

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS**

RAFAEL RAMOS

**ASPECTOS MICROESTRUTURAIS E MECÂNICOS DE AÇO FERRAMENTA
PARA TRABALHO A QUENTE (H13) CONVENCIONAL E PROCESSADO
POR MANUFATURA ADITIVA VIA DEPOSIÇÃO POR ENERGIA
DIRECIONADA A LASER (L-DED)**

**RIO DE JANEIRO
2025**

RAFAEL RAMOS

ASPECTOS MICROESTRUTURAIS E MECÂNICOS DE AÇO
FERRAMENTA PARA TRABALHO A QUENTE (H13) CONVENCIONAL E
PROCESSADO POR MANUFATURA ADITIVA VIA DEPOSIÇÃO POR
ENERGIA DIRECIONADA A LASER (L-DED)

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador(es): Andersan dos Santos Paula, D.Sc.

Rio de Janeiro

2025

©2025

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Ramos, Rafael.

Aspectos Microestruturais e Mecânicos de Aço Ferramenta para Trabalho a quente (H13) convencional e processado por Manufatura Aditiva via Deposição por Energia Direcionada a Laser (L-DED) / Rafael Ramos. – Rio de Janeiro, 2025.

283 f.

Orientador(es): Andersan dos Santos Paula.

Tese (doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência e Engenharia de Materiais, 2025.

1. Aço ferramenta H13. Manufatura Convencional. Manufatura Aditiva. Deposição por energia direcionada a laser. Atomização em água. Tratamentos térmicos. i. dos Santos Paula, Andersan (orient.) ii. Título

RAFAEL RAMOS

**Aspectos Microestruturais e Mecânicos de Aço
Ferramenta para Trabalho a quente (H13) convencional e
processado por Manufatura Aditiva via Deposição por
Energia Direcionada a Laser (L-DED)**

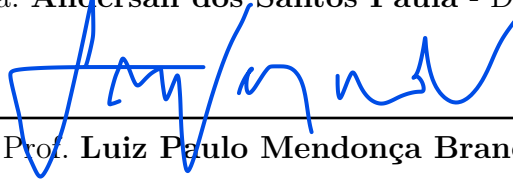
Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador(es): Andersan dos Santos Paula.

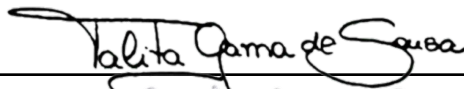
Aprovada em 27 de fevereiro de 2025, pela seguinte banca examinadora:



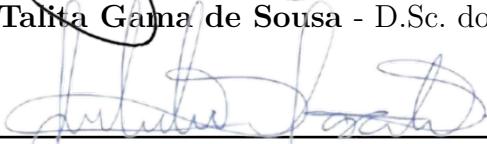
Profa. **Andersan dos Santos Paula** - D.Sc. do IME - Presidente



Prof. **Luiz Paulo Mendonça Brandão** - D.Sc. do IME



Profa. **Talita Gama de Sousa** - D.Sc. do IME



Prof. **Getúlio de Vasconcelos** - D.Sc. do IEAv



Profa. **Patrícia Freitas Rodrigues** - D.Sc. da Universidade de Coimbra -
Portugal



Pesquisador **Paulo Paiva Oliveira Leite Dyer** - D.Sc. do IEAv

Rio de Janeiro

2025

*Este trabalho é dedicado aos meus pais que
sempre buscaram me proporcionar as melhores condições
possíveis de estudo e desenvolvimento pessoal.*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus pelo privilégio de viver, pela saúde, pela força e pela proteção Divina em todos os momentos. Aos meus pais pelas oportunidades oferecidas ao longo da minha vida, em especial à minha mãe que, após a partida de meu pai, quando eu ainda era relativamente novo, assumiu com maestria e segurança os papéis de mãe e pai e sempre me estimulou a buscar novas conquistas, como o início do Curso de Pós-Graduação. À minha filha por me inspirar a ser alguém melhor e pela compreensão e estímulo nos diversos momentos de estudo e dedicação.

Em seguida, ao Exército Brasileiro pela oportunidade oferecida e confiança ao permitir a realização do Curso de Pós-Graduação, inicialmente no nível Mestrado, convertido em Doutorado ao longo do processo. Também sou grato ao Instituto Militar de Engenharia (IME), instalado em local extremamente aprazível e inspirador que é a Praia Vermelha, por toda a infraestrutura física e pessoal oferecidas, sem as quais o presente trabalho não teria sido desenvolvido, e pelos bons momentos vividos ao longo desta pesquisa.

A todos os integrantes da Seção de Engenharia de Materiais (SE/8), servidores, professores e alunos, civis e militares, por oferecerem as melhores condições para o estudo e desenvolvimento de trabalhos experimentais na caracterização de materiais, bem como por criarem ambiente ímpar para a reflexão, investigação e produção científica na área da ciência e da engenharia de materiais, aspectos estes que se materializam na obtenção e manutenção da nota 7, a máxima possível, em avaliação da CAPES sobre o Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM) do IME. Destaco o apoio do Chefe da SE/8, Cel Wagner e do TC Fortini, anteriormente adjunto da SE/8 e atualmente o novo chefe desta Seção Ensino, antes companheiro de curso em algumas cadeiras, pelo incentivo e apoio em inúmeras atividades acadêmicas e administrativas, pois juntamente com o Cel Marcos José, da Div Ens Pesq, e com a Professora Andersan, na condição de Coordenadora de Pós-Graduação e gestora dos recursos PROEX, a quem também sou grato, deram suporte à minha participação e apresentação de trabalhos em diversos eventos científicos, bem como nas atividades de pesquisa para o desenvolvimento da presente tese de doutorado, no que tange à produção de amostras e operação do equipamento de fabricação por Manufatura Aditiva instalado no Instituto de Estudos Avançados (IEAv), em São José dos Campos/SP. Também faço meu agradecimento ao TC Ozias, do Corpo de Alunos, por sempre ter ajudado em processos administrativos relacionados à participação em eventos científicos, bem como por ter auxiliado na tarefa de conciliar atividades de trabalho e necessidades pessoais/familiares. Ao Cel Leal que na Chefia da Divisão Administrativa, quando de minha apresentação ao IME, se empenhou pessoalmente na solução de problemas que permitiram a liberação do PNR que ocupei e

que propiciou condições ímpares para minha plena dedicação ao Curso.

Aos amigos TC Fortini, TC Lúcio, Maj Jesus, Maj Roni, Cap Raíssa, Cap Alves (reserva), Naiara Lé Sénéchal, Danilo Gonçalves, Matheus Torquato, Caio Wichrowski, Thais Gajo e vários outros nobres colegas com os quais compartilhei momentos ao longo dos anos de curso, pelo apoio no estudo, na preparação para provas e em discussões sobre rumos da presente pesquisa.

Também aos servidores Leandro e Leonardo, do laboratório de ensaios mecânicos (LEM) e ao chefe do laboratório, TC Fortini; ao servidor Danilo, do laboratório de microscopia eletrônica (LME) e ao Professor Marcelo Prado, chefe de tal laboratório, por terem deixado as portas abertas e me ajudado na realização de inúmeros ensaios e análises com amostras. No Laboratório de Difração de Raios X (DRX), às colegas Julianna Garcia e Thaissa Nunes, bem como ao Professor Luiz Paulo, chefe do laboratório e à Professora Talita Gama, pelas diversas discussões sobre ensaios e rumos da pesquisa, bem como pela realização de inúmeros ensaios de difração em minhas amostras.

Ao Instituto de Estudos Avançados (IEAv), da Força Aérea Brasileira (FAB), e a seus colaboradores, de maneira destacada ao Pesquisador Paulo Dyer, responsável efetivo pela operação do equipamento de deposição por energia direcionada a laser (L-DED) e grande apoiador da presente pesquisa, e ao Professor Getúlio de Vasconcelos, chefe do laboratório em que está instalado o equipamento de L-DED, por dividirem comigo os desafios de operacionalizar a fabricação por manufatura aditiva via L-DED com pó metálico, através da instalação, operação e manutenção de todo um aparato produtivo montado em parceria com o IME.

Aos integrantes da IMBEL/FJF - Juiz de Fora/MG, primeiramente pelo estímulo a deixar aquela fábrica em busca de novos conhecimentos ao ingressar no presente curso de Pós-Graduação, a destacar a atuação do antigo chefe da fábrica, Cel Cruz, que apoiou decisivamente o início de tal etapa. Também pela IMBEL/FJF ter cedido o aço H13 de seu estoque para os primeiros estudos experimentais desta tese de doutorado, bem como o óleo de têmpera utilizado em alguns dos tratamentos térmicos. Em seguida, pelo apoio na execução de ensaios, como a realização de radiografias pelo TC Marcos Paulo e pelo empregado Márcio Oliva, e na preparação de amostras, fase na qual devo destacar minha gratidão aos funcionários Leandro, da DVENG, e Paulo Sérgio e Leonardo, da Seção de Ferramentaria, os quais se empenharam decisivamente em inúmeras tentativas para produzir corpos de prova para ensaios Charpy. Também aos empregados Douglas e José Ailton, da Divisão de Engenharia (DVENG), pela realização de simulações e discussão sobre processos de forjamento de Granadas, e ao Cel Sejanos e ao Maj Passon, antigo e atual chefe da DVENG, por terem deixado as portas da Fábrica e da Seção de Ferramentaria sempre abertas para apoio aos meus trabalhos de pesquisa, locais estes

onde aprendi muito com os experientes e habilidosos funcionários lá lotados.

Complementarmente, agradeço aos integrantes da IMBEL/FI - Itajubá/MG, pelo apoio na realização das análises de composição química em diversas amostras, a destacar a participação do Cap Hoisler, o qual efetivou a ponte com o setor responsável pelo ensaio. Ao Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF) - Rio de Janeiro/RJ, em especial ao Laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica (LITMec), destacando a atuação dos servidores Dr. Rodrigo Felix e Eduardo, chefe e técnico projetista do laboratório, respectivamente, pelo apoio no corte, preparação e fabricação de diversas amostras. Ao Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo (IPT/SP) - São Paulo/SP, em especial aos pesquisadores Giovana Fiocco e Moyses Lima, pela realização de diversos ensaios com os pós metálicos de H13 utilizados nesta pesquisa. Também à Pesquisadora Dra. Flávia Silva, ex-IPT e atualmente pesquisadora do instituto de pesquisa alemão *Forschungszentrum Jülich*, pela colaboração com estudos de caracterização de pós metálicos e pela disposição para realização de trabalhos conjuntos que transcenderão o término da presente pesquisa. À pesquisadora Dra. Olga Araújo e ao Professor Ricardo Lopes do Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) da COPPE/UFRJ pelo apoio na realização de ensaios de microtomografia e radiografia para avaliação da sanidade interna de amostras da presente pesquisa.

À *Villares Metals* agradeço pela doação de 80 kg de aço H13 para atomização e realização de estudos complementares com o material convencional, destacando os contatos com os engenheiros do departamento de pesquisa Eduardo Souza e Roberto Tibúrcio, bem como à empresa Pós Metálicos Especiais Ltda., a qual aprovou tecnicamente a ideia da atomização nacional do pó do aço H13 e foi contratada para a realização deste serviço, em ambos os casos demonstrando confiança e suporte à presente pesquisa, razões pelas quais expresse minha gratidão.

Especialmente à minha Orientadora, Professora Andersan dos Santos Paula, sou grato pela confiança em meu trabalho, pela dedicação na transmissão sempre em alto nível de vasto conhecimento e principalmente pelo apoio irrestrito e disponibilidade constante para sanar dúvidas, refletir sobre rumos da pesquisa e superar desafios que se apresentaram.

Agradeço, ainda, à CAPES/PROEX, inicialmente por ter permitido, no âmbito dos editais Pró-Defesa IV e Pró-Defesa V, por intermédio de parceira formalizada com o IEAv dentro do escopo de 2 projetos associados a estes editais, a instalação do equipamento de deposição por L-DED, possibilitando o desenvolvimento da presente tese. Além disso, pelo suporte financeiro dado às pesquisas desenvolvidas no âmbito do PPGCEM/IME.

*"Tudo aquilo que o homem ignora,
não existe para ele.
Por isso o universo de cada um,
se resume no tamanho de seu saber."
(Albert Einstein)*

RESUMO

O aço ferramenta para trabalho a quente H13 é amplamente utilizado em moldes e matrizes aplicados na indústria em virtude de apresentar boa resistência mecânica, adequada tenacidade e estabilidade dimensional e de propriedades, mesmo em temperaturas elevadas. Na Base Industrial de Defesa (BID), a IMBEL e sua Fábrica de Juiz de Fora/MG (FJF) o utilizam no ferramental para fabricação de munições de diversos calibres. A produção de ferramental com aço H13 e seu uso envolvem diversas transformações metalúrgicas cuja compreensão se faz necessária para o atingimento de bom desempenho. Ademais, a existência de meios de fabricação com possibilidade de customização, etapas reduzidas e mais céleres é favorável para o mercado de moldes e matrizes, levando a grande interesse nas tecnologias de manufatura aditiva (MA), as quais permitem a obtenção de peças a partir de modelos 3D, com a construção camada a camada. Entretanto, a MA envolve desafios como a heterogeneidade microestrutural decorrente de sucessivos ciclos térmicos no processo de construção. Desta forma, decidiu-se explorar, na presente Tese de Doutorado, a definição de parâmetros que permitissem uma adequada fabricação de amostras volumétricas por meio da deposição de aço H13 na forma de pó, atomizado em água nacionalmente, pela técnica de Deposição por Energia Direcionada a Laser (L-DED), comparando tais amostras a outras obtidas a partir de aço H13 processado convencionalmente, nas condições "como fabricadas/recebido" e submetidas a tratamentos térmicos de têmpera e revenido. Para isso aplicadas diversas caracterizações foram feitas, como espectrometria de emissão ótica, difração de raios X, radiografia, microtomografia, avaliação da densidade por princípio de Arquimedes e microscopias ótica e eletrônica de varredura, com análises de SE, BSE, EDS e EBSD, além de ensaios de microdureza Vickers, dureza Rockwell e impacto Charpy. Além de algumas técnicas já citadas, o pó metálico foi caracterizado com difração a laser para tamanho de partícula, avaliação de composição química por ICP-OES e ensaios reológicos. Verificou-se que o pó atomizado em água, mostrou-se adequado ao processo L-DED, com boa escoabilidade e pequena coesividade, e que as amostras depositadas apresentaram boa densificação, mas submeteram-se a inúmeros ciclos térmicos, gerando microestrutura heterogênea, composta por martensita temperada/revenida, austenita retida e carbonetos, na condição "como fabricado"(CF). Também identificaram-se porosidade por gases e vaporização de elementos de liga. A heterogeneidade microestrutural e de propriedades mecânicas foi suavizada com tratamento térmico de revenimento direto, sem a têmpera, e completamente homogeneizada com tratamento térmico de têmpera e duplo revenimento, condição "tratada termicamente" (TT). Obtiveram-se, assim, amostras com microestrutura homogênea de martensita revenida e carbonetos dispersos de maneira similar ao obtido com aço convencional na condição TT, apesar de aparente maior presença de precipitados neste último. Além disso, amostras obtidas por L-DED revelaram propriedades mecânicas adequadas (dureza 47,74 HRC; tenacidade ao impacto Charpy 16 J/cm²), compatíveis com as obtidas com o aço convencional (47,46 HRC e 13,33 J/cm²), evidenciando que as deposições por L-DED com pó atomizado em água apresentaram comportamento similar ao do aço H13 convencional, ambos na condição TT.

Palavras-chave: Aço ferramenta H13. Manufatura Convencional. Manufatura Aditiva. Deposição por energia direcionada a laser. Atomização em água. Tratamentos térmicos.

ABSTRACT

H13 hot work tool steel is widespread used in molds and dies applied in industry due to its good mechanical resistance, proper toughness and stable dimensions and properties even under high temperatures. At the Brazilian Defence Industry (BID), IMBEL and its factory in Juiz de Fora/MG (FJF) use it to produce ammunitions of several calibers. H13 tooling and its usage relates to a lot of metallurgical transformations which comprehension is needed to reach a good performance. Besides, the existence of manufacturing means offering customization, reducing and accelerating production steps is favorable for tooling industry, enhancing the attention to additive manufacturing (AM) technologies, which allow to obtain parts from 3D models, in a layer-by-layer building. Nonetheless, AM brings challenges such as microstructural heterogeneities due to repeated thermal cycles associated to the construction process. Therefore, it was aimed to explore, from this Doctoral Thesis, the definition of parameters allowing to properly manufacture bulk specimens through H13 water nationally atomized powder deposition, with Laser Directed Energy Deposition (L-DED) technique, comparing these specimens with conventionally processed H13 steel ones, at "as-built/received" condition and subjected to quenching and tempering heat treatments. To do this, several characterizations were done like optical emission spectrometry (OES), x-ray diffraction, radiography, microtomography, density evaluation through Arquimedes principle, optical and electronic microscopy, with SE,BSE, EDS and EBSD analysis, in addition to Vickers microhardness (HV), Rockwell hardness, and Charpy impact tests. Aside from some already cited techniques, metallic powder was characterized with laser diffraction for particle size, ICP-OES chemical composition analysis and rheological tests. It was observed that water atomized powder was suitable to L-DED process, with good flowability and low cohesiveness, and that deposited parts presented good densification, but were under several thermal cycles leading to heterogeneous microstructure made of quenched/tempered martensite, retained austenite and carbides at the "as-built" (AB) condition. Gas porosity and alloy elements vaporization were identified too. Properties and microstructural heterogeneities were softened with direct tempering, without quenching, and completely homogenized with quenching and double tempering heat treatments, "heat treated" (HT) condition. Therefore, specimens with homogeneous tempered martensite and disperse carbides microstructure were obtained, similarly to what was observed with the conventional steel, on HT condition, in spite of signs of a greater amount of precipitates in the latter. Furthermore, L-DED specimens showed suitable mechanical properties (47,74 HRC hardness; 16 J/cm² Charpy impact tenacity) comparable with those from conventional steel (47,46 HRC and 13,33 J/cm²), revealing that L-DED with water atomized powder depositions presented similar behavior to the H13 conventional steel, both on HT condition.

Keywords: H13 tool steel. Conventional manufacturing. Additive manufacturing. Laser direct energy deposition. Water atomization. Heat treatments.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Ilustração do Portfólio IMBEL/FJF.	38
Figura 2 – Fotografias de (A) dois punções (esquerda e centro) após usinagem inicial na ferramentaria e um escurecido (direita) imediatamente após ser submetido a tratamentos térmicos sem atmosfera protetiva (restando ser finalizado para chegar às dimensões finais desejadas); (B) exemplares de punções que apresentaram falha prematura.	39
Figura 3 – (A) Exemplo de <i>laser cladding</i> , aplicação da tecnologia de deposição por energia direcionada (L-DED); (B) Exemplo de peça fabricada pela tecnologia de fusão em leito de pó (<i>Powder Bed Fusion - PBF</i>) . . .	41
Figura 4 – Bico de combustível da <i>General Electric - GE</i> . Caso de sucesso ao reunir em peça única produzida por MA o que antes era obtido com a junção de 20 peças diferentes e ainda reduzindo peso. Em 2018 a empresa comemorou a marca de 30.000 destas peças produzidas em sua planta no Alabama	42
Figura 5 – Partes principais de uma munição 105 mm AE IMBEL: (A) propelente; (B) Estojo/cartucho; (C) corpo de granada; e (D) espoleta	46
Figura 6 – Modelos de Corpos de Granada calibre 155 mm	46
Figura 7 – Esquemático das etapas de fabricação de um corpo de granada por forjamento a quente	48
Figura 8 – Simulação do processo de forjamento da granada 105 mm, no software <i>QForm</i> da IMBEL/FJF, evidenciando os efeitos térmicos do processo sobre o ferramental.	49
Figura 9 – Diagrama de Transformação por Resfriamento Contínuo (TRC, <i>Continuous Cooling Transformation - CCT</i>) do aço H13.	52
Figura 10 – Aspecto microestrutural, obtido por MEV, de aço H13 forjado e recozido a 860 °C.	55
Figura 11 – Transformação da rede CFC para TCC	58
Figura 12 – Curva TRC detalhada para o aço H13	59
Figura 13 – Aspecto microestrutural, obtido por MEV, de aço H13 temperado nas seguintes condições: (A) temperado a gás, após etapa de recozimento a 870 °C; (B) temperado em óleo a partir de 1030 °C; e (C) temperado (meio não informado) a partir de temperatura de austenitização de 1020 °C.	60

Figura 14 – Aspectos microestruturais, obtidos por MEV, do aço H13 submetido, após a têmpera, a revenimentos nas seguintes temperaturas de encharque em tais tratamentos: (A) 1030 °C e 500 °C; (B) 1020 °C e 550 °C; e (C) 1030 °C e 590 °C.	65
Figura 15 – Curvas de revenimento para o aço H13 submetido à têmpera e duplo revenimento, segundo os fornecedores Gerdau (A) e <i>Villares Metals</i> (B).	66
Figura 16 – Esquemático da técnica de fusão em leito de pó	70
Figura 17 – Esquemático da técnica da tecnologia jateamento de aglutinante.	71
Figura 18 – (A) Esquemático da execução de processo DED com laser; e (B) Representação de uma ponteira usada em processo L-DED.	72
Figura 19 – (A) Representação esquemática de caixa oca de aço H13 fabricada com DED com laser, tendo sido instrumentada com termopar; (B) registro de temperaturas pelo termopar ao longo do tempo.	74
Figura 20 – Ilustração do crescimento epitaxial colunar em DED/WAAM	76
Figura 21 – Ciclos térmicos e evolução da precipitação de carbonetos ao longo do tempo em deposição de 30 camadas de H13 com L-DED: (A) em posição a meia altura do depósito; (B) em posição na base do depósito.	77
Figura 22 – Ilustração de diferentes níveis de diluição: a) insuficiente; b) adequada; c) exagerada.	80
Figura 23 – Diagrama com diversos parâmetros com influência nas propriedades finais de uma deposição por L-DED com pó.	81
Figura 24 – Mapa de solidificação evidenciando a relação entre o gradiente de temperaturas na frente de solidificação (G) e a taxa de solidificação (R).	84
Figura 25 – (A) Defeito de "keyhole"; (B) Falta de fusão e porosidade por gases.	86
Figura 26 – Ilustração de resultados de microtomografia: (A) de um defeito de "keyhole" em deposições de aço 316L; e (B) para identificação de poros sub-superficiais, denotando uma falha no processo de passe final de contorno para mitigação desta porosidade.	87
Figura 27 – Mapa relacionando energia e taxa de alimentação de pó oferecidas durante deposição de várias ligas, sugerindo condições indicadas e combinações que resultam em porosidade acentuada.	87
Figura 28 – Gráfico evidenciando a composição química dos elementos principais do aço H13 em pós de dois fornecedores e em amostra fabricada por MA/DED-laser, evidenciando a ocorrência de vaporização de elementos de liga.	91
Figura 29 – Exemplos de morfologias de partículas de pós para as seguintes ligas e processos de atomização: A) Inconel 718, atomização a gás; B) Ti6Al4V, atomização a plasma; e C) Fe-18Cr-8Ni-12Mn-N, moagem mecânica.	93

Figura 30 – Morfologia de pós irregulares em estudo para MA em micrografias MEV: (A) pó de areia de quartzo moída, granulometria de 90 a 100 μm ; (B) pó de ferro atomizado em água.	94
Figura 31 – Presença de defeitos em partículas de pós metálicos	96
Figura 32 – (I) Equipamento para medição da taxa de Hall de escoamento e densidade aparente; e (II) Reômetro FT4 Freeman e alguns de seus utensílios: (A) lâmina para ensaio dinâmico; (B) pistão de compressão; e (C) ferramenta para cisalhamento.	97
Figura 33 – Diagrama resumo das principais técnicas de estudo reológico com Reômetro Freeman FT4.	98
Figura 34 – Ensaio de estabilidade: (A) ilustração dos principais parâmetros e movimento da lâmina torcida; (B) ilustração dos parâmetros para ângulo da lâmina.	99
Figura 35 – Ensaio de estabilidade e Variação de Fluxo (VFR) para pó de aço inoxidável 316L.	102
Figura 36 – Ensaio de estabilidade e Variação de Fluxo (VFR) para pós da liga Ti6Al4V nas condições bruta (RP) e esferoidizada (SP).	103
Figura 37 – Ensaio de Compressibilidade para dois pós (A e B) de aço inoxidável 316L obtidos por atomização a gás.	104
Figura 38 – Ensaio de Aeração para 2 pós de borracha de silicone: (A) recoberto com resina de silicone; e (B) sem recobrimento.	106
Figura 39 – Ensaio de Aeração para pós de Al nas condições: somente atomizado a gás; com tratamento de funcionalização superficial com NaOH; com funcionalização com HNO_3	106
Figura 40 – Queda de Pressão (PD) através de leito de pó com ar a 2 mm/s para pós de Ti6Al4V nas condições bruto (RP) e esferoidizado (SP).	108
Figura 41 – Permeabilidade para pós de Al nas condições: somente atomizado a gás; com tratamento de funcionalização superficial com NaOH; com funcionalização com HNO_3	108
Figura 42 – Visão aproximada da ferramenta de cisalhamento.	109
Figura 43 – Ensaio de Cisalhamento para dois pós de alumínio, um sem (Al ST) e outro com tratamento superficial (Tratado).	110
Figura 44 – Ensaio de Cisalhamento para pós de Al nas condições: somente atomizado a gás; com tratamento de funcionalização superficial com NaOH; com funcionalização com HNO_3	111
Figura 45 – (A) Difratogramas de aço H13 depositado por MA nas condições "como fabricado" (CF) e "tratado termicamente" (TT); (B) Difratograma de aço H13 depositado por MA (L-H13) e convencional (C-H13). Em ambos os casos, utilizada radiação Cu K α	113

Figura 46 – Micrografias por MEV de três posições em deposição por MADA de aço H13 sobre substrato também de H13 (forjado): (A) região de deposição (ZD); (B) zona termicamente afetada (ZTA); e (C) região do substrato (ZS). As setas são carbonetos: vermelhas-não dissolvidos; verdes-precipitados durante a têmpera ou nos IHT; e azuis-precipitados durante o revenimento.	115
Figura 47 – (A) Amostra depositada e indicação das posições dos termopares P1 e P2; (B) Perfil térmico medido por P1 e P2 e (C) Máxima taxa de resfriamento detectada em P1 e P2 em 30 deposições acima de P2. . .	116
Figura 48 – Caracterização de pós aço H13: a) morfologia observada no MEV (elétrons secundários); b) distribuição de tamanhos de partícula	117
Figura 49 – Aspectos microestruturais desenvolvidos na deposição de aço H13 por L-DED em substrato de H13 evidenciando: (A) estrutura celular equiaxial em regiões superiores e alongada em porções inferiores; (B) presença de martensita (α) e martensita revenida (α); e (C) identificação de porções associadas a carbonetos ricos em Cr e Mo, coalescidos pela ação térmica da deposição em região de transição depósito-substrato.	119
Figura 50 – (A) Aspecto microestrutural resultante da deposição de aço H13 por L-DED evidenciando estruturas celulares em forma de grãos dendríticos equiaxiais e colunares; (B) difratogramas, com uso de radiação Co $K\alpha$, de deposição sem e com pré-aquecimento do substrato a 250 °C, evidenciando a presença de martensita, austenita e alguns carbonetos.	120
Figura 51 – Caracterização de pós do aço H13: aspecto morfológico observado no MEV, em (a) baixo e (b) elevado aumento; e (c) distribuição de tamanhos de partícula (difratometria a laser).	120
Figura 52 – (A) Fluxograma com sequência de eventos e sua relação com transformações microestruturais na deposição com L-DED de aço H13; (B) diagrama TTT para o aço H13.	121
Figura 53 – Aspectos microestruturais resultantes de três condições de parâmetros de deposições evidenciando: (A) interface entre as poças de fusão e a estrutura celular regular (em I) e alongada (em II); (B) destaque para a estrutura celular com segregação de solutos e a identificação de indícios de precipitados dos EL do aço H13 nas bordas das células; e (C) identificação de padrão microestrutural sugestivo de martensita e/ou bainita.	122
Figura 54 – Mapas com parâmetros de processamento ótimos para deposição de pós de aço H13 com diferentes distâncias de desfocagem: (A) 23 mm; (B) 334 mm.	123

Figura 55 – Aspectos microestruturais ao longo de um perfil vertical em deposições com L-DED e pó do aço H13: A e B, posição de topo - 100 %; C e D, posição a 75 % da altura; E e F, posição a 50 %; G e H posição a 25 %; I e J, posição na base da deposição - 0%. Setas azuis indicando precipitados (pontos brilhantes); setas amarelas indicando fronteiras das células anteriormente existentes, revenidas por diversos ciclos térmicos.	125
Figura 56 – Fluxograma que sintetiza os métodos de processamento e caracterização adotados para os materiais objeto de estudo nesta tese de doutorado.	126
Figura 57 – Aço H13 cedido pela Villares: fotografias do corte de amostras para caracterização e realização de ensaios	127
Figura 58 – Visão Geral do Equipamento de Deposição MA/DED do IEAv: (A) Braço Robótico; e (B) Cabeçote com laser e alimentadores de pó. . .	131
Figura 59 – Principais Componentes do Equipamento de Deposição MA/DED do IEAv.	132
Figura 60 – Sistema MA/DED do IEAv com destaque para o cabeçote do laser e substrato sem (a) e com (b) a ação do laser, neste último caso gerando a imagem da poça de fusão formada (c).	134
Figura 61 – Diagrama Esquemático das Deposições via MA/DED com Pó Metálico a Realizar no IEAv.	134
Figura 62 – Fotografias das espessuras dos substratos e de amostras extraídas das porções centrais (IV) de: T3CD - D2 (I); T3CD - D1 (II); T1SD, T2SD E T3SD (III).	135
Figura 63 – Desenho esquemático do corte realizado nas amostras das deposições de áreas e volumes.	135
Figura 64 – Fotografias da amostra V4 (12 camadas) depositadas por MA: (A) corte transversal após a fabricação com ilustração das posições de seccionamento; (B) segmentação em porções para realização de tratamentos térmicos evidenciando as amostras utilizadas nas condições temperada, temperada e revenida uma vez e temperada e revenida duas vezes. . .	136
Figura 65 – Fotografias ilustrando a remoção do substrato do bloco para extração de CPs Charpy.	137
Figura 66 – Metodologia de estimativa da composição química com estudo de múltiplos pontos por MEV/EDS. (A) Definição das medidas de cada quadrante; e (B) Ilustração das posições dos 12 quadrantes analisados. .	140
Figura 67 – Tratamento de imagem para classificação granulométrica com ImageJ: (i) micrografia MEV de origem; (ii) tratamento intermediário de isolamento das partículas; (iii) criação final dos contornos a serem medidos	140

Figura 68 – Janelas de proteção do sistema óptico de deposição por L-DED nas quais identificou-se a deposição de condensados de vapores oriundos do processo de deposição.	141
Figura 69 – Ilustração de análise por MEV/EDS em regiões dos pós seccionados: A) uma das regiões analisadas; e B), um dos espectros gerados em análise de área similar a da Figura 69.A.	142
Figura 70 – Indicação dos níveis horizontais em que foi realizado estudo de microdureza Vickers (HV) na amostra de deposição de 12 camadas, nas condições "como fabricada" e tratada termicamente.	143
Figura 71 – Corpos de Prova para ensaio Charpy, tamanho reduzido 5 mm x 5 mm x 55 mm: aço convencional Villares, condição "como recebido" (A) e temperado e revenido duas vezes (B); manufatura aditiva, condição "como fabricado" (C). e temperado e revenido duas vezes (D).	145
Figura 72 – Carta comparativa para quantificação de defeito "porosidade por gás", peças até 9,5 mm, da Norma ASTM E192-20.	146
Figura 73 – Carta comparativa para quantificação de defeito "porosidade por gás", peças até 19 mm, da Norma ASTM E192-20.	146
Figura 74 – Microtomografia de tira I extraída da amostra V4: (A) vista em perspectiva; (B) vista do plano xy; (C) plano yz; e (D) plano xz.	147
Figura 75 – Microtomografia de tira II extraída da amostra V4: (A) vista do plano xz; (B) plano xy; (C) plano yz.	147
Figura 76 – Equipamentos utilizados para aferição de m_s , m_u e m_i : (A) balança de precisão; (B) chapa aquecedora e bquer para fervura da água; e (C) aparato acoplado à balança para medição da massa com amostras imersa em água.	148
Figura 77 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 5.000x, detector BSE, de amostra do aço H13 Villares, condição CR, atacadas com reagente Nital seguido do reagente Villela: (A) DL; (B) DT. F = matriz ferrítica; e C = carbonetos.	154
Figura 78 – Mapeamento via MEV/EDS em constituinte atribuído a carboneto na microestrutura do aço H13 da <i>Villares Metals</i> , na condição "como recebido", com aumento de 100.000x, tendo em destaque a micrografia com detector de SE e os mapas elementares de Cr, Mo, V, Fe e C.	154
Figura 79 – Difractogramas do aço H13 convencional da Villares Metals, na condição "como recebido" para superfícies representativas das direções longitudinal (DL) e transversal (DT).	155
Figura 80 – Micrografias por MO do Aço H13 convencional temperado. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.	156

Figura 81 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 5.000x, de amostras do aço H13 Villares, condição temperada, obtidas com os detectores: (A) SE; e (B) BSE. M: martensita.	157
Figura 82 – Mapeamento via MEV/EDS de microregião do aço H13 da <i>Villares Metals</i> , condição "temperado", aumento de 10.000x, contendo estrutura com indícios de composição química diferenciada, destacando a micrografia com detector de SE (A) e os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), e V (E).	157
Figura 83 – Difratoograma do aço H13 convencional recebido da Villares Metals Temperado em óleo.	158
Figura 84 – Micrografias por MO do Aço H13 convencional temperado e revenido 1 vez. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.	159
Figura 85 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 5.000x, de amostras do aço H13 Villares, condição temperada e revenida uma vez, obtidas com os detectores: (A) SE; e (B) BSE.	159
Figura 86 – Mapeamento via MEV/EDS de região contendo estrutura com indícios de composição química diferenciada, em microregião do aço H13 da <i>Villares Metals</i> , na condição "temperado e revenido uma vez", com aumento de 10.000x, destacando a micrografia com detector de SE (A) e os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), e V (E).	160
Figura 87 – Difratoograma do aço H13 convencional recebido da Villares Metals na condição revenido uma vez, sobreposto ao difratograma da condição temperado.	161
Figura 88 – Micrografias por MO do Aço H13 convencional temperado e duplamente revenido. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.	162
Figura 89 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 5.000x, de amostras do aço H13 Villares, temperada e revenida duas vezes, obtidas com os detectores: (A) SE; e (B) BSE. Setas azuis: carbonetos secundários.	162
Figura 90 – Mapeamento via MEV/EDS de região contendo estrutura com indícios de composição química diferenciada, em microregião do aço H13 da <i>Villares Metals</i> , na condição "temperado e revenido duas vezes", com aumento de 10.000x, destacando a micrografia com detector de SE (A) e os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), e V (E).	163
Figura 91 – Difratoograma do aço H13 convencional recebido da Villares Metals na condição revenido duas vezes, sobreposto ao difratograma da condição revenido uma vez.	164
Figura 92 – Classificação granulométrica de pós do aço H13	167

Figura 93 – Classificação granulométrica de pó do aço H13 avaliada por difração a laser, amostra principal: gráfico de frequência, distribuição acumulada e percentis.	168
Figura 94 – Classificação granulométrica de pó do aço H13 avaliada por difração a laser, amostra secundária: gráfico de frequência, distribuição acumulada e percentis.	169
Figura 95 – Micrografia por MEV do pó metálico de H13 atomizado em água com detectores: (A) de elétrons secundários (SE); e (B) de elétrons retroespalhados (BSE).	170
Figura 96 – Difratoograma do pó de aço H13 atomizado em água utilizado nas deposições deste trabalho.	170
Figura 97 – Resultados em triplicatas do Ensaio de Estabilidade e Variação de Fluxo para pós de aço H13 nacionalmente atomizados em água na faixas granulométrica para DED.	174
Figura 98 – Resultados em triplicatas do Ensaio de Compressibilidade para pós de aço H13 nacionalmente atomizados em água na faixa granulométricas para DED.	176
Figura 99 – Resultados em triplicatas do Ensaio de Aeração para pó de aço H13 nacionalmente atomizado em água na faixa granulométrica para DED.	177
Figura 100 – Resultados do Ensaio de Permeabilidade em triplicatas para pó de aço H13 nacionalmente atomizado em água na faixa granulométrica para DED.	178
Figura 101 – Resultados do Ensaio de Cisalhamento em triplicatas para pó de aço H13 nacionalmente atomizado em água na faixa granulométrica para DED.	179
Figura 102 – Micrografias obtidas por MEV para trilha gerada com velocidade de varredura 24 mm/s - amostra T1SD: (I) 25x; (II) 200 x.	181
Figura 103 – Micrografias obtidas por MEV para trilha gerada com velocidade de varredura 12 mm/s - amostra T2SD: (I) 25x; (II) 200 x.	181
Figura 104 – Micrografias obtidas por MEV para trilha gerada com velocidade de varredura 6 mm/s - amostra T3SD: (I) 25x; (II) 200 x.	182
Figura 105 – Fotografias da deposição de 1, 2 e 3 camadas (da esquerda para direita) da amostra T3CD (duplicatas D1 e D2).	182
Figura 106 – Micrografias obtidas por MEV para as trilhas da amostra T3CD-D2: (I) um depósito – em amarelo, região estimada do limite lateral esquerdo da deposição; (II) dois depósitos; (III) três depósitos.	183
Figura 107 – Composição de micrografias MO, campo escuro e ataque com reagente Villela, da amostra T3CD-D1 mostrando os depósitos de (i) uma camada; (ii) duas camadas; e (iii) três camadas.	183

Figura 108 – EDS em linha da região de depósito para o substrato evidenciando zona de transição com mudança suave na composição química. Realizada no depósito de 3 camadas - amostra T3CD-D2.	184
Figura 109 – Aspecto macroscópico das deposições de áreas: (A) 1 camada (A1); (B) 2 camadas superpostas (A2); e (C) 3 camadas superpostas (A3). . . .	184
Figura 110 – Micrografias com aumento de 50 x, campo claro, evidenciando crescimento colunar, adesão ao substrato, zonas de diluição (ZD) e termicamente afetadas (ZTA) para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).	186
Figura 111 – Micrografias com aumento de 100 x, campo claro, evidenciando crescimento colunar e evolução deste para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).	186
Figura 112 – Micrografias com aumento de 100 x, campo escuro, mostrando crescimento colunar e influência térmica entre camadas para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).	187
Figura 113 – Micrografias da deposição de 1 camada (A1): (I) Aumento de 100 x, campo claro, evidenciando a boa adesão entre depósito e substrato (A), bem como a influência térmica da deposição de camada lateralmente adjacente (B); (II) Aumento de 200 x, campo claro, evidenciando zona de transição microestrutural entre trilhas lateralmente adjacentes (C).	187
Figura 114 – Micrografias MEV com baixo aumento evidenciando densificação, influência térmica da solidificação de camadas superiores e ganho de volume com múltiplas deposições ao comparar deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3). . . .	188
Figura 115 – Resultados de microdureza Vickers (Hv) e seus desvios padrão (DP) para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).	189
Figura 116 – EDS em linha evidenciando a zona de transição de composição química entre depósito e substrato e a evolução da presença de elementos de liga selecionados ao longo destas duas regiões para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).	190
Figura 117 – Mapeamento via MEV/EDS em microárea para os elementos Mn e Cr evidenciando a homogeneidade de composição química das porções de depósito e substrato e um bom nível de adesão entre elas, para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).	191
Figura 118 – Micrografias por MO de amostra com 3 camadas depositadas (A3): (A) ataque com reagente Nital 3%, transição entre a 1ª e a 2ª camadas; (B) ataque reagente Villela, transição entre substrato e 1ª camada.	192

Figura 119–Resultados de microdureza Vickers para regiões selecionadas ao longo de um perfil vertical em amostra com 3 camadas depositadas: valor médio de 5 indentações por região e seus desvio padrão representados.	193
Figura 120–Aspecto microestrutural, observado no MEV, da amostra com 3 camadas depositadas evidenciando a estrutura celular/dendrítica fruto da solidificação: (A) 2ª camada; (B) transição entre 2ª e 3ª camadas; e (C) 3ª camada.	194
Figura 121–Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 10.000 x em perfil vertical: (A) micrografia com baixo aumento indicando regiões das analisadas; (B) base da 1ª camada; (C) meio da 1ª camada; (D) topo da 1ª camada; (E) transição entre 2ª e 3ª camada; e (F) meio da 3ª camada.	195
Figura 122–Mapeamento via MEV/EDS de microregião da amostra A3 obtida por L-DED, condição CF, contendo precipitado detectado na micrografia da Figura 121.D, destacando mapas elementares de Cr (A), Fe (B), Mo (C), Si (D) e V (E).	196
Figura 123–Mapeamento via MEV/EDS de microregião da amostra A3 obtida via L-DED, condição CF, com aumento de 1.000x, destacando: a micrografia com detector de SE (A); a superposição do sinal de SE e dos mapeamentos dos elementos Cr e Mo (B); e os mapas elementares de Fe (C), indicando depleção em região interdendrítica, Cr (D), Mo (E) e V (F).	197
Figura 124–Difratograma da amostra de três camadas depositadas evidenciando somente picos CCC.	198
Figura 125–Resultados de EBSD com aumento de 2500 vezes: (A) Padrão de qualidade; (B) Mapa de fases para ferrita (α)/martensita revenida; (C) Mapa de fases para austenita (γ).	198
Figura 126–Micrografias por MO de amostra com 3 camadas depositadas submetida a um revenimento diretamente após a fabricação: (A) transição entre a 1ª e a 2ª camadas; (B) cordão de transição entre substrato e 1ª camada.	200
Figura 127–Resultados de microdureza Vickers (HV) para a deposição de 3 camadas: (A) condição "como fabricada"; e (B) condição "fabricada e diretamente revenida uma vez".	200
Figura 128–Aspecto microestrutural, observado no MEV, da amostra A3, diretamente revenida, evidenciando o desfazimento da estrutura celular/dendrítica fruto da solidificação: (A) base da 2ª camada; (B) transição entre 2ª e 3ª camadas; e (C) 3ª camada. R: região revenida. . .	201

Figura 129–Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 10.000 x em perfil vertical: (A) micrografia de baixo aumento da condição anterior ("como fabricada") indicando regiões observadas, já apresentada na Figura 121; (B) base da 1ª camada; (C) meio da 1ª camada; (D) topo da 1ª camada; (E) transição entre 2ª e 3ª camada; e (F) meio da 3ª camada.	202
Figura 130–Mapeamento via MEV/EDS de microregião da primeira camada depositada da amostra A3 obtida via L-DED, condição "diretamente revenida", aumento de 10.000x, com indícios da presença de precipitados, destacando: a micrografia com detector de SE (A); e os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), Si (E) e V (F).	203
Figura 131–Mapeamento via MEV/EDS de microregião da amostra A3 obtida via L-DED, condição "diretamente revenida", aumento de 1.000x, com presença de elementos de liga em rede, destacando: a micrografia com detector de SE (A); a superposição do sinal de SE e dos mapeamentos dos elementos Cr e Mo (B); e os mapas elementares de Fe (C), Cr (D), Mo (E), V (F) e Si (G).	204
Figura 132–Difratograma da amostra de três camadas sujeita a revenimento diretamente após a deposição, evidenciando picos CCC e carbonetos. . . .	205
Figura 133–Análise macrográfica de amostras da série de deposições volumétricas (V1, V2, V3 e V4) evidenciando aumento na densificação em decorrência da manipulação de parâmetros de deposição.	206
Figura 134–Radiografias da série de amostras das deposições de volumes (V): (A) amostra V1; (B) V2; (C) V3; e (D) dois segmentos distintos de V4. De A até C, defeitos na cor escura; em D, defeitos em cor clara.	207
Figura 135–Evolução da presença de elementos de liga analisados em cada quadrante.	210
Figura 136–Microtomografia de fragmento da amostra V4: (A) vista geral; (B) vista do plano xy; (C) vista do plano xz; (D) vista do plano yz; e (E) reconstrução evidenciando apenas um defeito interno.	212
Figura 137–Microtomografia detalhando defeito em fragmento da amostra V4 e seu tamanho linear de 0,42 mm: (A) vista do plano xz; (B) vista do plano yz.	212
Figura 138–Microtomografia da tira I da amostra V4: frames extraídos de varredura ao longo do eixo y para identificação de defeitos internos.	213
Figura 139–Microtomografia da tira II da amostra V4: frames extraídos de varredura ao longo do eixo y para identificação de defeitos internos.	213
Figura 140–A) Macrografia do corte transversal de amostra depositada com 12 camadas; B) Marcação das regiões de análise à esquerda, ao centro e à direita em um mesmo nível horizontal da amostra.	214

Figura 141–Micrografias por MO, aumento de 200X, campo claro. Posições A) à esquerda; B) ao centro; e C) à direita, referente à Figura ??, B. . . .	215
Figura 142–Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons secundários (SE). Posições A) à esquerda; B) ao centro; e C) à direita, referente à Figura ??, B.	216
Figura 143–Mapeamento via MEV/EDS de microregiões da amostra V4 obtida por L-DED, condição "como fabricada". Faixas A, B e C iniciando com micrografia obtida por MEV, detector de SE, da região analisada, seguida pelos mapas elementares dos elementos Fe, Cr, Mo e V, sendo relacionadas as seguintes posições: A) à esquerda; B) ao centro; e C) à direita, referentes à Figura 140.B.	217
Figura 144–Resultados de microdureza Vickers (HV) para as posições A) à esquerda; B) ao centro; e C) à direita, em referência à Figura ??, B.	218
Figura 145–Difratograma da face transversal da amostra de 12 camadas depositadas, com varredura com acoplamento $\Theta/2\Theta$ no intervalo de 30° até $130^\circ 2\Theta$, com radiação Co-K α	218
Figura 146–Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons secundários (SE), em perfil vertical: Posições A) base; B) meio; e C) topo. Setas indicando carbonetos: verdes-secundários; e vermelha-primários.	219
Figura 147–Resultados de microdureza Vickers (HV) em posições ao longo de perfil vertical, na condição "como fabricada": gráfico e tabela com médias e desvios padrão (DP).	220
Figura 148–Micrografias por MO do Aço H13 Processado por MA, 12 camadas, temperado. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.	221
Figura 149–Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de SE, em perfil vertical da amostra V4, condição temperada: Posições: A) base; B) meio; e C) topo.	222
Figura 150–Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons retroespalhados (BSE), em perfil vertical de amostra na condição temperada: Posições A) base; B) meio; e C) topo.	223
Figura 151–Mapeamento via MEV/EDS em microregião da amostra V4, obtida por L-DED, na condição "temperada", com aumento de 5.000x, contendo estrutura com indícios de composição química diferenciada identificada na micrografia da Figura 150.C, destacando os mapas elementares de Cr (A), Fe (B), Mo (C), Si (D) e V (E).	223
Figura 152–Difratograma de amostra produzida por MA e Temperada em óleo, sobreposto ao resultado da condição "como fabricada".	225

Figura 153–Resultados de microdureza Vickers (HV) em posições ao longo de perfil vertical, na condição "temperada": gráfico e tabela com médias e desvios padrão (DP).	225
Figura 154–Micrografias por MO do Aço H13 Processado por MA, 12 camadas, temperado e revenido 1 vez. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x. . . .	226
Figura 155–Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de SE, em perfil vertical de V4, condição temperada e revenida uma vez: Posições A) base; B) meio; e C) topo. Setas vermelhas: carbonetos primários; azuis e verdes: carbonetos secundários. Quadro amarelo: seleção para MEV/EDS.	226
Figura 156–Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons retroespalhados (BSE), em perfil vertical de amostra na condição temperada e revenida uma vez: Posições A) base; B) meio; e C) topo.	227
Figura 157–Mapeamento via MEV/EDS em microregião da amostra V4, obtida por L-DED, na condição "temperada e revenida uma vez", com aumento de 10.000x, contendo estruturas com indícios de composição química diferenciada, destacando a micrografia com detector de SE (A) e os mapas elementares de os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), Si (E) e V (F).	228
Figura 158–Difratograma de amostra produzida por MA revenida uma vez, sobreposto ao resultado da condição temperada em óleo.	228
Figura 159–Resultados de microdureza Vickers (HV) em posições ao longo de perfil vertical, na condição "temperada e revenida uma vez": gráfico e tabela com médias e desvios padrão (DP).	229
Figura 160–Micrografias por MO do Aço H13 Processado por MA, 12 camadas, temperado e duplamente revenido. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x. . . .	230
Figura 161–Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons secundários (SE), em perfil vertical de amostra na condição temperada e revenida duas vezes: Posições A) base; B) meio; e C) topo.	231
Figura 162–Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons retroespalhados (BSE), em perfil vertical de amostra na condição temperada e revenida uma vez: Posições A) base; B) meio; e C) topo.	231

Figura 163–Mapeamento via MEV/EDS em microregiões da amostra V4, obtida por L-DED, na condição "temperada e revenida duas vezes", com aumento de 10.000x, contendo estruturas com morfologia distinta e indícios de composição química diferenciada, contendo os mapas elementares de Cr, Fe, Mo, Si e V, para as seguintes posições de interesse: base (I), meio (II) e topo (III).	232
Figura 164–Difratograma de amostra produzida por MA revenida duas vezes, sobreposto ao resultado da condição revenida uma vez.	233
Figura 165–Resultados de microdureza Vickers (HV) em posições ao longo de perfil vertical, na condição "temperada e revenida duas vezes": gráfico e tabela com médias e desvios padrão (DP).	233
Figura 166–Fotografias com diversas vistas do bloco fabricado para extração de corpos de prova Charpy e suas medidas principais.	234
Figura 167–Fotografias do seccionamento realizado no bloco para geração de CP para ensaio Charpy. (A) Vista de topo; (B) Vista lateral.	235
Figura 168–Radiografia das tiras destinadas ao tratamento térmico e CP para ensaio Charpy. (A) Vista de topo; (B) Vista lateral.	236
Figura 169–Microtomografia de tira extraída da amostra V5 com sua vista geral (A) e cortes nas vistas de: plano xy (B); plano xz (C); plano yz (D); e reconstrução evidenciando distribuição de defeitos internos (E). . . .	238
Figura 170–Microtomografia de tira extraída da amostra V5: <i>frames</i> extraídos de varredura ao longo do eixo y para identificação de defeitos internos. .	239
Figura 171–Regiões do vidro (A) e do depósito de vapores (B) oriundos do processo de deposição em janela do sistema ótico do aparato produtivo: pontos onde foi realizada a análise por MEV/EDS para a Janela 1 (J1). . . .	243
Figura 172–(A) Região do depósito de vapores oriundos do processo de deposição em janela do sistema ótico do aparato produtivo; (B) região do vidro (B) da janela; e (C) região de condensado com morfologia peculiar: indicação dos pontos onde foi realizada a análise pontual por MEV/EDS para a Janela 2 (J2).	245
Figura 173–(A) e (B) Regiões do depósito de vapores oriundos do processo de deposição em janela do sistema ótico do aparato produtivo e (C) região do vidro da janela deste sistema: indicação dos pontos onde foi realizada a análise pontual por MEV/EDS para a Janela 5 (J5).	246
Figura 174–(A) Região do depósito de vapores oriundos do processo de deposição em janela do sistema ótico do aparato produtivo; (B) partícula com morfologia peculiar em meio ao condensado; e (C) região do vidro da janela do sistema ótico: indicação dos pontos onde foi realizada a análise pontual por MEV/EDS para a Janela 6 (J6).	248

Figura 175 – Resultados de dureza Rockwell C (HRC) para as deposições por MA/DED: 12 camadas (V4) nas condições "como fabricada" (CF), temperada, temperada e revenida 1 vez e temperada e revenida 2 vezes (TT); 3 camadas "como fabricada" e "diretamente revenida"; bloco V5 para extração CP Charpy CF e TT.	254
Figura 176 – Resultados de microdureza Vickers (HV) para: deposição de 12 camadas (V4) nas condições como fabricada, temperada, revenida 1 vez e revenida 2 vezes; deposição de 3 camadas CF e diretamente revenida; e deposição do bloco V5 CF e TT.	255
Figura 177 – Resultados de dureza Rockwell C (HRC) para amostras do aço H13 convencional nas condições "como recebido", temperado, revenido 1 vez e revenido 2 vezes das seguintes origens: aço Villares; aço IMBEL com têmpera em água; e aço Imbel com têmpera ao ar.	257
Figura 178 – Resultados de microdureza Vickers (HV) para amostras do aço H13 convencional nas condições: "como recebido", IMBEL e faces transversal e longitudinal Villares; temperado; revenido uma vez; e revenido duas vezes.	258
Figura 179 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, em amostras na condição TT, após têmpera em óleo: (A) aço convencional Villares; e (B) amostra V4 de 12 camadas obtida por MA.	259

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Grupos, Classes e designações dos aços ferramenta	50
Tabela 2 – Composição Química do Aço H13, % em peso	51
Tabela 3 – Principais propriedades físicas do aço H13	52
Tabela 4 – Severidade dos meios de têmpera, considerando a água sem agitação o valor de referência.	58
Tabela 5 – Classificação das tecnologias de manufatura aditiva	68
Tabela 6 – Parâmetros utilizados em procedimento de <i>laser cladding</i> com pó de aço ferramenta H13.	90
Tabela 7 – Pressão de vapor para alguns elementos de liga do aço H13 a 1200 °C.	90
Tabela 8 – Propriedades de um pó metálico da liga H13 comercial do fornecedor Hoganas.	112
Tabela 9 – Características do laser e parâmetros de processo L-DED com pós de aço H13 no estudo de Bohlen et al.	116
Tabela 10 – Características do laser e parâmetros de processo L-DED com pós de aço H13 conduzido no estudo de Braga et al.	118
Tabela 11 – Caraterística quanto a granulometria do pó metálico do aço H13 usado no estudo de Pellizzari et al.	119
Tabela 12 – Laser e parâmetros L-DED para <i>cladding</i> com pó do aço H13 no estudo de Pellizzari et al.	119
Tabela 13 – Laser e parâmetros L-DED para processamento de cubos maciços de H13 no estudo de Joshi et al.	121
Tabela 14 – Cálculo das densidades volumétrica e efetiva de energia com parâmetros utilizados em estudo de definição de conjugação ótima de parâmetros variando a distância de desfocagem, conforme estudo de Mukherjee.	123
Tabela 15 – Parâmetros L-DED para processamento de parede fina com pó de H13 no estudo de Silveira et al.	123
Tabela 16 – Parâmetros para tratamento térmico otimizado, sendo as amostras introduzidas no forno pré-aquecido na temperatura de encharque e variação de +/- 10 °C admitida.	129
Tabela 17 – Parâmetros Utilizados na Deposição de Amostras Volumétricas.	133
Tabela 18 – Composição Química do Aço H13 Cedido pela IMBEL/FJF - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso.	153
Tabela 19 – Composição Química do Aço H13 Cedido pela Villares Metals - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso	153
Tabela 20 – Resultados dos Ensaio de Impacto Charpy - Aço H13 Convencional - Face Superior/Radial.	164

Tabela 21 – Resultados dos Ensaio de Impacto Charpy - Aço H13 Convencional - Face Longitudinal.	165
Tabela 22 – Resultados dos Ensaio de Impacto Charpy - Aço H13 Convencional - condição "como recebido" (CR) e "tratado termicamente" (TT) - CPs tamanho reduzido.	165
Tabela 23 – Resultados Gerais do Serviço de Atomização	167
Tabela 24 – Resultados da Atomização por Faixas Granulométricas	167
Tabela 25 – Resultados de EDS com pó metálico H13 seccionado (% em peso) . .	171
Tabela 26 – Composição Química do pó metálico utilizado nas deposições realizadas nesta pesquisa, % em peso, amostra (I). Técnica de ICP-OES.	172
Tabela 27 – Composição Química do pó metálico utilizado nas deposições realizadas nesta pesquisa, % em peso, amostra (II). Técnica de ICP-OES.	172
Tabela 28 – Avaliação da escoabilidade por funil de Hall - Amostra principal de pó H13 atomizado em água.	173
Tabela 29 – Avaliação da escoabilidade por funil de Hall - Amostra secundária de pó H13 atomizado em água.	173
Tabela 30 – Valores utilizados e resultado final do índice AMS para o pó de H13 atomizado em água desta pesquisa em comparação a pó de Al atomizado a gás.	180
Tabela 31 – Composição Química do Aço microligado usado como substrato nas deposições de superfícies com uma, duas e três camadas, % em peso .	185
Tabela 32 – Composição Química do Aço microligado substrato - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso	185
Tabela 33 – Composição Química do Depósito de 3 camadas (A3) - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso.	192
Tabela 34 – Composição Química do Substrato da deposição de 12 camadas (V4) - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso.	205
Tabela 35 – Resultados da aplicação de Equacionamentos apresentados em 2.4.3 aos parâmetros usados nas amostras V1, V2, V3 e V4.	208
Tabela 36 – Composição Química do Depósito de 12 camadas - Estudo por múltiplos pontos em 12 quadrantes na amostra, % em peso.	209
Tabela 37 – Composição Química do Depósito de 12 camadas (V4) - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso.	210
Tabela 38 – Resultados com valores de densidade e porosidade para amostra V4, segundo procedimentos da Norma ABNT NBR 16661:2017.	211
Tabela 39 – Resultados de ensaio de microdureza Vickers (HV) e dureza Rockwell (HRC) com seus desvios padrão (DP) para a amostra V5.	235

Tabela 40 – Resultados com valores de densidade e porosidade segundo procedimentos da Norma ABNT NBR 16661:2017 para o bloco volumoso de extração de CPs Charpy.	237
Tabela 41 – Resultados dos Ensaios de Impacto Charpy - Aço H13 produzido por MA - condição "como fabricado" (CF) e "tratado termicamente" (TT) - CPs tamanho reduzido.	241
Tabela 42 – Resultados da análise por MEV/EDS da janela J1 em região distante do condensado de forma a caracterizar o seu vidro.	244
Tabela 43 – Resultados da análise por MEV/EDS do condensado de vapores em J1.	244
Tabela 44 – Resultados da análise por MEV/EDS do condensado de vapores selecionado em J2.	245
Tabela 45 – Resultados da análise por MEV/EDS da Janela J2 em região distante do condensado de forma a caracterizar o seu vidro.	245
Tabela 46 – Resultados da análise por MEV/EDS de região do condensado de vapores apresentado partícula de forma peculiar em J2.	246
Tabela 47 – Resultados da análise por MEV/EDS do 1º condensado de vapores selecionado em J5.	247
Tabela 48 – Resultados da análise por MEV/EDS do 2º condensado de vapores selecionado em J5.	247
Tabela 49 – Resultados da análise por MEV/EDS da Janela J5 em região distante do condensado de forma a caracterizar o seu vidro.	247
Tabela 50 – Resultados da análise por MEV/EDS do condensado de vapores selecionado em J6.	248
Tabela 51 – Resultados da análise por MEV/EDS de região do condensado de vapores apresentado partícula de forma peculiar em J6.	248
Tabela 52 – Resultados da análise por MEV/EDS da Janela J6 em região distante do condensado de forma a caracterizar o seu vidro.	249
Tabela 53 – Temperatura de fusão, temperatura e calor de vaporização de elementos químicos identificados nos condensados de vapores oriundos do processo de deposição.	249
Tabela 54 – Ordenação dos elementos por valor absoluto da relação "Vapor/Entrada" a qual dividiu os percentuais encontrados nos condensados pelo valor central da composição do aço H13 referente ao pó metálico de entrada.	250
Tabela 55 – Percentuais de perda de EL nos depósitos de A3 e V4, em comparação com valor de centro da faixa de especificação de CQ para o aço H13.	252

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AC	Anti-carro
AE	Alto-Explosivo(a)
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i> (Instituto Americano de Ferro e Aço)
AP	Anti-pessoal
APT	<i>Atom probe tomography</i> (Tomografia por sonda atômica)
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i> (Sociedade Americana para Testes e Materiais)
BB	<i>Base Bleed</i> ("queima de base")
BID	Base Industrial de Defesa
BS	<i>British Standards</i> (Padrão Britânico)
BSE	<i>Backscattered Electrons</i> (Elétrons Retroespalhados)
CAD	<i>Computer Aided Design</i> (Projeto Assistido por Computador)
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CBTM	Companhia Brasileira de Tecnologia Militar
CCT	<i>Continuous Cooling Transformation</i> (Transformação sob resfriamento contínuo)
CFC	Cúbica de Face Centrada
CTEx	Centro Tecnológico do Exército
CVD	<i>Chemical vapor deposition</i> (Deposição química de vapor)
DCT	Departamento de Ciência e Tecnologia
DEC	Departamento de Engenharia e Construção
DED	Deposição por Energia Direcionada (<i>Directed Energy Deposition</i>)
DIN	<i>Deutsches Institut für Normung</i> (Instituto Alemão de Padrões)

DLD	<i>Direct Laser Deposition</i> (Deposição Direta a Laser)
DLMD	<i>Direct Laser Metal Deposition</i> (Deposição de Metal Direta a Laser)
EB	Exército Brasileiro
EDS	<i>X-Ray Energy Dispersive Spectroscopy</i> (Espectroscopia de Raios X por energia dispersiva)
EL	Elemento de liga
EME	Estado Maior do Exército
ETD	<i>Everhart-Thornley Detector</i> (Detector de Everhart-Thornley)
FFAA	Forças Armadas
FEG	<i>Field Emission Gun</i> (Canhão de Emissão de Campo)
FGM	<i>Functionally graded material</i> (Material com gradiente funcional)
FSL	Fusão Seletiva a Laser
HEXRD	High energy synchrotron X-ray diffraction (difração de raios X com alta energia - síncroton)
HF-HT	<i>Hot forge-heat treat</i> (Forjado a quente - tratado termicamente)
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia Estatística
IEAv-FAB	Instituto de Estudos Avançados - Força Aérea Brasileira
IMBEL	Indústria de Material Bélico
IMBEL/FJF	Indústria de Material Bélico/Fábrica de Juiz de Fora
IME	Instituto Militar de Engenharia
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
INT	Instituto Nacional de Tecnologia
JIS	<i>Japanese Industrial Standards</i> (Padrões Industriais Japoneses)
LC	<i>Laser cladding</i> (Revestimento a Laser)
L-DED	<i>Laser Directed Energy Deposition</i> (Deposição por Energia Direta a Laser)

LENS	<i>Laser Engineered Net Shaping</i> (Modelagem Próxima da Forma Final a Laser)
LMD	<i>Laser Metal Deposition</i> (Deposição de Metal a Laser)
MA	Manufatura Aditiva
MADA	Manufatura Aditiva por Deposição a Arco
MD	Ministério da Defesa
MEM	Material de Emprego Militar
MEV	Microscópio/Microscopia Eletrônico/(a) de Varredura
PBF	<i>Powder Bed Fusion</i> (Fusão em Leito de Pó)
PVD	<i>Physical Vapor Deposition</i> (Deposição Física de Vapor)
PrgEEOCOP	Programa Estratégico do Exército para Obtenção de Capacidade Operacional Plena
RAP	<i>Rocket assisted projectile</i> (Projétil Assistido por Foguete)
SAE	<i>Society of Automotive Engineers</i> (Sociedade de Engenheiros Automotivos)
SE	<i>Secondary Electrons</i> (Elétrons Secundários)
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (Microscopia Eletrônica de Varredura)
SENAI	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
SESI	Serviço Social da Indústria
SIS	<i>Swedish Institute for Standards</i> (Instituto Suíço de Padrões)
SLM	<i>Selective Laser Melting</i> (Fusão Seletiva a Laser)
SprgSAC	Subprograma Sistema de Artilharia de Campanha
TCC	Tetragonal de Corpo Centrado
TIG	<i>Tungsten Inert Gas</i>
TRC	Transformação por Resfriamento Contínuo
WAAM	<i>Wire Arc Additive Manufacturing</i>
WP	<i>White Phosphorus</i> (Fósforo Branco)
ZTA	Zona Termicamente Afetada

LISTA DE SÍMBOLOS

°C	Grau Celsius
cm	Centímetro
E	Módulo de Elasticidade
g	Grama
GPa	Giga Pascal
J	Joules
h	Hora
H13	Aço para trabalho a quente classe H13
Hv	Microdureza Vickers
K	Kelvin
kg	Quilograma
kJ	Quilo-Joules
kW	Quilo-Watts
kV	Quilo-Volts
m	Metro
m^3	Metro cúbico
min	Minuto
mm	Milímetro
mm^2	Milímetro quadrado
MPa	Mega-Pascal
N	Newtons
nm	Nanômetro
s	Segundo

W Watts

μm Micrômetro

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	37
1.1	OBJETIVO GERAL	44
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	44
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	45
2.1	A IMBEL/FJF E A FABRICAÇÃO DE MUNIÇÕES	45
2.1.1	FABRICAÇÃO DE CORPOS DE GRANADA	47
2.2	OS AÇOS FERRAMENTA E O H13	48
2.2.1	OS AÇOS FERRAMENTA	50
2.2.2	O AÇO H13	51
2.3	H13 E O PROCESSAMENTO CONVENCIONAL	52
2.3.1	RECOZIMENTO	54
2.3.2	TÊMPERA	56
2.3.3	REVENIMENTO	60
2.4	MANUFATURA ADITIVA	65
2.4.1	TECNOLOGIAS DE MA PARA METAIS	69
2.4.1.1	DEPOSIÇÃO COM ENERGIA DIRECIONADA	71
2.4.2	CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS NA MA	75
2.4.3	INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE FABRICAÇÃO NA MA	79
2.4.4	DEFEITOS TÍPICOS EM MA/DED	84
2.4.5	PÓS METÁLICOS E SUAS PECULIARIDADES	91
2.4.5.1	FABRICAÇÃO DOS PÓS	91
2.4.5.2	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS	94
2.4.5.2.1	ENSAIO DE ESTABILIDADE E VARIAÇÃO DE FLUXO (<i>VARIABLE FLOW RATE - VFR</i>) - <i>DYNAMIC FLOW TEST</i>	99
2.4.5.2.2	ENSAIO DE COMPRESSIBILIDADE	103
2.4.5.2.3	ENSAIO DE AERAÇÃO	105
2.4.5.2.4	ENSAIO DE PERMEABILIDADE	106
2.4.5.2.5	ENSAIO DE CISLHAMENTO	109
2.4.6	PROCESSABILIDADE DO AÇO H13 POR MANUFATURA ADITIVA	112
3	MATERIAIS E MÉTODOS	126
3.1	MATERIAIS	127
3.1.1	AÇO VH13 RECEBIDO DA VILLARES METALS	127
3.1.2	PÓ METÁLICO DO AÇO H13 ATOMIZADO EM ÁGUA	128

3.2	PROCESSAMENTOS E CARACTERIZAÇÕES	128
3.2.1	PROCESSAMENTO	128
3.2.1.1	TRATAMENTOS TÉRMICOS OTIMIZADOS	128
3.2.1.2	L-DED NO IEAV	131
3.2.2	CARACTERIZAÇÕES	137
3.2.2.1	ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ÓPTICA PARA COMPOSIÇÃO QUÍMICA	138
3.2.2.2	PREPARAÇÃO METALOGRAFICA DE AMOSTRAS	138
3.2.2.3	ANÁLISE MACROESTRUTURAL	138
3.2.2.4	MICROSCOPIA ÓTICA E ELETRÔNICA	139
3.2.2.5	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	141
3.2.2.6	ENSAIO DE MICRODUREZA	142
3.2.2.7	ENSAIO DE MACRODUREZA	143
3.2.2.8	ENSAIO DE IMPACTO CHARPY	144
3.2.2.9	RADIOGRAFIA INDUSTRIAL	145
3.2.2.10	MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA	145
3.2.2.11	ANÁLISE DE DENSIFICAÇÃO POR PRINCÍPIO DE ARQUIMEDES	148
3.2.2.12	ANÁLISES GRANULOMÉTRICA E REOLÓGICA DO PÓ METÁLICO	150
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	152
4.1	AÇO H13 DE MANUFATURA CONVENCIONAL - <i>VILLARES METALS</i> .	152
4.1.1	H13 DE MANUFATURA CONVENCIONAL - COMO RECEBIDO (CR)	152
4.1.2	H13 DE MANUFATURA CONVENCIONAL - TEMPERADO	156
4.1.3	H13 DE MANUFATURA CONVENCIONAL - TEMPERADO E REVENIDO UMA VEZ	158
4.1.4	H13 DE MANUFATURA CONVENCIONAL - TEMPERADO E DUPLAMENTE REVENIDO	161
4.1.5	ENSAIOS DE IMPACTO CHARPY - H13 DE MANUFATURA CONVENCIONAL VILLARES	164
4.2	PÓ METÁLICO DO AÇO H13	166
4.2.1	CLASSIFICAÇÃO GRANULOMÉTRICA	166
4.2.2	INVESTIGAÇÃO MICROSCÓPICA PARA AVALIAÇÃO MORFOLÓGICA E ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X	169
4.2.3	AVALIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PÓ DE H13	171
4.2.4	ESTUDO DA ESCOABILIDADE POR FUNIL DE HALL	171
4.2.5	ESTUDO REOLÓGICO DO PÓ DE H13 FABRICADO NACIONALMENTE . .	174
4.2.5.1	ENSAIO DE ESTABILIDADE E VARIAÇÃO DE FLUXO - <i>DYNAMIC FLOW</i> .	174
4.2.5.2	ENSAIO DE COMPRESSIBILIDADE	175
4.2.5.3	ENSAIO DE AERAÇÃO	177
4.2.5.4	ENSAIO DE PERMEABILIDADE	178

4.2.5.5	ENSAIO DE CISALHAMENTO	178
4.3	MANUFATURA ADITIVA COM AÇO H13	180
4.3.1	DEPOSIÇÕES PRELIMINARES DE TRILHAS (T)	180
4.3.2	DEPOSIÇÕES DE ÁREAS (A)	183
4.3.2.1	ESTUDO COMPARATIVO DAS DEPOSIÇÕES A1, A2 E A3	185
4.3.2.2	DETALHAMENTO DA DEPOSIÇÃO COM TRÊS CAMADAS SUPERPOSTAS - AMOSTRA A3	192
4.3.2.3	REVENIMENTO DIRETO NA DEPOSIÇÃO COM TRÊS CAMADAS SUPER- POSTAS	199
4.3.3	DEPOSIÇÕES DE VOLUMES	205
4.3.3.1	AMOSTRA DE 12 CAMADAS MA (V4) - COMO FABRICADA (CF)	209
4.3.3.1.1	ESTUDO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA	209
4.3.3.1.2	ESTUDO DA DENSIDADE E POROSIDADE: PRINCÍPIO DE ARQUIMEDES	211
4.3.3.1.3	ESTUDO DA PRESENÇA DE DEFEITOS INTERNOS EM V4 COM MICROTOMOGRÁFIA	211
4.3.3.1.4	CARACTERIZAÇÃO GERAL	214
4.3.3.2	AMOSTRA DE 12 CAMADAS MA (V4) - TEMPERADA	221
4.3.3.3	AMOSTRA DE 12 CAMADAS MA (V4) - TEMPERADA E REVENIDA UMA VEZ	225
4.3.3.4	AMOSTRA DE 12 CAMADAS MA (V4) - TEMPERADA E REVENIDA DUAS VEZES	229
4.3.4	DEPOSIÇÕES DE VOLUME PARA ENSAIO CHARPY - AMOSTRA V5	234
4.3.4.1	ESTUDO DO BLOCO DE MAIOR VOLUME (V5) POR MICROTOMOGRÁFIA	238
4.3.4.2	ENSAIO CHARPY COM PRODUTOS DE MA	241
4.3.5	VAPORIZAÇÃO DE ELEMENTOS DE LIGA NAS DEPOSIÇÕES POR MA	242
4.4	DISCUSSÃO COMPARATIVA	253
4.4.1	COMPORTAMENTO DOS PRODUTOS DE MANUFATURA ADITIVA COM TRATAMENTO TÉRMICO	253
4.4.2	COMPORTAMENTO DO AÇO H13 CONVENCIONAL COM TRATAMENTO TÉRMICO	256
4.4.3	COMPARAÇÃO ENTRE AS AMOSTRAS DO AÇO CONVENCIONAL E ORIUN- DAS DA MA	258
5	CONCLUSÕES	261
6	SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS	263
	REFERÊNCIAS	265

1 INTRODUÇÃO

A atividade industrial, importante elemento da economia, necessita do fornecimento de ferramentas, moldes, matrizes, dentre outros, como meio de produção para as diversas estações de trabalho existentes. O setor que atende a tal demanda é aquele que trabalha com o serviço de ferramentaria, que pode ser caracterizado como a atividade através da qual são criadas as mais variadas ferramentas para linhas de produção de diversos setores industriais tais como automotivo, construção civil, bélico, aeroespacial, químico, mineração, dentre outros (1).

