

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

**MANUFATURA ADITIVA DA LIGA RECICLADA Al-Fe-Cr-Ti FORMADORA DE
FASE QUASICRISTALINA**

Aylanna Priscila Marques de Araújo

São Carlos-SP

2020

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

**MANUFATURA ADITIVA DA LIGA RECICLADA Al-Fe-Cr-Ti FORMADORA DE
FASE QUASICRISTALINA**

Aylanna Priscila Marques de Araújo

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

Orientador: Prof. Dr. Piter Gargarella

Agência Financiadora: FAPESP (processo n°.: 2018/04209-5)

São Carlos-SP

2020

DEDICATÓRIA

A Deus, aos meus pais Aguinaldo Gomes e Marinalva Marques, e ao Dr. Pankaj Agrawal. Estes são os que sempre me inspiraram, me apoiaram e acreditaram em mim.

VITAE DO CANDIDATO

Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Campina

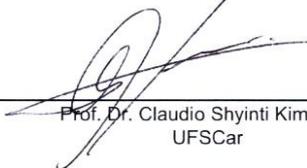
Grande - UFCG (2017).

**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

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Aylanna Priscila Marques de Araújo, realizada em 27/02/2020:



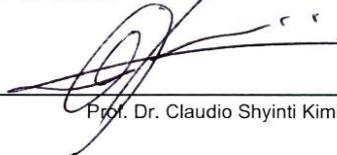
Prof. Dr. Claudio Shyinti Kiminami
UFSCar

Prof. Dr. Piter Gargarella
UFSCar



Prof. Dr. Reginaldo Teixeira Coelho
USP

Certifico que a defesa realizou-se com a participação à distância do(s) membro(s) Piter Gargarella e, depois das arguições e deliberações realizadas, o(s) participante(s) à distância está(ão) de acordo com o conteúdo do parecer da banca examinadora redigido neste relatório de defesa.



Prof. Dr. Claudio Shyinti Kiminami

AGRADECIMENTOS

A Deus, por me permitir viver e aprender muito durante estes dois anos.

Ao meu orientador, professor Dr. Piter Gargarella, pela paciência, apoio e confiança em todas as etapas desse trabalho.

Ao Volker Uhlenwinkel, pelo acolhimento, apoio e confiança durante meu BEPE no IWT-Bremen-Alemanha.

À FAPESP- Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pela concessão da bolsa de mestrado e demais suporte financeiro através do processo n.º.: 2018/04209-5.

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

Ao CNPq pelos meus primeiros 2 (dois) meses de bolsa no mestrado através do processo n.º.: 130824/2018-6.

Ao PPGCEM e ao secretário Marcelo.

Ao Rodolfo por ter executado os primeiros testes de liga no IFW-Dresden-Alemanha.

Ao Murillo Romero pela execução dos testes de compressão no IFW-Dresden-Alemanha.

A Lucas Otani por ter me ajudado quando cheguei em Bremen.

A todos os técnicos do LCE-Laboratório de Caracterização Microestrutural.

Aos alunos de iniciação científica Leandro, Gustavo e Droanna, pela ajuda.

Àqueles que não só me apoiaram, mas que também me proporcionaram momentos de descontração ao longo desses dois anos, como James, Adriel, Jordana, Sarah, Gabriel, Ivero, Nair, Emily, Vanda, Soyane, Lara, Marina, Andreza e Ana.

RESUMO

A precipitação de fase quasicristalina em matriz α Al propicia uma elevada resistência mecânica e ao desgaste, principalmente a elevadas temperaturas, tornando as ligas à base de Al formadoras de fases quasicristalinas promissoras em aplicações como peças de motores automotivos e aeronáuticos. No entanto, para a formação da fase quasicristalina, uma alta taxa de resfriamento deve ser imposta ao material (da ordem de 10^3 K/s), o que geralmente só é possível em material na forma de pó ou fita. Peças de motores geralmente apresentam geometria complexa, sendo fabricadas através de processos de fundição e/ou usinagem, limitando as possibilidades de design da peça. Uma rota alternativa para a produção desses componentes seria processos de manufatura aditiva (MA), onde a peça é construída camada por camada, o que permite a produção de peças com geometria complexa e canais internos. A Fusão Seletiva por Laser (FSL) é uma técnica da MA que, além de permitir a produção de peças com geometrias complexas e densidade customizada, também permite atingir altas taxas de resfriamento no material processado ($\sim 10^5$ K/s), o que permitiria, por exemplo, a obtenção das fases quasicristalinas em ligas à base de Al. Considerando isso, o presente projeto visou investigar a processabilidade da liga reciclada formadora de fase quasicristalina $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ pelo método de FSL e compreender a formação de fases e a microestrutura resultante. Foi feito um estudo detalhado visando a obtenção de corpos de prova adequados para ensaios de tração e compressão, contendo as fases quasicristalinas. Tanto os pós, como as peças obtidas por FSL foram caracterizados por difratometria de raios X, calorimetria diferencial de varredura, microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e de transmissão, análise química, densidade, ensaios mecânicos de tração e compressão em diferentes temperaturas e de dureza. O pó se mostrou adequado para a técnica de FSL. Amostras com boas propriedades em compressão e tração foram obtidas, as quais apresentaram microestrutura rica em fases i-QC.

Palavras-chave: Fusão seletiva à laser; Manufatura Aditiva; Ligas de Alumínio; Quasicristais; Reciclagem.

ABSTRACT

The precipitation of quasicrystalline phase in an α -Al dendritic matrix provides Al-based alloys with high mechanical and wear resistance, mainly at high temperatures, which are promising for applications as automotive and aeronautical engine parts. However, to form the quasicrystalline phase, a high cooling rate must be applied during solidification ($\sim 10^3$ K/s), which is usually only precipitated in powders and ribbons because of their reduced thickness. Engine parts typically present complex geometry, being fabricated through casting and/or machining processes, with limited design possibilities. An alternative route to produce these components is using additive manufacturing, where the part is built layer by layer, which allows the production of parts with complex geometry and internal channels. Among the additive manufacturing processes, there is Selective Laser Melting (SLM). This process, besides allowing the production of parts with complex geometries and customized density, also allows achieving high cooling rates (up to 10^5 K/s), which would allow, for example, to obtain quasicrystalline phases in Al-based alloys. Taking into this, the present project aimed to investigate the processability of the recycled $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ quasicrystalline phase former alloy obtained by the SLM process and to understand phase formation and microstructure resulting. A detailed study was made aiming to obtain samples suitable to tensile and compressive tests, containing the quasicrystalline phases. The $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ powder alloy and also the parts built by SLM were characterized regarding microstructure, thermal and mechanical stability by X-ray diffraction, differential scanning calorimetry, optical microscopy, scanning and transmission electron microscopy, energy dispersive spectrometer, density, mechanical tensile and compressive tests at different temperatures and hardness. The powder presented suitable characteristics for SLM process. Samples with good properties under compression and tensile strength were produced, which ones had a microstructure rich in i-QC phases.

Keywords: Selective laser melting; Additive manufacturing; Aluminium alloys. Quasicrystalline phases; recycling.

PUBLICAÇÕES

- **ARAÚJO, A. P. M.**; MICHELOTTI, L.; KIMINAMI, C. S.; GARGARELLA, P.. Análise comparativa de pós da liga Al₉₁Fe₄Cr₃Ti₂ formadora de fase quasicristalina obtidos em equipamentos de atomização a gás distintos. In: 23° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (23 CBECIMAT), 2018, Foz do Iguaçu - PR - Brasil. 23° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (23 CBECIMAT), 2018.

- **ARAÚJO, AYLANNA P. M.**; MARTINI, L. M.; MICHELOTTI, L.; KIMINAMI, C. S.; GARGARELLA, P.. Investigação da capacidade de formação de fase quasicristalina da liga reciclada Al₉₁Fe₄Cr₃Ti₂. In: 23° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (23 CBECIMAT), 2018, Foz do Iguaçu - PR - Brasil. 23° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (23 CBECIMAT), 2018.

- **ARAÚJO, AYLANNA PM**; MICHELOTTI, L.; KIMINAMI, C. S.; GARGARELLA, P.. Microstructure and properties of a recycled AlFeCrTi quasicrystalline phase former alloy produced by gas atomization. In: SBPMat, 2019, Balneário Camburiú. XVIII B-MRS Meeting., 2019.

-**ARAÚJO, A.P.M.**; MICHELOTTI, L.C.; KIMINAMI, C.S.; GARGARELLA, P., Microstructure phase formation and properties of rapid solidified Al-Fe-Cr-Ti alloys, submetido na *Materials Science and Technology* em 08 de janeiro de 2020.

-**ARAÚJO, A.P.M.**; MICHELOTTI, L.C.; KIMINAMI, C.S.; BOLFARNI, C.; UNLENWINKEL, V.; GARGARELLA, P.. Morphological and microstructural characterization of Al₉₅Fe₂Cr₂Ti₁ powders produced by two different gas atomizers, submetido na *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* em 25 de fevereiro de 2020.

SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	I
AGRADECIMENTOS	III
RESUMO.....	V
ABSTRACT	VII
PUBLICAÇÕES.....	IX
SUMÁRIO.....	XI
ÍNDICE DE TABELAS	XV
ÍNDICE DE FIGURAS	XVII
1 INTRODUÇÃO, JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 QUASICRISTAIS: ESTRUTURA, PROPRIEDADES E POSSÍVEIS APLICAÇÕES.	5
2.2 CARACTERÍSTICAS, PROCESSAMENTO E PROPRIEDADES DE LIGAS A BASE DE ALUMÍNIO FORMADORAS DE FASES QUASICRISTALINAS.	8
2.3 O SISTEMA AL-FE-CR-TI	9
2.4 PRODUÇÃO DE PÓS METÁLICOS - ATOMIZAÇÃO A GÁS	12
2.5 MANUFATURA ADITIVA (MA) ATRAVÉS DA FUSÃO SELETIVA A LASER (FSL)....	14
2.6 LIGAS DE ALUMÍNIO PROCESSADAS POR FSL.....	17
3 MATERIAIS E MÉTODOS	23
3.1 MATERIAIS	23
3.2 MÉTODOS	24
3.2.1 Fabricação dos lingotes	24
3.2.2 Atomização a gás	26
3.2.3 Fracionamento dos pós obtidos na atomização.....	27
3.2.4 Fusão Seletiva a Laser (FSL) utilizando o equipamento SLM50.	27
3.2.4.1 Testes de processabilidade da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ - Trilha simples.	28
3.2.4.2 Confecção de amostras- investigação da densidade.	29
3.2.4.3 Confecção de peças a serem ensaiadas por compressão.	29

3.2.5 Fusão Seletiva a Laser (FSL) utilizando o equipamento AconityMINI.	31
3.2.5.1 Testes de otimização de parâmetros	31
3.2.5.2 Confeção de peças a serem ensaiadas por tração	32
3.2.6 Caracterização das amostras	32
3.2.6.1 Distribuição granulométrica e morfologia das partículas do pó.	33
3.2.6.1.1 Peneiramento	33
3.2.6.1.2 Malvern Mastersizer 2000 (BSM)	33
3.2.6.1.3 Malvern G3	34
3.2.6.2 Testes de densidade	34
3.2.6.2.1 Picnometria de gás hélio	34
3.2.6.2.2 Arquimedes	34
3.2.6.2.3 Batida	35
3.2.6.3 Testes de umidade nos pós	35
3.2.6.4 Secagem dos pós	35
3.2.6.5 Escoabilidade dos pós (Funil de Carney)	35
3.2.6.6 Difração de raios X (DRX)	36
3.2.6.7 Microscopia Ótica	36
3.2.6.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	36
3.2.6.9 Calorimetria diferencial de varredura (DSC)	37
3.2.6.10 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)	37
3.2.6.11 Microdureza Vickers	38
3.2.6.12 Ensaio Mecânicos de tração e compressão	38
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	41
4.1 CARACTERIZAÇÕES DOS PÓS	41
4.1.1 Distribuição granulométrica	41
4.1.2 Morfologia	42
4.1.3 Propriedades físicas: densidade batida, umidade e fluidez	45
4.1.4 Análise química, microestrutural e térmica	48
4.2 CONSOLIDAÇÃO DE AMOSTRAS POR FSL E INVESTIGAÇÃO DA FORMAÇÃO DA FASE QUASICRISTALINA NA LIGA $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$	51

4.2.1 Primeiros testes por FSL utilizando o equipamento SLM50	51
4.2.2 Densidade, análise química, microestrutural e térmica.....	53
4.2.3 Análise da microestrutura nas amostras preparadas por FSL	57
4.2.4 Ensaios mecânicos de compressão.....	75
4.2.5 Investigações após ensaios mecânicos de compressão	82
4.2.5.1 Microscopia óptica e eletrônica	83
4.2.5.2 Análise térmica (DSC)	89
4.3 OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE PROCESSO DA TÉCNICA DE FSL PARA A LIGA AL ₉₅ FE ₂ CR ₂ TI ₁	90
4.4 INVESTIGAÇÃO DA PRESENÇA DA FASE QC NAS PEÇAS PRODUZIDAS COM OS PARÂMETROS OTIMIZADOS.....	101
4.5 ENSAIOS MECÂNICOS EM TRAÇÃO.....	103
5 CONCLUSÕES.....	107
6 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS.....	109
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	111
APÊNDICE A.....	125

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1- Composição química obtida por EDS da parte superior da lata de Al.	24
Tabela 3.2- Composição química obtida por EDS dos lingotes produzidos apenas com latas de alumínio.....	25
Tabela 3.3 - Parâmetros utilizados nos testes de otimização.	32
Tabela 4.1- Circularidade e razão de aspecto para as diferentes faixas granulométricas do pó obtidas no equipamento G3.	45
Tabela 4.2- Fluidez do pó antes e depois da etapa de secagem.....	47
Tabela 4.3- Composição química (%at.) por EDS das amostras: pó FSL e das amostras construídas a 0°, 45° e 90° em Z.....	54
Tabela 4.4- Resistência mecânica sob tração de ligas de alumínio comumente processadas por FSL, quando testadas a temperatura ambiente.	106

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1- Padrão de difração de elétrons de a) um cristal convencional: padrão de difração cúbico de nanocristais de BaTiO ₃ (Psaltis lab.) alinhados na direção [0 0 1] [10]; e de b) um quasicristal icosaédrico, onde observa-se a presença de pentágonos perfeitos destacados no diagrama à direita. A escala linear entre os pentágonos é σ e a escala entre um pentágono inscrito em outro pentágono é σ^2 [11].	7
Figura 2.2- Microestrutura de um revestimento da liga Al ₉₁ Fe ₄ Cr ₃ Ti ₂ produzido através de refusão superficial por laser [24, 29]. A fase com morfologia esférica é a quasicristalina e as dendritas formadoras da matriz são da fase α -Al.....	11
Figura 2.3 - Ilustração do processo de atomização a gás [42].	13
Figura 2.4 - Ilustração dos parâmetros de processos para a FSL [52].	16
Figura 3.1- Sequência metodológica empregada no desenvolvimento do trabalho.	23
Figura 3.2- Materiais utilizados para obtenção da liga Al ₉₅ Fe ₂ Cr ₂ Ti ₁	24
Figura 3.3- Produção dos lingotes da liga Al ₉₅ Fe ₂ Cr ₂ Ti ₁ : a) forno carregado e b) lingotes produzidos.	26
Figura 3.4- Processo de atomização: a) atomizador a gás utilizado e b) quantidade total de pó obtido.	26
Figura 3.5- Realizer SLM-50.....	27
Figura 3.6- Construção de trilhas simples para investigação de parâmetros. .	28
Figura 3.7- Confeção de amostras para investigação da densidade.	29
Figura 3.8- a) Geometria dos cilindros produzidos e b) cilindros produzidos por FSL para ensaio de compressão com diferentes orientações em relação a direção de construção (Z).....	30
Figura 3.9- AconityMINI.....	31
Figura 3.10- Geometria e dimensões (mm) das amostras do ensaio de tração. (Amostra tipo B - DIN 50125:2009-07).....	39
Figura 3.11- Dimensões das amostras produzidas por FSL para ensaio de compressão.....	39
Figura 4.1- a) Distribuição granulométrica por peneiramento para todo o pó da	

atomização. Distribuição de densidade volumétrica e massa acumulada em função do diâmetro das partículas e percentis medidos por b) BSM e c) G3 para o pó processado por FSL.	42
Figura 4.2- Imagens dos pós em diferentes faixas granulométricas obtidas por microscopia eletrônica de varredura.	44
Figura 4.3- Umidade removida em função da temperatura para o pó antes e depois da etapa de secagem em forno a vácuo sob 130°C.	47
Figura 4.4- Difratogramas de raios-X das diferentes faixas granulométricas dos pós obtidos por atomização a gás.	49
Figura 4.5- Imagens da faixa granulométrica de 32-45 μm obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).	50
Figura 4.6- Curvas de DSC das diferentes faixas granulométricas dos pós obtidos por atomização a gás.	51
Figura 4.7- a) Densidade de Arquimedes em função da energia de entrada para diferentes conjuntos de parâmetros; b) amostras com trincas laterais; c) amostras com erros de fusão.	52
Figura 4.8- Densidade média por picnometria de gás hélio das amostras construídas por FSL a 0°, 45° e 90° em relação à direção de construção (Z), da liga obtida por fundição, densidade teórica da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ e do pó utilizado para a FSL.	53
Figura 4.9- Difratogramas de raios-X das amostras extraídas das regiões inferior e superior das peças construídas a 0°, 45° e 90° em relação à direção de construção Z.	55
Figura 4.10- Curvas de DSC das amostras extraídas das regiões inferior e superior das peças construídas a: a) 0°, b) 45° e c) 90° em relação a direção de construção Z.	56
Figura 4.11- Imagens obtidas por microscopia ótica das: a) vista superior (direção de impressão) e b) vista lateral (direção de construção) referentes as amostras construídas a 0°, 45° e 90° em relação à direção de construção (Z).	59
Figura 4.12- MEV das vistas laterais e superiores das peças construídas a: a) 0°, b) 45° e c) 90° em relação à direção de construção (Z).	60
Figura 4.13- Esquema de investigação da poça de fusão através da microscopia	

ótica e eletrônica de varredura para a amostra construída a 0° em Z. a) Vista lateral; b) Esquema ilustrativo da microestrutura para a poça de fusão vista lateralmente; e c) Vista superior. 63

Figura 4.14- a1)-a4) Imagens obtidas por MET da amostra proveniente da região superior da peça construída a 0° em Z, a5)-a6) padrões de difração obtidos com feixe convergente na partícula destacada na imagem a4); imagens de a7) campo claro e a8) campo escuro, com a referente composição química e a9)-a12) mapas de EDS (Al, Fe, Cr e Ti). 70

Figura 4.15- a1)-a2) Imagens obtidas por MET para a amostra proveniente da região superior da peça construída a 45° em Z, a3) padrão de difração de elétrons na área (α -Al + fase muito refinada), a4) padrão obtido por feixe convergente na partícula muito refinada, a5) padrão de difração de elétrons na área (α -Al + i-QC), a6) padrão obtido por feixe convergente na partícula i-QC e resultados da composição química por EDS das fases correspondentes; b1)-b2) Imagens obtidas por MET para a amostra proveniente da região inferior da peça construída a 45° em Z, com os resultados de análise de composição química por EDS das fases marcadas e padrões de difração de elétrons com feixe convergente nas fases, b3) α -Al e b4) $Al_{13}Fe_4$ 71

Figura 4.16- a1)-a2) Imagens obtidas por MET para a amostra proveniente da região superior da peça construída a 90° em Z; a3) padrão de difração de área α -Al+ i-Q; a4) e a5) padrões de difração obtidos por feixe de elétrons convergente em eixos diferentes da partícula i-QC destacada na imagem a2); a6) imagem com partícula i-QC destacada e analisada por EDS; a7) imagem de campo claro associada as imagens a8)-a11) mapas de EDS (Al, Fe, Cr e Ti); b1)-b2) Imagens obtidas por MET para a amostra proveniente da região inferior da peça construída a 90° em Z, padrão de difração obtidos por feixe convergente na, b3) matriz α -Al e b4) partícula i-QC; b5) imagem de MET da matriz α -Al rica em fase i-QC; b6) imagem de campo claro da partícula i-QC com resultado de EDS associado as fases demarcadas; padrões de difração de elétrons na, b7) área (α -Al + i-QC), b8) matriz α -Al e b9) partícula i-QC; b10) imagem de campo claro da matriz α -Al rica em fase i-QC associada as imagens b11)-b14) mapas de EDS (Al, Fe, Cr e Ti). 75

Figura 4.17- Curvas da tensão compressiva em função da deformação e módulo de elasticidade a temperatura ambiente e a 400°C para as peças construídas a: (a) e (b) 0°, (c) e (d) 45°, e (e) e (f) 90° em relação a direção de construção Z.	77
Figura 4.18- Tensão de escoamento ($\sigma_{0,2\%}$) em função da temperatura de ensaio (temperatura ambiente-RT e 400°C) para as peças construídas a 0°, 45° e 90° em relação a direção de construção z.....	79
Figura 4.19- Imagens das amostras após ensaio de compressão sob: a) temperatura ambiente (RT) e b) 400°C.	80
Figura 4.20- Comparação dos resultados de resistência a compressão sob temperatura ambiente obtidos nesse trabalho e aqueles reportados na literatura.	81
Figura 4.21- Microdureza Vickers das amostras extraídas das regiões superiores e inferiores das peças construídas a: a) 0°, b) 45° e c) 90° em relação a direção de construção Z.....	82
Figura 4.22- a) Imagem após ensaio de compressão para a amostra construídas a 0° em z e ensaiada a temperatura ambiente com respectivas micrografias obtida por microscopia ótica e b) imagens obtidas por MEV.....	84
Figura 4.23- a) Imagem após ensaio de compressão e respectivas micrografias obtida por microscopia ótica; b) imagens obtidas por MEV (vista lateral) e c) imagens obtidas por MEV da superfície de fratura, para a amostra construídas a 45° em z e ensaiada a temperatura ambiente.....	85
Figura 4.24- a) Imagem após ensaio de compressão e respectivas micrografias obtida por microscopia ótica e b) imagens obtidas por MEV, para a amostra construídas a 45° em Z e ensaiada a 400°C.....	87
Figura 4.25- a) Imagem após ensaio de compressão da amostra construída a 90° em Z e ensaiada a 400°C, com respectivas micrografias obtida por microscopia ótica; b) imagens obtidas por MEV da superfície comprimida e c) imagens obtidas por MEV da região lateral.....	89
Figura 4.26- Curvas de DSC das amostras ensaiadas sob 400°C construídas a: a) 0°, b) 45° e c) 90° em Z.....	90
Figura 4.27- a) Ilustração da disposição das amostras no substrato de	

construção, b) aparência da disposição do pó ao final da construção e c) amostras recém fabricadas e removidas da cama de pó.	94
Figura 4.28- (a) e (b) Aspecto visual das amostras construídas com os diferentes conjuntos de parâmetros; (c) Esquema da porosidade estrutural resultante da combinação potência e velocidade do laser.....	95
Figura 4.29- Comportamento da, a) porosidade em função da potência e velocidade de varredura do laser e b) porosidade em função da energia de entrada e c) Amostras produzidas com diferentes conjuntos de parâmetros, com a amostra de menor porosidade em destaque.	96
Figura 4.30- Vista lateral das peças construídas com 150 W e diferentes velocidades do laser, para análise da segunda profundidade (a 3mm da superfície).....	97
Figura 4.31- a) Peças recém construídas à 0° em Z, b) peças ainda dispostas no substrato de construção e c) imagem de todas as peças construídas a 0° em Z, antes e depois da usinagem.	98
Figura 4.32- a) Peças recém construídas à 45° em Z, b) Peças ainda dispostas no substrato de construção, c) Imagem de todas as peças construídas a 45° em Z, antes e depois da usinagem.	99
Figura 4.33- a) Imagem da disposição do pó ao final da construção das peças a 90° em Z, b) Peças construídas a 90° ainda dispostas no substrato de construção, c) Imagem de todas as peças construídas a 90° em Z, antes e depois da usinagem.....	100
Figura 4.34- Curvas de DSC para as peças cilíndricas finais construídas a 0° em Z.	101
Figura 4.35- Imagens de MEV da amostra construída a 0° em Z (região central) com corte longitudinal.	103
Figura 4.36- Curvas de tensão x deformação verdadeira das amostras construídas a 0° em z, quando ensaiadas sob, a) temperatura ambiente e b) 100 °C.	106

1 INTRODUÇÃO, JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS

Em 1982 Dan Shechtman descobriu os quasicristais (QC), porém, somente dez anos depois estes foram comprovados e reconhecidos oficialmente. Esta descoberta rendeu a Dan Shechtman o Prêmio Nobel de Química em 2011. Quando uma liga metálica é capaz de formar fases quasicristalinas, ou seja, fases metálicas com estrutura do tipo quasicristalina, ela é designada como liga quasicristalina. Dentro dessa classe de ligas metálicas, existem dois subgrupos, sendo, as ligas metálicas formadoras de fases quasicristalinas estáveis e as que originam fases quasicristalinas metaestáveis. Este último subgrupo requer condições específicas de processamento capazes de favorecer a formação desse tipo de fase.

As fases com estrutura atômica quasicristalina se caracterizam por apresentarem um arranjo de átomos intermediário entre os sólidos cristalinos e os amorfos. Suas características únicas são, a priori, justificadas por esse arranjo não convencional dos átomos. Esta classe de materiais apresenta propriedades como má condução de calor e eletricidade, superfícies antiaderentes, elevada dureza, baixo coeficiente de atrito, elevada resistência à corrosão, alta fragilidade e oxidação razoável. Sendo por isso, de grande interesse tanto no âmbito acadêmico como industrial.

Fases quasicristalinas com alta resistência mecânica podem ser combinadas com fases cristalinas dúcteis, dando origem a compósitos de elevada resistência mecânica e ductilidade. Novas ligas de alumínio foram obtidas combinando fases quasicristalinas metaestáveis em uma matriz dúctil de alumínio, dando origem a compósitos com essas características. O alumínio permite uma alta ductilidade do compósito e possui baixo custo e quando combinado com baixos teores de outros elementos como Co, Ni, Cr, Fe, Mg, Zr, Ti, Zn e Cu, origina ligas binárias, ternárias e quaternárias muito propensas a formação das fases quasicristalinas.

As altas taxas de resfriamento necessárias para formação da fase quasicristalina metaestável fazem com que apenas pós e fitas de pequena espessura venham a formar essas fases, sendo necessário posterior consolidação desses materiais para produzir peças de grande volume.

Trabalhos recentes tem utilizado a rota da metalurgia do pó (atomização do pó seguida por extrusão a quente) [1] para obter peças de grande volume contendo alto teor de fases quasicristalinas, porém as peças produzidas não mantêm o refinamento microestrutural advindo da solidificação rápida, bem como produzem peças com fração significativa de poros [1]. Como consequência, apesar da elevada resistência mecânica, as amostras produzidas exibem apenas 4 % de ductilidade em tração [1].

Processos de manufatura aditiva tem obtido bastante atenção das indústrias nos últimos anos. Nesses processos, peças são construídas camada por camada, o que permite a construção de peças com geometrias complexas e designs inovadores. Altas taxas de resfriamento podem ser aplicadas durante esse processo, da ordem de 10^4 - 10^5 K/s, o que pode permitir a formação de fases quasicristalinas metaestáveis na matriz de alumínio. N. Kang et al. [2] utilizaram a técnica de Fusão Seletiva a Laser (FSL) para processar uma mistura de pós de Al puro e de liga Al-Cu-Fe-Cr formadora de fase quasicristalina estável, e investigaram a influência dos parâmetros de processo principalmente no tamanho e morfologia das fases quasicristalinas. Os resultados indicaram um refinamento das fases quasicristalinas em função da redução na potência do laser [2]. Porém neste caso, os dois pós foram atomizados a gás separadamente e misturados antes de serem processados por FSL, o que pode implicar em heterogeneidades na liga processada.

De acordo com a literatura, ligas formadoras de fases quasicristalinas metaestáveis, até então, não foram processadas por técnicas de manufatura aditiva (MA). **É a capacidade de confecção de peças volumosas, com geometrias complexas e a possibilidade da formação de fases quasicristalinas metaestáveis embebidas em uma matriz dúctil de alumínio durante o processamento por MA, que inspiram o principal propósito deste trabalho: processar por MA pós da liga reciclada $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ formadora de fase quasicristalina metaestável e investigar a possibilidade de formação dos quasicristais na mesma após o processamento.**

Pelo contexto descrito acima, optou-se pela técnica de Fusão Seletiva a Laser (FSL), para a qual se faz necessário uma etapa anterior, a atomização da

liga, com o objetivo de produzir os pós adequados a serem consolidados na forma de peças. As altas taxas de resfriamento impostas pela FSL durante a solidificação de uma camada podem permitir a formação da fase quasicristalina, as quais podem ser mantidas durante a preparação da camada subsequente, caso os parâmetros utilizados sejam adequados [3]. Além disso, através da sobreposição de várias camadas, peças com as mais variadas formas e tamanhos podem então ser obtidas. Essa possibilidade de produção de peças de grande volume contendo as fases desejadas pode superar as limitações atuais com relação ao tamanho das peças produzidas a partir de ligas quasicristalinas metaestáveis. Isso irá permitir que as propriedades mecânicas dessas ligas sejam melhor investigadas, visto que a maioria delas são produzidas apenas com geometria de fita ou pó. Além disso, a possibilidade de automatização e controle dos parâmetros utilizados durante o processamento por laser permite a variação sistemática da taxa de resfriamento. Isso viabiliza a investigação da formação de fases e evolução microestrutural nas amostras, possibilitando entender como essas características afetam as diversas propriedades.

Frente a isso, **o presente projeto tem como objetivos específicos:**

- i. Produzir pós da liga reciclada $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ formadora de fase quasicristalina através da atomização a gás;**
- ii. Consolidar esse pó pela técnica de FSL;**
- iii. Caracterizar detalhadamente a microestrutura e fases formadas nas amostras de pó e nas peças obtidas por FSL;**
- iv. Otimizar os parâmetros da FSL para a liga em estudo;**
- v. Investigar as propriedades mecânicas das peças obtidas através de ensaios de compressão e tração em diferentes temperaturas.**

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Quasicristais: estrutura, propriedades e possíveis aplicações.

Grande parte dos esforços deste trabalho se voltou para a caracterização microestrutural de uma liga pertencente ao sistema Al-Fe-Cr-Ti. O levantamento bibliográfico revelou a capacidade das ligas desse sistema de formar fases quasicristalinas. Há-se então, a necessidade de uma breve abordagem das características e propriedades apresentadas por essas fases metálicas diferenciadas.

Os sólidos cristalinos convencionais organizam no espaço suas espécies constituintes, de tal forma que esta organização configura um padrão que se repete ao longo das três dimensões do cristal. São as possibilidades de organização que dão origem as redes cristalinas, conhecidas também como redes de Bravais. Estas redes se caracterizam por apresentarem simetria rotacional e translacional das espécies dentro do volume do cristal, podendo assim ser representada por uma única unidade estrutural básica (célula unitária). Por outro lado, quando as espécies não se encontram arranjadas estruturalmente a longo alcance, diz-se que o sólido possui estrutura amorfa. Podendo, contudo, formar clusters, que são agregados de átomos, representando uma ordem estrutural de curto alcance [4].

Os quasicristais por sua vez, apresentam uma estrutura intermediária entre os sólidos cristalinos e os amorfos. A justificativa para esta classificação é fundamentada no fato de que; segundo a cristalografia clássica, apenas simetrias rotacionais de ordem um, dois, três, quatro e seis podem representar um empacotamento atômico (célula unitária) em um cristal. Isso significa que a configuração atômica espacial observada em um momento se mantém idêntica após uma rotação de $2\pi/n$, podendo n ser um, dois, três, quatro ou seis, onde “ n ” é a ordem do eixo em questão [5]. Os materiais quasicristalinos, no entanto, apresentam eixo de simetria rotacional de ordem cinco, oito, dez ou doze

(proibidas para um cristal, pela cristalografia clássica) e isso leva às unidades de repetição quasicristalinas (“célula unitária”), que podem ser icosaedrais, octogonais, decagonais e dodecagonais ao invés das unidades de repetição cristalinas convencionais (cúbica, triclínica, monoclínica, ortorrômbica, etc.) [6]. Os átomos nessas unidades estão arranjados de forma organizada e por isso, quando se faz uma caracterização por difração de raios-X (DRX), obtém-se um padrão com picos bem definidos, assim como ocorre para os materiais cristalinos [6- 7]. Apesar da união entre as unidades de repetição dos quasicristais, essas não são conectadas perfeitamente nas três dimensões (por exemplo, é impossível preencher totalmente um plano com pentágonos, de forma que algumas regiões ficassem não preenchidas).

Dessa forma, a simetria translacional nos materiais quasicristalinos também não ocorre como nos materiais cristalinos, visto que existem quebras na periodicidade ao longo do volume do material [4]. Assim, em um quasicristal, se tomarmos uma mesma direção, os planos atômicos não estão igualmente espaçados, estando dispostos de maneira aperiódica, existindo, porém, uma ordem a ser obedecida nessa diferença entre os espaçamentos interplanares. Essa ordem está relacionada com a razão de ouro $\zeta = 2\cos(\pi/5) = 1,618034$ [6, 4]. As variações das distâncias interplanares em uma mesma direção, por serem ordenadas no caso dos quasicristais, são ditas “quasiperiódicas”.

De acordo com Inoue [8], apesar dos quasicristais serem divididos em quatro tipos (icosaedrais, octogonais, decagonais e dodecagonais), somente os icosaedrais e os decagonais são compostos de uma única fase [8]. Estruturalmente falando, os quasicristais icosaedrais são quasiperiódicos nas três dimensões, enquanto que os outros três tipos são quasiperiódicos em apenas duas dimensões, ou seja, em uma das dimensões os espaçamentos interplanares são periódicos assim como nos cristais convencionais [9]. A **Figura 2.1** mostra um padrão de difração de elétrons de um cristal convencional e de quasicristal icosaedral.

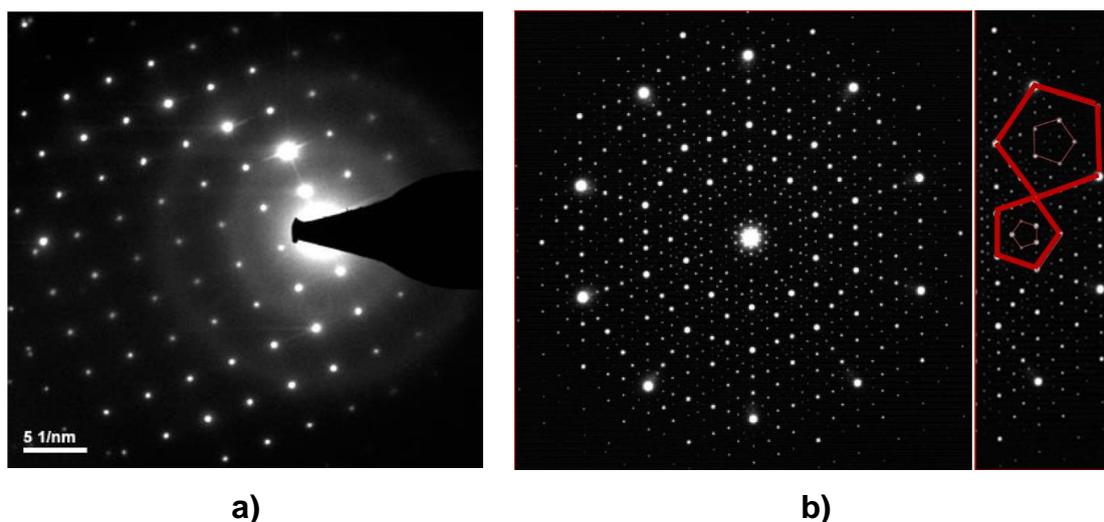


Figura 2.1- Padrão de difração de elétrons de a) um cristal convencional: padrão de difração cúbico de nanocristais de BaTiO_3 (Psaltis lab.) alinhados na direção $[0\ 0\ 1]$ $[10]$; e de b) um quasicristal icosaédrico, onde observa-se a presença de pentágonos perfeitos destacados no diagrama à direita. A escala linear entre os pentágonos é σ e a escala entre um pentágono inscrito em outro pentágono é σ^2 [11].

As características únicas dos quasicristais são justificadas principalmente pela presença dos chamados efeitos *phason*, que se configuram como flutuações ou desordem na ocupação de sítios de pares atômicos que são separados por uma distância inferior a uma distância típica interatômica, o que permite os saltos atômicos chamados *phason-flip* [12]. Esse fenômeno promove tensões, conhecidas como tensões *phason*, as quais inevitavelmente se acoplam às discordâncias presentes nos quasicristais, tais tensões podem ser aliviadas pelos saltos atômicos, que são basicamente processos termicamente ativados. A consequência disso é que, em baixas temperaturas essas tensões são mantidas, e as discordâncias deixam de ser móveis [12,13], influenciando por sua vez diretamente nas propriedades mecânicas desse material [12].

Apesar das informações que se tem disponível sobre os quasicristais, a estrutura e conseqüentemente as propriedades dos mesmos não são completamente compreendidas. O que se sabe é que, devido a sua estrutura atômica única, estes materiais se apresentam úteis e interessantes, especialmente quando aplicados em combinações com outras estruturas. Esta

classe de materiais apresenta propriedades como má condução de calor e eletricidade, superfícies antiaderentes (por conta da baixa energia de superfície), elevada dureza, baixo coeficiente de atrito, elevada resistência à corrosão, alta fragilidade, oxidação razoável [9,14-15]. Por tais propriedades, estes são úteis como materiais termoelétricos, que convertem calor em eletricidade, isolantes térmicos de motores, superfícies de LED, revestimentos antiaderentes e armazenagem de hidrogênio [12, 15].

A possibilidade da confecção de componentes estruturais quasicristalinos de grande volume é dificultada pela fragilidade dos mesmos [15]. No entanto, a combinação das fases quasicristalinas com uma matriz dúctil é uma alternativa promissora para compensar tal fragilidade, além do uso desses materiais como revestimento de superfícies.

2.2 Características, processamento e propriedades de ligas a base de alumínio formadoras de fases quasicristalinas.

Como dito anteriormente, a viabilidade da aplicação dos quasicristais pode ser feita através da combinação destes com uma matriz metálica dúctil. As ligas metálicas que são capazes de formar, sob determinadas condições, as fases quasicristalinas, são denominadas de ligas quasicristalinas. Nas últimas décadas descobriu-se que mais de cem sistemas metálicos são capazes de formar essas fases, estes incluem as ligas à base de alumínio como: Al-Cu-Fe[6,16], Al-Fe-Cr-Ti[17-19], Al-Fe-Cr [20-21,2], Al-Cr [22] e Al-Cr-Fe-Ti [23].

As fases quasicristalinas formadas nos diversos sistemas formadores de quasicristais podem ser de dois tipos: as fases termodinamicamente estáveis e as termodinamicamente metaestáveis. As fases quasicristalinas metaestáveis não são previstas nos diagramas de fases e são fabricadas por técnicas de solidificação rápida como *melt spinning*, atomização, *laser remelting* e fundição em coquilha de cobre refrigerada [4,22,24]. Por outro lado, as ligas quasicristalinas estáveis podem ser processadas por meio de técnicas

convencionais de fundição.

Entre os sistemas que apresentam a formação de fases metaestáveis encontram-se os da família Al-Fe-Cr-M (M= Ti, V, Nb, Ta) [17,19,23-24]. Nesses sistemas é comum às fases metaestáveis estarem embebidas em uma matriz dúctil de alumínio, e o aquecimento destes favorece a transformação das fases quasicristalinas em fases estáveis cristalinas previstas pelos diagramas de fases, perdendo assim a estrutura quasicristalina. A fragilidade das fases quasicristalinas em baixas temperaturas é superada pela ductilidade da matriz dendrítica de alumínio, assim esse material se apresenta como um compósito, sendo as fases quasicristalinas caracterizadas como o reforço da matriz.

Devido a essa configuração morfológica, as ligas quasicristalinas apresentam propriedades físico-químicas e mecânicas únicas, como: boa resistência mecânica em tração sob temperaturas elevadas, elevada dureza, propriedades antiaderentes, baixo coeficiente de atrito (este pode ser alterado com a formação de óxido na superfície do quasicristal presente na liga), baixa condutividade térmica, baixo coeficiente de expansão térmica, elevada resistência à oxidação e corrosão. Outros fatores também podem justificar tais propriedades, sendo: fases quasicristalinas em escala nanométrica (menores que 100 nm) homoganeamente dispersas em uma matriz de solução sólida, as quais atuam como âncoras restringindo o movimento das discordâncias; restrição à deformação local da matriz, o que aumenta a resistência da liga; morfologia esférica das fases quasicristalinas icosaedrais, eliminando os contornos de alto ângulo, o que ocorre devido à eliminação de contornos na interface icosaedro-Al₁₃Fe₃Cr₃; alta densidade de defeito *phason* linear dentro da fase icosaedral, que favorece a configuração atômica de curto alcance semelhante à estrutura amorfa e formação de uma matriz de Al livre de contornos de grãos [12,25].

