, T. Pirling, and P. Cloetens, “3D architecture and load partition in eutectic Al-Si alloys,” *Adv. Eng. Mater.*, vol. 11, no. 12, pp. 1007–1014, Dec. 2009, doi: 10.1002/adem.200900218.

- [84] J. Grum, "Book Review: Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing: The Processes, Materials, Products, Properties, and Applications," *International Journal of Materials and Product Technology*, vol. 27, no. 3/4, p. 290, 2006, doi: 10.1504/ijmpt.2006.011278.
- [85] K. Hardness *et al.*, "Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials BT - Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials," vol. i, pp. 1–27, 17AD, doi: 10.1520/E0092-17.2.
- [86] M. Products, T. Modulus, C. Modulus, T. F. Barrier, and S. Rates, "Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature," *ASTM International: West Conshohocken, PA, USA*, vol. i, pp. 1–9, 2014, doi: 10.1520/E0009-19.2.
- [87] A. Drews, "Standard Test Method for Pin Abrasion Testing," *Manual on Hydrocarbon Analysis, 6th Edition*, vol. i, no. Reapproved 2018, pp. 545-545–3, 2008, doi: 10.1520/G0132-96R18.2.
- [88] B. Briscoe, "Tribology — Friction and wear of engineering materials," 1992. doi: 10.1016/0301-679x(92)90040-t.
- [89] F. Grosselle, G. Timelli, F. Bonollo, A. Tiziani, and E. Della Corte, "Correlation between microstructure and mechanical properties of Al-Si cast alloys," *Metallurgia Italiana*, vol. 101, no. 6, pp. 25–32, 2009.