Um dos tipos de conformação mecânica ao qual as ferramentarias tem de atender é o trabalho a quente, aquele no qual os materiais a serem conformados tem contato com o ferramental e se encontram sob alta temperatura. Este tem como vantagens a redução da energia necessária para deformação e o aumento da ductilidade do material a ser conformado (2). Por outro lado, submete o ferramental à possibilidade de ocorrência de desgaste a quente, fadiga térmica, surgimento de trincas, bem como deformação plástica indesejada (3).

A categoria de aços aptos a resistirem a tais solicitações é a dos aços para trabalho a quente, dentre os quais se destaca em termos de volume de uso o aço ferramenta H13 (4). Esta classe apresenta excelente combinação entre dureza e resistência à fratura, com manutenção de boas propriedades em temperaturas até cerca de 600 °C, além de resistência a choques térmicos e às trincas por fadiga térmica, possuindo ainda bons níveis de usinabilidade e resposta à texturização (5).

A indústria de defesa não fica de fora dessa necessidade por ferramental para trabalho a quente. Exemplo disso está na Indústria de Material Bélico (IMBEL/FJF), unidade de produção de Juiz de Fora/MG, a qual fabrica munições com o intuito principal de atender ao Exército Brasileiro. A mencionada planta, cujo portfólio de produtos pode ser visto na Figura 1, produz munições para morteiros 60, 81 e 120 mm, para canhões de 90 mm e para obuseiros 105 e 155 mm, além de motor foguete SBAT 70 M4B1 e cabeças de guerra AP e AC (6, 7).

Atualmente a IMBEL/FJF forja granadas calibre 90 mm, para carros de combate, e calibre 105 mm, para obuseiros, bem como realiza carregamento explosivo e montagem do calibre 155 mm para obuseiros, cujo corpo de granada era comprado de fornecedores internacionais, situação que está em modificação pelo processo de nacionalização da fabricação do item, em parceria com a empresa Companhia Brasileira de Tecnologia Militar (CBTM), conforme reportado pela IMBEL (8), aspecto esse de relevância para a independência e soberania nacional.



Figura 1 – Ilustração do Portfólio IMBEL/FJF, extraído de (7)

Com base em procedimentos observados na IMBEL/FJF, o forjamento dos corpos de granada inicia-se com o aquecimento de um tarugo de aço a cerca de 1200 °C, o qual é submetido à ação de punção instalado em prensa hidráulica vertical, com posterior estiramento em prensa horizontal e etapas complementares de usinagem, tratamentos térmicos e superficiais.

Diante do contato do ferramental com o tarugo aquecido, utiliza-se o aço para trabalho a quente do tipo H13 para fabricação dos punções de forjamento que podem ser vistos na Figura 2.A. Tradicionalmente emprega-se a usinagem (manufatura convencional de natureza subtrativa), com o material em uma condição microestrutural favorável, sucedida por tratamentos térmicos antes da aplicação em serviço, de forma a obter as propriedades mecânicas adequadas. Entretanto, mesmo com procedimentos consagrados, é possível a ocorrência de falhas como formação de trincas e fratura prematura (Figura 2.B), exigindo peças sobressalentes para manter a linha de produção ativa.

O comportamento do ferramental e a análise dos problemas que este possa vir a apresentar levam à avaliação de inúmeras variáveis de processo (esforço aplicado, temperatura do tarugo em conformação, alinhamento da prensa, refrigeração excessiva ou deficiente do ferramental) ou de fabricação da ferramenta. Assim, compreender os fenômenos existentes nas transformações metalúrgicas do aço H13, as quais podem ocorrer na fabricação do ferramental ou em serviço, traz contribuições para a otimização de processos de fabricação de corpos de granadas, sejam eles na IMBEL/FJF ou em empresas parceiras, envolvidas na nacionalização da fabricação do calibre 155 mm (objetivo alinhado com o Subprograma Sistema de Artilharia de Campanha/Programa Estratégico do Exército para Obtenção de Capacidade Operacional Plena – SprgSAC/PrgEEOCOP).

Desta forma, a presente pesquisa buscou contribuir ao lidar com conhecimentos

importantes e úteis relacionados às transformações microestruturais que ocorrem durante os tratamentos térmicos do aço H13, relacionados com as propriedades mecânicas e o desempenho final do material.



Figura 2 – Fotografias de (A) dois punções (esquerda e centro) após usinagem inicial na ferramentaria e um escurecido (direita) imediatamente após ser submetido a tratamentos térmicos sem atmosfera protetiva (restando ser finalizado para chegar às dimensões finais desejadas); (B) exemplares de punções que apresentaram falha prematura.

Até o momento verificou-se que o ferramental, em especial aquele ligado ao trabalho a quente, é um item relevante para a indústria, por vezes sendo necessária a existência de estoques para evitar a descontinuidade da produção. Por se tratar de itens com requisitos específicos como geometria customizada, precisão dimensional e propriedades mecânicas exigentes, tornam-se peças de alto custo. Assim, verificou-se que a manufatura aditiva (MA) se encaixaria como tecnologia com potencial para dar resposta a demandas pontuais e customizadas como as que se apresentam para o ferramental, sendo considerada uma das tecnologias disruptivas da quarta revolução industrial (9, 10).

Ademais, a MA no processamento de aços encontra terreno fértil no cenário nacional, em virtude de sua incipiente utilização e de seu potencial de ganho em termos de celeridade, redução de estoques e versatilidade na fabricação de ferramental e componentes industriais, se entendidos e superados os desafios metalúrgicos envolvidos.

Os processos convencionais de fabricação de ferramental caracterizam-se por longos tempos em virtude de sucessivas etapas de usinagem, com tratamentos térmicos intermediários, além de apresentarem limitações quanto às geometrias possíveis de se aplicar às ferramentas, em virtude das peculiaridades dos métodos de fabricação (11). Além disso, envolvem custos relacionados a consumo de energia e descarte do material removido nos processos subtrativos (usinagem) (12) e também ligados aos tempos necessários para preparação de máquinas e uso de conjunto de ferramentas (13).

Por sua vez, a manufatura aditiva (MA) e as peculiaridades de tal método de fabricação permitem a construção de ferramental com geometrias complexas (14), a partir de um modelo 3D (15), dotados de redes complexas de canais de refrigeração (16, 17, 18) capazes de proporcionar o chamado *conformal cooling* (resfriamento por meio de canais conformais, que acompanham a geometria da cavidade existente na ferramenta) (19), relacionado aos canais de refrigeração acompanhando a geometria da cavidade principal de construção de uma matriz ou molde. Tal aspecto proporciona uma remoção de calor da peça em fabricação de forma mais eficiente e homogênea, gerando um produto com propriedades mais adequadas à aplicação e menos suscetível a tensões residuais e empenamentos (17), além de manter o ferramental em boas condições por períodos maiores (20).

Adicionalmente, cabe comentar que a fabricação de ferramental com MA pode ser obtida com menor número de operações de fabricação (21), resultando em menores tempos de preparação de máquina (12). Também a liberdade de movimento dos equipamentos de fabricação (17) e a possibilidade de se produzirem peças próximas da forma final (22) são pontos positivos e demandam menos trabalho para a geração de ferramental.

Outra vertente observada na aplicação da MA para ferramental refere-se ao reparo de porções danificadas e recondicionamento de moldes e matrizes (9, 23, 24, 25, 26), por vezes alcançando desempenho superior ao obtido com a ferramenta original (27). Tal reparo se dá de maneira localizada em virtude de um maior controle do aporte de calor por meio do uso de laser, reduzindo-se as chances de distorção e trincamento (25), em comparação ao uso de soldagem para recobrimento objetivando reparo de ferramental (28).

Também se verifica o uso do aparato de DED com laser (L-DED) no aumento de desempenho de uma ferramenta, sem incremento significativo de custo, ao depositar-se um material de qualidade superior sobre uma base fabricada em material com propriedades inferiores, através de um processo de *laser cladding* (23, 27, 29), seja com a adição, a partir da fusão de pós, de ligas metálicas ou mesmo cerâmicos, formando revestimentos duros (*hard coatings*) (9).

Ademais, tal aplicação das técnicas de DED para adição de multi-materiais, bem como para o reparo de ferramentas de alto valor agregado ou peças exclusivas é considerada uma das vertentes mais promissoras para o uso de MA/DED na indústria de ferramental (9).

A manufatura aditiva (MA) trabalha a fabricação por meio da adição camada a camada do material destinado a compor determinada peça ou componente. Nisso ela difere dos processos tradicionais de manufatura subtrativa, como a usinagem, na qual se removem de um material base as porções que não se desejam na peça final. Portanto, já fica apresentado um primeiro benefício que é o da economia de material e redução de sucata

de usinagem (30). Além disso, a MA tem o potencial de reduzir os tempos de fabricação, ao permitir a construção de peças de geometria complexa em um só processo, afastando a necessidade de montagem de inúmeros componentes, ao que se soma a possibilidade de incorporar, no processo de fabricação, efeitos de tratamentos térmicos que só seriam aplicados posteriormente à conclusão da fabricação de uma peça (31).

A partir de um modelo 3D, gerado em *software CAD* (*Computer Aided Design*) é feito um fatiamento em camadas 2D, as quais são depositadas camada a camada, conforme ilustrado na Figura 3. Destaca-se que existem diversas técnicas de MA, cada uma com especificidades e adequabilidade a certos tipos de demandas e materiais empregados (30).



Figura 3 – (A) Exemplo de *laser cladding*, aplicação da tecnologia de deposição por energia direcionada (L-DED); (B) Exemplo de peça fabricada pela tecnologia de fusão em leito de pó (*Powder Bed Fusion - PBF* (32)), também conhecida como Fusão Seletiva a Laser (FSL).

Fernandes e Martendal (32) mencionam outras vantagens da MA, além das já citadas economia de material e capacidade de fabricação de peças complexas: redução da massa dos componentes, pela possibilidade de manipulação da densidade da peça fabricada (exemplo na Figura 4); fabricação de peças customizadas, a depender do modelo 3D; resposta rápida, econômica e versátil no fornecimento de peças de reposição; possibilidade de produção de lotes pequenos sem perdas com o custo inicial de fabricação de moldes; possibilidade de mudança na geometria do produto final sem perdas com *setup* de máquina.

Fernandes e Martendal (32) também realçam o potencial da manufatura aditiva com o exemplo da empresa alemã de trens *Deutsche Bahn*, que estimava necessitar de mais de 150.000 peças de reposição para seus trens, em 2018, não sendo essas idênticas, mas sim de geometrias variadas. Assim, a capacidade da MA de rapidamente fabricar peças de um certo material, podendo mudar a geometria, torna-se uma oportunidade para redução de estoques de reposição.

Por sua vez, Svetlizky et al. (9) lembram que a *General Electric - GE* adotou a MA em suas linhas de produção em 2013, tendo produzido cerca de 30.000 peças aplicadas em produtos em 2018 (33), conforme ilustrado na Figura 4, tendo como meta atingir por volta de 100.000 componentes a partir de 2020 (9).



Figura 4 – Bico de combustível da *General Electric - GE*. Caso de sucesso ao reunir em peça única produzida por MA o que antes era obtido com a junção de 20 peças diferentes e ainda reduzindo peso. Em 2018 a empresa comemorou a marca de 30.000 destas peças produzidas em sua planta no Alabama (33).

Conforme lembram Fernandes e Martendal (32), uma série de desafios ainda pairam sobre a utilização desta tecnologia. Especificamente na área da fabricação de metais, desafios como a definição dos requisitos básicos para os insumos metálicos (pós, por exemplo), a seleção da tecnologia a utilizar, a influência dos parâmetros utilizados em processo na qualidade final do produto, a microestrutura final obtida, o grau de defeitos existentes ao final da fabricação ou ainda a necessidade de tratamentos térmicos complementares.

Assim, se por um lado a possibilidade de fabricação de peças metálicas, como as ferramentas, apresenta uma série de benefícios, por outro, existem inúmeros desafios, tornando o estudo científico-tecnológico das peculiaridades da MA um tópico de interesse crescente na indústria e nas instituições de ensino e pesquisa. Além disso, a busca por materiais de alta performance e o uso e aplicação de ligas customizadas em MA, bem como o estudo aprofundado de deposições nas condições "como fabricadas" e submetidas a tratamentos térmicos posteriores é assunto extremamente atual (31, 34).

A revisão bibliográfica, no capítulo seguinte desta monografia, evidencia o interesse por um entendimento das especificidades relacionadas à metalurgia dos processos e dos produtos fabricados com o aço para trabalho a quente H13, em instituições de diversas partes do globo, variando-se as tecnologias e parâmetros empregados em busca de melhores práticas.

Cabe destacar que o Exército Brasileiro (EB) demonstra interesse por melhor

compreender as peculiaridades da manufatura aditiva de metais, tendo organizado, no ano de 2021, um evento denominado de Seminário de Manufatura Aditiva, em cooperação de órgãos como o Departamento de Engenharia e Construção (DEC), o Departamento de Ciência e Tecnologia (DCT) e o Instituto Militar de Engenharia (IME), para reunir especialistas das diversas tecnologias de MA e discutir quanto ao estágio de maturidade e aplicabilidade destas no Brasil e no mundo.

O interesse do EB refere-se, primordialmente, à customização e fabricação célere de componentes, para substituição de peças singulares ou de difícil reposição, em virtude de descontinuidade de fabricação ou dificuldades logísticas. Entretanto, viabilizar essa fabricação passa pelo estudo de parâmetros de deposição/processamento, pelo entendimento mais profundo das técnicas existentes, pela caracterização e compreensão da evolução metalúrgica durante a solidificação e os sucessivos reaquecimentos, bem como dos possíveis e/ou necessários tratamentos térmicos e superficiais posteriores à fabricação.

É oportuno pontuar que a avaliação do mercado mundial de MA pela Consultoria AMPower em 2024 (35) afirmou que tal área movimentou 10,5 bilhões de euros em 2023, projetando um crescimento anual de 13,9% até 2028. Ademais, destacou que os gastos com aviação e defesa em MA cresceram 30% nos anos de 2022 e 2023, estimando um aumento no uso de MA na indústria de defesa nos próximos anos.

Estudar os aspectos metalúrgicos da MA em um aço de repleto de elementos de liga como o H13 tende a fornecer base de conhecimento adaptável a utilização de aços ligados em geral ou mesmo outros de composição química mais simples, como aços ao carbono, ajudando a viabilizar a intenção do Exército de utilizar tecnologias de MA em apoio à sua cadeia logística.

Além disso, a prospecção dos fornecedores nacionais da liga e do pó metálico do aço H13 tende a fomentar o desenvolvimento e a instalação de infraestruturas, inclusive comerciais, relacionadas às técnicas de atomização desta liga em território nacional. Neste mesmo sentido, os resultados da caracterização de tais pós metálicos e das peças geradas com MA usando H13 podem estimular atores nacionais a compreender e a utilizar as tecnologias de MA.

O uso de pó metálico de fabricação nacional, não-otimizado, ocorreu juntamente com a utilização de equipamento de deposição por MA/L-DED, não-proprietário, instalado no Instituto de Estudos Avançados (IEAv) - São José dos Campos/SP (um centro de pesquisa da Força Aérea Brasileira (FAB)), instituição parceira do Instituto Militar de Engenharia (IME) - Rio de Janeiro/RJ. Tais pontos relacionados à presente pesquisa trazem aspecto inovador e relevante para o desenvolvimento técnico-científico nacional, como também para produção científica com aspectos de ineditismo de interesse internacional.

Finalmente, destaca-se que a presente pesquisa teve como propósito o estudo

comparativo entre material de aço H13 fabricado por meios convencionais e através de MA, em especial com a tecnologia de Deposição por Energia Direcionada com Laser (L-DED) - denominada em inglês de *Laser Directed Energy Deposition*, com o intuito de relacionar os parâmetros de processo às características finais do material.

1.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste estudo foi o de explorar a técnica de Deposição por Energia Direcionada com uso de *laser* (L-DED) e pó metálico de aço H13 atomizado nacionalmente, avaliando técnica e matéria-prima, do ponto de vista microestrutural e mecânico, quanto aos aspectos similares e distintos que se fazem presentes no aço H13 quando processado por manufatura aditiva (MA) e por manufatura convencional, em suas condições “como fabricado” e tratados termicamente em “pós processamento”.

1.2 Objetivos Específicos

Para atender ao objetivo geral do trabalho, podem ser estabelecidos os seguintes objetivos específicos:

a) Caracterizar microestruturalmente por microscopia óptica (MO), eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX), bem como mecanicamente (microdureza Vickers e ensaio de impacto), aço H13 de origem nacional e processado convencionalmente, nas condições "como recebido", temperado, "temperado e revenido", e "temperado e duplamente revenido";

b) Caracterizar o pó de aço H13 atomizado em água em empresa nacional, do ponto de vista de distribuição granulométrica, morfologia, composição, estrutural e comportamento reológico;

c) Realizar o processamento do aço H13 através de manufatura aditiva (MA), pela técnica de L-DED, inicialmente com base em parâmetros extraídos da literatura, otimizando-os por meio de fabricações experimentais, com base em análises quanto aos seus aspectos macro e microestrutural, de densidade e porosidade, com auxílio das técnicas de microscopia (MO e MEV), radiografia e microtomografia, e de densidade por princípio de Arquimedes;

d) Caracterizar microestrutural e mecanicamente o material processado por MA otimizado, nas condições "como fabricado" e submetido a tratamentos térmicos, comparando-o com material de processamento convencional.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 A IMBEL/FJF e a Fabricação de Munições

As munições fabricadas na Unidade de Produção da IMBEL em Juiz de Fora - MG tem sua estrutura resumidamente dividida em quatro partes principais (36), conforme Figura 5, que se destinam a:

- **propelente (A)**: porção responsável por gerar gases e alta pressão, impelindo o projétil a sair da arma;

- **estojo/cartucho (B)**: estrutura metálica que comporta o propelente (cargas de projeção) e realiza a obturação da câmara durante o disparo (permitindo o aproveitando o efeito dos gases gerados para propulsão). Destaca-se que existem os tiros desencartuchados, como o calibre 155 mm de artilharia M107, nos quais a carga de projeção é levada à câmara da arma sem a existência de um estojo (37);

- **corpo de granada (C)**: estrutura metálica, componente principal do projétil, na qual está incorporada a carga explosiva de arrebentamento (para o tipo alto-explosivo, que leva à fragmentação do corpo de granada) ou outro agente relacionado ao tipo de tiro (iluminativo, perfurante, fumígeno);

- **espoleta (D)**: elemento iniciador, no qual, por algum mecanismo (ação eletrônica ou inercial – choque com um alvo, por exemplo) deflagra a queima e detonação de agentes químicos sensíveis que transmitirão e iniciarão a carga de ruptura do corpo da granada (no caso dos alto-explosivos).

Para o presente trabalho importam principalmente os corpos de granada, pois na fabricação destes emprega-se ferramental feito de aço ferramenta para trabalho a quente H13, material em estudo nesta pesquisa.

Lembra-se que o tiro calibre 155 mm é de grande interesse para a artilharia de campanha, englobando diversos tipos de corpos de granada (vide Figura 6). Atualmente está em curso um processo de nacionalização do modelo M107, o qual já era montado pela IMBEL/FJF, porém contando com corpos de granada importados.

Destaca-se, ainda, que dominar as tecnologias de fabricação de um modelo, pas-

sando pelo melhor entendimento das peculiaridades de produção do ferramental utilizado, certamente aumenta a velocidade inicial para execução da manufatura de outros tipos. Assim, o conhecimento básico sobre o ferramental envolvido no processo fabril é útil para a fabricação desde os modelos mais simples de granadas do calibre 155 mm até modelos mais sofisticados que envolvam tecnologias *base bleed* (BB) ou *rocket assisted projectile* (RAP).

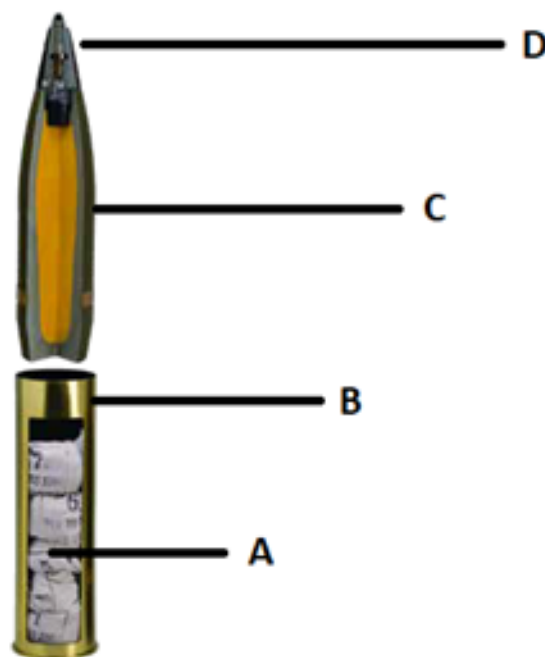


Figura 5 – Partes principais de uma munição 105 mm AE IMBEL: (A) propelente; (B) Estojo/cartucho; (C) corpo de granada; e (D) espoleta (36).



Figura 6 – Modelos de Corpos de Granada calibre 155 mm (38).

2.1.1 Fabricação de Corpos de Granada

Os métodos de fabricação principais que poderiam ser usados na produção de granadas seriam: fundição; forjamento, a quente ou a frio; usinagem. A fundição, utilizada em alguns tipos de munição, exige controle acurado do processo, de forma a evitar defeitos intrínsecos ao processo. A usinagem, por sua vez, levaria a um elevado custo de perda de material. Assim, o forjamento é o método convencional, entre as técnicas de manufatura formativa, consagrado para fabricação de corpos de granada (39).

Em termos de forjamento, o processo à frio (*cold extrusion*), a partir da competência alemã conduzida aos Estados Unidos ao término da 2ª Guerra Mundial (inclusive com a transposição de prensas pesadas através Oceano Atlântico), ganhou espaço em virtude de vantagens como: menor quantidade de operações de usinagem posterior ao forjamento e assim menor perda de material; maior controle dimensional do processo de fabricação; acabamento superficial superior (40).

Entretanto, a evolução dos tipos de munição e a necessidade de uso de aços de alta fragmentação ou corpos de granada com paredes finas levaram a requisitos que extrapolavam as capacidades usuais das plantas de extrusão a frio, levando o forjamento a quente a ser o caminho de uso mais comum na fabricação de munições de artilharia (40).

A granada fabricada com o processo à frio apresenta microestrutura com grãos alongados. Já nos produtos feitos por forjamento à quente, no qual o material é levado a temperaturas do campo austenítico, a microestrutura apresenta-se com grãos refinados e de formato poliedral, em virtude de processos de recristalização que se processam (39).

Atualmente são possíveis na IMBEL/FJF o forjamento dos corpos de granada calibres 90 mm e 105 mm, sendo o calibre 155 mm já forjado em empresa parceira também nacional. Em todos esses casos, executa-se o forjamento à quente, também conhecido como *pierce-and-draw*, extrusão reversa ou, ainda, HF-HT de *hot forge-heat treat* (39).

O processo HF-HT para fabricação de corpos de granada fica exemplificado na sequência de operações mostrada na Figura 7, os quais podem ser resumidos da seguinte forma: inicia-se com um maciço de aço (“tarugo”) o qual é perfurado por um punção, fazendo com que o material escoe para as laterais de tal ferramenta; em seguida, processa-se o estiramento das paredes, fazendo com que elas se tornem mais finas, deixando o copo mais alongado; a porção interna depende do formato impresso pelo punção e é jateada com granalha metálica; é feita operação de ogivagem com aquecimento localizado da boca da granada; etapas de usinagem são feitas ao longo do processo, até a usinagem final, na qual o formato externo é definido; aplica-se uma cinta (*rotating band*) ao corpo da granada; finalmente, são feitos tratamentos superficiais como fosfatização (externa) e pintura interna e externa.

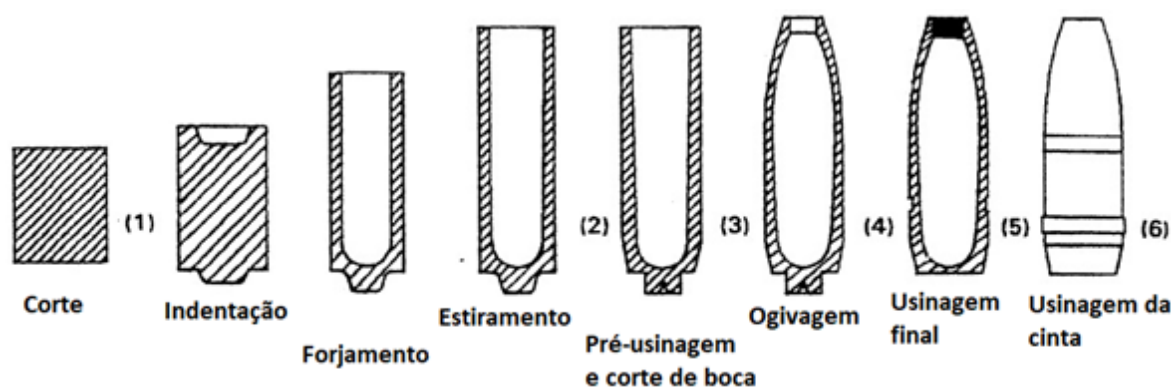


Figura 7 – Esquemático das etapas de fabricação de um corpo de granada por forjamento a quente (40).

Finalmente, destacam-se para o presente trabalho as operações de furação (principalmente) e estiramento, pois nelas o material aquecido entra em contato com o ferramental, demandando da ferramenta capacidade de resistência em alta temperatura, bem como manutenção de propriedades ao longo de repetidos ciclos. A título de exemplo, pode ser vista na Figura 8 uma simulação realizada na IMBEL/FJF, no software *QForm*, evidenciando o efeito térmico do contato do tarugo aquecido com o punção de forjamento da granada 105 mm.

Diante das exigências apresentadas pelo processo, verifica-se que o atendimento a tais requisitos é oferecido pelos aços para trabalho a quente, os quais são apresentados na seção 2.2 a seguir.

2.2 Os Aços Ferramenta e o H13

Os aços são padrão de referência para outros materiais dos quais se deseja obter uso estrutural, devido a sua resistência mecânica. Sua resistência permanece mesmo em peças grandes e repletas de imperfeições, característica que novos e promissores materiais que dão indícios de grande capacidade de carregamento ainda não conseguem apresentar (41).

Trata-se de soluções sólidas que podem ser mais simples, aquelas conceituadas como ligas Fe-C, e mais complexas, nas quais podem ser adicionados diversos elementos de liga, em proporções distintas relacionadas ao que se busca para certas aplicações, levando a coexistência ou não de precipitados e/ou segundas fases. Em todos os casos, podem ser realizadas variadas operações de processamento e tratamento térmicos, levando a um grande potencial de uso tecnológico, em virtude das propriedades que podem ser alcançadas (42).

Os aços apresentam custos de fabricação relativamente baixos, possibilidade de

reciclagem e pequeno impacto ambiental pela acentuada degradação que ocorre quando são descartados, além de terem origem em abundante matéria-prima mineral (43).

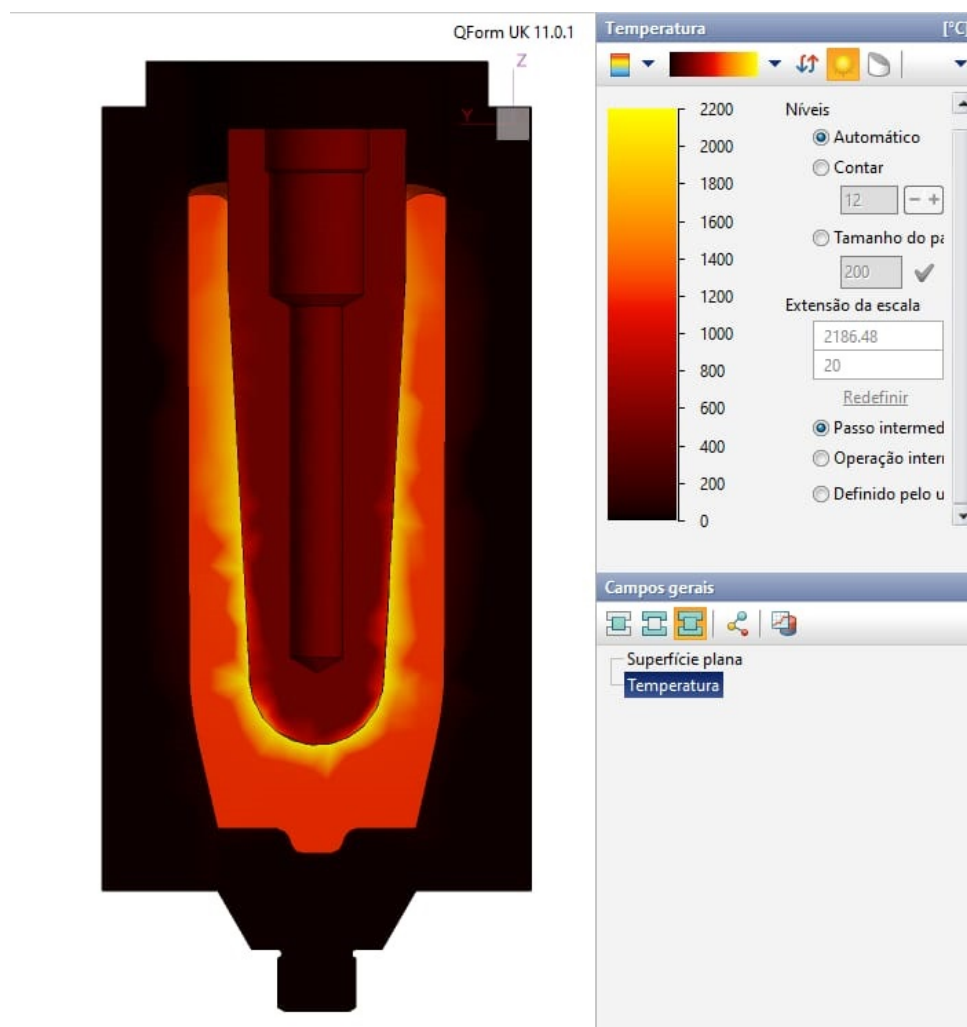


Figura 8 – Simulação do processo de forjamento da granada 105 mm, no software *QForm* da IMBEL/FJF, evidenciando os efeitos térmicos do processo sobre o ferramental.

Em virtude de existirem inúmeras combinações possíveis entre composição química, estrutura, formas de processamento, propriedades e desempenho final para os aços (41), torna-se necessária a categorização dos aços, para sua fabricação, estudo, uso e comercialização. Várias entidades realizam esse trabalho de classificação, tais como *American Iron and Steel Institute* (AISI), *American Society for Testing and Materials* (ASTM), *Society of Automotive Engineers* (SAE), *Deutsches Institut für Normung* (DIN), *Japanese Industrial Standards* (JIS) e *Swedish Institute for Standards* (SIS) (44), sendo a brasileira Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) a responsável por receber e organizar as classificações internacionais no cenário nacional.

Certos grupos de aços com alto teor de liga pertencem a categorias especiais, como é o caso dos inoxidáveis, dos refratários e dos aços ferramenta, os quais interessam ao

presente trabalho.

2.2.1 Os Aços Ferramenta

A Norma Mercosul NM 122-1 (45), recepcionada nacionalmente pela Norma ABNT NBR NM 122-1 (46), define os aços ferramenta como materiais ferrosos destinados basicamente à fabricação de matrizes, estampos, elementos de corte e moldes para injeção de materiais plásticos e/ou metálicos, tendo como principais pontos positivos:

- dureza;
- resistência ao desgaste;
- resistência ao impacto mecânico;
- resistência ao choque térmico;
- resistência à deformação a quente.

A categoria dos aços ferramenta ainda se sub-divide em grupos, classes e recebe determinadas denominações, dependendo de sua aptidão para determinado tipo de serviço, conforme se vê na Tabela 1.

Tabela 1 – Grupos, Classes e designações dos aços ferramenta - Adaptado de (45, 46)

Grupo	Classes	Designação
Aços para trabalho a frio	Ao carbono	W
	Alto carbono e baixa liga	O
	Alto carbono e média liga	A
	Alto carbono e alta liga	D
	Alto carbono e baixa liga	2516
	Alto carbono e alta liga	2601
	Médio carbono e alta liga	2631
Aços para moldes	Ao carbono e baixa liga	
	Alto carbono e média liga	P
	Inoxidáveis	
Aços resistentes ao impacto	Médio carbono	S
Aços para usos especiais	Ligados ao C e W	F
	Ligados ao Cr	H (H10 a H13)
Aços para trabalho a quente		H (H21)
		2345
	Médio carbono e ligados	2714
		2721
		7M

Por fim, destaca-se que este trabalho se dedica à manipulação de um aço para trabalho a quente ligado ao Cr, do tipo H13, o qual é melhor discutido na seção 2.2.2.

2.2.2 O Aço H13

O aço H13 é um dos aços ferramentas para trabalho a quente mais utilizados na indústria, em virtude da combinação de excelentes propriedades como dureza e resistência mecânica, a manutenção destas em temperaturas elevadas (11, 12, 23, 24, 47), entre 540 °C (48) e 600 °C (5), bem como resistência a choques térmicos e à propagação de trincas decorrentes de fadiga térmica (5).

Verifica-se que o aço H13 é tipicamente usado em matrizes de forjamento a quente em prensas, matrizes para extrusão de alumínio e suas ligas, fundição sob pressão ou gravidade de ligas não ferrosas e moldes para injeção de polímeros abrasivos (5, 49).

As propriedades do aço H13 em temperaturas elevadas se associam à microestrutura que pode ser obtida através de tratamentos térmicos específicos. Tal aço é normalmente usado sob a condição temperado e revenido, na qual se obtém uma matriz martensítica dotada de carbonetos secundários dispersos (48). Assim, o ponto de partida é a composição química do aço, oferecendo a matéria-prima a ser manipulada nos tratamentos, a qual pode ser verificada na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição Química do Aço H13, % em peso (45, 46)

Norma	C	Mn	Si	Cr	Mo	V	P	S
Mínimo	0,32	0,2	0,8	4,75	1,1	0,8	-	-
Máximo	0,45	0,5	1,2	5,5	1,75	1,2	0,03	0,03

Como lembram normas internas de distintas empresas, a citar Gerdau (5) e Villares (49), são diversas as nomenclaturas pelas quais se pode referir ao aço H13:

- ASTM A 681 Tipo H13;
- ABNT H13;
- AISI H13;
- DIN X 40 CrMoV 5 1;
- WNr 1.2344;
- BS 4659: 1971 Tipo BH 13;
- JIS G 4404-72 Tipo SKD 61.

Também é interessante observar o diagrama de Transformação sob Resfriamento Contínuo (TRC), mostrado na Figura 9, o qual é amplamente explorado por ocasião dos tratamentos térmicos a realizar com o aço H13, bem como algumas propriedades físicas de tal aço, apresentadas por Joshi et al. (23) e aqui consolidadas na Tabela 3.

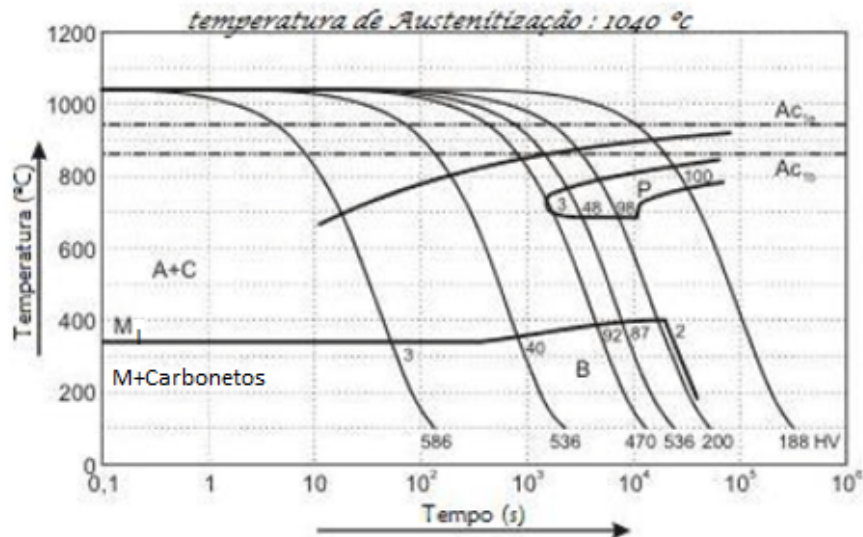


Figura 9 – Diagrama de Transformação por Resfriamento Contínuo (TRC, *Continuous Cooling Transformation - CCT*) do aço H13 (50).

Tabela 3 – Principais propriedades físicas do aço H13 (23)

Propriedade	Valor
Temperatura <i>Solidus</i>	1400 °C
Temperatura <i>Liquidus</i>	1473 °C
Densidade, estado sólido	7835 kg/m ³
Calor específico, sólido	658 J/kg.°C
Calor específico, líquido	804 J/kg.°C
Condutividade térmica, sólido	28,6 W/m.°C
Viscosidade	0,005 Pa . s
Coefficiente de expansão térmica	1,45 x 10 ⁻⁵ °C ⁻¹
Tensão superficial	1,9 N/m
Coefficiente de tensão superficial por temperatura	-4,3 x 10 ⁻⁴ N/m .°C
Calor latente de fusão	2,75 x 10 ⁵ kJ/mol

2.3 H13 e o Processamento Convencional

A fabricação e o processamento convencional de aços H13 são importantes para a comparação de amostras obtidas de maneira tradicional e por manufatura aditiva.

De uma maneira geral, a fabricação do aço ferramenta H13 inicia-se com a fusão das matérias-primas existentes na composição química desejada, sendo os métodos principais para fusão o uso de forno elétrico com eletrodos e o uso de fornos de indução, processos ao final dos quais verte-se o material fundido em moldes para obtenção de lingotes. Ademais, pode ser implementando o refinamento da microestrutura e da composição dos lingotes por meio de eletrodos e refusão em ambiente à vácuo – *consumable-electrode vacuum*

melting – ou utilizando-se escória de sais sintéticos – *electroslag remelting* – (51).

Interessa ao presente trabalho observar o processo de solidificação do metal fundido nos lingotes. Um primeiro ponto refere-se à contração, que somada ao fato de o fluxo de calor ser mais intenso na interface material em solidificação e paredes do molde, leva à uma tendência de formação de cavidade central no lingote (*piping*), a qual tenta-se mitigar com o controle de fluxo e temperaturas de alimentação do metal fundido, bem como com a geometria do molde (51).

Quanto à microestrutura, o fenômeno de destaque é a segregação de elementos de liga que, apesar de homogeneamente distribuídos no aço líquido anteriormente à solidificação para formação do lingote, podem apresentar distribuição heterogênea no produto solidificado, sob dois tipos de segregação (52, 53): a macrosegregação, na qual a diferença composicional se dá entre regiões macroscópicas ao longo da seção transversal do lingote, conforme o sentido em que se deu a solidificação deste, e a microsegregação, que ocorre em distâncias compatíveis com o espaçamento dos braços secundários das dendritas. Quanto à microsegregação, a diferença de solubilidade dos elementos de liga no estado líquido e sólido do material (menor, neste último) (53), faz com que elementos de liga (EL) sejam rejeitados de porções solidificadas (dendríticas) e enriqueçam em EL as partes ainda líquidas envolvendo-as (54), assim criando regiões com maior presença de EL.

A forma usual de mitigar os efeitos da segregação é submeter os aços ferramenta de manufatura convencional ao processo de forjamento a quente ou laminação a quente, capazes de reduzir substancialmente (forjamento) ou ao menos mitigar (laminação) problemas decorrentes da segregação, através da ação mecânica em conjunto com uso de elevadas temperaturas. Destaca-se que o volume do produto fundido que apresenta segregação dificilmente tem a dissolução das fases associadas por processos difusionais decorrentes tão somente da elevação de temperatura (51), como em tratamentos térmicos. Tal situação serve de alerta para as aplicações de manufatura aditiva, nas quais não ocorre deformação mecânica em conjunto com a temperatura elevada capaz de acelerar os processos difusionais e homogeneizar o produto fundido com segregação, após a solidificação.

A microestrutura também apresenta regiões com estrutura granular diferenciada ao longo da seção reta do lingote. Observa-se porção com grãos equiaxiais perto das paredes do molde, local de resfriamento rápido, a qual é sucedida por região com largos grãos colunares em direção perpendicular à parede, em sentido voltado para o centro do lingote. Já no centro dos lingotes, após os grãos colunares, encontra-se região com grãos equiaxiais coalescidos, os quais se formaram quando o gradiente térmico entre o molde o lingote em formação já estava significativamente reduzido (51).

Alguns problemas de fratura prematura dos lingotes, durante o processamento termomecânico (forjamento ou laminação) são associados ao surgimento de pequenas

cavidades, fruto de contração entre os planos dos grãos colunares, em conjunção com as segregações. Destaca-se que se busca mitigar ambos os defeitos através do controle de processo (temperaturas de vazamento, fluxo de vazamento, geometria de moldes, dentre outros) (51).

Finalmente, o aço ferramenta H13 pode assumir comportamentos e apresentar propriedades mecânicas diferenciadas dependendo da microestrutura gerada através de tratamentos térmicos, os quais usualmente se combinam diversos passos de fabricação mecânica (47), aspectos com potencial de encarecer e demandar tempo considerável para a produção de peças com tal aço (11).

Diante do exposto, nas seções 2.3.1 a 2.3.3, são brevemente discutidos os principais tratamentos térmicos de interesse para essa pesquisa, aplicáveis ao aço H13 manufaturado convencionalmente.

2.3.1 Recozimento

O recozimento é o tratamento pelo qual se pode homogeneizar e refinar a microestrutura de um aço, além de reconduzi-lo a uma condição anterior alterada por um processo mecânico ou térmico (43).

Sua aplicação no aço H13 pode ser vista por duas perspectivas: a de que o tratamento proporciona a dissolução na austenita dos inúmeros carbonetos complexos existentes (42); ou a de que proporciona ao material estrutura uniforme, por vezes com componentes esferoidizados – onde a força motriz para isso seria a redução de área interfacial (43) –, permitindo ser trabalhado mecanicamente com maior facilidade, em processos como a usinagem (42).

Imediatamente após sua de fabricação, os aços ferramenta apresentam uma dureza elevada e uma estrutura constituída ou de rendilhados de carbonetos ou de natureza mista com bainita, martensita e austenita retida (42). Assim, entende-se por que o estado típico de fornecimento do material é o estado recozido (5, 49): de forma a desfazer a situação microestrutural descrita.

O recozimento também é aplicado após o forjamento ou a laminação a quente (55), de forma a evitar a ocorrência de trincamento durante a usinagem. Entretanto, deve ser dada atenção especial aos processos de descarbonetação que podem ocorrer, descaracterizando as regiões superficiais do material, recomendando o uso de fornos com atmosfera protetiva (51).

A etapa de resfriamento no recozimento se dá de maneira lenta (geralmente no interior do forno), gerando microestrutura ferrítico-perlítica, conforme se verifica no diagrama TRC, apresentado na Figura 9, destacando que existirão, na matriz ferrítica do

H13, carbonetos complexos formados a partir de determinados elementos de liga de tal aço (48), por vezes formando redes (56). Na Figura 10 pode ser visto o aspecto microestrutural, obtido por MEV, de um aço H13 recozido a 860 °C, após seu forjamento.

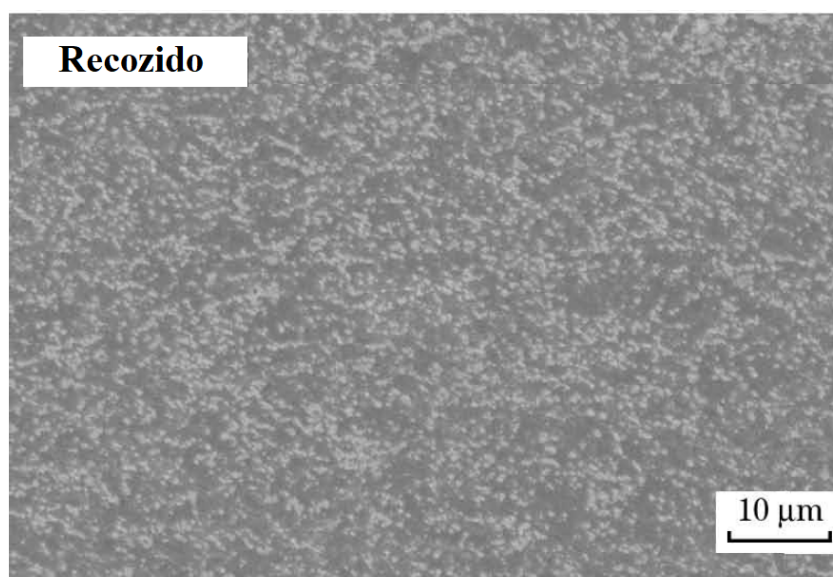


Figura 10 – Aspecto microestrutural, obtido por MEV, de aço H13 forjado e recozido a 860 °C (56).

Sobre os mencionados carbonetos, Kang et al. (47), Delagnes et al. (57) e Souki, Delagnes e Lours (58) citam como esperados para os aços ferramenta aqueles do tipo MC (predominantemente com Vanádio), M_2C (Mo predominante), M_3C (Fe predominante), M_7C_3 (Cr predominante) e $M_{23}C_6$ (Cr e Fe predominantemente).

Kang et al. (47) mostram que a etapa de recozimento é muito importante para as propriedades finais do aço H13, pois seus parâmetros influenciarão as características (tipo, tamanho, distribuição e morfologia) de uma parcela de carbonetos que não se dissolve durante tal tratamento térmico (cerca de 5% do material recozido, em fração volumétrica (59)).

Fornecedores como Gerdau (5) e *Villares Metals* (49) mencionam que o aço H13 é por eles oferecido no estado recozido, respectivamente com as seguintes durezas aproximadas e composições (percentuais em massa): de 230 HB (21 HRC - 0,4% C, 0,4% Mn, 1,0% Si, 5,0% Cr, 1,3% Mo, 1,0% V) e 207 HB (15 HRC - 0,4% C, 0,35% Mn, 1,0% Si, 5,2% Cr, 1,5% Mo, 0,9% V), cujas conversões entre a escala Brinell e Rockwell C (60) apresentaram-se nos parêntesis, juntamente com a composição química.

Por sua vez, Guanghai et al. (61) mencionam ter obtido dureza entre 15 e 20 HRC em aço H13 por eles recozido (composição com percentuais em massa: 0,39% C; 0,35% Mn; 5,0% Cr; 1,0% Si; 1,4% Mo; e 1,0% V).

2.3.2 Têmpera

O tratamento térmico de têmpera e revenimento são empregados para se atingirem níveis otimizados de resistência mecânica e tenacidade, por meio de uma microestrutura final de martensita revenida (62).

O tratamento de têmpera pode ser entendido como a combinação de três etapas (43): 1) Aquecimento até certo patamar de temperatura suficiente para transformação de toda a microestrutura em austenita; 2) Permanência em tal patamar de temperatura para que se processe o encharque, ou seja, que todo o volume de material atinja e permaneça na mesma temperatura por certo tempo e, ainda, que exista tempo para que ocorra em todo o material a transformação difusional associada à formação de austenita, em conjunto com a dissolução dos elementos de liga que se faziam presentes em precipitados e em segunda fase; e 3) Resfriamento suficientemente rápido para que ocorra a transformação não difusional (63) da austenita em martensita.

Em termos do aquecimento do material na têmpera, as taxas não devem ser excessivas, evitando-se a fratura e o empenamento do material, sendo prática aconselhável utilizar patamares intermediários de pré-aquecimento. Entretanto, a porção final do aquecimento e o tempo de permanência na temperatura de patamar final devem ser judiciosamente aplicados, evitando-se o aumento excessivo do tamanho de grão austenítico, fator que levaria a uma perda acentuada de tenacidade no material final (42), levando a *North American Die Casting Association* (NADCA) a considerar a etapa de austenitização como uma das mais críticas em um tratamento térmico bem sucedido para o aço H13 (64).

O tempo necessário para que a peça atinja homogeneamente a temperatura desejada depende da ocorrência do encharque, o qual se inicia após a peça e o meio que a circunda estarem sob a mesma temperatura. Admitindo-se que o maior desafio é a transferência de calor da atmosfera do forno para a peça, pode-se estimar o tempo necessário para o encharque através do equacionamento proposto por Roberts, Kennedy e Krauss (51) nas equações 2.1 e 2.2:

$$\frac{dT}{dt} = \frac{hA}{V\rho} (T_f - T_0) \quad (2.1)$$

$$t = \frac{2,3 V \rho C_p}{hA} \log \frac{(T_f - T_0)}{(T_f - T)} \quad (2.2)$$

Onde:

- h: coeficiente de transferência de calor;
- A: área superficial;
- C_p : Calor específico do material;

- V : Volume do material;
- ρ : Densidade do material;
- T_f : Temperatura do forno;
- T_0 : Temperatura Inicial da peça;
- T : temperatura da peça em um dado momento t .

Destaca-se que o tempo de encharque na austenitização tem como objetivo a homogeneização entre as temperaturas superficiais e interiores da peça, mas também a promoção de uma efetiva dissolução dos carbonetos incorporando os elementos de liga no aço na matriz austenítica, algo que ocorre nas proximidades da temperatura de austenitização (64).

Ainda analisando a etapa de aquecimento, deve-se atentar para a possibilidade de ocorrência da descarbonetação – perda de carbono na superfície do material – levando a comportamento diferente após a têmpera entre a superfície e o núcleo do material, já que a superfície poderá não endurecer suficientemente (42, 51). Tal fenômeno pode ser minimizado realizando-se a têmpera a partir de fornos com atmosfera controlada, em vácuo ou em banhos de sal. Quando não for possível, o uso de técnicas de empacotamento das peças em carvão, coque, areia, cavaco de ferro, mica ou compostos de cementação também pode ser um recurso para diminuir as perdas de carbono superficial (42).

Com o resfriamento com taxa adequada, no tratamento térmico de têmpera objetiva-se obter a fase martensita a qual, no caso dos aços ferramenta, consiste na transformação polimórfica da austenita de célula cúbica de face centrada (CFC) para uma célula tetragonal de corpo centrado (TCC), conforme ilustra a Figura 11, na qual estão aprisionados átomos de carbono cuja difusão foi evitada pelo resfriamento suficientemente rápido (52). Cabe ainda mencionar que se trata de uma transformação atérmica, aquela que independe do tempo de permanência em certa temperatura, mas que é dependente de se atingir uma temperatura específica em que existam condições termodinâmicas para a transformação martensítica (52). Observa-se, na Figura 9 a linha horizontal M_I que representa a temperatura específica a partir da qual se inicia a transformação martensítica.

Outro conceito importante é o de temperabilidade, a qual pode ser medida através de ensaios como o de Jominy e Grossman. Essa está associada à capacidade de determinado aço formar martensita e, portanto, à velocidade crítica de têmpera (43). Os aços ferramentas possuem uma considerável quantidade de elementos de liga e a eles se relaciona uma elevada endurecibilidade (42). Tais elementos de liga, apesar de abaixarem a linha de início da transformação martensítica, acarretam o deslocamento para a direita das curvas de Tempo-Temperatura-Transformação (TTT) relacionadas à transformação difusional da austenita (41), favorecendo a temperabilidade, ou seja, mesmo com taxas de resfriamento

um pouco mais lentas existe a tendência de ocorrência da transformação martensítica.

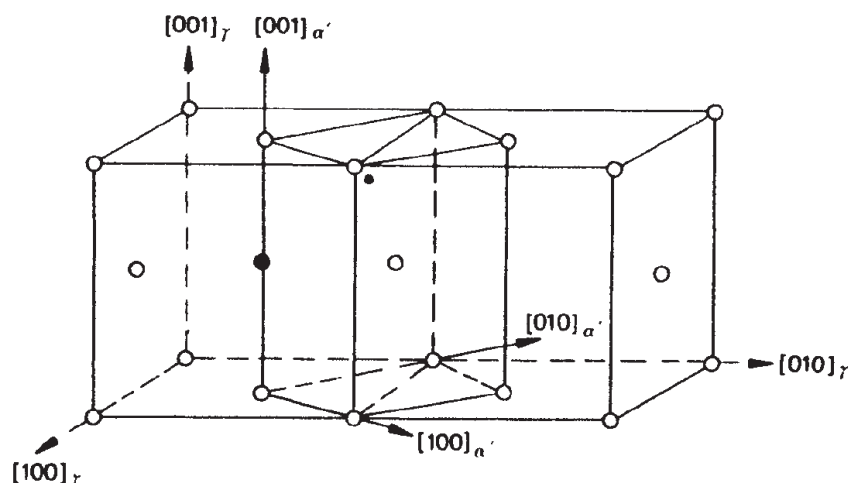


Figura 11 – Transformação da rede CFC para TCC (41).

Ademais, o meio de resfriamento utilizado para realização da têmpera também influi no resultado obtido, já que se associa a uma maior ou menor severidade (taxa de resfriamento). Tal nível de severidade para alguns meios usuais de têmpera pode ser visto na Tabela 4.

Tabela 4 – Severidade dos meios de têmpera, considerando a água sem agitação o valor de referência (43).

Meio de têmpera	Severidade da têmpera (H)	Observações
Ar	0,05	
Óleo sem agitação	0,2	
Óleo moderadamente agitado	0,5	
Óleo violentamente agitado	0,7	
Água sem agitação	1,0	
Água fortemente agitada	1,5	
Salmoura sem agitação	2,0	
Salmoura fortemente agitada	5,0	

Apesar de a velocidade de resfriamento alta ser favorável ao intento de evitar as transformações difusionais e privilegiar a transformação martensítica, deve-se ter em conta que meios de resfriamento menos drásticos, que promovam menores gradientes de temperatura nas peças, devem ser utilizados quando a distorção e a possibilidade de trincamento forem fatores críticos (43). Assim, a *North American Die Casting Association* (NADCA) ressalta que a taxa de resfriamento deve ser rápida o suficiente para se atingirem propriedades metalúrgicas otimizadas ao passo que minimizando os riscos de empenamento e trincamento (64).

Especificamente para o aço H13, conforme lembra a norma NADCA (64) e é mostrado na Figura 12, resfriamentos significativamente rápidos são capazes de evitar não só a formação de perlita, mas também a de carbonetos nos contornos de grão, porém são normalmente impraticáveis, devido às dimensões das ferramentas. Por outro lado, resfriamentos muito lentos conduzirão à formação de perlita e a uma intensa precipitação de carbonetos nos contornos de grão, aspectos indesejáveis para as propriedades mecânicas da peça tratada. Uma excessiva quantidade de carbonetos nos contornos tem relação direta com uma piora sensível na tenacidade do material (65).

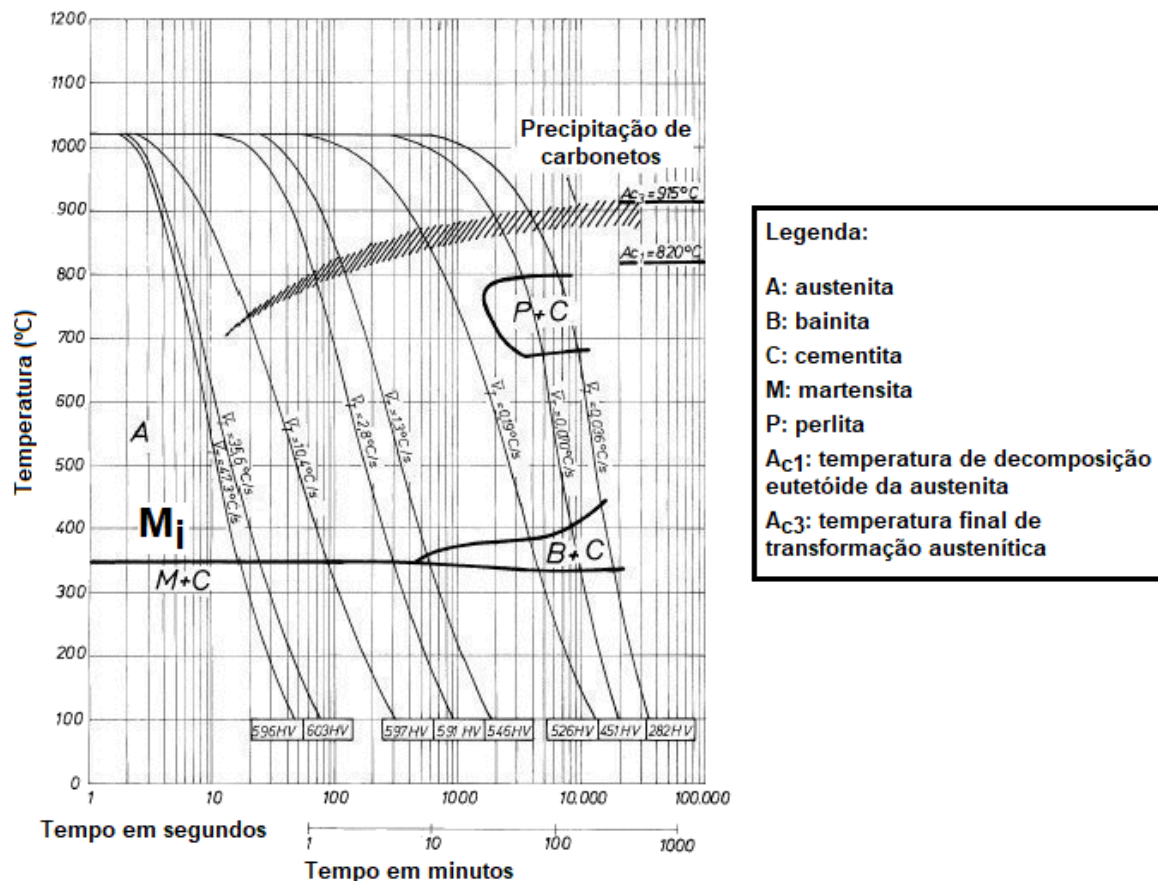


Figura 12 – Curva TRC detalhada para o aço H13 (66).

Assim, admite-se como factível um resfriamento rápido o suficiente para evitar a formação de perlita, porém incorporando alguma fração de precipitação de carbonetos e de formação de bainita, além da martensita (64). Além disso, lembra-se que é uma possibilidade, se os equipamentos em uso permitirem, a realização do resfriamento até 540 °C, excluindo a possibilidade de formação de perlita, permanecendo-se nesse patamar por algum tempo para homogeneização das temperaturas superfície-centro da peça, previamente ao resfriamento final para formação de martensita (tratamento conhecido como martêmpera (42, 43)), atentando-se para evitar uma permanência excessiva que resultaria em exagerada formação de bainita (64).

Acrescenta-se que nem toda a austenita obtida no patamar de aquecimento da têmpera será transformada em martensita, dando origem à chamada austenita retida ou residual, em função da temperatura final de transformação martensítica (M_F) e a temperatura ambiente. De forma a tentar atingir maiores percentuais de transformação, por vezes recorre-se a um resfriamento subzero através do uso de câmaras de congelamento, misturas de acetona e gelo seco ou gases liquefeitos como nitrogênio (42). Lembrando que o tratamento subzero deve ser feito depois do resfriamento de têmpera até temperatura ambiente, sem que se permaneça por muito tempo neste último patamar de temperatura, de forma a não propiciar a estabilização da austenita (42).

Destaca-se que encontram-se na literatura menções a algumas propriedades mecânicas do aço H13 nesta condição. Guanghai et al. (61) citam durezas de 57,5 HRC e 58,5 HRC, respectivamente para têmperas com temperatura de patamar de austenitização de 1030 °C e 1050 °C, aplicadas em aço H13. Por sua vez, o fornecedor Gerdau (5) cita uma dureza de 53 HRC para o aço H13 temperado a partir de uma temperatura de 1020 °C. Em ambos os casos, as composições de tais aços já foram mencionadas na seção 2.3.1.

Finalmente, na Figura 13 podem ser vistas micrografias obtidas com MEV de aço H13 temperado em algumas condições: (A) a gás em um dilatômetro, com fase de recozimento prévio (870 °C), seguido por têmpera a gás em forno com atmosfera controlada (47); (B) temperado em óleo a partir de 1030 °C (67); e (C) temperado (meio não informado) a partir de temperatura de austenitização de 1020 °C (68). Em todos os casos, as micrografias apresentam uma matriz martensítica com alguma precipitação de carbonetos (47, 67, 68).

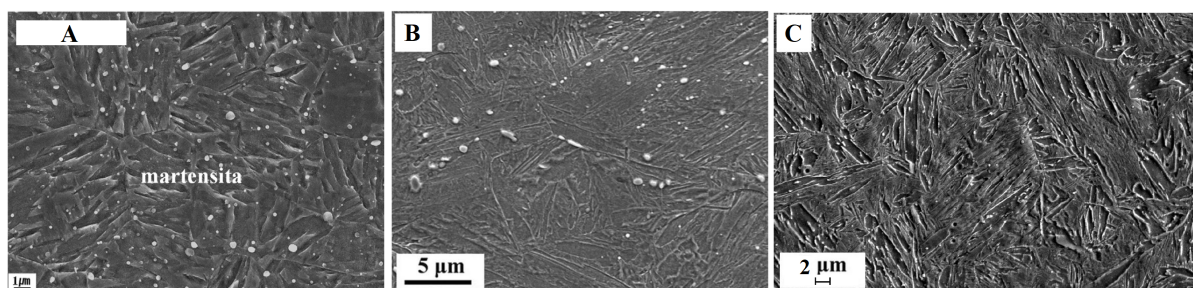


Figura 13 – Aspecto microestrutural, obtido por MEV, de aço H13 temperado nas seguintes condições: (A) temperado a gás, após etapa de recozimento a 870 °C (47); (B) temperado em óleo a partir de 1030 °C (67); e (C) temperado (meio não informado) a partir de temperatura de austenitização de 1020 °C (68).

2.3.3 Revenimento

Recorrendo a Bhadeshia e Honeycombe (41), lembra-se que a martensita das ligas ferrosas com carbono em sua solução sólida, decorrente do tratamento térmico de

têmpera, de natureza termodinâmica metaestável, apresenta grande resistência mecânica, porém significativa fragilidade. Assim, realiza-se o revenimento (ou revenido) para levar a microestrutura a um estado mais próximo do equilíbrio, através da ativação térmica, no qual se conseguem melhores condições de tenacidade.

Os principais resultados do revenimento são a redução de dureza e da resistência mecânica, aliadas ao aumento da ductilidade e da tenacidade. Além disso, em aços ligados como os aços ferramenta, pode ser observado um endurecimento secundário durante o revenimento em determinada faixa de temperatura de encharque, decorrente da precipitação de carbonetos dos elementos de liga existentes na composição do aço (2, 43, 51).

Ademais, durante o resfriamento do tratamento térmico de têmpera, a formação de martensita não se dá completamente, principalmente em aços contendo considerável quantidade de EL estabilizadores da fase austenita como o aço ferramenta H13, restando certa parcela não transformada denominada austenita retida (41), instável e sujeita a transformações (51), as quais se dão no revenimento, sendo as seguintes as principais: a primeira delas se refere à transformação em bainita (2, 52, 41, 69, 70) e a precipitação de carbonetos; e a segunda consiste na transformação em martensita (2, 42, 69), por vezes chamada de "martensita secundária" (51).

Pormenorizando a mencionada transformação da austenita retida em martensita secundária, no revenimento, deve-se considerar o fenômeno de repartição do carbono. Uma possibilidade seria a obtenção de tal martensita a partir do enriquecimento da austenita retida com o carbono ((70)) oriundo da martensita temperada de estrutura TCC, que por consequência dessa redução do teor de carbono se torna martensita revenida durante o encharque no revenimento. A austenita retida enriquecida em carbono passa a ter uma temperatura de início da formação martensítica (M_i) menor que a relacionada à austenita formada no encharque da têmpera e que deu origem à "martensita primária" (51), porém ainda em faixa de temperatura superior à ambiente, permitindo a formação de martensita (secundária), no resfriamento do revenimento, a qual terá dureza superior à inicialmente formada no resfriamento da têmpera, por ter origem em uma austenita com maior percentual de C que a do início do estágio do processamento T&P. Tal mecanismo é típico do processamento térmico Têmpera e Partição (T&P) - em inglês *Quenching and Partitioning* - Q&P, com o objetivo de se obter uma microestrutura final que conjugue elevada dureza e tenacidade, seja pela possibilidade de se ter um misto de martensita revenida e martensita secundária, ou ainda austenita estabilizada pelo enriquecimento pelo carbono (43).