2.3 O sistema Al-Fe-Cr-Ti

A presença da fase quasicristalina icosaedral em ligas quasicristalinas à base de Al tem atraído a atenção de muitos pesquisadores [16-17,19,23-24]. Isso se deve ao fato desse tipo de fase ter sido reportada por exibir alta dureza, elevado módulo de Young e baixo coeficiente de expansão térmica [25], o que pode estar associado por sua vez, a presença de discordâncias e a dificuldade da mobilidade desse tipo de defeito nesse tipo de estrutura [26].

De acordo com Inoue [18], a síntese de ligas formadoras de fase icosaédricas contendo os elementos Ti, Cr e Fe deve permitir o desenvolvimento de peças volumosas a base de Al, ricas em fases icosaédricas o que confere elevada resistência em altas temperaturas. Essa resistência é justificada pela elevada resistência ao calor dos elementos adicionados [18]. Frente a isso, diversas técnicas de processamento já foram utilizadas para obtenção de ligas quasicristalinas do sistema Al-Fe-Cr-Ti, como atomização [26,27], conformação por spray [28], fusão a arco [23], fusão a laser [24,29], FSL de superfícies [29], compressão a frio sob ultra altas pressões e por extrusão a quente [30]. Recentemente, Gargarella et al. [24,29] mostraram que é possível obter fases quasicristalinas durante processamento por laser. Placas da liga $Al_{91}Fe_4Cr_3Ti_2$ foram refundidas superficialmente por laser e as elevadas taxas de resfriamento foram suficientes para formação das fases quasicristalinas, as quais se apresentaram homoganeamente dispersas em uma matriz dendrítica da fase α -Al (**Figura 2.2**). Contudo, ainda não há na literatura investigação sobre o comportamento de ligas do sistema AlFeCrTi quando submetidas ao processo de MA do tipo FSL.

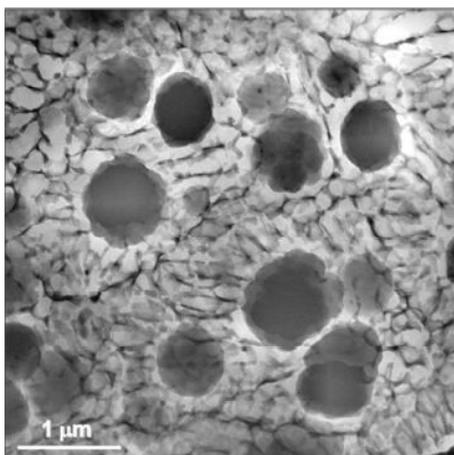


Figura 2.2- Microestrutura de um revestimento da liga $Al_{91}Fe_4Cr_3Ti_2$ produzido através de refusão superficial por laser [24, 29]. A fase com morfologia esférica é a quasicristalina e as dendritas formadoras da matriz são da fase α -Al.

A liga investigada neste trabalho foi a $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$, formadora de fase quasicristalina do tipo metaestável. As altas taxas de resfriamento que devem ser impostas a esta liga durante o processo de solidificação, juntamente com a alta solubilidade e baixa difusividade atômica dos elementos Fe, Cr, Ti no alumínio fundido, favorecem a formação das fases quasicristalinas. É sabido que, enquanto a taxa de nucleação das fases quasicristalinas é baixa, a de crescimento é alta [31]. As fases quasicristalinas nucleiam-se no fundido associadas ao superesfriamento do metal e a baixa difusividade atômica das espécies presentes [30]. As temperaturas de decomposição das fases quasicristalinas dessa liga foram registradas por alguns autores [24,29] ocorrendo acima de $500^{\circ}C$, que quando comparadas as ligas quasicristalinas de outros sistemas como Al-Cr [22] e Al-V [32], são consideradas ligas de alta estabilidade térmica, já que estas últimas apresentam transformações em temperaturas inferiores a $500^{\circ}C$. Existe, porém, uma importante dependência entre a composição química das fases quasicristalinas e a estabilidade térmica das mesmas, o que está relacionado à baixa difusão dos elementos constituintes e suas elevadas temperaturas de fusão [25,30]. Em adição a isso, as fases quasicristalinas atuam inibindo o crescimento das fases de Al, podendo tal fenômeno ser explicado pela relação de orientação cristalográfica que existe entre essas duas fases. Dessa forma, a alta resistência em temperaturas

elevadas das ligas do sistema AlFeCrTi é uma consequência direta tanto dos grãos refinados de Al, quanto da presença de partículas quasicristalinas refinadas e duras [26,30,33]. Em adição a fase α Al e as fases quasicristalinas, o sistema AlFeCrTi pode ainda apresentar a fase metaestável distorcida conhecida pela literatura como $\text{Al}_{13}(\text{Cr,Fe})_{2-4}$ e as fases cristalinas estáveis $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ e Al_3Ti [34-36]. Ambas as fases $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ possuem estrutura monoclinica e pertencem ao mesmo grupo espacial C2/m [34]. Na solidificação rápida, o aumento da solubilidade favorece a formação da fase metaestável distorcida $\text{Al}_{13}(\text{Cr,Fe})_{2-4}$. A composição química dessa fase é indeterminada, porém está entre a composição das duas fases estáveis $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ [34]. Tanto a fase metaestável $\text{Al}_{13}(\text{Cr,Fe})_{2-4}$ como as fases estáveis $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ são conhecidas na literatura como fases aproximantes a fase quasicristalina [37- 38]. Além disso, essas fases são caracterizadas por apresentarem excelente estabilidade térmica e elevada dureza, quando bem refinadas e dispersas na matriz de Al atribuem aos sistemas Al-Fe-Cr-X boas propriedades mecânicas em altas temperaturas [1, 18, 21, 35, 39- 40].

É importante destacar que todos os trabalhos disponíveis na literatura sobre ligas quasicristalinas pertencentes ao sistema Al-Fe-Cr-Ti fazem uso de elementos puros para produção das mesmas [24,28-30]. Contudo, pesquisadores [41] descobriram recentemente a capacidade de formação de fases quasicristalinas na liga $\text{Al}_{91}\text{Fe}_4\text{Cr}_3\text{Ti}_2$ quando esta é produzida a partir do alumínio reciclado proveniente de latas de alumínio, possibilitando assim uma fabricação mais econômica e ecologicamente sustentável.

2.4 Produção de pós metálicos - Atomização a gás

A atomização a gás é um processo industrial de solidificação rápida, utilizada para produção de grandes quantidades de pós metálicos. Esta técnica consiste na desintegração de um fluxo de metal fundido por um gás inerte a alta velocidade, dando origem a partículas esféricas com menos de 200 microns de

diâmetro que se solidificam na atmosfera da câmara sem contato com substratos, como ilustra a **Figura 2.3**. A ausência de contato com qualquer substrato promove um superesfriamento do fundido tão elevado capaz de impedir a nucleação heterogênea, de tal forma que taxas de resfriamento na ordem de 10^4 - 10^6 K/s, podem ser alcançadas [42]. Essa condição de não equilíbrio favorece a formação de uma variedade de estados sólidos metaestáveis. Além disso, o caminho de solidificação nestas condições pode tornar-se bastante complexo e por consequência a microestrutura aparece como uma mistura de fases cristalinas estáveis, fases metaestáveis e/ou fases amorfas [26]. Segundo a literatura [27,30], pós das ligas do sistema Al-Fe-Cr-Ti obtidas por essa técnica se caracterizam por apresentar uma microestrutura refinada consistindo de grãos submicrométricos da fase Al₃Fe e fases nanométricas de intermetálicos cristalinos e/ou quasicristalinos.

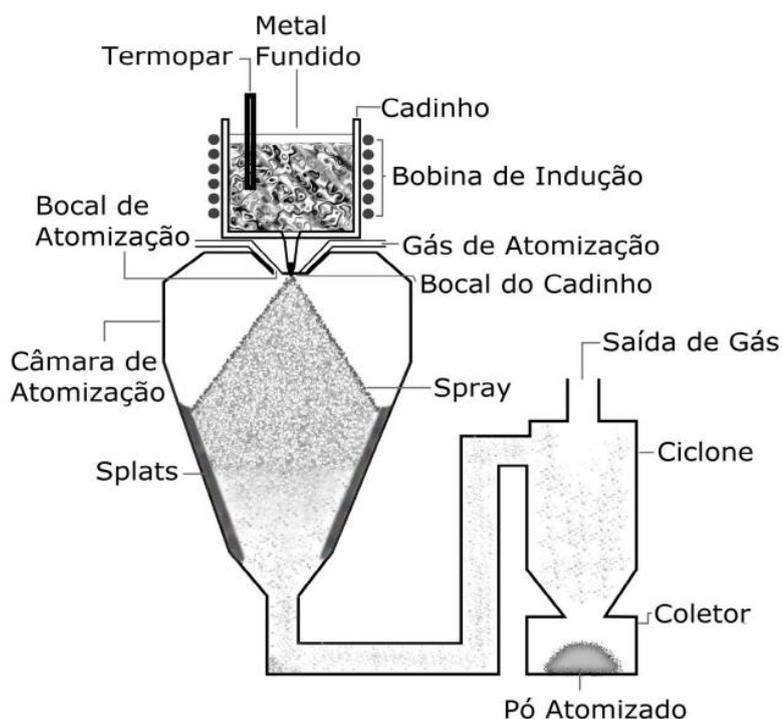


Figura 2.3 - Ilustração do processo de atomização a gás [42].

A maior dificuldade desse processo é o controle de parâmetros, sendo um dos mais importantes a razão mássica gás-metal (RGM), onde o aumento dessa relação leva ao aumento da velocidade das gotículas atomizadas, que por sua

vez, leva a perdas elevadas de calor por convecção para o gás de atomização, impondo assim, elevadas taxas de resfriamento ($10^4 - 10^6$ K/s) [42, 43].

Atualmente com o desenvolvimento rápido dos processos de MA, a importância da atomização se tornou ainda mais evidente, buscando-se pós com propriedades constantes de composição química, morfologia, escoabilidade e capacidade de densificação [26]. O pó utilizado como matéria prima na MA requer uma forma esférica e granulometria controlada, por outro lado, os fabricantes de pó produzem frequentemente esse material para o campo da metalurgia do pó, onde o intervalo de distribuição de tamanho de partícula é muito mais amplo do que o necessário para, por exemplo, a técnica FSL (10-60 μm) [44]. Frente a isso, fornecedores de equipamentos para MA e terceiros que lidam com a análise e classificação de pós, oferecem pós classificados como adequado para aplicações na MA, porém, a qualidade do pó ainda varia entre fabricantes e fornecedores [45].

O pó utilizado neste trabalho foi produzido a partir de matéria prima reciclada e processado em um equipamento disponível no Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar (DEMa/UFSCar).

2.5 Manufatura Aditiva (MA) através da Fusão Seletiva a Laser (FSL)

A produção de componentes camada a camada diferencia a MA dos processos convencionais de processamento de metais. É a capacidade de confecção de peças com geometrias complexas sem a necessidade de múltiplos componentes, treinamento da força de trabalho, instalação de novos equipamentos, ao mesmo tempo em que se reduz tempo, material e energia, que fazem desta, uma das tecnologias mais promissoras dos próximos anos. Por outro lado, desafios como, resistência dos produtos obtidos, restrição dos materiais a serem processados e variabilidade das propriedades, ainda a limitam quando se trata em atingir um padrão industrial [46].

Segundo a ASTM F2792, os principais processos de MA se enquadram em duas categorias: deposição de energia direcionada (DED) e fusão de camada de pó (PBF). Estas duas podem ainda ser classificadas em diferentes subcategorias de acordo com a técnica de alimentação e fonte de calor [47].

A fusão seletiva a laser (FSL) é uma técnica de MA cujo processo consiste na deposição de uma camada de pó da liga sobre a mesa de fusão e um feixe de laser segue uma trajetória pré-definida, fundindo de maneira seletiva, os pós metálicos atomizados pré-depositados. A cada ciclo uma nova camada de pó é pré-depositada e à medida que o componente cresce verticalmente, a mesa de fusão desce em uma espessura de camada, mantendo a mesma distância focal [48]. As principais vantagens desse processo são: maior variedade de materiais que podem ser processados e reutilização do pó não utilizado. Por outro lado, a baixa qualidade superficial [49], o tamanho de partículas do material [44], que pode limitar o processo e uma atmosfera de gás inerte, que é requerida para controle da oxidação e estabilidade da temperatura de trabalho, são caracterizados como obstáculos dessa técnica [46, 50].

Entre todos os desafios que a MA oferece, o maior deles até hoje é a caracterização e predição das propriedades das estruturas fabricadas e sua relação com as configurações de fabricação empregadas. Atualmente a abordagem mais utilizada para descrever o processo de fabricação é através da entrada de energia do feixe de laser por unidade de volume, referida como a densidade de energia volumétrica (E) [44], dado por:

$$E = \frac{P}{t \cdot h \cdot v} \quad (2.1)$$

onde, P é a potência do laser em watts, t a espessura da camada, h a distância do *hatch*, estes últimos em unidade de comprimento e v a velocidade de varredura em comprimento por segundo. Contudo, parece que, infelizmente, essa abordagem conveniente através da caracterização a partir de um único número não é capaz de expressar suficientemente toda a complexidade dos processos baseados na MA quando se trata da FSL. Dessa forma, mesmo os quatro parâmetros de processo especificados na **Equação 2.1**, os quais se

encontram ilustrados na **Figura 2.4**, tendo maior influência sobre a densidade e a qualidade superficial das peças, que são as características mais cruciais, uma descrição adequada desse processo de fabricação ainda requer a listagem de parâmetros como: informações sobre a matéria-prima (o pó de metal), principalmente seu formato e distribuição, atmosfera de proteção que em geral é argônio ou nitrogênio, orientação de construção, temperatura do substrato e até posicionamento da peça no substrato. Sabendo disso, se um conjunto de parâmetros ótimo foi encontrado, diferentes variações podem ser aplicadas para gerar diferentes condições de resfriamento, a fim de "projetar" a microestrutura (por exemplo, tamanho de grão) [51]. A textura obtida durante o processamento afeta, por sua vez, as propriedades químicas e mecânicas dos componentes e por isso seu controle é crucial quando queremos componentes com propriedades específicas [50].

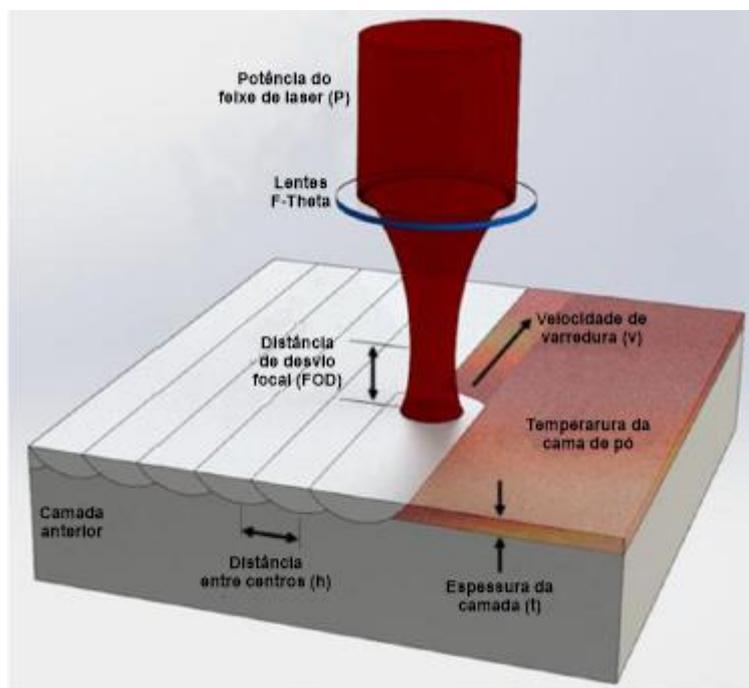


Figura 2.4 - Ilustração dos parâmetros de processos para a FSL [52].

Sendo assim, enquanto a MA espera substituir as tecnologias convencionais de produção, a demanda por adequação de parâmetros em busca

da qualidade, é crescente. Como para qualquer processo produtivo alcançar a otimização é o resultado de um profundo conhecimento e entendimento do processo, duas vias podem ser tomadas para atingir-se este entendimento; 1) através da modelagem computacional, a qual vem sendo uma ferramenta fortemente utilizada, ou 2) através de cuidadosos experimentos, analisando-se os fenômenos associados e identificando-se os principais mecanismos atuantes. Neste trabalho a investigação se deu por meio de cuidadosos experimentos.

2.6 Ligas de alumínio processadas por FSL

Uma das tecnologias da MA mais utilizada para ligas à base de alumínio, é a FSL [45], provavelmente devido à semelhança dessa técnica com a soldagem a laser desse grupo de ligas. Outra justificativa pode ser sustentada com base nas altas taxas de solidificação causadas pelas pequenas dimensões da poça de fusão na FSL, porém, isso também justifica o processamento de apenas algumas séries de ligas à base de Al através dessa técnica [53].

A pequena poça de fusão e o curto tempo de interação entre o laser e o pó, favorecem a alta condutividade térmica do metal que circunda a poça, com isso taxas de resfriamento da ordem de 10^5 - 10^6 K/s são atingidas [54-55]. As consequências dessas taxas são refletidas na microestrutura e podem resultar na precipitação de fases metaestáveis (por exemplo, fases supersaturadas) ou na supressão de fases cristalinas e segregações [51,55]. Além disso, o tamanho de grão pode ser refinado significativamente, o que por sua vez, aumenta a resistência e afeta os mecanismos de deformação do material. Em adição a isso, deve-se ressaltar que a estrutura dos grãos também sofre influência da estrutura dos grãos da camada previamente solidificada [56]. O tamanho da poça de fusão obtido por FSL, para o caso da liga investigada neste trabalho, é de suma importância, pois as altas taxas de resfriamento impostas dão condições necessárias para formação das fases quasicristalinas.

No início do processo da FSL o calor é rapidamente extraído por

condução devido ao contato com o substrato, já nas partes superiores, são mais atuantes os mecanismos de convecção e radiação, isso faz com que a região central da peça tenha um maior aprisionamento de calor, o que tornará a microestrutura mais grosseira [50]. A geometria da poça fundida e a mistura dos materiais formadores da mesma são ditadas pelo mecanismo de convecção, visto que, durante o processo, o metal líquido flui do meio para a periferia na superfície de fusão, impulsionado pelo efeito Marangoni resultante do gradiente espacial da tensão superficial devido à variação local de temperatura na superfície da poça fundida. O líquido pode alcançar velocidades da ordem de 150 mm/s e nessa condição a maior parte do calor é transportada por convecção, sendo por isso, o principal mecanismo de transferência de calor dentro da poça fundida [50]. Todos esses efeitos promovem heterogeneidades microestruturais, as quais são refletidas nas propriedades mecânicas dos componentes. Segundo Wei et al. [50], os piores desempenhos em resistência são obtidos para a região central da peça.

Sabe-se que, embora conceitualmente simples, o processo de FSL é influenciado por mais de 100 variáveis diferentes [57] e uma investigação minuciosa da influência dos principais parâmetros de processo na qualidade da peça a ser produzida faz-se necessária. Dentre todas essas variáveis destacam-se, o padrão e a velocidade de varredura, a potência do laser, e as características gerais do pó, as quais serão discutidos brevemente nos próximos parágrafos.

Se considerarmos um mesmo componente, diferentes padrões de varredura impõem diferentes padrões de solidificação, afetando assim, a morfologia do componente produzido. O padrão de solidificação, por sua vez, é influenciado pelo campo de temperatura próximo a interface de crescimento e a orientação dos grãos no substrato. Dessa forma, os parâmetros de processo da MA influenciam significativamente nas condições da frente de solidificação, proporcionando diferentes gradientes de temperatura e taxas de solidificação [50]. Além disso, devido à varredura sucessiva do laser, o componente é submetido a ciclos térmicos espacialmente variáveis, fusão, solidificação e resfriamento em todo seu volume. Essas mudanças de fase impõem a peça contrações volumétricas e gradientes térmicos que levam a distorção e

imprecisão dimensional com perda de qualidade na peça final [58-59].

A velocidade de varredura é um parâmetro que vem sendo muito estudado, e alguns autores [60] já observaram que o aumento da velocidade de varredura implica no aumento da taxa de resfriamento e nas velocidades de solidificação, alterando as fases formadas na peça final. Além disso, a porosidade das peças aumenta com o aumento da velocidade de varredura, devido a maior fração de pó não fundido deixado na peça final, por outro lado velocidades mais lentas são mais caras [60], visto que maior será o tempo de atuação do laser, o que por sua vez se torna dispendioso energeticamente. Dessa forma, o aumento na velocidade de varredura afeta positivamente a produtividade do processo de FSL, mas em contrapartida, a energia por unidade de comprimento diminuirá. Portanto, a potência do laser tem que ser aumentada se a velocidade de varredura aumentar. As variações na potência do feixe e na velocidade de varredura alteraram significativamente os gradientes térmicos e as taxas de solidificação do material durante a impressão e, assim, a microestrutura e propriedades da peça obtida.

As características do pó por sua vez são categorizadas em morfologia, distribuição granulométrica, composição química e microestrutura das partículas. Cada propriedade individual do pó contribui para a fluidez, densidade de empacotamento, profundidade de penetração óptica e condutividade térmica, que afetam, por consequência, as propriedades das partes construídas [52]. Estas propriedades impactarão na eficiência e na resolução do processo, por exemplo, partículas esféricas fluem melhor, enquanto em uma distribuição adequada, as partículas mais finas se encaixam nos interstícios das partículas maiores podendo favorecer peças mais resistentes [60] e com melhor acabamento superficial [44].

O efeito combinado da solidificação rápida, resfriamento direcional e transformações de fase induzidas por ciclos térmicos repetidos têm uma profunda influência nas microestruturas das peças fabricadas. A solidificação rápida reduz os elementos segregados e aumenta a solubilidade sólida o que pode resultar na formação de fases metaestáveis. A extração direcional de calor pode resultar na direcionalidade preferencial no crescimento de grãos. Enquanto

repetidos ciclos térmicos têm um possível conjunto complexo de efeitos, incluindo bandas microestruturais, isto é, diferenças microestruturais entre camadas de depósitos e transformações de fases no estado sólido. A anisotropia de solidificação promove também a formação de defeitos, alguns dos defeitos típicos observados no processo FSL são, micro porosidade e falha de fusão [44,61]. Todos esses fatores introduzem complexidades não encontradas normalmente em processos convencionais.

Outro ponto importante para peças produzidas por MA é o acabamento superficial, porém esta característica está intimamente ligada à taxa de deposição, e, em geral, à medida que a taxa de deposição aumenta, as características de qualidade diminuem. Sabe-se que o aumento na taxa de deposição deve garantir a densidade e, portanto, as propriedades das peças. Componentes densos são obtidos quando as poças de fusão se apresentam como única unidade independente e coesa, não consistindo em subáreas diferentes [62]. Sabe-se que o acabamento superficial é ainda afetado pelo tipo de equipamento, direção da construção e pelos parâmetros do processo utilizado [61]. A implicação mais significativa do acabamento superficial é que pode ser necessária uma etapa de acabamento da superfície pós-processo. Enquanto que a baixa taxa de deposição é a característica mais desvantajosa na FSL, o alumínio se caracteriza como um material adequado para aplicações em altas taxas de deposição devido a sua alta refletividade e condutividade térmica [62]. Estas duas características atuam requerendo maior potência do laser, o que pode aumentar a porosidade nas peças, bem como na formação da camada de óxido na superfície da poça de fusão. Diante disso, as maiores dificuldades do processamento de pós de alumínio por FSL são, em primeiro lugar, dificuldade de espalhar uma fina camada de pó, devido a leveza e baixa fluidez dos pós de alumínio, o que muitas vezes atrapalha o fluxo do pó. Em segundo lugar, mesmo com o pequeno comprimento de onda utilizado pela técnica FSL, o que favorece sua absorção pelos metais, a alta refletividade do alumínio, associada com a alta condutividade térmica, que leva à rápida dissipação de calor para longe da fonte incidente, aumentam a potência do laser necessária para fundi-lo.

Em comparação aos processos convencionais, os impactos da oxidação

de ligas de alumínio durante a FSL podem ser muito mais significativos, caracterizando-se assim, a oxidação como um obstáculo ainda mais desafiador. Na busca por componentes com alta densidade, é importante que a camada subjacente e o sólido circundante refundam parcialmente para que as regiões molhem e se fundam com a poça fundida. Contudo, o óxido presente na superfície do pó de alumínio dificulta a difusão, enquanto filmes finos de óxido aderentes à poça fundida minimizam a superfície e reduzem a molhabilidade da mesma, dificultando a união das partes sólidas, já que estas não se fundem adequadamente. O óxido também provoca problemas quando agitado e incorporado no metal fundido, podendo aprisionar pós, formando assim, poros dentro do material [63], e conseqüentemente regiões frágeis no interior do componente. Por tudo isso, potências de laser ainda mais elevadas se fazem necessárias no intuito de romper a camada de óxido previamente formada, o que provavelmente é um problema para a fusão do metal. O efeito do oxigênio presente na câmara de construção, mesmo estando este em níveis baixos (0,1-0,2%) [63], pode ser comprovado pela descoloração da superfície superior das peças em comparação com as demais. Como esta descoloração é sempre vista no topo da peça, supõe-se também que deva ocorrer nas demais camadas durante o processo.

Pelo exposto e devido as especificidades de cada liga [64], todos os aspectos do modelo de processo discutidos anteriormente devem ser revisados para cada material a ser trabalhado. Por isso, apesar de muitas ligas de alumínio principalmente dos sistemas AlSi e AlSiMg já serem bem sucedidas quando processadas por FSL, faz-se necessário a investigação de novas ligas a base de alumínio, como é o caso da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$. Assim sendo, a “impressibilidade” da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ foi investigada com o intuito de compreender a capacidade da mesma em formar fases desejadas, resistir à distorção, alterações de composição e defeitos de falha de fusão, condições essas, essências para o processo de FSL e a partir daí correlacionar as microestruturas e propriedades obtidas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este trabalho foi desenvolvido em diferentes etapas e com parceria entre três instituições, sendo o Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da Universidade Federal de São Carlos e os institutos *Leibniz Institute for Solid State and Materials Research Dresden* (IFW-Dresden) localizado em Dresden/Alemanha e *Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien IWT Universität Bremen* localizado em Bremen/Alemanha. A metodologia utilizada seguiu a sequência resumida no fluxograma da **Figura 3.1**.

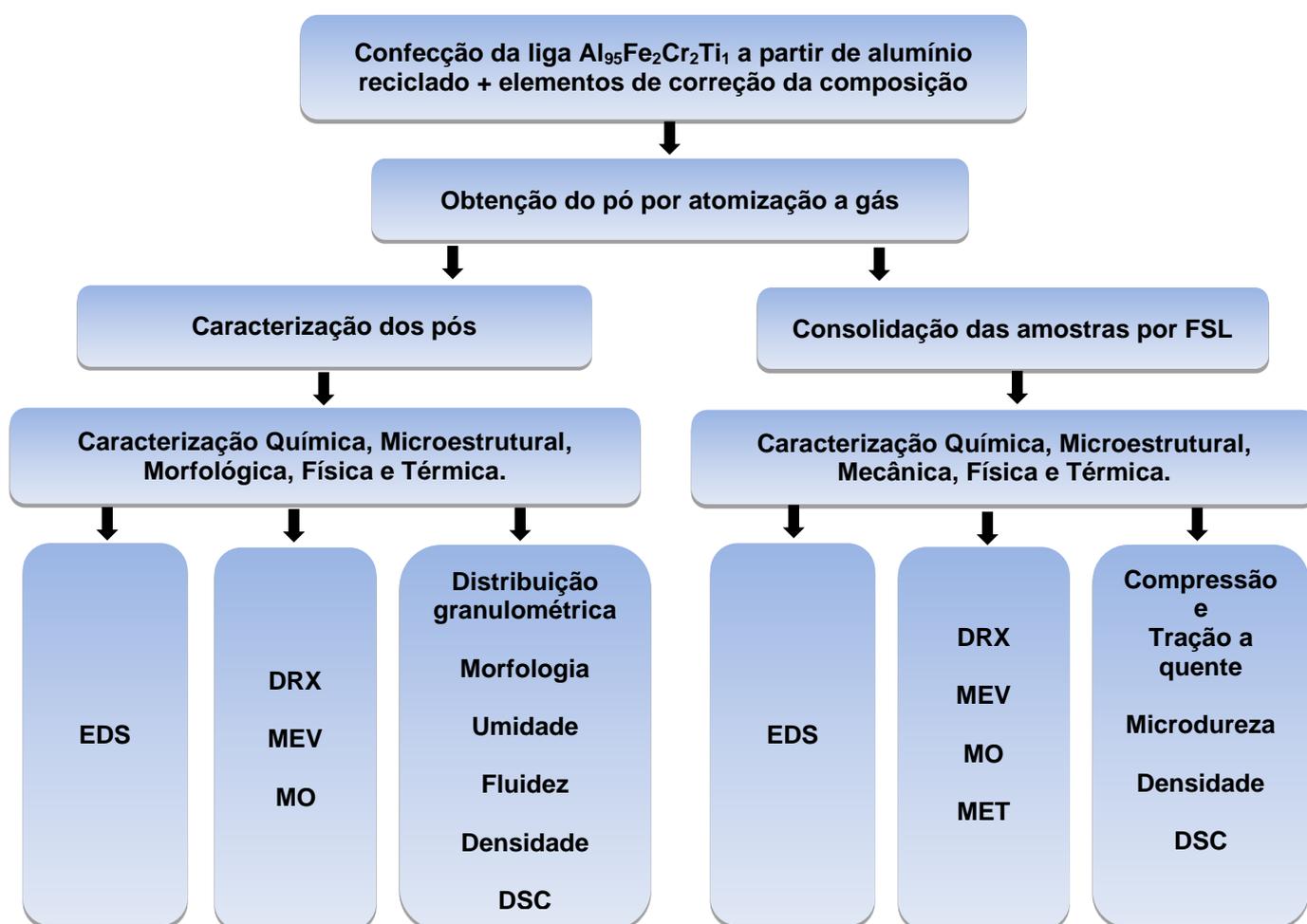


Figura 3.1- Sequência metodológica empregada no desenvolvimento do trabalho.

3.1 Materiais

Os materiais utilizados neste trabalho foram latas de alumínio que normalmente seguiriam para reciclagem, sendo que o lacre e a parte superior das latas foram removidos antes da fusão (**Figura 3.2**) por conterem excesso de elementos químicos indesejáveis para a liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ como mostra a **Tabela 3.1**. Para o ajuste composicional utilizou-se os elementos puros 99.99% Al, 99.98% Fe, 99.99% Cr, 99.99% Ti (**Figura 3.2**).

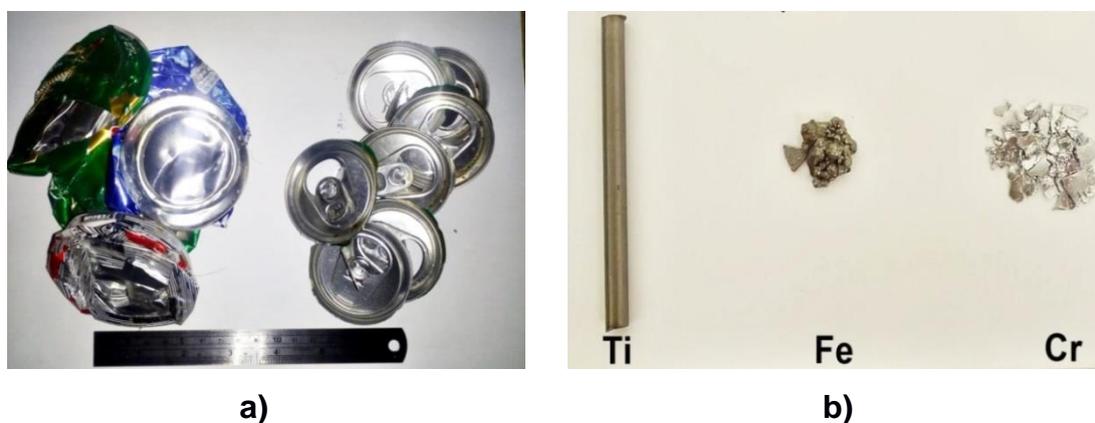


Figura 3.2- Materiais utilizados para obtenção da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$.

Tabela 3.1- Composição química obtida por EDS da parte superior da lata de Al.

Elemento	At. (%)	Mas. (%)
Al	95,3±0,13	95,8±0,11
Mg	4,7±0,13	4,2±0,11
Total	100	100

3.2 Métodos

3.2.1 Fabricação dos lingotes

Inicialmente foram produzidos lingotes apenas com as latas de alumínio. Amostras destes foram submetidas à análise de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS). Os resultados obtidos encontram-se na **Tabela 3.2**. Estes resultados indicaram a necessidade de um ajuste composicional. O teor de manganês foi considerado como impureza e a correção para a composição desejada de $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ foi realizada com a adição de elementos puros. Tanto as fusões das latas de Al, como dos lingotes para correção composicional foram realizadas no laboratório de fundição do DEMa/UFSCar em um forno de indução da marca Power Trak modelo 50-30R VIP (**Figura 3.3a**) e vazadas em molde refratário. Obtiveram-se os lingotes da **Figura 3.3b**) com aproximadamente 2,615 Kg.

Tabela 3.2- Composição química obtida por EDS dos lingotes produzidos apenas com latas de alumínio.

Elemento	At. (%)	Mas. (%)
Al	97,9±0,38	97,5±0,62
Mn	0,4±0,03	0,9±0,06
Fe	0,3±0,24	0,8±0,44
Total	100	100



a)



b)

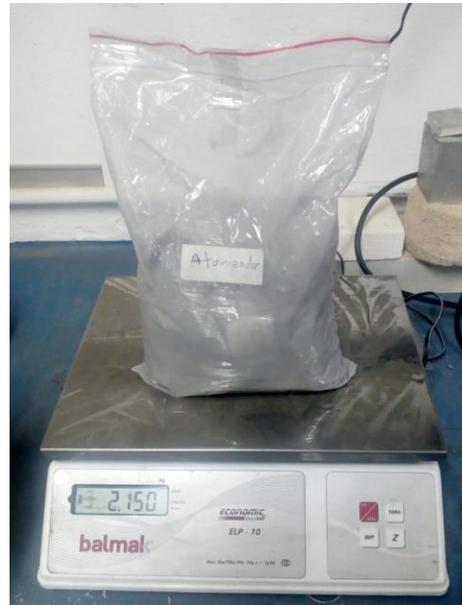
Figura 3.3- Produção dos lingotes da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$: a) forno carregado e b) lingotes produzidos.

3.2.2 Atomização a gás

Os lingotes obtidos na etapa anterior foram refundidos no equipamento Gás Atomiser HERMIGA 75/5VI(EAC) da marca PSI localizado no Laboratório de Atomização e Revestimento – DEMa/UFSCar (**Figura 3.4a**). A temperatura de vazamento utilizada foi de $870^{\circ}C$ e o metal líquido quando vazado foi pulverizado por jatos de argônio sob pressão de 40 bar. A razão gás/metall utilizada foi de 1.7. Obteve-se um total de 2,150 Kg de pós (**Figura 3.4b**), equivalente a um rendimento total 82% e de 90% com relação ao pó que será utilizado para o processo de FSL.



a)



b)

Figura 3.4- Processo de atomização: a) atomizador a gás utilizado e b) quantidade total de pó obtido.

3.2.3 Fracionamento dos pós obtidos na atomização

Os pós obtidos foram fracionados em duas partes, uma com granulometria superior a 75 μ m e outra com granulometria inferior a essa (a qual seria submetida ao processo de FSL). Uma amostra representativa da faixa com granulometria inferior a 75 μ m foi extraída para melhores investigações. Utilizou-se para isso o equipamento Haver EML Digital Plus da marca HAVER & BOECKER com frequência de 5 Hz com intervalo de 2 segundos, o tempo total de peneiramento foi de 30 minutos. Para esse fracionamento utilizou-se peneiras de aço da marca HAVER & BOECKER com abertura de 75 μ m.

3.2.4 Fusão Seletiva a Laser (FSL) utilizando o equipamento SLM50.

Os pós foram processados com o suporte do doutorando Rodolfo Batalha no *Institute for Complex Materials* do IFW-Dresden/Alemanha. O equipamento utilizado foi o Realizer SLM-50 (**Figura 3.5**). Este equipamento opera com laser de fibra de potência máxima nominal de 129 W e $\lambda = 1070$ nm. A atmosfera da câmara é controlada com argônio e o software próprio do equipamento é o *Realizer Control Software*.



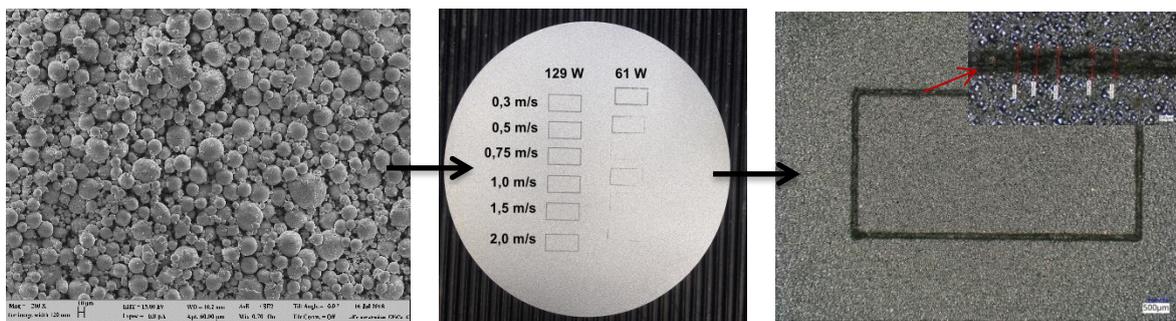
Figura 3.5- Realizer SLM-50.

Fonte: <https://www.aniwaa.com/product/3d-printers/realizer-slm-50/>.

3.2.4.1 Testes de processabilidade da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ - Trilha simples.

Com o pó de granulometria $<75\mu m$ obtido na etapa de atomização (**Figura 3.6a**) e com o intuito de descobrir o comportamento dessa liga durante a FSL, foram realizados inicialmente teste de trilha simples com duas sobreposições em substrato de alumínio puro (**Figura 3.6b**). O substrato utilizado possuía as dimensões de 70 mm diâmetro por 10 mm de espessura. A posição do foco foi fixada para $F=9,55$ mm, nos dando uma abertura do laser de aproximadamente $60\mu m$. A espessura de cada camada foi fixada em $30\mu m$. As potências e velocidades testadas podem ser vistas na **Figura 3.6b**.

A rapidez e facilidade de construção de trilhas simples nos fornecem informações visuais importantes como continuidade e estabilidade da largura das pistas (**Figura 3.6c**), estas características são necessárias para determinação do *hatching* a ser utilizado nas próximas etapas do processo.



a) Pó utilizado na FSL

b) Construção de pistas simples

c) Pista com características adequadas

Figura 3.6- Construção de trilhas simples para investigação de parâmetros.

3.2.4.2 Confeção de amostras- investigação da densidade.

A qualidade das pistas indicou a utilização dos parâmetros de potência de 129 W, velocidades de 300, 500 e 750 mm/s. A largura média das pistas para essas condições foi medida, estipulou-se então *overlapping* de 25, 50 e 75% e três *hatching* diferentes foram calculados. Como a transferência de parâmetros de trilha simples para peça pode não ser direta, foram investigados os efeitos destes parâmetros sobre a densidade das amostras volumosas. Nessa etapa, utilizou-se padrão de varredura do laser unidirecional com rotação de 79° entre camadas. Desse modo, foram confeccionadas três amostras na forma de cilindros (**Figura 3.7a**) para cada conjunto de parâmetros, obtendo-se as amostras da **Figura 3.7b**).

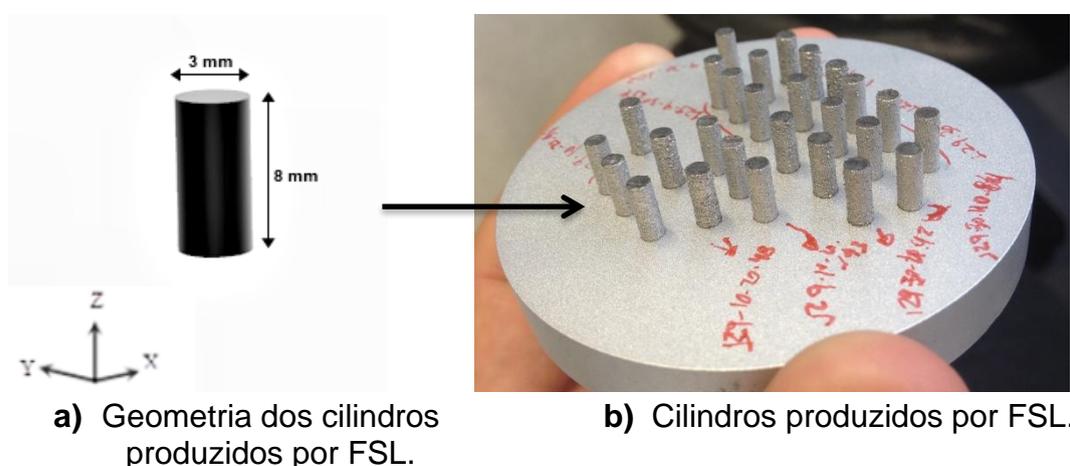


Figura 3.7- Confeção de amostras para investigação da densidade.

3.2.4.3 Confeção de peças a serem ensaiadas por compressão.

Entre os parâmetros testados na etapa anterior, os resultados de

densidade e acabamento superficial indicaram a utilização de 129W, 750 mm/s e 25% *overlapping*. Foram então confeccionadas 15 amostras na forma de cilindros (**Figura 3.8a**). Estes apresentaram várias trincas de um único lado e por isso, optou-se por reproduzir as amostras com o substrato aquecido a 200°C. Em adição, o segundo conjunto de parâmetros mais adequado também foi testado (129W, 300 mm/s e 50% *overlapping*), com e sem aquecimento do substrato. Os resultados indicaram que o segundo conjunto de parâmetros (129W, 300 mm/s e 50% *overlapping*) sem aquecimento do substrato produziram peças mais adequadas pelo balanço de densidade e acabamento superficial. Assim, foram produzidas amostras nessas condições, agora com três orientações diferentes (**Figura 3.8b**) em relação à direção de construção (Z). Amostras de diferentes regiões das peças (como ilustrado na **Figura 3.8b**) foram extraídas e seguiram para a etapa de caracterização.

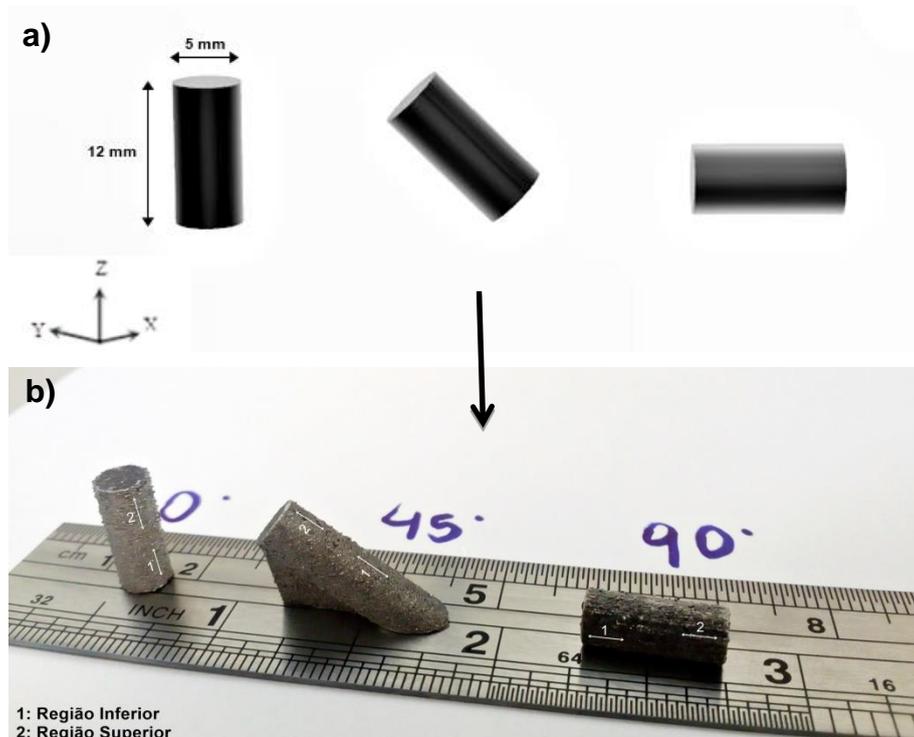


Figura 3.8- a) Geometria dos cilindros produzidos e b) cilindros produzidos por FSL para ensaio de compressão com diferentes orientações em relação a direção de construção Z.

3.2.5 Fusão Seletiva a Laser (FSL) utilizando o equipamento AconityMINI.

A otimização dos parâmetros de processo para a liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ foi realizada no equipamento AconityMINI (**Figura 3.9**). Com potência máxima nominal de 400 W e configuração ótica *F-theta* e *3D scanning* este equipamento está localizado no Instituto *Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien* (IWT-Bremen/Alemanha). A atmosfera da câmara é controlada com argônio e o software próprio do equipamento é o *AconityStudio*.



Figura 3.9- AconityMINI.

Fonte: <https://aconity3d.com/products/aconitymini/>.

3.2.5.1 Testes de otimização de parâmetros

Sabendo da “impressibilidade” da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ através dos resultados obtidos na máquina SLM50 (em Dresden), testes de parâmetros visando determinar a janela de processamento e conhecer o comportamento da mesma, quando processada sob diferentes combinações de potência do laser e

velocidade de varredura foram realizados na máquina AconityMINI. Nestes testes, um substrato de AlSi10Mg com dimensões de 55 mm diâmetro por 27,8 mm de espessura foi utilizado. Em todos os testes o pó foi espalhado no substrato com um *brush*. A atmosfera da câmara foi controlada com gás argônio, o qual manteve um teor de oxigênio inferior que 100 ppm. O padrão de varredura do laser utilizado foi unidirecional com rotação de 79° entre camadas. A posição do foco foi fixada em *defocus* -0,79 mm, nos dando uma abertura do laser de aproximadamente 60 µm. A espessura de cada camada foi fixada em 30 µm e o *hatching* selecionado nos testes de processabilidade foi fixado em 102 µm. Nestes testes, cubos com dimensões 4x4x8 mm foram produzidos visando a economia do pó. Os valores de potência e velocidades de varredura testados encontram-se na **Tabela 3.3**.

Tabela 3.3 - Parâmetros utilizados nos testes de otimização.

Parâmetro	Valores
Potência do laser (W)	100; 150; 200; 250; 300; 350
Velocidade de varredura (mm/s)	200; 300; 400; 500; 600; 700; 800; 900

3.2.5.2 Confeção de peças a serem ensaiadas por tração.

Amostras cilíndricas com diâmetro de 7mm e comprimento de 44,5 mm, foram preparadas por FSL nas direções de construção de 0°, 45° e 90° em Z utilizando a máquina Aconity. Posteriormente todos os cilindros foram usinados nas dimensões especificadas na **Figura 3.10** e então submetidos aos ensaios de tração. A etapa de usinagem foi escolhida com o intuito de eliminar o efeito do acabamento superficial das amostras nos resultados dos ensaios.

3.2.6 Caracterização das amostras

Foi feita a caracterização completa dos pós e das amostras produzidas por FSL. Estas últimas foram ainda caracterizadas mecanicamente por compressão e tração em diferentes temperaturas e microdureza. O objetivo da realização de cada análise, as especificações dos equipamentos utilizados e as condições em que foram realizados cada ensaio são descritos abaixo.

3.2.6.1 Distribuição granulométrica e morfologia das partículas do pó.

Os pós foram caracterizados com relação a distribuição granulométrica e a morfologia das partículas usando diferentes métodos:

3.2.6.1.1 Peneiramento

A amostra representativa do pó com granulometria $<75\mu\text{m}$ (pó utilizado na FSL) foi classificada por peneiramento em três faixas ($<32\mu\text{m}$, $32-45\mu\text{m}$ e $45-75\mu\text{m}$). Utilizou-se o equipamento Haver EML Digital Plus da marca HAVER & BOECKER. Uma frequência de 5Hz com intervalo de 2 segundos foram utilizados o que levou a um tempo total de peneiramento de 40 minutos. A classificação granulométrica foi feita utilizando-se peneiras de aço da marca HAVER & BOECKER com aberturas de $75\mu\text{m}$, $45\mu\text{m}$ e $32\mu\text{m}$.

3.2.6.1.2 Malvern Mastersizer 2000 (BSM)

Este equipamento utiliza um sistema de difração de laser com dispersão via úmida (água) para medir a distribuição granulométrica de um conjunto de partículas. Este assume que todas as partículas possuem morfologia esférica e a obscuridade utilizada para a medição foi de 12-17%.

3.2.6.1.3 Malvern G3

Utilizando um sistema de medida via ótica, este equipamento mede tanto a distribuição granulométrica quanto a morfologia por meio da circularidade e razão de aspecto das partículas. Os parâmetros de dispersão do pó utilizados foram: pressão de 2,3 bar; tempo de injeção 20ms; e tempo de ajuste de 20s.

3.2.6.2 Testes de densidade

3.2.6.2.1 Picnometria de gás hélio

Para determinar a densidade dos pós e das peças obtidas por FSL, a picnometria de hélio foi utilizada. Esta técnica permite obter o volume esquelético de um pó ou sólido pela redução do fluxo de gás em uma câmara de medida causada pela presença do material. Quando o gás penetra nos poros e nas superfícies irregulares, o volume obtido permite determinar a densidade aparente do mesmo. Para estas análises foi utilizado um picnômetro da marca Micromeritics modelo AccuPyc™ 1330, disponível no Laboratório de cerâmicas do DEMa/UFSCar.

3.2.6.2.2 Arquimedes

Para medir a densidade das peças produzidas por FSL o princípio de Arquimedes foi utilizado. Estes testes foram executados de acordo com a norma ASTM B962 utilizando uma balança com 5 dígitos da marca Sartorius modelo MSA2255.

3.2.6.2.3 Batida

Para determinar a densidade relativa do pó após compactação “batidas”, este teste foi executado. Utilizou-se um tubo teste de 25 ml, 40 g de pó, a medida foi feita após 3000 batida com frequência de 5 batidas/seg.. Estas condições estão de acordo com a norma DIN ISO 3953.

3.2.6.3 Testes de umidade nos pós

Para determinar o teor de umidade absorvida pelo pó com granulometria $<75\mu\text{m}$, testes de umidade foram feitos. Essa técnica é baseada no princípio da termogravimetria. O equipamento utilizado para as medições foi a balança EM 120-HR da marca PRECISA, uma média de 5 gramas de pó foi utilizada em cada ensaio e o tempo total de cada teste foi de 10 min.

3.2.6.4 Secagem dos pós

Antes de serem submetidos ao processo de FSL no equipamento Aconity, os pós com granulometria $<75\mu\text{m}$ foram secados no forno Rohde Plasma-Gas-Nitrieranlage a vácuo sob 130°C durante 24h.

3.2.6.5 Escoabilidade dos pós (Funil de Carney)

Para determinar a escoabilidade/fluidez do pó com granulometria $<75\mu\text{m}$, o funil de Carney foi utilizado, uma vez que os pós não escoaram usando o funil de Hall. Nesse caso o funil possuía 5 mm de diâmetro e 100 g do pó foi utilizada para as medições. A execução do teste foi feita de acordo com a norma ASTM

B964 (método 2).

3.2.6.6 Difração de raios X (DRX)

Para a identificação das fases presentes nas amostras dos pós obtidos por atomização a gás, bem como nas peças produzidas por FSL, foi utilizado um difratômetro Siemens D5005, com fonte de radiação Cu-K α com comprimento de onda $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, pelo método de reflexão, operando na faixa de 2Θ de 30 a 90 graus, com passo de $2^\circ/\text{min}$, disponível no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE). Para a indexação dos picos de raios X foi utilizado o software X'Pert High Score Plus e bibliografias de referência.

3.2.6.7 Microscopia Ótica

Para investigação visual das marcas das peças de fusão nas peças produzidas por FSL, foi utilizado um microscópio ótico marca Olympus, modelo BX41M-LED, disponível no Laboratório de metalografia do DEMa/UFSCar.

3.2.6.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).

A microscopia eletrônica foi utilizada para a investigação da distribuição granulométrica e morfologia dos pós bem como para determinação das fases presentes nos pós. Esta técnica também foi utilizada para análise das fases e suas morfologias ao longo das amostras produzidas por FSL, bem como permitiu a investigação da superfície de fratura das amostras após os ensaios de tração e compressão. Paralelamente, foram feitas análises químicas por EDS para se

determinar qualitativamente a composição química dos pós e das peças processadas por FSL, bem como das fases presentes nas amostras. Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEG modelo XL-30, equipado com detector de EDS, disponível no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE).

3.2.6.9 Calorimetria diferencial de varredura (DSC).

Os ensaios de DSC tiveram o objetivo de constatar a presença de fases quasicristalinas e verificar a estabilidade térmica das mesmas. Para isso, foram utilizados o equipamento Netzsch modelo DSC 404 e o modelo Maia, operando com taxa de aquecimento e de resfriamento de 40 K/min, sob atmosfera de argônio. As amostras foram submetidas a dois ciclos de aquecimento, cada ciclo térmico consistiu em aquecer a amostra até 900 °C (DSC 404) e 590°C (DSC Maia). Cadinhos de alumina e alumínio foram utilizados como porta amostra. As análises ocorreram no Laboratório de Hidrogênio em Metais (LHM) do DEMa/UFSCar.

3.2.6.10 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

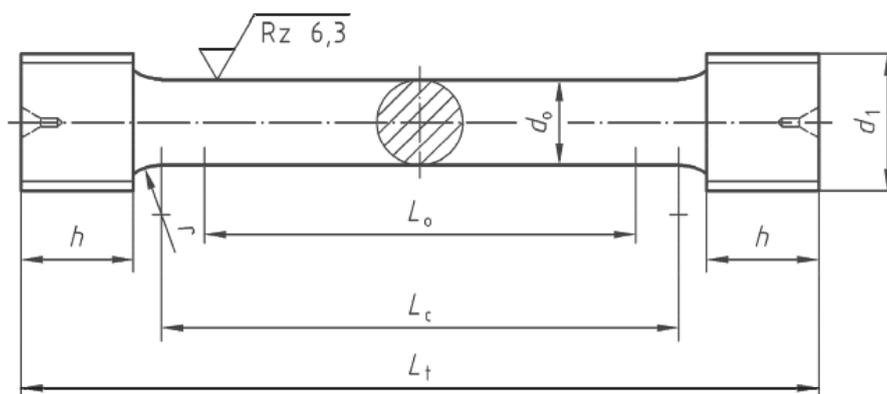
A microscopia eletrônica de transmissão foi utilizada para comprovação e identificação das fases presentes nas amostras produzidas por FSL, tanto por meio da análise química (EDX), como por meio dos padrões de difração associados aos tipos de fases. Foi utilizado o microscópio eletrônico de transmissão (MET) FEI TECNAI modelo G² F20 200kV, disponível no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE).

3.2.6.11 Microdureza Vickers

Para determinação da resistência mecânica das peças produzidas por FSL foram realizados testes de microdureza Vickers em diferentes regiões da peça construída. Para isso, foi utilizado o microdurômetro Vickers da Future – Tech Corp modelo FM-800 disponível no Laboratório de Ensaios mecânicos do DEMa. O ensaio foi realizado de acordo com a norma ASTM-E92.

3.2.6.12 Ensaio Mecânicos de tração e compressão

As propriedades mecânicas (limite de escoamento, o módulo elástico, a tensão de fratura, e o alongamento até a fratura) das peças produzidas por FSL, foram inicialmente investigadas em compressão a temperatura ambiente e a quente (400°C). Com o suporte do doutorando Murillo Romero no IFW-Dresden-Alemanha, corpos de provas com as dimensões da **Figura 3.11** foram ensaiados seguindo a norma ASTM E9/E8M-09. Para estes ensaios utilizou-se a INSTRON GmbH com célula de carga de 50KN, a deformação utilizada foi de 3 mm/min e a taxa de deformação correspondente foi de $4,2 \times 10^{-3}/s$ tanto para os testes em temperatura ambiente como para altas temperaturas. Os ensaios mecânicos de tração em temperatura ambiente e a 100°C foram realizados no equipamento INSTRON 5500R capacidade de 250KN (modelo 1127) disponível no Laboratório de ensaios mecânicos do DEMa. A temperatura ambiente utilizou-se um extensômetro comum, já os ensaios sob 100°C foram realizados sem extensometria e com o forno Instron SFL modelo SS868E acoplado a máquina INSTRON 5500R. Seguindo a norma DIN 50125:2009-07 corpos de provas de tração com as dimensões da **Figura 3.10** foram testados.



d_o	L_o	d_1	r min.	h min.	L_c min.	L_t min.
4	20	M6	3	6	24	41

Figura 3.10- Geometria e dimensões (mm) das amostras do ensaio de tração. (Amostra tipo B - DIN 50125:2009-07).

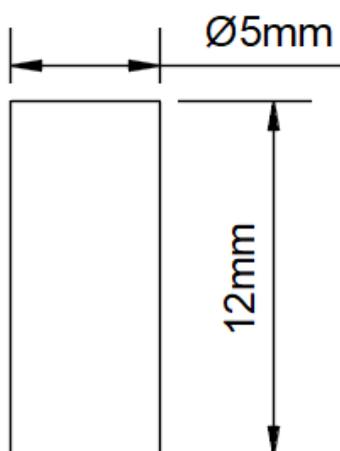


Figura 3.11- Dimensões das amostras produzidas por FSL para ensaio de compressão.

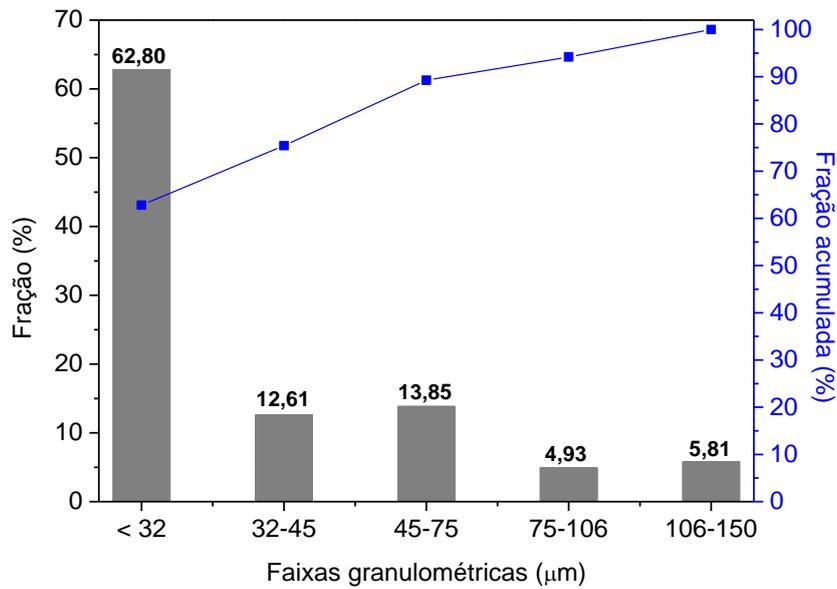
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Caracterizações dos pós

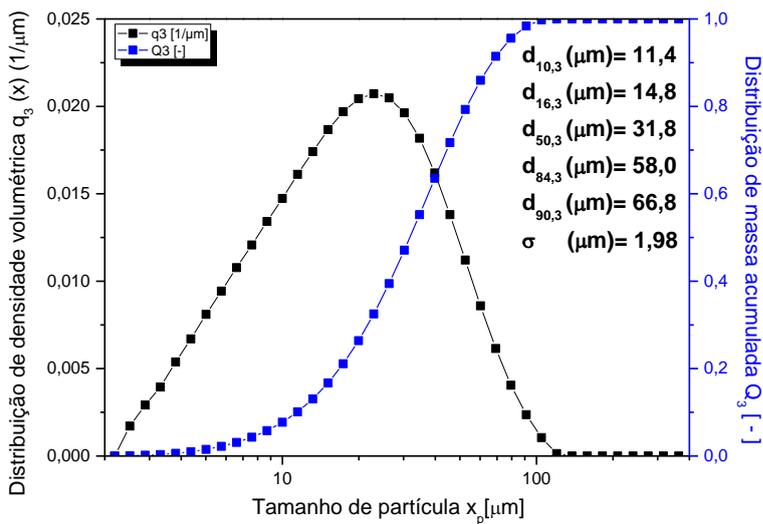
4.1.1 Distribuição granulométrica

A **Figura 4.1a)** mostra a distribuição granulométrica e a fração acumulada dos pós obtidos por atomização a gás, quando investigados pelo método de peneiramento. Os pós foram separados em cinco faixas granulométricas diferentes de $<32 \mu\text{m}$, $32\text{-}45 \mu\text{m}$, $45\text{-}75 \mu\text{m}$, $75\text{-}106 \mu\text{m}$ e $106\text{-}150 \mu\text{m}$ para investigação da produtividade do atomizador com relação a quantidade de partículas adequadas ao processo de FSL. Por esta curva observa-se que um alto teor de pó $\sim 90\%$ possui granulometria adequada ($<75 \mu\text{m}$) ao processo de FSL, indicando boa produtividade do atomizador para produção de pós para a técnica de FSL.

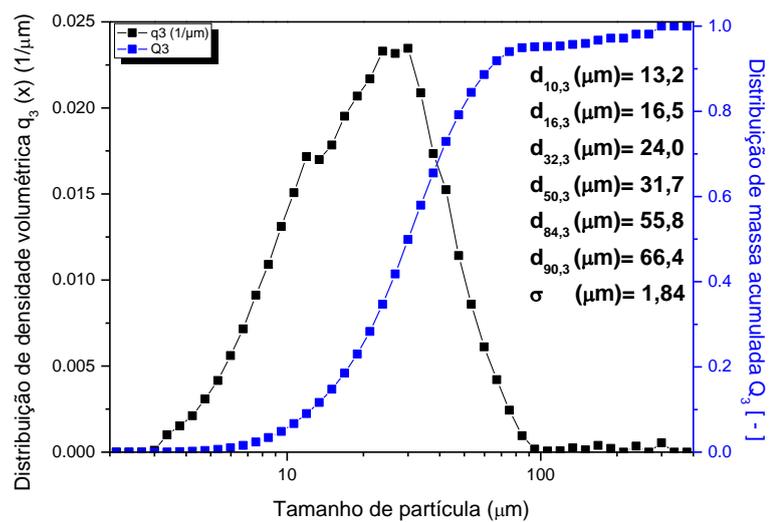
Antes de medir as propriedades de fluidez e densidade de um conjunto de pós, o tamanho e a morfologia das partículas devem ser conhecidos. As curvas das **Figura 4.1b)** e **Figura 4.1c)** mostram o comportamento da distribuição de densidade volumétrica em função do tamanho de partículas, bem como a curva acumulada. Nestas curvas estão ainda os valores dos percentis (d_x) obtidos em cada equipamento. As curvas se apresentaram com distribuição normal e muito similares entre si. Os valores dos percentis também foram muito similares, com destaque para o $d_{50} \sim 32 \mu\text{m}$. De acordo com estes resultados, 90% das partículas possuem diâmetro inferior a $\sim 67 \mu\text{m}$, além disso a dispersividade granulométrica foi um pouco maior quando medida no equipamento BSM (1,98) do que no G3 (1,84). É sabido que pós com distribuição de tamanho de partícula muito estreita tendem a se aglomerar, enquanto pós com distribuição larga tendem a se segregar [49]. Pós com extrema aglomeração ou segregação não são processados com sucesso por FSL.



a)



b)



c)

Figura 4.1- a) Distribuição granulométrica por peneiramento para todo o pó da atomização. Distribuição de densidade volumétrica e massa acumulada em função do diâmetro das partículas e percentis medidos por b) BSM e c) G3 para o pó processado por FSL.

4.1.2 Morfologia

A **Figura 4.2** apresenta as micrografias obtidas por MEV do pó a ser

processado por FSL (tamanho de partículas $<75 \mu\text{m}$), porém fracionado em três faixas granulométricas ($<32 \mu\text{m}$, $32-45 \mu\text{m}$ e $45-75 \mu\text{m}$). Por essas imagens observa-se que o pó apresenta uma larga faixa de tamanho de partículas, como pode ser confirmado pelas imagens do pó com granulometria inferior a $32 \mu\text{m}$. Esse comportamento granulométrico é comumente observado em pós atomizados a gás [27,65]. Além disso, em todas as faixas granulométricas as partículas se apresentaram com formato esférico, superfície lisa, porém com muitos satélites. Partículas satélites resultam da existência de pequenas partículas que foram firmemente aderidas nas partículas maiores durante o voo na atomização [66]. Neste trabalho, observa-se uma tendência onde as partículas maiores apresentam mais partículas satélites (partículas extremamente pequenas tipicamente $<10 \mu\text{m}$). Enquanto que entre as partículas de tamanho similares este fenômeno não ocorre. De acordo com Özbilen [66], este comportamento sugere que um diferencial de aceleração entre as partículas de diferentes tamanhos durante o voo é uma importante causa para a formação de satélites. Considerando que as partículas menores possuem maior aceleração e tem alta velocidade em posições abaixo do bico de atomização quando comparado as partículas maiores, o resultado do impacto entre elas é a “soldagem”, mesmo quando as partículas maiores estão quase completamente solidificadas. Ainda, se a partícula maior estiver completamente na fase líquida, as partículas menores (candidatas a satélites) podem se dissolverem ou pelo menos serem parcialmente incorporada a primeira. Em caso de as partículas maiores encontrarem-se como líquido super-resfriado, maiores serão as chances dos satélites se apresentarem parcialmente incorporada às primeiras.

As características morfológicas (circularidade e razão de aspecto) das partículas nas três faixas granulométricas de $<32 \mu\text{m}$, $32-45 \mu\text{m}$ e $45-75 \mu\text{m}$ foram medidas e encontram-se na **Tabela 4.1**. A circularidade entre 0,97-0,98 encontra-se muito próximo da unidade, indicando alta esfericidade das partículas. Segundo Olakanmi [49], a esfericidade das partículas de um pó causa impacto na área superficial por unidade de volume. Partículas irregulares, por exemplo, são caracterizadas por apresentarem elevada área superficial por unidade de volume, tendendo então a absorver mais energia térmica durante o

Tabela 4.1- Circularidade e razão de aspecto para as diferentes faixas granulométricas do pó obtidas no equipamento G3.

Faixa	Circularidade	Razão de aspecto
<32 μ m	0,98 \pm 0,24	0,92 \pm 0,23
32-45 μ m	0,97 \pm 0,27	0,91 \pm 0,22
45-75 μ m	0,97 \pm 0,23	0,91 \pm 0,26

4.1.3 Propriedades físicas: densidade batida, umidade e fluidez

Como mencionado anteriormente, o tamanho das partículas de um pó afeta a morfologia das mesmas, e, esta última, por sua vez, afeta as propriedades de densidade e fluidez. Ambas essas propriedades também sofrem alterações devido a presença de partículas satélites. A densidade batida do pó a ser processado por FSL (granulometria <75 μ m) foi medida e o valor obtido foi de 1,96 \pm 0,04 g/cm³. Esse valor corresponde a uma porosidade de ~30% após as batidas, e está em acordo com valores de densidade batida encontrados por outros autores para ligas de alumínio [68]. A densidade batida é uma forma de quantificar os impactos da distribuição de tamanhos (o que impactará na fluidez do pó), morfologia (o que impactará na fluidez, densidade e absorção de energia durante o processo de FSL) e do gás preso entre os vazios das partículas de pós. O gás aprisionado entre os vazios da massa de pó contribui para a formação dos erros de fusão. Nesses casos, o gás escapa quando o laser está varrendo a camada de pó o que por sua vez, resulta em pistas instáveis, com a formação de cavidades. De acordo com Olakanmi [49], a força do fluido no interior da poça de fusão tende a ser balanceada com a pressão de vapor dessas cavidades, causando o colapso do metal líquido e formando poros periódicos. A densidade batida nos traz ainda indícios a respeito da condutividade térmica do pó durante o processo de FSL.

A **Figura 4.3** mostra o resultado dos testes de umidade realizados com o

pó de granulometria $<75 \mu\text{m}$ antes e depois de ser submetido a etapa de secagem. Observa-se que após a secagem do pó, o teor de umidade extraído é inferior ao teor extraído antes da etapa de secagem. Segundo a literatura [49], pós metálicos possuem alto grau de contaminação por umidade, orgânicos, gases adsorvidos, filmes de óxido e nitretos na superfície das partículas. Tudo isso se deve ao fato da elevada área de superfície por unidade de volume dos pós quando comparada aos componentes fundidos ou forjados. Esses contaminantes não somente inibem um bom molhamento, o qual promove boa ligação entre as pistas/camadas e densificação do pó fundido durante a FSL, mas também atuam na redução da densidade e das propriedades mecânicas e geométricas dos componentes consolidados por essa técnica [49]. Os autores Lathabai [69] obtiveram peças produzidas por FSL com densidade relativa $>99\%$, quando os pós de Al-12Si foram submetidos a etapa de secagem antes de serem processados. Uma densidade inferior a 99% foi obtida para peças construídas pela mesma técnica, utilizando o mesmo pó, quando não submetido a etapa de secagem. A utilização do vácuo na etapa de secagem visou evitar a formação/engrossamento da camada de óxido presente na superfície dos pós. Sabe-se que quanto mais espesso o filme de óxido presente na superfície das partículas do pó, maior será a energia requerida para quebrar esse filme durante a FSL. O controle desse filme de óxido deve ser feito, visando uma adequada ligação entre as poças de fusão, trilhas e camadas, o que promoverá componentes produzidos por FSL com boa integridade estrutural, reduzindo por sua vez, a formação de regiões porosas que atuam reduzindo a resistência mecânica das peças. Segundo Zhang et al. [70] uma secagem adequada do pó de Al dever ser feita antes do processamento por FSL. De acordo com estes autores, durante a varredura do laser, a umidade presente na superfície do pó pode ser decomposta no hidrogênio (H_2), favorecendo porosidade por hidrogênio e a combinação entre o oxigênio e o alumínio fundido com a formação da alumina. Além disso, como a solubilidade do H_2 no alumínio fundido é maior que no alumínio sólido (pó de Al), este gás ficará preso no alumínio fundido, contribuindo para formação de poros nos componentes finais [49,70]. Outros autores [71] também obtiveram amostras de ligas do sistema Al-Si-Mg com poros

menores e em menor quantidade quando os pós foram secados antes de serem processados por FSL.

A propriedade de fluidez do pó, como anteriormente mencionada, depende do tamanho e da morfologia das partículas, bem como da presença de satélites. A fluidez do pó com granulometria $< 75 \mu\text{m}$, foi medida antes e depois da etapa de secagem e os valores encontram-se na **Tabela 4.2**. Esses resultados provaram que a fluidez, após a etapa de secagem, foi duas vezes superior a fluidez do pó que não passou pela secagem. Esses valores estão em acordo com os valores de fluidez obtidos para outras ligas de alumínio [72].

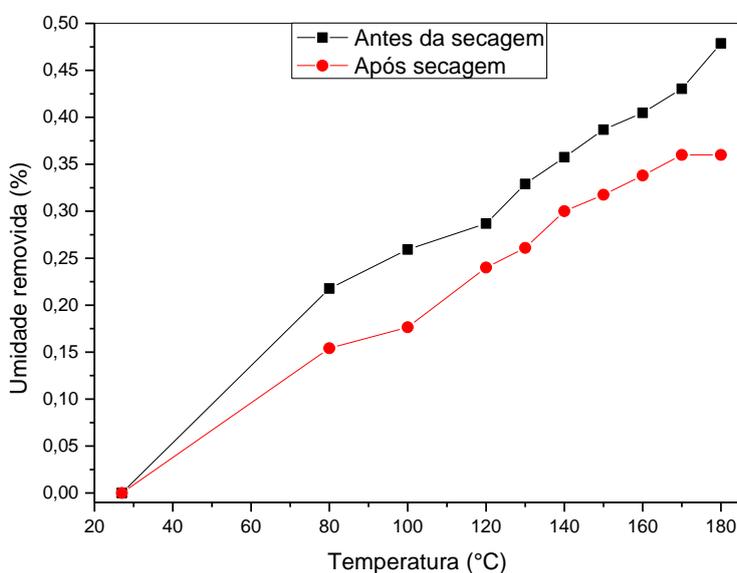


Figura 4.3- Umidade removida em função da temperatura para o pó antes e depois da etapa de secagem em forno a vácuo sob 130°C .

Tabela 4.2- Fluidez do pó antes e depois da etapa de secagem.

Condição do pó	Fluidez
Antes da secagem	$3,47 \pm 0,77$
Após secagem	$6,95 \pm 0,32$

4.1.4 Análise química, microestrutural e térmica

Os resultados da análise química obtidas por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) para os pós indicaram uma composição de $\text{Al}_{95,3\pm 0,7}\text{Fe}_{2,1\pm 0,3}\text{Cr}_{1,6\pm 0,3}\text{Ti}_{1,0\pm 0,1}$ (%at.). Estes valores estão de acordo com a composição nominal da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ (at.%). Durante a FSL, devido à alta densidade de energia de entrada na poça de fusão, pode ocorrer a evaporação dos elementos de liga com consequente alteração da composição química dos componentes finais [49].

Na **Figura 4.4** estão apresentados os espectros de difração de raios-X dos pós nas faixas granulométricas de $<32\ \mu\text{m}$, $32\text{-}45\ \mu\text{m}$ e $45\text{-}75\ \mu\text{m}$. Observa-se que com o aumento da faixa granulométrica, os picos referentes à fase quasicristalina (QC) ($2\theta \sim 41^\circ$ e 43°) tornam-se menos evidentes ou tendem a se decompor em outros picos referentes as fases aproximantes ($\text{Al}_{13}(\text{Cr},\text{Fe})_{2,4}$, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$, $\text{Al}_6\text{Fe}/\text{Al}_3\text{Fe}$), já que essas fases possuem picos próximos aos picos referentes as fases QC. A decomposição desses picos indica que a fase QC diminui em número e volume com o aumento do tamanho das partículas.

As **Figura 4.5a)** e **Figura 4.5b)** foram obtidas por microscopia eletrônica dos pós na faixa de $32\text{-}45\ \mu\text{m}$ embutidos. Essas imagens nos trazem informações da microestrutura das partículas, sendo possível observar a presença da fase QC de formato esférico em tom de cinza claro embebida em uma matriz de alumínio alfa em tom de cinza escuro. A formação de fase e microestrutura estão estritamente relacionados a taxa de resfriamento e as condições locais de solidificação. É importante destacar que partículas menores tendem a resfriar mais rapidamente e/ou se super resfriar antes da solidificação, ambas condições promovem altas taxas de solidificação [26]. Dessa forma, a quantidade de fase QC varia em função da taxa de resfriamento, a qual é inversamente proporcional ao tamanho de partícula [27]. Entretanto, de acordo com Suryanarayana [73], partículas de um mesmo pó, com tamanhos e formatos similares, podem, as vezes, apresentar microestruturas bem diferentes. Comprovando os resultados de DRX, as imagens de MEV revelaram que a microestrutura desse pó consiste de uma matriz de $\alpha\text{-Al}$ com fases QC

embebidas.

As transformações de fases no estado sólido foram investigadas por DSC. As curvas de DSC para as diferentes faixas granulométricas encontram-se na **Figura 4.6**. De acordo com essa análise, apenas as faixas com granulometria de partícula inferior à 45 μm apresentaram o pico exotérmico referente a decomposição da fase QC. Como esperado, as partículas maiores, provavelmente sofreram menores taxas de resfriamento, apresentando por consequência menor volume de fase QC e o resultado é um pico exotérmico de intensidade menor à medida que o tamanho de partícula aumenta. Por isso, é possível observar essa decomposição com maior nitidez no primeiro ciclo de aquecimento para o pó na faixa <32 μm , a qual tem seu início em $\sim 450^\circ\text{C}$. Já para o segundo ciclo, essa alteração na curva não é mais observada, comprovando que a fase QC já foi decomposta nas fases de equilíbrio $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ e $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ no primeiro ciclo de aquecimento.

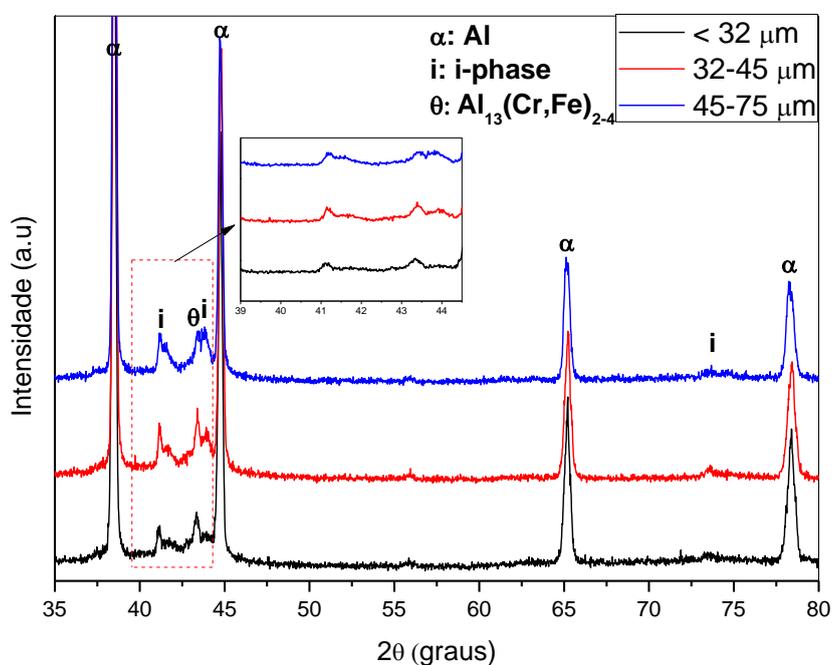
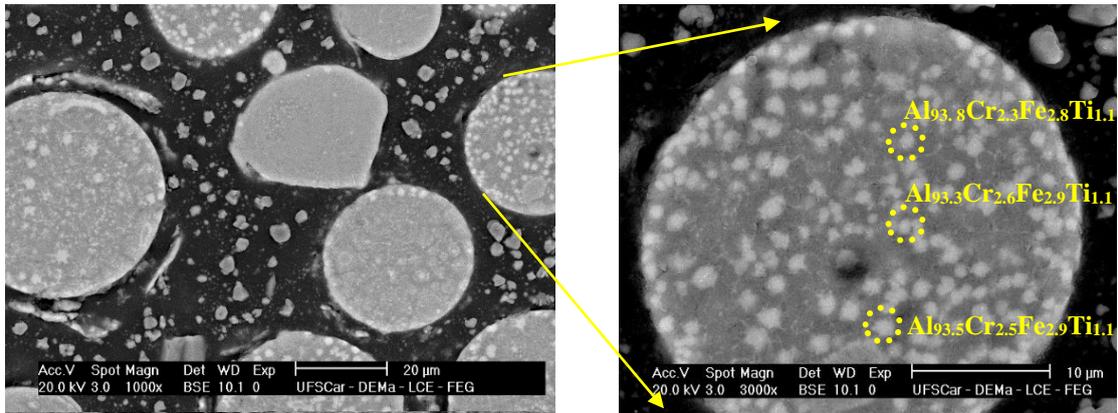


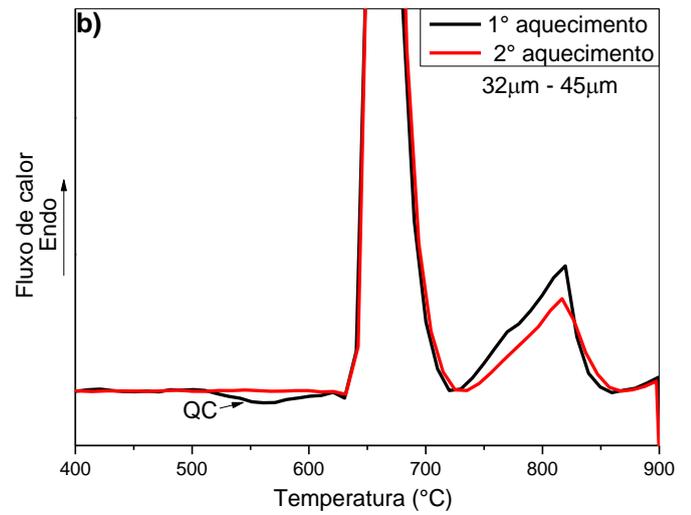
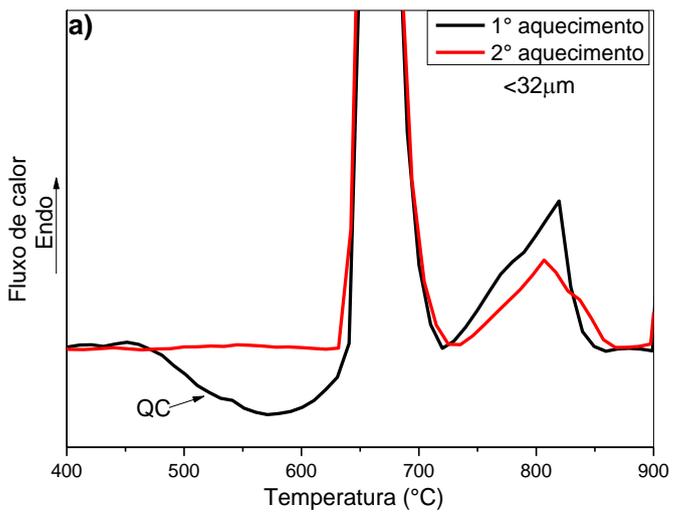
Figura 4.4- Difratogramas de raios-X das diferentes faixas granulométricas dos pós obtidos por atomização a gás.



a)

b)

Figura 4.5- Imagens da faixa granulométrica de 32-45 µm obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).