Uma outra possibilidade para a obtenção de martensita a partir da austenita retida, esta mais frequentemente relacionada a aços ferramenta como o H13 (2, 51, 69),

relaciona-se à elevação da temperatura M_i pela saída de carbono e elementos de liga (EL) da austenita retida, em virtude da precipitação de carbonetos no encharque do revenimento na faixa de temperaturas entre 300 e 350 °C, facilitando a formação de martensita secundária no resfriamento subsequente (69).

Desta forma, a realização de revenimentos múltiplos (mínimo de dois (49)) é recomendada, permitindo a ocorrência da precipitação de carbonetos e o revenimento da martensita formada tanto no resfriamento da têmpera quanto no primeiro revenimento, conferindo ao aço H13 características como significativas dureza, resistência ao desgaste e manutenção destas em alta temperatura (62).

O revenimento múltiplo, além de garantir a tenacidade (relaxamento de tensões da martensita formada na têmpera (52)) e o incremento da dureza com o endurecimento secundário, também garante a estabilidade dimensional (43) e afasta a possibilidade de ocorrência de trincas (51), já que se antecipa a uma possível transformação martensítica da austenita retida por meio de transformações assistidas pela ciclagem térmica no revenido, ao invés da ocorrência destas durante a deformação em serviço, a qual poderia levar à formação de trincas ou a mudanças dimensionais, em função das variações volumétricas relacionadas a tal transformação (43). Roberts, Kennedy e Krauss (51) mencionam até mesmo a observação de fenômenos de transformação da austenita retida em temperatura ambiente, segundo um processo de "envelhecimento". Neste sentido, a Norma NADCA (64) e fornecedores de aço ferramenta (49) lembram que os dois primeiros revenimentos são obrigatórios, sendo o terceiro ou posteriores uma possibilidade para ajuste fino da dureza final desejada, normalmente entre 42 e 50 HRC (64) ou 42 a 52 HRC (65).

Durante o revenimento acontece uma sucessão de eventos responsáveis pelas mudanças de propriedade no material (43). Segundo Roberts, Kennedy e Krauss (51), as tais eventos de mudança estrutural podem ser divididos em estágios (com interseções): inicia-se com um primeiro estágio representado pela redistribuição do Carbono que ficou aprisionado na estrutura TCC durante a transformação martensítica que ocorre na têmpera. Porém, ressalta-se a informação trazida por Bhadeshia e Honeycombe (41) de que em aços com EL como Cr, Mo, V, Si, a tetragonalidade da martensita é observável até patamares de 500 °C. Assim, em tratamentos térmicos de revenimento em temperaturas inferiores, a martensita revenida tem características estruturais muito próximas da martensita temperada. Ou seja, as principais transformações estão associadas a precipitação de carbonetos mais simples, como a precipitação de carbonetos metaestáveis do tipo epsilon (ϵ), em temperaturas por volta de 205 °C. Aumentando um pouco mais a temperatura inicia-se a precipitação de cementita (M_3C), que gradualmente substitui os carbonetos ϵ .

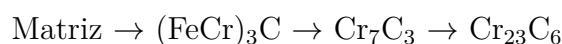
O segundo estágio corresponde à já mencionada transformação da austenita retida para bainita ou martensita secundária, sendo simultâneo aos outros estágios. A tran-

formação em "bainita secundária" (51) inicia-se entre 175 e 250 °C estendendo-se até a temperatura de 315 °C, a qual apresenta dureza semelhante à da martensita revenida no patamar de temperatura em questão. Já a transformação em "martensita secundária" está relacionada a tratamentos de revenimento em patamar de temperatura mais altos, por volta de 565 °C, por exemplo, ocasião em que a temperatura M_i subiria para temperaturas bem superiores à ambiente (245 °C mencionados por Roberts, Kennedy e Krauss (51); 300 a 350 °C mencionados em estudo de Fonseca et al. (69)), em virtude de eventos concomitantes de precipitação dos terceiro e quarto estágios que são comentados a seguir.

O terceiro estágio está compreendido em temperaturas entre 290 e 540 °C, faixa na qual a cementita tende a coalescer a partir do consumo do carbono não mais solubilizado na matriz (51), com a ressalva trazida por Bhadeshia e Honeycombe (41) de que os EL (Cr, Mo, Si, presentes no aço H13) tendem a restringir o processo de coalescimento, seja por sua entrada na estrutura da cementita ou por sua segregação redução acentuada na resistência mecânica, a qual resultaria do coalescimento da cementita (41, 51).

Já o quarto estágio toma lugar em aços com significativa quantidade de EL, como os aços ferramenta, a partir dos 540 °C (51) (faixa iniciando entre 500 e 600 °C, segundo Bhadeshia e Honeycombe (41), pela necessidade de temperaturas mais altas para difusão dos EL), estágio no qual a cementita se dissolve na matriz ao que se sucede a precipitação de carbonetos dos elementos de liga do aço, finos e dispersos. Este fenômeno que permite o incremento de dureza (até mesmo em patamares superiores aos obtidos com a martensita formada logo após a têmpera) conhecido como endurecimento secundário (41, 51).

Os carbonetos verificados tanto na condição recozida quanto temperada e revenida decorrem dos elementos de liga existentes na composição química do aço e são, de uma forma geral, como lembram Braga et al. (48) dos tipos: MC (rico em V); M_2C (rico em Mo); M_3C (rico em Fe), M_7C_3 (rico em Cr) e $M_{23}C_6$ (rico em Cr e Fe). Lembrando que o surgimento dos carbonetos se dá segundo uma sequência de evolução, normalmente não sendo a forma final (mais próxima do equilíbrio) a primeira a precipitar, como pode ser exemplificado por carbonetos de cromo que seguem a seguinte sequência de formação no revenimento (41):



Ainda sobre os efeitos da presença de EL, Bhadeshia e Honeycombe (41) mencionam que os carbonetos de vanádio além de tenderem a se dispor de forma dispersa e fina, contribuindo significativamente para o endurecimento, apresentam grande estabilidade mesmo em temperaturas elevadas como 700 °C, aspecto muito importante para a manutenção das propriedades dos aços ferramenta para trabalho a quente. Por sua vez, os carbonetos de cromo tendem a coalescer mais facilmente, apesar da presença de Mo e V reduzirem esse processo. Ademais, tais autores destacam que, além do endurecimento

secundário proporcionado pela presença dos EL, estes EL participam de uma melhora na tenacidade do aço.

Ao falar de revenimento não se deve deixar de mencionar a possibilidade de ocorrência da fragilização ao revenido, a qual é de difícil identificação por meio da análise micrográfica em busca de alterações microestruturais ou da análise de outras propriedades que não sejam a tenacidade à fratura (43).

Diante do exposto, para se aproveitar ao máximo os benefícios do endurecimento secundário e reduzir as chances de fenômenos de fragilização, recomenda-se que o resfriamento após o encharque do revenimento, realizado em aços ferramenta acima de 500 °C (42), seja o mais rápido possível (42, 43).

Também é interessante observar a recomendação de que o revenimento seja feito logo em seguida à têmpera, sem mesmo que a peça chegue à temperatura ambiente (5, 49). A razão para isso fica bem explicada por Colpaert, Costa et al. (43), ao comentar sobre o alto nível de tensões residuais internas que peças somente temperadas têm, tornando-as susceptíveis ao trincamento. Por isso, é prática usual iniciar o revenimento o mais rapidamente possível, após a conclusão da têmpera. A Norma NADCA #207 (64) também faz menção a essa possibilidade de trincamento espontâneo em virtude das tensões internas decorrentes da têmpera.

Lembra-se que a microestrutura esperada após os múltiplos revenimentos tem matriz composta por martensita revenida, podendo ter alguma porção bainítica, não devendo existir porções de perlita, austenita retida, descarbonetação, carbonetação ou excessiva precipitação intergranular de carbonetos (64). Ilustrativamente, podem ser verificados na Figura 14 aspectos microestruturais resultantes da conjunção dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, em diferentes temperaturas: duas delas a partir de têmpera em óleo com austenitização a 1030 °C e revenimento (A) a 500 °C e (C) a 590 °C (resfriamento ao ar) (67); outra (B) com têmpera a partir de patamar em 1020 °C e revenimento a 550 °C (68). Nos três casos tem-se uma microestrutura de martensita revenida com precipitação de carbonetos (67, 68, 71), estes últimos responsáveis pelo fenômeno de endurecimento secundário, segundo o qual a resistência do material aumenta em virtude de uma substituição gradual de partículas de Fe_3C que dão lugar a precipitados dispersos dos EL do aço H13 (68).

Também acompanha essa transformação microestrutural no revenimento um relaxamento de tensões internas, com a perda da tetragonalidade da martensita e a recuperação de discordâncias (68) no processo de decomposição da martensita temperada em uma matriz α e carbonetos dispersos, causando perdas em dureza e ganho em tenacidade (67).

Em termos de propriedade mecânica esperadas após o revenimento, menciona-se que Koneshlou, Asl e Khomamizadeh (72) realizaram quatro experimentos de tratamentos

térmicos com aço H13 (composição com percentuais em massa de: 0,36% C; 0,38% Mn; 4,82% Cr; 0,96% Si; 1,19% Mo; e 0,86% V): o primeiro composto por têmpera a 1040 °C, com resfriamento ao ar, complementado por um revenimento a 560 °C (1); o segundo e terceiro acrescentaram tratamentos criogênicos após o revenimento (2) e (3); e o quarto realizou um segundo revenimento, após um tratamento criogênico (4). Os valores de tenacidade ao impacto (Charpy) e de dureza encontrados para cada um dos experimentos foram de: (1) 15,4 J/cm² e 49 HRC; (2) 16,1 J/cm² e 51 HRC; (3) 17,3 J/cm² e 55 HRC; e (4) 18,2 J/cm² e 59 HRC.

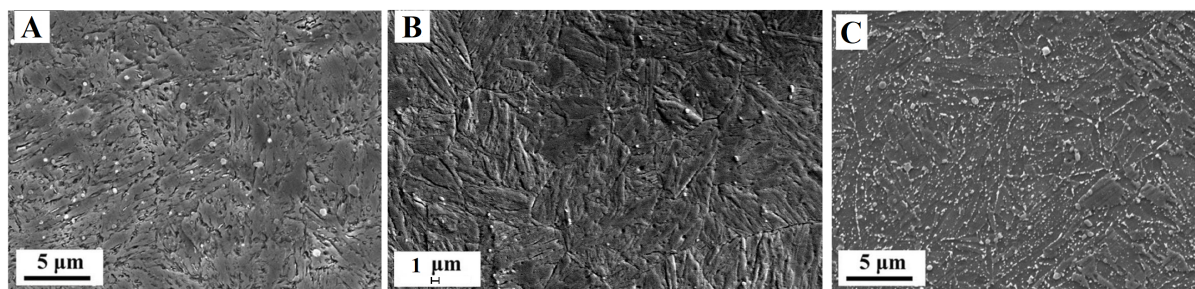


Figura 14 – Aspectos microestruturais, obtidos por MEV, do aço H13 submetido, após a têmpera, a revenimentos nas seguintes temperaturas de encharque em tais tratamentos: (A) 1030 °C e 500 °C (67); (B) 1020 °C e 550 °C (68); e (C) 1030 °C e 590 °C (67).

Por sua vez, Guanghai et al. (61) realizaram, após a têmpera, duplo revenimento em aço H13 (já citado na seção 2.3.1) com temperaturas de 500 °C, 580 °C e 600 °C, para os quais, respectivamente obtiveram as seguintes durezas e resultados de tenacidade ao impacto Charpy: 58 HRC e 20 J/cm²; 54 HRC e 38 J/cm²; e 46 HRC e 45 J/cm².

Os catálogos de fornecedores também oferecem informações sobre as propriedades mecânicas a obter com o aço H13 após o tratamento térmico, a partir da inspeção de gráficos apresentados na Figura 15. A Figura 15.A é um gráfico oferecido pela Gerdau (5) e refere-se à têmpera a partir de patamar de 1020 °C (meio de resfriamento não informado), com duplo revenimento de 2 h cada; por sua vez, tem-se na Figura 15.B gráfico da Villares Metals que também se refere a um tratamento de duplo revenimento, por 2 h, após a têmpera (recomendada entre 1010 °C e 1030 °C, sem explicitar qual a adotada para geração da curva).

2.4 Manufatura Aditiva

Conforme lembram Volpato e Carvalho (73), a fabricação tradicional de peças resume-se ao uso de metodologias baseadas em princípios tais como: moldagem de material (fundição, injeção, metalurgia do pó); remoção ou subtração de material (usinagem, em geral, como torneamento, fresamento, furação, retífica); conformação, fazendo uso da

deformação plástica do material (forjamento, estampagem, extrusão, laminação); união de componentes (soldagem, brasagem, colagem); e divisão de componentes (cortes, serragem). A este rol, pode-se acrescentar a fabricação baseada na adição sucessiva de material, conhecida como manufatura aditiva – MA (73), a qual é considerada como uma das vinte tecnologias disruptivas que compõem a quarta revolução industrial (9, 10).

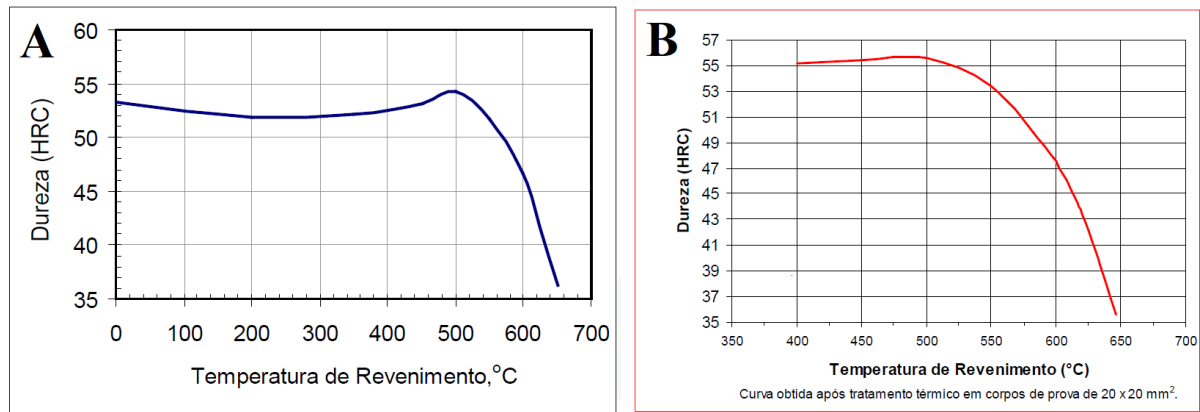


Figura 15 – Curvas de revenimento para o aço H13 submetido à têmpera e duplo revenimento, segundo os fornecedores (A) Gerda (5) e (B) Villares Metals (49).

Dentre as formas de se fazer menção à Manufatura Aditiva encontram-se: impressão 3D, prototipagem rápida, fabricação de forma livre, manufatura por camada, rápida, digital direta, instantânea ou de bancada também podem ser verificadas (73), todas ligadas à fabricação através da adição sucessiva de material.

Em Volpato e Carvalho (73) encontra-se definição das etapas pelas quais passa a fabricação por MA:

- Modelagem tridimensional por meio de tecnologias CAD ("Computer-Aided Design");
- Formatação do modelo para metodologia típica de MA, normalmente relacionada a uma malha de triângulos;
- Planejamento da fabricação, através da transformação da peça 3D em conjuntos de camadas 2D (fatiamento), bem como definição de suporte da peça depositada e formas (estratégias) com as quais se realizará a deposição;
- Execução da fabricação;
- Pós-processamento, que pode incluir etapas de limpeza, acabamento final ou mesmo tratamentos térmicos, para melhoria de aspectos dimensionais ou ajuste de propriedades (74).

Por sua vez, Joshi et al. (23) sintetizam a MA como uma série de processos com objetivo de unir materiais e formar peças a partir de um modelo 3D, usualmente camada por camada.

Assim como toda metodologia de fabricação, a MA apresenta pontos positivos e

limitações, devendo a sua utilização ganhar maior espaço em aplicações para as quais as vantagens superarem os óbices. Volpato e Carvalho (73) destacam como principais vantagens:

- Liberdade para fabricação de geometrias complexas;
- Reduzido desperdício de material;
- Dispensa a necessidade de complexos dispositivos de fixação;
- Dispensa a troca de ferramentas durante a execução da fabricação;
- Fabricação ocorre em um único equipamento;
- Simplificação do processo pela concentração na execução de trajetórias em 2D (camadas);
- Agilidade e menor custo na fabricação de poucos exemplares;
- Possibilidade de misturar materiais ou mesmo mudar densidade do material na mesma peça em regiões diferentes, em algumas tecnologias.

Já Braga et al. (48) condensam os benefícios da MA ao afirmar que suas tecnologias são ágeis, precisas e econômicas, em decorrência da possibilidade de acréscimo de material de maneira controlada e seguindo um modelo computacional 3D.

A MA tem como ponto positivo adicional o fato de permitir o uso de menor quantidade de material, o qual é adicionado à peça nas regiões de construção, além de envolver menor quantidade de perdas, comparando-a com os métodos subtrativos que envolvem o descarte do material removido. Tais características permitem posicionar as tecnologias de MA como limpas, eficientes e econômicas (21, 75), relacionando-as positivamente aos conceitos de sustentabilidade (17).

Quanto às limitações existentes atualmente, as quais tendem a ser parcialmente superadas com a evolução das tecnologias, Volpato e Carvalho (73) elencam as seguintes:

- Propriedades anisotrópicas e ainda inferiores a dos materiais processados tradicionalmente;
- Precisão dimensional e acabamento superficial inferiores aos obtidos através de alguns métodos convencionais como a usinagem;
- Limitação de disponibilidade de matérias-primas;
- Riscos de distorção e empenamento e necessidade de controle desta variável;
- Lentidão e custo elevado para fabricação de grandes lotes de peças.

Atzeni e Salmi (13) adicionam ao rol de limitações os custos ainda elevados de aquisição e operação dos equipamentos e de obtenção de matérias primas, aspectos que tendem a ser superados pela redução de preços que se espera acompanhando um aumento na demanda por insumos para as tecnologias de MA.

Como já foi indicado, a manufatura aditiva engloba diversas tecnologias e meios de fabricação de peças através da adição sucessiva de material, as quais podem ser classificadas

em categorias. A norma ISO/ASTM 52900:2015 (E) (76) classifica as tecnologias em sete grupos (os quais ainda se subdividem em diferentes técnicas), conforme pode ser visto na Tabela 5.

Tabela 5 – Classificação das tecnologias de manufatura aditiva (76)

Tecnologia	Nome em inglês	Descrição sumária
Fotopolimerização em cuba	Vat photopolymerization	Processo em que ocorre a polimerização de um líquido fotopolimerizável em regiões específicas nas quais aplica-se feixe de luz.
Extrusão de material	Material extrusion	Processo no qual material é aplicado através de um bico em regiões determinadas.
Jateamento de material	Material jetting	Processo no qual gotas do material são seletivamente depositadas.
Jateamento de aglutinante	Binder jetting	Processo em que um líquido aglutinante é seletivamente depositado para unir regiões de um material em pó.
Fusão em leito de pó	Powder bed fusion	Processo em que ocorre a fusão seletiva de regiões do pó que recebem energia térmica.
Adição de lâminas	Sheet lamination	Processo em que é gerada a adesão de lâminas do material.
Deposição com energia direcionada	Directed energy deposition	Processo em que o material é fundido por energia térmica no momento em que é depositado.

É importante mencionar que o uso da MA inicialmente ganhou espaço na geração de protótipos, sem grandes exigências em termos de dimensional ou propriedades, sendo ainda a aplicação em estudos de engenharia, auxiliando na visualização e simulação de montagens, por exemplo, uma das maiores aplicações de tais tecnologias (73).

Entretanto, é crescente o interesse por MA para produção de partes com aplicação tecnológica (73) ou em aplicações como geração de componentes de ferramental, moldes e matrizes, pelo potencial da tecnologia para fabricar peças com geometrias complexas, customizadas e dotadas de sofisticados canais de refrigeração (11, 16). Tais usos para MA tendem a ganhar espaço à medida que as tecnologias evoluem e se tornam mais amplamente conhecidas (73).

Conforme lembram Chantzis et al. (17), as possibilidades de formas complexas não se limitam à geometria externa, mas também se aplicam à geometria interna, sendo a MA um meio de construir redes sofisticadas de canais de refrigeração, capazes de manter a temperatura do ferramental em níveis mais baixos, além de oferecer fluxo térmico mais

homogêneo a uma peça em produção com o ferramental otimizado.

A título de exemplo, se observada a simulação para o forjamento da granada 105 mm, mostrada na Figura 8, e considerada a condição térmica a que o ferramental utilizado na fabricação de projéteis é submetido, deduz-se como um sistema mais eficiente de refrigeração do ferramental teria benefícios para a manutenção da microestrutura adequada e vida útil da ferramenta.

Destaca-se que áreas como as indústrias aeroespacial, de energia, biomédica e automotiva tem se interessado significativamente pelas capacidades da MA em gerar peças customizadas, assim como o uso na fabricação e reparo de moldes e matrizes é uma vertente de aplicação profícua para MA (48).

2.4.1 Tecnologias de MA para metais

Para o processamento de materiais metálicos por MA, destacam-se as possibilidades de a matéria-prima estar no formato de pó metálico ou arame, sendo a primeira delas o foco do presente trabalho. Neste caso, três tecnologias se destacam: fusão em leito de pó (*Powder Bed Fusion - PBF*), deposição com energia direcionada (*Directed Energy Deposition - DED*) e jateamento de aglutinante (*Binder Jetting*) (77).

Ressalta-se que o maior número de publicações sobre MA com a liga H13 refere-se à fusão em leito de pó (21, 69, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90), porém com interesse cada vez maior no estudo com DED (19, 23, 26, 29, 31, 74, 91, 48, 92, 93, 94, 95, 96).

Outro ponto interessante é o fato de as receitas de mercado no setor de MA para PBF, em levantamento realizado em 2019, serem da ordem de 85%, enquanto DED correspondia por uma fatia de 8,3% (9). Relatório desta natureza atualizado em 2024 manteve a tecnologia PBF como a principal adoção pela indústria, porém projetou um crescimento anual de 13,9 % do mercado de MA em geral para 2028 (35).

Em termos microestruturais, deve-se ter em mente que uma característica comum das peças produzidas por MA é a heterogeneidade. Em virtude da sucessiva deposição de camadas, regiões já solidificadas tem porções refundidas e outras afetadas termicamente as quais, em aços passíveis de transformação martensítica, tem a martensita originada do resfriamento rápido da solidificação revenida, em um processo conhecido como revenimento intrínseco (79).

Na fusão em leito de pó, a qual está ilustrada na Figura 16, uma camada de pó metálico é depositada através de um rolete ou lâmina sobre uma plataforma. Em seguida, utilizando-se laser ou feixe de elétrons como fonte de energia (77), realiza-se um percurso fundindo o material em regiões de interesse. Essa fusão seletiva é sucedida pela solidificação

da porção fundida. Então, a plataforma desce e uma nova camada de pó é depositada para que nova trilha de fusão seja produzida ao longo da nova camada da peça em construção. Assim, a peça vai surgindo em virtude da superposição de camadas fundidas/solidificadas. Lembra-se que uma das principais preocupações com as peças fabricadas a partir deste processo é a existência de porosidades no material depositado, sendo a aplicação de tecnologias de pós processamento envolvendo não somente tratamentos térmicos, mas também a opção termomecânica, como a HIP (*Hot Isostatic Pressing*), um caminho vislumbrando para minimização de tal situação (97).

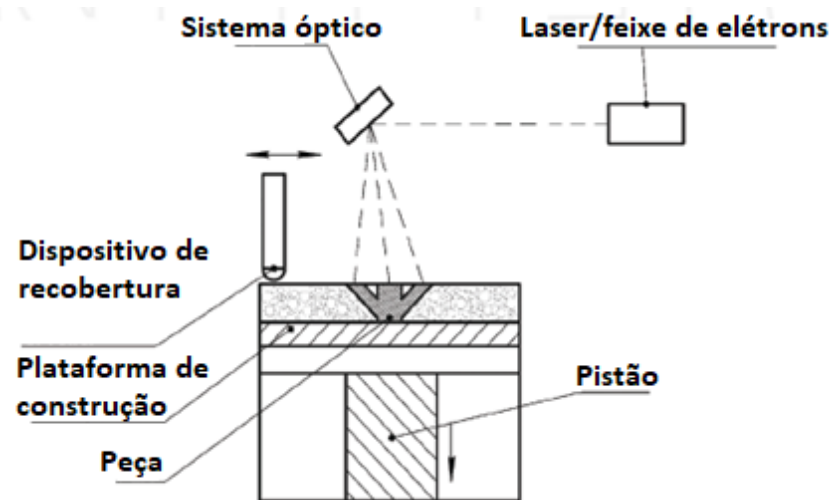


Figura 16 – Esquemático da técnica de fusão em leito de pó (77).

Já o método de jateamento de aglutinante, ilustrado na Figura 17, também recorre à deposição de pó sobre uma plataforma e à reposição dessa camada por meio de um rolete ou espátula. Entretanto, não há a fusão do pó, mas sim a aplicação, segundo uma trilha pré-definida, de um agente líquido aglutinante que causará a consolidação de um volume sólido na porção de pó que o recebeu. Popovich e Sufiarov (77) destacam que há necessidade de tarefas posteriores a aplicação do aglutinante em si, além da remoção da peça do meio em pó, a citar a sinterização posterior e por vezes a infiltração de outro material. Comentam, ainda, que a inexistência de gradientes de temperatura, pela não ocorrência de fusão, pode ter pontos positivos para algumas aplicações, mas que, em geral, a técnica ainda tem aplicação limitada para produção de peças metálicas, sendo melhor aproveitada na manufatura de peças cerâmicas.

A presente pesquisa objetiva investigar exemplares processados a partir de pós metálicos do aço ferramenta H13, através da técnica de Deposição com Energia Direcionada utilizando laser como fonte de energia (L-DED), a qual é tratada na seção 2.4.1.1 a seguir.

Cabe mencionar que a tecnologia de DED guarda vantagens em relação à fusão em leito de pó nas operações de reparo de matrizes, nas quais a primeira permite o acesso

à área a ser reparada segundo várias posições e inclinações. Além disso, as taxas de deposição em DED são maiores, vocacionando-a para manufatura de peças ou porções reparadas de maior extensão (48).

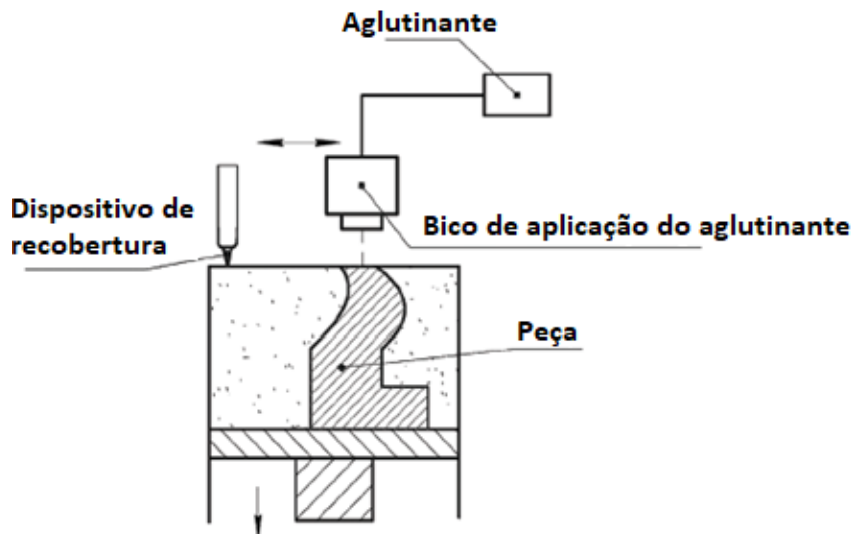


Figura 17 – Esquemático da técnica da tecnologia jateamento de aglutinante (77).

Finalmente, é importante ressaltar que as propriedades do material final guardam estreita relação com os parâmetros de processo utilizados (77). Além disso, diversas peculiaridades do processo de fusão e solidificação devem ser observadas. Por exemplo, Popovich e Sufiarov (77) lembram, ao tratar da fusão em leito de pó, que a MA pode estar sujeita à contração na camada de pó fundida, após a solidificação, levando a uma espessura de camada real menor que a estimada quando da deposição de pó.

2.4.1.1 Deposição com Energia Direcionada

A tecnologia de Deposição com Energia Direcionada (DED) pode ter diferentes fontes de energia como laser, feixe de elétrons, o arco elétrico ou a formação de plasma, assim como abarca diferentes formas de alimentação do material de adição, como os pós e arames (9). O uso do laser privilegia a precisão, em detrimento da eficiência energética (98); esta última é melhorada com o uso de feixe de elétrons (99), porém demandando o uso de vácuo na área de fabricação, o que encarece o processo e limita em muito o tamanho das peças; e os processos a arco, por sua vez, tem elevada taxa de deposição, mas menor precisão (100).

Dentre os diferenciais das tecnologias de DED estão a capacidade de produzir peças de dimensões relativamente grandes (101) com uso de braços robóticos com controle numérico que garantem liberdade de movimento em variadas direções (102).

Neste trabalho, privilegia-se a técnica de DED com laser e pós, um método em que a projeção do material sobre a peça se dá ao mesmo tempo em que o laser atinge

o substrato, propiciando a fusão e consolidação entre material de adição e substrato ou camadas previamente depositadas (9, 102).

Uma ilustração do processo de DED foi apresentada por Joshi et al. (23), conforme se vê na Figura 18.A, indicando a relação entre pó, ponteira/tocha e substrato durante uma deposição.

Também são verificadas outras formas de menção à DED (48), tais como: Deposição de Metal a Laser (*Laser Metal Deposition – LMD*); *Direct Laser Metal Deposition – DLMD*; *Direct Laser Deposition – DLD*; *Laser Engineered Net Shaping – LENS*; *Laser Cladding – LC*, este último quando exclusivamente ligada à aplicação de camada de recobrimento (74).

Verifica-se, pela Figura 18 que o pó metálico é alimentado coaxialmente ao feixe de laser, juntamente com um fluxo de gás inerte que o conduz, de maneira que a velocidade de deposição e a precisão desta podem ser controladas, a depender do fluxo de pó ou mesmo das peculiaridades do bico utilizado (77).

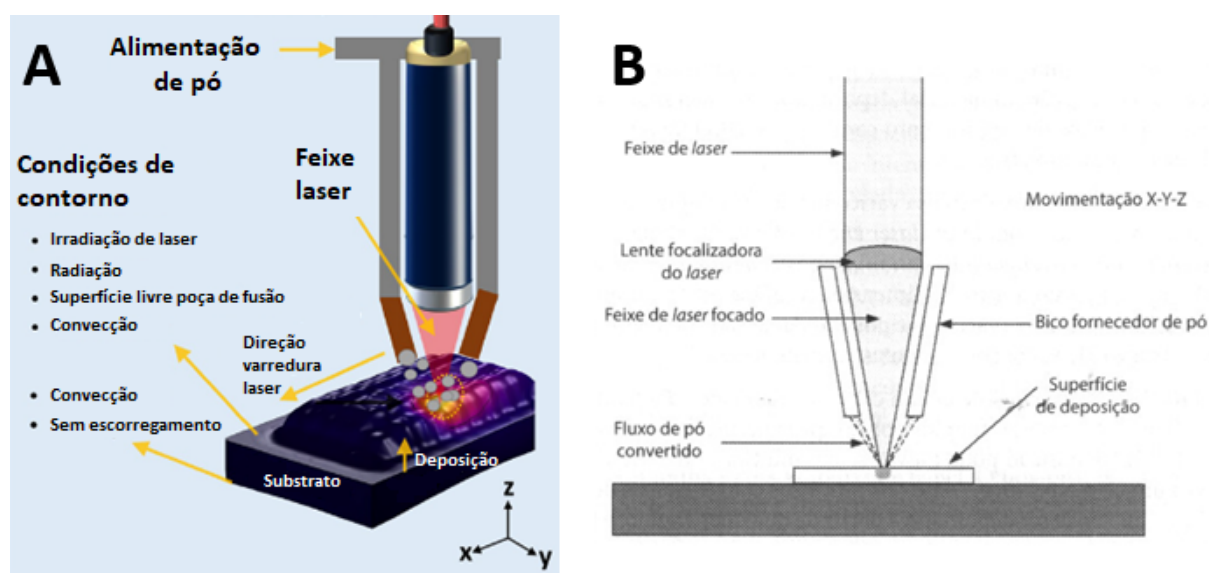


Figura 18 – (A) Esquemático da execução de processo DED com laser (23); e (B) Representação de uma ponteira usada em processo L-DED (102).

No caso de a fonte de energia para fusão ser o laser, utilizam-se 5 (cinco) tipos: CO₂, Nd:YAG, fibra óptica, disco de vidro dopado com terras raras e do tipo semiconductor (laser diodo). Cada um desses tipos tem peculiaridades quanto a forma de geração do laser e propriedades como a frequência e comprimento de onda (energia do laser, em suma), relação com a absorvidade dos materiais, necessidade de manutenção, eficiência energética (102).

Portanto, a partir de um cabeçote, como o exemplificado na Figura 18.B, montado em um braço robótico com liberdade de movimento em vários eixos, deposita-se material

fundido em um substrato, segundo um caminho previamente definido, situação após a qual processos de solidificação ocorrem (102). Em virtude dessa capacidade de movimentação com vários graus de liberdade conferidas à estrutura robótica que contém o bico, a deposição não se limita a criação de camadas horizontais paralelas, podendo ser feita em posições e inclinações diversas. Tal fato confere à tecnologia de DED a interessante potencialidade de ser usado em reparos de matrizes e ferramentas (77). Neste caso, tem-se uma técnica rápida, com poucos resíduos e custo sem exageros, demandando menor preparação e pós-tratamento que um reparo executado com soldagem a arco, por exemplo (48).

Ressalta-se que o processo de DED pode ser encarado como uma extensão do processo de revestimento (*cladding*) com *lasers*, já que o crescimento de uma peça volumosa consiste na aplicação sucessiva de camadas de revestimento (102).

Além disso, a técnica aparenta ter grande utilidade no reparo e condicionamento de ferramentas já prontas (23, 25), aspecto de grande relevância no fator custo, ao conferir sobrevida a uma ferramenta considerada danificada. Acrescenta-se que o uso do laser é um diferencial ao comparar-se a métodos tradicionais de soldagem usados em reparos, pelo fluxo de calor localizado, responsável por menores chances de distorção e trincamento (25).

Um ponto positivo da tecnologia está na possibilidade de deposição de mais de um material simultaneamente, criando peças ou recobrimentos com gradientes de composição (77), o que pode ser útil para certas aplicações. Por exemplo, o desenvolvimento de peças segundo a ideia de *functionally graded material* (FGM) (16), ou seja, materiais cuja composição e microestrutura são minuciosamente projetadas, de forma a possuírem mais de um material, além de uma camada de transição entre essas (74).

Apesar dos benefícios, alguns desafios se fazem presentes, dentre eles compreender as peculiaridades do processo e suas relações com as propriedades das peças produzidas (11, 102). Conforme Groarke et al. (103) comentam, a chave para o sucesso em Manufatura Aditiva reside em compreender a relação entre variáveis de processo, propriedades do material e a estrutura final obtida.

Especificamente para a DED, lembra-se que não é possível a construção de geometrias com estruturas em rede ou canais de refrigeração muito estreitos e próximos entre si (77).

Outros desafios da técnica surgem em decorrência das dificuldades de controle dimensional, de controle do sentido de crescimento dos grãos em relação ao substrato (epitaxia), bem como das características microestruturais resultantes da deposição, em função dos ciclos térmicos a que as camadas se submetem (102). Grande parte dessas dificuldades decorre da direcionalidade de troca de calor e da grande e repetitiva quantidade

de calor oferecido ao material (48). Sucessivos ciclos térmicos de aquecimento e resfriamento são percebidos em diferentes áreas do material, durante a deposição de camada sobre camada, influenciando no padrão de solidificação e geração de uma microestrutura com características peculiares (9, 79).

Assim, a microestrutura não uniforme após a fabricação é típica dos processos de MA, não sendo diferente para DED (91), no qual se espera anisotropia de propriedades mecânicas e uma microestrutura heterogênea e direcional (9).

Em DED são esperadas taxas de resfriamento elevadas (ordem de 10^3 K/s a 10^5 K/s segundo (9, 104); e 10^2 K/s a 10^4 K/s, segundo (95)) resultando em microestruturas fora de equilíbrio e grandes tensões residuais que podem até mesmo resultar em trincamentos (104).

De forma a ilustrar a complexidade térmica envolvida em um processo de deposição, Griffith et al. (105) fabricaram uma amostra de aço H13 em formato de caixa oca, instalando termopar a aproximadamente 1 cm da base (Figura 19.A). O registro das temperaturas percebidas pelo termopar (Figura 19.B), ao longo do tempo deixa clara a tão falada ocorrência de fusões, refusões e reaquecimentos relacionada à MA/DED. Os autores destacaram que após os picos de aquecimento, relacionados à passagem do laser sobre a região do termopar, a temperatura retornava a um patamar base de 150 °C em aproximadamente 40 s. Também ressaltaram o fato de: após 7 camadas, a temperatura ainda atingir 800 °C; após 11 camadas, 600 °C; e após 42 camadas ainda atingir 300 °C.

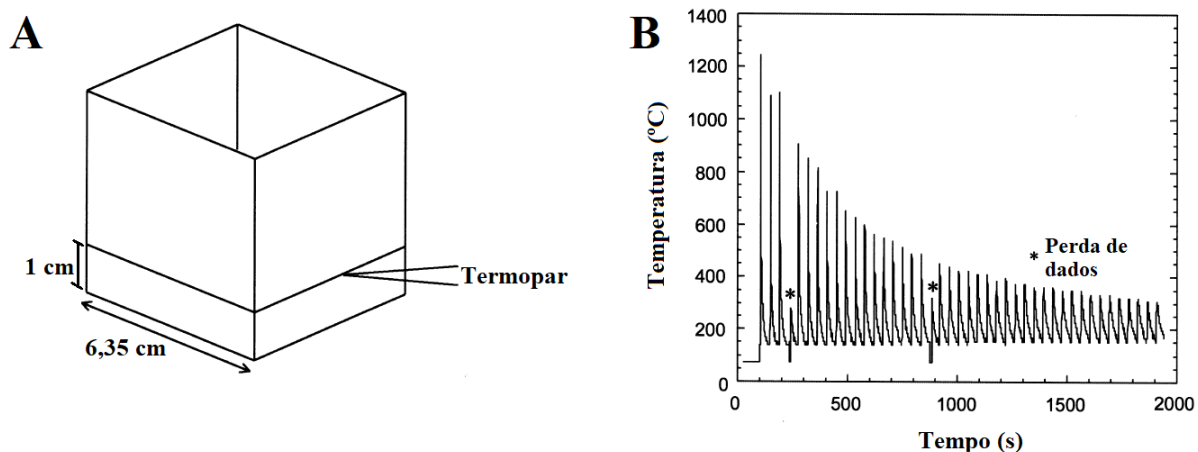


Figura 19 – (A) Representação esquemática de caixa oca de aço H13 fabricada com DED com laser, tendo sido instrumentada com termopar; (B) registro de temperaturas pelo termopar ao longo do tempo. Adaptado de (105).

Além disso, a deposição de múltiplas trilhas causa os já comentados ciclos térmicos sucessivos, processo no qual regiões já depositadas são refundidas ou ao menos reaquecidas, estando assim submetidas a tratamentos térmicos intrínsecos (*Intrinsic Heat Treatments* – IHT) (24, 79), ou seja reaquecidas até patamares em que ocorrem transformações

microestruturais. Destaca-se que cada posição do material depositado estará sujeita a um ciclo térmico distinto ao final do processo de fabricação, em virtude das trilhas depositadas posteriormente (91).

A vaporização de elementos de liga é outro fenômeno que pode acompanhar a deposição, tendo consequências nas propriedades finais do material (9, 104).

Finalmente, é interessante mencionar que Tong, Dai e Zhang (71) apresentaram trabalho em que se realizava tratamento superficial com adição de material por meio de varredura com laser e fusão instantânea de pó em poça de fusão com gás inerte protetor, ou seja, com estrutura típica da técnica de DED, concluindo positivamente sobre o potencial de melhoria da resistência à fadiga térmica do aço H13, por meio do tratamento superficial com o laser.

2.4.2 Características Microestruturais na MA

Conforme já comentado, o procedimento de construção em MA/DED e a deposição de grande número de trilhas e camadas gera uma distribuição heterogênea de temperatura ao longo da peça construída (12). Porções já depositadas são submetidas a reaquecimentos ou mesmo refusões capazes de conduzir a uma microestrutura não-uniforme (12, 16, 24, 21, 91).

Por sua vez, a microestrutura heterogênea se relaciona a uma dispersão nas propriedades mecânicas (15, 24, 106, 107, 108), o que pode ser prejudicial ao desempenho final de um determinado componente fabricado por MA (91).

Ademais, a microestrutura e as propriedades decorrentes são significativamente dependentes da posição na peça, considerando a distância entre a ação térmica do processamento e uma determinada posição (31). Uma intensa superposição de efeitos causados pelos reaquecimentos durante a construção ocorre (31), o que confere destaque à importância das estratégias de varredura (16).

Partes produzidas por MA/DED normalmente apresentam uma estrutura celular repleta de dendritas (12, 21, 23, 79, 86, 88, 107, 109), com grãos equiaxiais em áreas reaquecidas (interseção de camadas) e morfologia de grãos colunares nas porções inferiores (crescimento epitaxial), em função dos gradientes de temperatura e do fluxo de calor durante o processo, com diferentes propriedades associadas a cada uma dessas regiões (23).

Conforme mencionam Bohlen et al. (16) e Deirmina et al. (79), o padrão de solidificação com estrutura dendrítica ainda se associa à microsegregação de elementos químicos, envolvendo as dendritas com elementos de liga estabilizadores da austenita, no caso do aço H13 (91).

O mencionado crescimento dos grãos de forma colunar está ilustrado na Figura 20, relacionada à técnica DED utilizando arame e arco elétrico (*Wire Arc Additive Manufacturing – WAAM*), e decorre da fusão e aquecimento de uma camada superior que acaba por guiar o crescimento dos grãos imediatamente inferiores - crescimento epitaxial, reforçando o padrão de propriedades anisotrópicas no material.

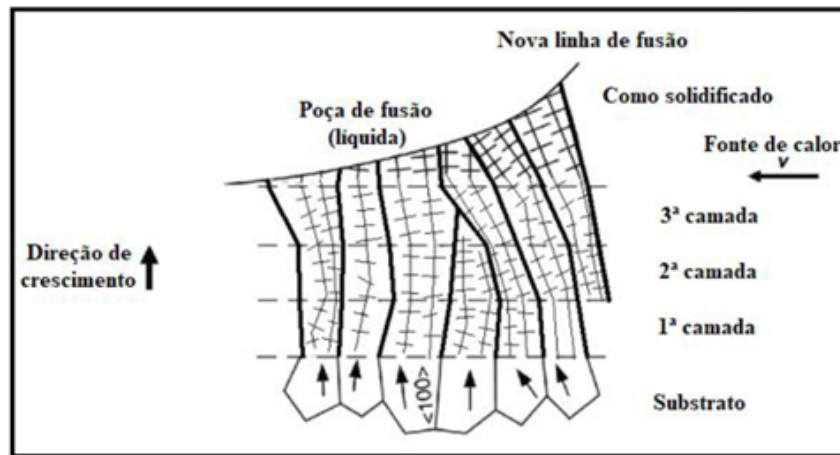


Figura 20 – Ilustração do crescimento epitaxial colunar em DED/WAAM (110).

Bajaj et al. (111) lembram que, em virtude do resfriamento rápido, a estrutura "como fabricada" tende a ser predominantemente martensítica, exigindo atenção quanto à fragilidade correspondente. Moghimian et al. (112) destacam ainda que as taxas de resfriamento em manufatura aditiva podem atingir valores de até 10^8 K/s, patamares bastante superiores às taxas de 10^2 K/s verificadas em processos convencionais de fabricação. Apesar disso, a deposição de trilhas lateral ou verticalmente superpostas pode levar a zonas refundidas ou ao menos termicamente afetadas (ZTA), nas quais tratamentos térmicos intrínsecos podem ocorrer (31, 91).

A deposição de uma nova trilha tende a desencadear uma das seguintes reações, a depender da distância em relação à região afetada (21, 31): (i) fundir completamente uma região já depositada, quando a temperatura supera o patamar da linha *liquidus* do material; (ii) efeitos térmicos causando austenitização em regiões com temperatura entre as linhas *liquidus* e A_{C3} (temperatura final de transformação austenítica); (iii) efeitos térmicos causadores de revenimento e precipitação de carbonetos ligada a um endurecimento secundário em regiões com temperaturas entre a linha A_{C3} e um patamar crítico (A_{C1} - temperatura da decomposição eutetóide da austenita) no qual ainda ocorre revenimento.

A ação térmica citada decorre dos sucessivos ciclos térmicos oriundos da deposição capazes de reaquecer o material (24, 113) no que se convencionou chamar de "tratamentos térmicos intrínsecos" (21, 79) (*intrinsic heat treatment - IHT*). Estes são capazes de reaver

a martensita anteriormente formada (91), levando à formação de ferrita/martensita revenida (12).

Ainda, a precipitação de carbonetos é um fenômeno importante que ocorre na deposição por MA durante o resfriamento decorrente do processo de solidificação e especialmente nos tratamentos térmicos intrínsecos (IHT) (95). Deve-se lembrar que, na solidificação, os elementos de liga são rejeitados das porções primeiramente solidificadas enriquecendo os contornos das estruturas celulares, o que favorece a precipitação de carbonetos primários durante a solidificação (114).

Por sua vez, em regiões termicamente afetadas é esperada a precipitação de carbonetos secundários (21), tipicamente em dimensões nanométricas (89). Diante disso, são esperados carbonetos dos tipos MC (rico em Vanádio), M_2C (rico em Molibdênio), M_6C (rico em Molibdênio e Ferro), M_7C_3 (rico em Cromo) e $M_{23}C_6$ (rico em Ferro, Cromo e Molibdênio) (24). Destaca-se o que foi apontado por Hengsbach et al. (115) de que os carbonetos do tipo M_2C tem a maior contribuição para o endurecimento secundário. Já Bhadeshia e Honeycombe (41) destacam a estabilidade dos carbonetos ricos em V (MC) em altas temperaturas.

Silveira et al. (31) analisaram com profundidade a evolução das fases e da precipitação decorrente de refusões e reaquecimentos (IHT) em deposição de 30 camadas com L-DED de aço H13. Na Figura 21, os ciclos térmicos e a evolução da presença de carbonetos ao longo do tempo, em posições a 50 % (metade) e 0 % (base) do depósito fabricado e analisado são apresentados.

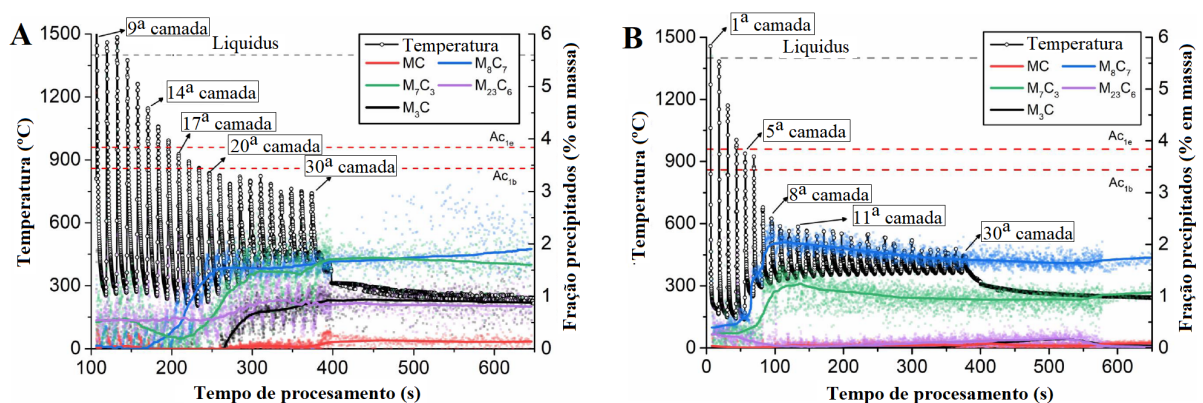


Figura 21 – Ciclos térmicos e evolução da precipitação de carbonetos ao longo do tempo em deposição de 30 camadas de H13 com L-DED: (A) em posição a meia altura do depósito; (B) em posição na base do depósito (31).

Verificaram que em porções muito próximas à ação da fonte térmica (*laser*), ocorria a refusão completa do material previamente depositado, com pequena precipitação e formação de martensita com o resfriamento rápido da porção liquefeita e presença de austenita retida. Aumentando essa distância entre fonte e região afetada, em virtude

do empilhamento de camadas, surgiam porções submetidas a refusão apenas parcial e transição para ocorrência predominante de austenitização, onde observaram a precipitação de carbonitretos de Vanádio V(CN), os quais se apresentavam com composição próxima do equilíbrio e, apesar de alguma dissolução em ciclos térmicos posteriores, permaneciam observáveis no produto final da deposição. Acompanhando a redução da intensidade da ação térmica, observou-se a transição de uma austenitização parcial para a presença exclusiva de ciclos de revenimento, momento de ocorrência da precipitação de carbonetos do tipo M_8C_7 (ricos em V) e M_7C_3 (rico em Fe). Nesta etapa, parte da martensita formada anteriormente transformou-se em austenita (austenitização parcial) enquanto outra porção sofria os efeitos de revenimento (severo, em temperaturas altas). Na sequência, tais regiões austenitizadas se decompunham em ferrita e carbonetos dos tipos M_3C e M_7C_3 (ricos em Fe). Observa-se que a precipitação de carbonetos dos tipos MC e $M_{23}C_6$ também foi verificada.

Em temperaturas um pouco mais baixas, fenômenos decorrentes do revenimento (IHT) ocorreram, causando a evolução dos carbonetos (fora da condição de equilíbrio). Ciclos abaixo de 600 °C foram associados à uma grande presença de carbonetos tipo M_8C_7 de pequenas dimensões e, de maneira espaçada, carbonetos M_3C e M_7C_3 de maior dimensão. Já acima dos 700 °C, a presença dos carbonetos M_8C_7 caía drasticamente (31).

Diante dos diversos fatores expostos, espera-se que a microestrutura típica do H13 “como fabricado” por MA seja composta por martensita, alguma fração de austenita retida e carbonetos (14), assim como ferrita/martensita revenida já esperada em tratamentos térmicos usuais do aço H13 (31, 116). Tais fases são esperadas em diferentes proporções e de forma totalmente dependente da posição ao longo da peça, dependendo do ciclo térmico sofrido por cada região durante o procedimento de deposição (12).

Por exemplo, as últimas camadas depositadas são menos afetadas termicamente e normalmente apresentam martensita e austenita retida em sua microestrutura, sem presença significativa de carbonetos, mas com elevados valores de dureza, devido à martensita temperada (95). Já em regiões mais termicamente afetadas tende-se a observar a precipitação de carbonetos decorrente de um processo de revenimento (21).

Quanto à austenita retida que coexiste com a martensita formada no resfriamento rápido imposto à austenita formada pós a solidificação, cabe mencionar que esta tende a se submeter a dois importantes caminhos de transformação: (i) transformar-se em nova martensita (89), quando as temperaturas do IHT forem menores que 650 °C; (ii) decompor-se em ferrita e carbonetos grosseiros quando o IHT oferecer temperaturas superiores a 650 °C (69).

Desta forma, o produto final apresenta microestrutura e propriedades não uniformes, o que sinaliza em direção à utilização de tratamentos térmicos posteriores à construção

(16). Tais tratamentos, para os aços ferramentas são, a princípio, similares aos realizados com aços convencionais, quais sejam a têmpera e os múltiplos revenimentos, conforme indicam Laleh et al. (117).

Portanto, a compreensão dos efeitos causados pelos inúmeros eventos a que um componente depositado por MA é submetido é crucial para o controle do processo de fabricação de um componente com aplicação tecnológica.

2.4.3 Influência dos parâmetros de fabricação na MA

Inúmeros parâmetros influenciam o comportamento do material finalmente depositado, estando intimamente ligados ao histórico térmico de cada região depositada e assim à microestrutura e às propriedades mecânicas e físicas do material fabricado (9, 34).

Lima (102) lembra, por exemplo, que a distância de trabalho entre cabeçote e superfície de deposição influencia na quantidade de material depositado, na distribuição de partículas sobre a superfície e na quantidade de calor absorvida pelo pó. Juntamente com a distância, também estão em jogo a relação entre a quantidade de calor absorvida pelo pó, o tempo desse em voo, a potência utilizada no laser. Halmešová et al. (118) também destacam que defeitos como vazios e poros, os quais são causas potenciais de fraturas, podem ter origem em parâmetros não otimizados como baixa potência do laser ou alta velocidade de varredura, dentre outros. Sobre esse assunto, Tucho et al. (119) destacam a importância da adequada densidade de energia na promoção de densificação e supressão de poros e vazios por falta de fusão.

Por sua vez, Hanzl et al. (120) afirmam que a velocidade de varredura e os parâmetros de potência do laser, além da estratégia de varredura, são fundamentais para as propriedades do material fabricado por MA, destacando ainda que peças fabricadas com parâmetros apropriados podem exibir resistências mecânicas superiores às obtidas com o material convencionalmente fabricado.

Bajaj et al. (111) observam que teoricamente podem ser produzidas por MA exemplares de aço H13 por DED densos e sem trincas se forem utilizados parâmetros de processo bem ajustados.

Um ponto também relevante é a necessidade de as camadas superiores precisarem aderir às inferiores, o que acontece através da fusão parcial da camada que recebe uma nova deposição. Tal fusão durante a deposição gera uma profundidade de diluição camada-camada ou camada-substrato garantindo a ligação física entre estas, bem como sua interação química. Tal situação é influenciada pelos parâmetros de processo, pela convecção nas poças de fusão e pela solubilidade entre os elementos (principalmente na interface camada-substrato) (74).

Na realidade, em uma conjugação entre quantidade de material depositado (no caso, pó) e energia oferecida a este e ao substrato (dependente da potência do laser) define-se a profundidade de interação entre camadas, bem como a altura da nova camada depositada (121). Estes aspectos ficam bem representados pela propriedade chamada de Diluição (“D”), a qual é quantificada através da Equação 2.3 e pode ser entendida a partir da Figura 22:

$$D = \frac{d}{h + d} \quad (2.3)$$

Onde:

- d: profundidade da poça de fusão – dimensão abaixo do nível do substrato;
- h: altura da camada depositada, medida a partir do nível do substrato.

Diluições muito pequenas podem significar baixa adesão entre as camadas, assim como diluições muito grandes podem corresponder a um excesso de energia fornecida e a uma exagerada influência térmica sobre as porções inferiores, bem como a um reduzido crescimento do material, conforme se exemplifica na Figura 22. Portanto, existe um valor ótimo na faixa entre 10% e 30% (121).

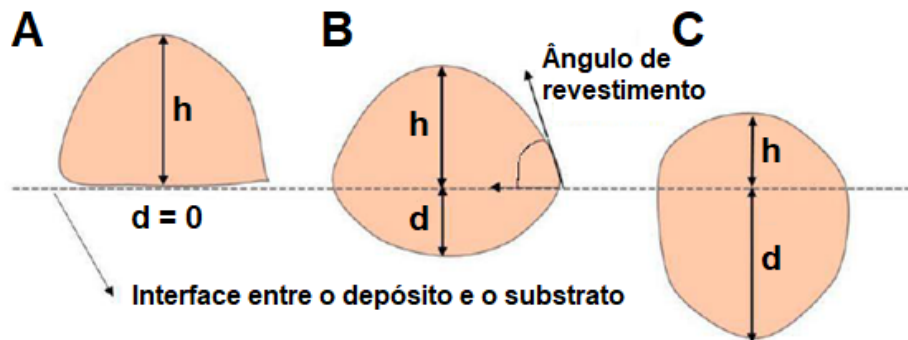


Figura 22 – Ilustração de diferentes níveis de diluição: a) insuficiente; b) adequada; c) exagerada (121).

Quanto à importância das características dos pós, Popovich e Sufiarov (77), ao comentarem sobre pós para fusão em leito de pó, revelaram aspectos também úteis para DED, como o fato de que partículas muito finas, apesar de aumentarem a densidade aparente, oferecem risco ao funcionamento do sistema de deposição, caso acessem áreas relacionadas aos mecanismos do equipamento usado nas deposições. Ademais, partículas maiores são importantes para manutenção da escoabilidade do pó (77).

Diante dos inúmeros parâmetros existentes, conforme exemplificado, Svetlizky et al. (9) apresentaram interessante diagrama mencionando os parâmetros principais relevantes para os processos de DED com pó, o qual é representado na Figura 23.

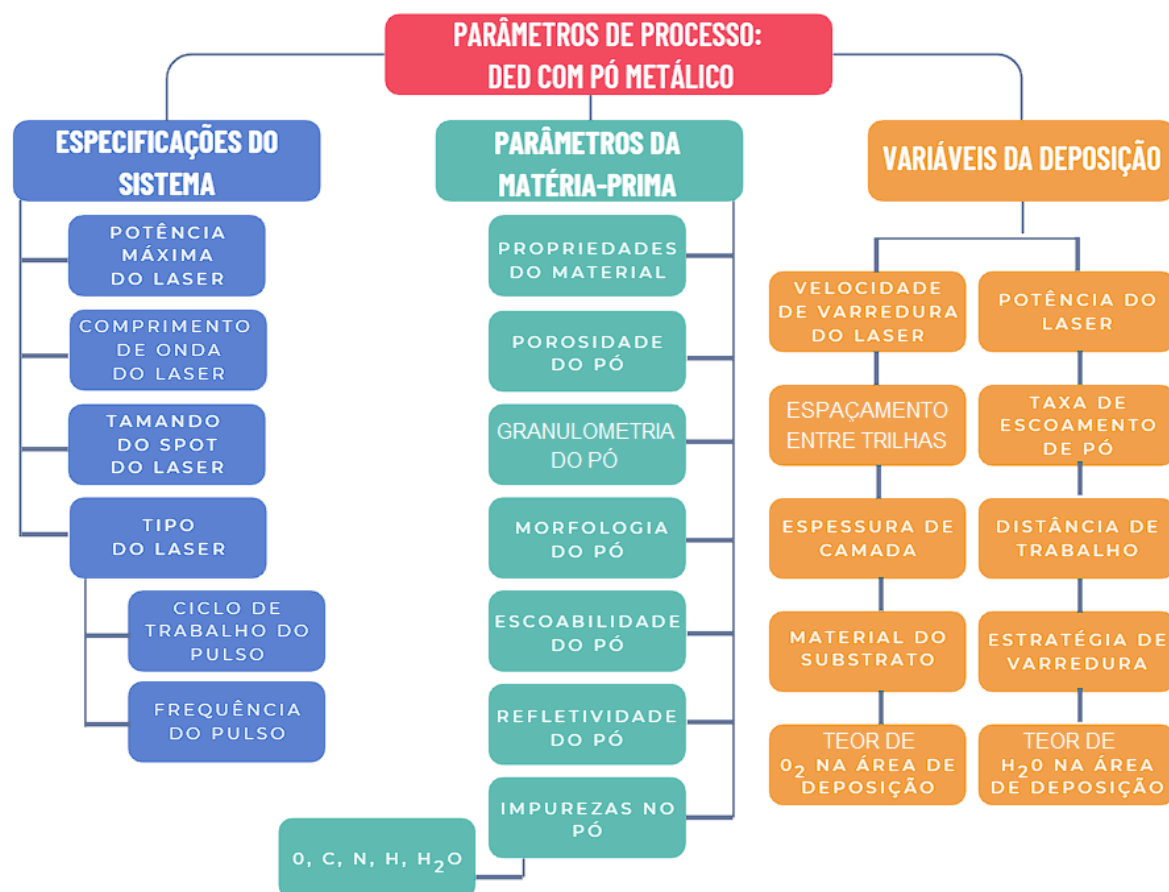


Figura 23 – Diagrama com diversos parâmetros com influência nas propriedades finais de uma deposição por L-DED com pó. Traduzido e adaptado de (9).

Em virtude de tamanha quantidade de fatores, muito deles com resultados antagônicos, a simulação numérica e a aplicação de métodos de modelagem computacional para testar o uso de parâmetros, previamente à deposição, é uma corrente em ascensão (122, 123). Ademais, o monitoramento durante a deposição (*in situ*), após a etapa de simulação inicial, permite extrair parâmetros que retroalimentam o sistema de simulação (*looping* fechado de controle), permitindo a obtenção de parâmetros de deposição otimizados. Trata-se de uma forma de controle adaptativo através da obtenção dos dados *in situ* como geometria da poça de fusão, temperaturas, distribuição da corrente de pó ou altura do depósito, ou mesmo observação da presença de defeitos como porosidade, falta de fusão, distorções e inclusões. Os dados seriam recebidos por algoritmos que, através de técnicas de *machine learning* otimizariam e controlariam os parâmetros de processo (124, 125, 126, 127).

Dentre os inúmeros parâmetros existentes, alguns são considerados como primários: potência do laser, velocidade de varredura e taxa de escoamento de pó (9, 96, 128, 129, 130). Outros, como o espaçamento entre trilhas (*hatch spacing*), diâmetro do laser, incremento em z e distância de trabalho (ou distância de desfocagem - *defocusing distance*, estudada

em profundidade por Mukherjee (96)) são importantes, mas acabam sendo adotados como constantes, após sua definição com deposições experimentais com a liga a ser processada (9, 131).

Em termos de equacionamento das variáveis principais envolvidas, Braga et al. (48) apresentam que a Densidade Volumétrica de Energia (E_V) fornecida pelo processo DED relaciona os parâmetros conforme a Equação 2.4, oferecendo resultado em J/mm^3 .

$$E_V = \frac{Q}{t} = \frac{P}{v * h * t} \quad (2.4)$$

Onde:

- Q: densidade de energia;
- t: espessura da camada;
- h: espaçamento entre trilhas (*hatch spacing*);
- v: velocidade de varredura do laser (mm/s);
- P: potência do laser (J/s ou W);

Já Svetlizky et al. (9) apresentam dois outros parâmetros importantes, Densidade de Energia Efetiva (E_E), com resultado em J/mm^2 , e a Densidade de Pó (F), esta na unidade g/mm^2 , os quais correspondem, respectivamente, às equações 2.5 e 2.6.

$$E_E = \frac{P}{v * d} \quad (2.5)$$

$$F = \frac{G}{v * d} \quad (2.6)$$

Onde:

- d: diâmetro do laser (mm);
- G: Taxa de escoamento de pó (*Powder Mass Flow Rate*-PMFR, g/s).

Também verificou-se que Traxel et al. (128) depositaram significativa relevância na taxa de escoamento de pó, apresentando fator de comparação (S) entre deposições, conforme a equação 2.7, de forma a permitir a alteração dos parâmetros com o compromisso de se atingir um fator S ótimo prévia e experimentalmente definido.

$$S = \frac{P}{v * G} \quad (2.7)$$

É interessante notar que a PMFR ditará a quantidade de pó adicionado na poça de fusão. Por sua vez, a velocidade de varredura também influenciará a quantidade de pó entregue em determinado ponto (9). Assim, fica estabelecido, por estas duas variáveis, um

tempo efetivo de permanência (tempo de residência) do laser para certa quantidade de pó, na poça de fusão, em determinado ponto da parte sendo fabricada (121).

Outro parâmetro mencionado na literatura (101, 132) é a Taxa de calor fornecido por unidade de comprimento (*Heat Input per unit length*), expressa na Equação 2.8.

$$H = \frac{\eta * P}{v} \quad (2.8)$$

Onde:

η : coeficiente de absorção;

P: Potência do laser;

v: velocidade de varredura.

O tempo de residência mencionado terá influência no volume e largura da poça de fusão e assim do depósito realizado, gerando depósitos mais largos a medida que esse tempo é maior. Entretanto, observou-se em estudo de Lee et al. (133) que este aumento na largura da poça e do depósito relacionou-se a um aumento da profundidade de penetração, mas não afetou a altura das camadas depositadas. Svetlizky et al. (9) justificaram tal situação afirmando que a maior energia do laser resultou em uma maior captura do pó o qual foi distribuído em uma poça mais larga, sem afetar a altura do depósito.

Neste ponto cabe mencionar outro fator observado, decorrente dos parâmetros utilizados e de sua relação com a poça de fusão: a eficiência de captura de pó (*catchment*), a qual é definida como a quantidade de pó efetivamente incorporado e absorvido pela poça de fusão (9, 133, 134).

Cabe destacar que, apesar do uso dos equacionamentos apresentados, principalmente as Densidades de Energia, orientar a definição de parâmetros adequados em novas deposições, a partir de experiências de sucesso anteriores, também devem ser consideradas a taxa de deposição de pó (PMFR) e fatores específicos da matéria-prima em uso (refletividade, condutividade térmica, absorbância (133)), pois possuem também influência nas características do material depositado (9).

Por fim, cabe mencionar que os parâmetros de processo também afetam duas grandezas relevantes na interpretação do modo de solidificação do material depositado: o gradiente de temperatura (G) na frente de solidificação entre a poça e o material sólido e a taxa de solidificação ou taxa de crescimento (R). DebRoy et al. (101) e Lee et al. (133) apresentam um mapa de solidificação que relaciona tais grandezas ao modo de solidificação, conforme pode ser visto na Figura 24.

A interpretação do mapa da Figura 24 (101, 133) permite verificar que elevados valores de G e pequenos R levam a uma estrutura planar. Caso se considere um valor de G constante e R aumente, o modo de solidificação pode mudar para celular ou dendrítico.

Em um outro extremo, com valores elevados de R e pequenos de G , tem-se a solidificação dendrítica equiaxial. Isso pode ser sintetizado na relação G/R , cujos valores maiores tendem ao modo planar e valores menores tendem ao modo dendrítico equiaxial, com os modos celular e colunar dendrítico em posições intermediárias entre eles. Ademais, uma outra relação importante entre G e R é o seu produto ($G \times R$), conhecido como taxa de resfriamento, que ao se tornar maior associa-se a microestruturas mais refinadas, independentemente do modo de solidificação, conforme ilustrado na Figura 24.

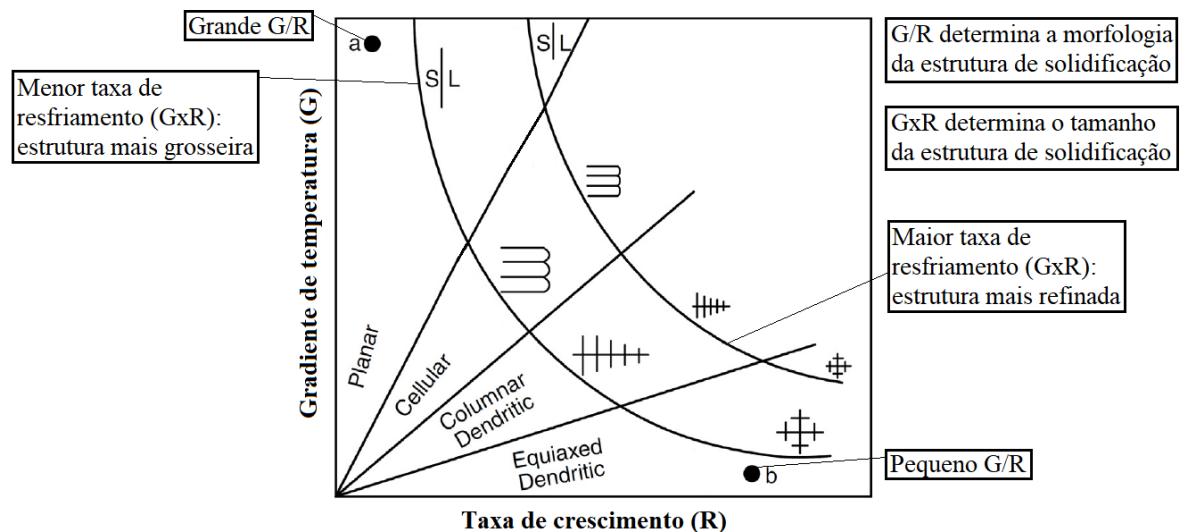


Figura 24 – Mapa de solidificação evidenciando a relação entre o gradiente de temperaturas na frente de solidificação (G) e a taxa de solidificação (R). Adaptado de (101) e (133).

2.4.4 Defeitos típicos em MA/DED

As peculiaridades da MA/DED como os aquecimentos e resfriamentos rápidos, os elevados gradientes térmicos que surgem durante a fabricação, bem como a relação destes aspectos com os parâmetros e estratégias utilizados, acabam por tornar as peças produzidas por esta técnica suscetíveis a certos defeitos, alguns dos quais são abordados a seguir.