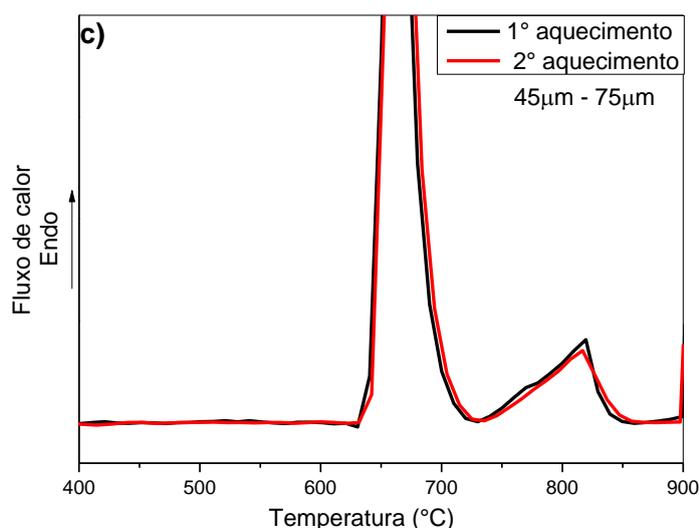


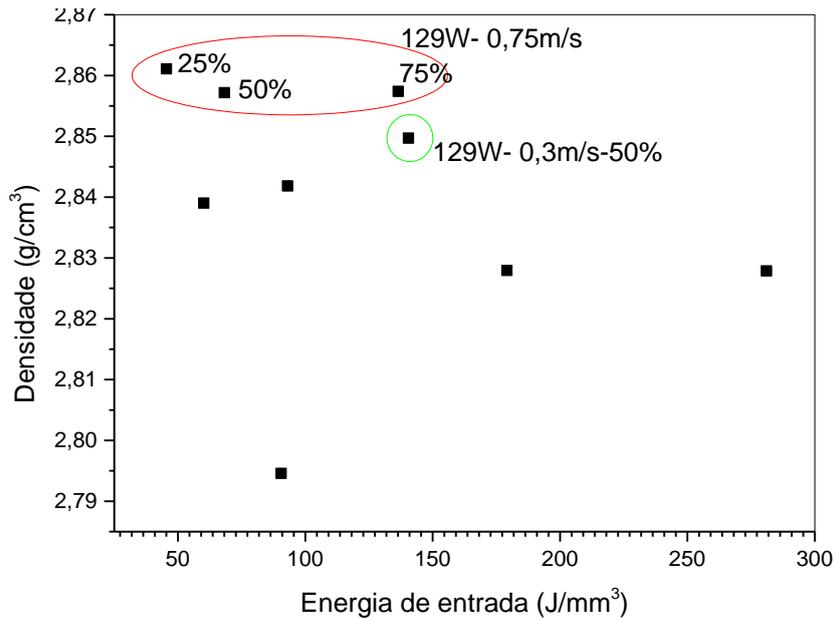
Figura 4.6- Curvas de DSC das diferentes faixas granulométricas dos pós obtidos por atomização a gás.

4.2 Consolidação de amostras por FSL e investigação da formação da fase quasicristalina na liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$

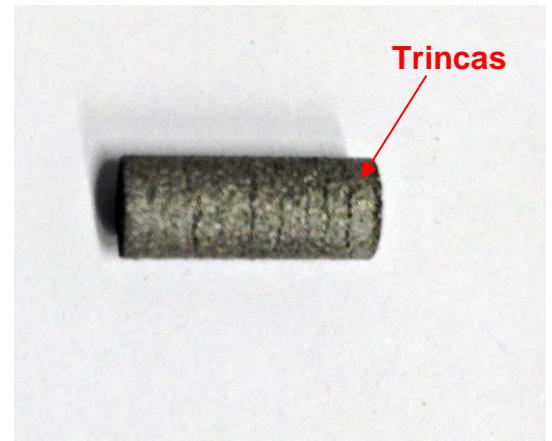
4.2.1 Primeiros testes por FSL utilizando o equipamento SLM50

Os resultados de densidade medidos pelo princípio de Arquimedes dos cilindros da **Figura 3.7** encontram-se na **Figura 4.7a)**. Esses resultados indicaram o conjunto 129W, 750mm/s e 25% de overlapping para a confecção de peças com maior densidade e acabamento superficial razoável. Assim, foram construídos cilindros com as dimensões da **Figura 3.8a)**, os quais apresentaram inúmeras trincas em um dos lados, como mostra a **Figura 4.7b)**. Optou-se então por aquecer o substrato à 200°C, porém os resultados indicaram aglomeração de pó e muita falha de deposição das camadas do pó, resultando em peças com as características da **Figura 4.7c)**. A segunda opção foi utilizar menores velocidades de varredura, selecionou-se então, o segundo conjunto de parâmetros mais adequado de acordo com os resultados de densidade (**Figura 4.7a)**) com maior energia de entrada. Esse conjunto está destacado em verde no gráfico e foi testado com e sem aquecimento. Os melhores resultados se

deram para os testes sem aquecimento do substrato. Desse modo, amostras em diferentes direções de construção (0° , 45° e 90°) em Z foram construídas utilizando 129W, 0,3m/s e 50% de *overlapping* e estão mostradas na **Figura 3.8b**).



a)



b)



c)

Figura 4.7- a) Densidade de Arquimedes em função da energia de entrada para diferentes conjuntos de parâmetros; b) amostras com trincas laterais; c) amostras com erros de fusão.

4.2.2 Densidade, análise química, microestrutural e térmica

Pela **Figura 3.8b)** observa-se que todas as peças construídas em 0°, 45° e 90° por FSL apresentaram uma superfície razoável e a densidade estrutural para estas foi então calculada. Os resultados médios de densidade obtidas por picnometria de gás hélio encontram-se na **Figura 4.8**. A densidade das amostras obtidas por FSL foram plotados juntamente com a densidade teórica ponderada da liga, do pó utilizado no processo de FSL e de amostras obtidas por fundição. Observa-se que a variação na direção de construção das amostras não ocasionou em diferenças significativas nas densidades das mesmas. Com relação a amostra de referência, nesse caso, a obtida por fundição, a densidade das amostras processadas por FSL encontram-se equivalentes àquela. As amostras produzidas com orientação de construção de 0°, apresentaram densidade sutilmente superior às demais amostras. Esse comportamento já era esperado, visto que na direção de 0° em Z, o laser percorre uma área menor a cada camada, reduzindo assim a possibilidade de defeitos como porosidade.

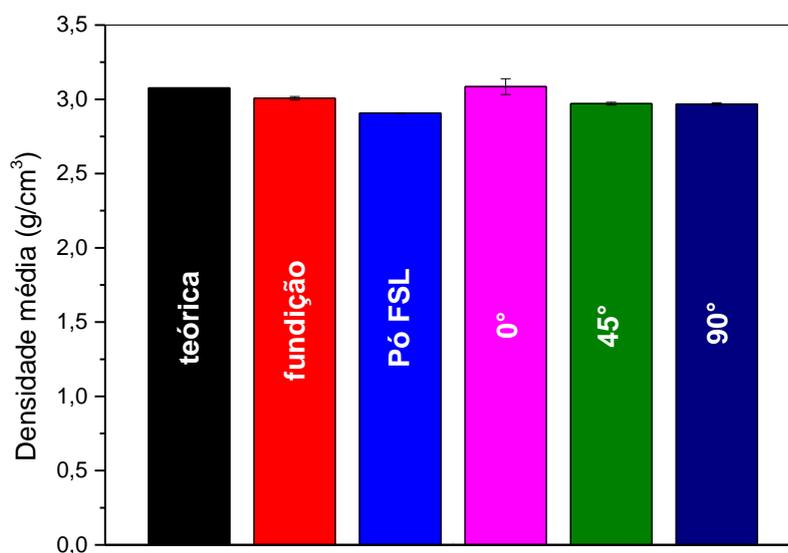


Figura 4.8- Densidade média por picnometria de gás hélio das amostras construídas por FSL a 0°, 45° e 90° em relação à direção de construção (Z), da liga obtida por fundição, densidade teórica da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ e do pó utilizado para a FSL.

Na **Tabela 4.3** encontram-se os valores da análise química obtidas por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) do pó e das peças construídas à 0°, 45° e 90°. Estes valores estão de acordo com a composição nominal da liga de Al₉₅Fe₂Cr₂Ti₁ (at.%). Sabendo-se da possibilidade de evaporação de elementos devido a elevada energia do laser durante a FSL, é importante que a composição química tanto do pó quanto da liga não se altere durante o processamento, garantindo-se propriedades químicas constantes nas peças produzidas. Há ainda uma importante dependência entre a composição química da liga e a formação das fases QC, a qual pode ser alterada em casos de evaporação de elementos.

Tabela 4.3- Composição química (%at.) por EDS das amostras: pó FSL e das amostras construídas a 0°, 45° e 90° em Z.

	Al	Fe	Cr	Ti
Nominal	95,0	2,0	2,0	1,0
Pó	95,3±0,70	2,1±0,32	1,6±0,30	1,0±0,10
0°	96,5±0,06	1,3±0,08	1,1±0,06	1,0±0,08
45°	95,3±0,50	2,0±0,35	1,6±0,19	1,0±0,08
90°	95,5±0,20	2,0±0,12	1,5±0,03	1,0±0,03

A **Figura 4.9** resume os resultados de DRX das amostras extraídas das regiões superior e inferior das peças processadas por FSL nas orientações de 0°, 45° e 90°. Todas as amostras exibiram picos identificados como referentes à fase QC, 2 θ ~ 41° e ~43°. A presença da fase α -Al garante, portanto, que houve a formação de um compósito consistindo de uma matriz dúctil de α -Al e fase QC como reforço. No pó, os picos das posições 2 θ ~ 41° e 43° referentes as fases QC se apresentaram mais evidenciados o que pode estar associado a forma da amostra submetida a análise (forma de pó). Esse fato também pode estar

relacionado a presença de outras fases intermetálicas comumente formadas nesses sistemas, como $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ e/ou $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, ou ainda a fase metaestável $\text{Al}_{13}(\text{Cr,Fe})_{2,4}$. Estas últimas apresentam picos de difração em valores de 2θ similares aos da fase QC.

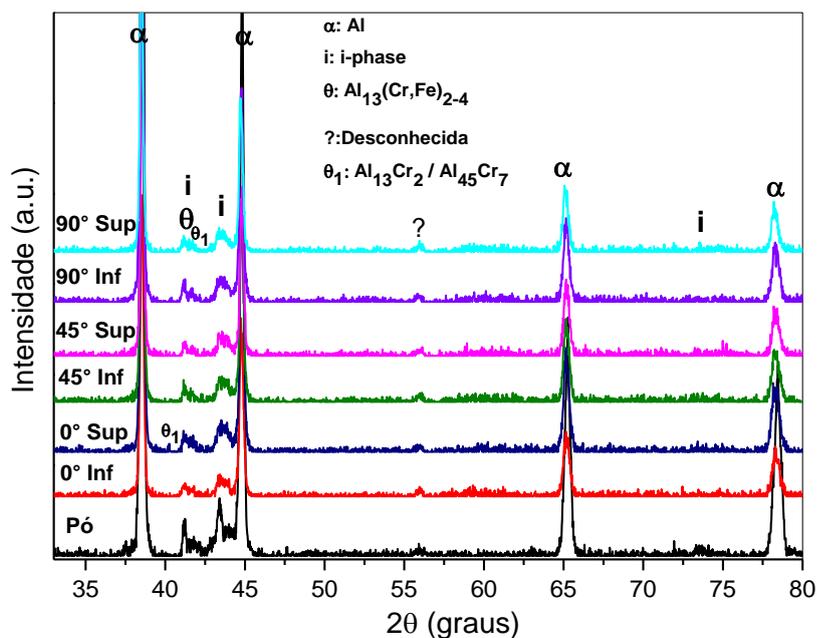


Figura 4.9- Difratomogramas de raios-X das amostras extraídas das regiões inferior e superior das peças construídas a 0°, 45° e 90° em relação à direção de construção Z.

As **Figura 4.10a)- Figura 4.10c)** mostram as curvas de DSC para as amostras extraídas das regiões superior e inferior das peças construídas com orientação de 0°, 45° e 90°, respectivamente. Confirmando os indícios obtidos por DRX, cada amostra evidenciou para o primeiro ciclo de aquecimento uma alteração de caráter exotérmico (indicadas nas imagens) que se inicia por volta de ~ 480°C. As ausências deste pico exotérmico nas curvas do segundo ciclo de aquecimento confirmam que a fase QC foi decomposta durante o primeiro ciclo. Galano et al. [35] reportou curvas de DSC semelhantes para uma liga de $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ obtida por *melt spinning*, com o evento exotérmico se iniciando em ~ 430°C. Os eventos endotérmicos, por sua vez, fazem referência a fusão das

fases cristalinas αAl ($\sim 660^\circ\text{C}$) e $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ ($\sim 790^\circ\text{C}$). Neste trabalho, todas as amostras investigadas apresentaram eventos térmicos em temperaturas muito similares. Com isso confirma-se a equivalência de fases entre as peças construídas em diferentes orientações de construção e, além disso, a homogeneidade destas fases, entre as regiões superiores e inferiores quando considerado peças com mesma orientação de construção.

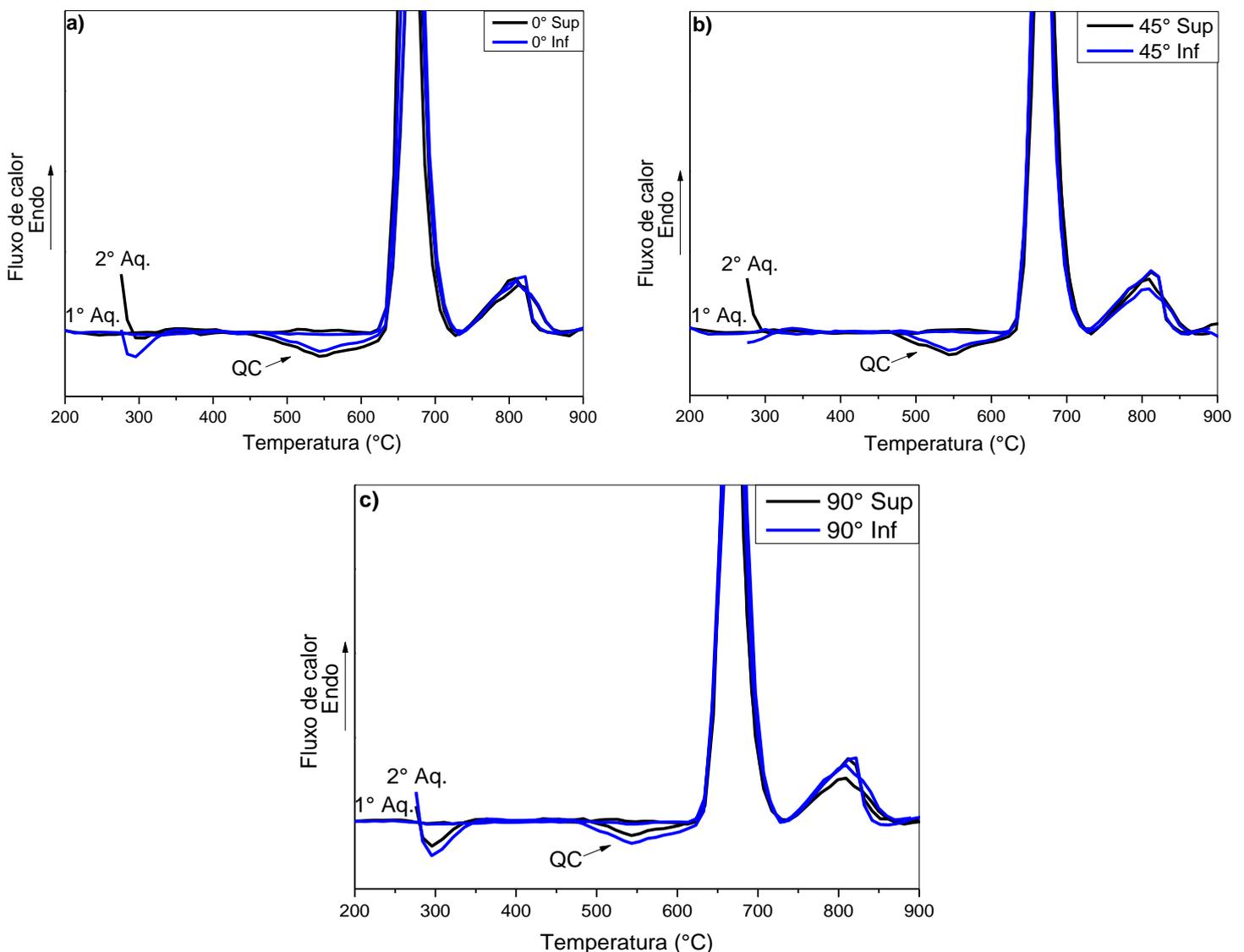


Figura 4.10- Curvas de DSC das amostras extraídas das regiões inferior e superior das peças construídas a: a) 0° , b) 45° e c) 90° em relação a direção de construção Z.

4.2.3 Análise da microestrutura nas amostras preparadas por FSL

A seção com vista superior (transversal) das amostras revelaram padrões de poças de fusão com faixas de varredura entrelaçadas (**Figura 4.11a**), similares à estratégia de varredura utilizada e com a típica escama de peixe ao longo da direção de construção, vista lateral da amostra (**Figura 4.11b**). A profundidade da poça de fusão entre as camadas, medida como a espessura máxima da morfologia de escama do peixe ao longo da direção de construção, variou ocasionalmente entre 10 e 50 μm , podendo ser observado nas **Figura 4.11b**). Como a espessura da camada de pó utilizada foi de 30 μm , isso sugere a ocorrência de refusão através das camadas durante o processo de FSL. A largura da poça de fusão entre pistas (como observado na seção transversal, **Figura 4.11a**) pode atingir aproximadamente o valor do *hatching distance* (distância entre o centro de duas poças de fusão) que, no nosso caso, foi de 102 μm , o que mostra que a área de atuação térmica do laser não excede significativamente o *hatching distance*, porém excede o diâmetro de abertura do laser ($\sim 60 \mu\text{m}$).

As **Figura 4.12a**-**Figura 4.12c**) ilustram as microestruturas características das amostras processadas por FSL quando construídas com diferentes orientações (0° , 45° e 90°) e observadas por MEV. De acordo com os elétrons retro espalhados, o contraste de fase do branco para a fase QC e do cinza para a fase $\alpha\text{-Al}$ primária rica em Al podem ser concluídas. A microestrutura de todas as poças de fusão é similar e se apresentam consistindo de uma matriz de alumínio em solução sólida e precipitações globulares submicrométricas com cerca de 200nm (**Figura 4.12**), que podem ser facilmente identificadas com fases QC, já que esta é a forma característica dos QC desta liga, como tem sido observado em trabalhos anteriores [17,28,74]. As partículas globulares mostraram variação de tamanho e morfologia ao longo do volume da poça de fusão, se apresentando ultra refinadas nas regiões centrais e refinadas nas regiões das bordas da poça de fusão (região termicamente afetada). Nas bordas

das poças, ainda se observa a formação de uma rede celular ou um eutético refinado $<2 \mu\text{m}$, entre os quais as partículas globulares se apresentam maiores e com morfologia de partícula mais irregular. Estas alterações foram atribuídas a mudanças na transferência de calor durante a solidificação rápida da poça de fusão. Além disso, é provável que na região de bordas, essas fases cresçam devido ao reaquecimento a cada fusão subsequente. Ainda assim, a microestrutura encontra-se com tamanho das fases globulares muito refinada. Microestruturas semelhantes foram obtidas por outros autores quando processaram fitas quasicristalinas por *melt spinning* [75], uma mistura de pós de alumínio puro e quasicristalino por FSL [2] e quando refundiram superfícies da liga $\text{Al}_{91}\text{Fe}_4\text{Cr}_3\text{Ti}_2$ por laser [24,29].

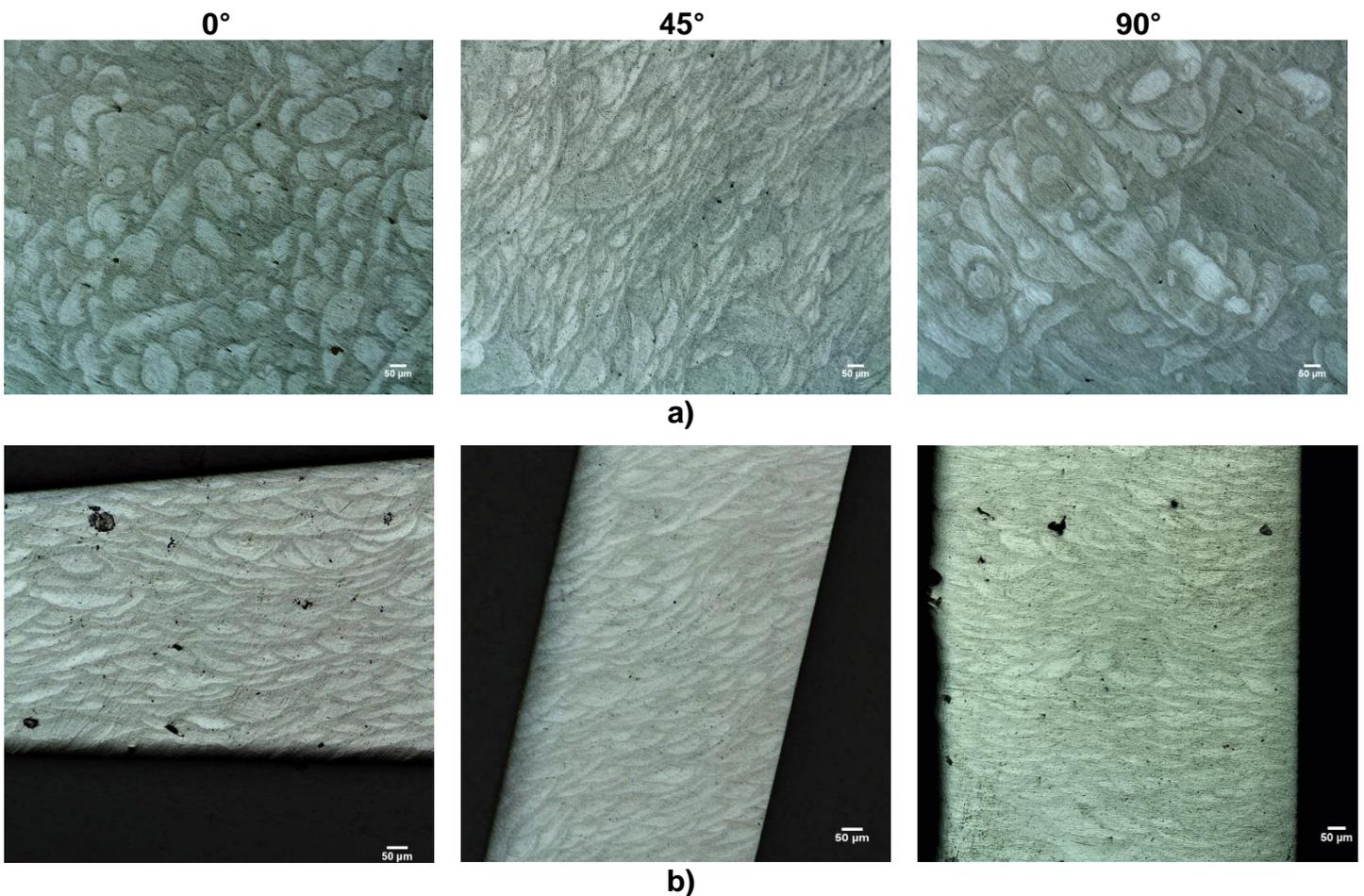
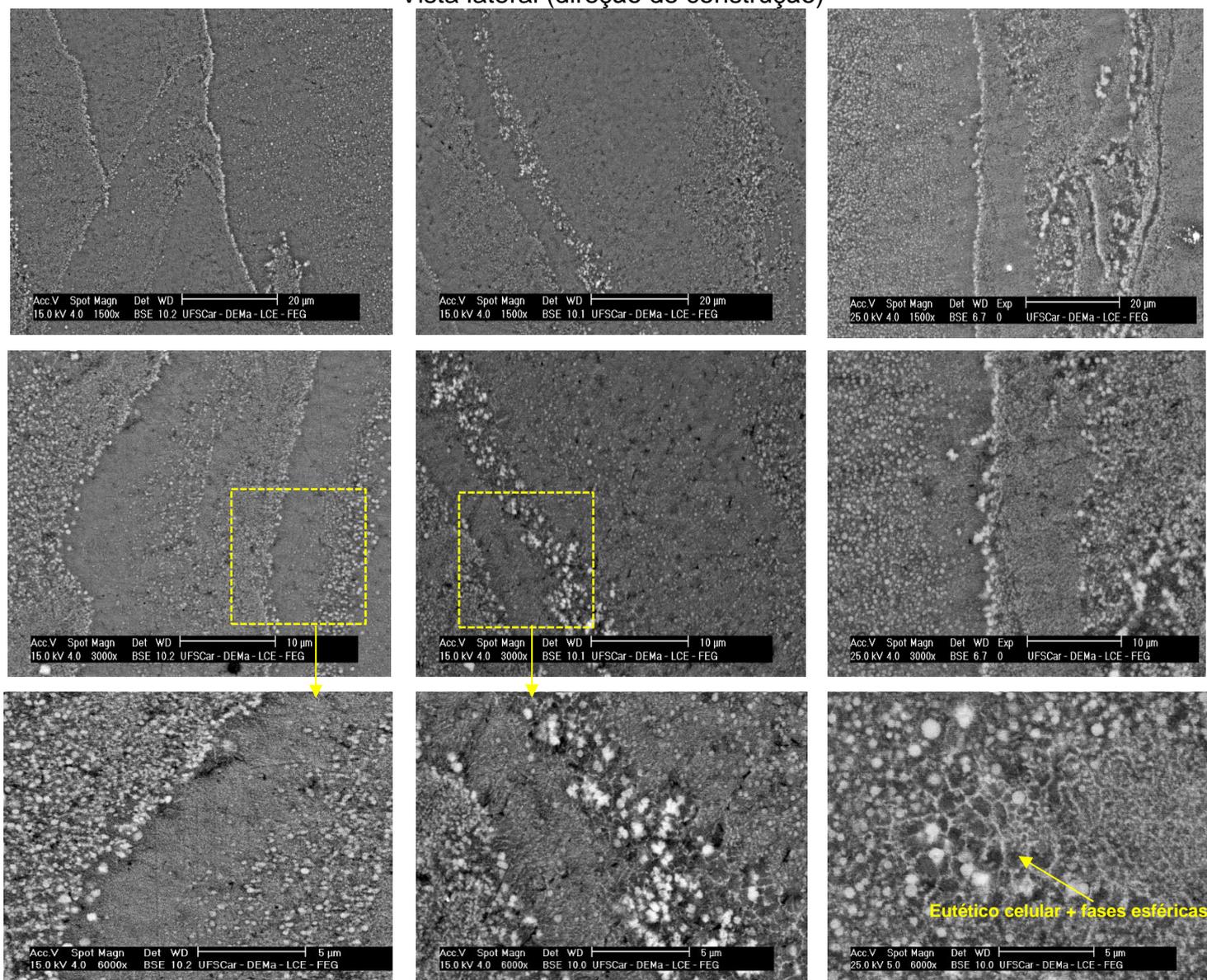


Figura 4.11- Imagens obtidas por microscopia ótica das: a) vista superior (direção de impressão) e b) vista lateral (direção de construção) referentes as amostras construídas a 0°, 45° e 90° em relação à direção de construção (Z).

Vista lateral (direção de construção)



Vista superior (direção de impressão)

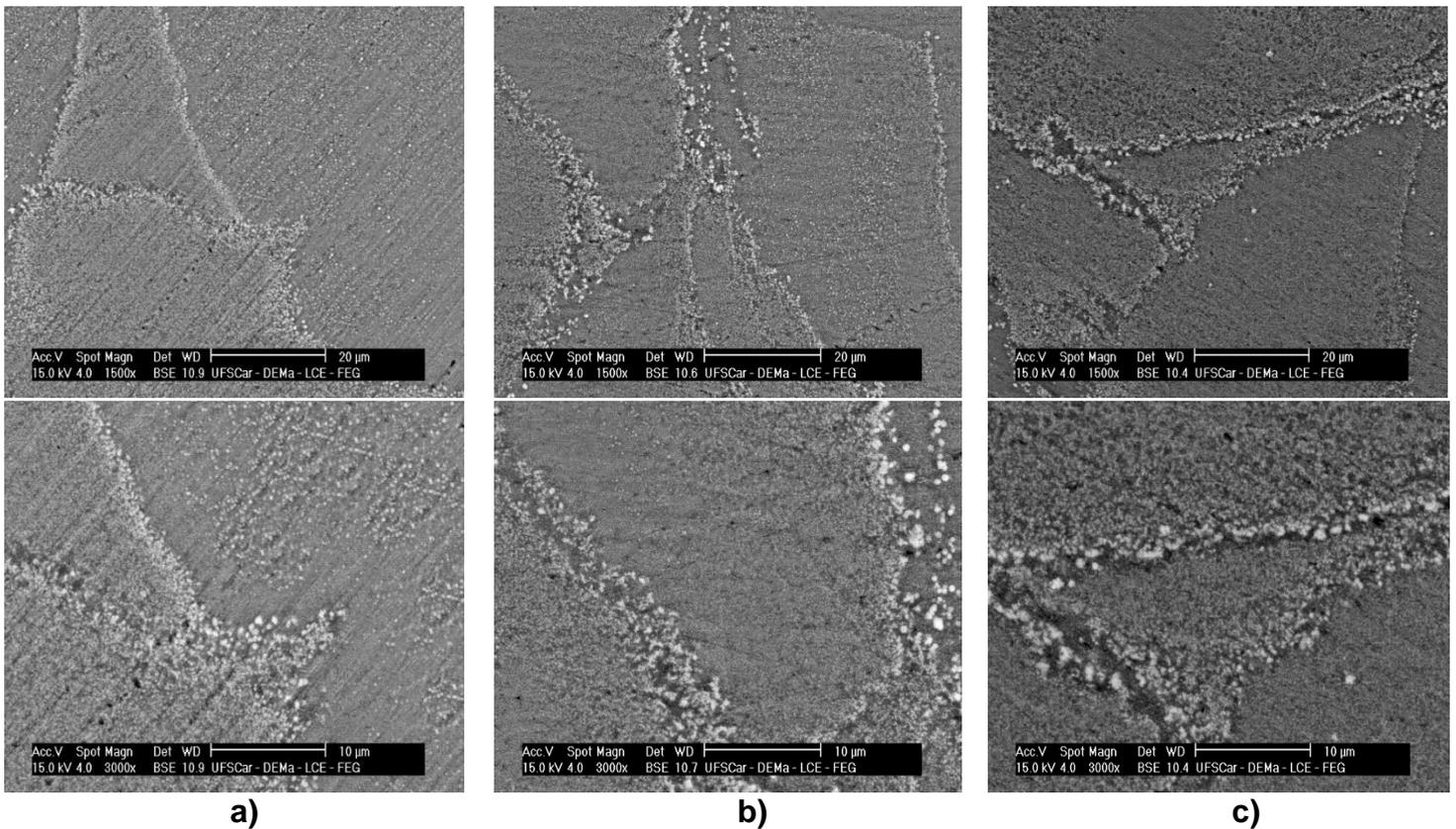


Figura 4.12- MEV das vistas laterais e superiores das peças construídas a: a) 0°, b) 45° e c) 90° em relação à direção de construção (Z).

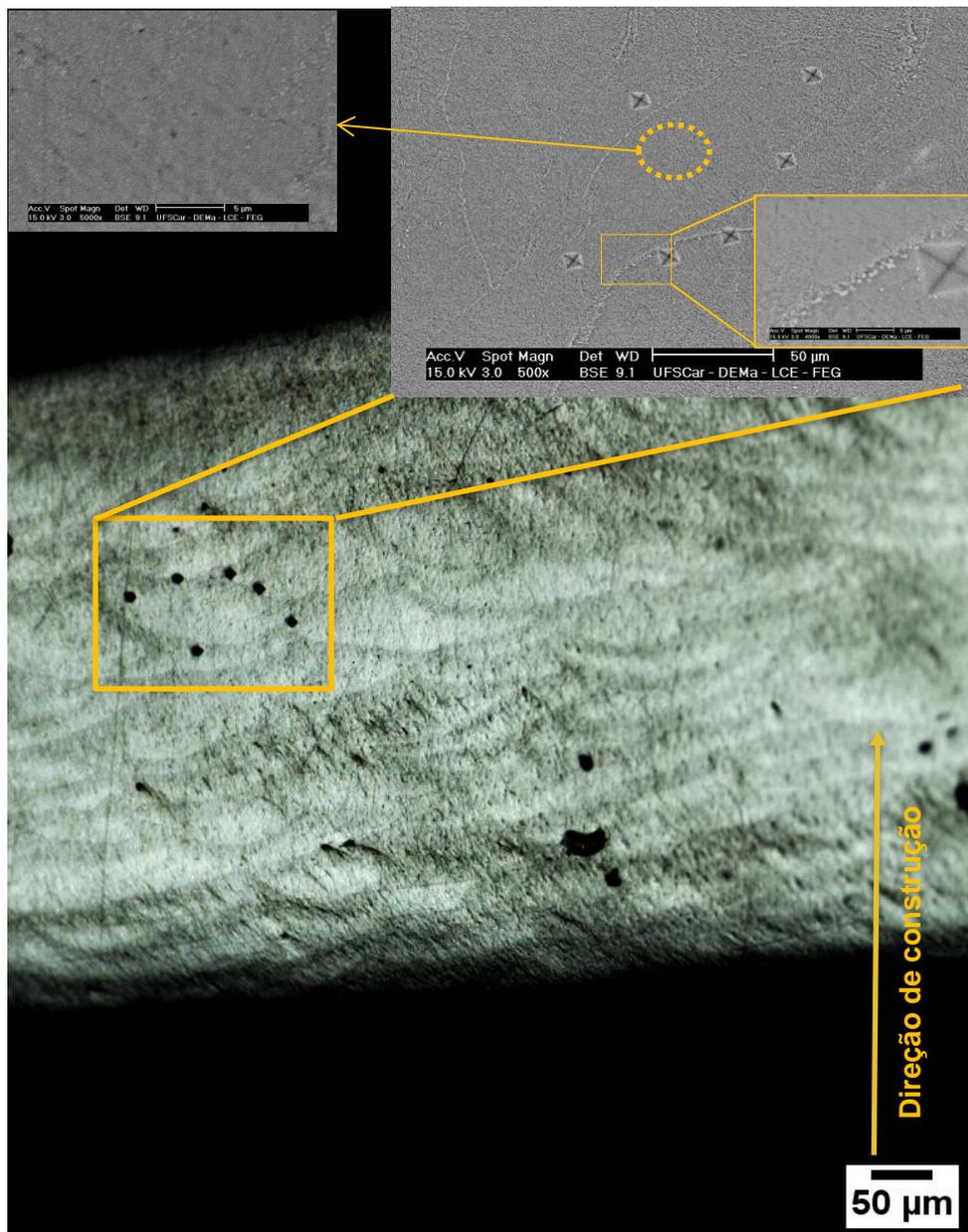
No intuito de identificar e compreender melhor as diferentes zonas da poça de fusão, bem como rastrear a partir dessas, a microestrutura e sua formação, foram construídos os esquemas das **Figura 4.13a) -Figura 4.13c)**. Através dessas imagens é possível identificar que a poça de fusão tem a forma de uma elipse e que tanto para a vista lateral como para vista superior, duas diferentes zonas da poça de fusão podem ser claramente distinguidas; 1) zona fundida pelo laser (ZFL) e 2) zona termicamente afetada (ZTA). A ZTA é a região que dá origem a borda da poça de fusão, como pode ser observado na **Figura 4.13a)**. Um esquema dessas regiões e da possível disposição de fases na poça de fusão encontra-se ilustrado na **Figura 4.13b)**. De acordo com alguns trabalhos para ligas AlSi10Mg [76,77], a temperatura e o tamanho da poça de fusão dependem da potência e da velocidade do laser, sendo porém, mais significativamente dependente da potência do laser. Dessa forma, quanto

maiores as potências do laser, maiores serão as temperaturas de pico alcançadas pela poça de fusão. A velocidade do laser, por outro lado, tem sua maior influência na variação de temperatura da poça. À medida que a velocidade aumenta, menor é o intervalo de tempo para que a temperatura de pico diminua significativamente. Em adição a isso, maiores velocidades do laser resultam em maiores reduções da temperatura de pico.

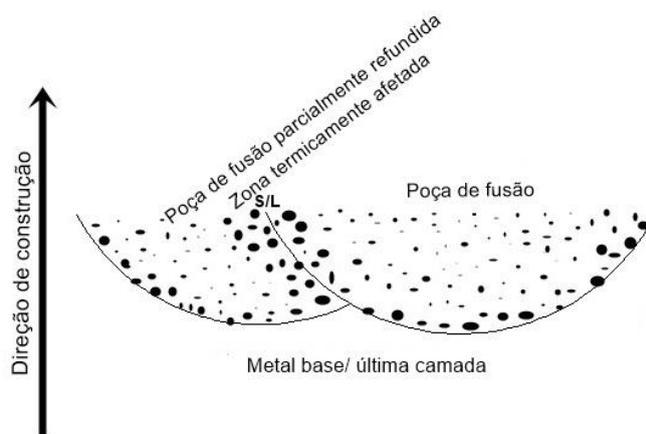
As fases observadas nas regiões centrais das poças de fusão (ZFL) se apresentaram ultra refinadas (escala nanométrica) e bem distribuídas no volume da poça **Figura 4.13a**) e **Figura 4.13c**). Nessas mesmas figuras, para as regiões das bordas da poça de fusão (ZTA), podem ser observados fases refinadas ($<1\mu\text{m}$) e em alguns casos, como visto na **Figura 4.12**, apresentaram-se ainda um eutético-celular bem refinado, ancorado nas fases mais grosseiras. Essa variação de tamanho e morfologia de fases nas poças de fusão deve ser justificada devido às diferentes isothermas, características da poça de fusão durante a varredura do laser. Segundo os autores [76, 77], nas poças de fusão as isothermas estão mais destacadas na região frontal da elipse do que na parte traseira da mesma. Isso porque na parte de trás o calor é rapidamente extraído por condução, em direção a região do metal solidificado, enquanto que o material à frente da região frontal da elipse, ainda se encontra na forma de pó, levando a uma menor capacidade de condução do calor.

Outro efeito importante que deve ser considerado na investigação da formação de fases é que, a cada camada fundida, tanto a temperatura como o tamanho da poça de fusão aumentam gradualmente. Isso pode ser atribuído ao fato de o calor remanescente da camada anteriormente fundida ter influência na camada seguinte [76-78], resultando assim em um efeito de acúmulo de calor ao longo do processo de FSL. Sabe-se que, no início do processo, grande parte do calor é perdido por condução quando comparado a quantidade perdida por convecção e radiação [76-77]. À medida que o número de camadas aumenta, a dominância da perda de calor por condução diminui, e com isso há o decréscimo na perda de energia ao longo da construção da peça, o que promove o aumento da temperatura e do tamanho da poça de fusão. Com isso, ao longo do processo de FSL, as poças de fusão podem se apresentar maiores e de forma irregular,

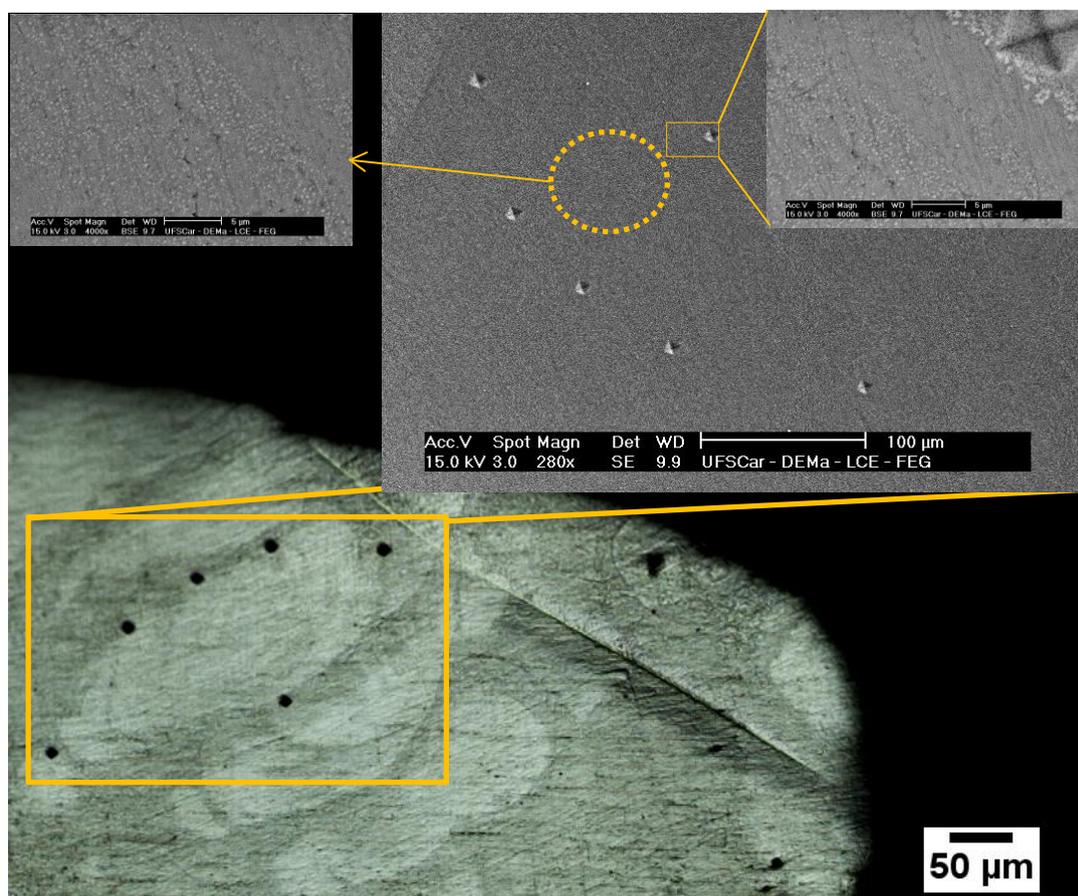
influenciando, por sua vez, na formação de fases nas duas regiões da poça fundida, como mencionado anteriormente.



a)



b)



c)

Figura 4.13- Esquema de investigação da poça de fusão através da microscopia ótica e eletrônica de varredura para a amostra construída a 0° em Z. a) Vista lateral; b) Esquema ilustrativo da microestrutura para a poça de fusão vista lateralmente; e c) Vista superior.