Tensões residuais:

A existência de tensões residuais e a ocorrência de distorções estão intimamente ligadas ao complexo contexto térmico existente na fabricação, envolvendo fusão, refusão e reaquecimento de porções depositadas, bem como taxas de resfriamento elevadas, da ordem de 10^2 a 10^4 K/s e gradientes de 10^4 a 10^5 K/m (105, 135).

Além das questões térmicas, transformações de fase e mudanças microestruturais

acompanhadas de variações dimensionais como expansões e contrações completam o cenário favorável à existência de tensões (9, 136).

A tensões residuais podem gerar efeitos adversos como perda da geometria desejada, trincamento, delaminação, falha prematura do componente (101), bem como transformações de fase induzidas por tensão (137), justificando a preocupação por identificá-las e mitigá-las.

Quanto à identificação, uma série de técnicas destrutivas, como a *hole drilling* (105), e não destrutivas, a exemplo de medições com difração de raios X e estudos com uso de ultrassom (138).

Já a mitigação das tensões residuais é possível com ações objetivando reduzir os gradientes térmicos e equilibrar os perfis de temperaturas, tais como o pré-aquecimento do substrato e/ou da câmara de construção (quando esta existir), ou o uso de estratégias de varredura (101), a destacar os efeitos positivos de varreduras de fora para dentro (*offset-in*) e fractais/em ilhas (139). Também ações de pós-processamento como laminação (101) (quando aplicável) ou *laser shock peening* (140) são mencionadas como estratégias para ajustar o estado de tensões da peça fabricada, a exemplo da capacidade de LSP de inserir tensões compressivas benéficas para a vida em fadiga das peças (9).

Por fim, Svetlizky et al. (9) lembram que a formação e evolução das tensões residuais é específica de cada liga, devendo os aspectos de otimização de parâmetros, estratégias de varredura ou pós-processamento serem assim adequadamente ajustados para cada material.

Porosidade:

A porosidade, um dos defeitos mais comuns em MA, pode se apresentar e se originar de três maneiras (9, 101):

- Defeito de *keyhole*: o fornecimento de elevados níveis de densidade de energia pode gerar o aprisionamento de gases/vapores em algumas regiões da parte depositada. Estes defeitos tendem a ser circulares horizontalmente, porém alongados no sentido da direção de construção (9). Na Figura 25.A este defeito é ilustrado;

- Porosidade oriunda de gases: por vezes, as partículas de pó já levam gases aprisionados durante o processo de atomização, os quais gerarão poros na peça fabricada. Também é possível o aprisionamento do gás de proteção e de condução utilizado no processamento, ou mesmo de vapores que tenham surgido durante a deposição. Este tipo de poro tende a ter tamanhos reduzidos e forma esférica (9). Na Figura 25.B este defeito pode ser visto;

- Falta de fusão (*lack of fusion*): associada a baixa densidade de energia e conse-

quente falta de interpenetração de camada superior em inferior, deixando vazios. Tais defeitos tendem a ser maiores, com forma irregular (9), conforme exemplificado na Figura 25.B.

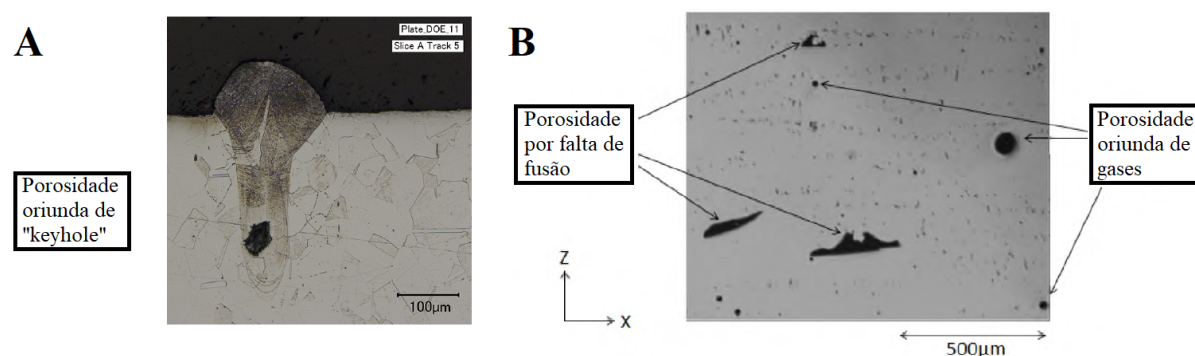


Figura 25 – (A) Defeito de "keyhole"(141); (B) Falta de fusão e porosidade por gases (142).

A porosidade, com morfologia irregular - não esférica, tem efeitos nocivos para a peça fabricada por MA, pois pode servir como concentrador de tensões ou mesmo ponto de nucleação e caminho para propagação de trincas. Assim, sua identificação e monitoramento, bem como medidas de mitigação são muito importantes.

De forma a identificar a existência de porosidade, algumas técnicas podem ser utilizadas (9, 101, 143, 144): medição de densidade, a exemplo do método de Arquimedes, com meta desta superior a 99,5%; o uso de ultrassom; o processamento de imagem de secções metalograficamente preparadas; o uso de microtomografia computadorizada (μ CT) (145, 146), exemplificada na Figura 26; uso de raios X por intermédio de instalações com luz síncrotron; e uso de picnometria a gás.

Por sua vez, os esforços para inibir a ocorrência da porosidade concentram-se na otimização de processo, com o devido ajuste de parâmetros de fabricação (9, 101).

Como já indicado, densidades de energia insuficientes podem ser responsáveis pela fusão insuficiente do material alimentado, como o pó metálico, gerando defeitos como falta de fusão, *balling* e vazios. Por outro lado, densidades de energia elevadas, por vezes utilizadas na tentativa de fundir completamente o material de adição tem o potencial de vaporizar elementos de liga, afetando a microestrutura e as propriedades mecânicas da parte fabricada. Assim, a potência do laser é considerada como o parâmetro mais significativo para o ajuste de densidade relativa, seguido pela velocidade de varredura, ambos relacionados à densidade de energia (9).

Dass e Moridi (121) apresentaram mapa sugerindo condições ótimas de processamento relacionando densidade de energia e taxa de alimentação de pó para diversas ligas, conforme retratado na Figura 27. É interessante notar a indicação, no gráfico, de regiões

associadas aos defeitos de *keyhole* e de falta de fusão, reforçando os aspectos mencionados no parágrafo anterior.

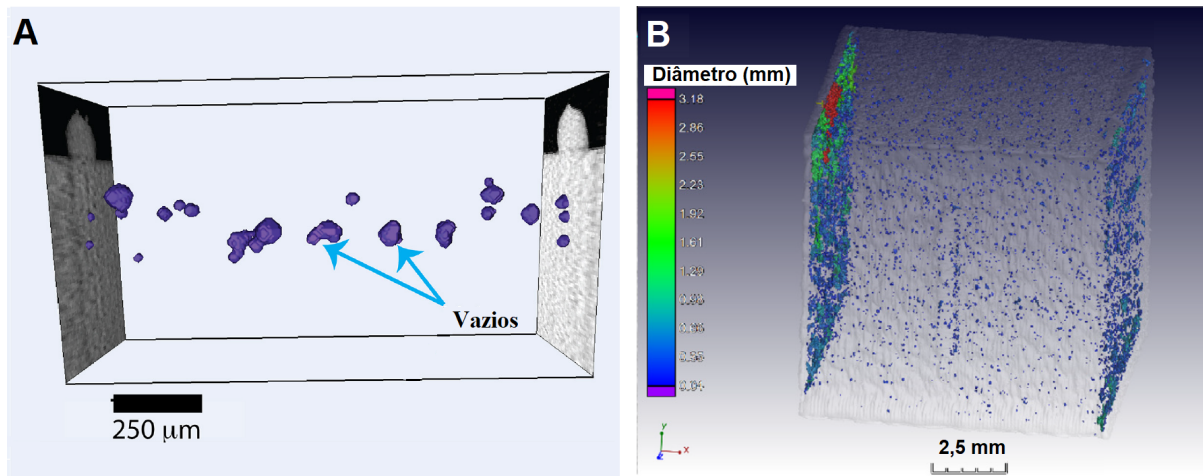


Figura 26 – Ilustração de resultados de microtomografia: (A) de um defeito de "keyhole" em deposições de aço 316L. Adaptado de (141); e (B) para identificação de poros sub-superficiais, denotando uma falha no processo de passe final de contorno para mitigação desta porosidade (145).

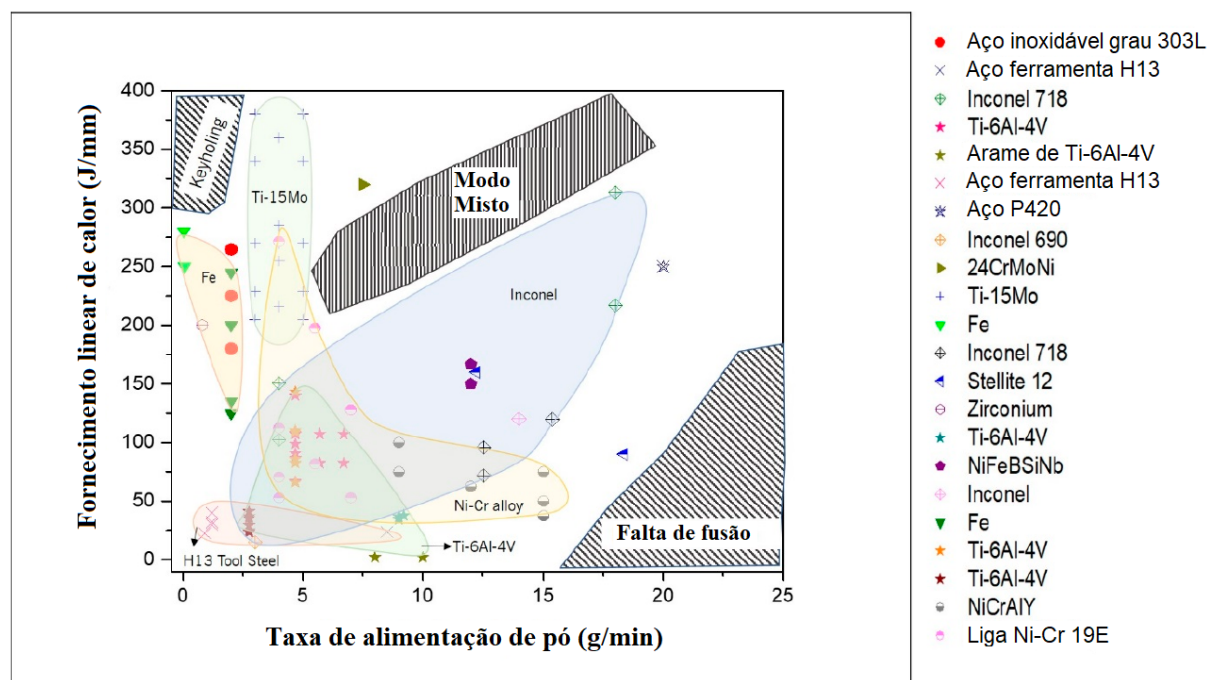


Figura 27 – Mapa relacionando energia e taxa de alimentação de pó oferecidas durante deposição de várias ligas, sugerindo condições indicadas e combinações que resultam em porosidade acentuada. Adaptado de (121).

Por sua vez, o controle da qualidade da matéria-prima é relevante na inibição da formação de porosidades, uma vez que a existência de gases aprisionados no pó metálico

tendem a resultar em porosidade na peça fabricada (142). Um outro ponto interessante refere-se à relevância das condições de armazenamento: Leung et al. (147) mostraram que em um ano de estocagem, pó metálico da liga Invar 36 teve o percentual de oxigênio nele existente mudado de 0,057% em volume para 0,343% em volume. Mostraram também a relevância da secagem do pó previamente ao processamento e seu benefício na redução da porosidade final.

Por fim, atividades de pós-processamento como o uso de *hot isostatic pressing* - HIP se mostram efetivas na eliminação de porosidades existentes em peças depositadas (148). Além disso, a porosidade nem sempre é um problema, principalmente para poros esféricos que não são concentradores de tensão, bem como em algumas aplicações em que são desejáveis para redução da densidade aparente da peça, como por exemplo na fabricação de peças porosas para atuarem como filtros (149).

Trinca e delaminação:

Tais defeitos decorrem das tensões térmicas associados aos diversos ciclos de aquecimento e resfriamento a que o material é submetido. A delaminação refere-se à separação entre camadas depositadas ou entre estas camadas e o substrato, situação favorecida pela existência de pó não fundido ou fusão responsável por integrar duas partes insuficiente. Na ocorrência deste problema, as tensões existentes superam o limite de escoamento do material (101).

Por sua vez, a formação de trincas pode se dar na solidificação (trinca a quente - *hot cracking*), pela expansão de camadas superiores em maior temperatura que as inferiores, ou durante a fusão parcial de regiões do material atingidas por elevados níveis de energia (trincas de liquefação - *liquation cracking*), onde segundas fases ou precipitados se fundem abaixo da linha *liquidus* da matriz metálica concomitantemente com a evolução de tensões do resfriamento de áreas adjacentes a estas (150). Ressalta-se que quanto maior a diferença entre as linhas *liquidus* e *solidus* para uma liga, maiores as chances de ocorrência deste último tipo de trincas (101).

As consequências das trincas e da delaminação são desfavoráveis, obviamente e comprometem a sanidade e as propriedades mecânicas do material. Seu monitoramento e identificação pode ser feito com ensaios não destrutivos, como radiografias, ultrassom, microtomografia e partículas magnéticas. Já sua mitigação, novamente remete à otimização de processo, buscando a redução dos gradientes térmicos por meio de pré-aquecimentos e estratégias de varredura, bem como por meio da adoção de projetos com geometrias que não favoreçam a concentração de tensões (9).

Rugosidade superficial:

Apesar de a MA via DED buscar produzir peça próximas de sua forma final, a rugosidade superficial normalmente tende a ser elevada, exigindo tratamentos complementares como usinagem, lixamento, jateamento.

Dentre as origens para a rugosidade tem-se (101, 151): a aderência de partículas de pó não fundidas; a formação de regiões solidificadas e não integradas à massa da peça como um todo (*defeito de balling*); bordas em degrau ou efeito escada, em decorência da superposição de camadas, principalmente na tentativa de formação de superfícies curvas; respingo de material fundido.

Dentre as consequências da alta rugosidade encontra-se o desrespeito a medidas e tolerâncias e também a suscetibilidade à fadiga. Por sua vez, seu monitoramento e controle pode ser feito por técnicas como microscopia eletrônica de varredura, perfilometria, microscopia confocal a laser, dentre outras (9).

Por fim, algumas formas de se reduzir a rugosidade consistem: no aumento do aporte térmico, permitindo a fusão completa de partículas e regiões, tomando-se cuidado para que tal aporte não seja excessivo a ponto de gerar outros defeitos como os já comentados ao tratar de porosidade; adoção de espessuras de camada menores e uso de partículas de pó mais finas; execução de pós-processamentos como polimento e HIP (9).

Vaporização de elementos de liga:

Um defeito típico em MA refere-se à vaporização de elementos de liga que modifica a composição final da peça depositada e assim altera propriedades da peça fabricada, tais como dureza, resistência mecânica, resistência à corrosão (101, 132, 152, 153, 154).

O fluxo de vapor dos elementos está relacionado à sua pressão de vapor, a qual guarda estreita dependência com a temperatura (132). Além disso, a vaporização se dá a partir da superfície da poça de fusão e portanto a relação entre área da superfície e volume da poça foi identificada como diretamente relacionada à magnitude de mudança composicional (155). Assim, estimativas, controle e estudo dos campos de temperatura e da geometria da poça de fusão são cruciais para o entendimento e monitoramento da evaporação de elementos de liga (101).

Algumas formas de identificar a ocorrência da vaporização consistem em comparar as mudanças ocorridas entre a composição química da matéria-prima utilizada e aquela da parte produzida, assim como a comparação entre a massa de entrada do pó utilizado no processo e a massa final da peça depositada (101). Também a coleta de condensados

gerados a partir do processo se mostra como um meio de identificação dos elementos evaporados (155, 156, 157). Destaca-se que alguns elementos são mais voláteis que outros, gerando uma vaporização seletiva, por ocasião da deposição (132).

Péter et al. (157) apresentaram estudo sobre a ocorrência de vaporização com pó de aço H13 atomizado a gás durante realização de deposições para *laser cladding* (parâmetros na Tabela 6), evidenciando a ocorrência do fenômeno e a existência de uma vasta distribuição de nanopartículas em aerosol no ambiente de deposição, suscitando até mesmo a atenção para questões de saúde, dada a possibilidade de inalação destes aerossóis, durante trabalhos de deposição. Em tal estudo, foi analisada a quantidade e morfologia de nanopartículas com os elementos de liga do aço H13, mediante análise de suas presenças em aparatos sucessivamente afastados da região de deposição.

Tabela 6 – Parâmetros utilizados em procedimento de *laser cladding* com pó de aço ferramenta H13 em trabalho de Péter et al. (157).

Parâmetros	Valores utilizados
Potência do laser (W)	361
Diâmetro do laser (mm)	1,04
Taxa de alimentação (g/min)	5,3
Velocidade transporte pó (l/min)	3,8
Diâmetro de spot do laser (mm)	1,04
Distância focal (mm)	200

Péter et al. (157) também apresentam os valores para a pressão de vapor de alguns elementos de liga do aço H13, os quais foram transcritos na Tabela 7, de forma a evidenciar a maior volatilidade do Vanádio e do Manganês em relação ao Cr e ao Fe.

Tabela 7 – Pressão de vapor para alguns elementos de liga do aço H13 a 1200 °C. Adaptado de (157)

Elemento	Pressão de vapor (/mbar)
V	$3,2 \times 10^{-2}$
Mn	$1,0 \times 10^{-3}$
Cr	$4,0 \times 10^{-7}$
Fe	$2,0 \times 10^{-7}$

Um dado interessante extraído do trabalho de Péter et al. (157) reflete-se na Figura 28, na qual se verifica a composição química de pós de dois fornecedores, MA (Oerlikon MetcoAdd H13-B) e TLS (TLS Technik), bem como de amostra depositada via MA/DED-laser. Verifica-se que, nas condições de deposição dos autores (vide Tabela 6), o Mo foi o elemento com redução (fruto da vaporização) mais acentuada (vide seu valor médio e seu desvio padrão).

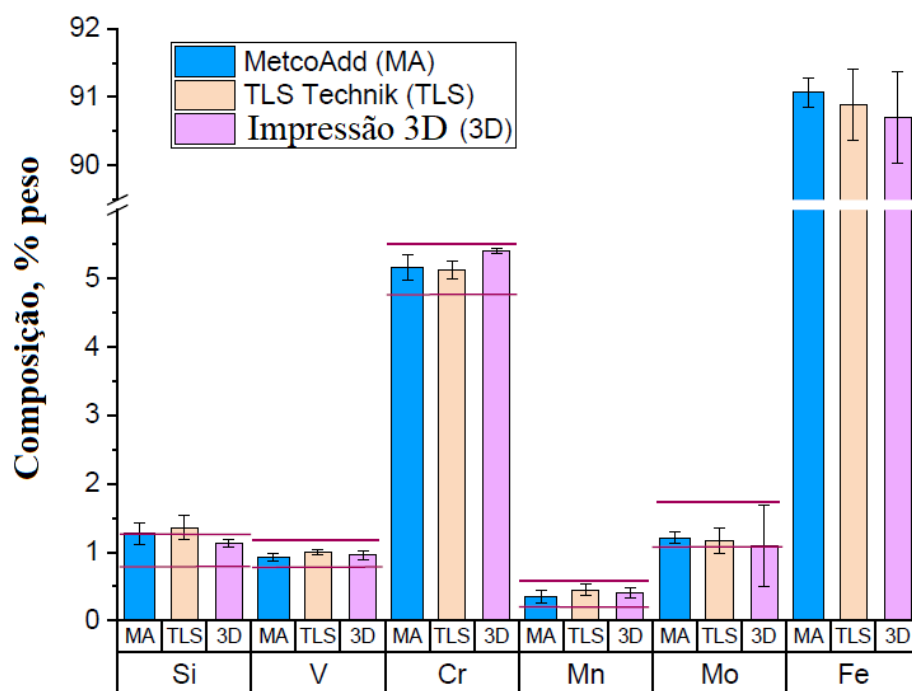


Figura 28 – Gráfico evidenciando a composição química dos elementos principais do aço H13 em pós de dois fornecedores e em amostra fabricada por MA/DED-laser, evidenciando a ocorrência de vaporização de elementos de liga. Adaptado de (157).

Em última análise, a vaporização está intimamente ligada às peculiaridades do material que está sendo depositado, cujos elementos de liga possuem suas pressões de vapor características para certa temperatura, e também aos parâmetros de processo, principalmente potência e diâmetro do laser, velocidade de varredura e taxa de alimentação de pó, os quais podem ser sintetizados em índices como densidade de energia ou quantidade de calor fornecida por unidade de comprimento (101, 158), conforme formulações apresentadas na seção 2.4.3.

2.4.5 Pós Metálicos e suas Peculiaridades

2.4.5.1 Fabricação dos Pós

A MA para processamento de materiais metálicos pode ter chapas, arames ou pós como matéria prima inicial (77), sendo os pós uma forma significativamente utilizada, além de ser a matéria-prima, juntamente com a tecnologia de Deposição por Energia Direcionada (DED), selecionada para ser analisada na presente pesquisa.

Nos métodos que fazem uso de pós metálicos, a forma das partículas tem papel importante na estabilidade do processo de fabricação, bem como na qualidade do produto final e na repetibilidade do processo (103, 159). Assim, a forma final desejada dos pós é a

esférica ou quase esférica (77), sendo tal característica, juntamente com a distribuição granulométrica, dependentes do método de produção de pós e dos parâmetros nela aplicados, os quais, por vezes, não conseguem gerar uma plena esfericidade, mas partículas com formas levemente achatadas, como as em formato de pêra (“pear like”) (48).

Diversas são as tecnologias para produção de pós metálicos, algumas delas ainda sem aplicação possível na MA, como as que usam tecnologia sol-gel, CVD (*Chemical vapor deposition*), PVD (*physical vapor deposition*), e outras com aplicação em MA que podem ser divididas em dois grandes grupos: métodos físico-químicos e mecânicos (77).

Os métodos chamados físico-químicos caracterizam-se por processar transformações químicas que alteram a composição química e a estrutura final do pó, em relação ao material de origem. Um exemplo é o método da eletrólise, no qual a matéria prima é um eletrodo imerso em eletrólito: mediante determinados parâmetros de processo, o metal se deposita na forma de pó. Outro exemplo se baseia em processos químicos, nos quais pode ocorrer, ao final, a decomposição, redução ou precipitação do pó metálico de interesse (77).

Consta ainda na literatura como um método físico-químico o processo de esferoidização de pós por plasma, o qual pode ser encarado não como um processo de síntese do pó, mas sim como um método de tratamento adicional, já que consegue dar formato esférico a partículas de pó que possuíam formas irregulares. Outros benefícios do método são a redução de porosidade, aumento da densidade aparente e da pureza, além de aumento da fluidez do pó (77).

É nos métodos ditos mecânicos que se encontra a atomização, meio mais difundido de fabricação de pós metálicos em grandes volumes. Esta se subdivide em atomização a gás, a água, a plasma e centrífuga. O princípio básico de todos os meios de atomização é a separação de um fluxo do metal (fundido, por exemplo) em partículas, as quais se solidificam durante seu voo, dando origem ao pó. Também a moagem pertence ao grupo dos métodos mecânicos (77).

Na atomização a gás, principal método da atualidade para geração de pós metálicos, o metal base é fundido em um forno a vácuo ou com atmosfera protetiva e encaminhado a um bico de acesso à câmara de atomização. Ao entrar nessa região, o metal é atingido por gás a alta pressão, se dispersando em pequenas gotas, as quais se solidificarão durante o voo, gerando partículas de pó esférico. Tal pó terá distribuição de tamanho relacionada aos parâmetros e ao equipamento usado na atomização, bem como à liga que está sendo atomizada (77).

Já a atomização a água depende de um fluxo de vapor de água sob alta pressão para criar as partículas de metal fundido. Neste método, as taxas de resfriamento são maiores e há maior incidência de partículas com forma irregular. Também há maior susceptibilidade

à oxidação e à presença de impurezas, apesar de o menor custo ser um ponto positivo da tecnologia (77).

Por sua vez, a atomização a plasma tem como material base um arame metálico que ao ser alimentado através de uma tocha criadora do plasma (gás ionizado de alta energia e a alta temperatura – (160)) se funde em gotas que darão origem ao pó, após a solidificação. Destaca-se que a fusão ao passar pela tocha, evitando contato com outras estruturas, é um trunfo dessa tecnologia mais recente, conferindo pureza ao pó gerado. Além disso, o controle da velocidade de alimentação do arame permite um acurado controle da distribuição de tamanhos das partículas de pó (77).

Cabe comentar que a atomização por centrifugação gera a separação do material fundido através de forças centrífugas, tendo esse processo limitações quanto a distribuição de tamanho das partículas (relacionada às limitações na velocidade de rotação que se consegue aplicar ao material), bem como maior consumo de energia que outros processos de atomização (77).

Por sua vez, a moagem mecânica é responsável por gerar o pó a partir de materiais no estado sólido, por exemplo, que são submetidos a forças externas que os subdividem em partículas menores que serão os constituintes do pó. Conta como fator positivo para essa técnica a possibilidade de utilizar sobras de material de outros processos (77).

Conforme já mencionado, a morfologia das partículas tem papel importante em propriedades como a escoabilidade e influi na qualidade final do material depositado. Tal aspecto está intimamente ligado à tecnologia de obtenção do pó e pode ser verificado através de microscopia eletrônica de varredura, como ilustrado na Figura 29.

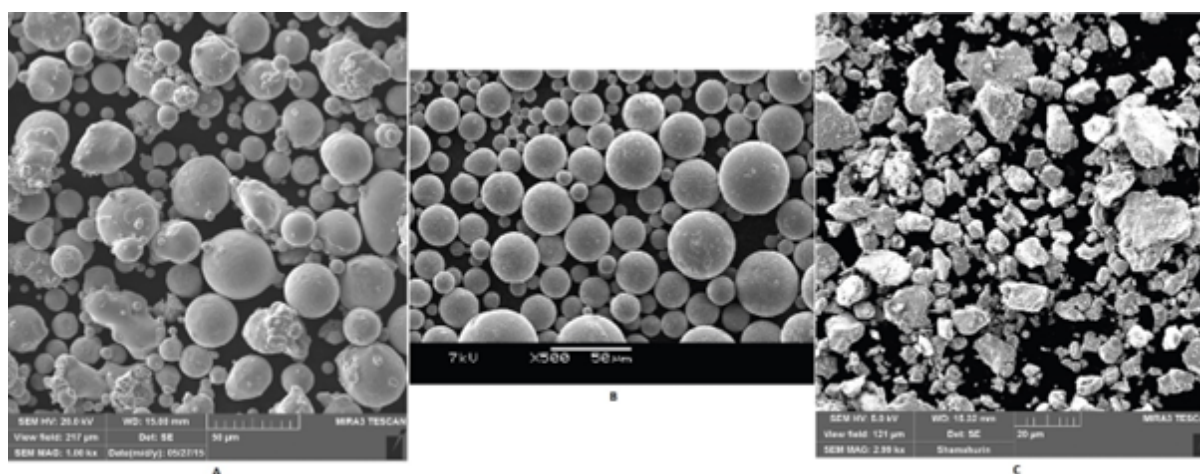


Figura 29 – Exemplos de morfologias de partículas de pós para as seguintes ligas e processos de atomização: A) Inconel 718, atomização a gás; B) Ti6Al4V, atomização a plasma; e C) Fe-18Cr-8Ni-12Mn-N, moagem mecânica (77).

Complementando a Figura 29 e o relacionamento entre morfologia e processo de

obtenção dos pós, verificam-se na Figura 30.A partículas de pó de areia de quartzo obtido por moagem me estudo de Baesso et al. (161), e na Figura 30.B partículas de pó de Ferro atomizado em água utilizadas por Rogalsky et al. (162).

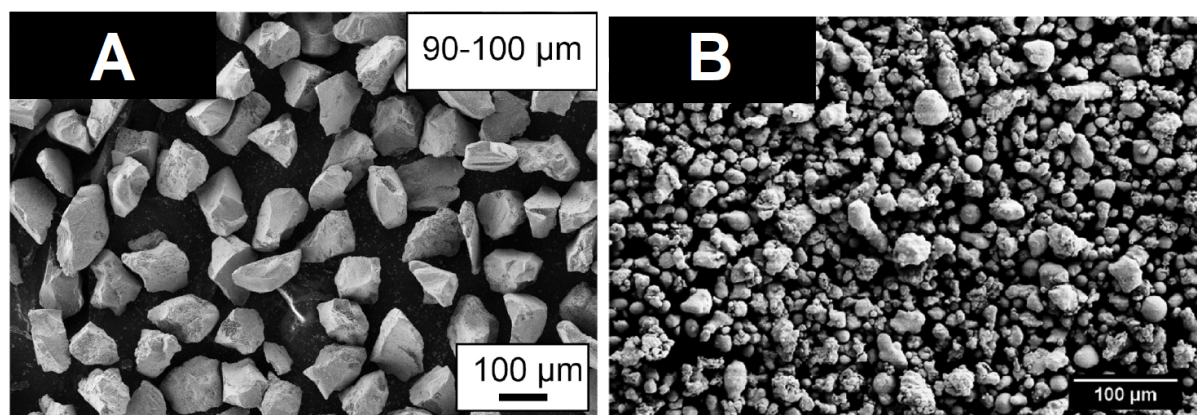


Figura 30 – Morfologia de pós irregulares em estudo para MA em micrografias MEV: (A) pó de areia de quartzo moída, granulometria de 90 a 100 µm; (B) pó de ferro atomizado em água. (161, 162).

Também a existência de gases aprisionados nas partículas de pó, com origem no processo de atomização, é aspecto relevante, já que a existência de tais gases tenderá a se refletir na formação de porosidades na peça depositada (142). Sames et al. (142) observaram que mesmo em deposições com feixe de elétrons (EBM), em ambiente de vácuo, a diferença de pressão não foi suficiente para a retirada de gases identificados nos pós da matéria-prima utilizada.

2.4.5.2 Caracterização dos Pós

A caracterização dos pós metálicos para uso em MA, cujas propriedades são relevantes para os produtos fabricados por tal tecnologia conforme já comentado, tem suas especificações técnicas reguladas na Norma ISO/ASTM 52907:2019 (E) (163), a qual foi recentemente recepcionada pela Norma nacional ABNT NBR ISO/ASTM 52907:2024 (164), cobrindo aspectos como: distribuição de tamanhos, composição química, caracterização de densidades, morfologia e escoabilidade, dentre outros, destacando a relevância de tais assuntos.

Tal caracterização dos pós metálicos pode ser vistas como pertencentes a dois grupos: técnicas que são amplamente aplicadas a materiais tradicionais e também aos pós; e técnicas especificamente vocacionadas para caracterização de pós (77).

As técnicas amplamente utilizadas em materiais “bulk”, e não só em pós, compreendem estudos com difração de raios X (DRX), microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), esta última tanto para registro micrográfico, de contraste topográfico e composicional, quanto para análises como a microanálise química elementar

via espectroscopia por dispersão de elétrons (EDS), dentre outras técnicas, conforme se vê na literatura (103, 165, 166, 167, 168, 169, 170).

Também são verificadas menções a análises de composição química, utilizando ensaios como espectrometria de fluorescência de raios X ou espectrometria de dispersão de comprimento de onda de raios X, bem como determinação de elementos intersticiais. Esta última é bastante importante para metais reativos, como também para estudo de pós em reuso, os quais tem seu teor de oxigênio, por exemplo, alterado pela ativação térmica típica dos processos de MA (77).

Aspectos como morfologia, distribuição de tamanho, tamanho de grão e microestrutura são características que também podem ser observadas nos pós (48), já que formas irregulares são capazes de aumentar a fricção entre as partículas (103). Além disso, para pós muito pequenos, as forças coesivas entre as partículas passam a ter influência relevante na escoabilidade (103). Assim, a caracterização dos pós e sua relação com a escoabilidade durante os processos de fabricação são relevantes, aspectos capazes de afetar a qualidade dos produtos finais (171).

Tratando de morfologia e da busca por avaliar a adequabilidade de formas irregulares para uso em MA, pode-se citar estudo realizado por Baesso et al. (161) com areia de quartzo moída, com micrografia obtida por MEV já mostrada na Figura 30.A, e estudo de Rogalsky et al. (162) buscando avaliar a possibilidade de uso de pós de menor custo e assim com formas irregulares, a citar o pó de Ferro atomizado em água (vide Figura 30.B).

Popovich e Sufiarov (77) mencionam uma série de aspectos que costumam ser investigados nos pós e que são listadas a seguir:

- Estudo da distribuição de tamanho de partículas: muito importante, pois cada técnica ou mesmo cada equipamento destina-se ao processamento de uma certa faixa de tamanho de partículas, bem como os pós produzidos podem apresentar uma faixa de distribuição granulométrica. Valores importantes como D_{10} , D_{50} e D_{90} referem-se à distribuição de tamanhos, sendo, para $D_{XX} = y$, que XX % do volume analisado tem tamanho menor que “y”;

- Escoabilidade (*flowability*): aspecto importante de ser mensurado, pois um fluxo constante de pó é importante para a continuidade e para o nivelamento de camadas depositadas, bem como para uma alimentação equilibrada do equipamento de MA em uso, sem a ocorrência de entupimentos ou a geração de produtos de má qualidade (172).

A escoabilidade está relacionada ao tempo que leva para certa quantidade de pó fluir através de uma área de controle e, assim, depende da distribuição de tamanhos das

partículas, da densidade do material, da forma das partículas, do aspecto superficial e da umidade existente nos pós. Por exemplo, partículas muito pequenas levam a uma escoabilidade não tão boa, assim como a presença de umidade leva ao adensamento de partículas, atrapalhando o escoamento; por outro lado, partículas esféricas favorecem a escoabilidade, já que não se prendem umas nas outras, como ocorre com as de formato irregular.

Destaca-se que um procedimento complementar sugerido na literatura (97) é a secagem dos pós antes de sua utilização, reafirmando a importância da escoabilidade para um bom processamento.

- Densidade aparente: densidade apresentada quando se completa um volume de 25 mL (25 cm^3). Verifica-se que esta será afetada pela distribuição de tamanhos e formato das partículas, fatores que levam a existir uma quantidade maior ou menor de vazios entre as partículas;

- Densidade “skeletal”: trata-se do estudo da densidade excluindo-se as porosidades abertas existentes nos pós. Sua análise é feita utilizando-se métodos de picnometria, os quais avaliam a mudança de volume após a aplicação de um fluido e calculam a massa associada a tal volume. Normalmente são usados gases como hélio ou nitrogênio que, pelo seu tamanho atômico diminuto, conseguem penetrar eficazmente em defeitos como trincas e poros conectados à superfície externa, conforme exemplifica-se na Figura 31.

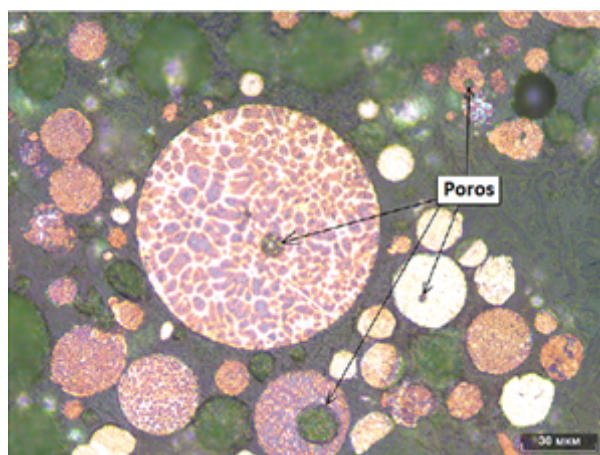


Figura 31 – Presença de defeitos em partículas de pós metálicos (77).

Algumas técnicas podem ser aplicadas para observar os aspectos mencionados anteriormente:

- Peneiramento: muito utilizado para separação de grupos com determinada distri-

buição de tamanhos, relacionados à possibilidade ou não de passagem por certa peneira (77);

- Estudo da taxa de Hall: Por vezes é mencionada a medição da taxa de escoamento através do método de Hall (*Hall Flow Rate*). Trata-se do uso de um equipamento com um funil e um copo de medidas e capacidades conhecidas (Figura 32.I). Medindo-se a quantidade de pó que passa pelo anel de saída do funil, na unidade de tempo, chega-se à taxa de escoamento. Se analisada a massa de pó que coube no copo, chega-se à densidade aparente.

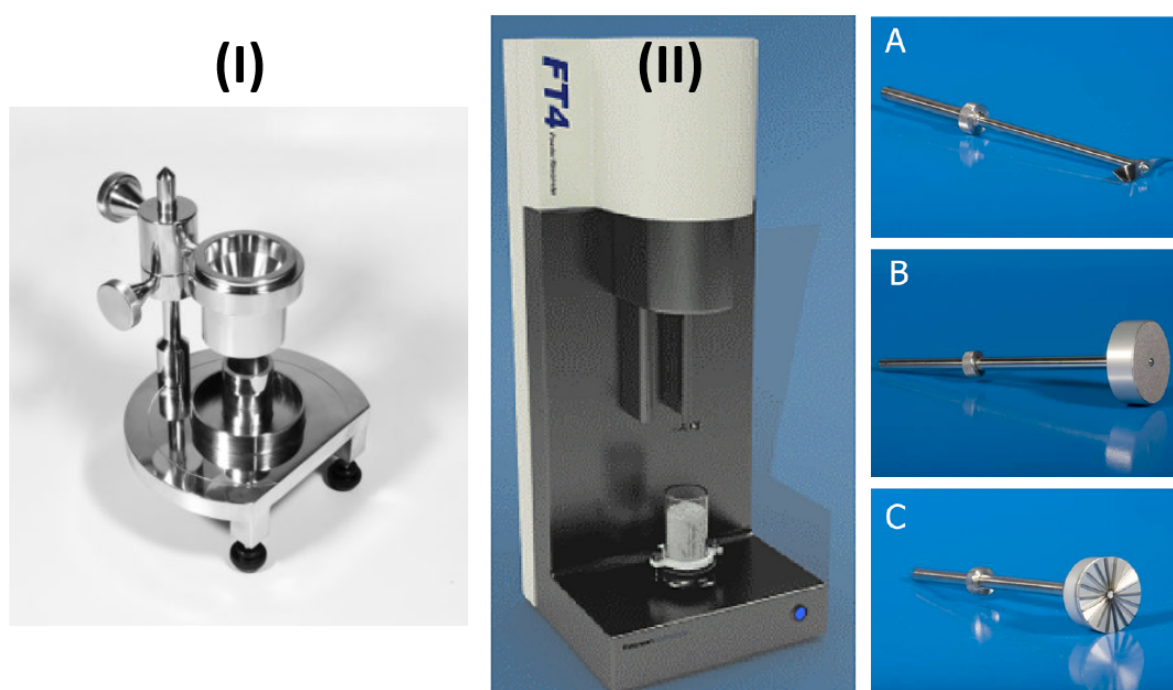


Figura 32 – (I) Equipamento para medição da taxa de Hall de escoamento e densidade aparente (173); e (II) Reômetro FT4 Freeman (171) e alguns de seus utensílios (174): (A) lâmina para ensaio dinâmico; (B) pistão de compressão; e (C) ferramenta para cisalhamento.

- Estudo reológico: Consiste na análise de escoamento de fluidos complexos como suspensões, pastas, cremes e grãos, mediante uma força aplicada (175), assim compreendendo a escoabilidade destes. É comum a utilização de Reômetros, os quais permitem análises rápidas, reproduzíveis, com elevado nível de automação e com grande sensibilidade (172). Nestes equipamentos avaliam-se os pós em processamento quanto à energia necessária para fazê-los fluir, aspecto que está intimamente ligado a morfologia, tamanho, rugosidade, forças de interação existentes (que se tornam relevantes nas dimensões de uso dos pós em MA) (176, 177). Clayton (177) lembra que estas análises também são úteis,

por exemplo, na definição quanto ao fato de pós que já passaram por processamento e não foram fundidos estarem em condições de reutilização ou não.

O reômetro de modelo Freeman FT4, ilustrado na Figura 32.II, é um instrumento com controle computacional que simultaneamente mede a força e o torque necessários para atuar sobre determinada porção de pó gerando uma série de resultados, a depender dos aparato de ferramentas, algumas delas ilustradas na Figura 32.II, e compartimentos selecionados (172, 174). É extensamente utilizado em pesquisas, principalmente quanto às seguintes técnicas (171): estabilidade e variação de fluxo; compressibilidade; cisalhamento; aeração; e permeabilidade, as quais encontram-se resumidas em esquema apresentado por Wei et al. (165), aqui retratado na Figura 33. Em virtude de sua especificidade, sua estrutura e as peculiaridades básicas dos ensaios mencionados são abordadas adiante.

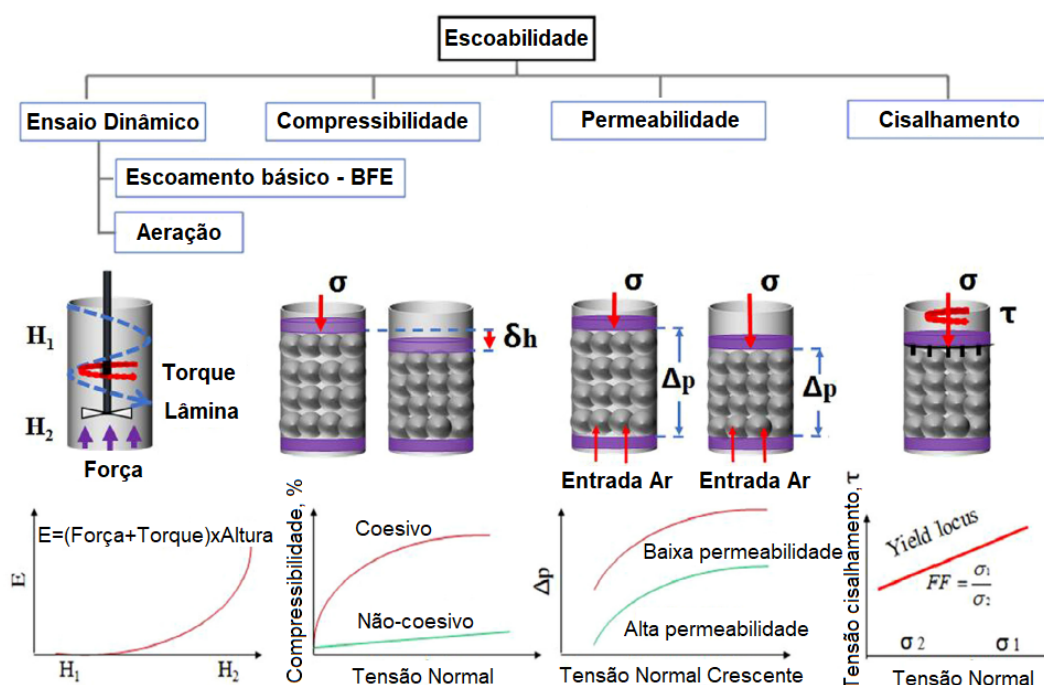


Figura 33 – Diagrama resumo das principais técnicas de estudo reológico com Rêometro Freeman FT4. Adaptado de (165).

São realizadas etapas de condicionamento antes da leitura de valores considerados como resultados, as quais tem como objetivo uniformizar o estado de tensão existente entre as partículas de pó (171, 178). Tal condicionamento se presta a remover características introduzidas nos pós pelo processo de alimentação, durante o ensaio, ou mesmo em situações prévias as quais tenha sido submetido (174, 179), como armazenamento ou processamento. Ademais, o condicionamento consiste na ação de lâminas que misturam os pós de maneira não agressiva criando um meio uniforme e não compactado, aspectos importantes para a reprodutibilidade dos ensaios (172).

2.4.5.2.1 Ensaio de Estabilidade e Variação de Fluxo (*Variable Flow Rate - VFR*) - *Dynamic Flow Test*

Conforme ilustrado na Figura 34.A, este ensaio consiste em submeter certa quantidade de pó acondicionado em recipiente apropriado à ação de uma hélice inserida no pó até certa profundidade (H), hélice esta cujos parâmetros como ângulo da lâmina (α) e raio (R) são relevantes. Computa-se, então, o torque (T) necessário para movê-la e a força vertical (F) aplicada sobre o volume de pó (171). Tal situação obriga o pó a fluir ao redor da lâmina, gerando uma região de elevada tensão à frente da lâmina, enquanto o restante do pó se encontra em uma condição de superfície livre (178). São avaliados tanto o movimento descendente da lâmina (rotação sentido anti-horário) quanto ascendente (rotação sentido horário) (172, 179).

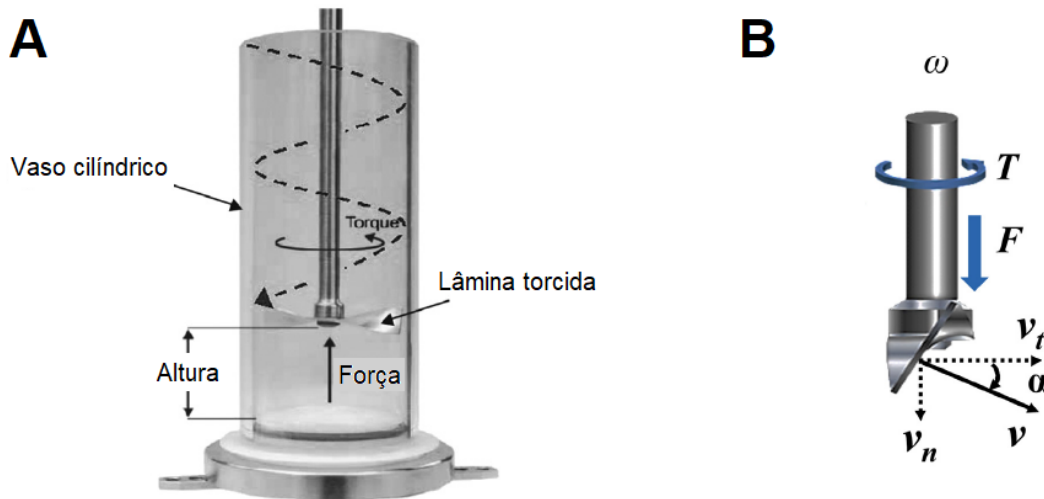


Figura 34 – Ensaio de estabilidade: (A) ilustração dos principais parâmetros e movimento da lâmina torcida (178); (B) ilustração dos parâmetros para ângulo da lâmina (179).

É possível calcular a energia (E) necessária para o pó fluir, por meio da equação 2.9 (179, 180, 181, 171):

$$E = \int_0^H \left(\frac{T}{R \tan \alpha} + F \right) dH \quad (2.9)$$

Cabe mencionar que a tangente do ângulo da lâmina é obtida através da relação entre as velocidades vertical (normal - v_n) e de rotação (tangencial - v_t) da lâmina, conforme Equação 2.10 e ilustração na Figura 34.B.

$$\tan \alpha = \frac{\text{Velocidade vertical}(v_n)}{\text{Velocidade de rotação}(v_t)} \quad (2.10)$$

O "Teste Dinâmico", no qual se avaliam propriedades de escoabilidade (*Flow Properties*), se dá segundo condições padrão aplicação de 160 mL de pó em vaso de diâmetro interno 50 mm, seguido de etapa de condicionamento. Após isso, são realizados 7 (sete) ciclos idênticos de preparação com a velocidade da ponta da lâmina a 100 mm/s, compostos por condicionamento (182) e teste (100 mm/s). Tais ciclos se prestam a avaliar se o pó é afetado por fatores como atrito, segregação, aglomeração, além de levá-lo a uma condição de energia de escoamento estabilizada (178).

Após os 7 (sete) ciclos, são realizados os testes de número 8 (oito) até 11 (onze), nos quais a velocidade da ponta da lâmina será de, respectivamente, 100, 70, 40 e 10 mm/s. Objetiva-se, com isso, avaliar a sensibilidade do pó à taxa de escoamento.

Com os resultados da energia de escoamento (E) calculada para cada uma das etapas de teste mencionadas (1 a 11), podem ser obtidos diversos parâmetros, tais como (171, 172, 178):

- Índice de Estabilidade (*Stability Index* - SI): estima a mudança na energia de escoamento ao longo dos 7 (sete) primeiros testes, indicando possíveis mudanças de comportamento do pó ao fluir (171, 178), conforme Equação 2.11. Quanto mais próximo de 1, mais estável é o pó (171);

$$SI = \frac{E_{teste\ 7}}{E_{teste\ 1}} \quad (2.11)$$

- Energia Básica de Escoamento (*Basic Flow Energy* - BFE): consiste na energia do teste de número 7 (sete), Equação 2.12, a qual representa a energia necessária para fazer um pó condicionado se deslocar durante o movimento descendente da lâmina (pó na condição "confinada", desta forma (103)). Como a leitura ocorre após outros 6 ciclos idênticos, estima-se que o valor de BFE seja uma representação da "energia estabilizada" (171), incorporando o efeito de inúmeros parâmetros intrínsecos do pó e do ambiente e anulando os efeitos de manipulação prévia do pó (103);

$$BFE = E_{teste\ 7} \quad (2.12)$$

Uma observação importante, ao objetivar-se a comparação de pós de diferentes densidades, é que o ensaio inicia-se com controle de volume apenas. Então, materiais com densidades diferentes terão massas distintas preenchendo os já mencionados 160 mL usados. Portanto, para comparação de BFE nesta situação peculiar descrita, pode-se recorrer à BFE normalizada, a qual consiste na divisão do valor de Energia do teste 7 pela massa da amostra utilizada (178, 103), conforme Equação 2.13:

$$NBFE = \frac{E_{teste\ 7}}{Massa\ (m)\ da\ amostra} \quad (2.13)$$

- Índice da Taxa de Escoamento (*Flow Rate Index* - FRI): avalia a mudança de comportamento do escoamento de pó ao se reduzir a velocidade por um fator de 10 vezes, por meio da comparação da Energia do teste número 11 (10 mm/s) e de número 8 (100 mm/s), conforme Equação 2.14;

$$FRI = \frac{E_{teste\ 11(10\ mm/s)}}{E_{teste\ 8(100\ mm/s)}} \quad (2.14)$$

Pode ser feita uma classificação, segundo os valores de FRI da seguinte forma:

- FRI > 3: pó com alta sensibilidade;
 - 3 < FRI < 1,5: sensibilidade média;
 - FRI ≈ 1: pouca sensibilidade.
- Energia Específica (*Specific Energy* - SE): é a energia necessária para deslocar o pó condicionado durante o movimento ascendente (sem confinamento (103)) da lâmina, indicando o comportamento de escoamento do pó em situação de mínimo tensionamento, apresentada na forma de energia por unidade de massa (por exemplo, mJ/g) (171). Destaca-se que, por não haver a resistência de compressão (situação do movimento descentente), a SE reflete primordialmente a influência de forças coesivas entre as partículas e o intertravamento mecânico entre elas (178). Pode ser descrita pela Equação 2.15.

$$SE = \frac{\frac{E_{Ascendente\ teste\ 6} + E_{Ascendente\ teste\ 7}}{2}}{Massa\ da\ amostra} \quad (2.15)$$

Uma classificação possível para os valores de SE seria (103):

- SE < 5: pó com baixa coesão;
- 5 < SE < 10: coesão moderada;
- SE > 10: pó com alta coesão.

A Figura 35 apresenta os resultados de um VFR realizado por Groarke et al. (103) em um pó de aço inoxidável 316L. Os autores destacam a estabilização de BFE nos ciclos 6 e 7, refletindo a estabilização alcançada após os sete testes com velocidade constante da lâmina. Também lembram que o aspecto ascendente nos ciclos 8 a 11 é esperado. Observa-se que a redução na velocidade diminui o denominador da Equação 2.9, levando a valores maiores de energia.

Por sua vez, na Figura 36 tem-se os resultados do ensaio dinâmico para dois pós da liga Ti6Al4V, um deles na forma bruta (*raw powder* - RP), apresentando forma irregular e facetada e outro submetido a processo de esferoidização por radio-frequência (*spherical powder* - SP), no âmbito de pesquisa apresentada por Wei et al. (165). Analisando os

parâmetros obtidos, com os resultados do ensaio, verifica-se que:

- SI é similar para os dois pós, pois não há grande oscilação nos 7 primeiros ciclos;
- BFE para o pó na condição bruta (RP) é superior ao obtido para SP, reforçando a ideia de que a forma tem influência sobre a facilidade de um pó para escoar (183). No caso, RP sendo mais irregular, demanda mais energia para ser colocado em movimento em cada teste;
- FRI mais alto para RP, indicando maior sensibilidade do pó irregular à taxa de escoamento e/ou às variações na velocidade de rotação da lâmina;
- SE de RP também mais alta, revelando que a resistência oferecida por forças existentes entre as partículas é maior no pó irregular que no esférico. Infere-se, ainda, a ocorrência de aglomeração de partículas e do fenômeno de ligação entre as partículas (*bridging*) (165), aspecto que teria influência negativa na densidade final de peças impressas por MA.

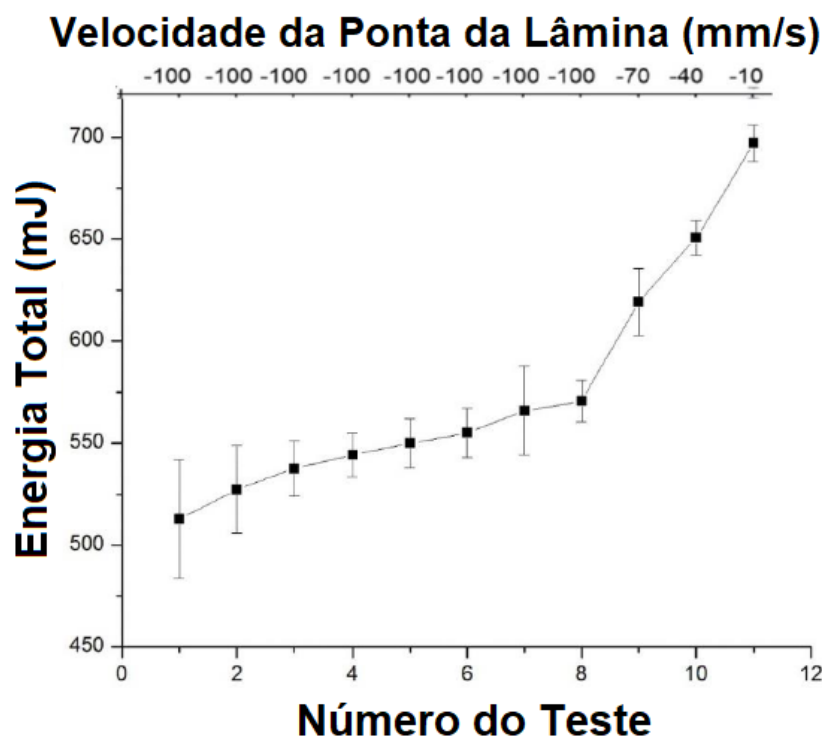


Figura 35 – Ensaio de estabilidade e Variação de Fluxo (VFR) para pó de aço inoxidável 316L (103).

A Figura 36 ainda apresenta o parâmetro "Densidade Bruta Condicionada" (*Conditioned Bulk Density - CBD*), já que os valores de massa e volume são medidos durante o ensaio. Verifica-se que CBD do SP é maior, pois as partículas desse pó se acomodam de maneira mais próxima (165), sendo tal compactação superior uma redutora do volume, o que aumenta o valor de densidade. Visto de outra forma, como o ensaio controla o volume alimentado, a maior compactação leva a uma aplicação de maior massa deste pó, novamente levando a valores superiores de densidade.

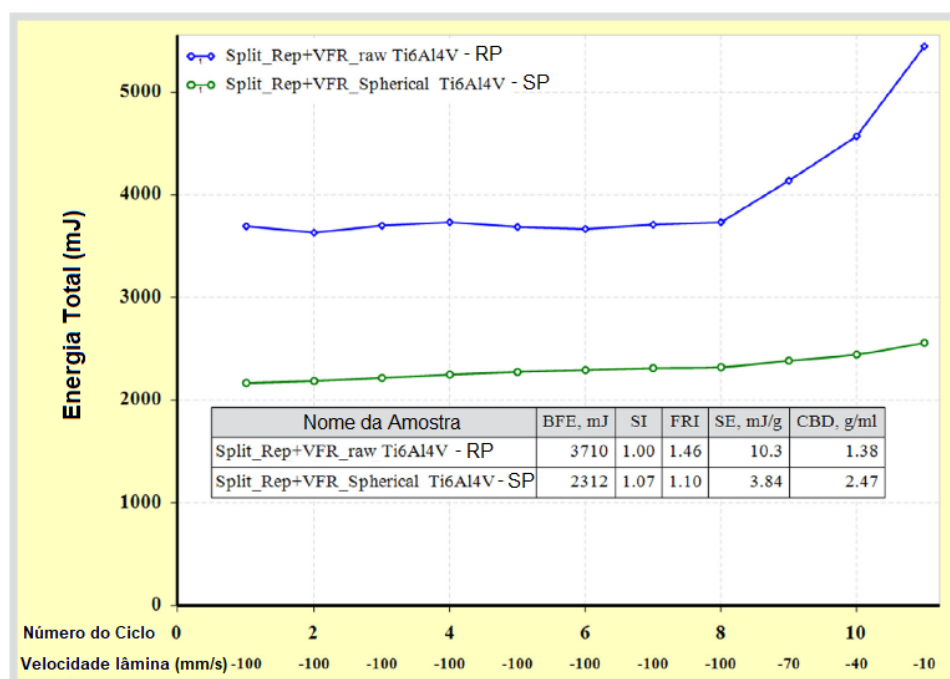


Figura 36 – Ensaio de estabilidade e Variação de Fluxo (VFR) para pós da liga Ti6Al4V nas condições bruta (RP) e esferoidizada (SP) (165).

2.4.5.2.2 Ensaio de Compressibilidade

Neste ensaio, a hélice é substituída por um instrumento de superfície plana responsável pela compressão de certo volume de pó por meio da aplicação de uma tensão normal (vide Figura 32.II.B). Aqui também são realizadas etapas de condicionamento para remover qualquer empacotamento ou aglomerado de pó previamente formado (171), seguidas pelo ensaio propriamente dito que consiste na relação entre tensão normal aplicada e variação de volume de pó, expressando a compressibilidade percentual obtida (171). Esta última é o parâmetro principal resultante do ensaio (CPS), indicando a coesividade existente em um pó (165).

Batistão et al. (184) também apresentam o "coeficiente de compressibilidade" (*Compressibility Index* - CI), também utilizado em outras pesquisas (185), que consiste na Equação 2.16:

$$SE = \frac{\text{Densidade com pó sob compressão}}{CBD} \quad (2.16)$$

Apesar de não ser uma medida direta de escoabilidade, ajuda a entender o comportamento dos pós em termos de adesão e empacotamento, informação útil em situações diversas relacionadas ao processamento (165).

Por vezes, tal ensaio é aproveitado para obtenção do parâmetro de densidade (*Conditioned Bulk Density* - CBD), aproveitando a situação existente de uma massa de

pó (medida) em um recipiente (conhecido) e com um volume controlado (165).

O empacotamento/compactação é significativamente relevante, sendo a presença (ou ausência) de ar entre as partículas um dos aspectos que mais afeta as propriedades de escoamento dos pós (172).

Na Figura 37 observam-se os resultados de ensaio de compressibilidade realizado com dois pós comerciais de aço inoxidável austenítico 316L (denominados por Groarke et al. (103) de A e B) produzidos por atomização a gás. O pó A continha uma maior quantidade de partículas finas ($D_{10} = 15 \mu\text{m}$; $D_{50} = 36 \mu\text{m}$; e $D_{90} = 65 \mu\text{m}$) em relação a B ($D_{10} = 23 \mu\text{m}$; $D_{50} = 33 \mu\text{m}$; e $D_{90} = 50 \mu\text{m}$). Por outro lado, B apresentava morfologia mais irregular (Razão de aspecto de 0,875 para B e 0,926 para A). Verifica-se que ambos os pós apresentam incremento da compressibilidade com aumento da tensão aplicada, iniciando um comportamento de "platô" a partir de 10 kPa, aproximadamente. Por outro lado, a compressibilidade inicial do pó B é menor que a do pó A, indicando que este último apresentava um nível de empacotamento superior, aspecto relacionado à sua forma mais regular. Interessante notar que Groarke et al. (103) apontam que esse incremento de tensão até a chegada em um platô indicam uma tensão crítica de separação das porções adjacentes de uma partícula de pó do tipo "satélite", tornando as partículas mais esféricas e aumentando o empacotamento.

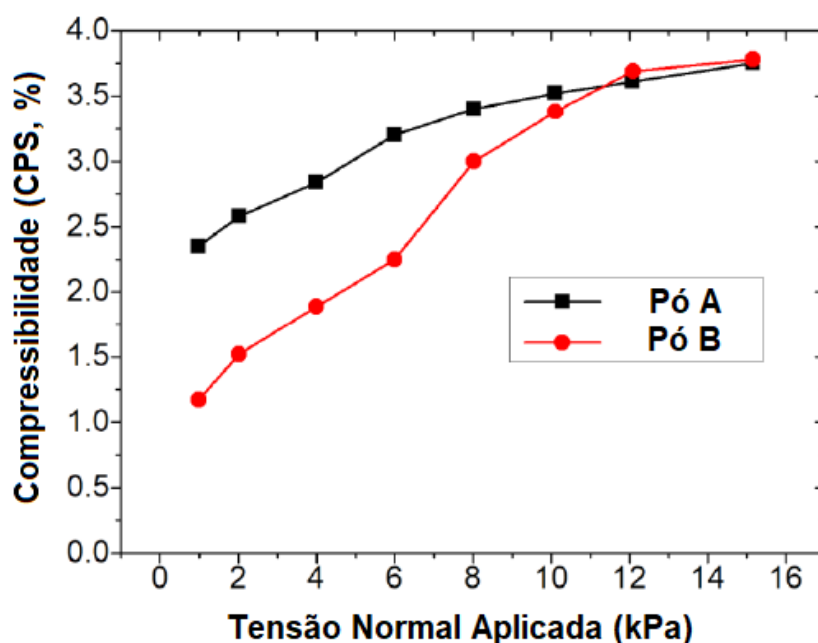


Figura 37 – Ensaio de Compressibilidade para dois pós (A e B) de aço inoxidável 316L obtidos por atomização a gás (103).

Normalmente, pós com menor adesão apresentam maior compressibilidade quando sujeitos à tensão normal, sendo valores superiores de CPS indicadores de não-coesividade, aspecto favorável para armazenamento, escoamento e carregamento dos pós (165).

2.4.5.2.3 Ensaio de Aeração

Teste similar ao ensaio de estabilidade, porém focado em observar a redução de resistência percebida pela hélice rotacionada para baixo enquanto fluxo de ar, progressivamente crescente, é imposto em sentido para cima (172). O ar envolve as partículas de pó e torna o seu fluxo mais fácil, demandando menos energia (165). Espera-se que pós com maior grau de coesão entre si respondam de maneira menos efetiva (demorem mais a apresentar redução da energia necessária para rotação) que pós de menor coesão, mais sensíveis à separação de suas partículas efetuada pela ação do ar (172).

Ademais, destaca-se que uma menor adesão ou aglomeração seja benéfica para o pó fluir, preencher espaços ou ser peneirado (165). Ou seja, quanto menor a energia necessária para o pó fluir, para uma determinada velocidade de ar aplicada, melhor a escoabilidade, o que é medido através do parâmetro Energia de Aeração (*Aerated Energy* - AE), a qual consiste na energia necessária para deslocar uma amostra de pó aerada a certa velocidade do ar (165), representando, assim, a adesão entre as partículas de pó (186).

Também são avaliados parâmetros como a Razão de Aeração (*Aeration Ratio* - AR) a qual compara a energia necessária para movimentação do pó com ar em velocidade zero e ar a certa velocidade n , conforme Equação 2.17.

$$AR = \frac{\text{Energia}(\text{Ar em velocidade } 0)}{\text{Energia}(\text{Ar em velocidade } n)} \quad (2.17)$$

Na Figura 38 são apresentados resultados de ensaios de aeração para dois pós de silicone, o primeiro deles (pó A) sendo partículas de borracha de silicone cobertas com resinas do mesmo material, resina esta com objetivo de aumentar a resistência ao impacto e a lubricidade das partículas; já o segundo (pó B) consistia em esferas de silicone sem a aplicação de resina (187). Conforme Liravi e Vlasea (187) comentam, para o pó A observou-se uma redução sensível na energia necessária para mover os pós mesmo com mínimas velocidade de ar, tendo tal energia se estabilizado próximo ao valor de zero, indicando um pó virtualmente fluidizado. Já para o pó B, o nível de energia zero não é atingido nem mesmo com velocidades altas como 150 mm/s, evidenciando sua maior coesividade.

Por sua vez, Batistão et al. (184) apresentam estudo de aeração para pós de alumínio simplesmente atomizado a gás e submetido a processos de tratamento superficial com NaOH e HNO_3 , de forma a comparar a resposta de amostras nestas três condições à aeração. Apesar do comportamento similar, o pó funcionalizado com HNO_3 mostrou a maior resposta (AR de 72) e o sem nenhum tratamento a menor resposta (AR de 19), conforme pode ser visto na Figura 39.

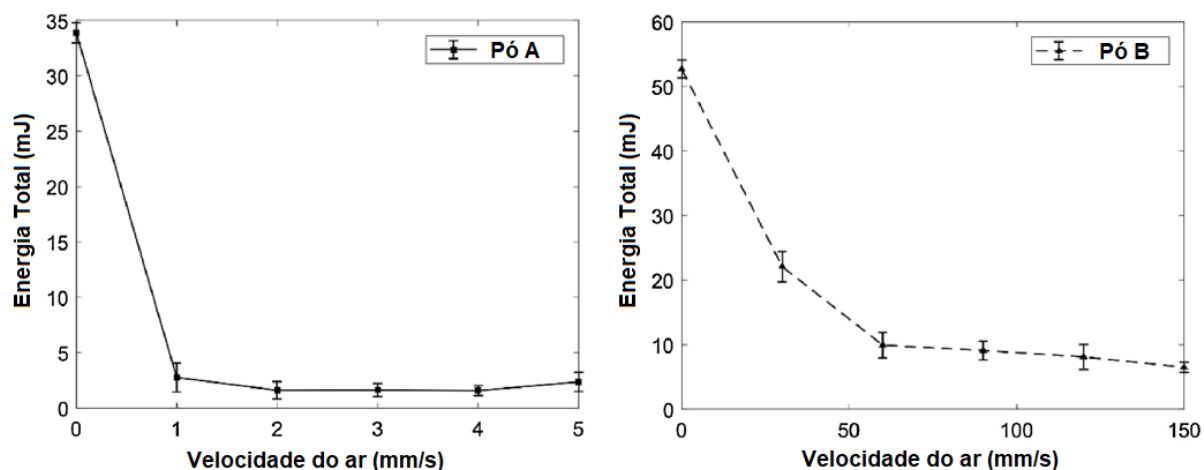


Figura 38 – Ensaio de Aeração para 2 pós de borracha de silicone: (A) recoberto com resina de silicone; e (B) sem recobrimento (187).

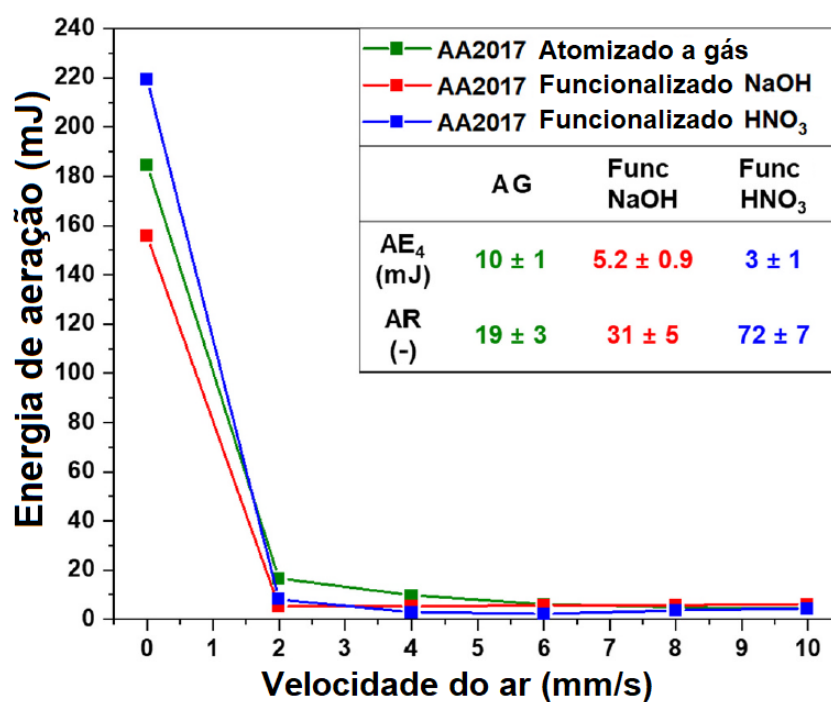


Figura 39 – Ensaio de Aeração para pós de Al nas condições: somente atomizado a gás; com tratamento de funcionalização superficial com NaOH; com funcionalização com HNO_3 (184).

2.4.5.2.4 Ensaio de permeabilidade

O ensaio de permeabilidade, quantifica a queda de pressão entre a base de ensaio, na qual é aplicado um fluxo de ar a velocidade constante (2mm/s (184)), e uma ferramenta de compactação aplicada no topo, com ação de uma tensão normal. Geralmente, o aumento da tensão aplicada e o conseqüente incremento na compactação reduzem a permeabilidade,

aumentando a queda de pressão (*Pressure Drop* - PD) (165). Espera-se que pós dotados de partículas com maior permeabilidade não apresentem grandes diferenças nos valores de pressão entre base e topo, já que o ar flui entre as partículas com facilidade. Já pós com baixa permeabilidade apresentam maiores quedas de pressão (diferença de pressão entre topo e base), pois seu grau de compactação oferece grande resistência à passagem de ar. Também é possível medir, além da PD, a *Conditioned Bulk Density* - CBD, em g/mL.

A avaliação da permeabilidade é bastante importante, pois permite inferir sobre o comportamento dos pós durante o processamento, seja ao fluir de alimentadores (*hoppers*) ou mesmo no seu carregamento por gases em processos como L-DED, podendo-se afirmar que maiores permeabilidades associam-se a maior estabilidade no escoamento (165). Ademais, maiores permeabilidades se associam a maior capacidade de preenchimento, com consequências positivas para a densidade da futura peça (165).

Conforme lembram Batistão et al. (184), a permeabilidade se relaciona de forma inversamente proporcional com a Queda de Pressão (PD), segundo a Equação 2.18, em cm^2 :

$$Permeabilidade = \frac{q\mu L}{\Delta P} \quad (2.18)$$

Onde:

- q: fluxo de ar (padrão 0,02 cm/s);
- μ : viscosidade do ar ($1,74 \times 10^{-7}$ mbar.s no nível do mar (184));
- L: tamanho da região de aplicação do pó (cm);
- ΔP : queda de pressão (mbar).

Na Figura 40 observa-se o ensaio de permeabilidade para pós da liga Ti6Al4V conduzido por Wei et al. (165) em duas condições: matéria-prima bruta (*raw powder* - RP), apresentando forma irregular e facetada; e pó submetido a processo de esferoidização por radio-frequência (*spherical powder* - SP), processo este objeto do estudo apresentado por Wei et al. (165). Verificou-se que, apesar de um comportamento instável, a PD do pó esférico foi menor para todos os níveis de compactação, indicando sua melhor permeabilidade em relação ao pó irregular e facetado (RP) (165), permitindo inferir que entre as partículas brutas ocorria intertravamento capaz de dificultar a passagem de ar (permeabilidade). Destaca-se que neste caso a tensão foi relacionada à queda de pressão, a qual pode ser convertida em permeabilidade por meio da Equação 2.18.

Já Batistão et al. (184) apresentaram estudo da permeabilidade de pós de Al nas condições atomizado a gás e após tratamento superficial de funcionalização com NaOH e HNO_3 , conforme Figura 41. Verificaram que o pó funcionalizado com HNO_3 apresentou maior permeabilidade que o das outras duas condições, relacionada a uma menor queda

de pressão (PD), aspecto atribuído a uma maior presença de vazios e caminhos para passagem de gás entre as partículas nesta condição.

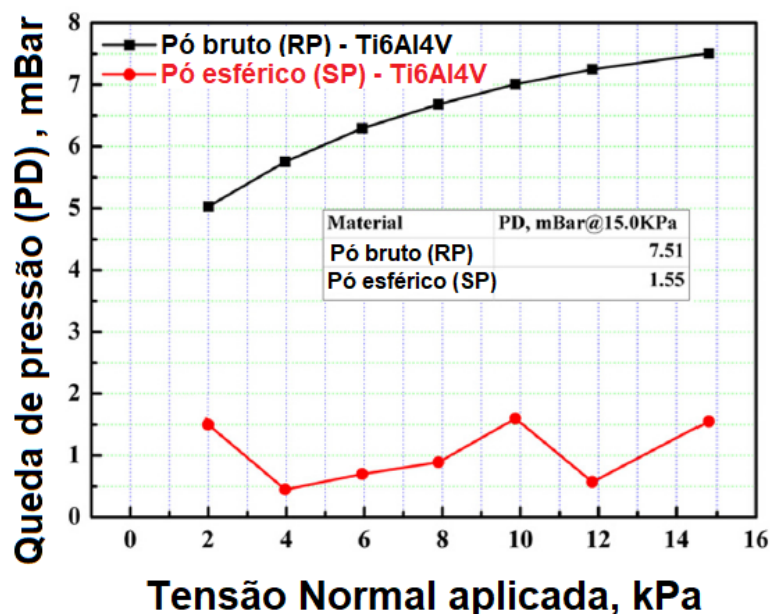


Figura 40 – Queda de Pressão (PD) através de leito de pó com ar a 2 mm/s para pós de Ti6Al4V nas condições bruto (RP) e esferoidizado (SP) (165).

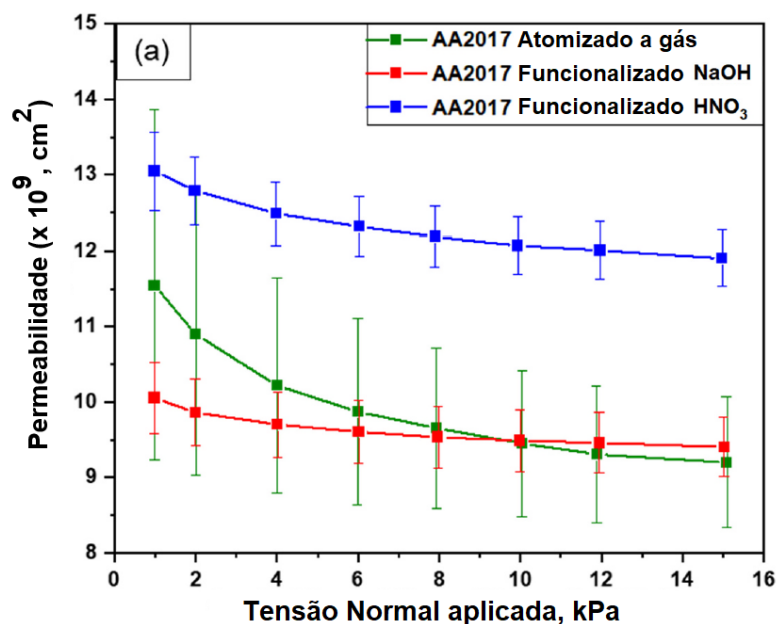


Figura 41 – Permeabilidade para pós de Al nas condições: somente atomizado a gás; com tratamento de funcionalização superficial com NaOH; com funcionalização com HNO_3 (184).

2.4.5.2.5 Ensaio de Cisalhamento

Neste ensaio, inicialmente uma ferramenta com lâmina é utilizada para realizar a etapa de condicionamento no pó. Em seguida, uma ferramenta de compactação é utilizada para se imprimir ao pó certa compactação desejada, através da aplicação de tensão normal, deixando a quantidade de pó em um nível predeterminado. Finalmente, um cabeçote de cisalhamento, dotado de 18 (dezoito) lâminas (mostrado na Figura 32.II.C e com maior detalhamento na Figura 42), é usado para realização do ensaio de cisalhamento (174).

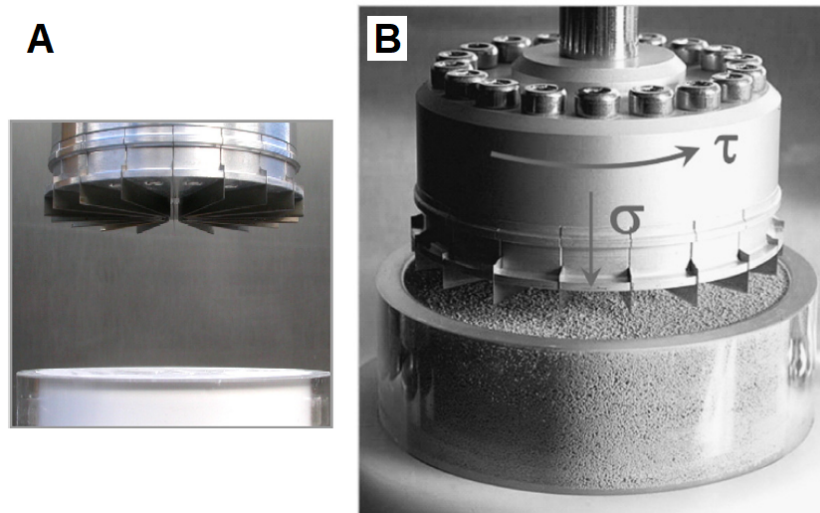


Figura 42 – Visão aproximada da ferramenta de cisalhamento: (A) (172); (B) (178).

O Ensaio de Cisalhamento dá indicações do comportamento do pó ao sair de um estado estático para dinâmico, conforme acontece em alguns sistemas de alimentação em MA (165). A aplicação de tensão normal cria um plano de cisalhamento e então, através da rotação das lâminas se dá até que o leito de pó formado se mova, determinando assim a máxima tensão de cisalhamento sob uma determinada tensão normal (166). Os pontos relativos aos pares ordenados formados por força normal (x) e tensão de cisalhamento (y) permitem a construção de um *Yield Locus* (165), o qual consiste, nas palavras de Ludwig e Miller (166) no envelope linear de falha usado para extrapolação de círculos de Mohr.

Diante da sistemática descrita para este ensaio e ilustrada na Figura 43, podem ser obtidos parâmetros importantes como (165, 178):

- Coeficiente de Coesão (τ_0): interceptação da reta *Yield Locus* com a extrapolação de tensão normal nula, sendo um indicador das forças entre as partículas (166);
- Tensão principal máxima ou tensão de consolidação (σ_1 ou MPS): representa quanto o pó consolidado consegue suportar antes da deformação plástica (166);
- Tensão de escoamento sem confinamento (*unconfined yield strength* - σ_C ou UYS);
- Ângulo interno de fricção (φ): ângulo entre o eixo x e a reta *Yield Locus*, representando a resistência do pó à deformação (166) ;

- Ângulo efetivo de fricção interna (φ_e);
- Função de escoamento (*Flow Function* ou FF): relaciona UYS e tensão principal máxima através da Equação 2.19.

$$FF = \frac{\sigma_1}{\sigma_C} \quad (2.19)$$

Alguns critérios para interpretar a FF consistem em (166, 169, 178):

- $FF < 1$: pó não flui;
- $1 < FF < 2$: pó muito coesivo;
- $2 < FF < 4$: pó coesivo;
- $4 < FF < 10$: escoamento com facilidade;
- $FF > 10$: escoamento livre.

Na Figura 43, além da indicação de alguns dos parâmetros mencionados, apresentam-se as curvas para pós de Alumínio sem (Al ST) e com tratamento superficial (Tratado) estudando por Ludwig e Miller (166). Observa-se uma redução nos valores de coesão e de σ_1 ao comparar o pó sem tratamento com a amostra tratada superficialmente. Tais reduções são indicadores de redução na coesividade entre as partículas e evidenciam uma melhor escoabilidade.

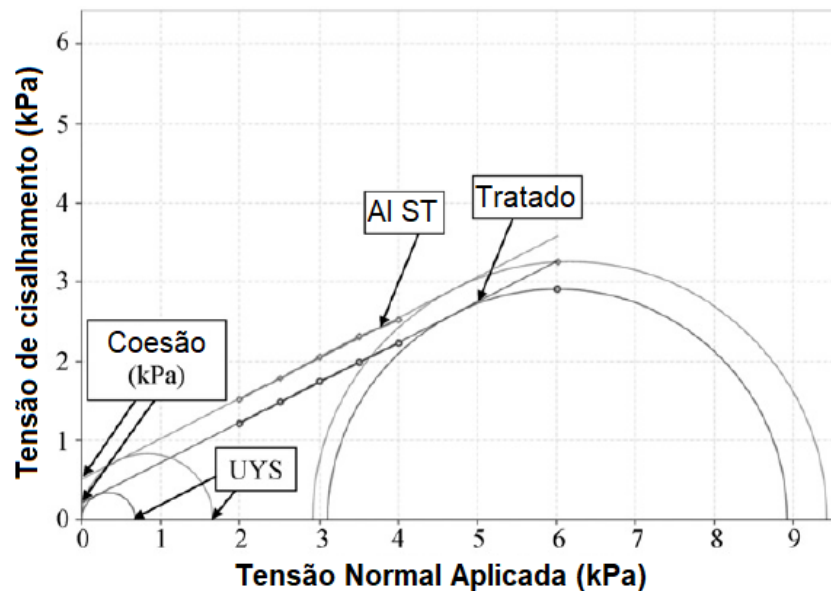


Figura 43 – Ensaio de Cisalhamento para dois pós de alumínio, um sem (Al ST) e outro com tratamento superficial (Tratado) (166).

Por sua vez, Batistão et al. (184) realizaram ensaio de cisalhamento com pós de alumínio simplesmente atomizado a gás e submetido a processos de tratamento superficial com NaOH e HNO_3 , conforme pode ser visto na Figura 44. Nesta, em A, encontram-se

o círculo de Mohr e as posições gráficas de diversas grandezas aqui tratadas, além dos valores de FF para as três condições de pó. Já em B, os gráficos retratam de maneira detalhada os valores de UYS (σ_C), tensão de consolidação (σ_1) e coeficiente de coesão (τ_0).

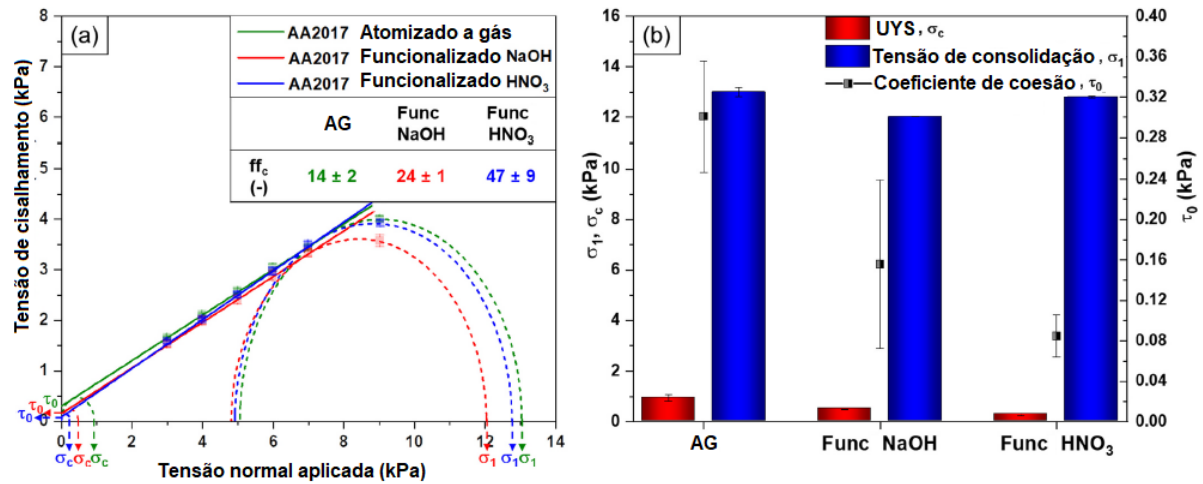


Figura 44 – Ensaio de Cisalhamento para pós de Al nas condições: somente atomizado a gás; com tratamento de funcionalização superficial com NaOH; com funcionalização com HNO_3 (184).

Forte et al. (188) destacam que um valor de FF menor está associado a menores forças entre partículas, menor coesividade e melhor comportamento de escoabilidade, assim indicando o pó funcionalizado com HNO_3 como o de melhor escoabilidade. Apesar disso, todos os três apresentam valores superiores a 10, categorizando-os como de escoamento livre.

Sobre as grandezas especificadas na Figura 44.B, Batistão et al. (184) lembram que pequenos valores de coeficiente de coesão associam-se a pequena incidência de intertravamento entre partículas e baixa coesão entre elas, facilitando o processo de saída do pó de uma condição estática para outra dinâmica, como a ação de alimentação em um sistema de MA, por exemplo, caracterizando o pó funcionalizado com HNO_3 como o de melhor resultado, nesta grandeza.

De forma a coroar a análise e comparação de pós através de ensaios de reologia, pode-se fazer uso de equacionamento apresentado por Brika et al. (185) e utilizado por Batistão et al. (184), qual seja um coeficiente de adequação ao uso em manufatura aditiva (*Additive Manufacturing Suitability* - AMS), conforme Equação 2.20:

$$AMS = \frac{\frac{1}{CBD} + CI + PD + SE + AE + BFE + \tau_0}{7} \quad (2.20)$$

Onde:

- CBD: Densidade bruta condicionada;

- CI: Índice de Compressibilidade;
- PD: Queda de pressão;
- SE: Energia Específica;
- AE: Energia de Aeração;
- BFE: Energia básica de escoamento;
- τ_0 : Coeficiente de coesão.

Este índice tem como objetivo permitir a comparação de pós, segundo os resultados obtidos com os ensaios de reologia. Tais resultados são utilizados de maneira normalizada em relação ao valor máximo apresentado em cada variável por cada pó a ser comparado (184).

2.4.6 Processabilidade do Aço H13 por Manufatura Aditiva

Verificou-se na revisão bibliográfica uma série de trabalhos utilizando aço H13 com MA, dos quais puderam ser observadas as propriedades conseguidas logo após a deposição e também depois da realização de tratamentos térmicos complementares.

Especificamente em pesquisas com L-DED com pó, foi dada atenção também aos parâmetros de processo e a características dos pós utilizados nesse processo. Tais dados serviram como ponto de partida para seleção, entendimento e comparação de características com o pó adotado no presente estudo, bem como foram referência inicial de parâmetros a aplicar nas deposições. Ademais, revelam a utilidade e interesse na tecnologia (MA/L-DED) e em seu uso com a liga H13.

Quanto aos pós utilizados em L-DED, observa-se que o fornecedor Hoganas (189) oferta pó da liga H13 com as características mostradas na Tabela 8, afirmando ser o seu pó atomizado a gás e possuidor de morfologia esférica, sem partículas satélites.

Tabela 8 – Propriedades de um pó metálico da liga H13 comercial do fornecedor Hoganas (189).

Propriedade	Valor
Distribuição granulométrica	53 a 150 μm
Percentual acima de 150 μm	Máximo 3%
Percentual abaixo de 45 μm	0,2%
Escoabilidade (<i>Flowability</i> - <i>Hall flow rate</i>)	14 s/50 g
Densidade Aparente	4,4 g/cm ³

Tratando de trabalhos de MA em geral utilizando aço H13, inicia-se com o realizado por Ferreira et al. (85) no qual depositaram pó de H13 do fornecedor TLS Technik, atomizado a gás, com granulometria $D_{50} = 19 \mu\text{m}$ e $D_{90} = 45 \mu\text{m}$ por L-PBF e morfologia predominantemente esférica, porém contendo partículas de forma irregular. A escoabilidade

por funil de Hall com tal pó resultou em 44,3 s/50g, com desvio padrão (DP) de 0,6 (85). Deste estudo julgou-se interessante também extrair as menções às propriedades mecânicas obtidas na condição como fabricada (*as-built*) e após tratamento de têmpera (a partir de 1020 °C) e revenimento (250 °C). Na condição "como fabricado" (CF), mencionaram valor de microdureza Vickers de 587 HV e tenacidade ao impacto de 25,44 J/cm². Já na condição "tratado termicamente" (TT) atingiram valores de 603,2 HV e 17,89 J/cm². Os autores também identificaram, na condição CF e TT, a partir de análise de difração de raios X com radiação Cu K α , a presença de martensita (α' picos com 2θ em 44,5°, 64,3°, 81,8° e 98,5°) e de austenita retida (γ , em menor quantidade na condição TT), além de carbonetos do tipo MC na amostra TT, conforme mostrado no difratograma da Figura 45.A.

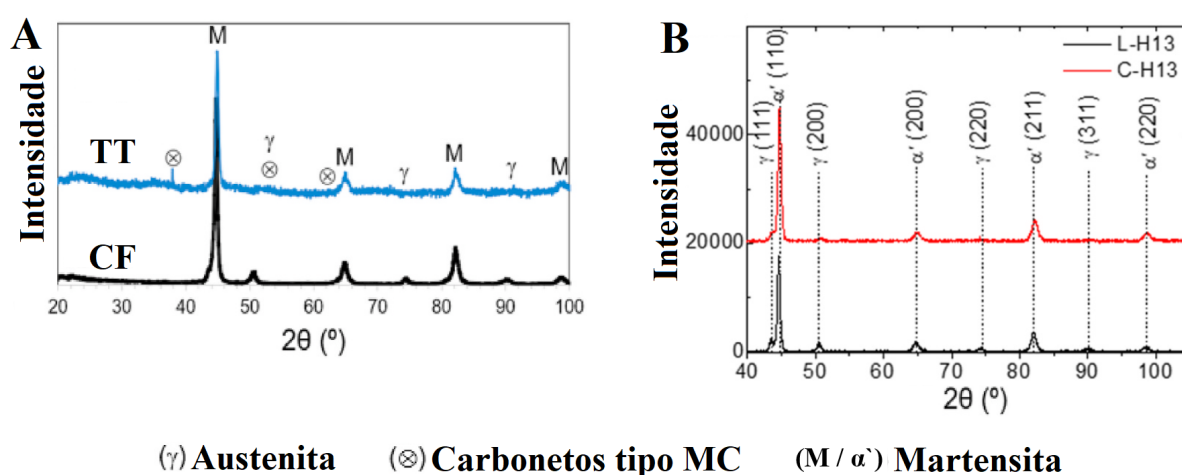


Figura 45 – (A) Difratograma de aço H13 depositado por MA nas condições "como fabricado" (CF) e "tratado termicamente" (TT) (85); (B) Difratograma de aço H13 depositado por MA (L-H13) e convencional (C-H13) (190). Em ambos os casos, utilizada radiação Cu K α .

Por sua vez, Kim et al. (190) depositaram pó de aço H13 do fornecedor Sandvick Osprey Ltd. por L-PBF ($D_{10} = 16,8 \mu\text{m}$, $D_{50} = 25,1 \mu\text{m}$ e $D_{90} = 40,6 \mu\text{m}$) e compararam seu comportamento depositado (L-H13) com o de um aço H13 convencional (C-H13). O aço convencional foi submetido à têmpera (a partir de 1020 °C, resfriamento em água) e também a revenimento em 550 °C, este último também aplicado ao aço depositado por MA. Observou-se que o material oriundo de MA apresentava, além dos picos relacionados a fases CCC/TCC (α/α'), também picos de fase CFC, os quais foram relacionados à austenita retida (γ), conforme mostrado na Figura 45.B. Os autores observaram, ainda, que o tratamento de revenimento foi capaz de reduzir o percentual de austenita retida de 20 % para 2 %.

Em termos de propriedades mecânicas, Kim et al. (190) chegaram a resultados de resistência ao impacto Charpy de 34,8 J para o H-13 "como fabricado" (CF) por MA, o

qual não se modificou após processar um revenimento a temperatura de 550 °C por 24h (35,4 J), comparando-os com a evolução do aço H13 convencional por eles estudado antes (69,7 J) e após um revenimento longo de 24h (83,7 J), também a 550 °C, evidenciando que para a amostra de MA o revenimento não foi capaz de aumentar a tenacidade, como ocorreu com o produto obtido pela manufatura convencional.

Em estudo realizado por Du et al. (95) depositando aço H13 com DED sobre substrato de H13 forjado (convencional), mas com a matéria-prima em arame, aplicando a técnica com fonte de energia sendo o arco elétrico, ou seja, a manufatura aditiva por deposição a arco (MADA, em inglês *Wire Arc Additive Manufacturing* - WAAM). Julgou-se interessante verificar a microestrutura obtida, após a deposição e a realização de tratamento térmico de têmpera e duplo revenimento, em três regiões definidas pelos autores: zona do substrato (ZS), zona de deposição (ZD) e zona termicamente afetada (ZTA), de transição entre as duas primeiras. Para as três regiões deste perfil vertical, cujas micrografias por MEV podem ser verificadas na Figura 46, verifica-se ao final da deposição e do ciclo completo de tratamentos térmicos que a microestrutura é composta por matriz de martensita revenida com carbonetos precipitados. Os autores também destacam dois aspectos microestruturais relevantes: que após a deposição (em ZD) e após a têmpera nas três regiões, verifica-se a presença de austenita retida, a qual é transformada nos revenimentos; que em regiões em que resfriamentos mais lentos ocorrem, como na ZTA durante a deposição, foram encontradas regiões com a microestrutura bainítica, a qual foi transformada nos tratamentos térmicos.

Ademais, Du et al. (95) fazem importante distinção entre três tipos de carbonetos encontrados na microestrutura final de suas amostras: carbonetos primários, de maior dimensão formados durante a solidificação e não dissolvidos pela austenitização no encharque da têmpera (marcados por setas em vermelho na Figura 46.A); carbonetos de pequena dimensão precipitados durante a têmpera, em processo de "auto-revenimento" (quando as temperaturas ainda se encontram altas o suficiente para revenir porções temperadas há pouco (31)) ou em decorrência dos IHT decorrentes das deposições de camadas superiores/adjacentes (setas verdes na Figura 46); e carbonetos de tamanho muito pequeno precipitados durante os revenimentos dos TT (partículas brilhantes identificadas por setas azuis na Figura 46). Finalmente, lembram que os carbonetos de maiores dimensões não contribuem para o aumento da resistência mecânica e, ao contrário, facilitam a iniciação de trincas durante processos de deformação, tendo reflexo negativo na tenacidade do material.

Em termos de propriedades mecânicas, Du et al. (95) realizaram ensaios de microdureza Vickers nas amostras submetidas à sequência mencionada de deposição, têmpera e revenimentos, chegando a valores entre 497 e 565 HV entre as regiões de substrato e depósito (faixa de 497 a 525 HV para esta última especificamente), evidenciando o poten-

cial de homogeneização dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento (duplo). Em outras amostras de seu trabalho, nas quais foram realizados apenas os revenimentos, após a deposição, observaram durezas maiores nas camadas superiores (607 HV), atribuindo isso ao fato de tais camadas não terem sido tão submetidas aos IHT por não terem sido depositadas novas camadas acima delas. Além disso, observaram uma maior variabilidade na microdureza (320 a 607 HV), evidenciando que o tratamento de revenimento apenas não foi capaz de homogeneizar a microestrutura e as propriedades mecânicas do material, pois o tratamento responsável por isto é o anterior, ou seja, a têmpera ou o recozimento seguido de têmpera.

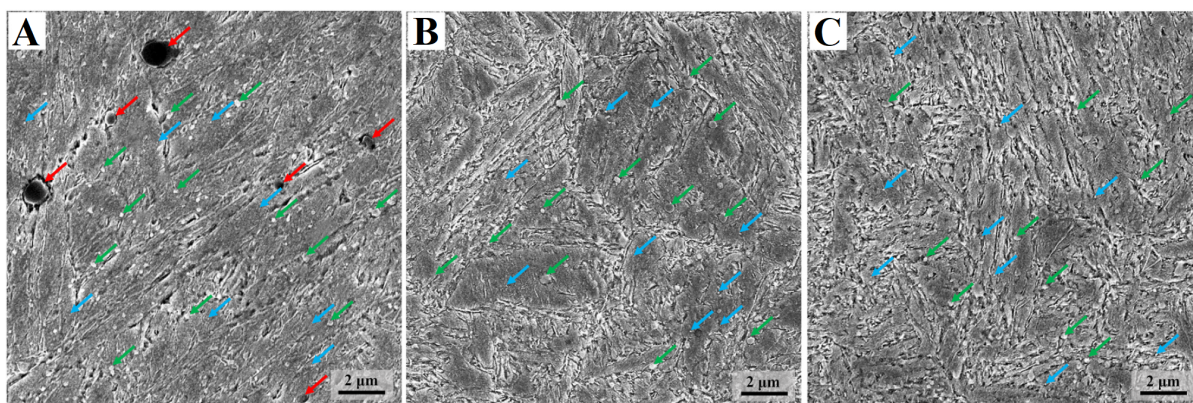


Figura 46 – Micrografias por MEV de três posições em deposição por MADA de aço H13 sobre substrato também de H13 (forjado): (A) região de deposição (ZD); (B) zona termicamente afetada (ZTA); e (C) região do substrato (ZS). As setas são carbonetos: vermelhas-não dissolvidos; verdes-precipitados durante a têmpera ou nos IHT; e azuis-precipitados durante o revenimento (95).

Passando especificamente a deposições do aço H13 com L-DED, menciona-se inicialmente o trabalho de Bohlen et al. (16), no qual foi utilizado pó metálico de aço H13 com granulometria na faixa de 50 a 100 μm , sendo apenas indicado pelos autores que este pó apresentava morfologia esférica com pequenas cavidades, sem micrografias para elucidar tal aspecto, bem como sem indicações da origem do mesmo (fornecedor e método de fabricação).

Bohlen et al. (16) utilizaram e informaram os parâmetros de processo apresentados na Tabela 9 para fabricar uma peça de paredes finas (altura 8,2 mm, 60 camadas) inserindo dois termopares em alturas de 2,5 mm e 6 mm, depositando 30 camadas após a inserção do 2º termopar para assim acompanhar os ciclos térmicos durante a deposição. Além disso, produziram corpos de prova (CP) cilíndricos para ensaio de dilatométrica com 13 mm de altura (130 camadas).

Os ciclos térmicos monitorados no experimento de Bohlen et al. (16) podem ser vistos na Figura 47.B e revelaram temperaturas máximas de 572 °C em P1 e 210 °C em P2, durante a deposição das 30 camadas acima de P1. Já as taxas de resfriamento

podem ser verificadas em 47.C. Observa-se que, nos resultados não foi comprovado o estabelecimento de temperatura suficiente para a austenitização, sem que sua ocorrência possa ser descartada, porém a ocorrência de taxas de resfriamento suficientes para nova têmpera sim. Ademais, foi confirmada a existência de temperaturas suficientes para o revenimento de martensita formada no resfriamento do produto sólido resultante do processo de deposição.

Tabela 9 – Características do laser e parâmetros de processo L-DED com pós de aço H13 no estudo de Bohlen et al. (16).

	Característica	Valor
Laser	Potência máxima (laser Nd:YAG)	4,0 kW
	Diâmetro do laser	800 μm
	Potência (W)	80 a 300
	Velocidade de varredura do laser (mm/s)	5
Processo L-DED	Taxa de alimentação (g/min)	1,2
	Número de camadas	80 e 130

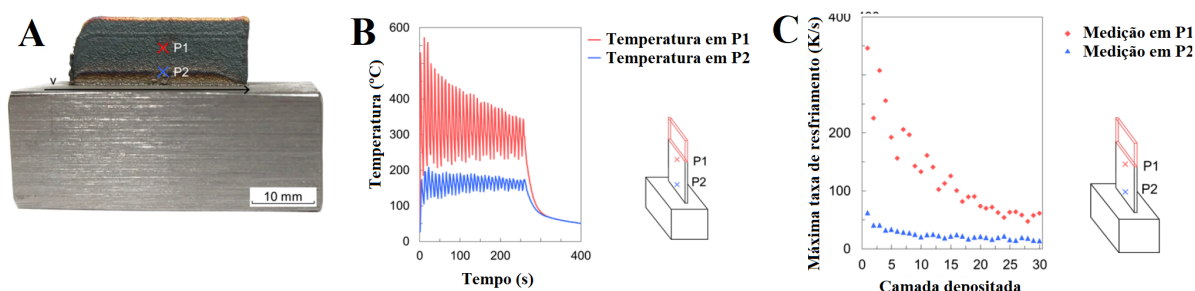


Figura 47 – (A) Amostra depositada e indicação das posições dos termopares P1 e P2; (B) Perfil térmico medido por P1 e P2 e (C) Máxima taxa de resfriamento detectada em P1 e P2 em 30 deposições acima de P2 (16).

Bohlen et al. (16) ressaltam que os ciclos térmicos sucessivos foram capazes de realizar os chamados "tratamentos térmicos intrínsecos" (IHT) que podem consistir em: atingimento de temperaturas superiores à de austenitização (admitida como sendo de 860 °C para o aço H13 em tal trabalho), com formação de austenita e posterior transformação martensítica (temperatura de início da transformação martensítica adotada pelos autores sendo 355 °C), devido às elevadas taxas de resfriamento; revenimento da martensita formada na têmpera. Os autores ressaltam que tais caminhos dependem significativamente da geometria da peça depositada, dos parâmetros utilizados e da posição na peça, já que cada ponto experimenta distintos ciclos térmicos. Tais constatações concordaram com a expectativa dos autores de encontrar na deposição do aço H13 as fases martensita, austenita retida e carbonetos finos.

Bohlen et al. (16) ainda frisaram que a mencionada pluralidade microestrutural no produto "como fabricado" refletiu-se em gradiente de microestrutural em amostra de dilatométrica temperada, a qual se apresentou na forma de variados tamanhos de grão austenítico prévio, bem como de variados níveis de dissolução de carbonetos durante a austenitização da têmpera executada. Assim, indicaram a realização de tratamentos térmicos complementares após a deposição do aço H13. Ademais, a microestrutura das amostras de tal trabalho apresentou estrutura dendrítica, com identificação de micro-segregação de elementos químicos e a presença de carbonetos.

A deposição obtida no trabalho de Bohlen et al. (16) foi considerada como sem trincas ou poros e apresentou, em termos de propriedade mecânica, dureza (Vickers 1000 g) com um padrão heterogêneo tanto na amostra para dilatométrica quanto na amostra de parede fina com termopares. No primeiro caso, verificaram resultado variando de 400 HV até 680 HV, enquanto no segundo (amostra com termopares), durezas de 420 HV a 680 HV. Interessante notar que na amostra para dilatométrica, quando sujeita a tratamento de têmpera, a dureza se mostrou homogênea, com valor de aproximadamente 600 HV. Quanto à microdureza Vickers (100 g), foi verificada na amostra para dilatométrica na condição "como fabricada", não revelando a variedade observada na dureza (1000 g), é apresentando valor aproximado de 760 HV_{0,1}.

Outro trabalho a mencionar é o de Braga et al. (48) no qual verificou-se a utilização de tecnologia L-DED com pó metálico de H13 atomizado a gás (fornecedor LPW *Technology*) variando entre 45 e 90 μm , com a seguinte composição química, em % em massa: C (0,32 a 0,45); Mn (0,20 a 0,50); Si (0,80 a 1,20); V (0,80 a 1,20); Mo (1,10 a 1,75); Cr (4,75 a 5,50); e Fe, balanço. Quanto à morfologia, observaram primordialmente partículas esféricas ou quase esféricas, apesar de uma pequena parcela de partículas ovais, em formato de pera, oblongas e similares a satélites, conforme mostrado na Figura 48.

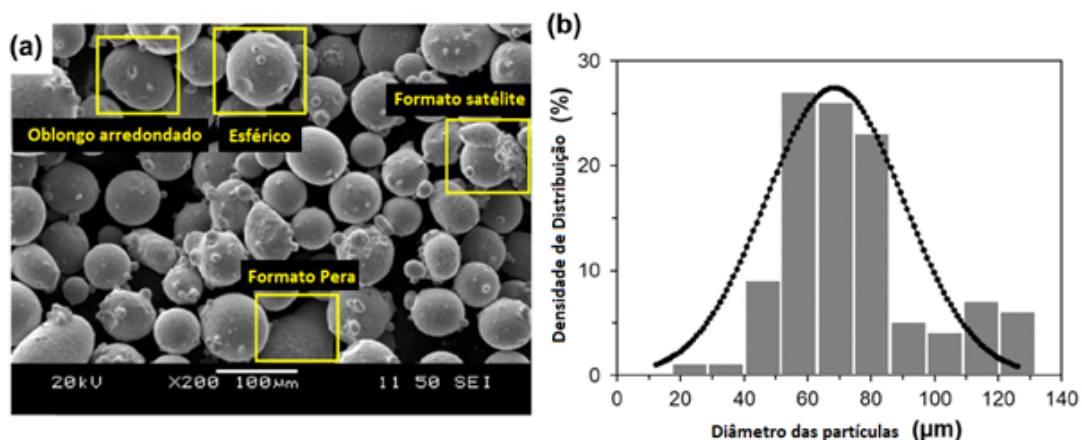


Figura 48 – Caracterização de pós aço H13: a) morfologia observada no MEV (elétrons secundários); b) distribuição de tamanhos de partícula (48).

Tratando dos parâmetros de processo utilizados, Braga et al. (48) apresentam características do laser e parâmetros de processo utilizados, conforme mostrado na Tabela 10, fazendo menção ao uso de uma densidade volumétrica de energia de $E = 102,08 \text{ J/mm}^3$.

Tabela 10 – Características do laser e parâmetros de processo L-DED com pós de aço H13 no estudo conduzido por Braga et al. (48).

Característica		Valor
Laser	Potência máxima (fibra com Yb – $\lambda=1070 \text{ nm}$)	1,5 kW
	Distância focal	10 mm
	Profundidade de foco	2 mm
Processo L-DED	Potência	800 W
	Velocidade de varredura do laser	5,83 mm/s
	Velocidade de alimentação do pó	20% (RPM)
	Gás de proteção	Argônio (99,995% Ar)
	Fluxo de gás no bico	4 L/min
	Fluxo gás de proteção	8 L/min
	Fluxo gás condutor	5 L/min
	Distância entre trilhas	0,65 mm
	Número de camadas	3

Em termos de propriedades mecânicas, Braga et al. (48) encontraram valores de microdureza Vickers de 671 HV na porção de H13 depositado.

Quanto à microestrutura encontrada por Braga et al. (48), verificou-se um crescimento epitaxial e colunar do produto fundido nas porções inferiores de depósito, bem como estruturas equiaxiais em porções superiores, em ambos os casos com aspecto celular/dendrítico (Figura 49.A). Também foi identificada a presença da fase martensita (α') e fase α , a qual se associada à ferrita/martensita revenida, geradas pelos sucessivos ciclos térmicos decorrentes de reaquecimentos (Figura 49.B). Também foram identificados, na região de transição entre o depósito e o substrato (também de H13), o coalescimento de carbonetos ricos em Cr e Mo (Figura 49.C), fenômeno também associado aos inúmeros ciclos térmicos típicos de MA/DED.

Por sua vez, Pellizzari et al. (74) utilizaram pó de aço H13 atomizado a gás, do fornecedor Sandvik Osprey, com granulometria elucidada na Tabela 11 e a seguinte composição, em % de massa: Cr (5,16); Mo (1,59); V (1,10); Si (0,95); Mn (0,49); C (0,40); O (0,02); e Fe, em balanço.

Pellizzari et al. (74) realizaram deposição via L-DED do pó de aço H13 sobre substrato de CuBe, com e sem pré-aquecimento deste, utilizando os parâmetros listados na Tabela 12, atingindo valores entre 640 e 800 HV para a propriedade mecânica dureza.

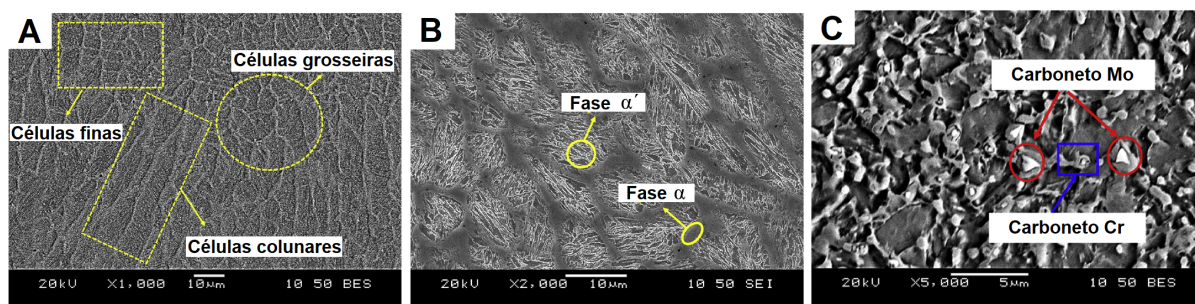


Figura 49 – Aspectos microestruturais desenvolvidos na deposição de aço H13 por L-DED em substrato de H13 evidenciando: (A) estrutura celular equiaxial em regiões superiores e alongada em porções inferiores; (B) presença de martensita (α') e martensita revenida (α); e (C) identificação de porções associadas a carbonetos ricos em Cr e Mo, coalescidos pela ação térmica da deposição em região de transição depósito-substrato (48).

Tabela 11 – Característica quanto a granulometria do pó metálico do aço H13 usado no estudo de Pellizzari et al. (74).

Propriedade	Valor
Distribuição granulométrica	45 a 106 μm
Percentual dentro da faixa desejada	94,76%
Percentual acima de 106 μm	0,25%
Percentual abaixo de 45 μm	4,99%

Tabela 12 – Laser e parâmetros DED para *cladding* com pó do aço H13 no estudo de Pellizzari et al. (74).

Característica		Valor
Laser	Potência máxima (laser de diodo $\lambda=1020\text{ nm}$)	2,5 kW
	Diâmetro laser	3 mm
	Distância focal	13 mm
	Potência	1,6 a 2,2 kW
Processo L-DED	Velocidade de varredura do laser	16,66 mm/s
	Diâmetro do laser	3,0 mm
	Gás de proteção e condução	Argônio
	Razão de “Overlap”	50 a 60%
	T pré-aquecimento substrato	Nenhuma, 150 e 250 $^{\circ}\text{C}$
	Taxa de alimentação de pó	8 a 16 g/min
	Fluxo gás de proteção	5,5 L/min
	Fluxo gás condutor	5 L/min
	Número de camadas	Trilha única ou área única

Quanto à microestrutura, Pellizzari et al. (74) observaram a presença de um misto de estruturas dentríticas colunares e equiaxiais, ambas em estruturas celulares (Figura 50.A). Além disso, verificaram a presença predominante de martensita, com alguma presença de austenita retida (menos de 3%) e indícios de carbonetos dos tipos MC e $M_{23}C_6$ (Figura 50.B), mencionando que estes estariam associados ao acúmulo de elementos de liga do aço H13, microsegregados nas regiões interdendríticas.

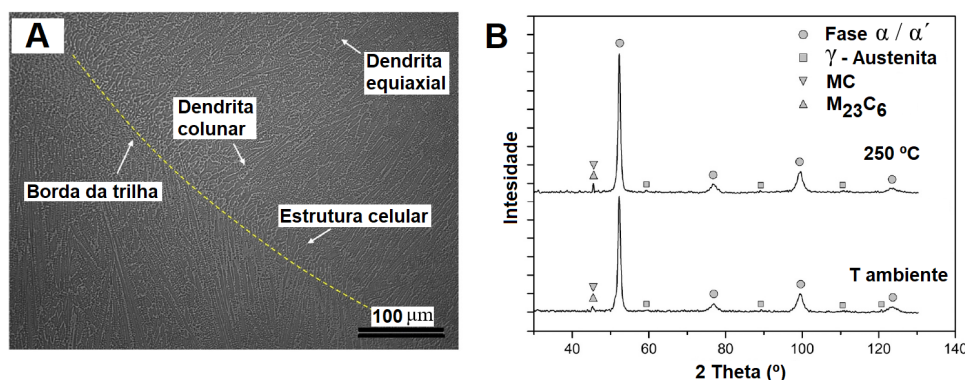


Figura 50 – (A) Aspecto microestrutural resultante da deposição de aço H13 por L-DED evidenciando estruturas celulares em forma de grãos dendríticos equiaxiais e colunares; (B) difratogramas, com uso de radiação Co K α , de deposição sem e com pré-aquecimento do substrato a 250 °C, evidenciando a presença de martensita, austenita e alguns carbonetos (74).

Já Joshi et al. (23) utilizaram em seu estudo pó de H13 atomizado a gás do fornecedor *Carpenter Technology*, de composição química contendo os seguintes percentuais em massa (%): 5,1 Cr, 0,9 V, 1,3 Mo, 0,38 C, 1,0 Si e Fe (balanço). Sua morfologia era predominantemente esférica, apesar da existência de algumas partículas satélites (vide Figura 51), e a distribuição de tamanhos se dava conforme os seguintes percentis:

- $D_{10} = 60 \mu\text{m}$
- $D_{50} = 90 \mu\text{m}$
- $D_{90} = 110 \mu\text{m}$

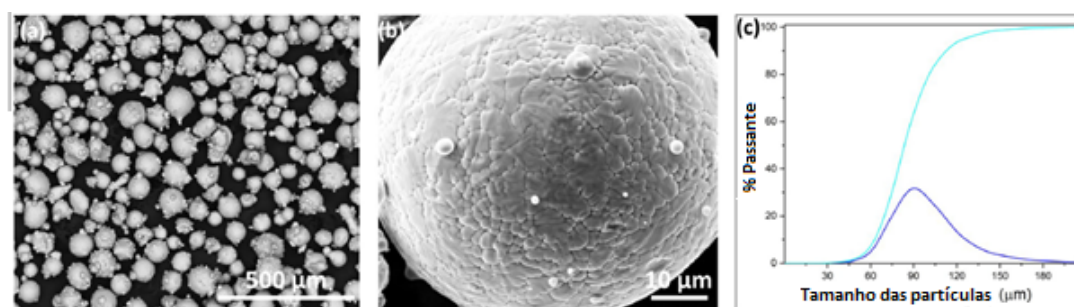


Figura 51 – Caracterização de pós do aço H13: aspecto morfológico observado no MEV, em (a) baixo e (b) elevado aumento; e (c) distribuição de tamanhos de partícula (difratometria a laser) (23).

Os parâmetros utilizados na manufatura via L-DED por Joshi et al. (23) para fabricar cubos de aresta 2,5 cm podem ser verificados na Tabela 13. Nas várias deposições por eles realizadas, os autores chegaram em durezas na faixa de 500 a 700 HV, dependendo do conjunto de parâmetros utilizados.

Tabela 13 – Laser e parâmetros DED para processamento de cubos maciços de H13 no estudo de Joshi et al. (23).

	Característica	Valor
Laser	Potência máxima (laser Nd:YAG)	1,2 kW
	Diâmetro do laser	1 mm
	Distância focal	13 mm
Processo L-DED	Potência	350 W
	Velocidade de varredura do laser	5,8 a 14,8 mm/s
	Gás de proteção e condução	Argônio
	Dimensão de “Overlap”	0,6 mm
	Tempo de residência do laser	0,17 a 0,06 s
	Fluência do laser ¹	30 a 77 J/mm ²
	Taxa de deposição	9,5 mg/mm
	Espessura de camada	0,4 mm

¹Mesma unidade da Densidade Efetiva de Energia (seção 2.4.3).

Joshi et al. (23) apresentaram, ainda, sequência de eventos que tomam parte na deposição por L-DED e levam à pluralidade microestrutural mencionada, a qual pode ser vista na Figura 52.A. Além disso, apresentaram diagrama TTT para o aço H13 evidenciando a possibilidade de formação de martensita, bainita e a precipitação de carbonetos, a partir da austenita, conforme Figura 52.B.

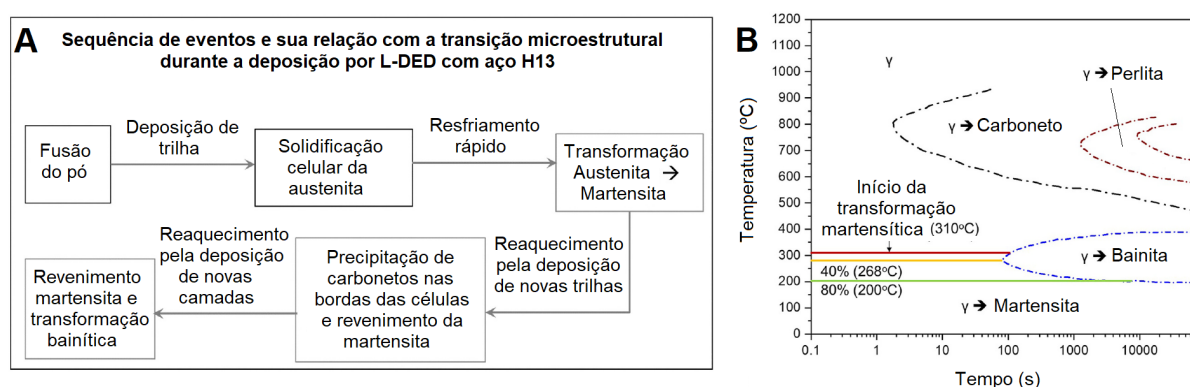


Figura 52 – (A) Fluxograma com sequência de eventos e sua relação com transformações microestruturais na deposição com L-DED de aço H13; (B) diagrama TTT para o aço H13 (23).

Quanto à microestrutura dos produtos finais, Joshi et al. (23) encontraram estruturas celulares, contendo porções de ferrita/martensita revenida e martensita temperada,

além de porções similares à bainita e austenita retida, bem como regiões com precipitados ricos em elementos de liga do aço H13 nos contornos das células de solidificação formadas no interior das dendritas, sendo este padrão plural relacionado aos sucessivos e repetitivos ciclos térmicos, típicos da MA, envolvendo aquecimento, resfriamento rápido e reaquecimentos, conforme ilustrado na Figura 53.

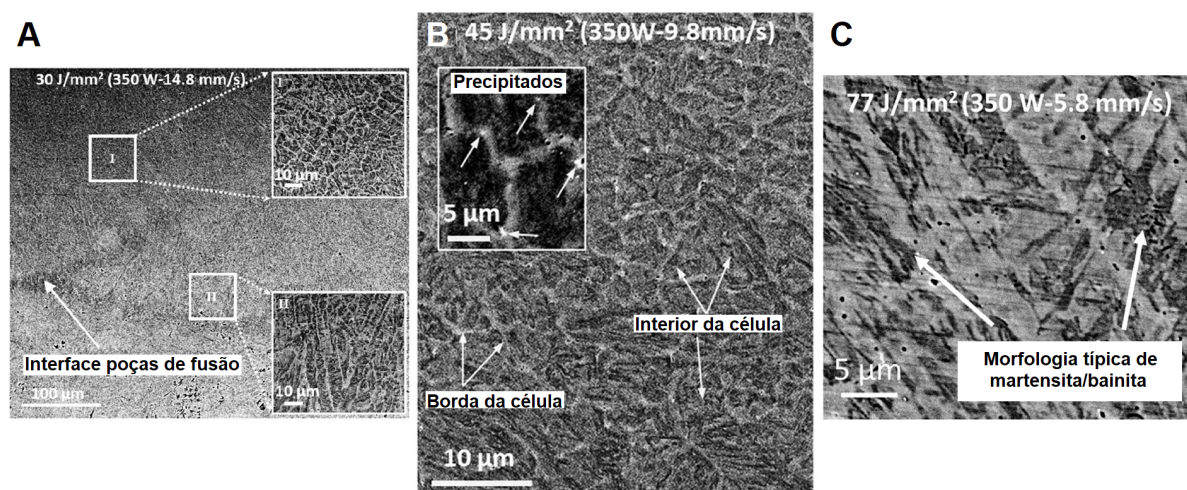


Figura 53 – Aspectos microestruturais resultantes de três condições de parâmetros de deposições evidenciando: (A) interface entre as poças de fusão e a estrutura celular regular (em I) e alongada (em II); (B) destaque para a estrutura celular com segregação de solutos e a identificação de indícios de precipitados dos EL do aço H13 nas bordas das células; e (C) identificação de padrão microestrutural sugestivo de martensita e/ou bainita (23).

Outro estudo interessante foi realizado por Mukherjee (96) com pó de aço H13 atomizado a gás e depositado via L-DED com foco em analisar os efeitos da modificação de parâmetros de deposição como potência do laser, velocidade de varredura e distância entre o foco do laser e a superfície de deposição (distância de desfocagem - *defocusing distance*). Deste decidiu-se extrair os mapas de conjugação ótima de parâmetros, para o rol de parâmetros utilizados pelo autor, os quais podem ser vistos na Figura 54. Destes mapas, extraíram-se dados de um ponto aproximadamente no centro das regiões ótimas (marcados com círculo vermelho) para o cálculo das densidades volumétrica e efetiva de energia por ele utilizadas, chegando-se aos valores mostrados na Tabela 14.

Já Silveira et al. (31) depositaram via L-DED pó de aço H13 (especificações não indicadas) com os parâmetros mostrados na Tabela 15 gerando um depósito de 30 camadas com espessura de 1,6 mm e altura de 6,8 mm, na qual investigaram a microestrutura e a evolução da precipitação em posições a 0 % (base), 50 % (meio), 75 % e 100 % (topo), utilizando técnicas de difração de raios X com alta energia (síncroton - HEXRD) e tomografia por sonda atômica (APT). A evolução da precipitação já foi explorada na seção 2.4.2 e aqui será dada ênfase à microestrutura encontrada pelos autores ao longo do

perfil vertical de seu depósito e a dureza encontrada nas posições analisadas.

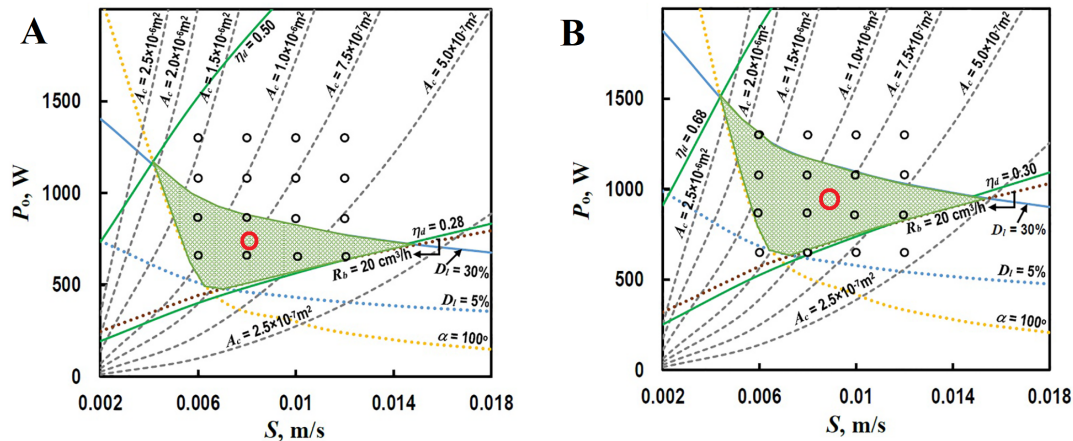


Figura 54 – Mapas com parâmetros de processamento ótimos para deposição de pós de aço H13 com diferentes distâncias de desfocagem: (A) 23 mm; (B) 334 mm. Adaptado de Mukherjee (96).

Tabela 14 – Cálculo das densidades volumétrica e efetiva de energia com parâmetros utilizados em estudo de definição de conjunção ótima de parâmetros variando a distância de desfocagem, conforme estudo de Mukherjee (96).

Grandeza/Amostra	Df ² = 23 mm	Df ² = 34 mm
Potência ¹ (W)	750	900
Velocidade de varredura do laser ¹ (mm/s)	7	9
Densidade volumétrica de energia (Ev)	97,97	28,83
Densidade efetiva de energia (Ee)	109,33	24,33

¹Valores centrais nos mapas da Figura 54;

²Distância entre foco do laser e superfície de deposição.

Tabela 15 – Parâmetros L-DED para processamento de parede fina com pó de H13 no estudo de Silveira et al. (31).

Parâmetro de processo	Valor
Potência (W) - laser estado sólido YAG	300
Diâmetro do laser (mm)	0,3
Velocidade de varredura do laser (mm/s)	5
Taxa de alimentação do pó (g/min)	5,6
Número de camadas	30
Incremento em z por camada (mm)	0,4
Intervalo entre a deposição das camadas (s)	5

Silveira et al. (31) verificaram que na posição de topo (100 %, Figura 55.A e B) se fazia presente a martensita temperada fruto do resfriamento no estado sólido após ciclos de fusão/solidificação, apresentando estrutura celular/dendrítica, delineada pela

microsegregação de EL (menos suscetíveis ao ataque químico) nas bordas das células e entre as interfaces com os braços das dendritas. Tal região estava com dureza média de 672 HV.

No produto do depósito, em posição de 75% da sua altura (Figura 55.C e D), observaram a presença de martensita, porém resultante de sucessivos ciclos de austenitização e têmpera, apresentando-se com a microsegregação e as bordas a ela associadas em processo de decomposição, tornando a estrutura celular menos perceptível. A dureza média identificada nesta porção foi de 690 HV.

Já na posição de 50 % da altura do produto do depósito (Figura 55.E e F) verificou-se região severamente revenida (em temperaturas altas), tornando as bordas das células de difícil identificação e levando a uma dureza média de 373 HV. Adicionalmente, uma série de precipitados (pontos claros/brilhantes, marcados por setas azuis) foram identificados ao redor de alguns grãos.

No produto do depósito em posições de 25 % (Figura 55.G e H) e 0 % da sua altura - na interface com substrato/base (Figura 55.I e J), processaram-se ciclos de revenimento em temperaturas mais baixas, já que o escoamento de calor para o substrato foi mais eficiente, pela sua proximidade. Novamente não se identifica a estrutura celular, apenas regiões escurecidas (marcadas por setas amarelas) associadas a bordas de células significativamente revenidas ao longo dos ciclos térmicos. Ademais, as regiões mais claras/brilhantes distribuídas na microestrutura podem ser associadas a precipitados finos. Quanto à dureza, a região a 25% apresentou valor médio de 458 HV, enquanto a de 0% 510 HV.

Ademais, verifica-se em diversas das micrografias apresentadas na Figura 55 a presença de poros (31) com aspecto circular e cor preta.

Finalmente, vale lembrar que para as amostras oriundas de MA a aplicação de tratamentos térmicos em pós-processamento tem suas eficácia em promoção de homogeneização microestrutural e de propriedades mecânicas, com a melhoria destas, e de redução de tensões residuais oriundas têmpera resultante das transformações no estado sólido após a solidificação, explicitadas na literatura (16, 85, 95, 191).

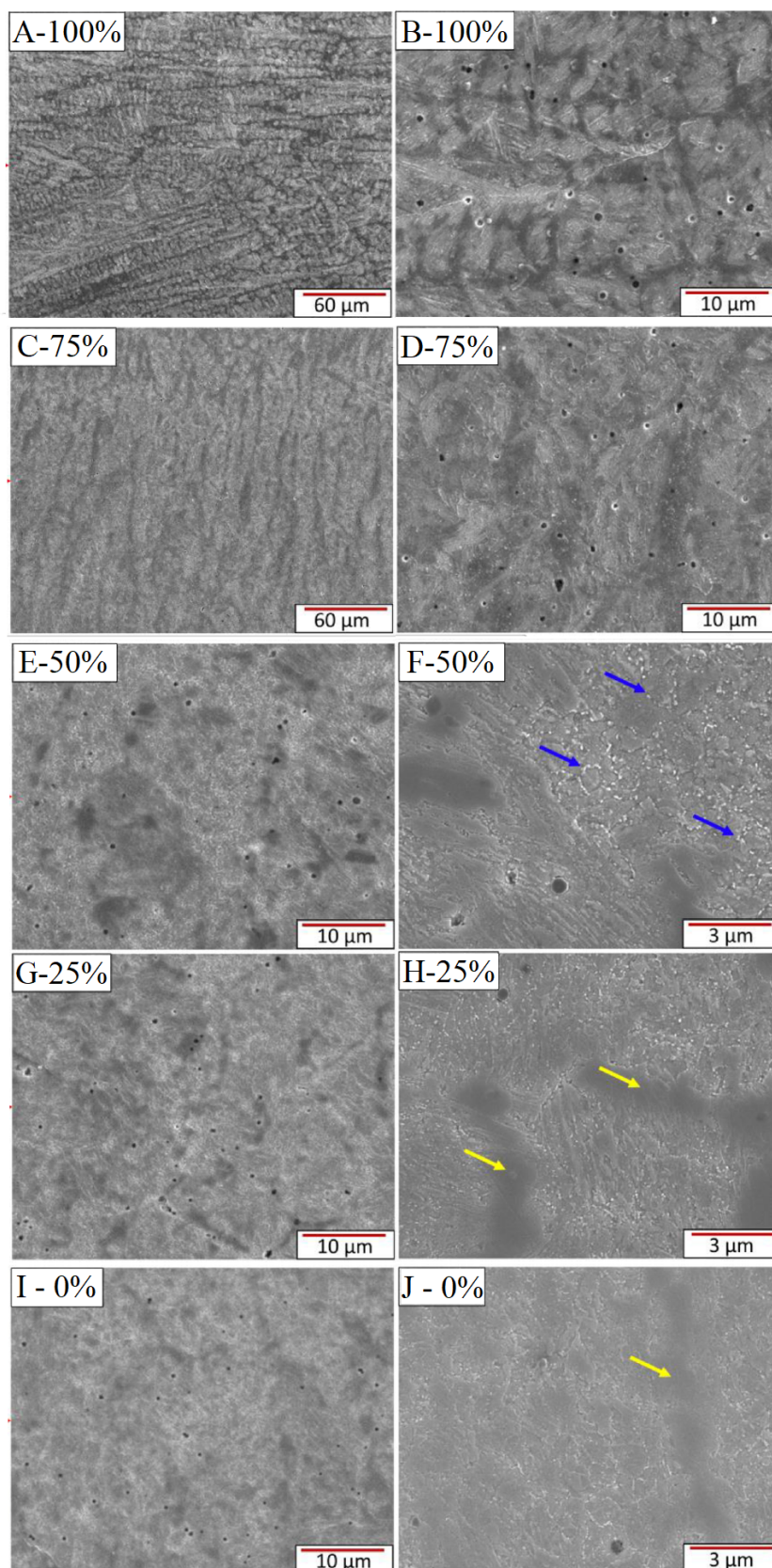


Figura 55 – Aspectos microestruturais ao longo de um perfil vertical em deposições com L-DED e pó do aço H13: A e B, posição de topo - 100 %; C e D, posição a 75 % da altura; E e F, posição a 50 %; G e H posição a 25 %; I e J, posição na base da deposição - 0%. Setas azuis indicando precipitados (pontos brilhantes); setas amarelas indicando fronteiras das células anteriormente existentes, revenidas por diversos ciclos térmicos (31).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo apresentam-se os materiais que foram objeto de estudo desta pesquisa, bem como os métodos e técnicas de processamento e caracterização adotados, conforme fluxograma esboçado na Figura 56.

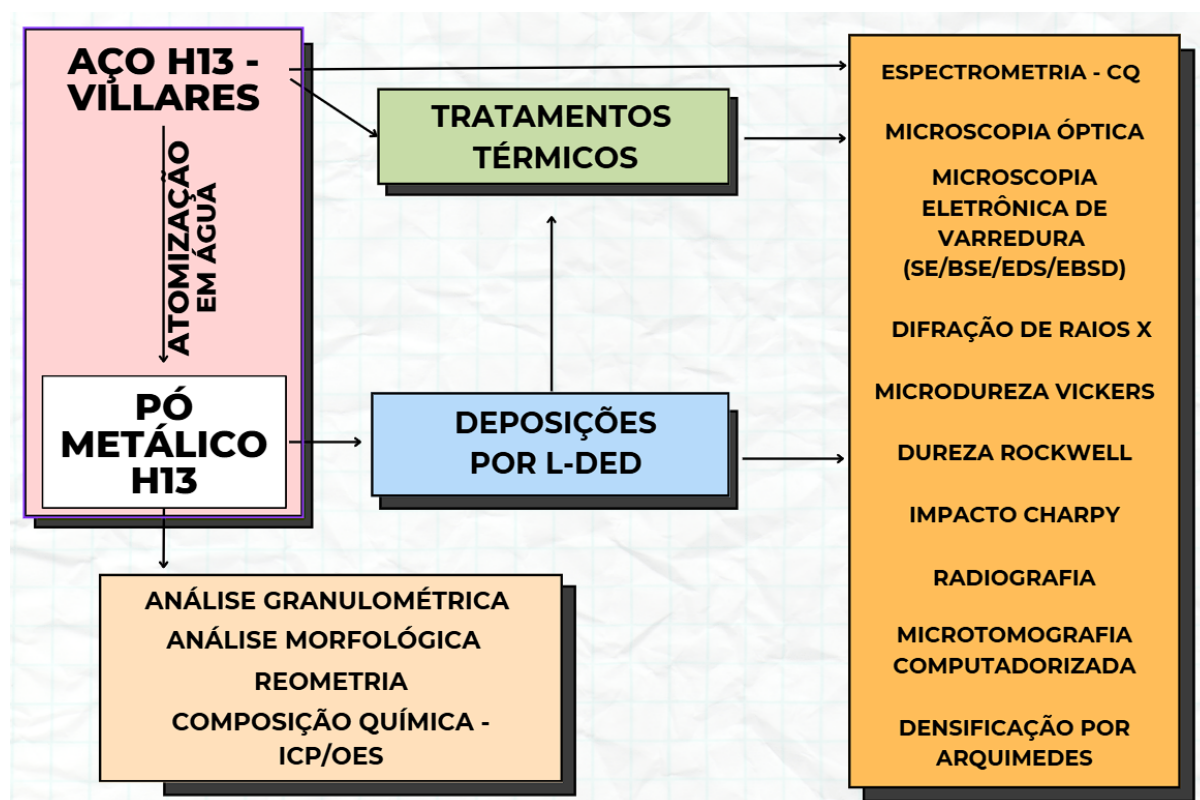


Figura 56 – Fluxograma que sintetiza os métodos de processamento e caracterização adotados para os materiais objeto de estudo nesta tese de doutorado

De forma a desenvolver uma pesquisa com materiais produzidos por empresa nacional, brasileira, foi selecionado para a presente tese um aço ferramenta para trabalho a quente H13 elaborado e forjado, como matéria-prima da manufatura convencional, e também como material de partida a ser atomizado por outra empresa brasileira a fim de se obter o pó metálico a ser utilizado como matéria-prima para manufatura aditiva.

Assim, de posse do aço H13 elaborado e processado por forjamento, manufatura convencional de natureza formativa, pela empresa do setor metalúrgico *Villares Metals*, pôde-se conduzir a parte da pesquisa associada ao tratamento térmico de têmpera e revenido, otimizada, para se avaliar o efeito destes na microestrutura e nas propriedades mecânicas, como também confrontar com resultados da literatura e com o produto obtido pela técnica de manufatura aditiva selecionada para a presente pesquisa.

Parte do aço H13 cedido pela *Villares Metals* foi submetido a processo de atomização em água, aparentemente pela primeira vez em empresa nacional, por meio da contratação do serviço da empresa Pós Metálicos Especiais Ltda., sem a intervenção desta pesquisa no estabelecimento dos parâmetros do processo de atomização realizado. Assim, o pó do aço H13 foi objeto de estudo da presente Tese de doutorado, desde sua caracterização enquanto pó, até seus produtos obtidos por MA, conforme citado anteriormente.

Por fim, foram envidados esforços na pesquisa para a parametrização e os ajustes do equipamento de manufatura aditiva por deposição por energia direcionada a laser (L-DED) instalado no Instituto de Estudos Avançados (IEAv) - São José dos Campos/SP,, parceiro do IME nesta pesquisa.

3.1 Materiais

3.1.1 Aço VH13 Recebido da Villares Metals

A empresa *Villares Metals*, instalada em Sumaré/SP, disponibilizou 80 kg de aço H13, forjado a quente na forma de barra de 180 mm de diâmetro e com 300 mm de comprimento (vide Figura 57), de forma a contribuir com os estudos que foram realizados.