Análises microestruturais através da microscopia eletrônica de transmissão (MET) foram realizadas para confirmar a presença das fases indicadas por DRX, DSC e MEV, bem como para investigar a distribuição dessas fases na matriz α -Al. As **Figura 4.14-Figura 4.16** apresentam os resultados da investigação por MET das amostras construídas a 0° , 45° e 90° em Z.

A **Figura 4.14a)** traz os resultados obtidos para a amostra extraída da região superior da peça construída a 0° em Z. Para essa amostra, a presença de fases ultra refinadas (200nm) e refinadas (400nm) dispersas na matriz α -Al foi comprovada através das imagens das **Figura 4.14a1)-a3)**. Na **Figura 4.14a3)** é possível ainda observar que existe uma região de transição entre partículas ultra refinadas e refinadas. Para a partícula em destaque na **Figura 4.14a4)** o padrão de difração com simetria *five-fold* (**Figura 4.14a5)** foi obtido, confirmando a presença da fase icosaedral quasicristalina (i-QC). Com a inclinação desta mesma partícula, o feixe de elétrons convergente revelou o padrão de difração da **Figura 4.14a6)**, confirmando a presença de fases cristalinas aproximantes a fase i-QC, como $Al_{13}(Cr,Fe)_{2,4}$ e/ou $Al_{45}Cr_7/Al_{13}Cr_2$, e indicando que estas fases se encontram aderidas a superfície da partícula i-QC. A formação da fase cristalina metaestável $Al_{13}(Cr,Fe)_{2,4}$ e do composto $Al_{13}Cr_2$ em ligas do sistema Al-Fe-Ti-Cr quando submetidas a solidificação rápida é muito reportada na literatura [18, 21, 74]. Através das imagens com contrastes de campo claro (**Figura 4.14a7)**) e campo escuro (**Figura 4.14a8)**) identificou-se que a matriz α -Al apresenta uma morfologia do tipo celular. A associação dessas imagens com os mapas de EDS das **Figura 4.14a9)-Figura 4.14a12)** permitiu identificar que, enquanto a região intercelular é rica em Fe, a intracelular é rica em Al e que a fase i-QC é rica em todos os elementos componentes da liga (Al, Fe, Cr e Ti).

A **Figura 4.15a)** e **Figura 4.15b)** trazem os resultados obtidos para as amostras extraída da região superior e inferior de uma peça construída à 45° em Z, respectivamente. A imagem da **Figura 4.15a1)** mostram uma matriz de α -Al em solução sólida rica em fases ultra refinadas (~200nm) e fases que se apresentam como partículas globulares de refinamento variável. Com o auxílio

da magnificação foi possível confirmar que a interface da partícula globular se encontra livre de outros precipitados **Figura 4.15a2**). O padrão de difração da área α -Al + fases ultra refinadas **Figura 4.15a3**), apresentou anéis com alguns *spots*, sendo estes últimos referentes a difração da fase α -Al. O padrão de difração de anéis, por sua vez, procede das partículas ultra refinadas, indicando que essas partículas tem orientações aleatórias, o que é justificado pelo fato dessas fases terem se formado primeiro, durante o processo de solidificação, seguidas pela solidificação da fase α Al a partir do líquido remanescente. Além disso, para esse padrão, observa-se um espalhamento na reflexão dos padrões de anéis (“anéis borrados”), sugerindo, de acordo com Inoue et al. [8], que essas partículas possuem estrutura muito desordenada com alta densidade de defeitos *phason* e com domínio de fases cristalinas aproximantes. A difração utilizando feixe convergente nas partículas ultra refinadas resultou em um padrão (**Figura 4.15a4**) que sugere a presença de fases cristalinas aproximantes ($\text{Al}_{12}\text{CrFe}_2/\text{Al}_{13}(\text{Cr,Fe})_{2,4}$). Em adição, o padrão de difração da área α Al + i-QC (**Figura 4.15a5**)), já sugere a presença da fase i-QC, a qual é comprovada pelo padrão de difração com simetria típica *five-fold* (**Figura 4.15a6**) resultante da difração por feixe convergente na partícula i-QC. As composições das fases i-QC e das fases ultra refinadas apresentaram-se muito próxima como indicado pelas composições químicas obtidas por EDS. A microestrutura da amostra proveniente da região inferior da peça se apresenta rica em fases com composição química ($\text{Al}_{84,93}\text{Fe}_{5,44}\text{Cr}_{7,78}\text{Ti}_{1,83}$), similar a fase i-QC ($\text{Al}_{87,61}\text{Fe}_{4,73}\text{Cr}_{5,46}\text{Ti}_{2,17}$) encontrada na região superior dessa mesma amostra, porém de morfologia diferente como mostrado nas imagens da **Figura 4.15b1**) e **Figura 4.15b2**)). Estas composições são muito semelhantes às obtidas por outros autores como Chlupova [17] e Kimura [79], onde a composição química da fase i-QC para a liga $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ foi de $\text{Al}_{84,2}\text{Fe}_{7,0}\text{Cr}_{6,3}\text{Ti}_{2,5}$. Os planos de difração da fase α -Al foram indexados e encontram-se indicados na imagem da **Figura 4.15b3**). O padrão de difração da fase dispersa na matriz foi indexado com a fase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ (**Figura 4.15b4**)), fase essa conhecida como aproximante cristalina da fase i-QC. É importante ressaltar que, como a região inferior da peça sofre mais ciclos de aquecimento, essa é uma região favorável a precipitação da

fase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.

A **Figura 4.16a)** e **Figura 4.16b)** trazem os resultados obtidos para as amostras extraída da região superior e inferior de uma peça construída a 90° em Z, respectivamente. A microestrutura das regiões superior e inferior se apresentam similares como indicam as **Figura 4.16a1)**, **Figura 4.16a6)**, **Figura 4.16a7)** e **Figura 4.16b1)**. Por essas imagens é possível observar uma matriz α -Al rica em fases de refinamento e morfologia variável. Destacando-se a presença de fases com morfologia globular bem dispersas na matriz. Essa fase encontra-se em destaque na **Figura 4.16a2)**. O padrão de difração na área α -Al + i-QC (**Figura 4.16a3)**) mostra *spots* referentes a essas duas fases. A difração utilizando feixe convergente na partícula da **Figura 4.16a2)**, em duas de suas dimensões, resultou nos padrões de simetria *three-fold* (**Figura 4.16a4)**) e *two-fold* (**Figura 4.16a5)**), simetrias essas tipicamente encontradas em fases i-QC. A composição da partícula globular destacada na **Figura 4.16a6)** foi medida obtendo-se $\text{Al}_{87.9}\text{Fe}_{4.7}\text{Cr}_{5.8}\text{Ti}_{1.6}$. Pela imagem da **Figura 4.16a7)** associada ao mapa de EDS das **Figura 4.16a8)**-**Figura 4.16a11)** observa-se que as fases presentes são ricas em todos os elementos da liga. A amostra da região inferior apresentou contornos de grãos da fase de α -Al bem mais definidos que os contornos da amostra da região superior, como pode ser observado pelas imagens da **Figura 4.16a7)** e **Figura 4.16b1)**. Para as imagens da **Figura 4.16b1)** e **Figura 4.16b5)**, observa-se que, além da fase QC a presença de outras fases na matriz α -Al não é apreciável nessa amostra. O padrão de difração na área α -Al + QC (**Figura 4.16b7)**) sugeriu a presença da fase α -Al e da i-QC. Essas fases foram melhor investigadas por difração de feixe convergente na matriz (**Figura 4.16b3)** e **Figura 4.16b8)**) e nas fases globulares, **Figura 4.16b4)** (referente a partícula destacada na **Figura 4.16b2)** e **Figura 4.16b9)** (referente a partícula destacada na **Figura 4.16b6)**). Os padrões com simetria *two-fold* obtidos para as partículas globulares confirmam a natureza da fase i-QC. Sabe-se que o padrão de difração *two-fold* da fase i-QC favorece uma relação de orientação com a fase α -Al, que resulta em melhoras nas propriedades mecânicas da liga [33]. A composição química das fases demarcadas na **Figura 4.16b6)** revelou ainda uma matriz rica em Al e Fe, e QC icosaedrais de

composição $\text{Al}_{83.8}\text{Fe}_{6.9}\text{Cr}_{6.7}\text{Ti}_{2.6}$. A **Figura 4.16b10**) obtida por contraste de campo escuro mostra as fases i-QC bem dispersas na matriz e pela associação dessa imagem ao mapa de EDS das **Figura 4.16b11)-Figura 4.16b14)** confirma-se que essas fases são ricas em todos os elementos da liga, enquanto os contornos da $\alpha\text{-Al}$ são ricos no elemento Fe. Dessa forma, apesar das regiões inferior e superior da peça construída a 90° estarem mais próximas (em distância) do que as mesmas regiões para amostras construídas em 0° e 45° , o que resultou em microestruturas mais parecidas, o reaquecimento sofrido pela região inferior promoveu uma matriz com contornos mais ricos no elemento Fe.

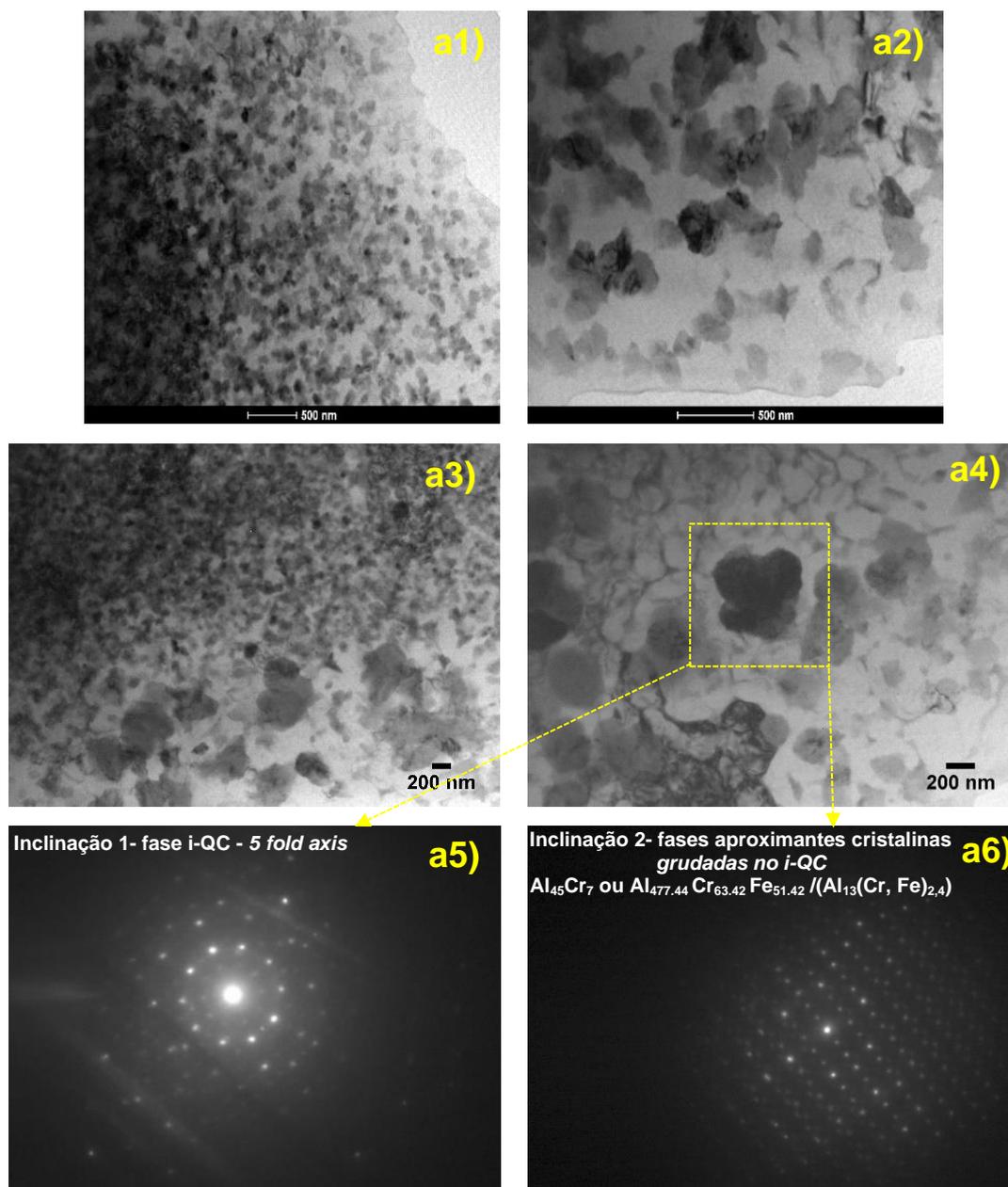
Sob uma visão geral, observou-se que todas as amostras apresentaram partículas refinadas (em escala nanométrica) distribuídas na matriz de Al. Os autores [19,80] trabalharam com pós extrudados e fitas, respectivamente, da liga $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ (at.%) e obtiveram microestruturas e refinamento similares as obtidas neste trabalho. As fases i-QC bem esféricas não apresentaram contorno de alto ângulo apreciável na matriz de Al, o que é justificado pela precipitação primária da fase i-QC seguida da solidificação da fase $\alpha\text{-Al}$ a partir do líquido remanescente. A natureza das partículas i-QC neste trabalho foi confirmada pelos padrões de difração, onde obtivemos as simetrias típicas *two-fold*, *three-fold* e *five-fold*. De acordo com a literatura [23,33,81- 82] os padrões de difração de elétrons apresentando simetria *two-fold*, *three-fold* e *five-fold* confirmam a presença da fase i-QC. Segundo [33], o caso ideal de relação de orientação cristalográfica entre essas duas fases acontece quando os três eixo de orientação *two-fold* da fase i-QC (que são perpendiculares entre si) estão paralelas as direções $[1\bar{1}1]$, $[110]$ e $[11\bar{2}]$ da fase $\alpha\text{-Al}$. As relações de orientação com esses eixos são denominadas de relação de orientação de primeira ordem, sendo esta, o caso ideal e muito comum quando se trata de grãos equiaxiais em escala nanométrica para ligas do sistema Al-Fe-Ti-Cr solidificadas rapidamente. Ainda segundo [33], para os casos em que há relação de orientação, por volta de 80% dessa relação se caracteriza como sendo de primeira ordem e orientada com a direção $[11\bar{2}]$ da fase $\alpha\text{-Al}$.

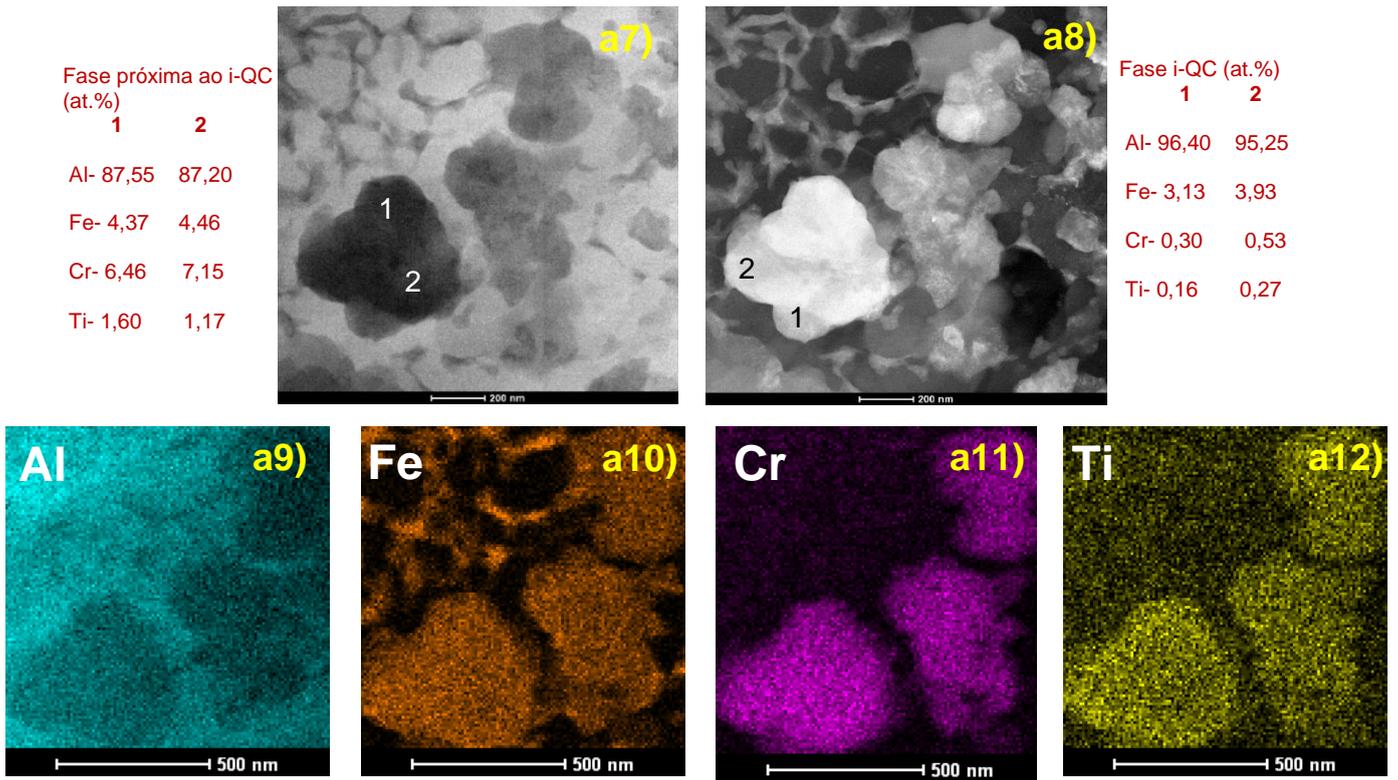
Trabalhos com solidificação rápida de ligas do sistema Al-Fe-Ti-Cr [30, 33] tem reportado que tanto as fases i-QC como as demais fases possíveis para

esse sistema ($\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$, $\text{Al}_{13}(\text{Cr}, \text{Fe})_{2,4}$) se apresentam localizadas nos contornos de grãos da fase de $\alpha\text{-Al}$, como partículas intergranulares. No nosso trabalho, essa tendência só foi observada para as regiões que sofreram mais ciclos de reaquecimento (regiões inferiores das peças), tendo essas se apresentado com contornos ricos em Fe, o que pode ter favorecido a precipitação da fase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. Por outro lado, as demais fases se apresentaram distribuídas em toda a matriz $\alpha\text{-Al}$. Sabe-se que, além das fases i-QC, as demais fases presentes na matriz de $\alpha\text{-Al}$ podem contribuir melhorando as propriedades mecânicas das ligas, principalmente se esses compostos se apresentam como grãos equiaxiais refinados e bem dispersos na matriz [33]. Essa microestrutura do tipo compósito pode efetivamente melhorar as propriedades mecânicas das ligas, especialmente em temperatura ambiente. As partículas i-QC, por sua vez, quando bem dispersas na microestrutura resultam em melhoras na resistência a quente da liga. Essa efetividade no aumento da resistência a quente das ligas advém da relação de orientação cristalográfica entre a fase i-QC e a fase $\alpha\text{-Al}$. De acordo com os resultados de análise química por EDS, as partículas de i-QC consistem dos quatro elementos constituintes da liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$ (at.%) e estas fases, quando presentes em diferentes regiões das amostras, apresentaram composições químicas diferentes. Isso é explicado pelos diferentes históricos térmicos, os quais cada amostra e cada região pode sofrer. De acordo com [33], a fase icosaédrica pode diferir significativamente em composição química de outros QC icosaédricos encontrados na literatura.

É importante destacar que, as condições durante a FSL promovem solidificação fora do equilíbrio e as altas taxas de resfriamento atingidas pela poça de fusão favorecem a formação de uma variedade de estados sólidos metaestáveis. Além disso, o caminho de solidificação pode se tornar bastante complexo e frequentemente as microestruturas das peças se apresentam como uma mistura de fases cristalinas estáveis e/ou metaestáveis, fases quasicristalinas e/ou amorfas [26,51,55]. Frente a isso, deve-se considerar que mesmo os resultados de MET indicando diferenças microestruturais entre peças construídas em diferentes orientação (0° , 45° e 90°) e entre diferentes regiões (inferior e superior), acredita-se que a limitação do tamanho da amostra

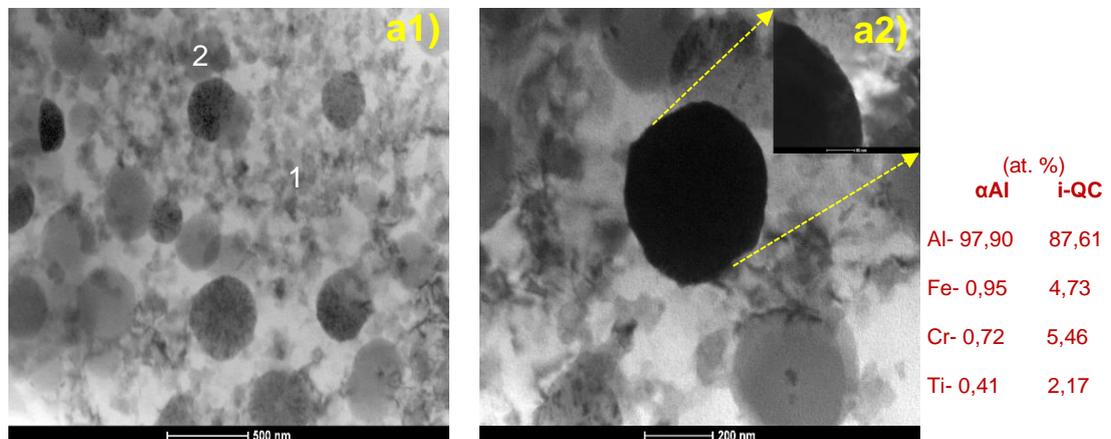
submetida a análise, associada a dificuldade de determinação da área de análise (centro, borda ou ZTA) da poça de fusão, podem ter contribuído para as diferenças observadas.





a)

Figura 4.14- a1)-a4) Imagens obtidas por MET da amostra proveniente da região superior da peça construída a 0° em Z, a5)-a6) padrões de difração obtidos com feixe convergente na partícula destacada na imagem a4); imagens de a7) campo claro e a8) campo escuro, com a referente composição química e a9)-a12) mapas de EDS (Al, Fe, Cr e Ti).



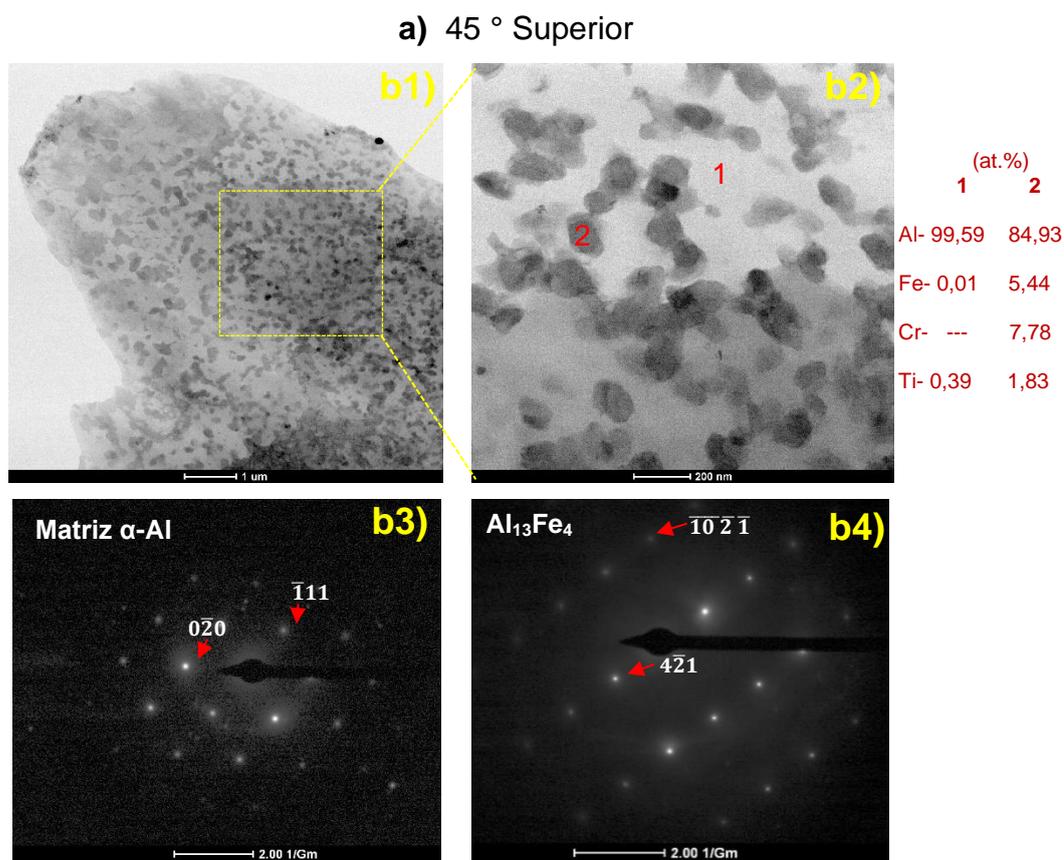
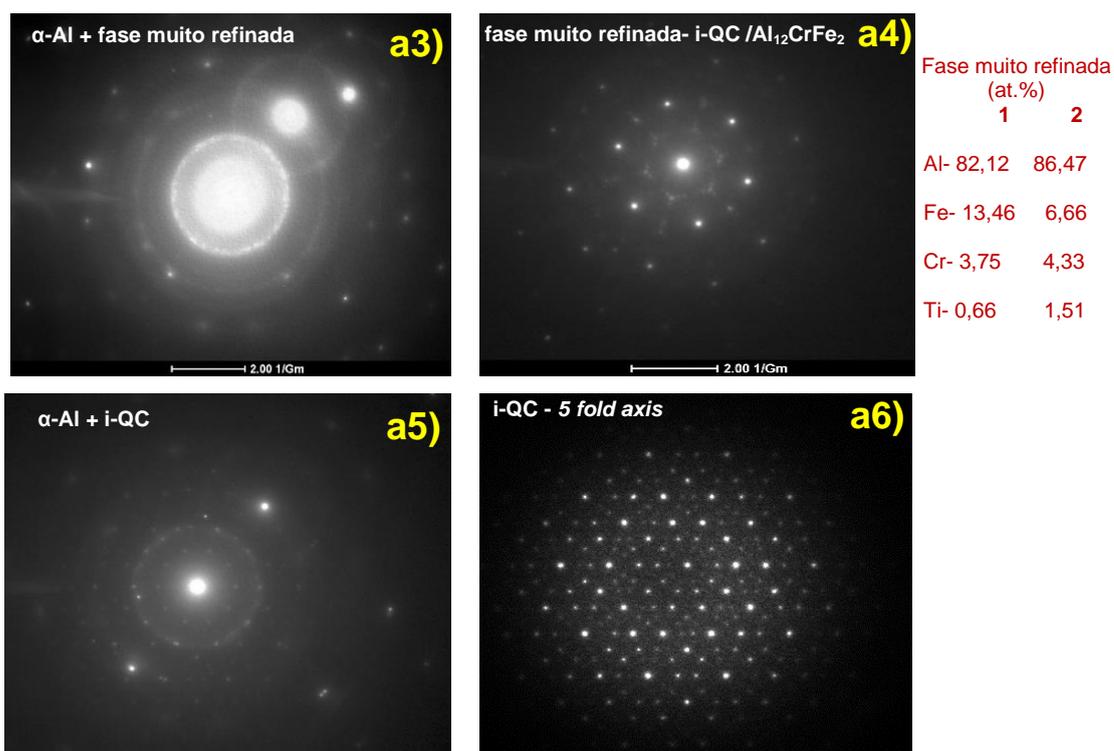
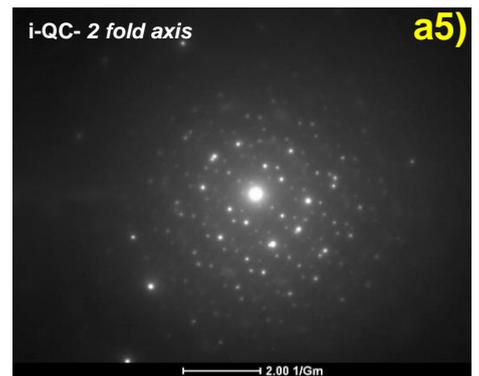
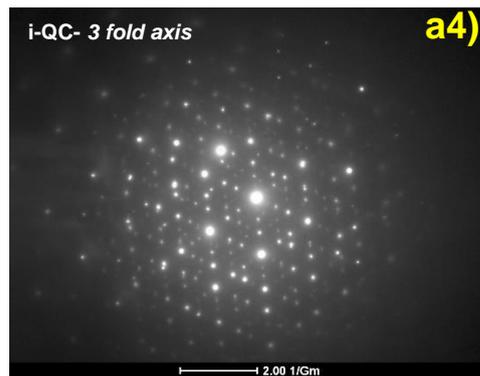
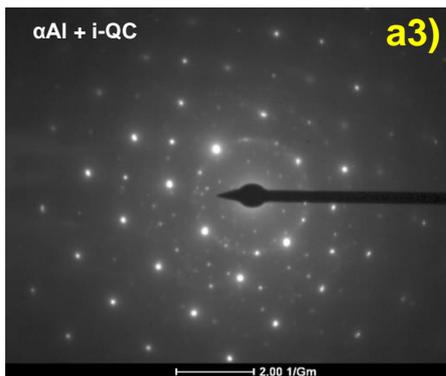
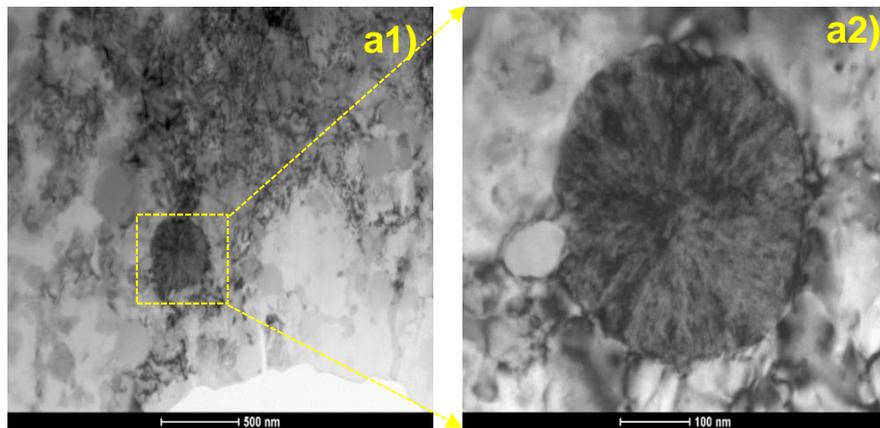
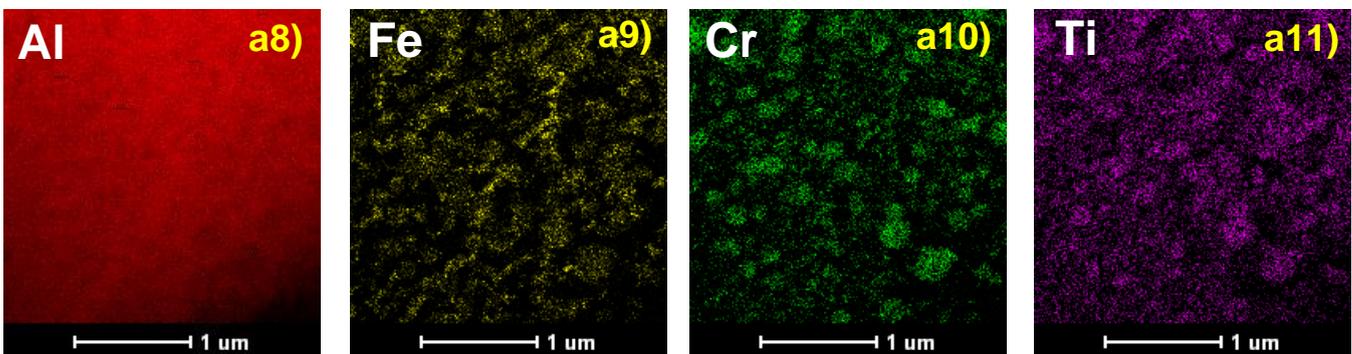
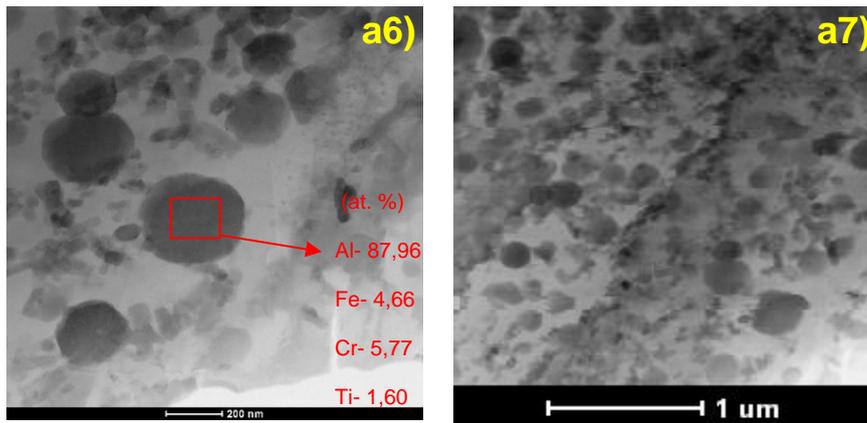


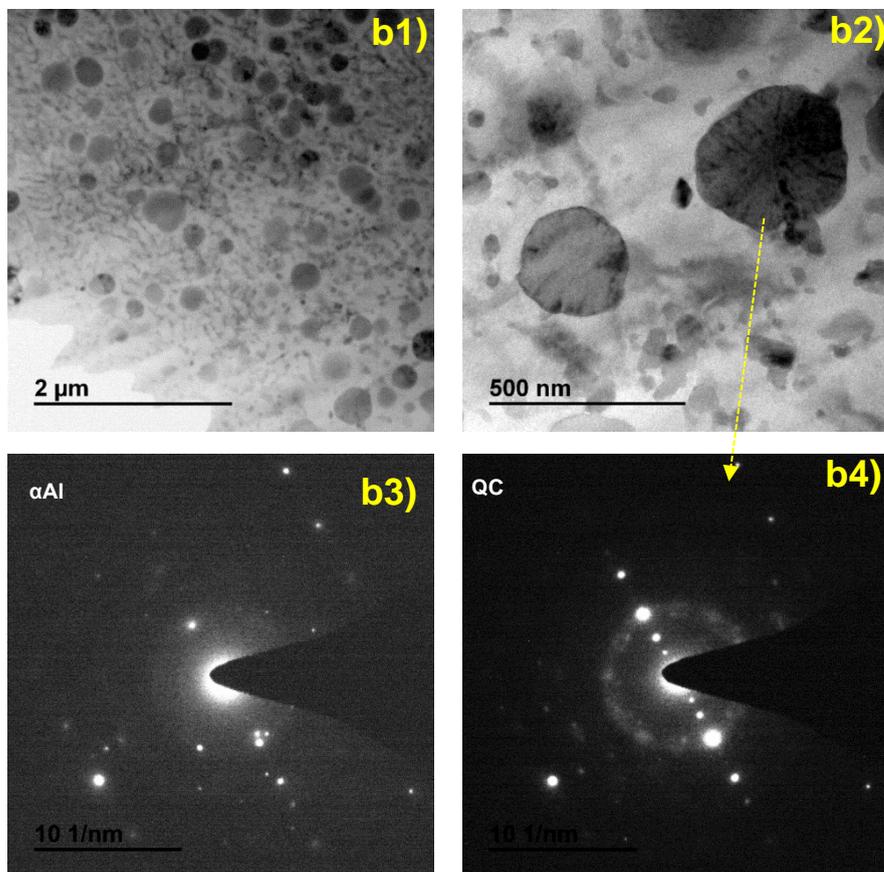
Figura 4.15- a1)-a2) Imagens obtidas por MET para a amostra proveniente da região superior da peça construída a 45° em Z, a3) padrão de difração de

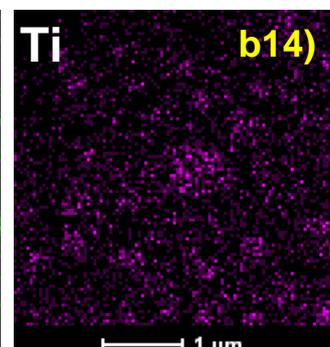
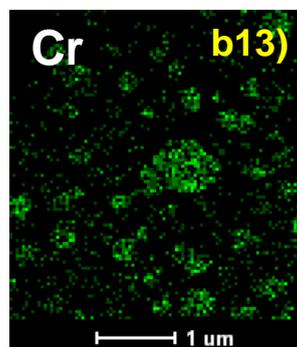
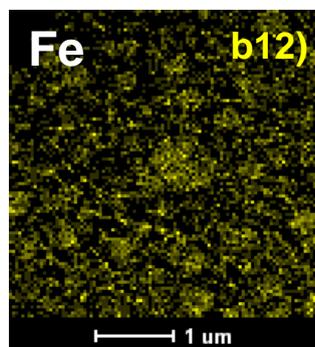
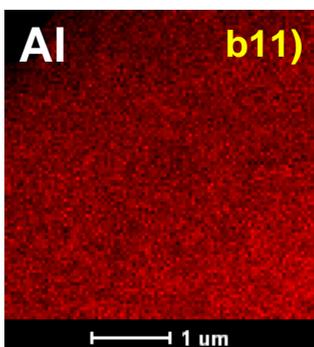
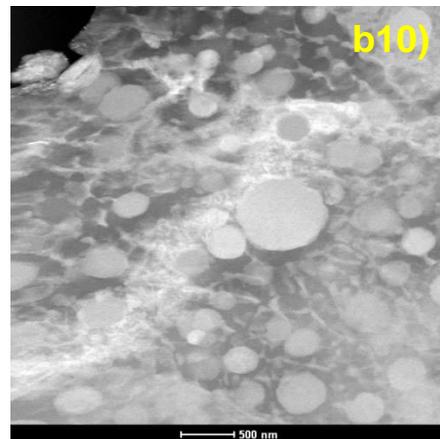
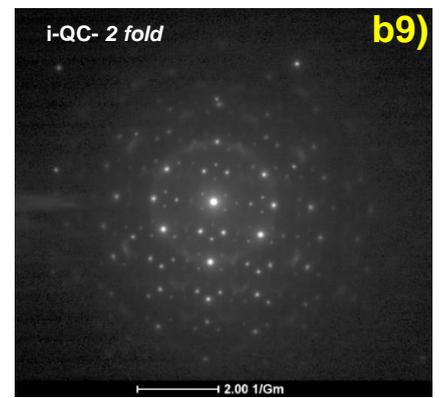
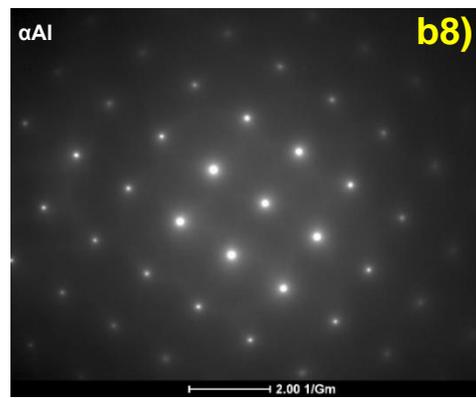
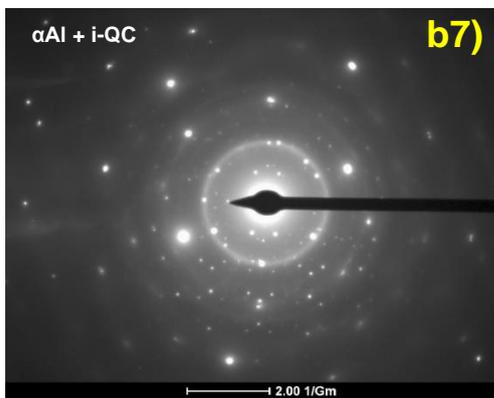
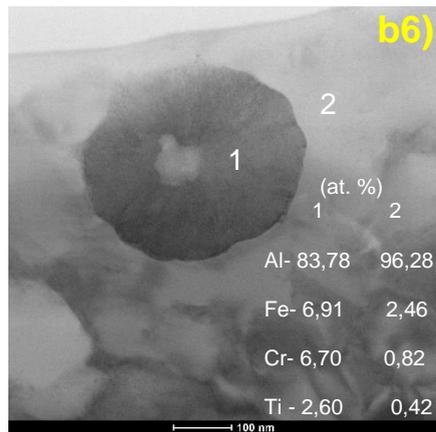
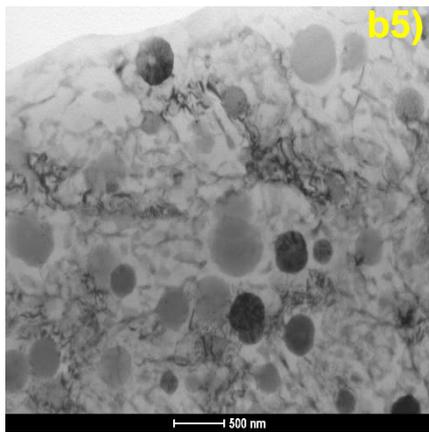
elétrons na área (α -Al + fase muito refinada), a4) padrão obtido por feixe convergente na partícula muito refinada, a5) padrão de difração de elétrons na área (α -Al + i-QC), a6) padrão obtido por feixe convergente na partícula i-QC e resultados da composição química por EDS das fases correspondentes; b1)-b2) Imagens obtidas por MET para a amostra proveniente da região inferior da peça construída a 45° em Z, com os resultados de análise de composição química por EDS das fases marcadas e padrões de difração de elétrons com feixe convergente nas fases, b3) α -Al e b4) $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.





a) 90° Superior





b) 90° Inferior

Figura 4.16- a1)-a2) Imagens obtidas por MET para a amostra proveniente da região superior da peça construída a 90° em Z; a3) padrão de difração de área α -Al+ i-Q; a4) e a5) padrões de difração obtidos por feixe de elétrons convergente em eixos diferentes da partícula i-QC destacada na imagem a2); a6) imagem com partícula i-QC destacada e analisada por EDS; a7) imagem de campo claro associada as imagens a8)-a11) mapas de EDS (Al, Fe, Cr e Ti); b1)-b2) Imagens obtidas por MET para a amostra proveniente da região inferior da peça construída a 90° em Z, padrão de difração obtidos por feixe convergente na, b3) matriz α -Al e b4) partícula i-QC; b5) imagem de MET da matriz α -Al rica em fase i-QC; b6) imagem de campo claro da partícula i-QC com resultado de EDS associado as fases demarcadas; padrões de difração de elétrons na, b7) área (α -Al + i-QC), b8) matriz α -Al e b9) partícula i-QC; b10) imagem de campo claro da matriz α -Al rica em fase i-QC associada as imagens b11)-b14) mapas de EDS (Al, Fe, Cr e Ti).