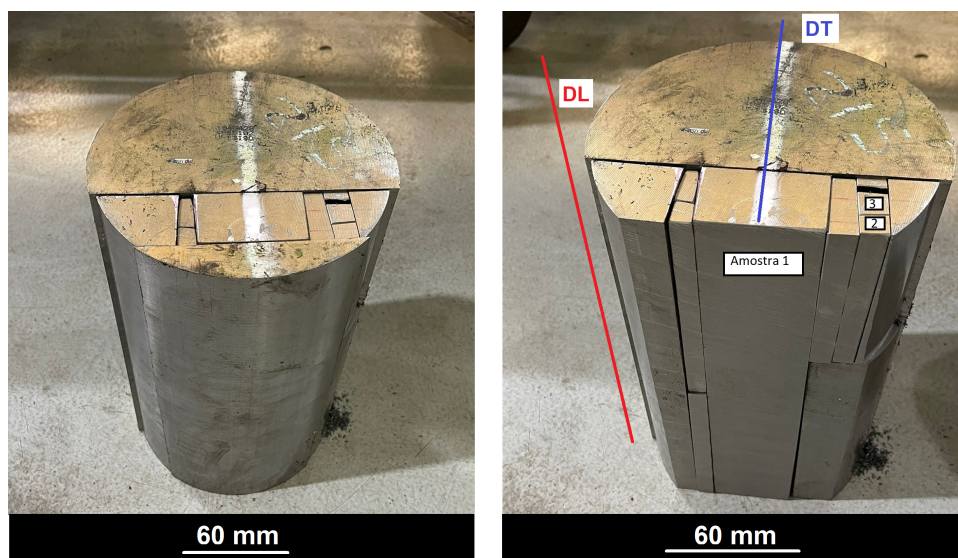


Figura 57 – Aço H13 cedido pela Villares: fotografias do corte de amostras para caracterização e realização de ensaios

Parte desse material foi submetido a caracterização da sua condição "como recebido", enquanto outra porção foi enviada à empresa nacional Pós Metálicos Especiais Ltda, a qual também se interessou pelo estudo e se dispôs a prestar o serviço de atomização do aço H13, de forma a gerar o pó desta liga que foi processado por MA no presente estudo, aparentemente pela primeira vez em empresa nacional, conforme descrito na seção 3.1.2.

Ilustra-se na Figura 57 o corte destas amostras para estudo no IME, bem como indicações de suas direções longitudinal (DL) e transversal (DT) da direção de forjamento da barra.

3.1.2 Pó Metálico do Aço H13 Atomizado em Água

O material de partida para fabricação via MA/L-DED deste trabalho é um pó de aço H13 atomizado em água, pela primeira vez produzido em uma empresa brasileira (192), o qual foi utilizado em uma tentativa de estimular a independência tecnológica nacional e reduzir custos, se considerados os altos preços envolvidos na importação de tal pó fabricado por atomização a gás ou plasma em empresas no exterior.

A fabricação do pó de aço H13 pelo método de atomização em água foi feita na empresa Pós Metálicos Especiais Ltda., escolhida após etapa de prospecção de empresa nacional capaz e disposta a atomizar tal material. Os parâmetros adotadas na atomização em água possuem sigilo industrial, com isto não fazem parte do escopo da presente pesquisa. Desta forma, o objeto deste estudo se ateve em caracterizar o pó e criticar o seu uso em função das condições de processo adotadas em L-DED, bem como caracterizar os produtos obtidos, na condição "como fabricado" e "tratados termicamente", comparando-os com o aço H13 da manufatura convencional, oriundo da *Villares Metals*, "como recebido" e "tratado termicamente".

3.2 PROCESSAMENTOS E CARACTERIZAÇÕES

3.2.1 Processamento

3.2.1.1 Tratamentos térmicos otimizados

Anteriormente a esta Tese, em estudos para desenvolvimento da Proposta de Tese de Doutorado (193), realizaram-se "tratamentos térmicos preliminares" com um aço H13 fornecido pela IMBEL/FJF - Juiz de Fora/MG, incorporados àquela Proposta de Tese (193) e publicados em artigo dos Anais da ABM Week 2023 (194), a fim de avaliar o efeito da têmpera a 1050 °C por 1 h em condições extremas de taxa de resfriamento (em água com agitação e ao ar) e posterior revenido simples e duplo a 550 °C por 1 hora, com resfriamento ao ar. Os resultados destes testes, juntamente com discussões tecidas com pesquisadores que participaram do 19º Seminário sobre Moldes, Matrizes e Ferramentas, no âmbito do Congresso ABM Week 2023, permitiram amadurecer o entendimento e buscar outras fontes de literatura quanto às boas práticas para tratamentos térmicos do aço H13, tais como as prescrições feitas pela *North American Die Casting Association* (NADCA), especialmente as contidas na norma NADCA #207 (64).

Desta forma, será utilizada a nomenclatura "tratamentos térmicos otimizados"

de forma a não confundi-los com os "tratamentos térmicos preliminares" trabalhados na Proposta de Tese e em artigo publicado (193, 194). O aço H13 convencional de origem IMBEL/FJF não figurou como material desta Tese, mas foi mencionado, juntamente com os tratamentos térmicos nele aplicados em discussões comparativas com o aço H13 oriundo da *Villares Metals*.

Diante disso, os tratamentos térmicos, ditos otimizados, com exemplares oriundos da manufatura convencional e aditiva foram processados, na presente tese, de maneira comparativa, segundo parâmetros que se aproximam das prescrições feitas na norma NADCA #207 (64), os quais podem ser verificados na Tabela 16.

Tabela 16 – Parâmetros para tratamento térmico otimizado, sendo as amostras introduzidas no forno pré-aquecido na temperatura de encharque e variação de ± 10 °C admitida.

Etapa do tratamento	Características
Têmpera	- Encharque a 1030 °C, com permanência por 1 h; - Resfriamento em óleo, interrompendo o mesmo de modo a introduzir a peça/amostra com a superfície a 50 °C no forno em que será conduzido o 1º revenimento.
1º Revenimento	- Inserção das amostras a revenir, com sua superfície a 50 °C, imediatamente após o resfriamento da têmpera; - Encharque a 565 °C, por 2 h; - Resfriamento ao ar, até a temperatura ambiente.
2º Revenimento	- Encharque a 550 °C, por 2 h; - Resfriamento ao ar, até a temperatura ambiente.

Destaca-se que algumas variações foram adotadas: uma delas refere-se ao fato de o tratamento térmico previsto pela NADCA propor o uso de fornos com atmosfera controlada e resfriamento com nitrogênio pressurizado, apesar do reconhecimento da possibilidade de uso de outros meios de resfriamento na têmpera (64). No presente trabalho, foi adotado o resfriamento com óleo, capaz de atender à taxa mínima de resfriamento superficial prevista na NADCA #207, qual seja 28 °C/min (64), ao invés de adotar os meios de resfriamento testados nos estudos preliminares - água (que resulta em altos níveis de tensão residual) ou ar (que pode resultar em precipitação de carbonetos grosseiros e indesejáveis durante a etapa de resfriamento da têmpera). Além disso, a Norma em questão prevê a realização do resfriamento da têmpera contando com patamar para homogeneização da temperatura entre centro e superfície, de forma a evitar danos em peças reais de grande porte. Pelo fato de o presente trabalho científico lidar com amostras diminutas, além do fato já mencionado da não utilização de fornos com controle do resfriamento na têmpera (o qual ocorreu em óleo), admitiu-se não haver prejuízo no resfriamento contínuo. Também pelo fato de as

amostras deste trabalho serem de tamanho reduzido, foram suprimidos dois patamares para homogeneização superfície-centro realizados no aquecimento, na faixa dos 600 °C e 800 °C. A norma NADCA também indica que a variação admitida da temperatura de encharque deve ser de ± 5 °C, porém nos fornos muflas disponíveis para o estudo esta variação é de ± 10 °C. Com isto, fez-se uso da variação dos fornos disponíveis, com a preocupação usar um segundo termopar para medir a temperatura da região do forno em que as amostras encontravam-se e só contabilizar o tempo de encharque a partir da monitoração da temperatura deste termopar, após o revestimento refratário do forno estar devidamente aquecido.

Ao iniciar a preparação dos fornos para os tratamentos térmicos, o forno foi aquecido até a temperatura alvo do encharque (no caso da têmpera 1030 °C com variação de ± 10 °C admitida), permanecendo nesta por no mínimo 1 h para que o refratário se homogenizasse nesta temperatura. Somente após esta homogeneização que os tratamentos em questão se iniciaram, com a introdução das referidas amostras do aço H13. É importante destacar que todas as vezes que se abria a porta dos fornos ocorria uma queda de temperatura, e com isto, as amostras eram introduzidas no seu interior com o mínimo de tempo entre a abertura e fechamento da porta do forno. Além disso, com o uso de um termopar junto a região onde se encontrava a amostra, o tempo de encharque (1 h para têmpera) só começava a ser contabilizado quando a temperatura do visor deste termopar voltava a marcar a temperatura objetivada para o encharque. Ao término do encharque, as amostras foram extraídas do forno e imediatamente imersas em óleo para resfriamento, processo que foi interrompido de modo que a superfície da amostra estivesse a 50 °C, para então ser imediatamente inserida em um segundo forno mufla de forma a conduzir-se o revenido, que a seguir encontra-se descrito como "revenimento direto".

Ressalta-se que foi utilizado óleo de têmpera cedido pela IMBEL/FJF, modelo Luc Temp, marca Luc Temper, além de fornos tipo Mufla, marca Quimis ou marca Sp Spencer, do Laboratório de Tratamentos Termomecânicos do IME.

De modo a se ter a otimização também do tratamento térmico de revenido, decidiu-se que o revenido duplo seguiria os seguintes procedimentos:

- 1º revenimento: foi conduzido adotando-se a prática de "revenimento direto", ou seja, a amostra resfriada em óleo no tratamento térmico de têmpera teve seu resfriamento interrompido a partir do controle da temperatura da sua superfície de modo a ser introduzida com a mesma a 50 °C no forno pré-aquecido na temperatura de encharque a 565 °C para o revenido. Adotando-se o mesmo procedimento que na têmpera, após a inserção da amostra no forno e fechamento de sua porta, o tempo de encharque de 2 h só começou a ser contabilizado após a temperatura do termopar próximo a amostra voltar indicar 565 °C (com ± 10 °C de variação admitida). Por fim se deu o resfriamento ao ar;
- 2º revenimento: - este foi conduzido também introduzindo a amostra já com forno pré-

aquecido na temperatura de encharque, porém neste caso a 550 °C (com ± 10 °C de variação admitida) e com a amostra a partir da temperatura ambiente, e manutenção por 2 h, após se verificar que a temperatura do termopar junto da amostra voltou a indicar a temperatura de encharque objetivada. Da mesma forma que o primeiro revenimento conduziu-se ao final do encharque o resfriamento ao ar.

Finalmente, destaca-se que também foi realizado, dentro do escopo da busca por otimização dos tratamentos térmicos e seguindo tendência de investigação observada na literatura (69, 79, 88), o tratamento térmico de "revenimento direto" com amostra depositada por MA na condição "como fabricada" (sem a realização da têmpera). Nesta pesquisa escolheu-se a amostra fruto da deposição de 3 camadas (A3), realizando revenimento com os mesmos procedimentos descritos anteriormente para o 2º revenimento (amostra a partir da temperatura ambiente), mas com temperatura de encharque de 575 °C (± 10 °C de variação).

3.2.1.2 L-DED no IEAv

A MA pela técnica de L-DED foi realizada em laboratório de fabricação do Instituto de Estudos Avançados (IEAv) - São José dos Campos/SP, órgão do Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA), da Força Aérea Brasileira (FAB), e parceiro em projetos do Instituto Militar de Engenharia (IME), utilizando um aparato produtivo não-proprietário ilustrado na Figura 58, resultado da integração de diversos componentes mencionados na Figura 59, em uma tentativa de estímulo à independência tecnológica nacional.



Figura 58 – Visão Geral do Equipamento de Deposição MA/DED do IEAv:(A) Braço Robótico; e (B) Cabeçote com laser e alimentadores de pó.

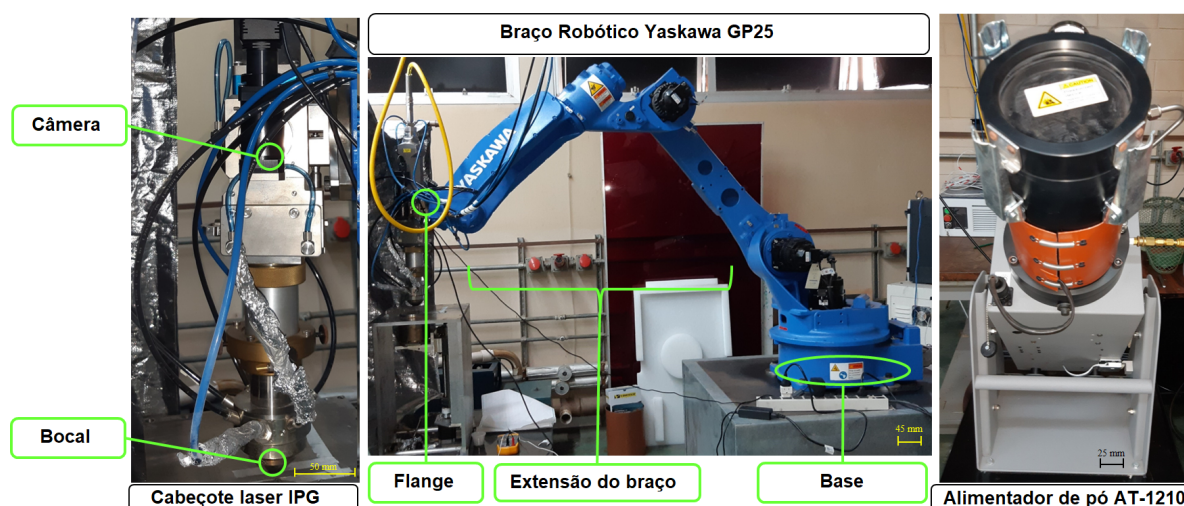


Figura 59 – Principais Componentes do Equipamento de Deposição MA/DED do IEAv.

A parametrização do processamento de manufatura aditiva via L-DED, desde os testes iniciais até a otimização, está destacada na Tabela 17. Salienta-se que as condições iniciais foram estabelecidas de parâmetros extraídos da literatura (23, 74) e publicadas em Congresso da ABM 2023 (192). Por outro lado, os parâmetros das condições subsequentes até a otimização foram ajustados conforme análise dos resultados das amostras resultantes de cada processamento.

Parte do equipamento existente no IEAv pode ser vista na Figura 60, na qual se observa o sistema de alimentação de pó e aplicação do laser (desligado em "a" e ligado em "b"), bem como imagens geradas por câmera acoplada ao sistema de alimentação, mostrando imagem térmica da poça de fusão formada durante a varredura do laser.

O pó metálico fornecido pelo alimentador é conduzido por gás inerte, Argônio, (fluxo do gás e taxa de alimentação do pó estabelecidos na Tabela 17, conforme a evolução do trabalho experimental) através de tubulação até o cabeçote do laser, sendo então e fundido por um feixe de laser durante a deposição (potência e velocidade de varredura registradas na Tabela 17, estabelecidas conforme a evolução do trabalho experimental), gerando a superposição de diversas trilhas lado-a-lado por camada depositada, como também permitindo a fabricação de amostras com superfícies superpostas entre si e inicialmente a um substrato, conforme ilustrado na Figura 61.

As deposições foram realizadas em algumas fases:

- Deposições preliminares de trilhas (T);
- Deposições de áreas (A);
- Deposições de volumes (V).

Tabela 17 – Parâmetros Utilizados na Deposição de Amostras com L-DED e pó de aço H13.

Deposições preliminares de trilhas (T)											
Amostra	v ¹ (mm/s)	Potência ² (W)	Gás de condução (l/min)	Gás de proteção (l/min)	Alimentação pó ³ (g/min)	D focal ⁴ (mm)	Sobreposição horizontal (%) ⁵	Substrato	Nº de camadas	Condição	
T1SD	24	1165,5	Sem controle de fluxo (40 psi no cilindro)	Sem controle de fluxo (2,5 bar cilindro)	Sem pó	240	Sem deposição	Aço	0	Irradiação de laser no substrato	
T2SD	12				Sem quantificar		100	inoxidável 304	1		
T3SD	6										2
T3CD1	6										
T3CD2											
T3CD3											
Deposições de áreas (A)											
A1	5	1282,5	6	7	7,2	238	50	Aço baixo C	1	Deposições para avaliação da integração entre camadas e com substrato	
A2								2			
A3								3			
Deposição de volumes (V)											
V1	3	1050 a 1275	7	5	9,5	227	50	Aço inoxidável austenítico 201 LN	16	Deposições com ajuste de parâmetros para melhoria da densificação	
V2	3	1050 a 1275	7	5	4,75						
V3	3	1275	7	10	4,75						
V4	3	1275	7	10	3,8						
V5	3	1275	7	10	3,8	Deposição para extração de CP Charpy					

¹Velocidade de varredura do laser;

²Potência do laser;

³Taxa de alimentação de pó;

⁴Distância focal do laser em relação à superfície do substrato ou à última camada depositada.

⁵Distância entre trilhas vizinhas, considerando o grau de sobreposição entre elas em uma mesma camada.

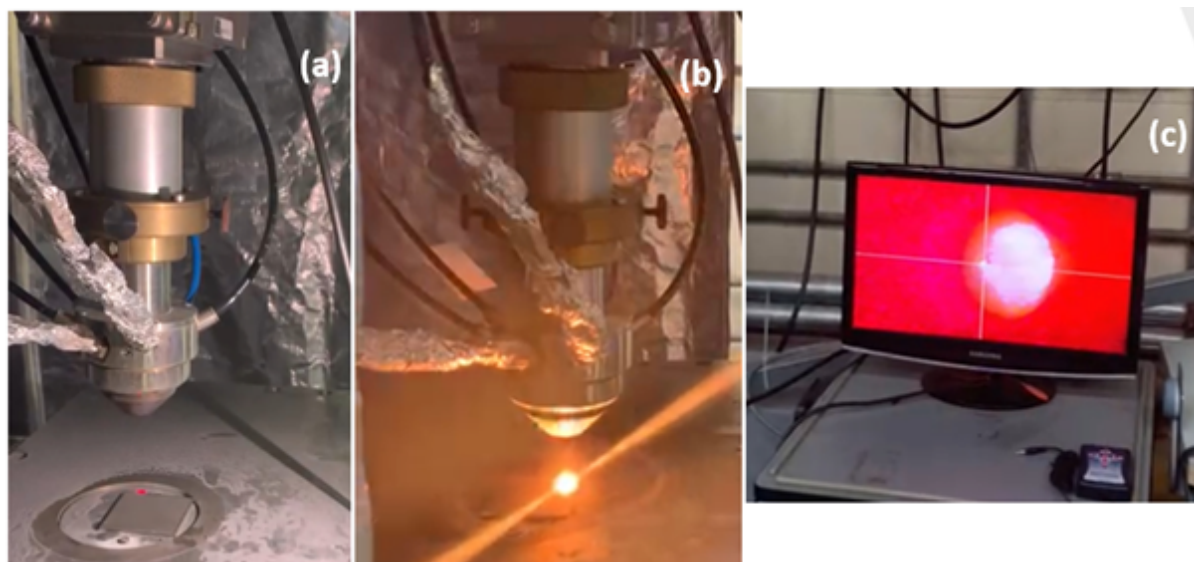


Figura 60 – Sistema MA/DED do IEAv com destaque para o cabeçote do laser e substrato sem (a) e com (b) a ação do laser, neste último caso gerando a imagem da poça de fusão formada (c).

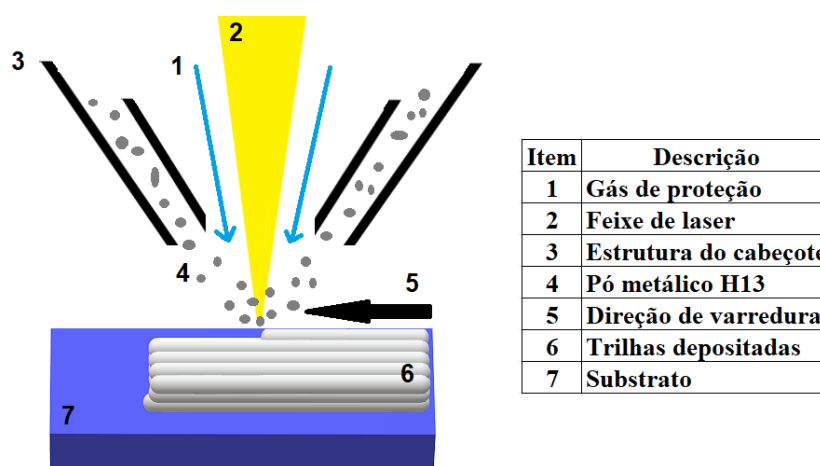


Figura 61 – Diagrama Esquemático das Deposições via MA/DED com Pó Metálico a Realizar no IEAv.

Nos processamentos preliminares de trilhas (T), primeiro irradiou-se o substrato somente com laser, ou seja, sem depósito do produto fundido do pó de H13, variando-se a velocidade de varredura (v), dando origem às amostras denominadas T1SD, T2SD e T3SD, associadas às velocidades de varredura de 24, 12 e 6 mm/s, respectivamente. Depois iniciaram-se testes depositando pó metálico fundido em uma única trilha por camada, adotando-se única velocidade de varredura de 6 mm/s, bem como sobrepondo as trilhas a fim de gerar amostras de trilha única por camada com 1, 2 e 3 camadas, processadas em um único substrato e em duplicata (D1 e D2), sem ajuste da distância focal em relação a superfície depositada com o aumento do número de camadas depositadas - ou seja, foi mantida fixa a plataforma de deposição. Denominaram-se assim as amostras de trilha única

por camada depositada, ou seja, T3CD1, T3CD2 e T3CD3, a fim de confrontá-las com a condição sem depósito de pó metálico fundido T3SD. Tais amostras foram seccionadas em sua porção central, lixadas, polidas e atacadas com reagente Villela (vide Figura 62.IV), para caracterização.

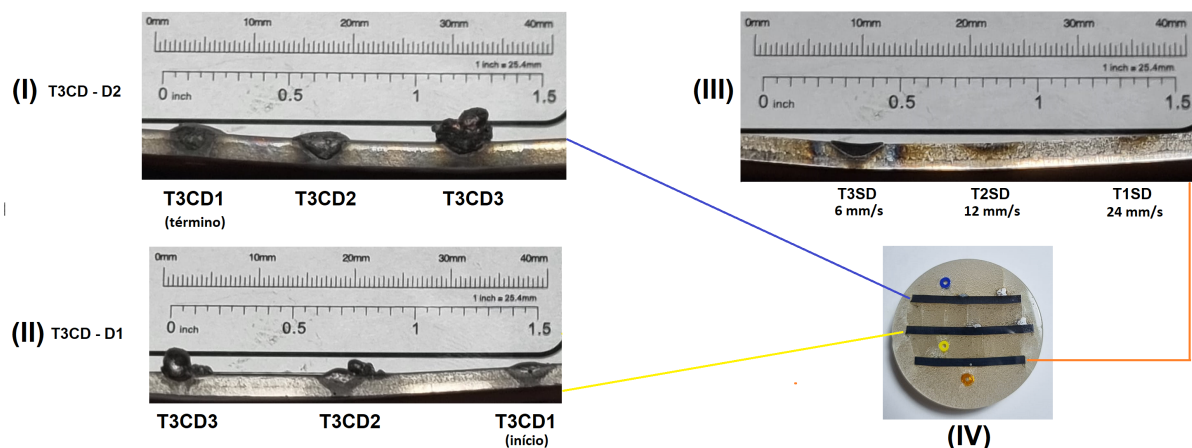


Figura 62 – Fotografias das espessuras dos substratos e de amostras extraídas das porções centrais (IV) de: T3CD - D2 (I); T3CD - D1 (II); T1SD, T2SD E T3SD (III) (192).

Quanto à deposição de áreas (A), foram conduzidas com 5 trilhas por camada, e 1, 2 e 3 camadas de depósitos, resultando nas amostras A1 (1 camada), A2 (2 camadas) e A3 (3 camadas), sem ajuste da distância focal em relação a superfície depositada com o aumento do número de camadas depositadas, ou seja, foi mantida fixa a plataforma de deposição. Estas amostras foram transversalmente seccionadas na sua porção central e embutidas, conforme ilustra a Figura 63. Após isso foram lixadas, polidas e quimicamente atacadas (reagentes Villela e Nital 5%), para realização de caracterizações diversas.

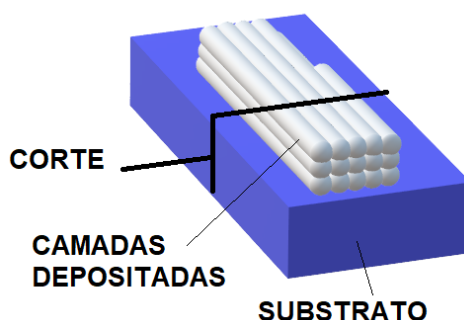


Figura 63 – Desenho esquemático do corte realizado nas amostras das deposições de áreas e volumes.

Já na etapa de deposição de volumes (V), foram fabricadas as amostras V1, V2, V3 e V4, conforme parâmetros indicados na Tabela 17, em busca de boas condições de densificação, em todas elas adotando-se uma distância focal de 227 mm avaliada

como a mais adequada durante fase de calibração. Destaca-se também que adotou-se o procedimento de descer a plataforma após a deposição de cada camada, de forma a manter-se a distância focal definida (entre o cabeçote de deposição e a superfície), bem como executar-se uma estratégia de varredura de percorrer-se uma camada superior com um caminho do laser fazendo 90° com as trilhas da camada inferior.

Quanto à preparação de amostras oriundas da MA para serem submetidas aos tratamentos térmicos de interesse desta pesquisa, foram geradas porções da amostra V4 (fruto da deposição de volumes), conforme ilustrado na Figura 64.



Figura 64 – Fotografias da amostra V4 (12 camadas) depositadas por MA: (A) corte transversal após a fabricação com ilustração das posições de seccionamento; (B) segmentação em porções para realização de tratamentos térmicos evidenciando as amostras utilizadas nas condições temperada, temperada e revenida uma vez e temperada e revenida duas vezes.

Seja na condição "como fabricadas" ou "tratadas termicamente" as amostras das deposições de volumes também foram seccionadas segundo o padrão ilustrado na Figura 63.A, preparadas metalograficamente e caracterizadas.

Na primeira das amostras das deposições de volumes, V1, foi aplicada estratégia de uso de potência variável: 85% da potência do laser na 1ª camada, 80% na 2ª, 75% da 3ª à 5ª camadas e 70% para as demais. Além disso, trabalhou-se com o alimentador de pó a uma rotação de 2,0 rpm, correspondente a uma taxa de alimentação de 9,5 g/min, fabricando-se 16 camadas.

Buscando uma melhoria na densificação, fabricou-se a amostra V2, também com 16 camadas, com uma taxa de alimentação de 4,5 g/min, decorrente da rotação de 1,0 rpm no alimentador, mantendo-se todos os outros parâmetros de V1.

Uma nova tentativa de aprimoramento consolidou-se na amostra V3, na qual aplicou-se uma potência fixa de 85% da potência nominal do laser e novamente uma rotação de 1,0 rpm no alimentador (taxa de 4,5 g/min).

De forma a tentar aprimorar ainda mais a consolidação, fabricou-se a amostra V4, com 12 camadas, com mesmos parâmetros de V3, porém com alimentador a 0,8 rpm, a qual refletiu-se em uma taxa média de 3,80 g/min.

Finalmente, diante dos bons resultados obtidos com a amostra V4, decidiu-se aproveitar os parâmetros ali definidos para fabricar um bloco de maiores dimensões (amostra V5), de forma a tornar possível a extração de corpos de prova (CP) para ensaio Charpy capazes de auxiliar na avaliação dos efeitos de defeitos internos na tenacidade ao impacto do material depositado, em comparação ao comportamento do material convencional submetido ao mesmo ensaio.

Após a fabricação de V5, foi feita a remoção do substrato, esta não sendo possível em uma só etapa em virtude da curvatura final do substrato causada pelas tensões residuais decorrentes da deposição, que resultaram em deformações permanentes - destacando um abaulamento. Primeiro foi feita a remoção da maior parte de substrato, conforme Figura 65.A, B e C, utilizando-se a eletroerosão a fio, com apoio da IMBEL/FJF, tendo a porção central como o limite para essa retirada, de forma a preservar ao máximo o material depositado. Em seguida, a partir do plano formado, submeteu-se o material ao aplainamento da face rugosa superior, de forma a ali também gerar um plano, para então posicionar esse topo de substrato no equipamento e assim completar a remoção do substrato em uma retífica plana (Figura 65.D).

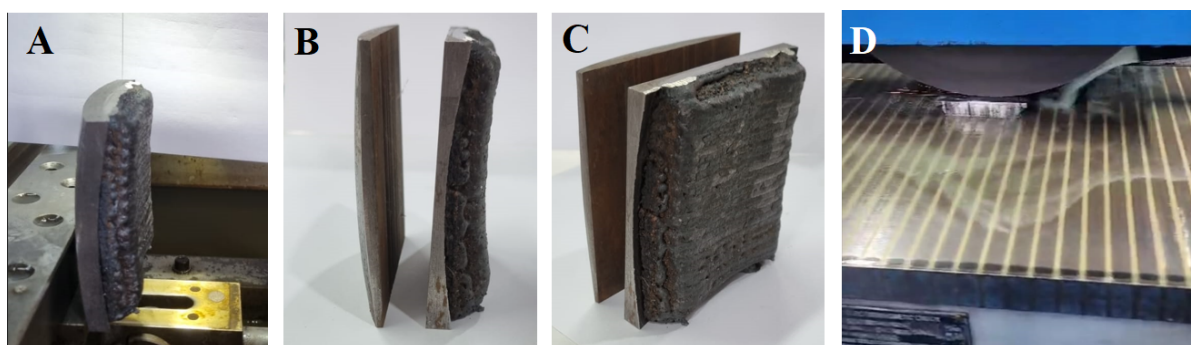


Figura 65 – Fotografias ilustrando a remoção do substrato do bloco para extração de CPs Charpy.

Na sequência, desenvolveram-se as atividades de corte e, devido a dificuldades com o corte por eletroerosão, foi montado aparato em um centro de usinagem da IMBEL/FJF, de forma a se extraírem tiras com medida próxima à dos CP para Charpy.

3.2.2 Caracterizações

As amostras provenientes da manufatura convencional, o pó de aço H13 atomizado em água produzido para este estudo e as amostras oriundas de MA serão caracterizados com o uso de distintas técnicas e ensaios, sendo as amostras de aço convencional e fruto de deposições por MA avaliadas em seus aspectos microestruturais e de propriedades mecânicas, nas condições conforme recebido ou processado, como também quanto à evolução microestrutural e mecânica destas em função dos tratamentos térmicos impostos.

3.2.2.1 Espectrometria de Emissão Óptica para Composição Química

A técnica de Espectrometria de Emissão Óptica foi utilizada para verificação da composição química dos materiais analisados na presente pesquisa. Foram eles:

- Aço H13 convencional cedido pela *Villares Metals*;
- Substrato de aço baixo C microligado com Mo utilizado nas deposições de áreas com L-DED;
- Depósito de 3 camadas superpostas com L-DED (amostra A3);
- Substrato de aço inoxidável utilizado nas deposições de volumes com L-DED;
- Depósitos volumétrico de 12 camadas (V4).

Foi utilizado equipamento existente na Fábrica de Itajubá (FI), da Indústria de Material Bélico do Brasil (IMBEL), modelo “Spectro MAXx”, marca *SPECTRO Analytical Instruments*.

3.2.2.2 Preparação Metalográfica de Amostras

Os cortes iniciais em que não se demandou grande precisão foram feitos em Cortadora Metalográfica marca Teclago, modelo CM40, com disco abrasivo de carbetto de silício. Já cortes que exigiam maior precisão e dimensões menores foram realizados na cortadeira metalográfica de precisão, marca Struers, modelo Minitom, com disco diamantado. Tais equipamentos encontram-se no Laboratório de Metalografia do IME.

Para o lixamento e o polimento foram utilizadas politrizes marca Arotec, modelo Aropol VV. A etapa de lixar compreendeu o uso da seguinte sequência de de lixas metalográfica d’água: 80 (em alguns casos), 240, 400, 600, 800 e 1200 mesh e, em algumas situações, 2000 mesh. Já o polimento compreendeu o uso de panos de feltro e dispersões de alumina, nas granulometrias 1 μm , 0,3 μm e 0,05 μm , ou uso de pastas diamantadas com granulometrias de 6 μm , 3 μm e 1 μm .

Ressalta-se que foram testados diversos reagentes em trabalhos preliminares de caracterização (192, 194) (Nital 5% ou 3%; Villela; Le Pera modificado; Groesbeck), definindo-se a utilização conjunta do reagente Nital (5% ou 3%), seguido pelo reagente Villela, como opção principal deste trabalho.

3.2.2.3 Análise Macroestrutural

Utilizando-se câmera fotográfica digital (com aumento inferior a 10x), foram registrados os aspectos macrográficos de amostras obtidas na manufatura aditiva via L-DED, em análises de topo ou da seção de corte, a fim de destacar evidências de defeitos, como irregularidades nas trilhas depositadas, falta de fusão, porosidade, evidências de oxidação, etc.

3.2.2.4 Microscopia Ótica e Eletrônica

As análises microestruturais conduzidas por microscopia ótica (MO) utilizaram um microscópio Olympus, modelo BX53MLFBD, dotado de câmera digital e sistema de aquisição de imagens, existente no Laboratório de Metalografia do IME. Por sua vez, as imagens obtidas foram capturadas e registradas com auxílio do software Olympus LCMicro – Image Analysis Software.

Também foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV), técnica capaz de superar as limitações da MO quanto à resolução e à profundidade de campo (195). Dentre as diversas informações que foram obtidas a partir da interação do feixe de elétrons incidentes com a amostra, exploraram-se: a observação e registro de micrografias, avaliando aspectos morfológicos com contraste topográfico - elétrons secundários (SE), e com contraste composicional - elétrons retroespalhados (BSE); a microanálise química elementar com o espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDS); e, pontualmente, a difração de elétrons retroespalhados (EBSD) para identificação da fase austenita em microregião.

A preparação de amostras para EBSD, especificamente, envolveu o polimento químico-mecânico, após o lixamento e polimento descritos no item 3.2.2.2, utilizando sílica coloidal modificada (400 ml de água destilada, 205 ml de peróxido de hidrogênio (volume 30 %), 80 ml de sílica coloidal 0,04 μm e para cada 100 ml formados 1 (uma) gota de ácido fluorídrico e 3 (três) gotas de ácido nítrico) por 5 (cinco) minutos sucedida por aplicação de ultrassom para limpeza por vibração (5 minutos), com a repetição desse ciclo (sílica coloidal modificada e ultrassom) por 9 (nove) vezes. Além disso, os parâmetros principais utilizados no ensaio de EBSD foram: tensão 20 kV, *spot size* 5.0, tempo de exposição 15 ms, abertura 6, ganho 96, contraste 0,1 % e distância de trabalho 20 mm.

Foi utilizado MEV do Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME, modelo Quanta 250 - FEG, possuidor de canhão de emissão de campo (FEG-SEM – *Field Emission Gun – Scanning Electron Microscopy*), com os seguintes parâmetros principais: tensões de aceleração de 20 kV, 10 kV e 5 kV; aumentos de 25x a 100.000x; e detectores de elétrons secundários (*Everhart-Thornley, Secondary Electrons - SE*), e elétrons retroespalhados (*Backscattered Electrons - BSE*); distância de trabalho (WD) de 10 mm a 28 mm; tamanho de *spot* entre 3,0 e 5,0; e abertura predominantemente número 5 (6 para EBSD).

Amostras extraídas dos materiais objeto de estudo, aço H13, na condição "como recebidas", seja forjado ou no formato de pó atomizado, foram analisadas no MEV nos distintos detectores (SE, BSE e EDS), sendo o aço forjado também analisado por MO. No que diz respeito às amostras do aço forjado submetido aos tratamentos térmicos, como também aos produtos obtidos da manufatura aditiva via L-DED, "como fabricados" e com pós-tratamento térmico, estes foram analisados via MO e MEV/SE/BSE/EDS.

Além disso, uma condição da MA/L-DED (A3) foi avaliada com uso do EBSD (conforme parâmetros e condições comentadas anteriormente).

Destaca-se que a técnica de MEV/EDS também foi utilizada para avaliação quanto a homogeneidade composicional ao longo da seção transversal da amostra V4, fruto da deposição de volumes (vide seção 3.2.1.2). Após a fixação do aumento em 35 vezes e de uma distância de trabalho (WD) de 10 mm, verificaram-se as dimensões da micrografia resultante (vide Figura 66.A) e repartiu-se a amostra depositada em 12 quadrantes (conforme ilustrado na Figura 66.B), nos quais se realizou estudo da composição química em múltiplos pontos de toda a área da micrografia de cada quadrante.

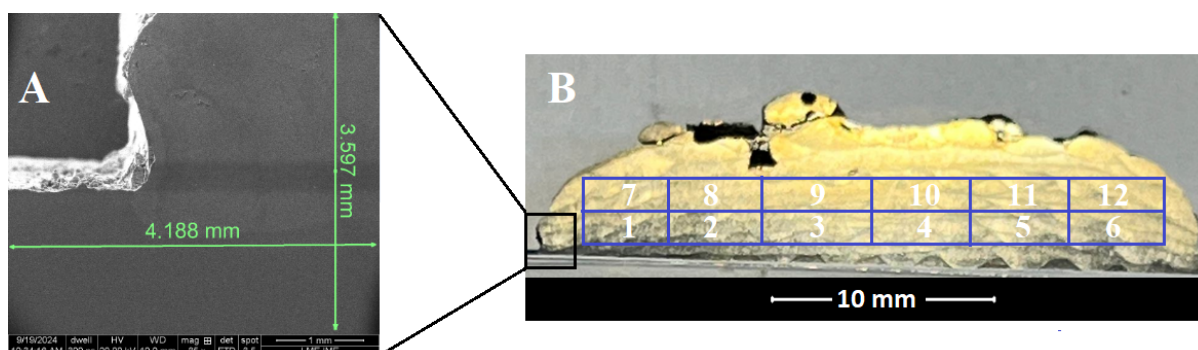


Figura 66 – Metodologia de estimativa da composição química com estudo de múltiplos pontos por MEV/EDS. (A) Definição das medidas de cada quadrante; e (B) Ilustração das posições dos 12 quadrantes analisados.

Quanto à análise granulométrica dos pós com uso do ImageJ, a partir de uma micrografia das partículas de pó, aplicou-se um processamento de imagem capaz de isolar os contornos das partículas, conforme se vê na Figura 67, classificando os contornos definidos como partículas.

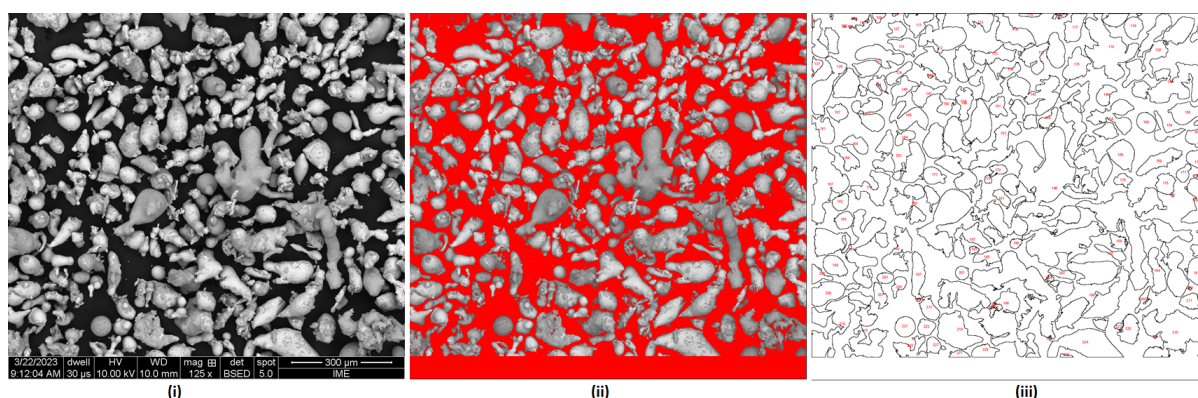


Figura 67 – Tratamento de imagem para classificação granulométrica com ImageJ: (i) micrografia MEV de origem; (ii) tratamento intermediário de isolamento das partículas; (iii) criação final dos contornos a serem medidos.

O MEV também foi utilizado para investigação da ocorrência da vaporização de EL na fabricação por MA/L-DED, diante dos indícios desta e por este ser um defeito típico em MA (9, 153, 154). Buscaram-se formas de confirmar e caracterizar tal evento nas deposições desta pesquisa, conseguindo-se localizar componente do equipamento de deposição no qual aparentemente estaria ocorrendo o depósito de vapores oriundos do processo de fabricação. Trata-se de janelas protetoras do sistema ótico do equipamento L-DED do IEAv, as quais estão apresentadas na Figura 68, após vaporização. De posse de tais janelas e observando-se que havia nítida diferenciação entre a porção central e regiões dela distantes, na direção das bordas, procedeu-se à microanálise química elementar pela técnica de MEV/EDS de pontos em regiões selecionadas a partir de micrografias obtidas com detector SE das janelas 1 (J1), 2 (J2), 5 (J5) e 6 (J6), segundo uma quantidade de pontos selecionados a depender da morfologia observada em cada região.

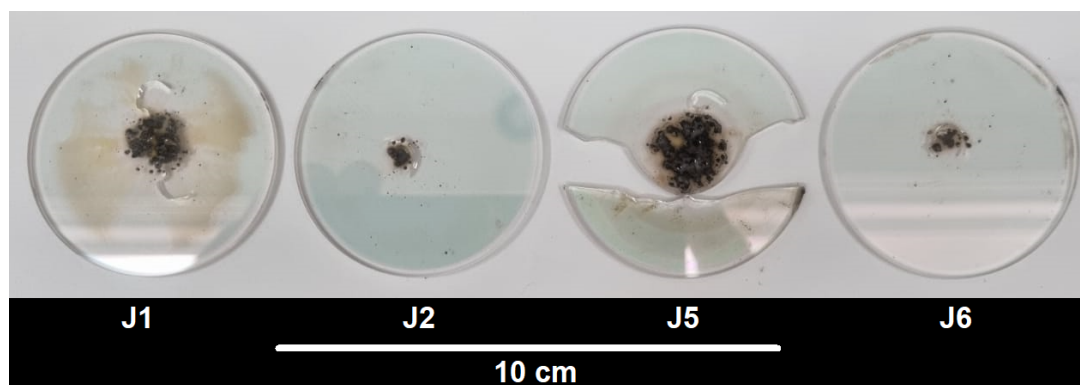


Figura 68 – Janelas de proteção do sistema óptico de deposição por L-DED nas quais identificou-se a deposição de condensados de vapores oriundos do processo de deposição.

Outra aplicação do MEV foi a avaliação da composição química do pó de H13 utilizado neste trabalho a partir de amostras do pó embutido, seccionado e atacado com reagente Villela. Selecionaram-se cinco áreas, ilustradas por uma delas na Figura 69.A, e foi implementada a técnica de MEV/EDS, gerando-se espectro ilustrado na Figura 69.B, para cada uma delas.

Finalmente, conjugou-se com a análise por microscopia o uso do software ImageJ, para tratamento de micrografias obtidas com MO ou MEV, de forma a determinar espessuras de camadas, granulometria de pós, dentre outras medições que as funcionalidades do programa permitem.

3.2.2.5 Difração de Raios X

Foram realizadas análises de difração de raios X, buscando a identificação de fases presentes nas amostras deste estudo, por meio do uso de um difratômetro Panalytical X'Pert Pro MRD com 254 canais, do Laboratório de Difração de Raios-X do IME, sendo

os resultados processados através do software Panalytical HighScore Plus, versão 3.0.5, e Data Viewer, versão 1.9a, também da empresa Panalytical.

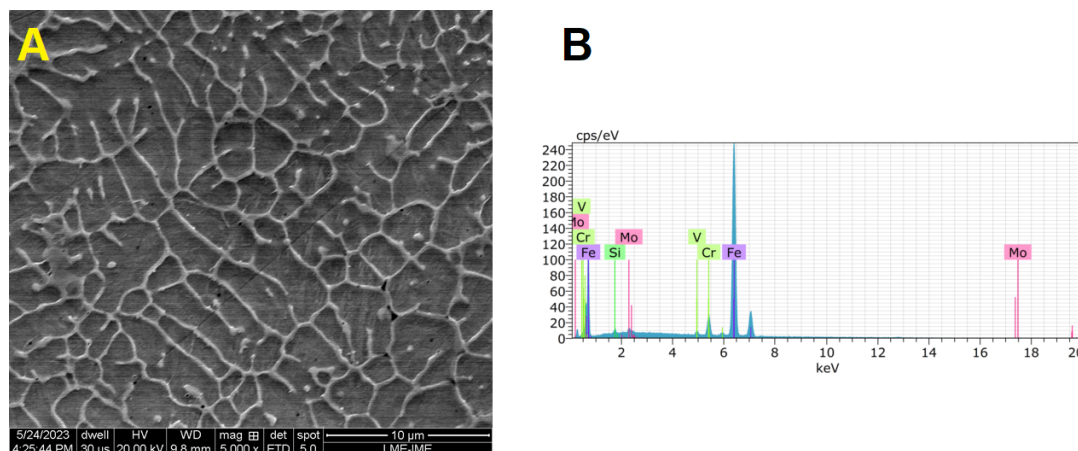


Figura 69 – Ilustração de análise por MEV/EDS em regiões dos pós seccionados: A) uma das regiões analisadas; e B), um dos espectros gerados em análise de área similar a da Figura 69.A.

Utilizou-se fonte de Co-K α e filtro de Fe, voltagem de 40 keV e corrente de 40 mA, varredura no intervalo de 2θ de 30° a 130°, *stepsize* 0,03° e *counting time* de 300 s.

Amostras extraídas dos materiais objeto de estudo, aço H13, na condição como recebida, seja forjado ou no formato de pó atomizada, foram analisadas por DRX, como também as amostras do aço forjado submetido aos tratamentos térmicos e os produtos obtidos na manufatura aditiva via L-DED, como fabricado e pós-tratamento térmico.

3.2.2.6 Ensaio de Microdureza

A avaliação da propriedade mecânica dureza foi inicialmente feita por ensaios de microdureza, capazes de dar informações sobre a evolução da resistência mecânica, quanto à resistência à penetração, em regiões específicas da macro e microestrutura do material processado via manufatura convencional e aditiva do aço H13 em estudo, com e sem tratamentos térmicos. Foi utilizado um microdurômetro Shimadzu HMV-G com penetrador Vickers existente no Laboratório de Ensaios Mecânicos do IME, com carga de 200 gf, realizando-se de 3 a 5 indentações por região de interesse e seguindo as boas práticas recomendadas na Norma ASTM E92-17 (196).

Esse ensaio foi aplicado nas amostras de aço H13 convencional (origem Villares), bem como nas amostras fabricadas por L-DED. No primeiro caso, pelo fato de o aço convencional apresentar homogeneidade microestrutural ao longo de sua extensão, foram realizadas indentações em posições aleatórias, de forma a gerar valores médios a serem comparados com aqueles medidos em amostras oriundas de MA sem a necessidade de uso de conversão a partir de dureza medida em outras escalas (como HRC), evitando-se

erros decorrentes deste processo; já no segundo caso, nas amostras fabricadas por MA foram analisados perfis verticais ao longo dos quais as indentações se deram em posições marcadas em linhas horizontais, de forma a gerar valores médios e desvios padrão em cada nível horizontal, ao longo do perfil.

Ademais, com o objetivo de caracterizar a amostra V4 nas condições "como fabricada" e submetidas a tratamentos térmicos, conforme será mostrado ao longo do trabalho, foram realizados ensaios de microdureza Vickers (HV) em 5 posições ao longo de um perfil vertical (vide Figura 70): base, meio 1, meio 2, topo 1 e topo 2, todas distantes 2 mm entre si, a exceção dos níveis horizontais topo 1 e topo 2 que estavam a 1 mm de distância, em virtude da altura do depósito (aproximadamente 7 mm, conforme medição realizada com o software ImageJ) não permitir a repetição do padrão de 2 mm.

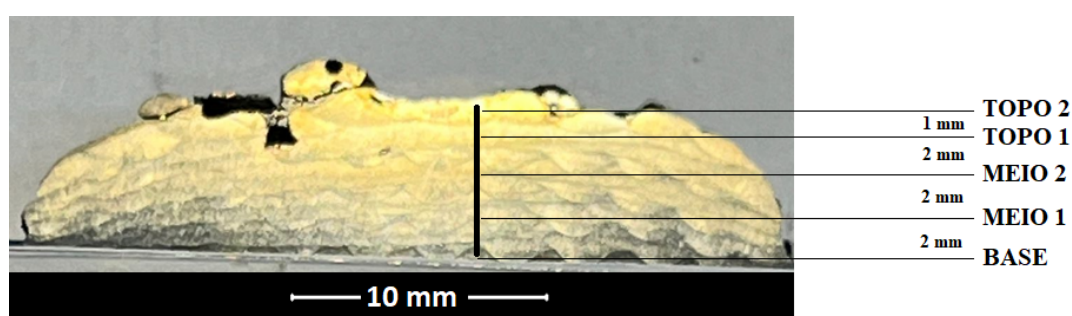


Figura 70 – Indicação dos níveis horizontais em que foi realizado estudo de microdureza Vickers (HV) na amostra de deposição de 12 camadas, nas condições "como fabricada" e tratada termicamente.

3.2.2.7 Ensaio de Macroductura

De forma a observar a propriedade dureza de uma maneira mais abrangente e menos localizada do que é possível com a microductura, foram realizados ensaios de dureza Rockwell no durômetro Wilson Hardness Rocwell 574, do Laboratório de Ensaios Mecânicos do IME, utilizando-se pré-carga de 10 kgf e carga de ensaio de 150 kgf.

Esse ensaio foi aplicado nas amostras de aço H13 convencional (origem Villares), bem como nas amostras fabricadas por L-DED. Em ambos os casos foram realizadas indentações em posições aleatórias das amostras: no caso do aço convencional, devido ao fato deste ter propriedades homogêneas ao longo de sua extensão; quanto às amostras de MA, pelo fato de o indentador de maiores dimensões não se encontrar restrito a uma determinada região ou camada, trazendo à tona uma visão mais ampla da dureza nas amostras.

3.2.2.8 Ensaio de Impacto Charpy

Complementando a avaliação das propriedades mecânicas realizadas (por micro e macrodureza) com os materiais em estudo, nas diversas condições de processamento, foi avaliada a tenacidade ao impacto de amostras provenientes de manufatura convencional e de manufatura aditiva, com e sem tratamentos térmicos complementares, de modo a se investigarem os efeitos gerais nas propriedades mecânicas, decorrentes da microestrutura resultante de tratamentos térmicos, bem como daquela resultante dos processos de fusão, solidificação e reaquecimentos que tomam parte em MA, assim como os possíveis efeitos de defeitos internos decorrentes do processamento.

Foi utilizada máquina para ensaios Charpy, marca Wolpert, modelo PW 30/15, existente no Laboratório de Ensaios Mecânicos do IME.

Com o aço convencional, na condição "como recebido" (CR), foram fabricados corpos de prova (CP), de tamanho padrão, extraídos da face superior/radial e da face longitudinal do bloco de origem do material, já mostrado na Figura 57, com o objetivo de se identificar a homogeneidade de resultados entre estas duas posições.

Em virtude dos resultados obtidos, adotou-se a extração de CPs da face superior como padrão, estando a base do entalhe, em tal configuração, posicionada paralela à Direção Longitudinal de processamento do aço (vide Figura 57), seguindo boas práticas sugeridas pela Norma NADCA (64). De forma a garantir a identificação da face paralela à DL, realizou-se um puncionamento lateral identificando esta face na qual se aplicou o entalhe, conforme prevê a Norma ASTM (197).

Cabe mencionar que um dos objetivos foi o de verificar a evolução da tenacidade ao impacto entre as condições "como recebido" e "tratado termicamente" (temperado e revenido duas vezes) para o aço convencional; o outro objetivo foi o de realizar comparações entre tais condições e suas congêneres oriundas da Manufatura Aditiva (MA). Diante da pouca disponibilidade de material originário da MA, decidiu-se pelo uso de CPs de tamanho reduzido (5 mm x 5 mm x 55 mm), respeitando-se as especificações da Norma ASTM E23-18 (197). Assim, chegou-se aos CPs apresentados na Figura 71: para MA 5 (cinco) CPs da condição "como fabricado" e 8 (oito) CPs na condição "tratados termicamente"; para o aço H13 convencional 5 (cinco) CPs em cada uma das condições.

Seguindo orientações de (198) e considerando a ideia presente em (199) de que a energia de impacto reduz-se linearmente com o decréscimo de tamanho da amostra, decidiu-se realizar o ensaio com a energia inicial de 150 J ao invés de 300 J, em virtude de o CPs de tamanho reduzido adotado terem metade das dimensões do CP padrão em sua seção lateral (10 mm x 10 mm). Também foi tomado o cuidado demandado pela Norma ISO 148-1 (200), de que a energia absorvida não deveria representar mais de 80% da energia inicial utilizada.

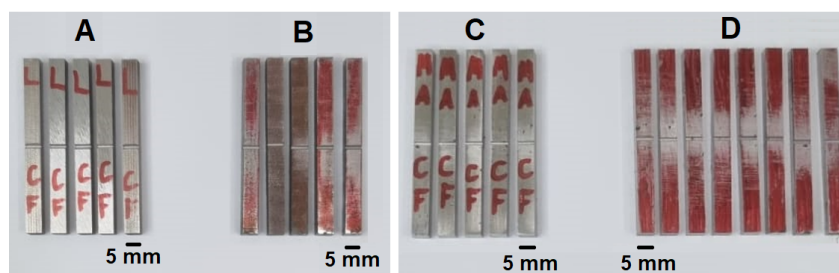


Figura 71 – Corpos de Prova para ensaio Charpy, tamanho reduzido 5 mm x 5 mm x 55 mm: aço convencional Villares, condição "como recebido" (A) e temperado e revenido duas vezes (B); manufatura aditiva, condição "como fabricado" (C). e temperado e revenido duas vezes (D).

3.2.2.9 Radiografia industrial

Foram realizadas análises radiográficas no Laboratório de Raios X da IMBEL/FJF, utilizando equipamento marca YXLON 360 kV, 12 mA. Para as amostras do presente trabalho os parâmetros foram ajustados para 170 kV, 5 mA e tempo de exposição 1,0 min, buscando um Índice de Qualidade de Imagem (IQI) de 10 fios, conforme classificação da Norma ASTM E1742-06 (201).

Esta análise foi aplicada nas amostras produzidas por MA/L-DED (V1, V2, V3, V4 e V5), de forma a avaliar-se a sanidade interna do material depositado.

Em termos de quantificação de defeitos, a Norma ASTM E192-04 (202) apresenta diversas cartas comparativas que devem ser usadas a depender do tamanho da amostra radiografada, a partir das quais pode-se determinar um grau (de 1 a 8) para a presença de poros. Para as amostras inspecionadas na presente pesquisa, foram usadas as cartas para peças com dimensão até 9,5 mm, cujo extrato pode ser visto na Figura 72, e carta para dimensões até 19 mm, cujo extrato pode ser visto na Figura 73. Destaca-se que a consideração dessas gradações de defeitos como aceitáveis depende da aplicação das peças avaliadas, sendo objeto de normatizações alinhadas com tais usos, a serem desenvolvidas ou escolhidas por um determinado usuário do produto inspecionado.

Destaca-se que a avaliação de defeitos pela presente técnica foi feita de maneira qualitativa e não quantitativa.

3.2.2.10 Microtomografia computadorizada

Foram realizadas em amostras selecionadas análises por meio da técnica de microtomografia computadorizada (micro-CT), com o apoio do Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) da Coordenadoria de Programas de Pós-Graduação em Engenharia (COPPE) da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ) - Rio de Janeiro / RJ.

A técnica consiste em posicionar a amostra em um suporte que possibilita sua

rotação em 180° ou mesmo 360° enquanto recebe a incidência de raios X vindos de uma fonte fixa diametralmente oposta a um detector. A varredura descrita permite coletar de centenas a milhares de imagens radiográficas, as quais são processadas computacionalmente permitindo a reconstrução tridimensional da amostra analisada (146, 203).

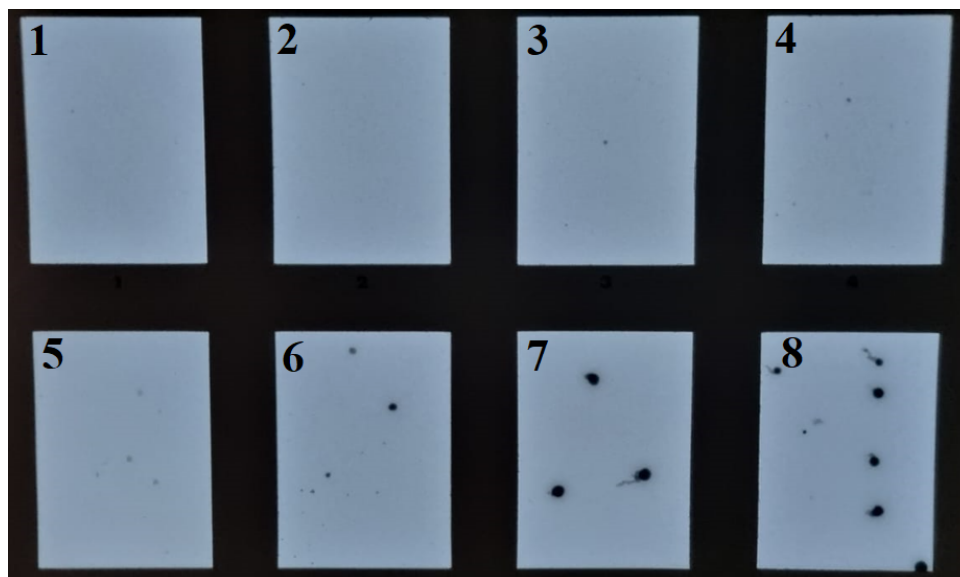


Figura 72 – Carta comparativa para quantificação de defeito "porosidade por gás", peças até 9,5 mm, da Norma ASTM E192-20. (202)

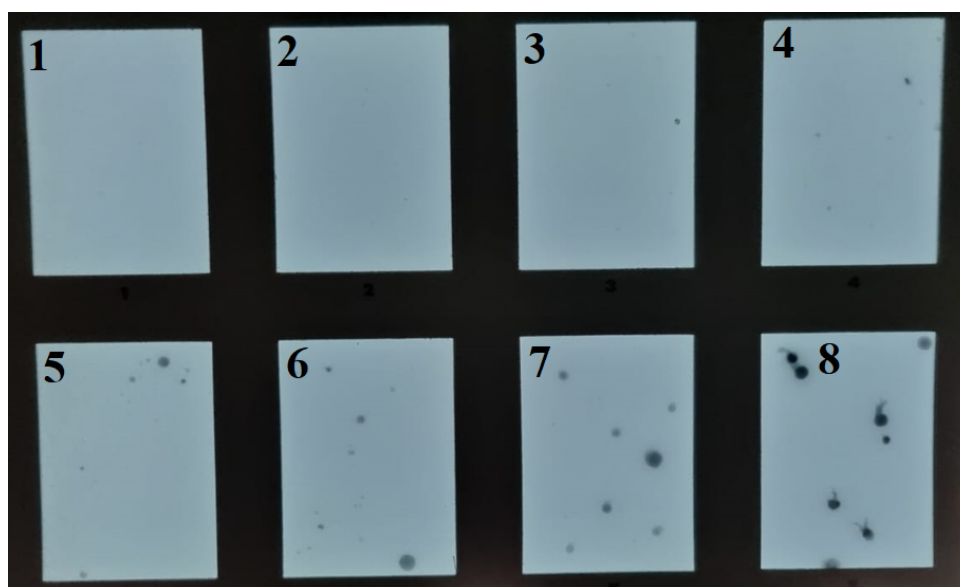


Figura 73 – Carta comparativa para quantificação de defeito "porosidade por gás", peças até 9,5 mm, da Norma ASTM E192-20. (202)

Foram realizados algumas análises com a microtomografia na amostra V4. Além do estudo de um fragmento de pequenas dimensões, foram analisadas duas tiras extraídas de regiões diferentes da amostra V4, retratadas nas Figuras 74 e 75. A partir da vista do plano xz, foram feitas varreduras percorrendo-se o eixo y das mesmas.

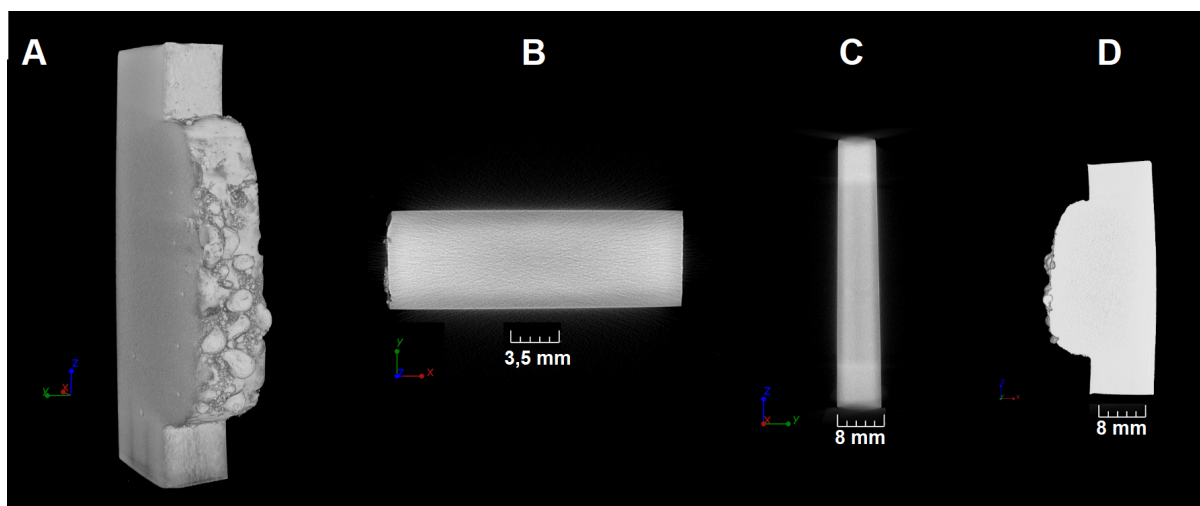


Figura 74 – Microtomografia de tira I extraída da amostra V4: (A) vista em perspectiva; (B) vista do plano xy; (C) plano yz; e (D) plano xz.

Para a tira I, se observada a Figura 74.C, verifica-se que o tamanho em y é de aproximadamente 8 mm. Assim, essa distância foi percorrida, partindo-se de uma posição $y = 4,00$ mm até $y = -4,00$ mm, sendo alguns *frames* selecionados para análise.

Já para a tira II, a Figura 75.C, mostra que seu tamanho ao longo do eixo y é de aproximadamente 5 mm. Assim, varreu-se o eixo y de uma coordenada $-0,50$ mm até $4,50$ mm, selecionando-se alguns *frames* para análise.

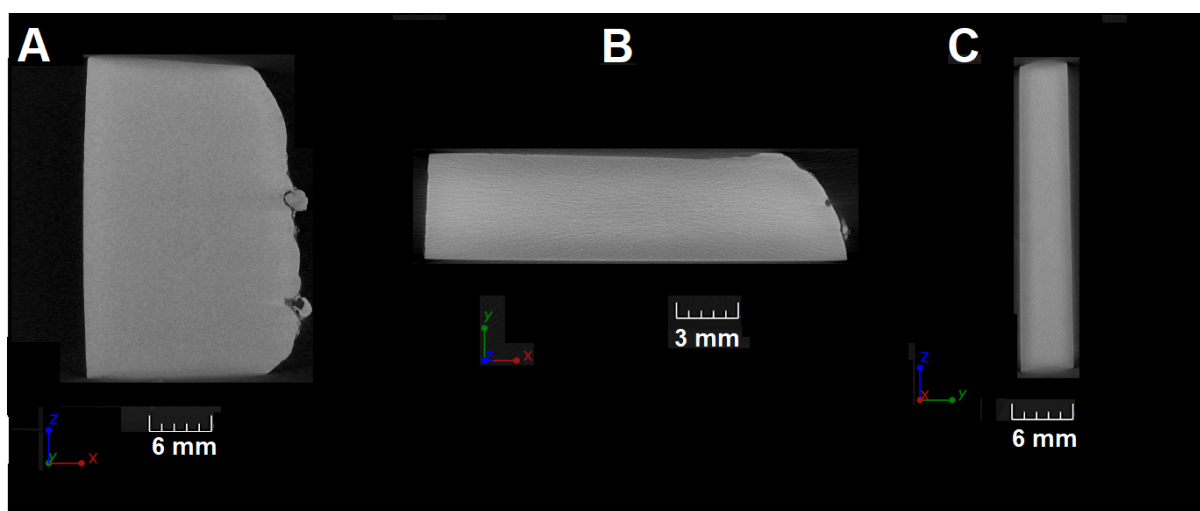


Figura 75 – Microtomografia de tira II extraída da amostra V4: (A) vista do plano xz; (B) plano xy; (C) plano yz.

Também para o bloco de maior volume destinado à extração de CPs Charpy (V5), retratado na Figura 169, foi realizado o procedimento de varredura ao longo do eixo y. A inspeção de tal eixo na Figura 169.D mostra que seu tamanho era de aproximadamente 11 mm. Tal distância foi percorrida, partindo-se de uma posição $y = 4,00$ mm até $y = -7,00$

mm.

Destaca-se que a avaliação de defeitos pela presente técnica foi feita de maneira qualitativa e não quantitativa, apesar de alguns defeitos terem sido selecionados e submetidos à medição de suas dimensões, de maneira ilustrativa.

3.2.2.11 Análise de densificação por princípio de Arquimedes

Foi realizada análise da densificação por meio de estudo da densidade e da porosidade utilizando-se o princípio de Arquimedes, técnica aplicável em amostras oriundas da MA (143, 204), seguindo-se as instruções presentes na Norma ABNT NBR 16661:2017 (205). Foram avaliados os seguintes exemplares:

- amostra V4;
- amostra como recebida do do aço H13 convencional de origem *Villares Metals*;
- amostra extraída de parte do bloco V5, do qual foram extraídos CPs para Charpy.

O primeiro passo foi o de conduzir os materiais analisados a uma estufa, deixando-os a uma temperatura de aproximadamente 80 °C por tempo superior a 2 h, de forma a garantir-se sua completa secagem. Diante disso, foi feita uma primeira avaliação da massa, chamada de "massa seca" (m_s), utilizando uma balança de precisão (Figura 76.A).

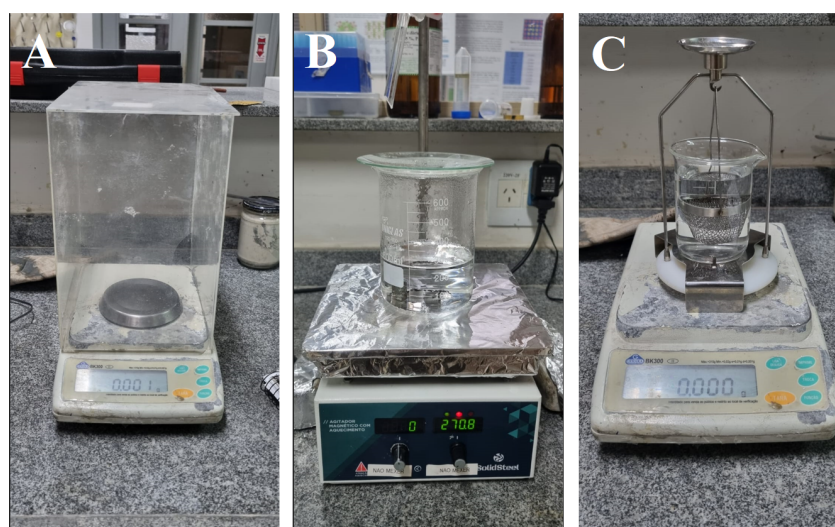


Figura 76 – Equipamentos utilizados para aferição de m_s , m_u e m_i : (A) balança de precisão; (B) chapa aquecedora e béquer para fervura da água; e (C) aparato acoplado à balança para medição da massa com amostras imersa em água.

Em seguida, um recipiente foi aquecido até a fervura da água, tendo as amostras sido inseridas na água e fervidas por 1 h (vide Figura 76.B), com o objetivo de atingir-se a "saturação por fervura" (205), após o que a massa foi medida dando origem à "massa saturada" (m_u).

Por fim, foi feita a medição das amostras imersas em água destilada, utilizando-se aparato que pode ser visto na Figura 76.C. O resultado deste procedimento é chamado de "massa imersa" (m_i).