4.2.4 Ensaio mecânicos de compressão

As **Figura 4.17a)-Figura 4.17c)** mostram as curvas típicas de tensão-deformação de engenharia para as peças construídas nas direções de 0°, 45° e 90° por FSL, quando submetidas ao esforço de compressão. A **Figura 4.18** exhibe os valores das tensões de escoamento extraídas dos gráficos da **Figura 4.17**, enquanto a **Figura 4.19** mostra as amostras após os ensaios de compressão. Para os testes realizados em temperatura ambiente (RT), a tensão máxima compressiva para as peças construídas a 0° e 45° foi de ~680 MPa e de ~913 MPa para as peças a 90°. Pelas imagens da **Figura 4.19a)** observa-se que, enquanto a amostra a 0° sofreu “tombamento” lateral em ~7,7% de deformação, a amostra construída a 45° sofreu cisalhamento ~45°, plano de maior tensão cisalhante, para o mesmo nível de deformação (~7,8%). Por outro lado, a amostra a 90° resistiu aos efeitos da compressão até um nível de deformação de ~ 50%, a partir do qual apresentou-se completamente rompida, nessa

amostra ainda pode-se observar uma tendência ao cisalhamento a 45° (como indicado na **Figura 4.19a**). A maior resistência para a peça construída a 90° é justificada devido ao caminho mais tortuoso que as trincas devem percorrer durante o carregamento, que é consequência da forma de disposição das poças de fusão. Segundo Suryawanshi [83] as orientações relativas entre as pistas e a direção do carregamento tornam-se importantes na determinação das propriedades. A trinca percorre a direção perpendicular ao carregamento, quando a peça é construída paralelamente a direção de construção (como no caso de peças construídas a 0° em z), um caminho mais plano é disponível para a propagação da trinca [83]. Esse comportamento é tipicamente observada por outros autores em peças fabricadas por MA [54,83-85]. A partir das curvas para o ensaio sob 400°C (**Figura 4.19b**), os valores de tensão máxima foram de ~ 251 MPa, ~ 268 MPa e ~ 268 MPa para as orientações de construção de 0° , 45° e 90° , respectivamente. Nessa condição as três amostras apresentaram um embarrilhamento central (**Figura 4.19b**), comportamento característico de materiais dúcteis, e as curvas de resistência se apresentaram muito semelhantes (**Figura 4.17a**) - (**Figura 4.17c**) com deformação até $\sim 50\%$. Esse comportamento indica que a resistência à compressão, principalmente a quente, depende mais significativamente da temperatura do ensaio que da direção de construção da peça. Assim como a resistência a compressão, o módulo de elasticidade apresentou-se também dependente da temperatura de ensaio, decrescendo com o aumento da temperatura. Esses valores podem ser observados nas curvas das **Figura 4.17a**) - (**Figura 4.17c**). Os valores de módulo à temperatura ambiente foram de ~ 44 , 51 e 50 GPa, enquanto sob 400°C foram de ~ 28 , 25 e 22 GPa para 0° , 45° e 90° , respectivamente. Quando comparados aos valores de módulo do alumínio, os valores de módulo em compressão encontrados neste trabalho são, 7 vezes superior em temperatura ambiente e ~ 18 vezes superior em 400°C .

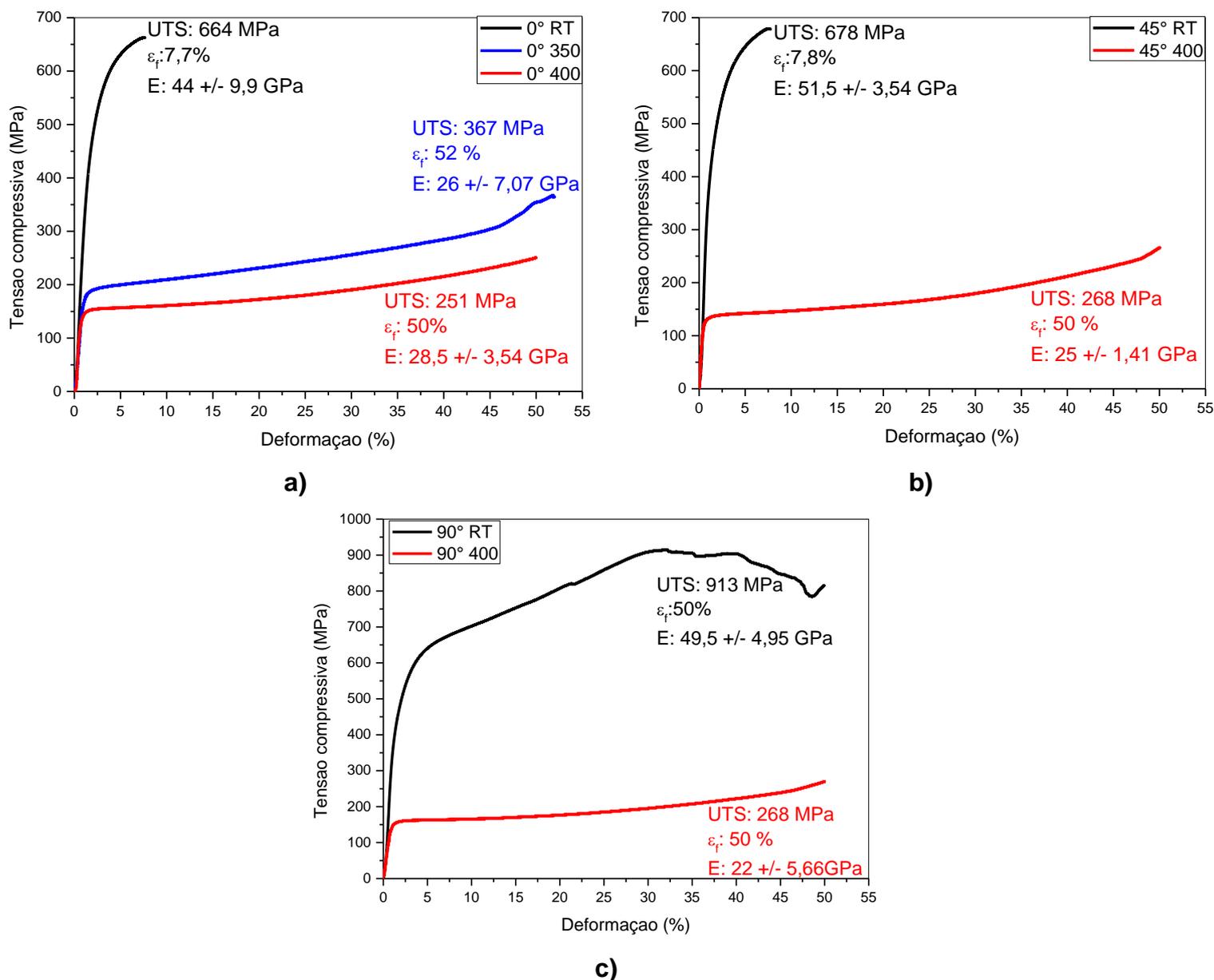


Figura 4.17- Curvas da tensão compressiva em função da deformação e módulo de elasticidade a temperatura ambiente e a 400°C para as peças construídas a: (a) e (b) 0°, (c) e (d) 45°, e (e) e (f) 90° em relação a direção de construção Z.

Em adição, a **Figura 4.18** mostra o comportamento da tensão de escoamento à 0,2% de deformação em função da temperatura de ensaio. Obteve-se que essa tensão diminui em função do aumento da temperatura de ensaio e que esta não é fortemente influenciada pela orientação de construção das peças. Os valores para as peças a 0°, 45° e 90° em temperatura ambiente foram de 400, 403 e 411 MPa, respectivamente, e sob 400°C de 132 MPa para

0° e 45° e 155 MPa para 90°. Para a amostra construída a 90° e ensaiada a 400°C a região da peça da qual a mesma foi removida do substrato de construção pode ter influenciado nos resultados, já que a fratura parece ter se originado a partir dessa região, como pode ser observado na **Figura 4.19b**). Essa região será melhor investigada na seção de análises após os ensaios de compressão.

Os resultados obtidos nesse trabalho foram comparados com trabalhos disponíveis na literatura para ligas de Al comumente processadas por FSL, como AlSi [86], para ligas de Al obtidas por meio de processamentos convencionais que apresentam elevada resistência a compressão, Be-Al38 (% massa) [87] e para ligas do sistema AlFeCrTi, Al-6Cr-2Fe-1Ti [27], Al₉₃Fe₃Ti₂Cr₂ [88], Al₉₅Cr_{3.1}Fe_{1.1}Ti_{0.8} [30], Al₉₃Ti₂Fe₃Cr₂ [89]. Esses dados, para ensaios realizados sob temperatura ambiente, foram reunidos no gráfico da **Figura 4.20**. Ponnusamy et al. [86] obtiveram para a liga AlSi12 produzidas por FSL com orientação de construção de 0°, 45° e 90° tensão máxima sob compressão de 581 MPa com deformação de 25% e tensão de escoamento de 400 ± 10 MPa. As peças construídas à 0° e 45° apresentaram valores muito similares, enquanto que para 90° os valores se apresentaram inferiores. Isso foi atribuído a maior porosidade das peças construídas na horizontal e a maior distância que o laser deve percorrer para construção nessa orientação [86]. Dám et al. [27] obtiveram para a liga Al-6Cr-2Fe-1Ti (peso%) tensões máximas de 530, 520 e 660 MPa e tensões de escoamento de 520, 490 e 460 MPa, com deformações de ~10% e ~43% para amostras produzidas por compactação a quente à 300, 400 e 500°C, respectivamente (como indicado na **Figura 4.20**). Outros autores [88] trabalharam com a liga Al₉₃Fe₃Ti₂Cr₂, e os resultados de resistência máxima em compressão foi de ~700MPa e deformação menor que ~5% (para razão de extrusão <3 e <6) e de ~43% (para razão de extrusão <11). Para a amostra obtida com razão de extrusão <6, ensaiada sob 400°C, a máxima resistência foi de ~180 MPa com deformação de ~47%. Outras ligas ensaiadas sob compressão em diferentes temperaturas estão disponíveis na **Tabela A.1**, disponível no anexo A deste trabalho. Essa comparação nos mostra que os resultados de compressão obtidos para a liga Al₉₅Fe₂Ti₂Cr₁ quando processada

por FSL, são superiores aos valores encontrados para ligas comumente processadas por FSL como a do sistema AlSi, e superiores e/ou equivalentes às ligas do sistema AlFeCrTi processadas pela compactação de pós.

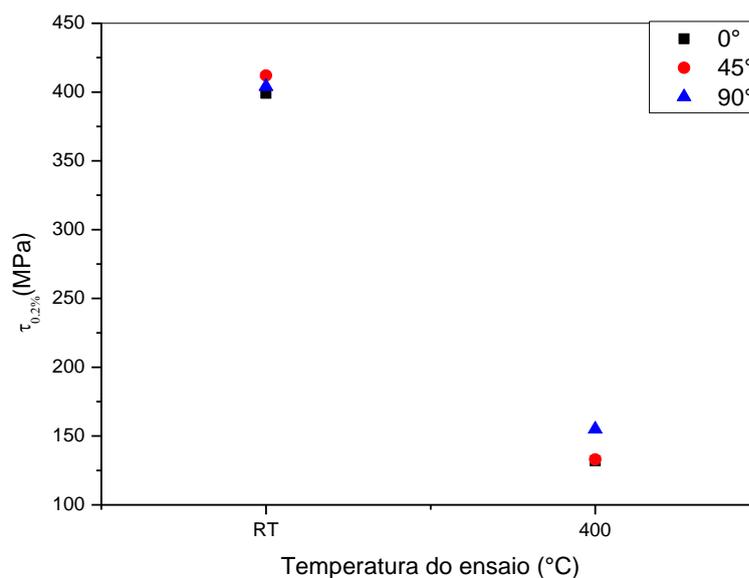
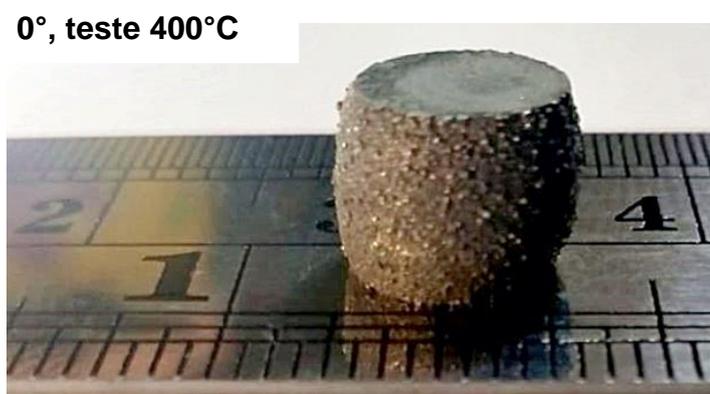


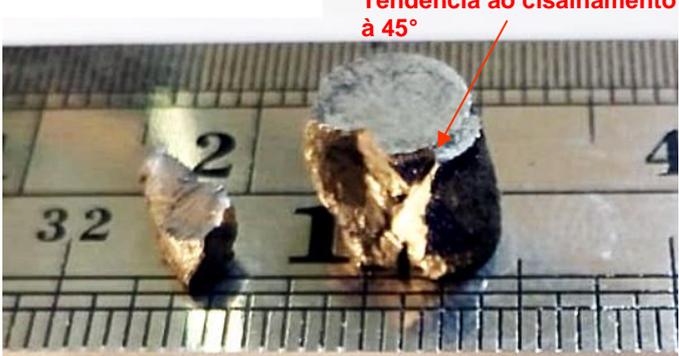
Figura 4.18- Tensão de escoamento ($\sigma_{0,2\%}$) em função da temperatura de ensaio (temperatura ambiente-RT e 400°C) para as peças construídas a 0°, 45° e 90° em relação a direção de construção z.



45°, teste RT

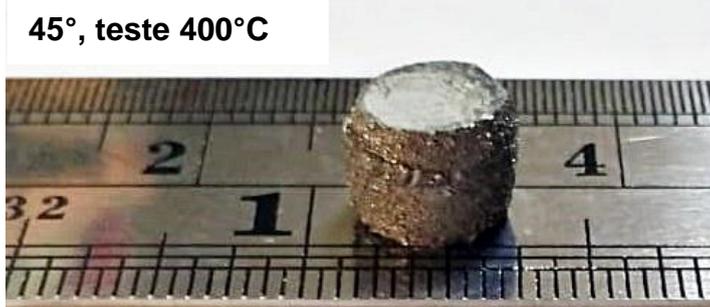


90°, teste RT



a)

45°, teste 400°C



90°, teste 400°C



b)

Figura 4.19- Imagens das amostras após ensaio de compressão sob: a) temperatura ambiente (RT) e b) 400°C.

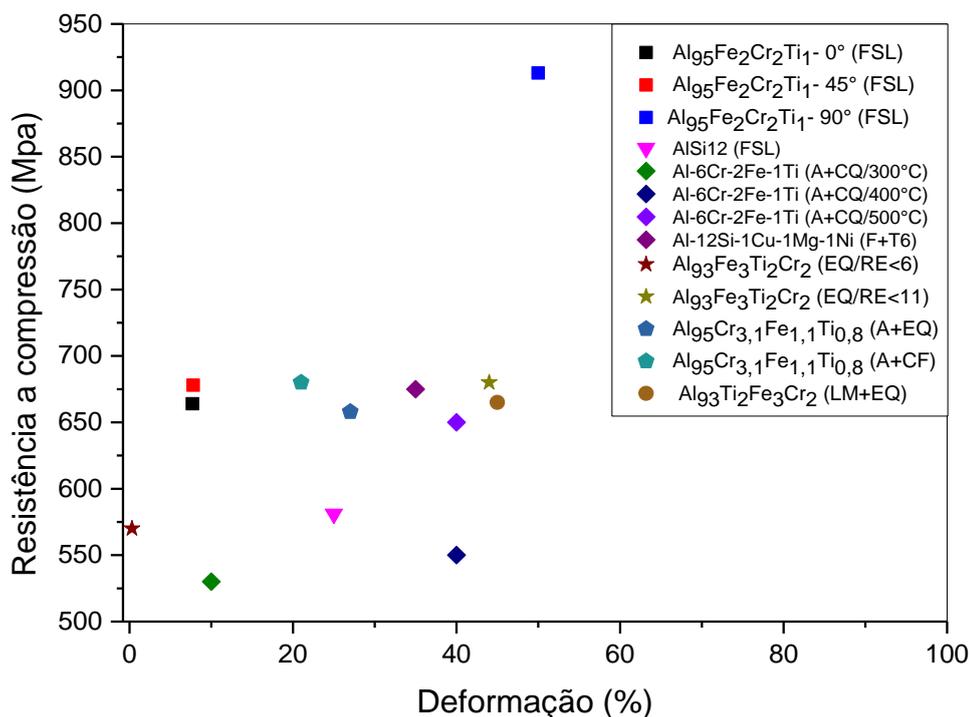


Figura 4.20- Comparação dos resultados de resistência a compressão sob temperatura ambiente obtidos nesse trabalho e aqueles reportados na literatura.

Legenda: RE- Razão de extrusão; FSL- Fusão seletiva a laser, A- Atomização, CQ- Compactação a quente sob ultra altas pressões, CF- Compactação a frio sob altas pressões, EQ- Extrusão a quente, LM- Liga produzida mecanicamente, MS- *melt spinning*, F- fundição, T6- tratamento térmico. □ Este estudo, ▽ [86], ◇ [27], ☆ [88], ◻ [30], ○ [89].

A **Figura 4.21** mostra o comportamento da Microdureza Vickers (HV) em função da orientação de construção das peças e a variação desta propriedade nas regiões superiores e inferiores das peças construídas com uma mesma orientação. Similarmente, para as amostras construídas a 0°, 45° e 90° os valores de dureza foram de 184, 180 e 175 HV para as regiões inferiores das peças e 179, 185 e 181HV para as regiões superiores. Observa-se que o valor médio de microdureza Vickers não se altera significativamente entre as amostras, mantendo-se em torno de 180 HV. Estes resultados refletem positivamente a capacidade de se obter, por FSL, peças da liga Al₉₅Fe₂Cr₂Ti₁, com propriedade de dureza homogêneas ao longo do seu volume. Ponnusamy et al. [86] também registraram os valores de dureza para peças da liga AlSi12 produzida por FSL e obtiveram HV de 162, 159 e 154 para as orientações de 0°, 45° e 90°, respectivamente. Os autores atribuíram a menor dureza das peças construídas a 90°, a maior porosidade das peças, consequência do maior

caminho que o laser tem que percorrer para construção da peça nessa direção. A dureza da liga $Al_{93,1}Ti_{2,3}Fe_{2,3}Cr_{2,3}$ foi investigada quando pós expostos ao argônio (CPC) ou ao ar úmido (OPC) foram extrudados sob a forma de *bulks* por Nagaishi et al. [90]. A dureza apresentada por estes autores foram de 160 e 165 HV para os *bulks* CPC e OPC, respectivamente. Já os autores Dám et al. [27] obtiveram, para a liga Al–6Cr–2Fe–1Ti (peso%), valores de dureza em torno de 155, 150 e 140 HV, quando produzidas por compactação a quente à 300, 400 e 500°C, respectivamente, e ensaiadas sob 400°C. Os valores de microdureza Vickers para ligas do sistema AlSi10Mg, a qual é normalmente processada por FSL, variam em torno de 125-146 HV [70]. Esses resultados comprovam que melhores resultados de dureza são obtidos para a liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ processada por FSL. A dureza de outras ligas de alumínio pode ser consultada na **Tabela A.1**.

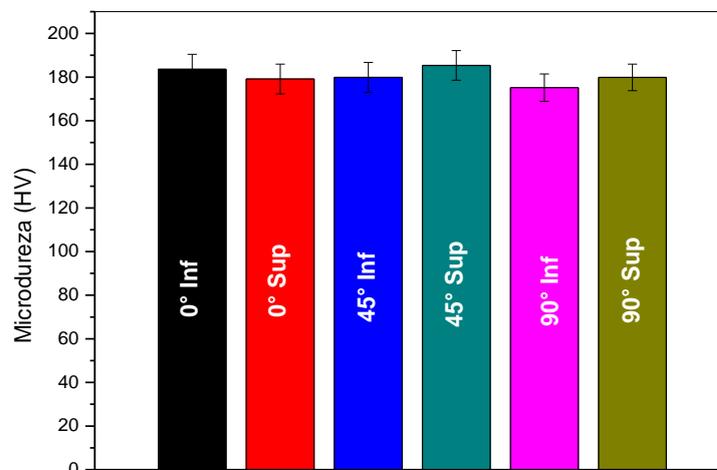
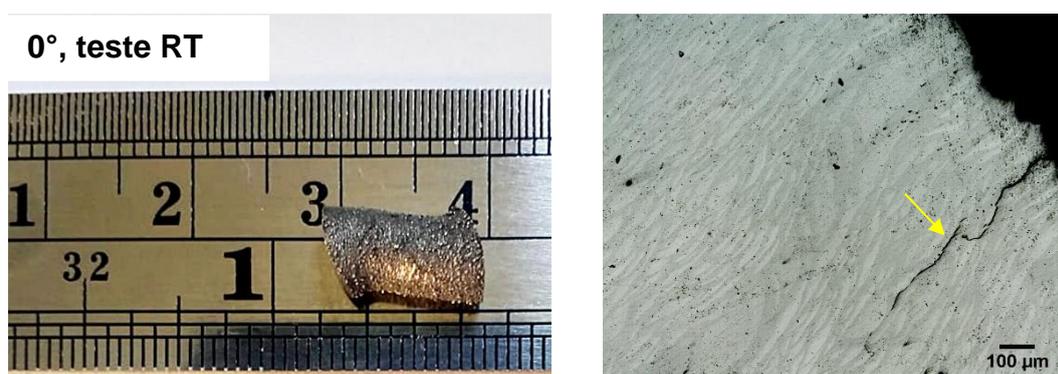


Figura 4.21- Microdureza Vickers das amostras extraídas das regiões superiores e inferiores das peças construídas a: a) 0°, b) 45° e c) 90° em relação a direção de construção Z.

4.2.5 Investigações após ensaios mecânicos de compressão

4.2.5.1 Microscopia óptica e eletrônica

As amostras ensaiadas sob compressão e suas respectivas micrografias por microscopia ótica e eletrônica estão mostradas nas **Figura 4.22- Figura 4.25**. Para a amostra construída a 0° e ensaiada em temperatura ambiente (**Figura 4.22a-b)**), foi observada a presença de uma trinca que se propagou tanto pelas regiões da borda das poças de fusão, como também pela região central da poça, como pode ser melhor observado pelas imagens de MEV (**Figura 4.22b**). A maior facilidade de propagação da trinca na região da borda da poça de fusão, pode ser justificada por esta região se apresentar rica em fases mais grosseiras. Além disso, nessa direção de construção (0° em Z), o caminho da trinca é mais plano, facilitando sua propagação, como mencionado anteriormente. A **Figura 4.23a)** mostra o perfil das poças de fusão na região onde se deu a ruptura por cisalhamento na amostra construída a 45° em Z, após ser ensaiada sob temperatura ambiente. Na **Figura 4.23b)** as imagens de MEV mostram a microestrutura da peça (vista lateral da amostra). Por essas imagens, observa-se uma microestrutura constituída de regiões muito ricas em fases esféricas ultra refinadas e irregulares refinadas. Já as imagens da **Figura 4.23c)** mostram a superfície da amostra que sofreu o cisalhamento. Essa superfície se mostrou lisa, característica de fratura frágil, com a presença de pequenas regiões que parecem ter sofrido alguma deformação plástica, resistindo a tensão de cisalhamento. Observou-se ainda a presença de pós que não foram fundidos durante o processo de FSL (destacados pelas setas amarelas).



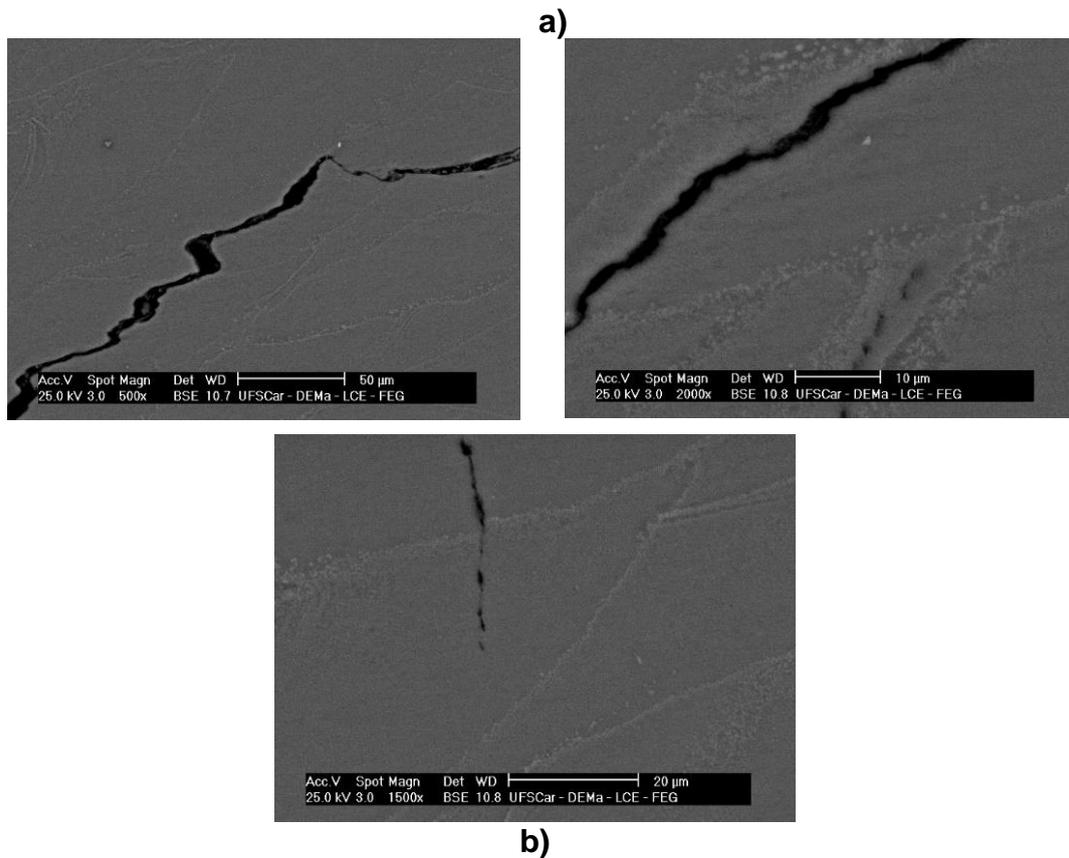
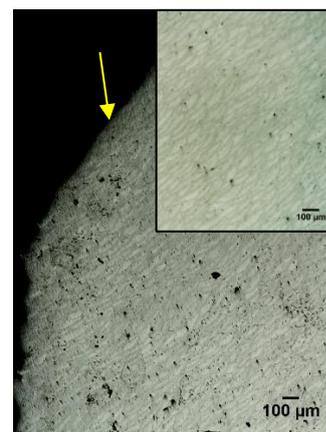
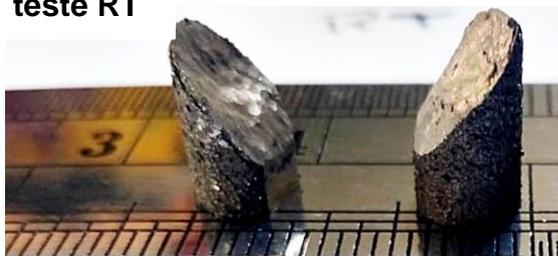


Figura 4.22- a) Imagem após ensaio de compressão para a amostra construídas a 0° em z e ensaiada a temperatura ambiente com respectivas micrografias obtida por microscopia ótica e b) imagens obtidas por MEV.

45°,
teste RT



a)

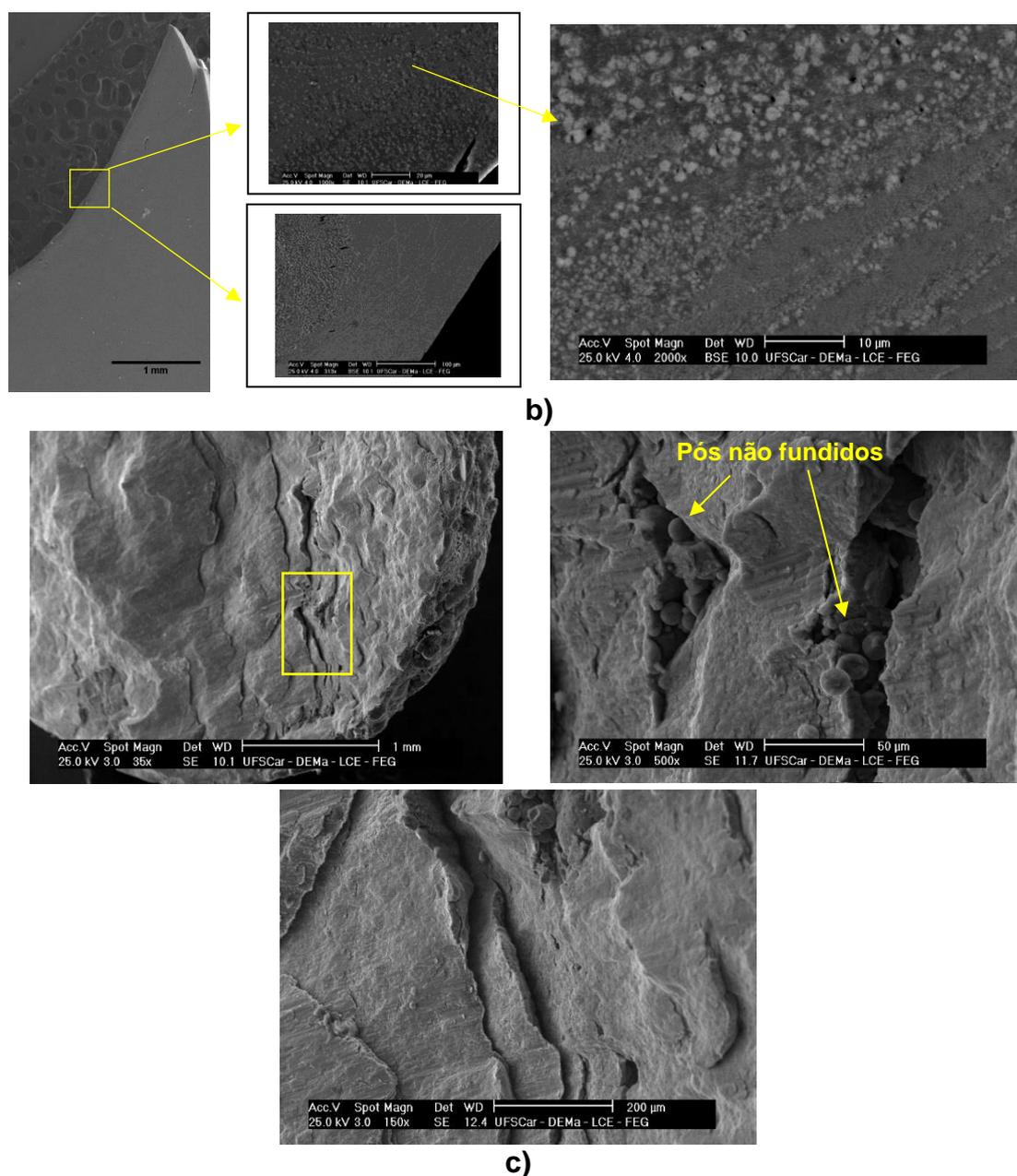


Figura 4.23- a) Imagem após ensaio de compressão e respectivas micrografias obtida por microscopia ótica; b) imagens obtidas por MEV (vista lateral) e c) imagens obtidas por MEV da superfície de fratura, para a amostra construídas a 45° em z e ensaiada a temperatura ambiente.

Para as amostras ensaiadas sob 400°C, foram investigadas aquelas que haviam sido construídas a 45° e 90°. Os resultados estão mostrados na **Figura 4.24** e **Figura 4.25**. Observa-se pelas imagens da **Figura 4.24a)** e **Figura 4.24b)** que a deformação plástica causadora do embarrilhamento, para a amostra a 45°,

foi ancorada por uma região muito rica em fases bem esféricas e refinadas (**Figura 4.24b**), essa morfologia é bem característica das fases i-QC. Sugere-se que esta região tenha atuado como uma região de resistência ao embarrilhamento gradual ao longo do comprimento da amostra, como seria esperado para materiais de comportamento dúctil. Para a amostra construída a 90, foram investigadas tanto a superfície (**Figura 4.25a**) e **Figura 4.25b**) como a lateral da amostra (**Figura 4.25c**). As imagens da superfície mostraram uma região de deformação plástica acumulada, a qual parece resistir à separação da amostra em duas partes (**Figura 4.25a**) e **Figura 4.25b**). Já com relação as imagens da lateral da peça (**Figura 4.25c**), observa-se que a região de onde a amostra foi extraída do substrato, atuou como região concentradora de tensão. A deformação localizada nesse ponto, resultou em uma tendência de separação da amostra em duas partes, como pode ser observado nas imagens da **Figura 4.25c**). Por essas imagens também pode ser visto que, a parede interior da qual desprende-se as duas partes e as regiões que sofreram uma espécie de rasgamento lateral, apresentam *dimples* (setas amarelas nas imagens das **Figura 4.25c**), aspecto este característico de fratura dúctil induzida por deformação plástica.

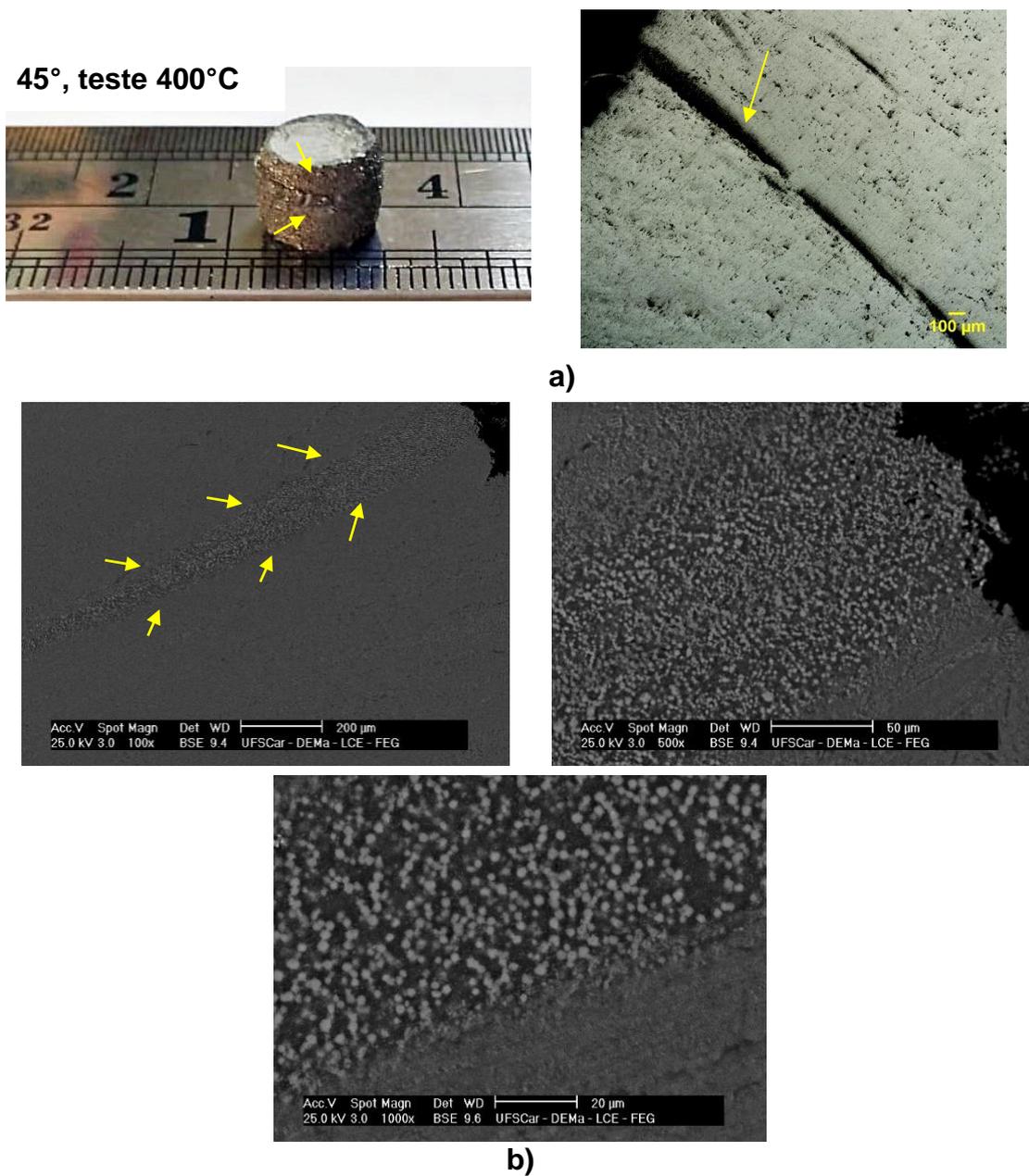
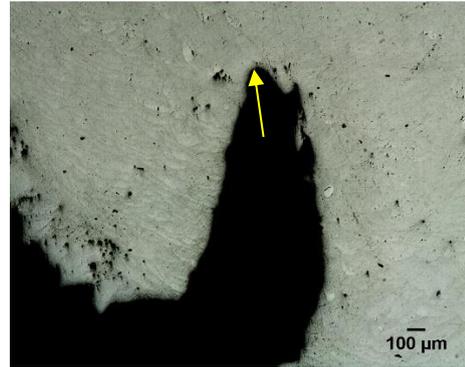
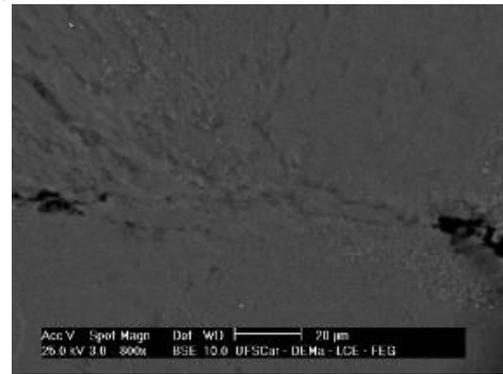
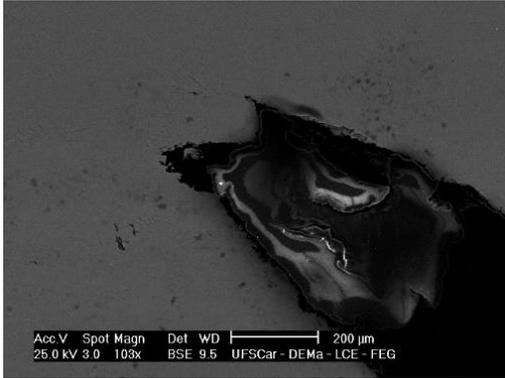


Figura 4.24- a) Imagem após ensaio de compressão e respectivas micrografias obtida por microscopia ótica e b) imagens obtidas por MEV, para a amostra construídas a 45° em Z e ensaiada a 400°C.