De posse dos valores das massas mencionados, aplicaram-se os seguintes equacionamentos, extraídos da Norma ABNT NBR16661:2017 (205):

$$va = \frac{m_u - m_i}{m_e} \quad (3.1)$$

Onde:

va: volume aparente, representando o material sólido e os poros abertos e fechados (cm^3);
 m_e : massa específica do líquido utilizado (g/cm^3). Sendo água, a Norma orienta adotar $1,00 g/cm^3$;

$$vas = \frac{m_s - m_i}{m_e} \quad (3.2)$$

Onde:

vas: volume aparente da parte sólida, diferindo de va por não considerar os poros abertos (cm^3);
 m_e : massa específica do líquido utilizado (g/cm^3);

$$dma = \frac{m_s}{va} \quad (3.3)$$

Onde:

dma: densidade de massa aparente (g/cm^3);

$$dmas = \frac{m_s}{vas} \quad (3.4)$$

Onde:

dmas: densidade de massa aparente da parte sólida (g/cm^3). Este termo apresenta mesma formulação do cálculo para densidade expresso na Norma ASTM B3111-22 (206);

$$pa = \left(\frac{m_u - m_s}{m_e \cdot va} \right) \cdot 100 \quad (3.5)$$

Onde:

pa: porosidade aparente, representando o quociente do volume de poros abertos pelo volume aparente (%);

$$a = \left(\frac{m_u - m_s}{m_s} \right) \cdot 100 \quad (3.6)$$

Onde:

a: absorção de líquido saturante, representando o quociente de líquido absorvido na saturação pela massa seca (%);

3.2.2.12 Análises Granulométrica e Reológica do Pó Metálico

As técnicas de caracterização aqui mencionadas complementam o uso de outras já mencionadas anteriormente e aplicadas também no pó metálicos de aço H13, tais como a difração de raios X - para identificação de fases, e MEV-SE/BSE/EDS com partículas de pó aplicadas sobre fita de carbono, para verificação de sua morfologia e verificação de evidências de oxidação na sua superfície.

Para a classificação granulométrica inicial do pó metálico foi realizado o peneiramento utilizando o peneirador disponível no Laboratório de Cerâmicos do IME e peneiras de aço inoxidável, marca Bronzinox, disponíveis no Laboratório de Metalografia do IME, com malhas de 150 μ m (Mesh #100) e 53 μ m (Mesh #270), as quais permitiram classificar os pós nas seguintes faixas granulométricas:

- Maior que 150 μ m;
- Entre 53 μ m e 150 μ m;
- Menor que 53 μ m.

Também foi aplicada metodologia de embutir partículas do pó metálico em mistura com resina fenólica com *filler* de carbono e em seguida lixar (2000 e 4000 mesh) e polir (pasta de diamante de 1 micron), seccionando as partículas e investigando sua microestrutura, com auxílio do MEV/SE/BSE/EDS (MEV Quanta 250 FEG do IME), quanto à morfologia e à distribuição composicional associada as fases, de maneira similar ao realizado em outros estudos (19, 207, 208).

Foram também realizadas análises de tamanho de partículas a laser, bem como a análise de escoabilidade com funil de Hall, estas duas últimas solicitando apoio de instituição parceira, o Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo (IPT/SP).

Utilizou-se no IPT um equipamento para determinação de distribuição granulométrica por difração de raios laser modelo Mastersizer 3000, marca Malvern Panalytical, seguindo-se orientações da norma ISO 13320:2020 (*Particle size analysis-Laser Diffraction Methods*) quanto à qualificação dos instrumentos de medição e procedimentos de interpretação dos dados oferecidos pela difração a laser. Tal Norma explicita que o padrão de espalhamento da luz (laser) incidente sobre as partículas é dependente do tamanho destas, permitindo a avaliação da distribuição de tamanhos em um grupo de pó analisado.

Também foi realizada, com o auxílio do IPT/SP, avaliação da composição química dos pós utilizados nessa pesquisa, através da técnica ICP-OES (*Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*), em equipamento modelo Arcos, com vista axial, do fabricante *Spectro Ametek*. Além disso, foi aplicada a técnica de Análise Elementar por Combustão para determinação de Carbono nos pós, em Analisador de C e S EMIA 920V2, fabricante Horiba.

Finalmente, o IPT/SP prestou apoio no estudo reológico dos pós que utilizados nesta pesquisa, através do uso do Reômetro FT4 Freemantech, capaz de revelar dados sobre o escoamento dinâmico e o cisalhamento dos pós.

Foram realizados os seguintes ensaios, também observados na literatura (103, 171, 178), em triplicatas das quais extraiu-se o valor médio:

- Ensaio Dinâmico de escoabilidade;
- Ensaio de Aeração;
- Ensaio de Compressibilidade;
- Ensaio de Permeabilidade;
- Ensaio de Cisalhamento.

Finalmente, para uso da Equação 2.20, referente ao Coeficiente de Adequabilidade à MA (AMS), apresentado na seção 2.4.5.2 e utilizado por Brika et al. (185) e Batistão et al. (184), verificou-se que alguns termos seriam diretamente extraídos dos resultados dos ensaios, enquanto outros seriam utilizados mediante as considerações a seguir:

- a queda de pressão (PD) foi admitida como o inverso da Permeabilidade, haja vista serem inversamente proporcionais (184), conforme Equação 2.18;

- foi feita manipulação da fórmula do índice de compressibilidade (CI), de forma a se chegar ao seu valor a partir de CPS, conforme Equações 3.7 e 3.8:

$$CI = \frac{\text{Densidade sob compressão}}{CBD} = \frac{\frac{m}{V_{\text{Comprimido}}}}{\frac{m}{V_{\text{Condicionado}}}} = \frac{V_{\text{Condicionado}}}{V_{\text{Comprimido}}} \quad (3.7)$$

$$CI = \frac{V_{\text{Condicionado}}}{V_{\text{Comprimido}}} = \frac{V_{\text{Condicionado}}}{(100 - CPS) \cdot V_{\text{Condicionado}}} = \frac{100}{100 - CPS} \quad (3.8)$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos dos materiais objeto de estudo da presente pesquisa de doutorado, destacando estes em quatro seções descritas abaixo:

- Aço H13 de manufatura convencional, relativo aos resultados obtidos das análises e ensaios realizados no aço oriundo da *Villares Metals*, como também da evolução microestrutural e mecânica após tratamentos térmicos otimizados aplicados a este;
- Pó metálico do aço H13, relativo aos resultados das caracterizações conduzidas para se verificar as características e propriedades de natureza morfológica, estrutural, granulométrica e reológica deste pó atomizado em água, com o intuito criticar seu comportamento quando utilizado como matéria-prima em um sistema L-DED de manufatura aditiva;
- Manufatura aditiva com Aço H13, relativo à crítica do processamento L-DED com base nos produtos obtidos deste, via testes preliminares em trilhas sem e com depósitos, passando por depósitos de superfícies e chegando-se a deposições volumétricas, como também das características microestruturais e comportamento mecânico destes produtos;
- e, por fim, uma discussão comparativa, visando avaliar a evolução microestrutural e mecânica, dos produtos da manufatura aditiva pós-tratamento térmico, como também em confronto com os produtos da manufatura convencional sem e com tratamento térmico.

4.1 Aço H13 de manufatura convencional - *Villares Metals*

4.1.1 H13 de manufatura convencional - como recebido (CR)

Após o recebimento de amostras do aço H13 da *Villares Metals*, da mesma batelada enviada para atomização, foi realizado estudo do material "como recebido". Esta etapa sucedeu estudos preliminares com aço H13 cedido pela IMBEL/FJF, nas condições "como recebido" e "tratado termicamente", já trabalhados e consolidados na monografia da Proposta de Tese (193) e em publicação para evento científico (194). Tal aço não figura como material da presente Tese, porém são feitas menções a resultados obtidos com ele durante a discussão dos resultados obtidos com o aço Villares, motivo pelo qual decidiu-se apresentar na Tabela 18 sua composição química resultante de análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL, Fábrica de Itajubá (FI).

Quanto ao aço H13 convencional recebido da *Villares Metals*, também verificou-se sua composição química por meio de espectrometria de emissão ótica na IMBEL/FI, onde foram feitas as avaliações com outras amostras apresentadas nesta pesquisa, expostos na Tabela 19.

Tabela 18 – Composição Química do Aço H13 Cedido pela IMBEL/FJF - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso.

Elementos (% em peso)							
C	Mn	Si	Cr	Mo	V	Ni	Al
0,438	0,422	1,05	5,570	1,250	0,940	0,165	0,022
Cu	Co	B	Sn	W	Nb	P	S
0,078	0,018	0,001	0,003	0,024	0,004	0,028	0,005

Tabela 19 – Composição Química do Aço H13 Cedido pela Villares Metals - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso.

Elementos (% em peso)							
C	Mn	Si	Cr	Mo	V	Ni	Al
0,435	0,386	0,880	5,650	1,520	0,890	0,137	0,035
Cu	Co	B	Sn	W	Nb	P	S
0,126	0,009	0,001	0,006	0,020	0,004	0,018	0,005

Observando-se as Tabelas 18 e 19, verificam-se algumas diferenças nas composições dos elementos de liga, a destacar os teores de Mn (0,386% contra 0,422%), Si (0,880% contra 1,05%), Cr (5,650% contra 5,570%), Mo (1,520% contra 1,250%), V (0,890% contra 0,940%) e C (este último com diferenças somente na terceira casa decimal, 0,435% contra 0,438%), respectivamente elencados nos parênteses para o aço de origem *Villares Metals* e IMBEL/FJF. Apesar de tais pequenas diferenças, ambos estão dentro da faixa prevista em normas que classificam o aço H13 (45, 46), apresentadas na seção 2.2.2 da Revisão Bibliográfica.

Também foram realizadas etapas de caracterização deste aço na condição "como recebido" (CR), buscando-se avaliar a existência de diferenças microestruturais entre suas direções longitudinal (DL) e transversal (DT) do forjamento a que foi submetido na *Villares Metals*, já indicadas na Figura 57, da seção 3.1.1.

Conforme pode ser visto na Figura 77 verificaram-se, em ambas as direções (DL e DT), a presença de carbonetos coalescidos em meio a uma matriz ferrítica, não sendo verificadas grandes diferenças entre DT e DL. Além disso, observa-se a grande similaridade desta microestrutura com a obtida por Li et al. (56) já apresentada na Figura 10 da seção 2.3.1, do capítulo Revisão Bibliográfica.

Por sua vez, um mapeamento por EDS a partir de micrografia com aumento de 100.000 vezes para amostra associada à DL, o qual pode ser verificado na Figura 78, evidencia a concentração de elementos de liga do aço, principalmente Cr e Mo e resquícios de V, reforçando serem tais constituintes da microestrutura relacionados a carbonetos.

Além disso, a análise de difração de raios X também foi explorada a fim de avaliar

este aço em amostras que retratavam a DT e a DL, conforme pode ser visto na Figura 79. Os difratogramas são extremamente similares e permitiram a identificação de fase com estrutura CCC (α , ferrita) e de carbonetos, em concordância com as observações feitas nas micrografias da Figura 77 e no mapeamento por EDS (Figura 78).

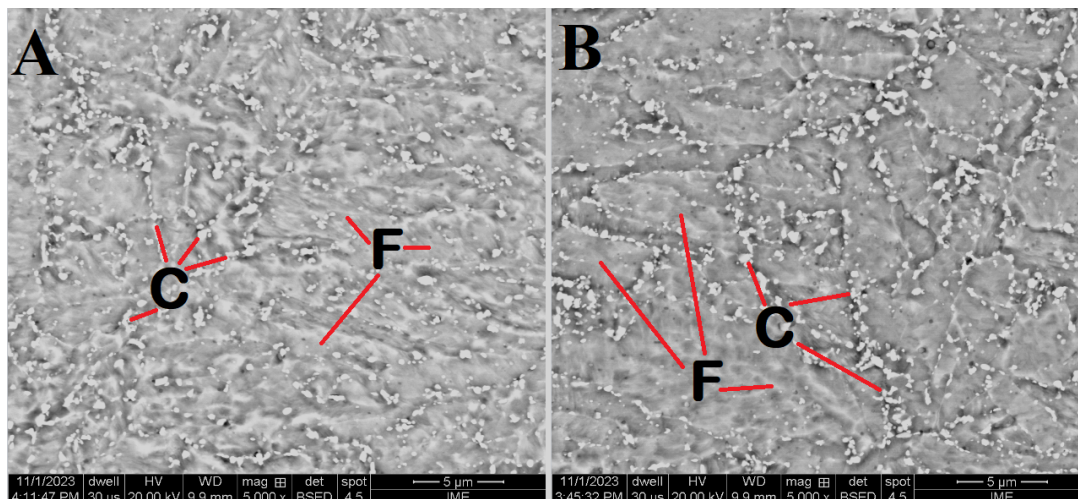


Figura 77 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 5.000x, detector BSE, de amostra do aço H13 Villares, condição CR, atacadas com reagente Nital seguido do reagente Villela: (A) DL; (B) DT. F = matriz ferrítica; e C = carbonetos.

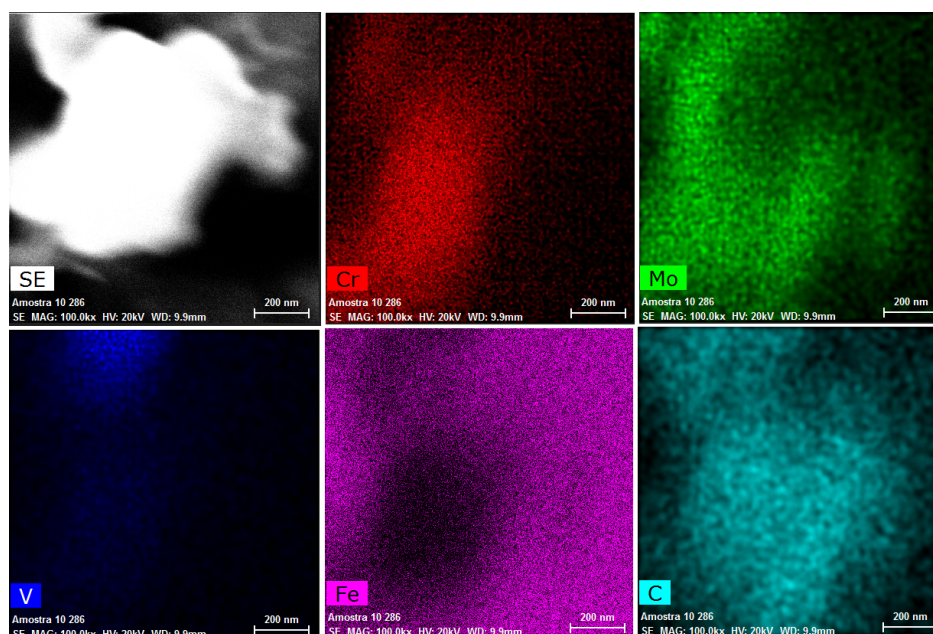


Figura 78 – Mapeamento via MEV/EDS em constituinte atribuído a carboneto na microestrutura do aço H13 da *Villares Metals*, na condição "como recebido", com aumento de 100.000x, tendo em destaque a micrografia com detector de SE e os mapas elementares de Cr, Mo, V, Fe e C.

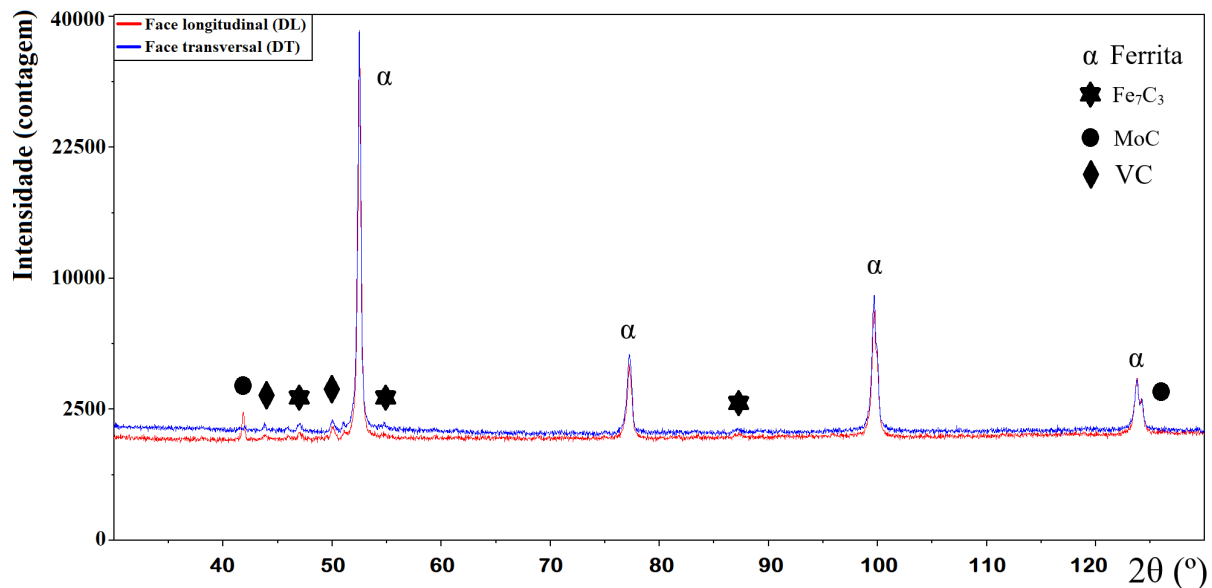


Figura 79 – Difratogramas do aço H13 convencional da Villares Metals, na condição "como recebido" para superfícies representativas das direções longitudinal (DL) e transversal (DT).

Outro ensaio executado foi a avaliação da dureza Rockwell. Inicialmente tentou-se a escala HRC, porém os valores de dureza encontravam-se fora da faixa útil dessa escala, levando à escolha da escala HRB. A amostra associada à DL apresentou valor médio de 90,14 HRB e desvio padrão (DP) de 0,86. Já a amostra associada à DT evidenciou dureza de 91,35 HRB e DP 2,14. Verificam-se valores muito similares, os quais podem ser convertidos para um valor aproximado de 10 HRC (60) (fora do intervalo recomendado de medição para tal escala), reafirmando a homogeneidade entre as regiões do aço em questão, bem como indicando a baixa dureza relacionada ao produto na sua condição de fornecimento pelo fabricante, próximo do valor referência de 15 HRC indicado por este para a condição recozida (49).

Quanto aos ensaios de microdureza Vickers (HV), realizados para permitir comparações com valores de ensaios realizados com amostras oriundas da MA, a amostra associada à DL, na condição "como recebido", apresentou valor médio de 253,6 HV e DP 3,6, enquanto na amostra associada à DT verificou-se valor de 241,0 HV e DP 1,9, reforçando a ideia da homogeneidade também de propriedades mecânicas ao longo do aço H13 convencional.

No prosseguimento da pesquisa, foram aplicados a tal aço H13 de origem convencional os "tratamentos térmicos otimizados", descritos na seção 3.2.1.1, que estão associados à têmpera em óleo e revenido duplo em temperaturas de encharque distintas e com resfriamento ao ar, em que a transferência da amostra resfriada na têmpera para o encharque do primeiro revenido se deu quando esta encontrava-se em temperatura superior

a ambiente e próxima a 50 °C. Os resultados obtidos com estes tratamentos térmicos são apresentados e discutidos nas seções a seguir (4.1.2, 4.1.3 e 4.1.4) quanto à evolução estrutural e mecânica (dureza), como também a evolução da comportamento mecânico ao impacto (seção 4.1.5). Quanto à evolução da propriedade mecânica dureza, micro e macro, estes resultados são discutidos comparativamente na seção 4.4, na qual são feitas correlações entre os materiais dos processos de manufatura convencional e aditiva.

4.1.2 H13 de manufatura convencional - Temperado

A observação de micrografias obtidas por MO do aço *Villares Metals* - após têmpera a 1030 °C por 2 horas, com resfriamento em óleo, mostrada na Figura 80, indica a existência de uma microestrutura martensítica a qual apresenta uma morfologia em blocos.

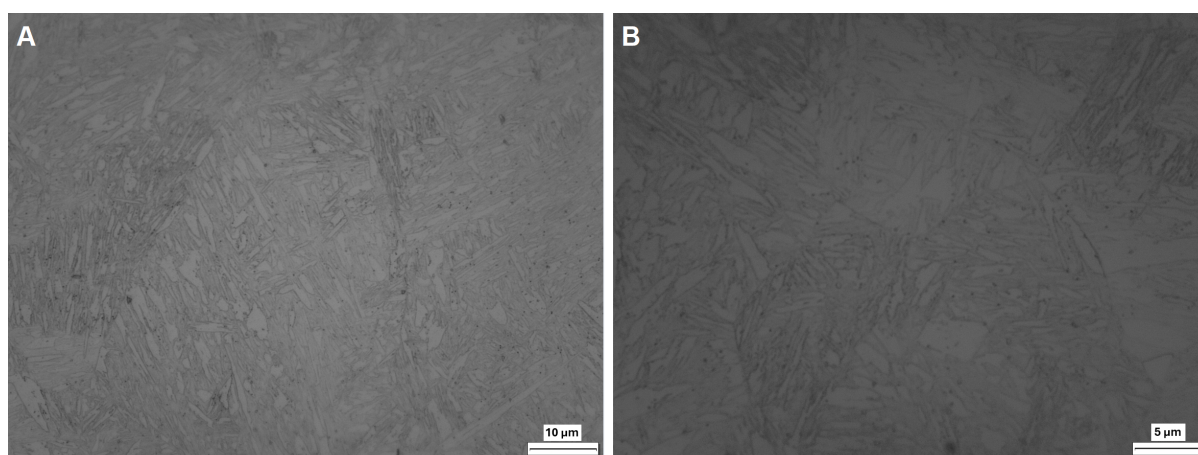


Figura 80 – Micrografias por MO do Aço H13 convencional temperado. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.

Ao complementar a caracterização microestrutural desta condição em análise com auxílio do MEV, com uso do detector de elétrons secundários (SE) e retroespalhados (BSE), conforme Figura 81, confirma-se a microestrutura martensítica e morfologia em blocos da martensita, sem evidências de austenita retida, verificando-se, ainda, grande similaridade com a microestrutura da condição temperada para o aço H13 encontrada em outros trabalhos (47, 67, 68) (vide Figura 13 da seção 2.3.2 da Revisão Bibliográfica). Por outro lado, em relação a carbonetos, observando a micrografia obtida com MEV/BSE (Figura 81.B) não se verifica qualquer contraste significativo de composição química na mesma que permitisse afirmar evidência de carboneto pela análise.

Apesar de não terem sido observadas regiões com indícios de composição química diferenciada na micrografia por BSE da Figura 81.B, a análise de outras microregiões por MEV/EDS, conforme mostrado na Figura 82, apontou presença de porções com leve

incremento no teor de Vanádio e Molibdênio, indicando que a solubilização, apesar de significativa, não foi total, como esperado (67, 68).

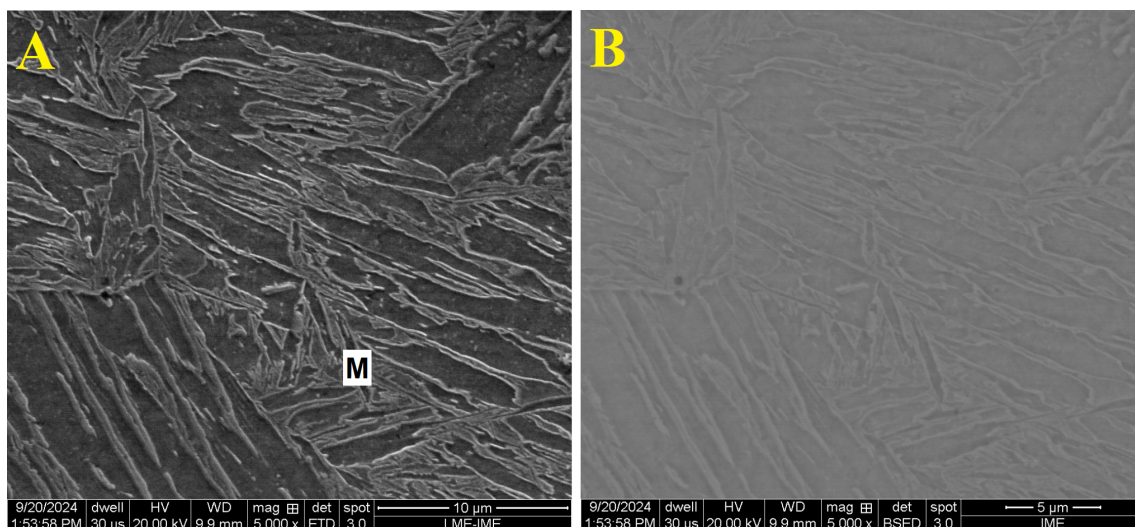


Figura 81 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 5.000x, de amostras do aço H13 Villares, condição temperada, obtidas com os detectores: (A) SE; e (B) BSE. M: martensita.

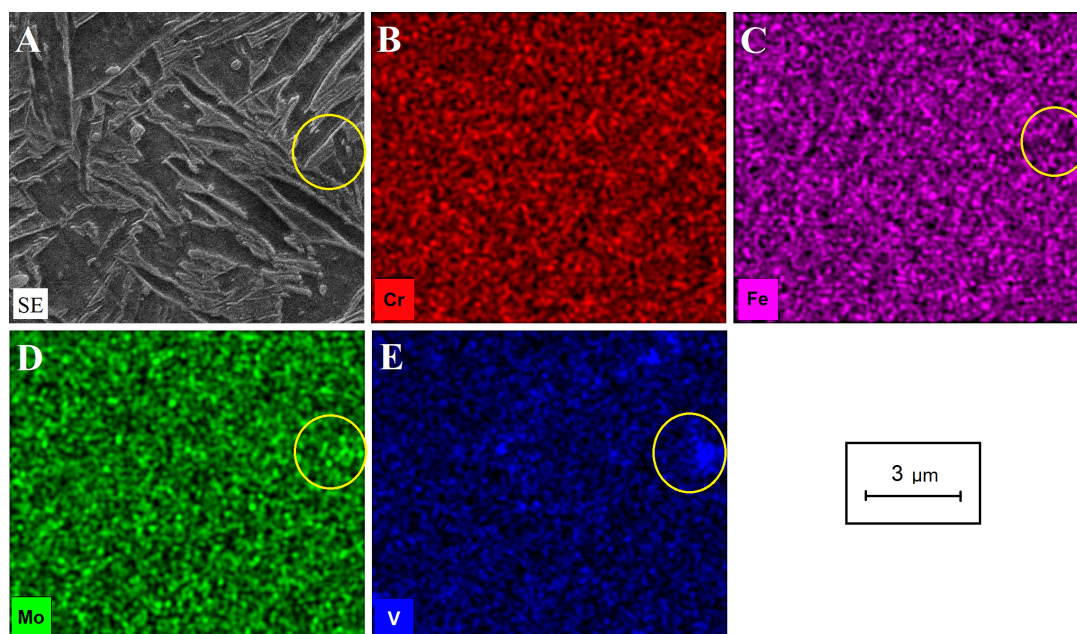


Figura 82 – Mapeamento via MEV/EDS de micro região do aço H13 da *Villares Metals*, condição "temperado", aumento de 10.000x, contendo estrutura com indícios de composição química diferenciada, destacando a micrografia com detector de SE (A) e os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), e V (E).

Por sua vez, a análise por difração de raios X pode ser vista no difratograma da Figura 83, no qual se apresenta o difratograma da condição temperada sobreposto ao da condição CR. Verifica-se que apenas foram detectados picos associados à fase martensita

(α' , já observada na micrografia por MEV/SE da Figura 81.A) nas mesmas posições antes ocupadas pelos picos de ferrita (α), entretanto de maneira mais achatada e alargada, o que pode ser associado às tensões residuais decorrentes da transformação martensítica (209). Observa-se também no difratograma do aço temperado um pico de DRX na posição de $30,9656^\circ$ de 2θ , sendo este atribuído ao grafite, tendo em vista que a referida amostra foi embutida em resina condutora, onde constava resina fenólica - amorfa - impregnada de *filler* de grafite cristalino, diferentemente da amostra como recebida (CR) que foi analisada sem estar embutida.

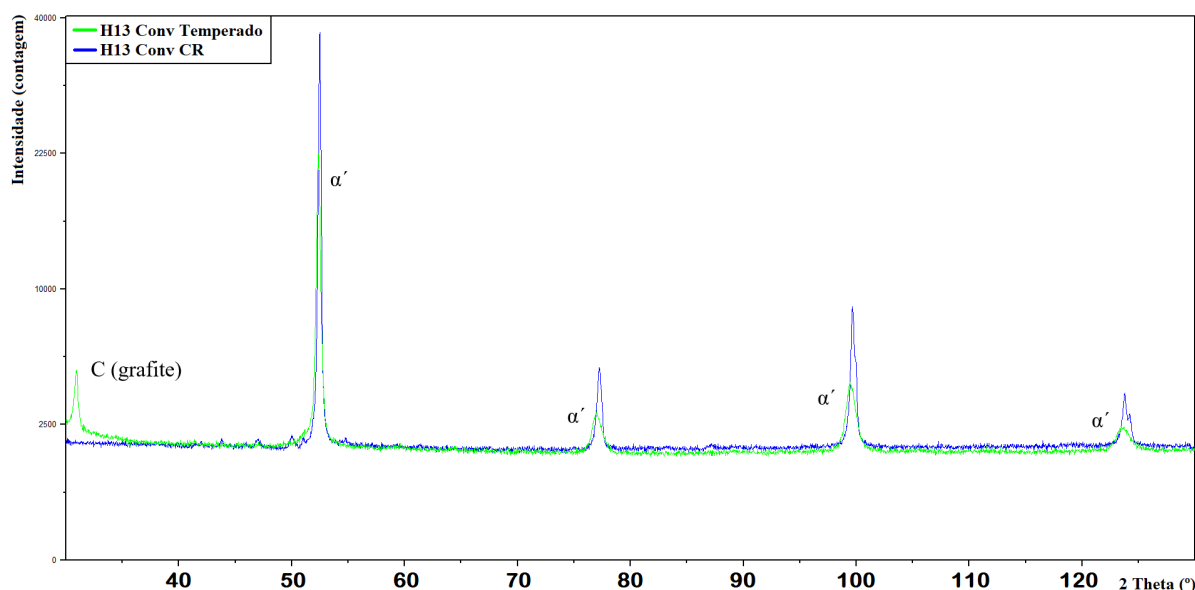


Figura 83 – Difratograma do aço H13 convencional recebido da Villares Metals Temperado em óleo.

Ensaio de dureza Rockwell realizado na amostra desta condição apresentou valor médio de 46,94 HRC e desvio padrão (DP) de 1,64. Tal resultado foi inferior aos 57,5 HRC apresentados por amostra de H13 temperada também a partir de patamar de 1030 °C em trabalho de Guanghai et al. (61), assim como dos 53 HRC citados em documentação do fornecedor Gerdau (5) para têmpera do H13 a 1020 °C. Já no ensaio de microdureza Vickers (HV), chegou-se a um valor médio de 432,4 HV e DP 12,9.

4.1.3 H13 de manufatura convencional - Temperado e Revenido uma vez

A análise por MO, apresentada na Figura 84, revela a transformação da estrutura martensítica antes verificada (vide Figura 80, da seção 4.1.2). Os blocos de ripas de martensita no interior dos grãos de austenita prévia se apresentam significativamente suavizados, fruto do revenimento realizado.

Já a análise por MEV pode ser observada nas micrografias da Figura 85. Em "A", com o detector de elétrons secundários (SE), identifica-se a redução e o desfazimento dos

blocos associados à martensita antes verificados na Figura 81 (seção 4.1.2). Por sua vez, a micrografia da Figura 85.B, obtida com detector de elétrons retroespalhados (BSE), diferentemente da condição temperada, apresenta indício de regiões com composição química diferenciada, remetendo à formação de carbonetos no revenimento ou mesmo ao coalescimento de carbonetos que possam não ter sido plenamente solubilizados na têmpera. Destaca-se, também, a similaridade da microestrutura apresentada com aquela verificada em outros estudos (67, 68) (vide Figura 14, da seção 2.3.3 da Revisão Bibliográfica), composta por martensita revenida e carbonetos.

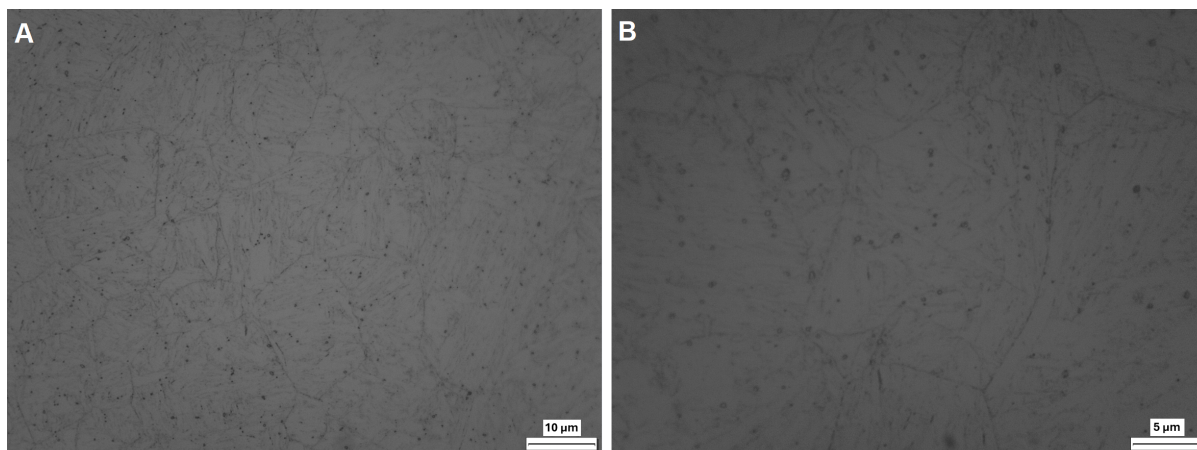


Figura 84 – Micrografias por MO do Aço H13 convencional temperado e revenido 1 vez. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.

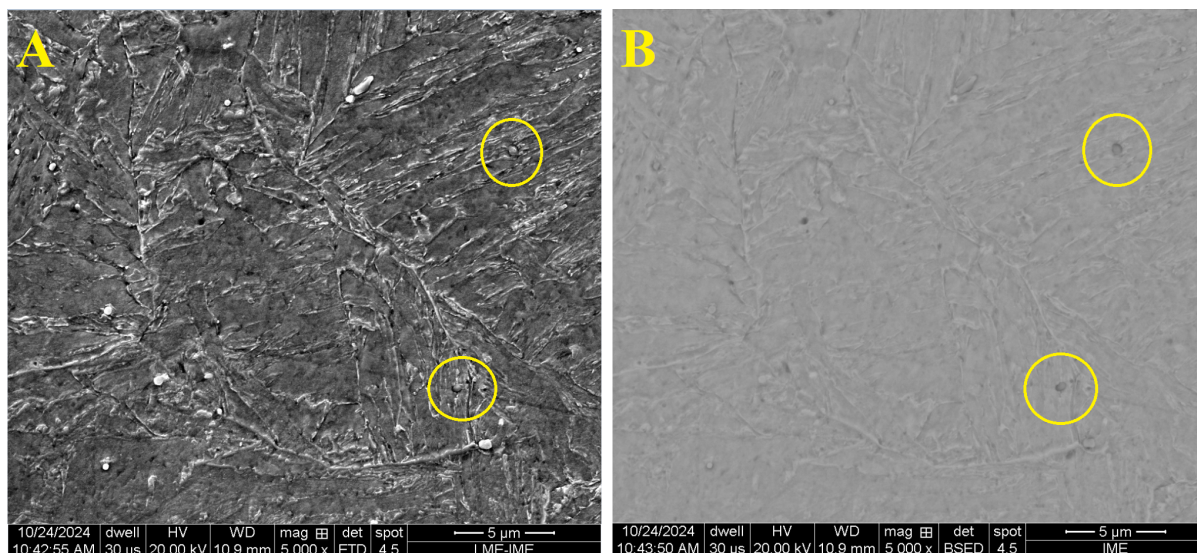


Figura 85 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 5.000x, de amostras do aço H13 Villares, condição temperada e revenida uma vez, obtidas com os detectores: (A) SE; e (B) BSE.

Diante dos indícios citados, buscou-se por estruturas similares às destacadas por círculos amarelos na Figura 85.A e B, e realizou-se análise por MEV/EDS em microregião

observada a 10.000 vezes de aumento, a qual está apresentada na Figura 86. Identificaram-se regiões com diferenciação positiva na presença de Vanádio e Molibdênio, acompanhadas de redução na presença de Fe, corroborando a ideia de presença de carbonetos formados no revenimento ou não dissolvidos em etapa anterior (têmpera).

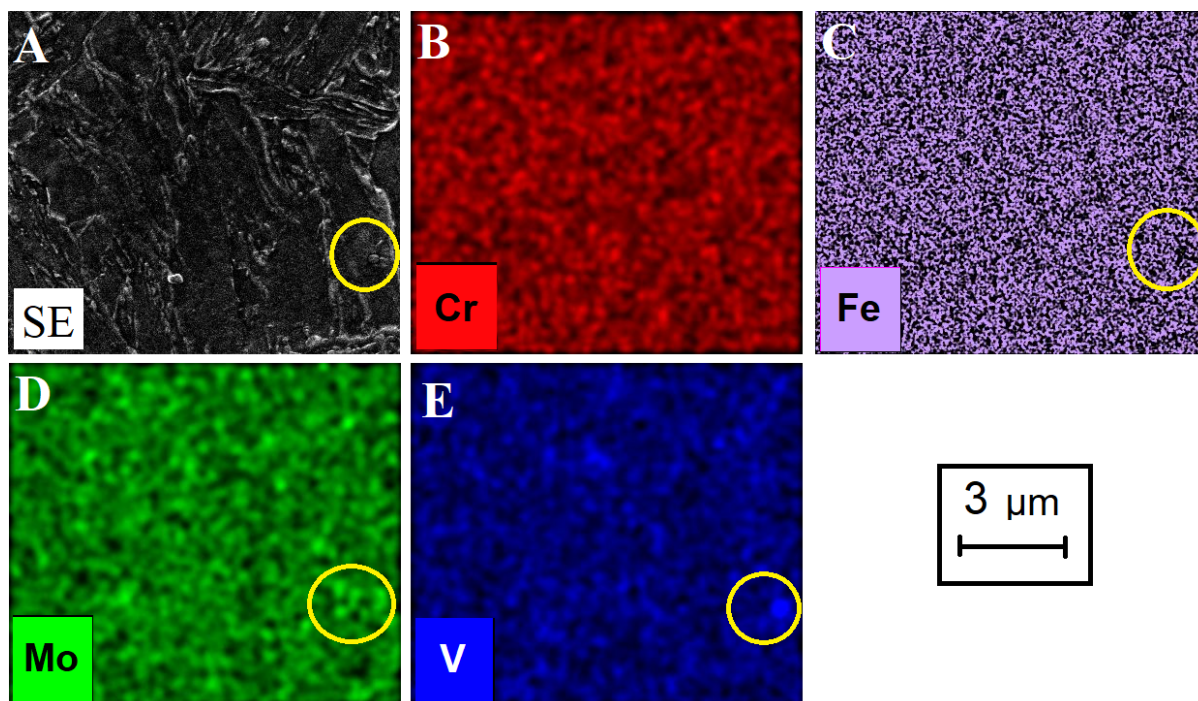


Figura 86 – Mapeamento via MEV/EDS de região contendo estrutura com indícios de composição química diferenciada, em microregião do aço H13 da *Villares Metals*, na condição "temperado e revenido uma vez", com aumento de 10.000x, destacando a micrografia com detector de SE (A) e os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), e V (E).

Por sua vez, a análise por difração de raios X, que pode ser verificado na Figura 87, não permitiu verificar a presença de carbonetos, tendo sido identificados apenas picos referentes à martensita revenida, à qual se apresenta nas mesmas posições dos picos da ferrita (típica da condição CR) e da martensita (característica da condição temperada) (210). Destaca-se a manutenção de picos associados ao grafite relacionados ao *filler* de grafite cristalino da resina condutora na qual a amostra estava embutida, conforme já mencionado na seção 4.1.2. Observa-se também uma leve tendência de alongamento de alguns picos da condição revenida, em comparação à condição temperada, algo coerente com a redução de tensão interna esperada com o revenimento (209).

Quanto à dureza, o ensaio de dureza Rockwell teve como valor médio 47,58 HRC e desvio padrão (DP) de 0,31 para a condição temperada e revenida uma vez, valor esse bem próximo do obtido por Koneshlou, Asl e Khomamizadeh (72) para tratamento de têmpera e revenimento simples com H13 convencional (apresentado na seção 2.3.3 da

Revisão Bibliográfica) de 49 HRC. Por sua vez, a microdureza Vickers (HV) resultou em valor médio de 456,8 HV e DP 10,3.

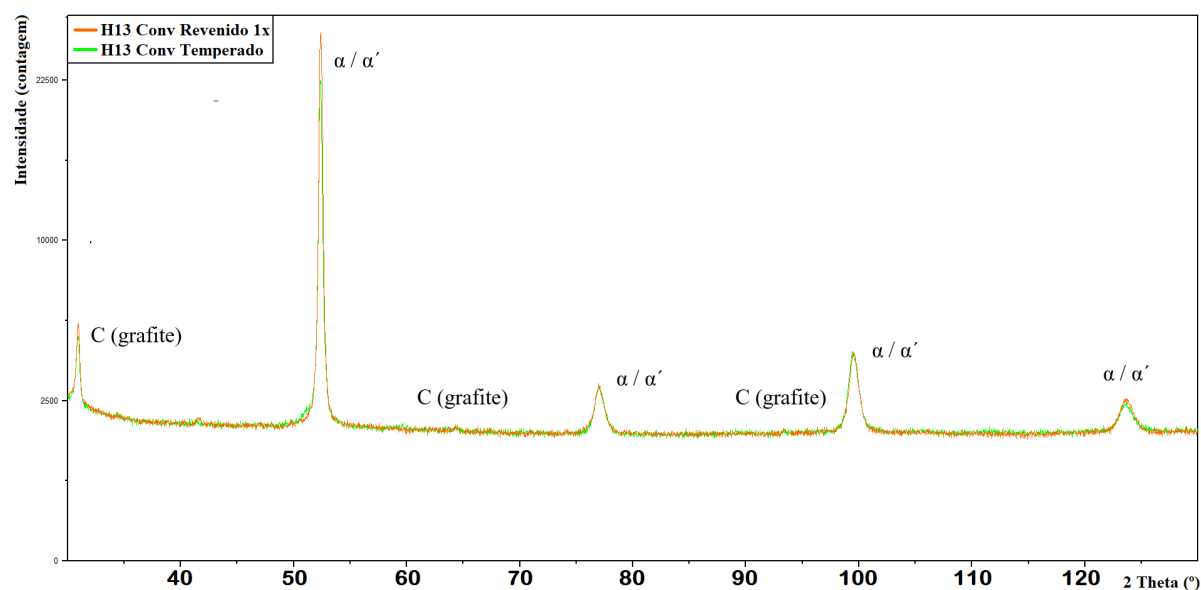


Figura 87 – Difratograma do aço H13 convencional recebido da Villares Metals na condição revenido uma vez, sobreposto ao difratograma da condição temperado.

4.1.4 H13 de manufatura convencional - Temperado e Duplamente Revenido

Micrografias obtidas por MO para esta condição estão apresentadas na Figura 88. Ao compará-las com a condição anterior, de um primeiro revenimento, é interessante notar uma aparente redução do tamanho de grão, evidenciando um processo de refinamento de grão fruto de uma recristalização ocorrida no tratamento térmico (61). Ademais, multiplicaram-se as porções escurecidas dispersas pela microestrutura, as quais podem estar relacionadas ao arrancamento pelo ataque químico de regiões com carbonetos presentes em maior quantidade, aspecto que será explorado em caracterizações posteriores.

A análise por MEV está apresentada nas micrografias da Figura 89. Em "A", com o detector de elétrons secundários (SE), e "B", obtida com detector de elétrons retroespalhados (BSE), verifica-se a continuação do processo de desfazimento dos blocos associados à martensita (Figura 81 da seção 4.1.2). Verifica-se na presente condição a persistência dos indícios de regiões com composição química diferenciada (vide pontos de topografia e coloração diferenciada, respectivamente na Figura 89.A e B), remetendo à intensificação da formação de carbonetos no revenimento, acompanhada de um alargamento do que antes foram placas de martensita (68). Destaca-se a similaridade da microestrutura obtida com aquela verificada em estudos de Ning et al. (67) e Prudente et al. (68) (vide Figura 14 da seção 2.3.3 na Revisão Bibliográfica).

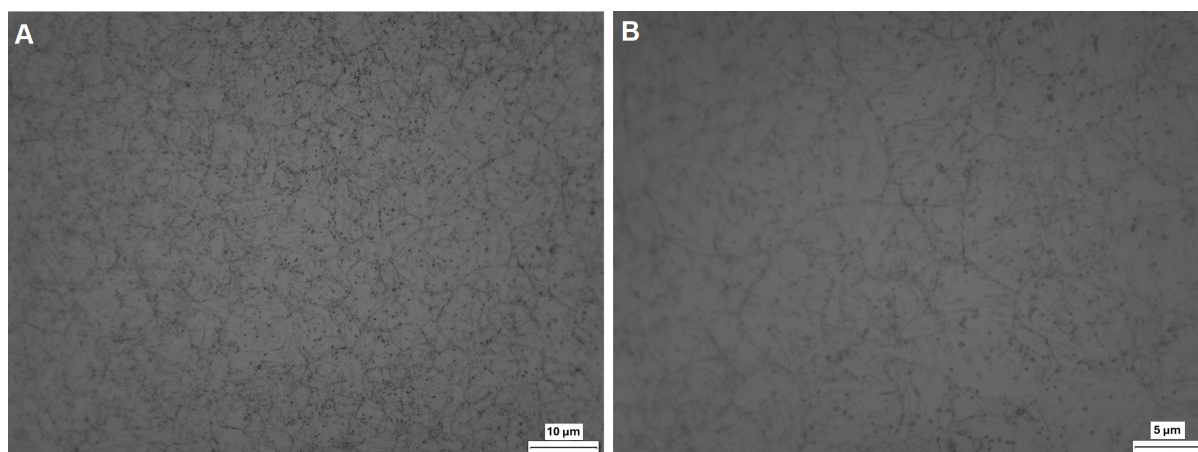


Figura 88 – Micrografias por MO do Aço H13 convencional temperado e duplamente revenido. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.

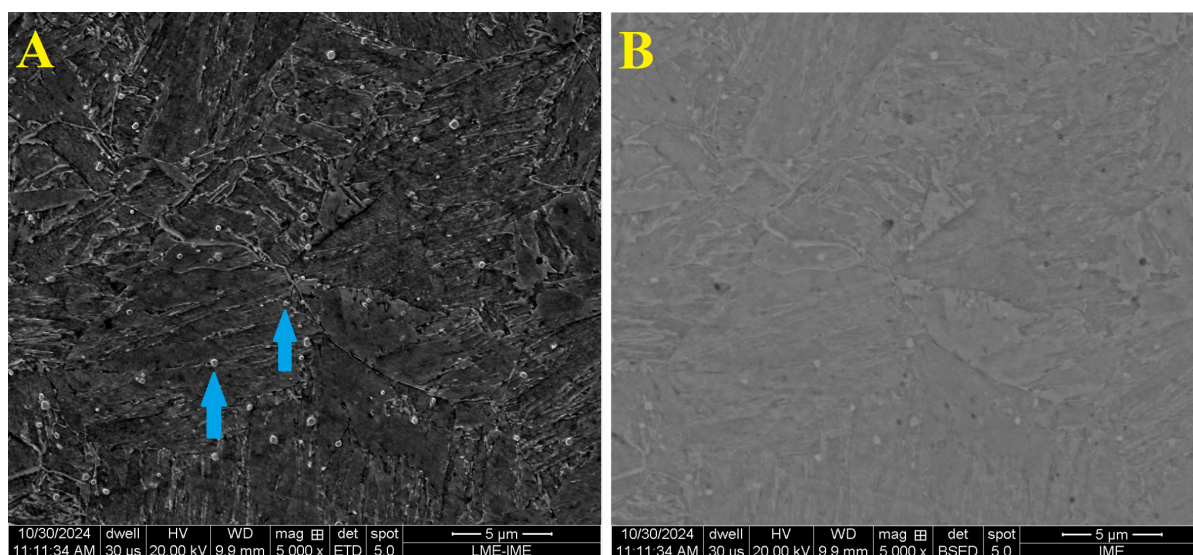


Figura 89 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 5.000x, de amostras do aço H13 Villares, temperada e revenida duas vezes, obtidas com os detectores: (A) SE; e (B) BSE. Setas azuis: carbonetos secundários.

De forma a aprofundar a interpretação das regiões com topografia e coloração diferenciada, realizou-se análise por MEV/EDS em microregião observada a 10.000 vezes de aumento, conforme apresentado na Figura 90. Identificaram-se regiões com diferenciação positiva na presença de vanádio e molibdênio e aparente redução de Fe, como também de Cr (menos intenso), em frequência de incidência maior que a observada nas condições anteriores, corroborando a ideia de que a precipitação e coalescimento de carbonetos se intensifica no segundo revenimento. Círculos amarelos destacam algumas regiões no mapeamento referente a cada elemento, sendo estes referenciados pelas cores a eles relacionados (vermelho - Cr; verde - Mo; e azul - V) ao indicar suas posições na micrografia da Figura 90.A.

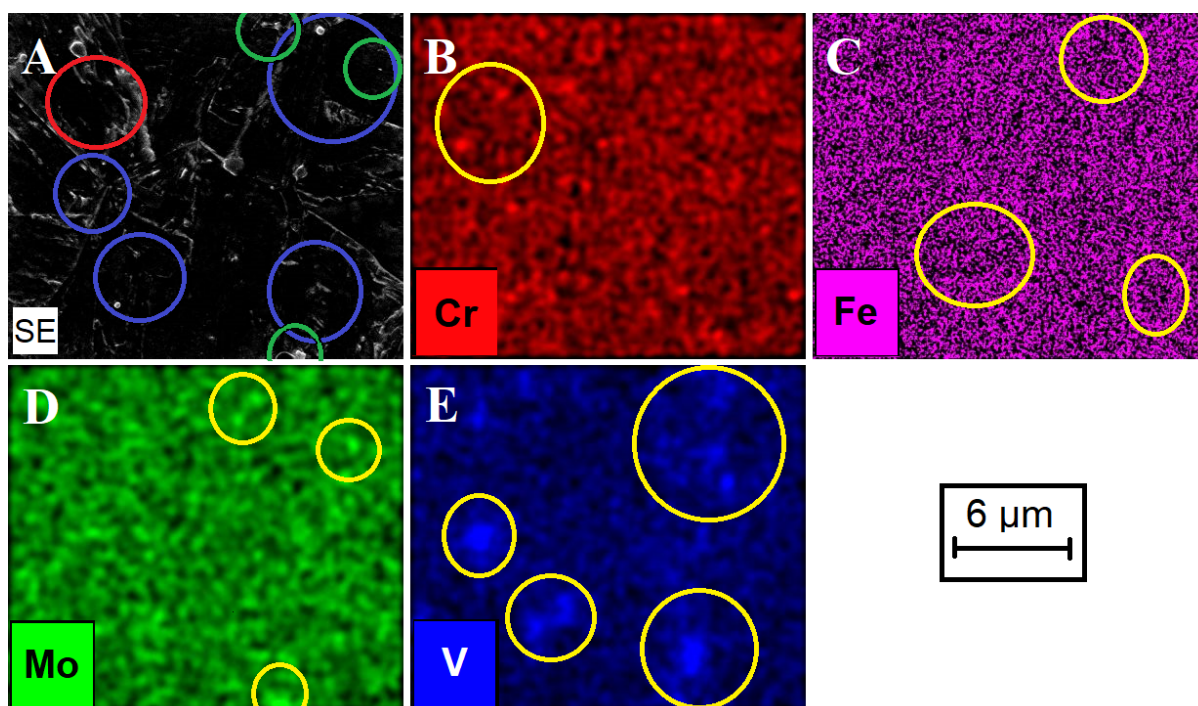


Figura 90 – Mapeamento via MEV/EDS de região contendo estrutura com indícios de composição química diferenciada, em micro região do aço H13 da *Villares Metals*, na condição "temperado e revenido duas vezes", com aumento de 10.000x, destacando a micrografia com detector de SE (A) e os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), e V (E).

Deve-se ter em mente que a caracterização da evolução da presença de carbonetos precipitados com o auxílio de MEV consegue identificar regiões com a presença de carbonetos (67, 68). Entretanto, a caracterização de um tipo específico deste precipitado só seria possível pela aplicação da técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET) (97), fora do escopo traçado para este trabalho.

Apesar dos indícios de carbonetos verificados por MEV/EDS, a análise por difração de raios-X e sua capacidade de resolução não foi capaz de evidenciar a presença de tais microconstituintes, sendo somente os picos α/α' referentes à martensita revenida sido identificados. O difratograma para a condição revenido duas vezes pode ser visto na Figura 91, sobreposto ao da condição revenido uma vez, e apresentando os mesmos elementos e perfil já descritos para a condição "revenido uma vez", na seção 4.1.3.

Foi também realizado ensaio de dureza Rockwell com valor médio 47,46 HRC e desvio padrão (DP) de 0,69 para a condição temperada e revenida duas vezes. Tal valor está entre o obtido por Guanghai et al. (61) para um revenimento duplo entre 580 °C (54 HRC) e 600 °C (46 HRC). Também é próximo dos 49 HRC obtidos por Koneshlou, Asl e Khomamizadeh (72) para um tratamento completo de têmpera e revenimento já mencionado na seção 2.3.3 da Revisão Bibliográfica. Já a microdureza Vickers evidenciou

um valor médio de 480,4 HV e DP 11,9 para esta condição.

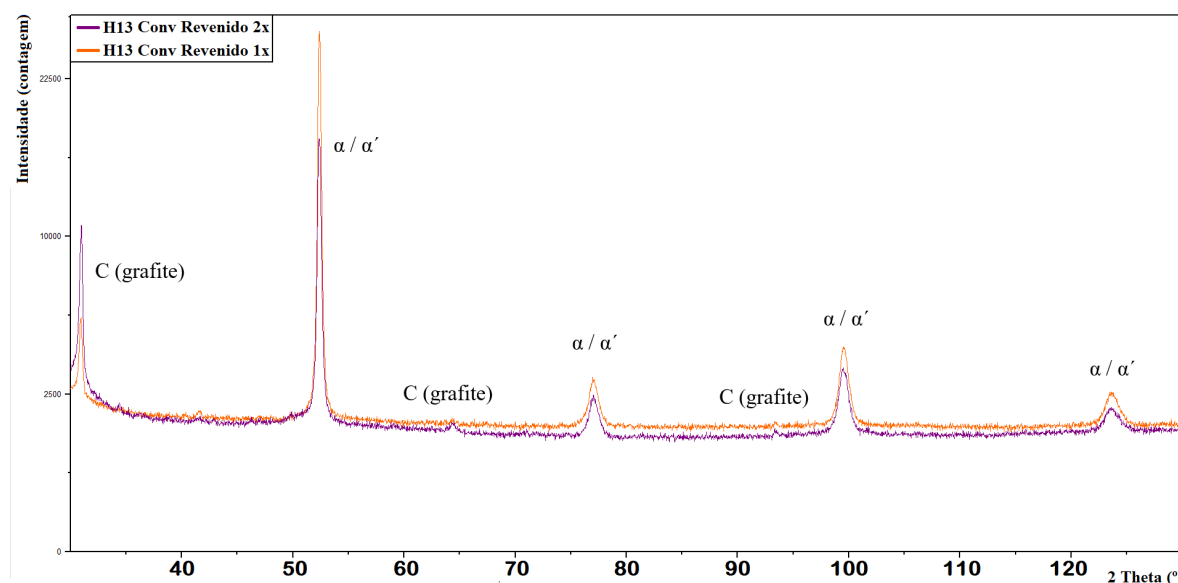


Figura 91 – Difratograma do aço H13 convencional recebido da Villares Metals na condição revenido duas vezes, sobreposto ao difratograma da condição revenido uma vez.

4.1.5 Ensaios de Impacto Charpy - H13 de manufatura convencional Villares

Os resultados dos ensaios Charpy realizados com o aço H13 convencional, com CPs extraídos da face superior/radial e da face longitudinal do bloco de origem do material (vide Figura 57), podem ser vistos nas Tabelas 20 e 21.

Tabela 20 – Resultados dos Ensaios de Impacto Charpy - Aço H13 Convencional - Face Superior/Radial.

Face Superior/Radial			
Amostra	Energia (J)	Média	DP
1	47	46,8	2,17
2	47		
3	50		
4	44		
5	46		

Diante dos resultados obtidos, pelo fato de os valores para a Face Superior/Radial terem sido ligeiramente inferiores, decidiu-se de maneira conservadora pela escolha de tal face como padrão para extração de novos CPs para serem submetidos a novos ensaios de impacto, após a realização dos tratamentos térmicos de interesse para essa pesquisa.

Tabela 21 – Resultados dos Ensaios de Impacto Charpy - Aço H13 Convencional - Face Longitudinal.

Face Longitudinal			
Amostra	Energia (J)	Média	DP
1	48	54,0	3,39
2	56		
3	55		
4	56		
5	55		

Por sua vez, os resultados dos ensaios realizados com CPs de tamanho reduzido para a condição "como recebido" e submetido a tratamento térmico de têmpera e duplo revenimento (TT) podem ser verificados na Tabela 22.

Tabela 22 – Resultados dos Ensaios de Impacto Charpy - Aço H13 Convencional - condição "como recebido" (CR) e "tratado termicamente" (TT) - CPs tamanho reduzido.

Villares - tamanho reduzido			
Amostra	Média da energia absorvida (J)	DP	Energia corrigida (J) ¹
CR	12,33	0,58	49,32
TT	3,33	0,58	13,32

¹fator de correção de 4x (211).

Inicialmente, destaca-se que foram observados na literatura estudos objetivando correlacionar os resultados obtidos com CPs de tamanho reduzido e aqueles de tamanho convencional (211, 212, 213). Em Bashu (211), corpos de prova com espessura de 2,5 mm tiveram seu valor relacionado aos obtidos com espessura convencional (10,0 mm) por fatores multiplicativos entre 2 e 4. Por sua vez, a Norma ASTM A370:24 (213) sugere a correlação de um valor de 12 J obtido com um CP de 10 mm x 5 mm (denominado como de tamanho 1/2) com um valor de 25 J em um CP convencional (10 mm x 10 mm) e ao valor de 48 J se o CP reduzido (chamado de tamanho 1/4) for de dimensão 10 mm x 2,5 mm.

Considerando que a redução adotada no presente trabalho foi de 1/2 em cada uma das faces e não apenas em uma delas, bem como visualizando a correspondência entre o valor obtido para a energia absorvida no impacto para a condição CR de tamanho reduzido (12,33 J) e seu ajuste para 48 J na Norma ASTM 370:24 ao converter a área de 0,25 cm² para 1 cm² (213), além de verifica-se que tais 48 J se posicionam muito próximos do valor obtido nesta pesquisa com o CP convencional também para a condição CR (46,8 J +-2,17), optou-se por adotar um valor corrigido com fator multiplicativo de 4 vezes. Complementando tal consideração, observa-se o uso feito por Zhang et al. (214) da

unidade J/cm^2 , a qual está em perfeita consonância com o uso do fator multiplicativo 4 sobre os resultados dos ensaios desta pesquisa com CPs de tamanho reduzido.

Observa-se que um valor de 13,32 J para energia absorvida por CP na condição temperado e revenido duas vezes (TT) está condizente com a faixa esperada de 15 - 18 J para o aço H13 convencional tratado termicamente (72, 84). Além disso, a tenacidade do material recozido (energia corrigida de 49,32 J) ser superior à da condição temperado e revenido já é esperada, tendo em vista os efeitos de redução da ductilidade e da tenacidade na têmpera (aliviados no revenimento) (44).

4.2 Pó metálico do aço H13

A caracterização do pó metálico fabricado nacionalmente foi desenvolvida em quatro vertentes:

- 1) Classificação granulométrica;
- 2) Investigação microscópica e análise por difração de raios X;
- 3) Avaliação da composição química;
- 4) Comportamento reológico.

4.2.1 Classificação Granulométrica

Os resultados da classificação granulométrica resultante do peneiramento mencionado em 3.2.2.12 podem ser vistos nas Tabelas 23 e 24. Na primeira, observa-se uma perda de 3,81 % do material de partida utilizado na atomização. Já a segunda, evidencial em termos absolutos e percentuais, o quantitativo obtido após a atomização para três faixas granulométricas. Destaca-se que a faixa entre $53 \mu\text{m}$ e $150 \mu\text{m}$ foi estabelecida como alvo durante a contratação do serviço de atomização. Também foram identificados, no material da faixa acima de $150 \mu\text{m}$, indícios de oxidação, presença de sujidades, e existência de partículas grosseiras similares a respingos e flocos aglomerados, estes dois últimos de certa forma esperados em processos de atomização (168). Ademais, é importante lembrar que se trata de uma primeira rodada de atomização não otimizada cujas peculiaridades observadas serão repassados ao fornecedor, por ocasião da conclusão deste trabalho.

Por sua vez, o resultado da metodologia de estudo da granulometria com uso do software ImageJ e micrografias das partículas dos pós (mencionada na seção 3.2.2.4), foram obtidos valores consolidados no gráfico da Figura 92, os quais podem ser sintetizados pelos parâmetros de $D_{50} = 68 \mu\text{m}$ e $D_{90} = 128 \mu\text{m}$, onde observa-se um centro da faixa um pouco menor do que o utilizado por Joshi et al. (23) ($D_{50} = 90 \mu\text{m}$), porém com as partículas até um tamanho superior bastante similar aos mencionados por estes autores ($D_{90} = 110 \mu\text{m}$). Destaca-se que, pelo fato de o pó em questão ter geometria significativamente variada e

contornos imperfeitos, o tratamento da imagem fica suscetível a alguns erros pontuais na quantificação, como a contagem de grande número de partículas diminutas. Entretanto, estes não inviabilizam a análise global da distribuição de tamanhos, a qual corroborou fato de a maior concentração de partículas estar na faixa entre 50 e 150 μm , conforme solicitado da empresa executora do serviço de atomização.

Tabela 23 – Resultados Gerais do Serviço de Atomização

Item	Valor	Un	Origem
Material de partida	80,00	kg	Villares Metals
Embalagem 1	10,65	kg	Pós Metálicos Especiais Ltda
Embalagem 2	14,90	kg	
Embalagem 3	26,40	kg	
Embalagem 4	25,00	kg	
Total atomizado	76,95	kg	-
Perdas processo	3,05	kg	-
Percentual perdas	3,81%	-	-

Tabela 24 – Resultados da Atomização por Faixas Granulométricas

Faixa	Valor	Un	Percentual
Maior que 150 μm	23,47	kg	30,50%
53 μm < d < 150 μm	47,42	kg	61,63%
Menor que 53 μm	6,06	kg	7,87%
Total	76,95	kg	100,00%

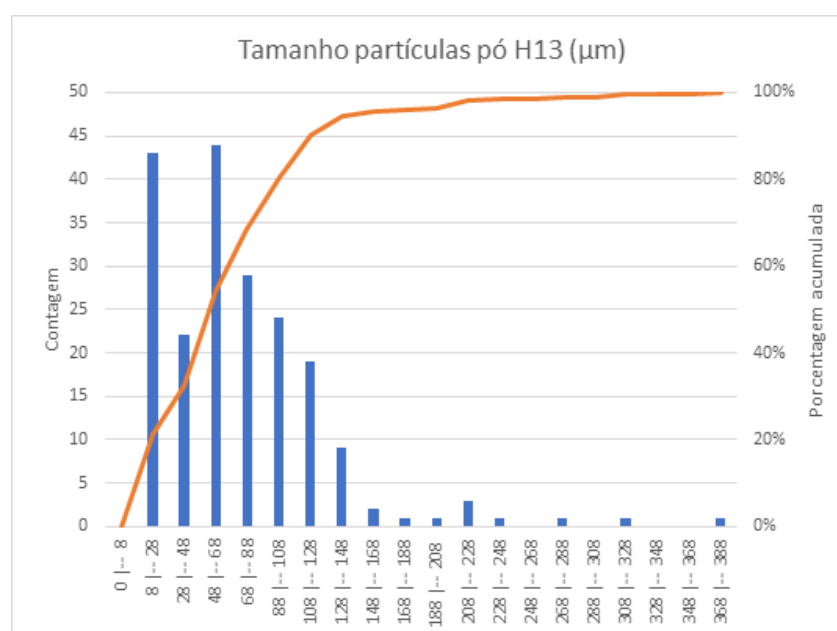


Figura 92 – Classificação granulométrica de pós do aço H13.

Por fim, a análise de distribuição granulométrica foi realizada por meio de análise específica para este fim, utilizando difração a laser em equipamento do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT/SP). Foram avaliadas amostras extraídas de volumes que, após o peneiramento já mencionado, enquadraram-se dentro da faixa de interesse para a deposição via L-DED ($53\ \mu\text{m}$ a $150\ \mu\text{m}$), faixa esta m pouco mais ampla que a estabelecida por Bohlen et al. (16) ($50\ \mu\text{m}$ a $100\ \mu\text{m}$) e Pellizzari et al. (74) ($45\ \mu\text{m}$ a $106\ \mu\text{m}$).

Na Figura 93 apresenta-se a distribuição de frequência para as partículas oriundas de batelada de atomização adotada como principal, utilizada na deposição de amostras do presente trabalho. Observa-se que a maior parte das partículas encontra-se em faixa granulométrica pouco acima dos $100\ \mu\text{m}$, fato confirmado pelos percentis obtidos que foram de: $D_{10} = 67,86\ \mu\text{m}$; $D_{50} = 117,25\ \mu\text{m}$; e $D_{90} = 195,50\ \mu\text{m}$.

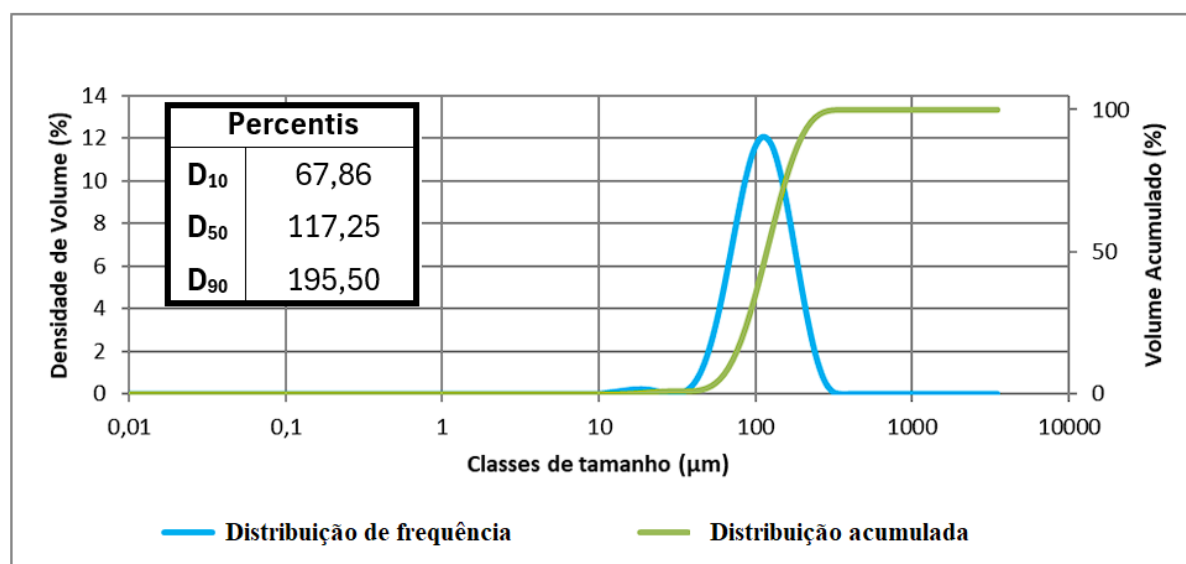


Figura 93 – Classificação granulométrica de pó do aço H13 avaliada por difração a laser, amostra principal: gráfico de frequência, distribuição acumulada e percentis.

De forma comparativa, verifica-se na Figura 94 a distribuição granulométrica para uma segunda amostra, também fruto do peneiramento que a enquadrrou na faixa para uso com L-DED, porém originária de uma segunda embalagem recebida da empresa responsável pela atomização, material este também disponível para uso nas deposições. Neste caso, permanece o centro da distribuição próximo ao valor dos $100\ \mu\text{m}$, porém desta vez centrada em posição pouco abaixo deste valor, conforme revelam os percentis obtidos: $D_{10} = 45,28\ \mu\text{m}$; $D_{50} = 90,23\ \mu\text{m}$; e $D_{90} = 168,40\ \mu\text{m}$.