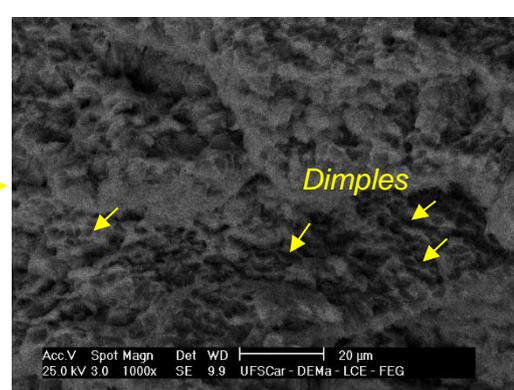
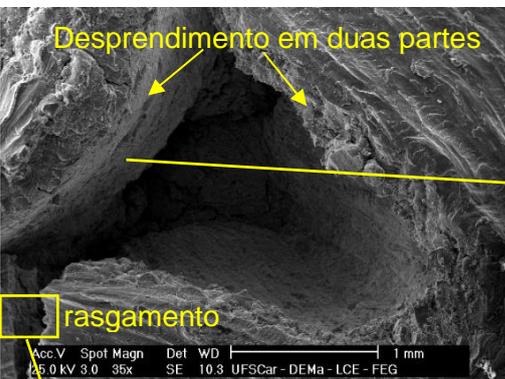
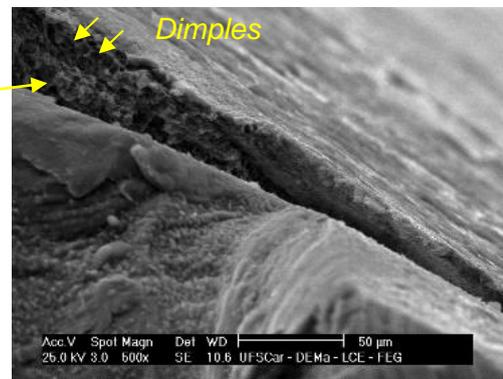
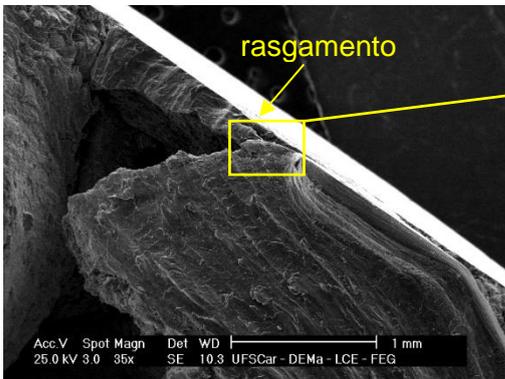
90°, teste 400°C

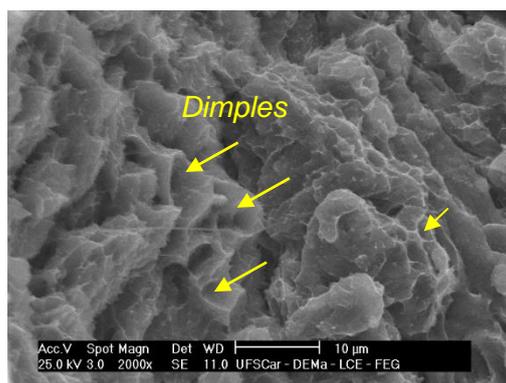


a)



b)





c)

Figura 4.25- a) Imagem após ensaio de compressão da amostra construída a 90° em Z e ensaiada a 400°C, com respectivas micrografias obtida por microscopia ótica; b) imagens obtidas por MEV da superfície comprimida e c) imagens obtidas por MEV da região lateral.

4.2.5.2 Análise térmica (DSC)

As curvas de DSC após os ensaios de compressão a quente encontram-se nas **Figura 4.26a)-Figura 4.26c)**. Os resultados comprovam que as amostras fabricadas nas direções 0°, 45° e 90° em Z, apresentam o evento exotérmico referente a decomposição da fase QC mesmo após os ensaios a temperatura de 400°C. Isso indica que a fase QC dessa liga, apesar de carácter metaestável, se mantém mesmo quando mantida cerca de 30 min na temperatura de 400°C. García-Escoria et al. [91] investigou a evolução microestrutural de barras extrudadas da liga $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$ quando submetidas a 400°C durante diferentes intervalos de tempos e observou que somente após 1000h a fase QC foi completamente transformada em suas fases de equilíbrio. É a presença da fase QC que permite que essa liga apresente elevada resistência mesmo quando submetida a elevadas temperaturas.

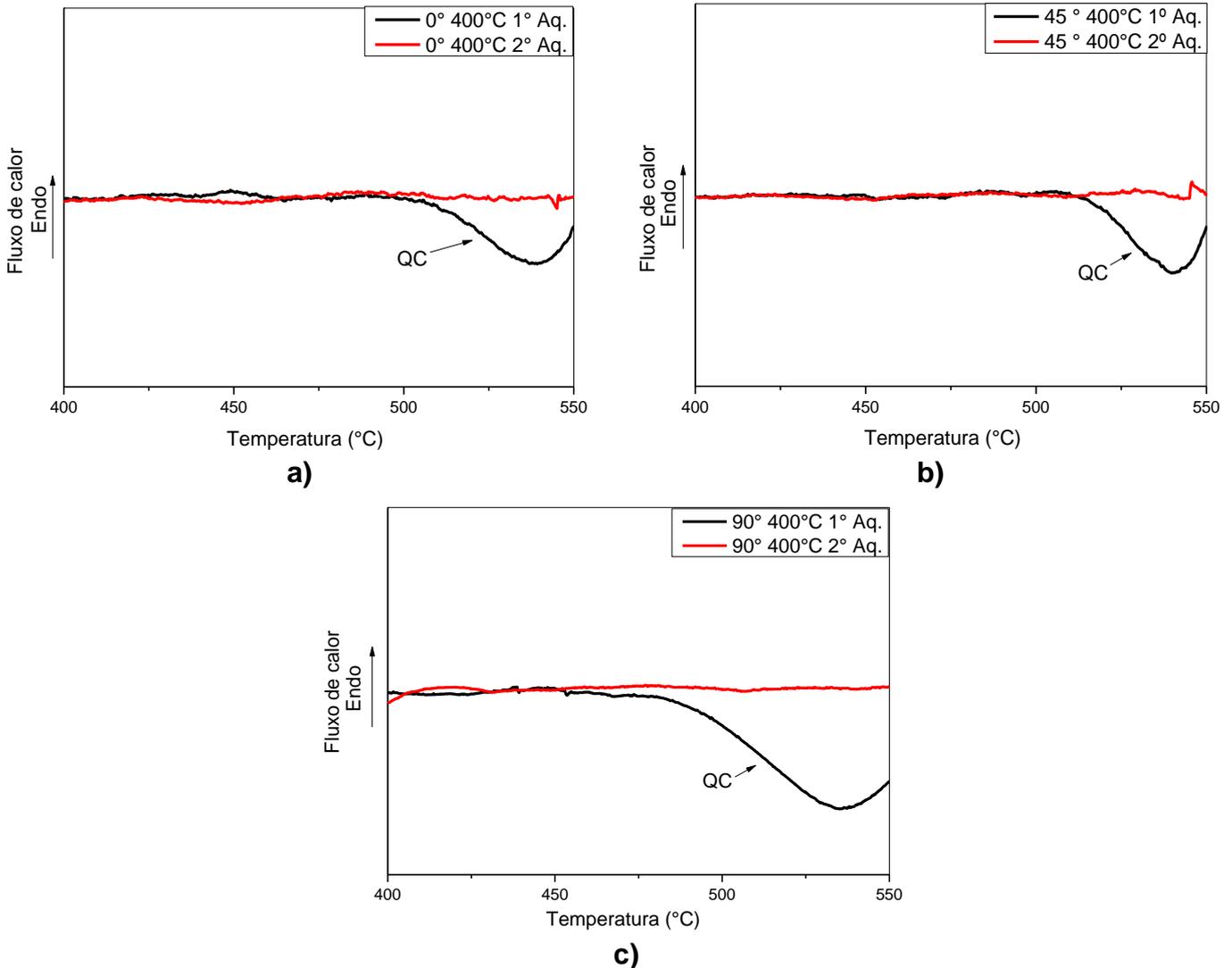


Figura 4.26- Curvas de DSC das amostras ensaiadas sob 400°C construídas a: a) 0°, b) 45° e c) 90° em Z.

4.3 Otimização dos parâmetros de processo da técnica de FSL para a liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$

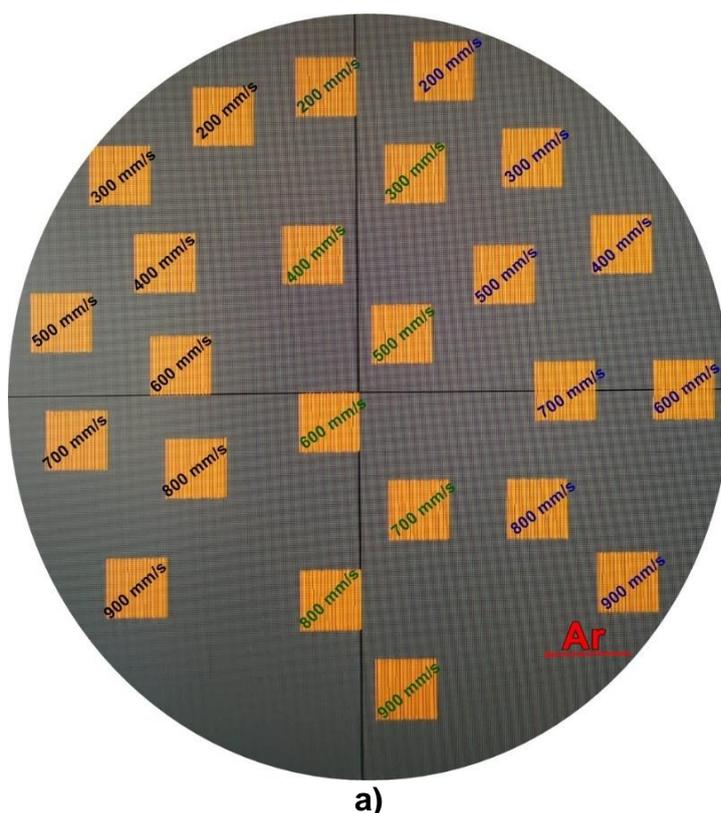
A otimização sistemática dos parâmetros da FSL, para a liga $\text{Al}_{95}\text{Fe}_2\text{Cr}_2\text{Ti}_1$, utilizando o equipamento AconityMINI, a qual que será descrita neste capítulo, foi estabelecida devido a alguns fatos: 1) as amostras para ensaio de compressão haviam sido construídas em um equipamento diferente (SLM50) do equipamento a ser utilizado para fabricar os corpos de prova para ensaio de

tração (AconityMINI); 2) a otimização de parâmetros realizada no equipamento SLM50, não havia sido feita de forma sistemática e detalhada; 3) os corpos de prova para tração teriam 3,75 vezes a altura dos corpos de prova produzidos para compressão.

Visando obter peças da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ com dimensões adequadas para ensaios mecânicos sob tração, buscou-se determinar, inicialmente, a janela de processamento dessa liga utilizando o equipamento AconityMINI. Para isso, uma vasta combinação entre os parâmetros de potência e velocidade de varredura do laser foi testada (**Tabela 3.3**). Os demais parâmetros (espessura da camada, diâmetro do feixe de laser, padrão de varredura do laser, *hatching distance* e ângulo de rotação entre camadas) foram selecionados através dos resultados obtidos usando o equipamento SLM50 (seção 4.2), e estes permaneceram fixos durante toda a etapa de otimização na AconityMINI. Os valores fixados são descritos na seção 3.2.5.1. As amostras foram dispostas no substrato de acordo com o esquema da **Figura 4.27a**), onde cada grupo de cor representa uma única potência de laser. A **Figura 4.27b**) mostra a disposição do pó ao final de cada rodada de construção e a **Figura 4.27c**) mostra as peças recém construídas ainda em meio a cama de pó. A **Figura 4.28a**) e **Figura 4.28b**) mostram o aspecto visual das amostras construídas com os diferentes conjuntos de parâmetros (potência e velocidade de varredura do laser). A **Figura 4.28c**) foi construída através das análises de microscopia ótica da vista lateral das peças (à 2mm de profundidade da superfície) produzidas para cada conjunto de parâmetro. Pelas imagens é possível concluir que para uma potência de laser de 100W usando velocidades de 200-900mm/s, a energia fornecida ao sistema é baixa e resulta em amostras com muitos poros irregulares. Estes são caracterizados como falha de fusão, ocasionadas pela energia insuficiente. A fusão incompleta das camadas, por sua vez, resulta em uma pobre ligação metalúrgica entre camadas [70]. Por outro lado, para potências de laser iguais ou superiores a 250W há a presença de poros bem arredondados e regulares. A baixa viscosidade do metal fundido e a alta solubilidade dos gases de proteção (Ar) e/ou do gás preso entre as partículas de pó, juntos devem promover a formação desse tipo de poro. Além disso, quanto maior a energia de entrada,

excessivas temperaturas são alcançadas, promovendo evaporação do material e maiores gradientes térmicos nas poças de fusão, intensificando o fluxo de líquido e facilitando a incorporação de gases e conseqüentemente a formação de poros. Através da observação das amostras é ainda possível observar que, há uma energia de entrada limite, a partir da qual, com o aumento da mesma, a superfície da amostra começa a se elevar ao ponto em que o processo de construção precisa ser interrompido. Esse fenômeno é conhecido na literatura como efeito *balling*, e ocorre devido a tensão superficial do metal líquido associada a fraca adesão com a última camada solidificada [70,92]. Esse fenômeno em geral ocorre devido à baixa energia de entrada, porém, também pode ser promovido em casos de alta energia do laser [70]. As piores conseqüências desse efeito são, formação de muitos poros levando a baixa densidade e qualidade das peças, além dos danos causados ao dispositivo espalhador do pó na cama de pó [70, 92]. Através do esquema da **Figura 4.28c)** é possível afirmar que a potência de laser de 150W é, entre os conjuntos testados nesse trabalho, a mais adequada para se processar a liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$, quando se visa a minimização da porosidade nas peças. Todas as imagens obtidas foram, então, analisadas estatisticamente fazendo uso do software *ImageJ* e o percentual de poros foi quantitativamente mensurado para cada conjunto de parâmetro testado. A variação percentual de poros em função da potência e da velocidade do laser encontra-se na **Figura 4.29a)**. Esses resultados apontaram que o conjunto 150W e 600mm/s promoveu peças com o mais baixo percentual de poros. O gráfico da variação percentual de poros em função da energia de entrada na peça encontra-se na **Figura 4.29b)**. A partir desse gráfico pode-se inferir que para a liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ o intervalo de energia de entrada que promove menor porosidade está entre 50-100J/mm³, com a necessidade, porém, de uma investigação da melhor combinação de parâmetros. Como indicado na **Figura 4.29c)** a combinação 150W+600mm/s apesar de resultar em peças com menor percentual de poros, o acabamento superficial apresenta aspecto relativamente grosseiro. A partir desse ponto do trabalho, decidiu-se que as amostras a serem construídas para ensaio de tração, seriam produzidas e posteriormente usinadas, minimizando assim, os efeitos da

superfície das peças nos resultados dos ensaios. Pelo esquema da **Figura 4.28c**) observa-se que para 150 W de potência todas as velocidades (200-900mm/s) resultaram em amostras com os baixos percentual de poros. Frente a isso, com o intuito de diferenciá-las, foi decidido que as amostras seriam novamente lixadas de forma a atingir 3mm de distância da superfície para novas análises em microscópio ótico. As imagens da **Figura 4.30** obtidas por microscopia ótica trazem os resultados dessa segunda investigação e corroboram com os resultados obtidos pela análise da primeira profundidade (2mm), onde a combinação de 150W com 600mm/s se apresenta como a mais adequada para construção de peças visando a minimização do percentual de poros.



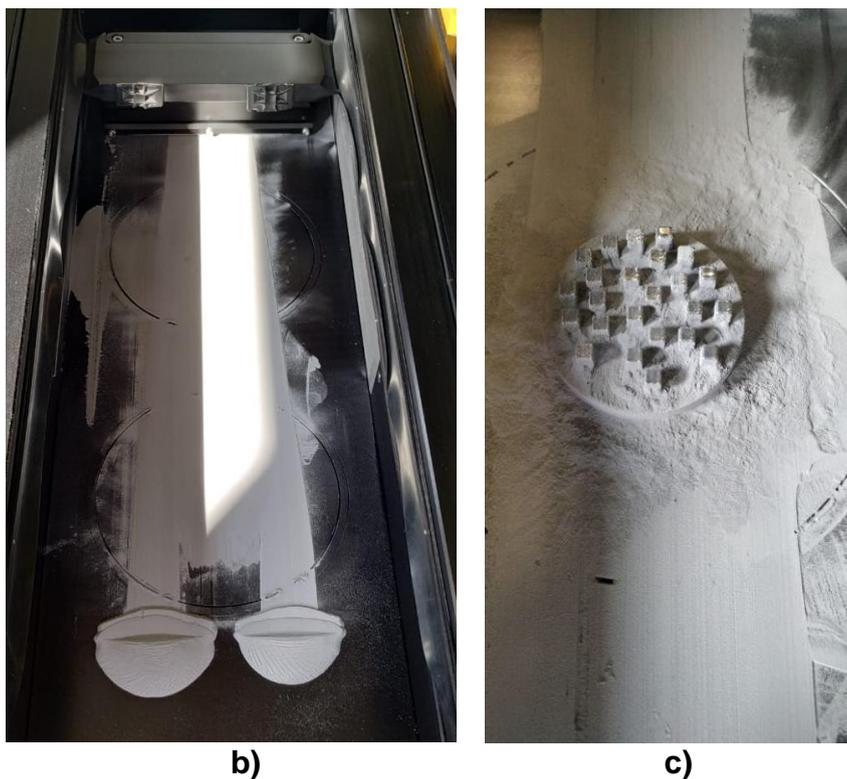


Figura 4.27- a) Ilustração da disposição das amostras no substrato de construção, b) aparência da disposição do pó ao final da construção e c) amostras recém fabricadas e removidas da cama de pó.



a)



b)

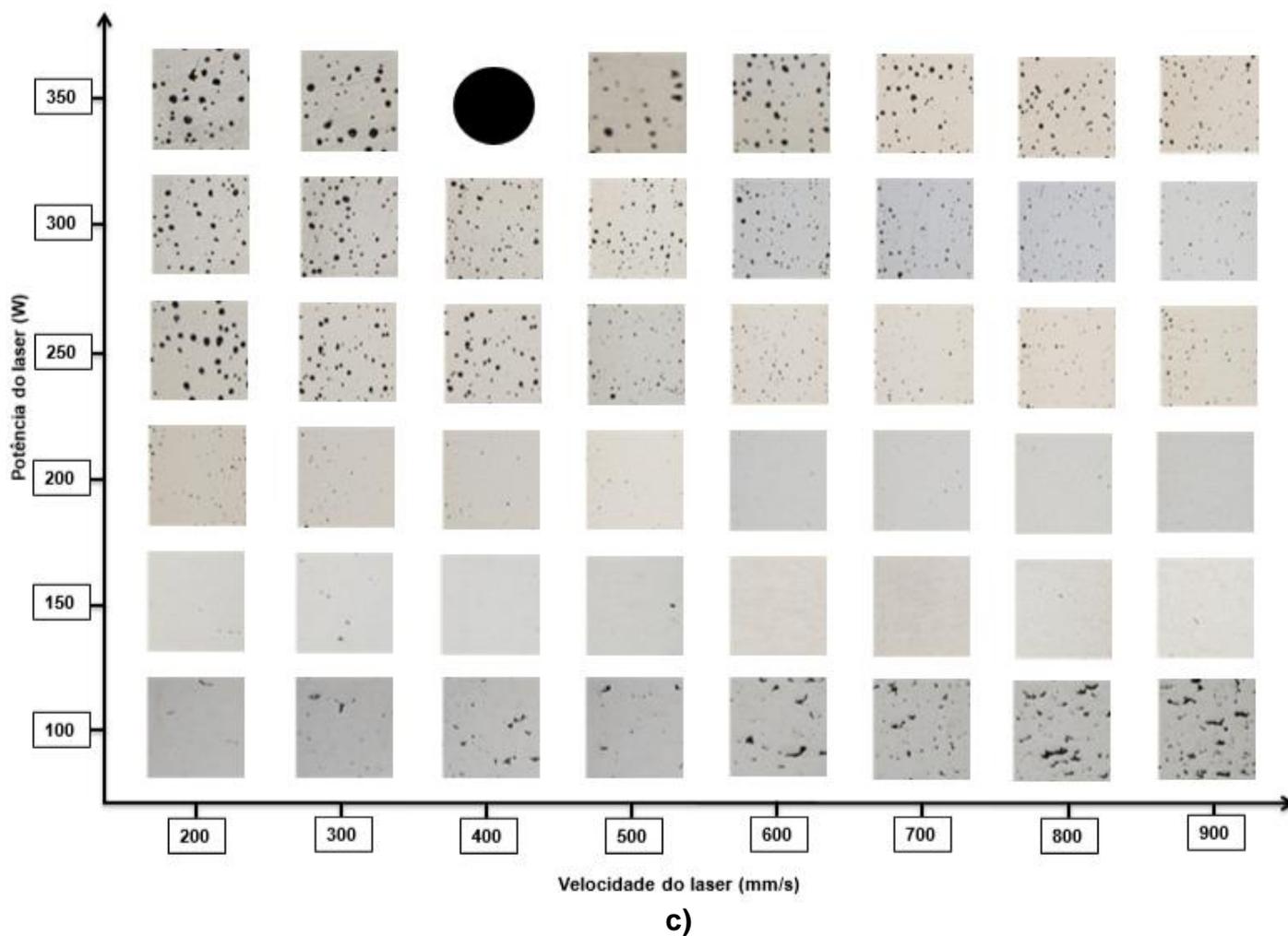
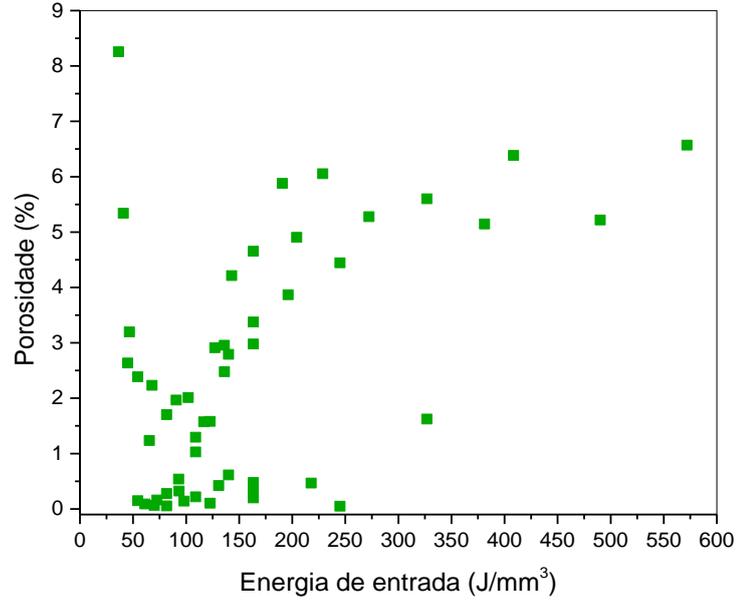
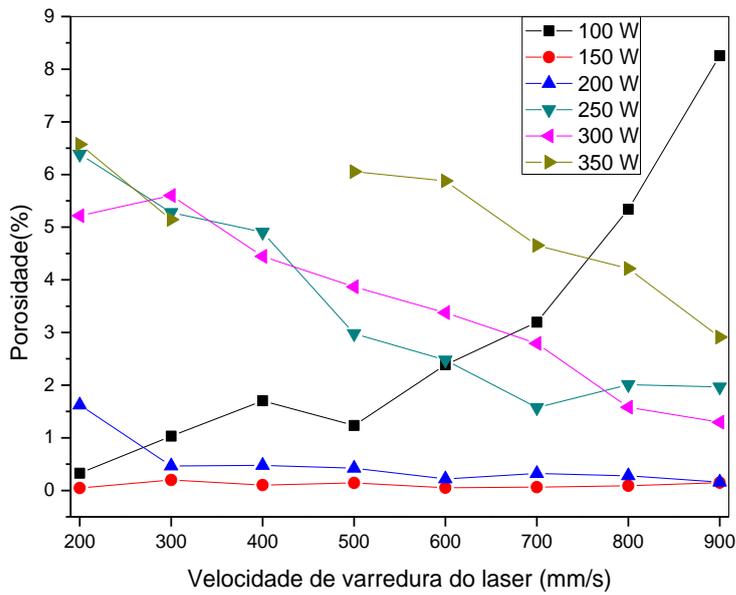


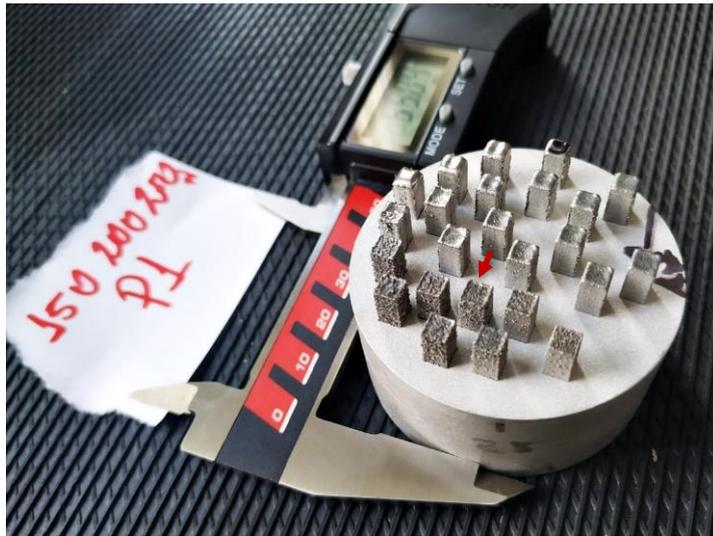
Figura 4.28- (a) e (b) Aspecto visual das amostras construídas com os diferentes conjuntos de parâmetros; (c) Esquema da porosidade estrutural resultante da combinação potência e velocidade do laser.

Legenda: ● Amostra que durante a construção apresentou superfície excessivamente elevada e por isso teve sua construção manualmente interrompida.



a)

b)



c)

Figura 4.29- Comportamento da, a) porosidade em função da potência e velocidade de varredura do laser e b) porosidade em função da energia de entrada e c) Amostras produzidas com diferentes conjuntos de parâmetros, com a amostra de menor porosidade em destaque.

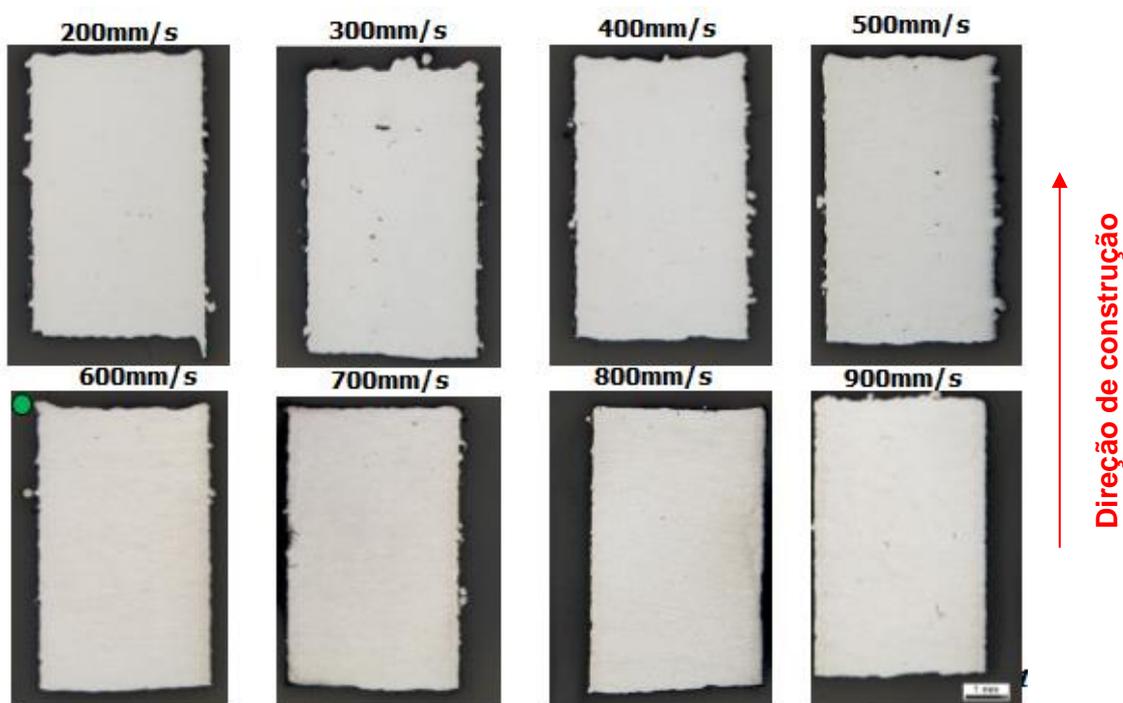


Figura 4.30- Vista lateral das peças construídas com 150 W e diferentes velocidades do laser, para análise da segunda profundidade (a 3mm da superfície).

As **Figura 4.31-Figura 4.33** mostram as etapas de produção das amostras para ensaio de tração, construídas a 0°, 45° e 90° em Z. As **Figura 4.31a)**, **Figura 4.32a)** e **Figura 4.33a)** mostram os cilindros recém produzidos com diferentes direções de construção, estando ainda no suporte da máquina. Pelas **Figura 4.31b)**, **Figura 4.32b)** e **Figura 4.33b)** é possível observar o aspecto visual dos cilindros após a remoção do excesso de pó. Nas imagens das **Figura 4.31c)**, **Figura 4.32c)** e **Figura 4.33c)** temos o antes e depois da usinagem das amostras a serem submetidas aos ensaios de tração.



a)



b)



c)

Figura 4.31- a) Peças recém construídas à 0° em Z, b) peças ainda dispostas no substrato de construção e c) imagem de todas as peças construídas a 0° em Z, antes e depois da usinagem.



a)



b)

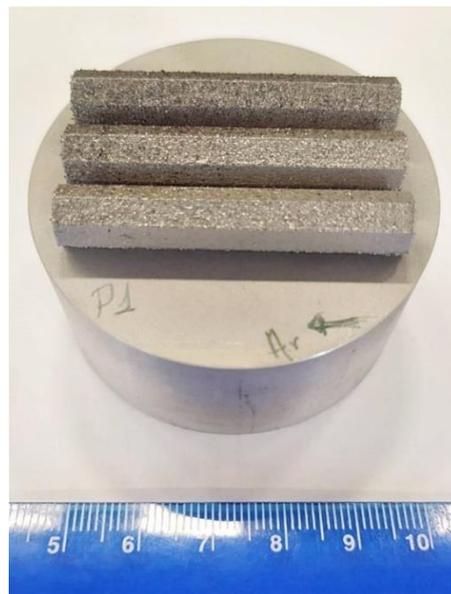


c)

Figura 4.32- a) Peças recém construídas à 45° em Z, b) Peças ainda dispostas no substrato de construção, c) Imagem de todas as peças construídas a 45° em Z, antes e depois da usinagem.



a)



b)



c)

Figura 4.33- a) Imagem da disposição do pó ao final da construção das peças a 90° em Z, b) Peças construídas a 90° ainda dispostas no substrato de construção, c) Imagem de todas as peças construídas a 90° em Z, antes e depois da usinagem.

4.4 Investigação da presença da fase QC nas peças produzidas com os parâmetros otimizados

Para confirmar a presença da fase QC nas peças a serem ensaiadas, curvas de DSC foram obtidas para as peças construídas a 0° em Z. O comportamento das curvas de DSC encontram-se na **Figura 4.34** e confirmam a presença da fase QC através do evento de caráter exotérmico (indicado nas imagens), o qual tem seu início por volta de ~480°C. Como pode ser observado, este evento não se repete para o segundo ciclo de aquecimento, confirmando a meta estabilidade da fase QC. Em adição, os eventos de caráter endotérmicos em ~660°C e ~795°C, indicam a fusão das fases cristalinas α -Al e $Al_{13}Cr_2$, respectivamente. A temperatura de fusão para a fase $Al_{13}Cr_2$ está em acordo com [93].

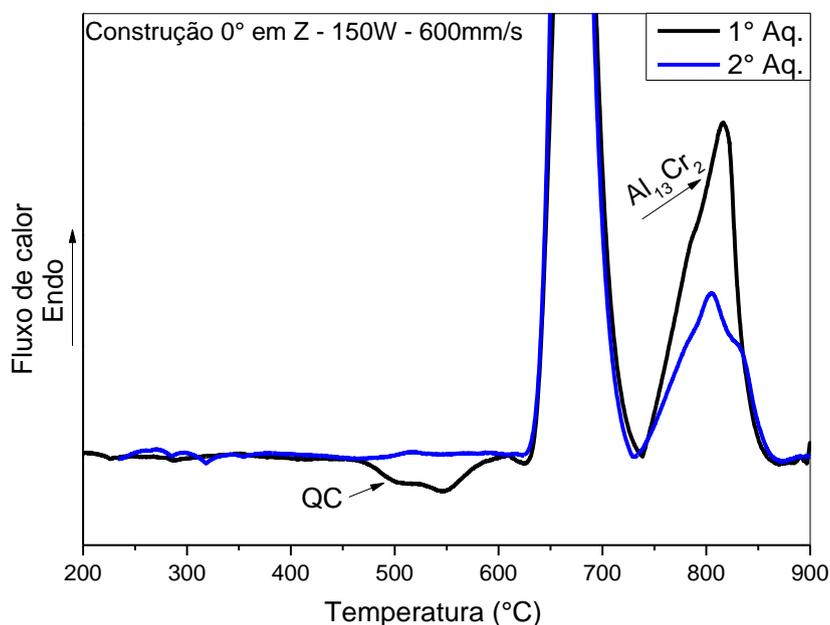
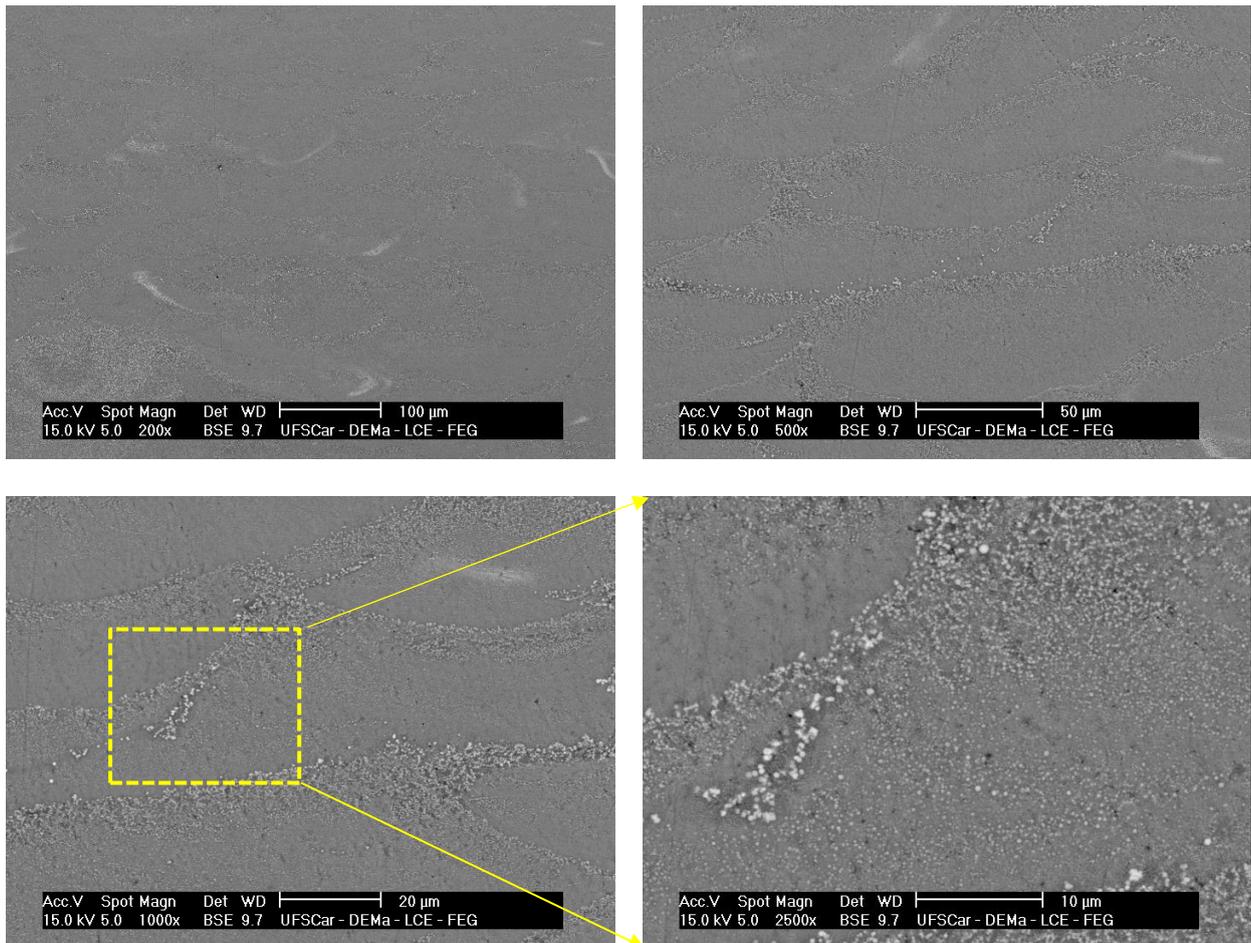


Figura 4.34- Curvas de DSC para as peças cilíndricas finais construídas a 0° em Z.

Imagens obtidas por MEV foram utilizadas para investigação da poça de fusão, trilhas e camadas nos cilindros construídos a 0° em Z. Essas imagens encontram-se na **Figura 4.35**. A microestrutura das poças de fusão é muito similar as observadas anteriormente na **Figura 4.12**, sendo constituídas de uma matriz de alumínio em solução sólida e precipitações globulares submicrométricas com cerca de 200nm, que podem ser facilmente fases QC. As partículas globulares mostraram variação de tamanho e morfologia ao longo do volume da poça de fusão, se apresentando ultra refinadas nas regiões centrais e refinadas nas regiões das bordas da poça (região termicamente afetada), em alguns pontos (aparentemente final e/ou início da poça) as fases se apresentam mais grosseiras (500nm), porém ainda de morfologia bem esférica.



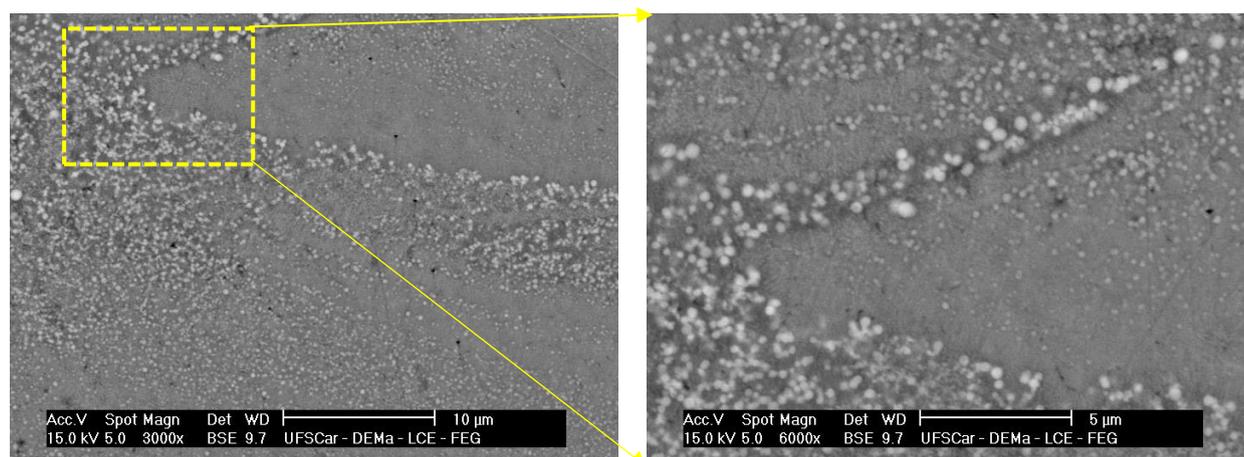


Figura 4.35- Imagens de MEV da amostra construída a 0° em Z (região central) com corte longitudinal.

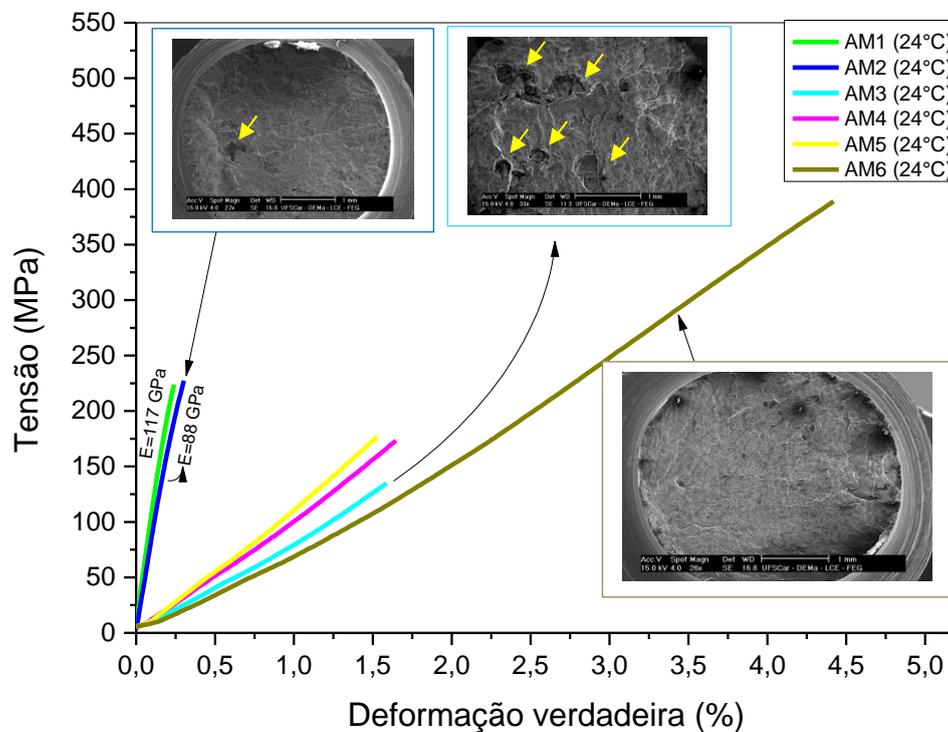
4.5 Ensaios mecânicos em tração

Ensaios mecânicos sob tração a temperatura ambiente e a 100°C foram realizados em amostras construídas a 0° em z. As curvas de tensão deformação verdadeira encontram-se na **Figura 4.36**. Para comparação, os ensaios em temperatura ambiente foram realizados com e sem extensômetro (**Figura 4.36a**)), já sob 100°C foram realizados sem uso da extensometria (**Figura 4.36b**)). Observou-se que o comportamento variou significativamente entre as amostras com (AM1 e AM2) e sem (AM3, AM4, AM5 e AM6) extensometria (**Figura 4.36a**)). Isso já era esperado, visto que sem o uso da extensometria a deformação elástica registrada durante o ensaio é mascarada pela deformação elástica de todos os componentes da máquina que fazem o suporte da amostra na posição de ensaio. Por essa liga apresentar caráter tipicamente frágil em temperatura ambiente, a deformação elástica sofrida pelo corpo de prova fica completamente comprometida sem o uso do extensômetro. As amostras testadas com extensômetro (AM1 e AM2) apresentaram tensão máxima por volta de 225 MPa e módulo de elasticidade de 117 e 88 GPa, respectivamente. Este módulo está coerente com o módulo encontrado por outros autores [94] que trabalharam com ligas formadoras de fase i-QC, as quais apresentaram em

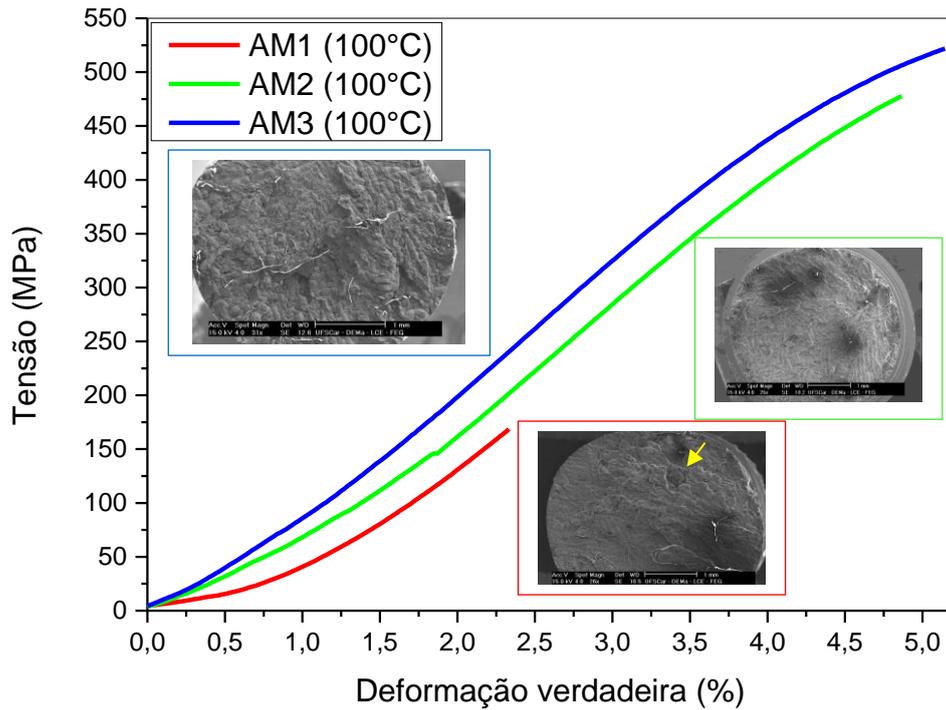
temperatura ambiente módulo de 200 GPa. Já quando consideramos o módulo de uma liga comumente processada por FSL, como a AlSi10Mg ($77,8 \pm 1,5$ GPa) [85], observamos que a liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ oferece maior resistência a deformação elástica quando solicitada em tração sob temperatura ambiente. As amostras AM3, AM4 e AM5 apresentaram resistência máxima de 136, 175 e 178 MPa, respectivamente. Observou-se pelas fractografias da superfície de fratura (inseridas no gráfico da **(Figura 4.36a)**) que a amostra AM3 apresentou mais porosidade (marcados com setas amarelas) que as amostras (AM1, AM2, AM4 e AM5). A amostra AM6, por outro lado, apresentou resistência máxima de ~389 MPa, com superfície de fratura livre de estrutura de poros como pode ser observada na respectiva fractografia inserida no gráfico da **Figura 4.36a**). A presença de porosidade estrutural atua como pontos concentradores de tensão e iniciadores de trincas, levando a grande dispersão nos valores de resistência a tração das amostras. Esse comportamento da resistência a tração em função da porosidade nas amostras também foi observado por Tradowsky [95]. A **Tabela 4.4** foi construída a partir de dados obtidos por outros autores [70], para ligas a base de alumínio dos sistemas AlSi e AlSiMg, as quais são largamente processadas por FSL, quando testadas em tração sob temperatura ambiente. Quando comparados os valores tabelados (**Tabela 4.4**) com os valores encontrados nesse trabalho, para a amostra sem porosidade (AM6 com ~389 MPa de resistência máxima), conclui-se que a liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ quando processada por FSL, apresenta propriedades equivalentes aquelas encontradas para outras ligas de alumínio também processadas por FSL.

As curvas da **Figura 4.36b**) mostram os resultados das amostras ensaiadas sob 100°C. A amostra AM1 apresentou menor resistência máxima (169 MPa) com deformação de 2,3%, enquanto as amostras AM2 e AM3 apresentaram 478 MPa e 4,9% (AM2) e 521 MPa e 5,1% (AM3). As superfícies de fratura para essas três amostras se apresentam similares (imagens inseridas na **Figura 4.36b**)), contudo para a amostra AM1 observa-se uma região de porosidade (marcada com seta amarela). Os autores Uzan et. al [85] processaram por FSL a liga AlSi10Mg e a submetteram a um tratamento térmico de alívio de tensões (300°C sob 2h) antes da realização do teste de tração.

Esses autores obtiveram tensão máxima de 350 MPa e 13% de deformação até a ruptura quando o teste foi realizado sob 100°C [85]. Comparando-se esses resultados com os resultados das amostras AM2 e AM3, também testadas a 100°C, observa-se a boa resistência da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ quando processada por FSL. A partir do comportamento observado para amostras ensaiadas a temperatura ambiente e sob 100°C, podemos esperar que, quando considerado amostras sem porosidade estrutural, a tendência é que a resistência em tração seja crescente com o aumento da temperatura até um certo limite.



a)



b)

Figura 4.36- Curvas de tensão x deformação verdadeira das amostras construídas a 0° em z, quando ensaiadas sob, a) temperatura ambiente e b) 100 °C.

Tabela 4.4- Resistência mecânica sob tração de ligas de alumínio comumente processadas por FSL, quando testadas a temperatura ambiente.

Material	Tensão máxima (MPa)	Alongamento (%)
AlSi12	~380	~3
AlSiMg0.75	427	2,5
AlSi7Mg0.3	~400	12-17
AlSi9Mg	379	~8,1
AlSi10Mg	~375	~4
	~396	~3,5
	~360	~6
	~424	~5,3
	~333	~1,4
	~391	~7,2
	~455	~5,4
	~377	~1,2

Fonte: Adaptado de [70].

5 CONCLUSÕES

Os pós da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ apresentaram superfície lisa e morfologia bem esférica, com distribuição normal de tamanho de partícula, características essas adequadas para o uso na técnica de fusão seletiva a laser (FSL). A etapa de secagem dos pós mostrou que a fluidez duplicou quando comparada a fluidez dos pós não secos.

A microestrutura das peças produzidas por FSL nas orientações de 0° , 45° e 90° em z mostrou-se complexa, sendo composta por uma matriz de Al onde fases quasicristalinas e suas aproximantes ($(Al_{13}(Cr,Fe)_{2,4})$, $Al_{13}Fe_4$ e $Al_{13}Cr_2$) encontram-se embebidas. As regiões centrais das poças de fusão apresentaram fases globulares mais refinadas (200nm) que nas demais regiões da poça (~400nm). Pelos resultados de DRX, DSC e MEV as amostras construídas nas diferentes orientações apresentam microestrutura muito similar, assim como, quando comparada as regiões superiores e inferiores de amostras construídas na mesma direção de orientação.

Por meio dos testes de otimização de parâmetros realizados no equipamento de FSL (AconityMINI), obteve-se que a liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ apresenta menor percentual de poros (0,05%), quando processada com o conjunto: 150W de potência do laser, 600mm/s de velocidade de varredura, 30 μ m de espessura de camada, rotação entre camadas de 79° , abertura do laser de 60 μ m, padrão de varredura do laser do tipo unidirecional, *hatching* de 102 μ m, utilizando um substrato não aquecido de 55mm de diâmetro e 25,7 mm de espessura.

Os resultados dos ensaios de compressão mostraram resistência máxima em temperatura ambiente de 913 MPa e 50% de deformação até a ruptura para a amostra construída a 90° em z. Sob 400° C todas as amostras apresentaram tensão máxima por volta de 260 MPa e 50% de deformação até a ruptura.

Os resultados de resistência a tração para as amostras construídas a 0° em z mostram-se dependentes da presença de poros nas amostras. A temperatura ambiente a amostra AM6 apresentou o melhor resultado (tensão máxima de ~389 MPa) apresentando superfície livre de poros. Sob 100° C as amostras livres de porosidade (AM2 e AM3) apresentaram tensão máxima de 478 MPa (AM2) e

521 MPa (AM3) com superfície de fratura semelhantes.

6 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Realizar ensaio de desgaste em peças construídas por fusão seletiva a laser com os parâmetros otimizados.
- Utilizar preparação de amostras para MET por FIB para investigar as fases formadas ao longo do volume da poça de fusão.
- Investigar o percentual de fase quasicristalina em peças construídas por fusão seletiva a laser com diferentes conjuntos de parâmetros.
- Variar a composição dos elementos ferro, cromo e titânio na liga AlFeCrTi e investigar a formação da fase quasicristalina nas peças produzidas pela fusão seletiva a laser em função da composição química.
- Produzir pós da liga $Al_{95}Fe_2Cr_2Ti_1$ utilizando todo o corpo da latinha de alumínio e processar por FSL para investigar a formação de fases.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] A. Inoue e H. Kimura, “High-strength aluminum alloys containing nanoquasicrystalline particles”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 286, nº 1, p. 1–10, jun. 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00656-0.
- [2] N. Kang, Y. Fu, P. Coddet, B. Guelorget, H. Liao, e C. Coddet, “On the microstructure, hardness and wear behavior of Al-Fe-Cr quasicrystal reinforced Al matrix composite prepared by selective laser melting”, *Materials & Design*, vol. 132, p. 105–111, out. 2017, doi: 10.1016/j.matdes.2017.06.060.
- [3] S. Pauly *et al.*, “Processing metallic glasses by selective laser melting”, *Materials Today*, vol. 16, nº 1–2, p. 37–41, jan. 2013, doi: 10.1016/j.mattod.2013.01.018.
- [4] Wolf, Witor, “Produção e caracterização de ligas do sistema Al-Co-Fe- Cr e aplicações como recobrimentos para barreiras térmicas.”, Dissertação (Mestrado), UFSCar, São Carlos, 2015.
- [5] P. C. P. das Neves, D. V. de Freitas, e L. A. Baptista, “Eixo quinário: um elemento de simetria presente em moléculas e quasi-cristais - um experimento didático em cristalografia”, *Química Nova*, vol. 33, nº 9, p. 1977–1979, 2010, doi: 10.1590/S0100-40422010000900028.
- [6] E. Huttunen-Saarivirta, “Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al–Cu–Fe alloys: a review”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 363, nº 1–2, p. 154–178, jan. 2004, doi: 10.1016/S0925-8388(03)00445-6.
- [7] D. Shechtman, I. Blech, D. Gratias, e J. W. Cahn, “Metallic Phase with Long-Range Orientational Order and No Translational Symmetry”, *PHYSICAL REVIEW LETTERS*, vol. 53, nº 20, p. 4, 1984.
- [8] A. Inoue, “Amorphous, nanoquasicrystalline and nanocrystalline alloys in Al-

- based systems”, *Progress in Materials Science*, vol. 43, nº 5, p. 365–520, dez. 1998, doi: 10.1016/S0079-6425(98)00005-X.
- [9] T. Yadav e N. Mukhopadhyay, “Quasicrystal: a low-frictional novel material”, *Current Opinion in Chemical Engineering*, vol. 19, p. 163–169, mar. 2018, doi: 10.1016/j.coche.2018.03.005.
- [10] D. Alexander, “Principles & Practice of Electron Diffraction”, Online material from <http://cime.epfl.ch.>, 2010, p. 6.
- [11] S. Lidin, “The Discovery of Quasicrystals”. The Royal Swedish Academy of Sciences; Online material from <https://www.nobelprize.org/>, 05-out-2011.
- [12] Gargarella, Piter., “Revestimento de superfícies de ligas de alumínio com liga formadora de fase quasicristalina Al-Fe-Cr-Mn utilizando laser.”, Dissertação de mestrado, UFSCar, São Carlos, 2009.
- [13] K. Edagawa, “Dislocations in quasicrystals”, *Materials Science and Engineering A*, p. 11, 2001.
- [14] L. C. L. A. Jamshidi, L. Nascimento, R. J. Rodbari, e C. M. B. de M. Barbosa, “Formação de Fases Quasicristalinas No Sistema Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅”, *Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas*, vol. 37, nº 1, p. 99, mar. 2016, doi: 10.5433/1679-0375.2016v37n1p99.
- [15] M. A. Martins, “Caracterização microestrutural de ligas quasicristalinas”, 22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil, p. 5930–5941, 2016.
- [16] W. Wolf, F. G. Coury, M. J. Kaufman, C. Bolfarini, C. S. Kiminami, e W. J. Botta, “The formation of quasicrystals in Al-Cu-Fe-(M=Cr,Ni) melt-spun ribbons”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 731, p. 1288–1294, jan. 2018, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.09.139.
- [17] A. Chlupova, Z. Chlup, e T. Kruml, “Fatigue properties and microstructure of quasicrystalline AlFeCrTi alloy”, *International Journal of Fatigue*, vol. 91, p.

- 251–256, out. 2016, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2016.06.007.
- [18] A. Inoue e H. Kimura, “High elevated-temperature strength of Al-based nanoquasicrystalline alloys”, *Nanostructured Materials*, vol. 11, nº 2, p. 221–231, mar. 1999, doi: 10.1016/S0965-9773(99)00035-5.
- [19] S. Pedrazzini *et al.*, “Strengthening mechanisms in an Al-Fe-Cr-Ti nanoquasicrystalline alloy and composites”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 672, p. 175–183, ago. 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.07.007.
- [20] M. Galano, F. Audebert, A. G. Escorial, I. C. Stone, e B. Cantor, “Nanoquasicrystalline Al–Fe–Cr-based alloys with high strength at elevated temperature”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 495, nº 2, p. 372–376, abr. 2010, doi: 10.1016/j.jallcom.2009.10.208.
- [21] M. Galano, F. Audebert, A. G. Escorial, I. C. Stone, e B. Cantor, “Nanoquasicrystalline Al–Fe–Cr-based alloys. Part II. Mechanical properties”, *Acta Materialia*, vol. 57, nº 17, p. 5120–5130, out. 2009, doi: 10.1016/j.actamat.2009.07.009.
- [22] A. Inoue, H. Kimura, e T. Masumoto, “Formation, thermal stability and electrical resistivity of quasicrystalline phase in rapidly quenched Al-Cr alloys”, *Journal of Materials Science*, vol. 22, nº 5, p. 1758–1768, maio 1987, doi: 10.1007/BF01132404.
- [23] K. B. Kim *et al.*, “Formation of icosahedral phase in an Al₉₃Fe₃Cr₂Ti₂ bulk alloy”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 436, nº 1–2, p. L1–L4, jun. 2007, doi: 10.1016/j.jallcom.2006.06.106.
- [24] P. Gargarella *et al.*, “Microstructural characterization of a laser remelted coating of Al₉₁Fe₄Cr₃Ti₂ quasicrystalline alloy”, *Scripta Materialia*, vol. 61, nº 7, p. 709–712, out. 2009, doi: 10.1016/j.scriptamat.2009.06.010.
- [25] Bonavina, Luiz Fernando, “Processamento e caracterização da liga Al₉₃Fe₃Cr₂Ti₂ solidificada rapidamente.”, Dissertação de mestrado,

UFSCar, São Carlos, 2005.

- [26] A. García-Escorial e M. Lieblich, “Atomization of Al-rich alloys: Three paradigmatic case studies”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 762, p. 203–208, set. 2018, doi: 10.1016/j.jallcom.2018.05.200.
- [27] K. Dám, D. Vojtěch, e F. Průša, “Powder metallurgy Al–6Cr–2Fe–1Ti alloy prepared by melt atomisation and hot ultra-high pressure compaction”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 560, p. 705–710, jan. 2013, doi: 10.1016/j.msea.2012.10.017.
- [28] A. Garcia-Escorial, M. Echevarria, M. Lieblich, e I. Stone, “Characterisation of an Al₉₃Fe₃Cr₂Ti₂ alloy obtained by spray forming”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 504, p. S519–S521, ago. 2010, doi: 10.1016/j.jallcom.2010.03.031.
- [29] P. Gargarella *et al.*, “Laser remelting of Al₉₁Fe₄Cr₃Ti₂ quasicrystalline phase former alloy”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 495, n° 2, p. 646–649, abr. 2010, doi: 10.1016/j.jallcom.2009.10.231.
- [30] D. Vojtěch, A. Michalcová, F. Průša, K. Dám, e P. Šedá, “Properties of the thermally stable Al₉₅Cr_{3.1}Fe_{1.1}Ti_{0.8} alloy prepared by cold-compression at ultra-high pressure and by hot-extrusion”, *Materials Characterization*, vol. 66, p. 83–92, abr. 2012, doi: 10.1016/j.matchar.2012.02.011.
- [31] J. Saida e A. Inoue, “Nanoicosahedral Quasicrystal”, in *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 6, H. S. Nalwa, 2004, p. 795–813.
- [32] K. V. Rao, J. Fidler, e H. S. Chen, “Melt-Spun Al₈₄V₁₆: A New Icosahedral Crystal”, *Europhysics Letters (EPL)*, vol. 1, n° 12, p. 647–653, jun. 1986, doi: 10.1209/0295-5075/1/12/006.
- [33] M. Yamasaki, Y. Nagaishi, e Y. Kawamura, “Inhibition of Al grain coarsening by quasicrystalline icosahedral phase in the rapidly solidified powder metallurgy Al–Fe–Ti–Cr alloy”, *Scripta Materialia*, vol. 56, n° 9, p. 785–788,

- maio 2007, doi: 10.1016/j.scriptamat.2007.01.012.
- [34] M. Galano, F. Audebert, I. C. Stone, e B. Cantor, “Nanoquasicrystalline Al–Fe–Cr-based alloys. Part I: Phase transformations”, *Acta Materialia*, vol. 57, nº 17, p. 5107–5119, out. 2009, doi: 10.1016/j.actamat.2009.07.011.
- [35] M. Galano, F. Audebert, B. Cantor, e I. Stone, “Structural characterisation and stability of new nanoquasicrystalline Al-based alloys”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 375–377, p. 1206–1211, jul. 2004, doi: 10.1016/j.msea.2003.10.066.
- [36] A. G. Escorial, V. F. Cremaschi, E. Natale, e M. Lieblich, “Thermal evolution of nanoquasicrystalline Al₉₃Fe₃Cr₂Ti₂ alloy”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 434–435, p. 215–216, maio 2007, doi: 10.1016/j.jallcom.2006.08.211.
- [37] E. Liotti, C. A. Kirk, I. Todd, K. S. Knight, e S. C. Hogg, “Synchrotron X-ray and neutron investigation of the structure and thermal expansion of the monoclinic Al₁₃Cr₂ phase”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 781, p. 1198–1208, abr. 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2018.12.132.
- [38] F. Audebert, R. Colaço, R. Vilar, e H. Sirkin, “Laser cladding of aluminium-base quasicrystalline alloys”, *Scripta Materialia*, vol. 40, nº 5, p. 551–557, fev. 1999, doi: 10.1016/S1359-6462(98)00459-X.
- [39] A. Inoue, H. Kimura, K. Sasamori, e T. Masumoto, “High Mechanical Strength of Al–(V, Cr, Mn)–(Fe, Co, Ni) Quasicrystalline Alloys Prepared by Rapid Solidification”, *Materials Transactions, JIM*, vol. 37, nº 6, p. 1287–1292, 1996, doi: 10.2320/matertrans1989.37.1287.
- [40] A. Inoue, H. Kimura, e S. Yamaura, “Production and mechanical properties of aluminum alloys with dispersed nanoscale quasicrystalline and amorphous particles”, *Metals and Materials International*, vol. 9, nº 6, p. 527–536, dez. 2003, doi: 10.1007/BF03027251.

- [41] L. Micheloti, C. S. Kiminami, V. M. Gomes, e P. Gargarella, “Produção de pó de liga de alumínio formadora de fase quasicristalina a partir de matéria prima reciclada”, *22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil.*, p. 13, 2016.
- [42] Santos, Jonadabe Martins dos, “Atomização e consolidação por fusão seletiva a laser da liga Cu-11,3Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr com efeito de memória de forma”, Dissertação de mestrado, UFSCar, São Carlos, 2015.
- [43] R. D. Cava *et al.*, “Spray forming of Cu–11.85Al–3.2Ni–3Mn (wt%) shape memory alloy”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 615, p. S602–S606, dez. 2014, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.11.166.
- [44] T. DebRoy *et al.*, “Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties”, *Progress in Materials Science*, vol. 92, p. 112–224, mar. 2018, doi: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [45] M. D. Bambach, M. Bambach, A. Sviridov, e S. Weiss, “New process chains involving additive manufacturing and metal forming – a chance for saving energy?”, *Procedia Engineering*, vol. 207, p. 1176–1181, 2017, doi: 10.1016/j.proeng.2017.10.1049.
- [46] K. V. Wong e A. Hernandez, “A Review of Additive Manufacturing”, *ISRN Mechanical Engineering*, vol. 2012, p. 1–10, 2012, doi: 10.5402/2012/208760.
- [47] R. Sun *et al.*, “Microstructure, residual stress and tensile properties control of wire-arc additive manufactured 2319 aluminum alloy with laser shock peening”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 747, p. 255–265, maio 2018, doi: 10.1016/j.jallcom.2018.02.353.
- [48] E. A. Alberti, L. J. da Silva, e A. S. C. M. d’Oliveira, “Manufatura Aditiva: o papel da soldagem nesta janela de oportunidade”, *Soldagem & Inspeção*, vol. 19, nº 2, p. 190–198, jun. 2014, doi: 10.1590/0104-9224/SI1902.11.

- [49] E. O. Olakanmi, R. F. Cochrane, e K. W. Dalgarno, “A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties”, *Progress in Materials Science*, vol. 74, p. 401–477, out. 2015, doi: 10.1016/j.pmatsci.2015.03.002.
- [50] H. L. Wei, J. Mazumder, e T. DebRoy, “Evolution of solidification texture during additive manufacturing”, *Scientific Reports*, vol. 5, n° 1, dez. 2015, doi: 10.1038/srep16446.
- [51] E. M. Mazzer *et al.*, “Atomization and Selective Laser Melting of a Cu-Al-Ni-Mn Shape Memory Alloy”, *Materials Science Forum*, vol. 802, p. 343–348, dez. 2014, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.802.343.
- [52] H. Shipley *et al.*, “Optimisation of process parameters to address fundamental challenges during selective laser melting of Ti-6Al-4V: A review”, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 128, p. 1–20, maio 2018, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2018.01.003.
- [53] P. Wang, H. C. Li, K. G. Prashanth, J. Eckert, e S. Scudino, “Selective laser melting of Al-Zn-Mg-Cu: Heat treatment, microstructure and mechanical properties”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 707, p. 287–290, jun. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.11.210.
- [54] K. V. Yang, P. Rometsch, C. H. J. Davies, A. Huang, e X. Wu, “Effect of heat treatment on the microstructure and anisotropy in mechanical properties of A357 alloy produced by selective laser melting”, *Materials & Design*, vol. 154, p. 275–290, set. 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.05.026.
- [55] Y. Shi, K. Yang, S. K. Kairy, F. Palm, X. Wu, e P. A. Rometsch, “Effect of platform temperature on the porosity, microstructure and mechanical properties of an Al-Mg-Sc-Zr alloy fabricated by selective laser melting”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 732, p. 41–52, ago. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.06.049.

- [56] J.-P. Kruth, M. Badrossamay, E. Yasa, J. Deckers, L. Thijs, e J. Humbeeck, “Part and material properties in selective laser melting of metals”, apresentado em 16th International Symposium on Electromachining (ISEM XVI), Shanghai, 2010.
- [57] W. Stopyra, J. Kurzac, K. Gruber, T. Kurzynowski, e E. Chlebus, “Influence of laser power on the penetration depth and geometry of scanning tracks in selective laser melting”, apresentado em XIth Symposium on Laser Technology, Jastarnia, Poland, 2016, p. 101590R, doi: 10.1117/12.2262079.
- [58] F. Calignano *et al.*, “Investigation of accuracy and dimensional limits of part produced in aluminum alloy by selective laser melting”, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 88, n° 1–4, p. 451–458, jan. 2017, doi: 10.1007/s00170-016-8788-9.
- [59] A. Papacharalampopoulos, P. Stavropoulos, e J. Stavridis, “Adaptive Control of Thermal Processes: Laser Welding and Additive Manufacturing Paradigms”, *Procedia CIRP*, vol. 67, p. 233–237, 2018, doi: 10.1016/j.procir.2017.12.205.
- [60] C.-J. Bae, “6 - Quantification and certification of additive manufacturing materials and processes”, *Additive Manufacturing*, n° Elsevier Inc., p. 33, 2018, doi: dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-812155-9.00006-2.
- [61] W. E. Frazier, “Metal Additive Manufacturing: A Review”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 23, n° 6, p. 1917–1928, jun. 2014, doi: 10.1007/s11665-014-0958-z.
- [62] D. Buchbinder, H. Schleifenbaum, S. Heidrich, W. Meiners, e J. Bültmann, “High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts”, *Physics Procedia*, vol. 12, p. 271–278, 2011, doi: 10.1016/j.phpro.2011.03.035.
- [63] E. Louvis, P. Fox, e C. J. Sutcliffe, “Selective laser melting of aluminium components”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 211, n° 2, p.

- 275–284, fev. 2011, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2010.09.019.
- [64] S. Müller e E. Westkämper, “Modelling of Production Processes: A Theoretical Approach to Additive Manufacturing”, *Procedia CIRP*, vol. 72, p. 1524–1529, 2018, doi: 10.1016/j.procir.2018.03.010.
- [65] B. Bártoová, D. Vojtěch, J. Verner, A. Gemperle, e V. Studnička, “Structure and properties of rapidly solidified Al–Cr–Fe–Ti–Si powder alloys”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 387, n° 1–2, p. 193–200, jan. 2005, doi: 10.1016/j.jallcom.2004.06.049.
- [66] S. Özbilen, “Satellite formation mechanism in gas atomised powders”, *Powder Metallurgy*, vol. 42, n° 1, p. 70–78, jan. 1999, doi: 10.1179/pom.1999.42.1.70.
- [67] D. Schwenck, N. Ellendt, J. Fischer-Bühner, P. Hofmann, L. Mädler, e V. Uhlenwinkel, “Effect of Process Parameters on Powder Quality”, in *5th Int. Conf. on Spray Deposition and Melt Atomization*, Bremen, Germany, 2013, vol. 1, p. 12.
- [68] E. O. Olakanmi, “Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al–Mg, and Al–Si powders: Effect of processing conditions and powder properties”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 213, n° 8, p. 1387–1405, ago. 2013, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2013.03.009.
- [69] S. Lathabai, “Additive Manufacturing of Aluminium-Based Alloys and Composites”, in *Fundamentals of Aluminium Metallurgy*, Elsevier, 2018, p. 47–92.
- [70] J. Zhang, B. Song, Q. Wei, D. Bourell, e Y. Shi, “A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends”, *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 35, n° 2, p. 270–284, fev. 2019, doi: 10.1016/j.jmst.2018.09.004.
- [71] K. V. Yang *et al.*, “Porosity formation mechanisms and fatigue response in

- Al-Si-Mg alloys made by selective laser melting”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 712, p. 166–174, jan. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2017.11.078.
- [72] A. Gökçe, F. Fındık, e A. O. Kurt, “Microstructural examination and properties of premixed Al–Cu–Mg powder metallurgy alloy”, *Materials Characterization*, vol. 62, n° 7, p. 730–735, jul. 2011, doi: 10.1016/j.matchar.2011.04.021.
- [73] C. Suryanarayana, Org., *Non-equilibrium processing of materials*, 1° ed, vol. 2. Amsterdam; New York: Elsevier Science/ Suryanarayana, C., 1999.
- [74] A. Garcia-Escorial, E. Natale, V. J. Cremaschi, I. Todd, e M. Lieblich, “Quasicrystalline Al₉₃Fe₃Cr₂Ti₂ alloys”, *Rev. Metal.*, vol. 51 (4), p. e054, 03-nov-2015.
- [75] K. Stan-Głowińska, L. Lityńska-Dobrzyńska, J. Morgiel, A. Góral, M. A. Gordillo, e J. M. Wieszorek, “Enhanced thermal stability of a quasicrystalline phase in rapidly solidified Al-Mn-Fe-X alloys”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 702, p. 216–228, abr. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.12.383.
- [76] B. Liu, B.-Q. Li, Z. Li, P. Bai, Y. Wang, e Z. Kuai, “Numerical investigation on heat transfer of multi-laser processing during selective laser melting of AlSi10Mg”, *Results in Physics*, vol. 12, p. 454–459, mar. 2019, doi: 10.1016/j.rinp.2018.11.075.
- [77] Y. Li e D. Gu, “Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder”, *Materials & Design*, vol. 63, p. 856–867, nov. 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2014.07.006.
- [78] Y. Du, X. You, F. Qiao, L. Guo, e Z. Liu, “A model for predicting the temperature field during selective laser melting”, *Results in Physics*, vol. 12, p. 52–60, mar. 2019, doi: 10.1016/j.rinp.2018.11.031.

- [79] H. M. Kimura, K. Sasamori, e A. Inoue, “Formation, microstructure and mechanical properties of Al–Fe base quasicrystalline alloys”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 294–296, p. 168–172, dez. 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)01192-8.
- [80] F. Audebert *et al.*, “Structural Characterisation and Mechanical Properties of Nanocomposite Al-based Alloys”, *Mater. Trans.*, vol. 43, n° 8, p. 2017–2025, 2002, doi: 10.2320/matertrans.43.2017.
- [81] R. T. Li, Z. L. Dong, V. K. Murugan, Z. L. Zhang, e K. A. Khor, “Microstructure characterization of Al–Cr–Fe quasicrystals sintered using spark plasma sintering”, *Materials Characterization*, vol. 110, p. 264–271, dez. 2015, doi: 10.1016/j.matchar.2015.11.002.
- [82] M. De Graef e M. E. McHenry, *Structure of Materials: An Introduction to Crystallography, Diffraction and Symmetry*, 2^o ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2012.
- [83] J. Suryawanshi, K. G. Prashanth, S. Scudino, J. Eckert, O. Prakash, e U. Ramamurty, “Simultaneous enhancements of strength and toughness in an Al-12Si alloy synthesized using selective laser melting”, *Acta Materialia*, vol. 115, p. 285–294, ago. 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.06.009.
- [84] N. E. Uzan, R. Shneck, O. Yeheskel, e N. Frage, “Fatigue of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing selective laser melting (AM-SLM)”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 704, p. 229–237, set. 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.08.027.
- [85] N. E. Uzan, R. Shneck, O. Yeheskel, e N. Frage, “High-temperature mechanical properties of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing using selective laser melting technologies (AM-SLM)”, *Additive Manufacturing*, vol. 24, p. 257–263, dez. 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.09.033.
- [86] P. Ponnusamy, S. H. Masood, D. Ruan, S. Palanisamy, e R. Rashid, “High

- strain rate dynamic behaviour of AlSi12 alloy processed by selective laser melting”, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 97, n° 1–4, p. 1023–1035, jul. 2018, doi: 10.1007/s00170-018-1873-5.
- [87] Z. Y. Dou *et al.*, “Elevated temperature compressive behavior of a beryllium-aluminum casting alloy”, *Materials Letters*, vol. 229, p. 89–92, out. 2018, doi: 10.1016/j.matlet.2018.06.067.
- [88] L. Shaw, “Compressive behavior of an extruded nanocrystalline Al–Fe–Cr–Ti alloy”, *Scripta Materialia*, vol. 50, n° 7, p. 921–925, abr. 2004, doi: 10.1016/j.scriptamat.2004.01.021.
- [89] H. Luo, L. Shaw, L. C. Zhang, e D. Miracle, “On tension/compression asymmetry of an extruded nanocrystalline Al–Fe–Cr–Ti alloy”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 409, n° 1–2, p. 249–256, nov. 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.06.075.
- [90] Y. Nagaishi, M. Yamasaki, e Y. Kawamura, “Effect of process atmosphere on the mechanical properties of rapidly solidified powder metallurgy Al–Ti–Fe–Cr alloys”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 449–451, p. 794–798, mar. 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.02.383.
- [91] A. García-Escorial, E. Natale, V. J. Cremaschi, I. Todd, e M. Lieblisch, “Microstructural transformation of quasicrystalline AlFeCrTi extruded bars upon long thermal treatments”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 643, p. S199–S203, set. 2015, doi: 10.1016/j.jallcom.2014.12.164.
- [92] C. Y. Yap *et al.*, “Review of selective laser melting: Materials and applications”, *Applied Physics Reviews*, vol. 2, n° 4, p. 041101, dez. 2015, doi: 10.1063/1.4935926.
- [93] V. G. Khoruzha, K. E. Kornienko, D. V. Pavlyuchkov, B. Grushko, e T. Ya. Velikanova, “The Al–Cr–Fe phase diagram. I. Phase equilibria at subsolidus temperatures over composition range 58–100 at.% Al”, *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, vol. 50, n° 1–2, p. 83–97, maio 2011, doi:

10.1007/s11106-011-9306-0.

- [94] A. Inoue, “Amorphous, nanoquasicrystalline and nanocrystalline alloys in Al-based systems”, *Progress in Materials Science*, vol. 43, n° 5, p. 365–520, dez. 1998, doi: 10.1016/S0079-6425(98)00005-X.
- [95] U. Tradowsky, J. White, R. M. Ward, N. Read, W. Reimers, e M. M. Attallah, “Selective laser melting of AlSi10Mg: Influence of post-processing on the microstructural and tensile properties development”, *Materials & Design*, vol. 105, p. 212–222, set. 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.05.066.

APÊNDICE A

Tabela A.1 - Comparação das propriedades mecânicas medidas nesse trabalho com aqueles reportados na literatura.

Liga (Preparação) – TE	Compressão (MPa)			HV	Fonte
	RC	σ_e	ϵ_f (%)		
Al ₉₅ Fe ₂ Cr ₂ Ti ₁ (FSL)- RT	664-913	400-411	7,8-32	180	Este estudo
Al ₉₅ Fe ₂ Cr ₂ Ti ₁ (FSL)- 400°C	251-268	132-155	50	--	Este estudo
AlSi12 (FSL)- 20°C	581	400 ± 10	25	158	[86]
AlSi12 (FSL)- 200°C	333	200 ± 10	25	--	[86]
Be-Al38 wt.% (F)- 450°C	147	143	70	--	[87]
Be-Al38 wt.% (F)- 500°C	133	120	70	--	[87]
Al-6Cr-2Fe-1Ti (A+CQ/300°C)- RT	~530	520	10	--	[27]
Al-6Cr-2Fe-1Ti (A+CQ/400°C)- RT	~550	490	40	--	[27]
Al-6Cr-2Fe-1Ti (A+CQ/500°C)- RT	~650	460	40	--	[27]
Al-12Si-1Cu-1Mg-1Ni (F+T6)-RT	~675	430	35	126	[27]
Al-6Cr-2Fe-1Ti (A+CQ/300°C)- 250°C	~630	370	40	--	[27]
Al-6Cr-2Fe-1Ti (A+CQ/400°C)- 250°C	~640	350	40	--	[27]
Al-6Cr-2Fe-1Ti (A+CQ/500°C)- 250°C	~620	320	40	--	[27]
Al-12Si-1Cu-1Mg-1Ni (F+T6)-250°C	~450	260	40	--	[27]
Al ₉₃ Fe ₃ Ti ₂ Cr ₂ (EQ/RE<6)- 25°C	~560	~560	1	--	[88]
Al ₉₃ Fe ₃ Ti ₂ Cr ₂ (EQ /RE<6)- 200°C	~490	~490	45	--	[88]
Al ₉₃ Fe ₃ Ti ₂ Cr ₂ (EQ/RE<6)- 300°C	~320	~320	45	--	[88]
Al ₉₃ Fe ₃ Ti ₂ Cr ₂ (EQ/RE<6)- 400°C	~180	~180	47	--	[88]
Al _{93,1} Ti _{2,3} Fe _{2,3} Cr _{2,3} (A+EQ) -RT	--	--	--	160-165	[90]
Al ₉₅ Cr _{3.1} Fe _{1.1} Ti _{0.8} (A+EQ) - RT	658	465	27	132	[30]
Al ₉₅ Cr _{3.1} Fe _{1.1} Ti _{0.8} (A+CF) - RT	680	547	21	161	[30]
Al ₉₃ Ti ₂ Fe ₃ Cr ₂ (LM+EQ) -RT	665	560	45	--	[89]

HV- Dureza Vickers, RC- Resistencia a compressão, σ_e - tensão de escoamento, ϵ_f – deformação; TE- temperatura do ensaio, RT- Temperatura ambiente, RE- Razão de extrusão; FSL- Fusão seletiva a laser, A- Atomização, CQ- Compactação a quente sob ultra altas pressões, CF- Compactação a frio sob altas pressões, EQ- Extrusão a quente, LM- Liga produzida mecanicamente, MS- *melt spinning*, F- fundição, T6- tratamento térmico.