Observa-se, nas análises de classificação granulométrica, em ambas as amostras, grande compatibilidade com os valores de percentis encontrados para o pó atomizado a gás, do fornecedor *Carpenter Technology*, processado por Joshi et al. (23) ($D_{10} = 60\ \mu\text{m}$; $D_{50} = 90\ \mu\text{m}$; e $D_{90} = 110\ \mu\text{m}$), mencionados na seção 2.4.6.

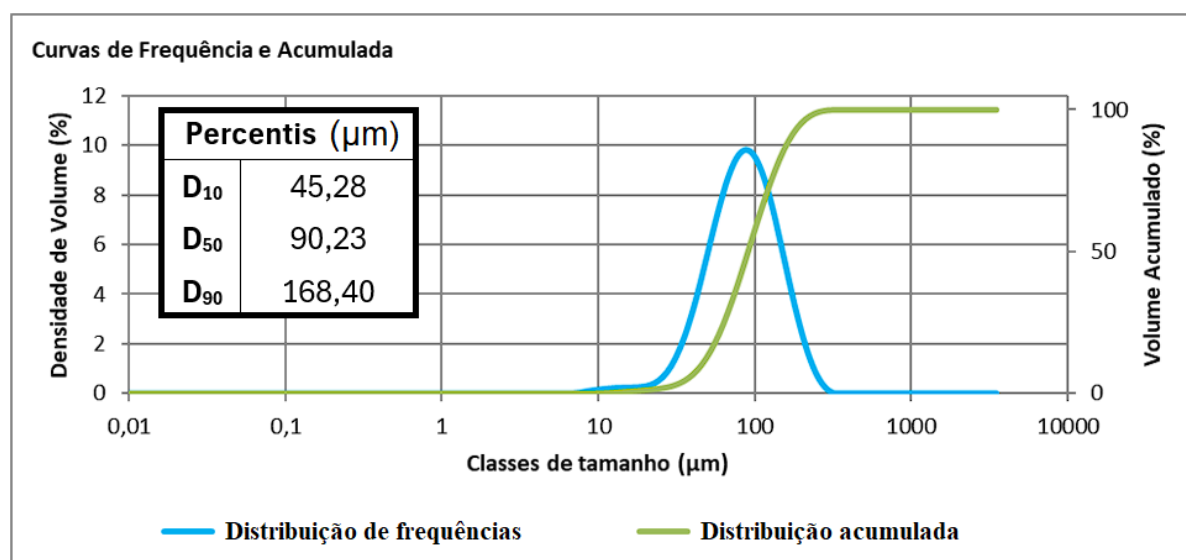


Figura 94 – Classificação granulométrica de pó do aço H13 avaliada por difração a laser, amostra secundária: gráfico de frequência, distribuição acumulada e percentis.

4.2.2 Investigação Microscópica para avaliação morfológica e análise por difração de raios X

A investigação microscópica foi feita de duas formas: avaliação das partículas de pó aplicados em fita de carbono, no MEV; estudo do interior dos grãos dos pós, através do seccionamento das partículas por artifício mencionado em 3.2.2.12. As micrografias obtidas por MEV também foram utilizadas em metodologia já comentada de classificação granulométrica com auxílio do software ImageJ.

A observação do pó com auxílio dos detectores de SE e BSE no MEV mostrou que, conforme esperado, a atomização em água gera partículas não esféricas e de tamanhos variados. Conforme se vê na Figura 95, a morfologia irregular (algumas com formato de pera - *pear like* (48)) de algumas partículas ocorre em meio a outras com aspecto mais esférico. Também verificaram-se indícios de oxidação com intensidades variadas nas diferentes partículas, vide porções de coloração diferenciadas na Figura 95.B. Observa-se que a forma, apesar de irregular, ainda é significativamente melhor que a obtida por Rogalsky et al. (162) na atomização também em água de pó de ferro, conforme apresentado na Figura 30 da seção 2.4.5 na Revisão Bibliográfica.

Um ponto importante é que as deposições realizadas o pó de H13 atomizado em água (vide seção 4.3) indicaram que o aspecto morfológico do pó não comprometeu o fluxo de alimentação ou a densificação nas deposições por MA/L-DED, ressaltando-se que não foi feita, na presente pesquisa, uma comparação direta com resultados obtidos em deposição com pó de H13 atomizado a gás, por falta de acesso oportuno a tal material, comparação esta que consta como sugestão de trabalho futuro.

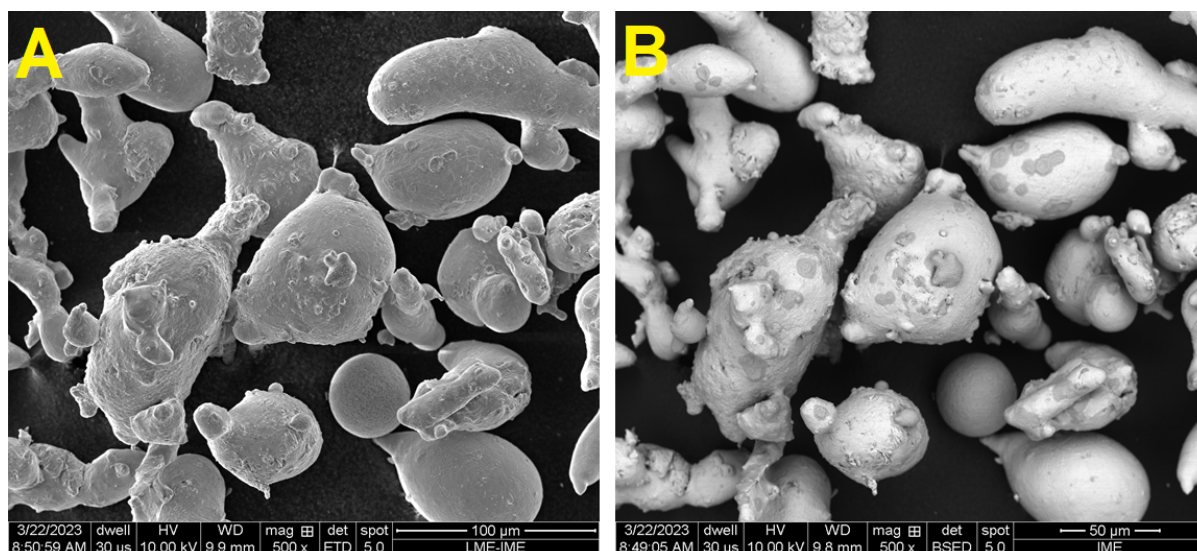


Figura 95 – Micrografia por MEV do pó metálico de H13 atomizado em água com detectores: (A) de elétrons secundários (SE); e (B) de elétrons retroespalhados (BSE).

Por sua vez, a análise por difração de raios X, cujo difratograma pode ser visto na Figura 96, indicou a presença de martensita, fase esperada nos pós, em virtude do rápido resfriamento sofrido na atomização; indícios da presença de carbonetos (aqui detectados os de Mo), relacionados a regiões com segregação de elementos de liga durante o processo de solidificação, conforme pode ser visto pelo estudo do interior de uma partícula de pó apresentado na Figura 69; presença de óxidos contendo ferro e outros elementos de liga do aço, algo coerente com a observação de regiões oxidadas na Figura 95.B.

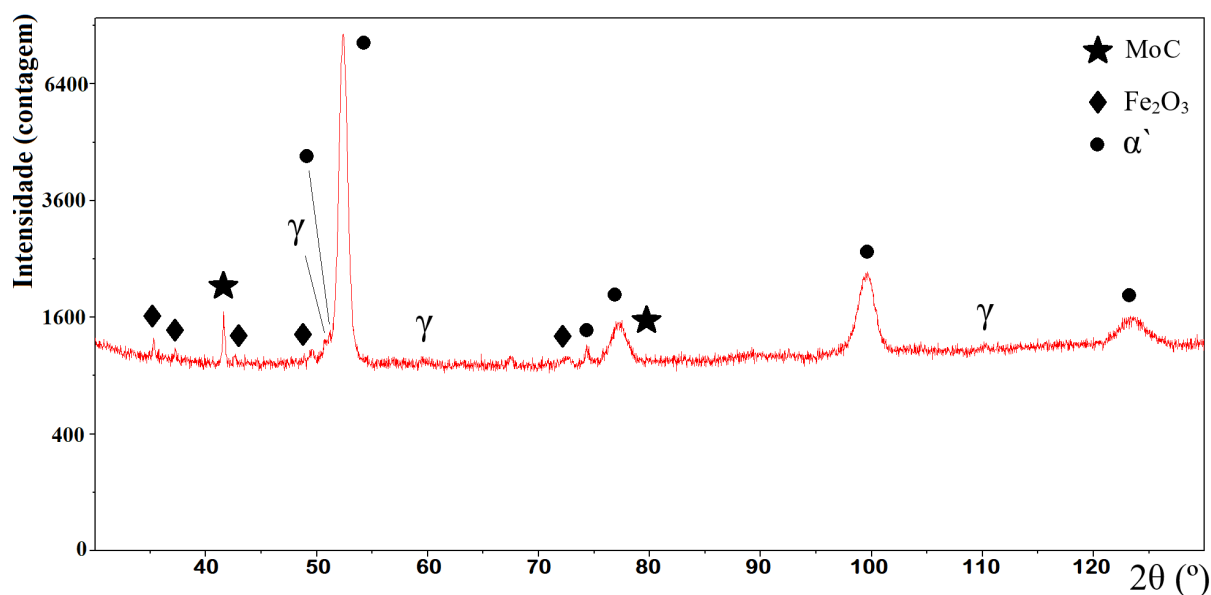


Figura 96 – Difratograma do pó de aço H13 atomizado em água utilizado nas deposições deste trabalho.

4.2.3 Avaliação da Composição Química do Pó de H13

Os resultados da quantificação por EDS a partir da análise por MEV/EDS de partículas de pó seccionadas encontram-se consolidados na Tabela 25 e mostram extrema coerência com a composição química do aço H13 (vide Tabela 2) (45, 46), além de um baixo desvio padrão, indicando homogeneidade nos resultados. Cabe lembrar aspecto apresentado por Péter et al. (157) ao realizarem procedimento similar, destacando que o tamanho de dezenas de micrômetros das partículas é muito superior à profundidade de penetração do feixe de elétrons, permitindo considerá-las como materiais *bulk* e dando maior credibilidade aos resultados de composição obtidos por EDS nestas circunstâncias.

Tabela 25 – Resultados de EDS com pó metálico H13 seccionado (% em peso)

Elementos	Área 1	Área 2	Área 3	Área 4	Área 5	MÉDIAS	DP ¹
Fe	92,37	91,80	92,18	92,18	92,37	92,18	0,21
Cr	4,74	5,07	4,95	4,86	4,83	4,89	0,11
Mo	1,48	1,44	1,36	1,48	1,28	1,41	0,08
V	0,87	0,94	0,94	0,86	0,92	0,91	0,03
Si	0,54	0,74	0,57	0,62	0,60	0,61	0,07
TOTAL	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	-

¹DP - Desvio Padrão

Também é importante ressaltar que não foi realizada análise para o elemento Carbono, por este, juntamente com oxigênio, poder compor impurezas do sistema de vácuo e da preparação da amostra, não sendo seus resultados confiavelmente obtidos por EDS (157).

Ainda com o objetivo de avaliar as composição química do pó utilizando nas deposições desta pesquisa, observam-se os resultados obtidos por meio da técnica ICP-OES, com apoio do IPT/SP, nas Tabelas 26 e 27. Destaca-se que o Carbono foi analisado pela técnica de combustão direta, em complemento às outras análises feitas por ICP-OES. Nos dois casos apresentados em tais Tabelas, verifica-se que os valores médios para os percentuais de composição dos elementos principais do aço H13 enquadram-se nas faixas esperadas para tal material, conforme pode ser visto na Tabela 2 (45, 46), à exceção do Si, cuja média 0,687 % para a amostra (I) e 0,737 % para a amostra (II), ficaram ligeiramente abaixo do limite inferior de 0,800 % previsto. Entretanto, caso seja considerado o valor de incerteza (vide Tabelas 26 e 27), o limite inferior para o Si passa também a ser respeitado.

4.2.4 Estudo da escoabilidade por funil de Hall

Quanto à avaliação da escoabilidade utilizando-se o funil de Hall, já mencionado no Capítulo 3, na Tabela 28 podem ser vistos os resultados obtidos para o pó da batelada principal utilizada nas deposições. Já na Tabela 29, verificam-se os valores obtidos para

o ensaio realizado com o pó de uma batelada secundária, também dentro da faixa de interesse para DED, mas oriunda de uma segunda embalagem oferecida pelo fornecedor. Observa-se que o tempo médio de escoamento em ambos é relativamente similar, aspecto favorável à avaliação de repetibilidade no processo de atomização.

Tabela 26 – Composição Química do pó metálico utilizado nas deposições realizadas nesta pesquisa, % em peso, amostra (I). Técnica de ICP-OES.

	Elementos (% massa)				
Replicatas	C	Mn	Si	Cr	Mo
1	0,315	0,210	0,690	5,200	1,600
2	0,316	0,200	0,640	4,900	1,530
3	0,324	0,220	0,730	5,600	1,750
Média	0,318	0,210	0,687	5,233	1,627
Incerteza ¹	0,012	0,040	0,120	0,900	0,280
DP	0,005	0,010	0,045	0,351	0,112
Replicatas	V	Ni	Cu	Nb	P
1	0,880	0,420	0,110	0,007	0,009
2	0,840	0,410	0,110	0,007	0,008
3	0,960	0,460	0,130	0,010	0,010
Média	0,893	0,430	0,117	0,008	0,009
Incerteza ¹	0,160	0,070	0,020	0,005	0,002
DP	0,061	0,026	0,012	0,002	0,001

¹Confiança 95%, t Student, n=3.

Tabela 27 – Composição Química do pó metálico utilizado nas deposições realizadas nesta pesquisa, % em peso, amostra (II). Técnica de ICP-OES.

	Elementos (% massa)				
Replicatas	C	Mn	Si	Cr	Mo
1	0,326	0,230	0,790	5,900	1,810
2	0,330	0,200	0,670	5,000	1,590
3	0,323	0,220	0,750	5,500	1,710
Média	0,326	0,217	0,737	5,467	1,703
Incerteza ¹	0,009	0,030	0,150	1,100	0,270
DP	0,004	0,015	0,061	0,451	0,110
Replicatas	V	Ni	Cu	Nb	P
1	0,990	0,500	0,140	0,008	0,010
2	0,870	0,430	0,120	0,007	0,009
3	0,940	0,460	0,130	0,009	0,010
Média	0,933	0,463	0,130	0,008	0,010
Incerteza ¹	0,150	0,090	0,020	0,003	0,002
DP	0,060	0,035	0,010	0,001	0,001

¹Confiança 95%, t Student, n=3.

Tabela 28 – Avaliação da escoabilidade por funil de Hall - Amostra principal de pó H13 atomizado em água.

Amostras	Massa da amostra (g)	Tempo (s)	Média (s)	DP ¹
1	50	23,95		
2	50	23,94		
3	50	23,91	23,95	0,03
4	50	23,99		
5	50	23,98		

¹DP - Desvio Padrão

Tabela 29 – Avaliação da escoabilidade por funil de Hall - Amostra secundária de pó H13 atomizado em água.

Amostras	Massa da amostra (g)	Tempo (s)	Média (s)	DP ¹
1	50	24,64		
2	50	24,67		
3	50	24,66	24,64	0,02
4	50	24,63		
5	50	24,61		

¹DP - Desvio Padrão

Brika et al. (185) apresentaram resultados do estudo da escoabilidade com funil de Hall para três pós de Ti6Al4V: um primeiro (pó 1) atomizado a gás; um segundo (pó 2) atomizado a plasma com distribuição de tamanho de partícula similar ao do pó 1; e um terceiro (pó 3) atomizado a plasma, mas com distribuição de tamanhos menor. Os tempos obtidos para os pós 1, 2 e 3, para amostras de 50 g foram, respectivamente de: 35 s, 25 s e 26 s.

Diante do exposto, a comparação da escoabilidade do pó de H13 atomizado em água com os pós estudados por Brika et al. (185), evidencia que o H13 apresentou tempos equivalentes aos dos pós atomizados a plasma, sendo tal tempo inferior ao do pó atomizado a gás. Tal situação é um indicativo da boa fluidez e escoabilidade do pó trabalhado na presente pesquisa.

Além disso, o fato de ter ocorrido uma boa escoabilidade no funil de Hall contribui para a interpretação de que os pós de H13 usados nesta pesquisa são não coesivos, já que, conforme aponta Muthuswamy (215), pós coesivos não se comportam bem neste tipo de análise, demandando a mudança para outros tipos de funil como o de Carney (maior orifício de saída) ou de Gustavson (ângulo do recipiente mais acentuado, favorecendo o escoamento).

4.2.5 Estudo reológico do pó de H13 fabricado nacionalmente

4.2.5.1 Ensaio de estabilidade e variação de fluxo - *Dynamic Flow*

Os resultados do ensaio de estabilidade e variação de fluxo podem ser vistos na Figura 97, que apresenta evolução das 3 replicatas. Observa-se que os valores entre o teste 1 e 7 se apresentaram bastante estáveis, de maneira similar ao observado para pós de Ti6Al4V (vide Figura 36 da seção 2.4.5.2 da Revisão Bibliográfica) no estudo de Wei et al. (165) e divergindo do comportamento de não atingir um patamar de estabilidade verificado com pós de aço inoxidável 316L por Groarke et al. (103) (vide Figura 35 também da seção 2.4.5.2 da Revisão Bibliográfica).

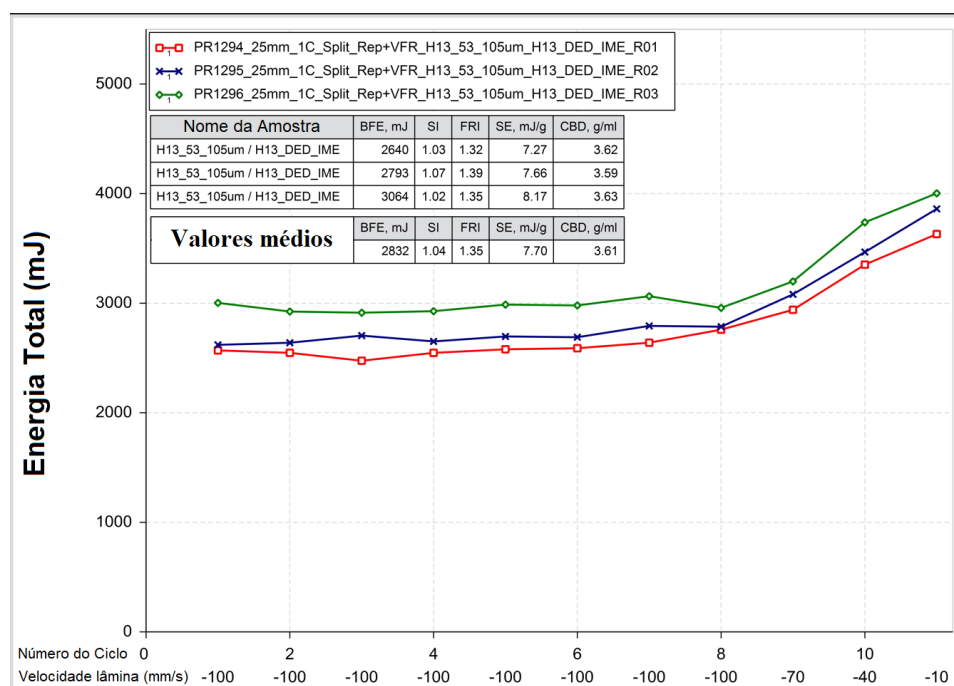


Figura 97 – Resultados em triplicatas do Ensaio de Estabilidade e Variação de Fluxo para pós de aço H13 nacionalmente atomizados em água na faixas granulométrica para DED.

O valor de SI indica se, ao fluir, pó mantém comportamento estável, ao comparar energias necessárias para os testes do ciclo 7 e ciclo 1. Observa-se que a estabilidade nos 7 primeiros ciclos apresentada pelo pó de H13 atomizado em água em estudo reflete-se no seu valor de SI (1,04), bem próximo de 1, o que retrata essa estabilidade (171, 172), indicando que fatores como aglomeração, segregação e outros decorrentes do armazenamento (178) não se apresentaram prejudicialmente ao escoamento.

FRI retrata a resposta da energia necessária para pó fluir à diminuição da velocidade da lâmina. Segundo Zhang et al. (171), efeitos de superfície são mais notáveis em partículas irregulares do que naquelas com forma mais esférica. De fato, a inclinação das curvas entre os ensaios 8 e 11 para o pó H13 (Figura 97) apresenta inclinação superior à do pó

esférico estudado na Figura 36, porém com inclinação inferior à do pó irregular também mostrado nesta última figura. Tal posição intermediária também se materializa no valor de FRI de 1,35 para o pó H13, 1,10 para o pó de Ti6Al4V esférico e 1,46 para pó Ti6Al4V bruto (vide Figura 36 da seção 2.4.5.2, da Revisão Bibliográfica).

Segundo Freeman (172), pós não-coesivos não apresentam grandes diferenças com a variação de velocidade (FRI sobe, mas não tanto quanto para coesivos - é menos sensível no caso dos não-coesivos), reforçando que o pó de H13 teria coesividade em nível entre o apresentado pelos pós de Ti6Al4V esférico e bruto em estudo de Wei et al. (165).

Por sua vez, a SE de 7,70 mJ/g para o pó de H13 encontra-se entre os valores apresentados pelo pó de Ti6Al4V esférico (3,84 mJ/g) e bruto (10,3 mJ/g) retratados na Figura 36. Sendo SE um indicador da coesividade dos pós (103) e utilizando-se o critério de que abaixo de 5 demonstra-se uma baixa coesividade (103), verifica-se que o pó utilizado neste trabalho encontra-se em uma posição de coesão moderada.

Segundo Zhang et al. (171), o efeito da morfologia das partículas é mais significativo nos valores de BFE (movimento confinado) do que nos de SE (movimento livre, sem confinamento). Zhang et al. (171) comentam ainda que a irregularidade de forma leva a um intertravamento entre as partículas, oferecendo maior resistência ao movimento da lâmina e exigindo maior energia para o pó fluir.

Por sua vez, o valor de BFE de 2832 mJ do pó de H13 atomizado em água também é intermediário entre os valores para o Ti6Al4V esférico (2312 mJ) e bruto (3710 mJ), conforme Figura 36 (seção 2.4.5.2, da Revisão Bibliográfica), indicando novamente que os fatores de forma não foram tão intensos no pó de H13.

Admitindo-se que foram utilizados os 160 ml padrão de pó e pela densidade de 3,61 g/ml encontrada para o pó de H13 (vide Figura 97), chega-se a uma massa de 577,6 g. Dividindo-se o valor de BFE por esta última, obtém-se uma NBF de 4,903 mJ/g pouco superior ao valor de 4,46 mJ/g desta grandeza para o pó de aço 316L apresentado na Figura 35, apesar deste último mostrar diferenças mais significativas entre as energias do ensaio 11 e 8, bem como não ter a mesma estabilidade entre os ensaios 1 e 7.

4.2.5.2 Ensaio de Compressibilidade

Os resultados para o ensaio de compressibilidade podem ser vistos na Figura 98. Verifica-se que o comportamento do pó de H13 atomizado em água é de certa estabilidade da compressibilidade (CPS) com aumento da tensão aplicada (aumento suave), diferentemente do comportamento do pó B de aço 316L mostrado na Figura 37 (seção 2.4.5.2, da Revisão Bibliográfica), porém guardando semelhanças com o pó A retratado nesta última Figura. Ao pó B foi atribuída a existência de grande quantidade de partículas adjacentes (satélites) nos grãos do pó de 316L (103), sendo o incremento sensível de CPS um indicativo da

separação destes apêndices e aumento do empacotamento. Deduz-se que o pó de H13 e sua curva acendente suave indicam uma quantidade reduzida de sub-partículas aderidas aos grãos de pó.

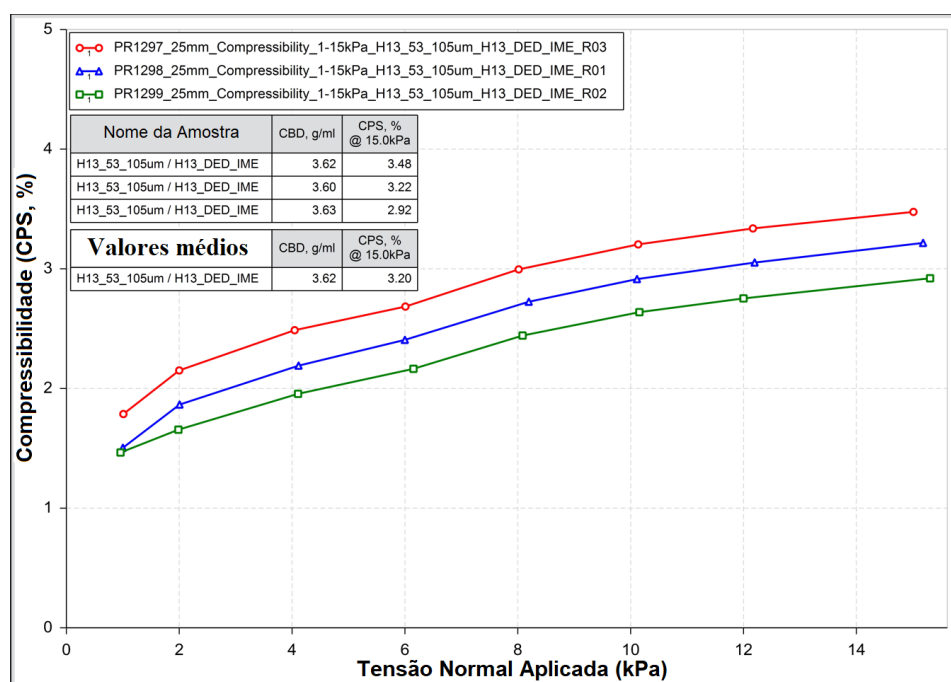


Figura 98 – Resultados em triplicatas do Ensaio de Compressibilidade para pós de aço H13 nacionalmente atomizados em água na faixa granulométricas para DED.

Por outro lado, a CPS a 15 kPa de 3,2 % apresentada pelo pó de H13 é inferior a de aproximadamente 3,7 % atingida em 15 kPa pelos pós A e B de aço 316L apresentados na Figura 37 (seção 2.4.5.2, da Revisão Bibliográfica). Sendo a maior compressibilidade um indicador de não coesividade, pode-se inferir que o pó de H13 atomizado em água apresentou coesividade ligeiramente superior a dos pós de 316L atomizados a gás estudados em (103), porém muito próxima.

Em Freeman (172) a compressibilidade teve correlação inversa com BFE (para pós em que uma aumentou, a outra diminuiu). Conforme mencionado anteriormente, a NBFEE foi de 4,903 mJ/g para o pó H13 e de 4,46 mJ/g para o pó A de 316L; em contrapartida, a CPS (15 kPa) do H13 foi de 3,2 %, enquanto a do 316L foi de 3,7 %, confirmando a correlação inversa.

Uma justificativa possível seria a de que pós com menor coesividade teriam pequena compressibilidade (pouco ar entre partículas), enquanto a quantidade de partículas necessária para a lâmina mover seria muito grande (para uma transmitir movimento à outra). Já nos mais coesivos, muito ar está aprisionado, refletindo em grande compressibilidade e, por outro lado, menos partículas necessitam ser movidas pela lâmina, gerando um BFE menor (172). Apesar disso, a coesividade do H13 atomizado a água não é tão grande, haja

vista a pouca variação de CPS com o incremento da tensão.

Finalmente, é interessante notar que a densidade (CBD) obtida (vide Figura 98) foi muito similar à retratada no ensaio de estabilidade e variação de fluxo (Figura 97).

4.2.5.3 Ensaio de Aeração

O ensaio de aeração encontra-se registrado na Figura 99. O gráfico apresenta a energia normalizada, mas as tabelas trazem valores absolutos de grandezas importantes para a caracterização da aeração em pós, como AE e AR.

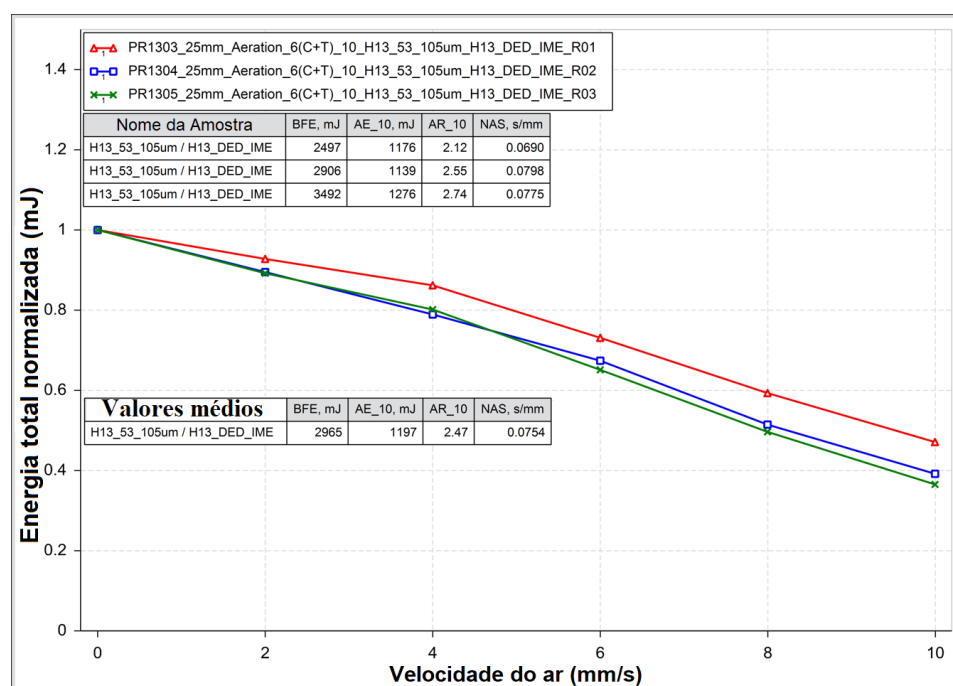


Figura 99 – Resultados em triplicatas do Ensaio de Aeração para pó de aço H13 nacionalmente atomizado em água na faixa granulométrica para DED.

Apesar da normalização, pode ser feito um comparativo de perfil da curva obtida para o pó de H13 e aquele verificado para pós de borracha de silicone (vide Figura 38, da seção 2.4.5.2 - Revisão Bibliográfica) nas condições A e B em estudo de Liravi e Vlasea (187). Verifica-se que o pó de H13 não atingiu um platô de estabilização com a velocidade de 10 mm/s, sugerindo uma nova execução do ensaio com velocidades acima deste valor usual, em busca da citada estabilização. Esta manutenção da energia em níveis elevados mesmo com o aumento da velocidade do ar é um indicativo de coesão entre as partículas de pó (165, 172), neste caso apontando uma característica desfavorável para o pó de H13 trabalhado nesta pesquisa.

Em termos numéricos, pode-se comparar o AR_{10} do pó de H13 (2,47, vide Figura 99) com o AR_4 de 19, 31 e 72 para os pós de Al atomizado a gás e tratado superficialmente com NaOH e HNO_3 , respectivamente, expressos por Batistão et al. (184) e retratados na

Figura 39 da seção 2.4.5.2 - Revisão Bibliográfica (que seriam idênticos a AR_{10} naquela situação, pela estabilização/fluidização lá atingida). Verifica-se um valor significativamente inferior para o pó de H13 deste trabalho, indicando que não houve uma redução da resistência para deslocar o pó, comparando-se a velocidade nula (numerador de AR) e a velocidade de 10 mm/s (denominador de AR), sendo indício de coesão entre as partículas de pó, superior à verificada em pós de Al atomizado a gás e com superfície otimizada (184).

4.2.5.4 Ensaio de Permeabilidade

Os resultados do ensaio de permeabilidade para o pó de H13 atomizado em água podem ser vistos na Figura 100. Ao comparar o valor de permeabilidade na tensão de 15 kPa do pó de H13 ($68,9 \times 10^9 \text{ cm}^2$) com os valores verificados para os pós de Al do estudo de Batistão et al. (184), expressos na Figura 41 da seção 2.4.5.2 - Revisão Bibliográfica (entre $9,5$ e $12,5 \times 10^9 \text{ cm}^2$), verifica-se que a permeabilidade do H13 é significativamente superior, indicando que estaria associado a uma pequena queda de pressão. Tal aspecto é favorável ao carregamento do pó (185) e indica que não ocorrem intertravamentos entre as partículas.

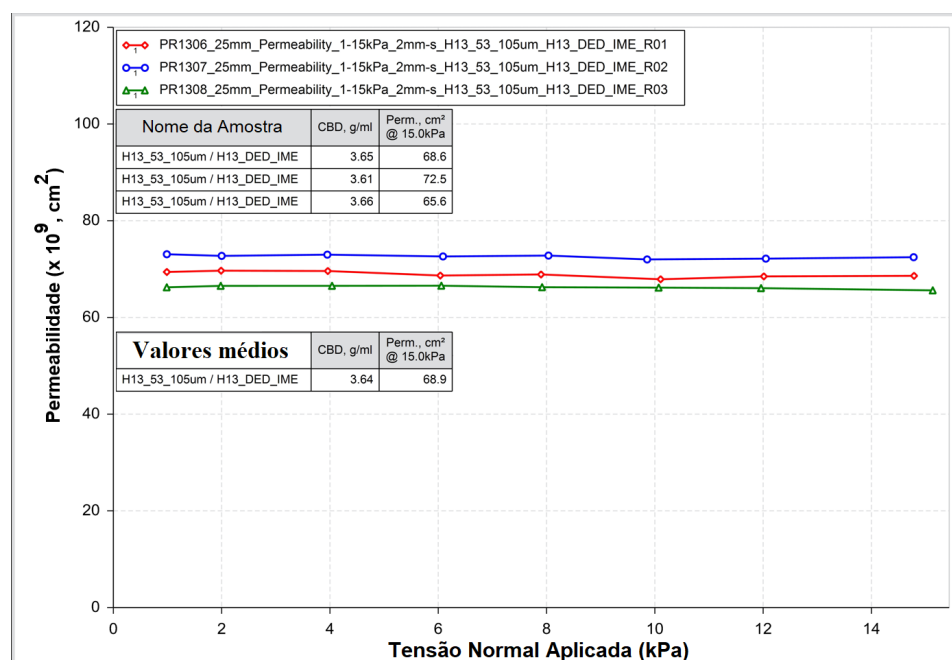


Figura 100 – Resultados do Ensaio de Permeabilidade em triplicatas para pó de aço H13 nacionalmente atomizado em água na faixa granulométrica para DED.

4.2.5.5 Ensaio de Cisalhamento

Os resultados para o ensaio de cisalhamento com o pó de H13 atomizado em água encontram-se na Figura 101. Inicialmente, pode-se dizer que o valor de $FF = 15,3$ obtido

categoriza o pó em questão como de "escoamento livre", indicando uma boa escoabilidade. Tal valor é compatível com o obtido para o pó de Al atomizado a gás (FF = 14) em trabalho de Batistão et al. (184).

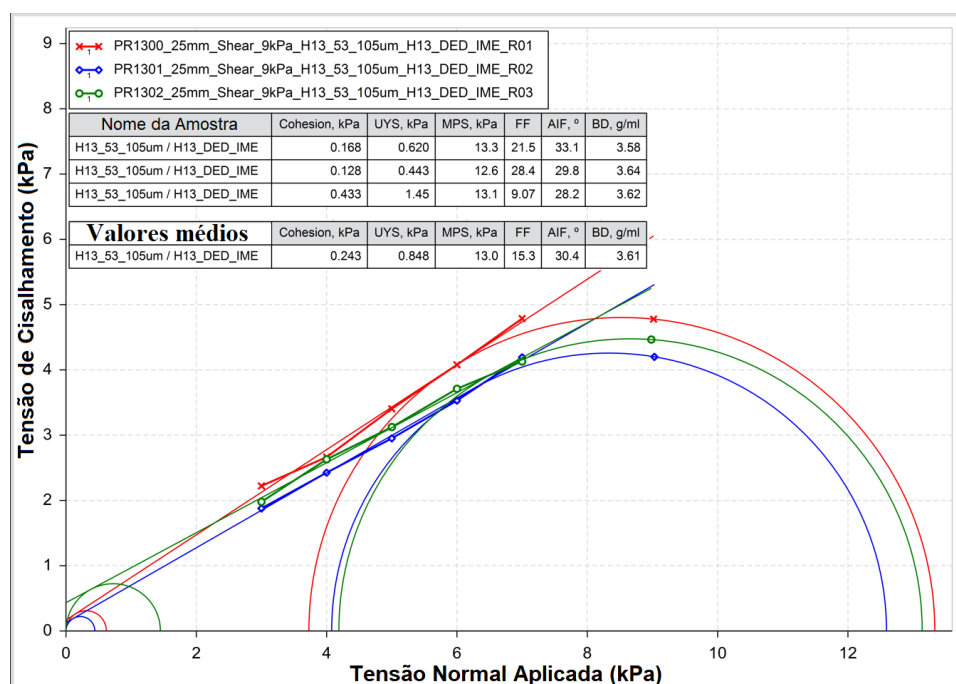


Figura 101 – Resultados do Ensaio de Cisalhamento em triplicatas para pó de aço H13 nacionalmente atomizado em água na faixa granulométrica para DED.

O resultado de coeficiente de coesão para o pó de H13 ($\tau_0 = 0,243$ kPa) foi compatível e de valor até inferior ao obtido para o pó de Al atomizado a gás estudado por Batistão et al. (184) ($\tau_0 = 0,3$ kPa), o que confere uma interpretação favorável à passagem do pó de H13 da condição estática para a dinâmica (188), durante seu carregamento em sistema de MA. Da mesma forma, o valor de UYS (σ_C) para o pó de H13 ($\sigma_C = 0,848$ kPa) apresentou-se compatível com o do pó de Al atomizado a gás (aproximadamente $\sigma_C = 1$ kPa, por inspeção gráfica na Figura 44, seção 2.4.5.2, da Revisão Bibliográfica). Mesmo comportamento de compatibilidade foi verificado para o valor de tensão de consolidação (σ_1 ou MPS), sendo de $\sigma_1 = 13,0$ kPa para o H13 e também para o pó de Al atomizado a gás (inspeção gráfica novamente na Figura 44 da seção 2.4.5.2, Revisão Bibliográfica).

De posse dos resultados dos diversos ensaios de reologia aplicou-se a Equação 2.20, referente ao coeficiente AMS de adequação ao uso em manufatura aditiva (*Additive Manufacturing Suitability* - AMS), apresentado na seção 2.4.5.2. Trata-se de um artifício para estimar a adequabilidade do pó ao uso em MA.

Decidiu-se, a título de exemplo, comparar os resultados do pó de H13 atomizado em água com os mencionados por Batistão et al. (184) para pó de Al atomizado a gás (Al AG), extraindo da publicação de tais autores os valores a utilizar na fórmula. Tais valores

utilizados, bem como o resultado final para AMS encontram-se na Tabela 30.

Tabela 30 – Valores utilizados e resultado final do índice AMS para o pó de H13 atomizado em água desta pesquisa em comparação a pó de Al atomizado a gás (184).

Grandezas	Unidades	Valores absolutos		Normalizados	
		H13	Al AG	H13	Al AG
AMS	x	x	x	0,84162	0,84156
CBD	g/ml	3,610	1,470	1,000	0,407
CI		1,033	1,092	0,946	1,000
CPS ¹	%	3,200			
PD		0,015	0,108	0,135	1,000
Permeabilidade	10 ⁹ .cm ²	68,900	9,300	1,000	0,135
SE	mJ/g	7,700	2,880	1,000	0,374
AE ₁₀	mJ	1197,000	3,000	1,000	0,003
BFE	mJ	2832,000	166,000	1,000	0,059
τ_0	kPa	0,243	0,300	0,810	1,000
Denominador	x	x	x	7,000	7,000

¹Usado no cálculo de CI, conforme Eq 3.8

Assim, verificou-se que o valor de AMS para o pó de H13 atomizado a água foi praticamente idêntico ao de um pó (Al, no caso) atomizado a gás, corroborando as observações de boa escoabilidade e adequação ao uso mencionadas ao longo da discussão sobre os ensaios reológicos.

4.3 Manufatura Aditiva com Aço H13

4.3.1 Deposições preliminares de trilhas (T)

Durante os trabalhos iniciais de parametrização e ajustes do equipamento de DED instalado no IEAv, alguns resultados preliminares foram obtidos. Uma das primeiras tarefas executadas foi a irradiação de substratos de aço inoxidável 304 apenas com laser, com posterior fabricação de trilhas formando uma, duas e três camadas após a deposição de pó do aço H13.

As irradiações com laser nas velocidades de 24, 12 e 6 mm/s, respectivamente amostras T1SD, T2SD e T3SD, cujos efeitos podem ser vistos nas Figuras 102, 103 e 104, foram úteis para mostrar a necessidade de idealização de dispositivo de dissipação de calor, haja vista a ocorrência de empenamento do substrato devido a gradientes térmicos, conforme abordado em publicação para evento científico com dados oriundos desta pesquisa (192).

A observação do aspecto da irradiação para cada uma das amostras mostrada nas Figuras 102, 103 e 104 permitiu confirmar que velocidades mais lentas causam maior

influência térmica na região fundida e em suas adjacências, conforme pode ser visto pela maior região afetada termicamente na Figura 104 (velocidade mais lenta, 6 mm/s), na qual se destaca uma largura afetada termicamente de 3,55 mm, em comparação com a Figura 102 (velocidade mais alta, 24 mm/s). Tal aspecto já podia ser verificado na Figura 62.III (seção 3.2.1.2 - Materiais e Métodos), na qual a área fundida pela passagem do laser em T3SD é superior (6 mm/s), reduzindo-se a área fundida e a aparente área afetada termicamente (cor diferenciada) em T2SD (12 mm/s) e T1SD (24 mm/s), aspectos também abordados em (192).

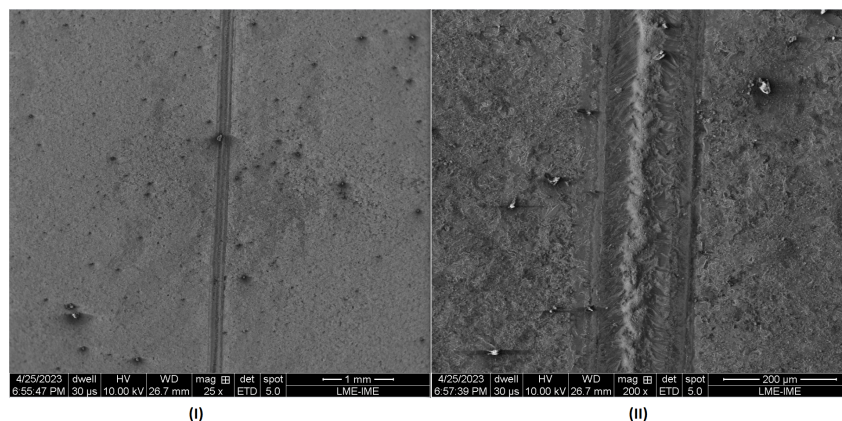


Figura 102 – Micrografias obtidas por MEV para trilha gerada com velocidade de varredura 24 mm/s - amostra T1SD: (I) 25x; (II) 200 x.

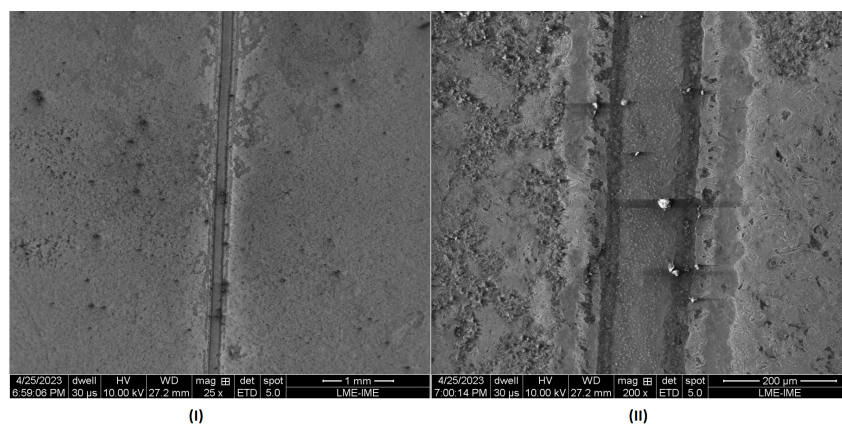


Figura 103 – Micrografias obtidas por MEV para trilha gerada com velocidade de varredura 12 mm/s - amostra T2SD: (I) 25x; (II) 200 x.

Ainda como parte dos trabalhos iniciais, com os parâmetros definidos com a amostra T3SD, foram depositados três condições, em duplicata (D1 e D2), gerando as amostras T3CD. Na Figura 105 são mostrados os aspectos macrográficos dessas amostras em vista de topo, nas quais tem-se, da esquerda para direita, a deposição de 1, 2 e 3 camadas, respectivamente amostras T3CD1, T3CD2 e T3CD3. Por sua vez, na Figura

62.I e II, apresentada na seção 3.2.1.2 - Materiais e Métodos, mostrou-se vista lateral de tais amostras.

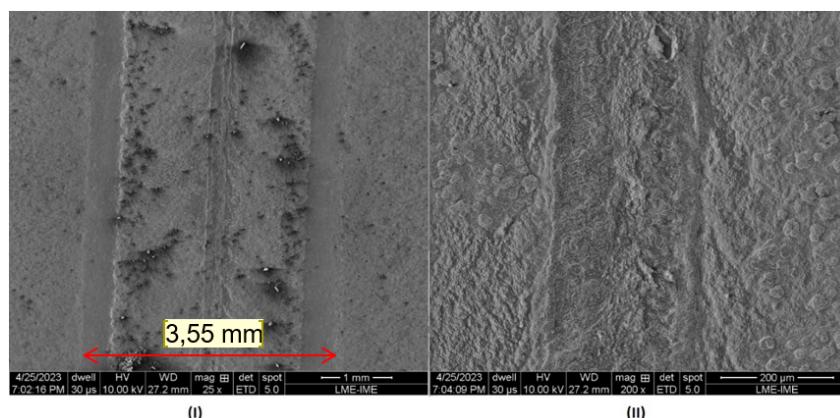


Figura 104 – Micrografias obtidas por MEV para trilha gerada com velocidade de varredura 6 mm/s - amostra T3SD: (I) 25x; (II) 200 x.

Em tais amostras, realizou-se análise em MEV, segundo um baixo aumento, de forma a evidenciar-se a existência, já visível a olho nu (vide Figura 105), do defeito de *balling*, típico da falta de fusão completa capaz de integrar as partes da trilha, dando origem a porções esféricas de pó fundido (101). Na Figura 106 são exibidas micrografias obtida para a amostra T3CD-D2, ilustrando a situação descrita.

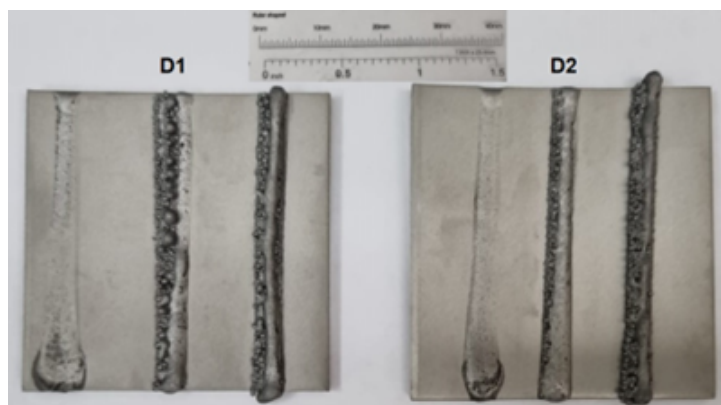


Figura 105 – Fotografias da deposição de 1, 2 e 3 camadas (da esquerda para direita) da amostra T3CD (duplicatas D1 e D2).

Por sua vez, a partir de seccionamento na porção central da amostra T3CD-D1 e sua preparação metalográfica e análise por MO, pôde-se confirmar a ocorrência da boa integração entre camadas depositada e substrato. Verifica-se na Figura 107 que tanto para 1, 2 ou 3 camadas tal integração é adequada. De forma a corroborar tal situação, foi executada avaliação por EDS em linha na amostra T3CD-D2, partindo-se da região do depósito em direção ao substrato, conforme se vê na Figura 108. Constatou-se, por

essa análise, a existência de uma região de transição com mudança suave de composição química do depósito para o substrato.

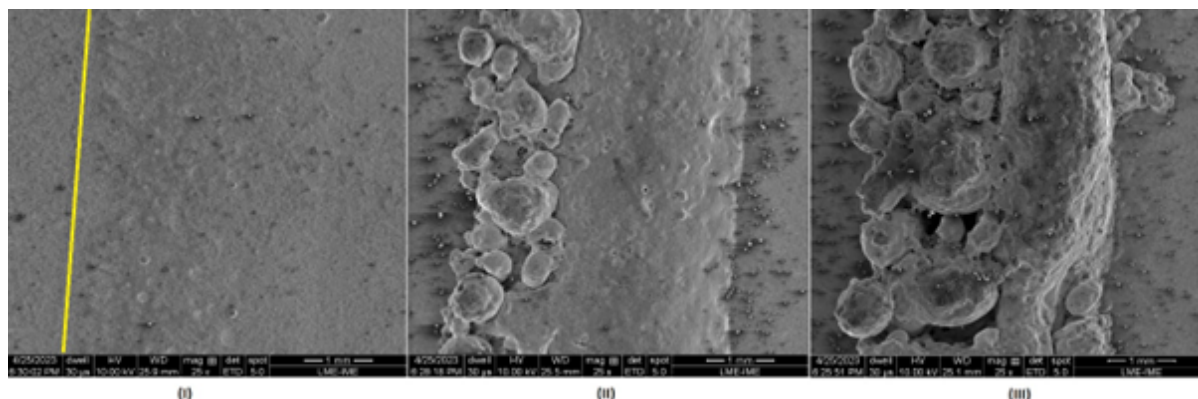


Figura 106 – Micrografias obtidas por MEV para as trilhas da amostra T3CD-D2: (I) um depósito – em amarelo, região estimada do limite lateral esquerdo da deposição; (II) dois depósitos; (III) três depósitos.

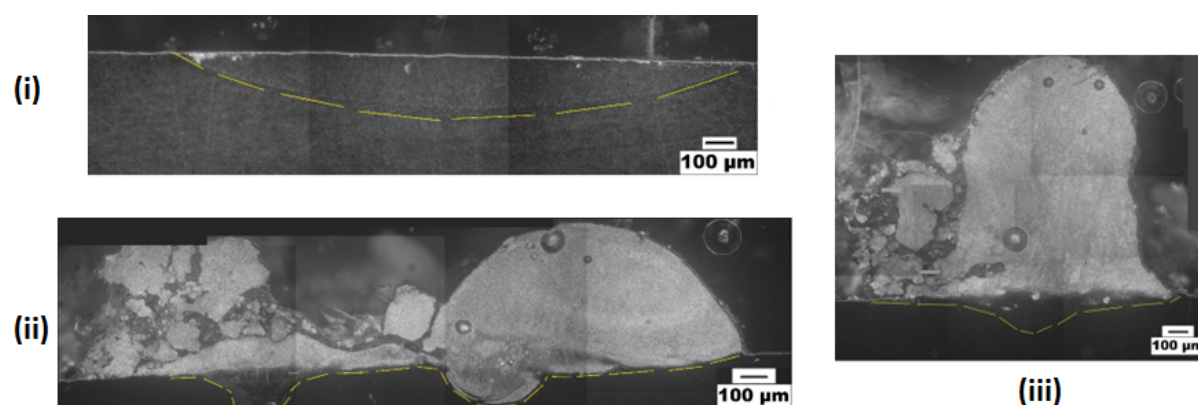


Figura 107 – Composição de micrografias MO, campo escuro e ataque com reagente Villela, da amostra T3CD-D1 mostrando os depósitos de (i) uma camada; (ii) duas camadas; e (iii) três camadas.

Entretanto, a Figura 107.(ii) e (iii), referentes aos depósitos com 2 (T3CD2) e 3 (T3CD3) camadas na amostra T3CD-D1, mostra claros problemas de ligação entre as camadas superpostas, aspecto também observável na Figura 62 (seção 3.2.1.2 - Materiais e Métodos), fato motivador de novos eventos de avaliação e otimização dos parâmetros de uso do equipamento.

4.3.2 Deposições de Áreas (A)

Os resultados desta segunda fase se sucederam à experimentação de diversos parâmetros, a geração de várias amostras, dentre elas as que foram mostradas na seção 4.3.1, levando a um melhor entendimento das características do equipamento e permitindo

a geração de amostras com a fabricação de superfícies/áreas, conforme se vê na Figura 109. Trata-se das deposições de 1 camada e da superposição de 2 e 3 camadas, respectivamente amostras A1, A2 e A3.

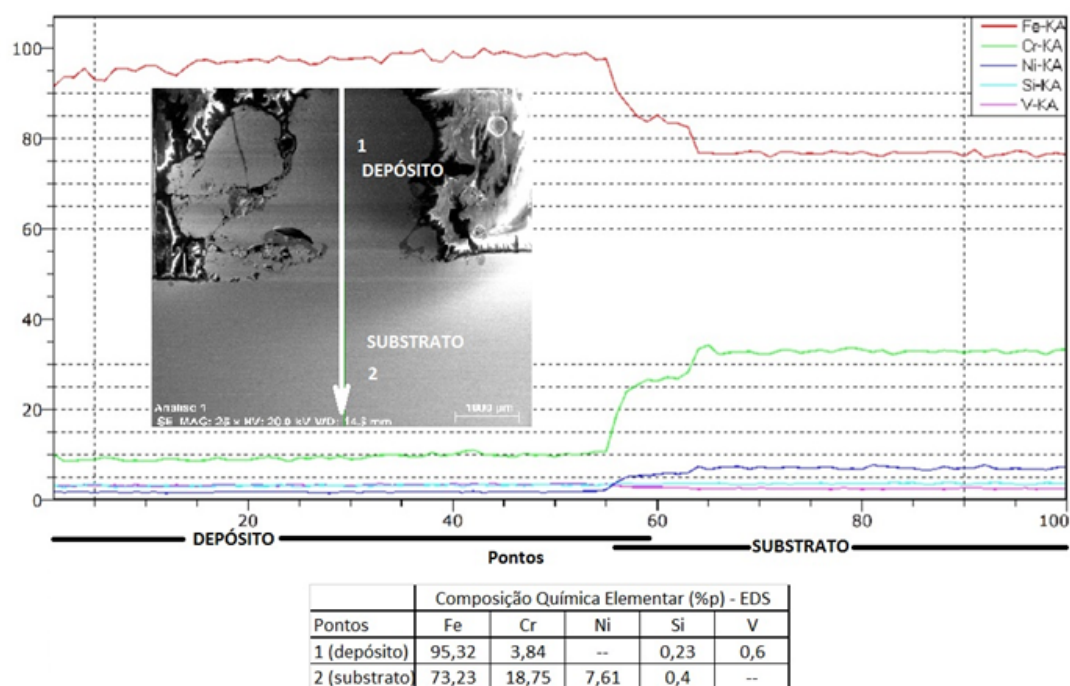


Figura 108 – EDS em linha da região de depósito para o substrato evidenciando zona de transição com mudança suave na composição química. Realizada no depósito de 3 camadas - amostra T3CD-D2.

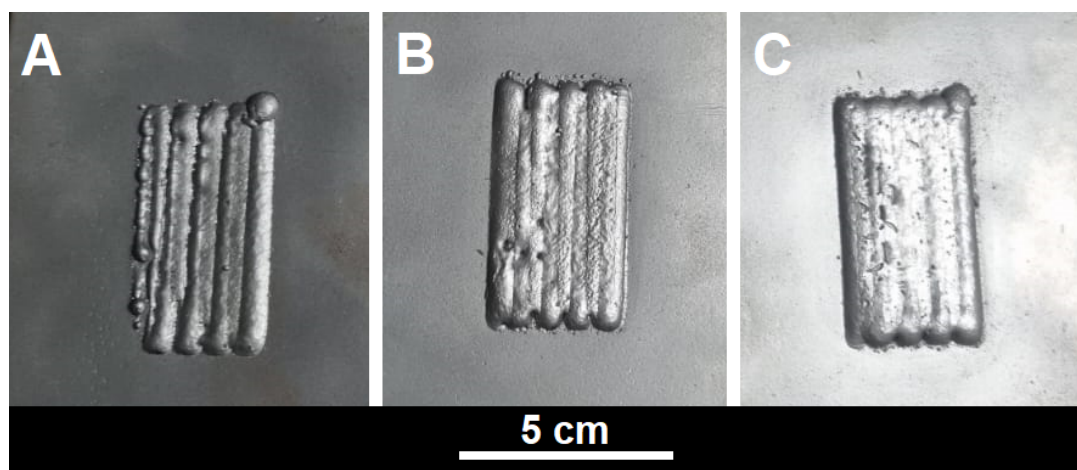


Figura 109 – Aspecto macroscópico das deposições de áreas:(A) 1 camada (A1);(B) 2 camadas superpostas (A2); e (C) 3 camadas superpostas (A3).

Estas deposições foram realizadas sobre substratos de aço baixo carbono, com teor relevante de Manganês e microadição de Molibdênio, cuja composição pode ser vista na Tabela 31, replicada de estudo no qual se caracterizou tal material (216), bem como na

Tabela 32, esta última gerada na IMBEL/FI, nas mesmas condições de análise de outras caracterizações de composição química presentes neste trabalho. Ambos os resultados se mostraram bastante semelhantes (com diferenças na 2^a ou 3^a casa decimal, à exceção do Mn) reforçando a assertividade das análises realizadas com apoio da IMBEL/FI.

Tabela 31 – Composição Química do Aço microligado usado como substrato nas deposições de superfícies com uma, duas e três camadas, % em peso (216)

Elementos (% em peso)							
C	Mn	P	S	Si	Cu	Ni	Cr
0,082	1,606	0,016	0,008	0,005	0,014	0,009	0,020
Mo	Sn	Al	N	Ti	Nb	V	B
0,155	0,003	0,028	0,006	0,002	0,014	0,005	0,000

Tabela 32 – Composição Química do Aço microligado substrato - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso

Elementos (% em peso)							
C	Mn	Si	Cr	Mo	V	Ni	Al
0,083	1,950	0,043	0,022	0,144	0,001	0,009	0,029
Cu	Co	B	Sn	W	Nb	P	S
0,012	0,004	0,001	0,001	0,010	0,004	0,018	0,006

4.3.2.1 Estudo comparativo das deposições A1, A2 e A3

Inicialmente, a observação de topo das deposições de A1, A2 e A3, mostradas na Figura 109, evidencia a melhora na qualidade das trilhas da primeira para quinta, com uma única camada depositada (Figura 109.A), e um incremento da homogeneidade conforme se aumentou o número de camadas depositadas (vide Figura 109.B e C, respectivamente com 2 e 3 camadas).

Em seguida, com uso da microscopia ótica (MO), alguns aspectos foram observados: na Figura 110 é possível verificar a zona de diluição (ZD) entre as camadas depositadas e o substrato, região delimitada por linhas tracejadas com orientação próxima à horizontal, defletindo para acompanhar o contorno do cordão de depósito ali existente, indicando ancoragem e densificação adequadas. Ademais, zonas de transição microestrutural são visíveis na Figura 110 B e C, em comparação à A. Trata-se de zonas termicamente afetadas (ZTA) originadas do fornecimento de calor decorrente da deposição de trilhas lateralmente adjacentes ou superpostas, nas quais o aspecto colunar é reduzido em virtude dos tratamentos térmicos “in-situ” (16, 91).

Nas micrografias mostradas na Figura 111, com um aumento um pouco maior, o aspecto colunar dos grãos próximos à interface depósito-substrato, decorrente do crescimento epitaxial, se torna ainda mais claro que na Figura 110, em ambos os casos com

linhas tracejadas de orientação tendendo à vertical para sua indicação, sem a intenção de tais linhas demarcarem todos os contornos existentes. Além disso, ao se comparar as três deposições, é possível notar a redução da morfologia colunar dos grãos, assim como seu coalescimento nas amostras com mais camadas de depósitos, bem como a predominância do aspecto colunar em posições superiores (como na Figura 111.C), onde novas camadas se depositaram. Atribuem-se tais mudanças ao maior fluxo de calor nas deposições com mais camadas, ao fato de nestes casos as camadas inferiores já estarem depositadas e suscetíveis à ação térmica das deposições posteriores e, finalmente, por tal ação térmica gerar microestruturas localmente heterogêneas na MA, a depender do ciclo térmico desenvolvido em cada posição (217).

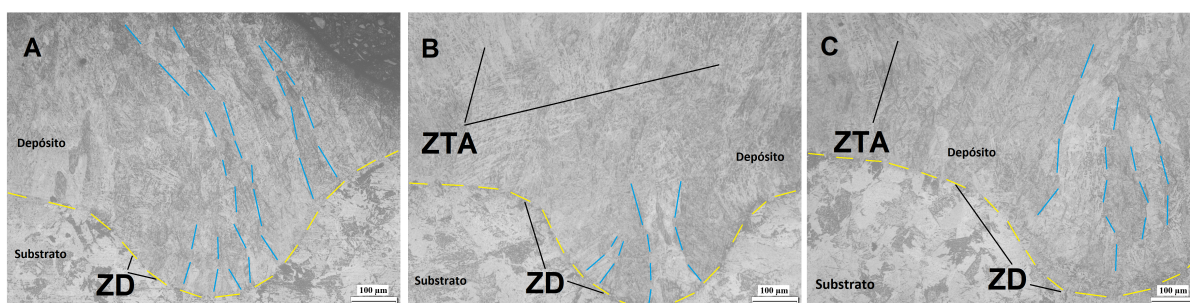


Figura 110 – Micrografias com aumento de 50 x, campo claro, evidenciando crescimento colunar, adesão ao substrato, zonas de diluição (ZD) e termicamente afetadas (ZTA) para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).

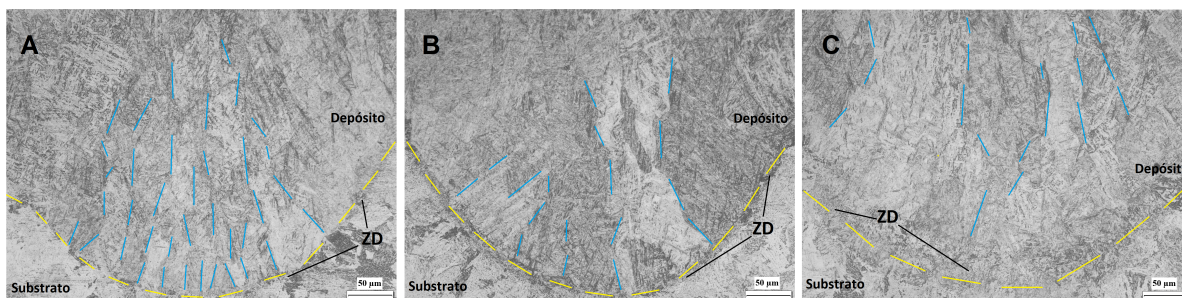


Figura 111 – Micrografias com aumento de 100 x, campo claro, evidenciando crescimento colunar e evolução deste para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).

Também foi realizada a observação em MO, campo escuro, evidenciada na Figura 112, reforçando a visualização da microestrutura colunar dos grãos já mencionada (A) e a ocorrência de efeitos térmicos entre camadas adjacentes: em (B), a porção superior do cordão da primeira camada apresenta algumas mudanças morfológicas; em (C), apresenta-se a zona de transição entre a segunda e a terceira camadas, na amostra em que foram depositadas três camadas. Na Figura 112, C, também é notável a mudança da direção de

crescimento dos grãos na microestrutura, fruto das mudanças no fluxo de calor por ocasião da deposição de camadas superiores à previamente depositada, já que os grãos crescem na direção oposta ao gradiente térmico que ocorre na poça de fusão em solidificação (114).

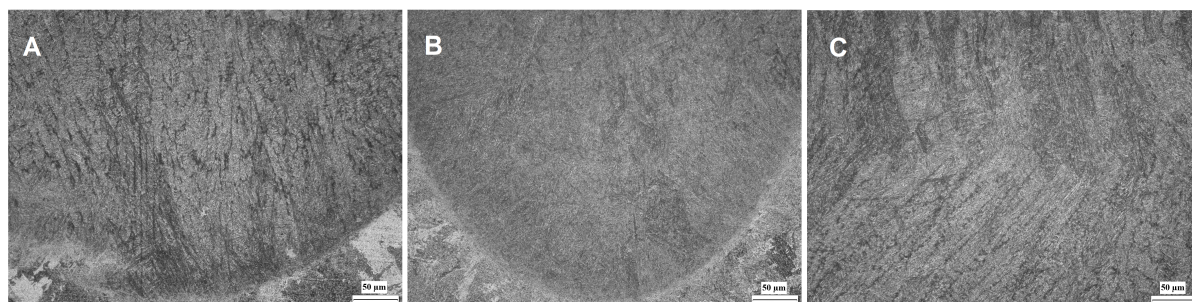


Figura 112 – Micrografias com aumento de 100 x, campo escuro, mostrando crescimento colunar e influência térmica entre camadas para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).

Por sua vez, na Figura 113.(I), pode ser verificada a boa adesão existente entre a primeira camada depositada e o substrato (A), bem como uma satisfatória ligação lateral entre as trilhas depositadas (B). Também na Figura 113.(II), mais uma vez pode ser constatada a ação térmica da deposição de trilhas adjacentes, a qual modifica o padrão microestrutural que deixa de ser colunar guiado pelo fluxo de calor dentro da poça e passa a apresentar padrão que sofreu influência do re-aquecimento adjacente, criando uma região de transição (C).

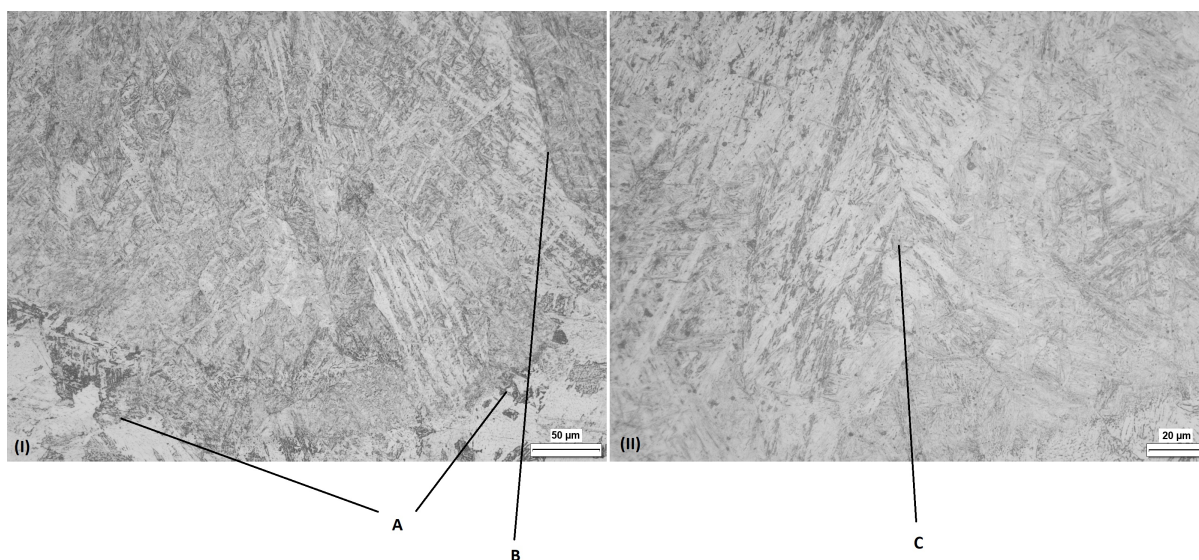


Figura 113 – Micrografias da deposição de 1 camada (A1): (I) Aumento de 100 x, campo claro, evidenciando a boa adesão entre depósito e substrato (A), bem como a influência térmica da deposição de camada lateralmente adjacente (B); (II) Aumento de 200 x, campo claro, evidenciando zona de transição microestrutural entre trilhas lateralmente adjacentes (C).

Estudos com micrografias em MEV com baixo aumento também foram realizados. Na Figura 114 é possível confirmar o fato de a solidificação ser guiada pelo fluxo de calor (114) e assim modificada pelo número de camadas e estratégia de deposição, conforme indicam linhas auxiliares marcadas com estrelas, desenhadas sobre as imagens acompanhando o direcionamento da frente de solidificação na microestrutura. Ademais, verificou-se qualitativamente um nível adequado de densificação e ancoragem no substrato, apesar da presença de alguns poucos vazios (em A e B da Figura 114). Também não se verificou qualquer evidência do defeito de *balling* (101), o qual havia sido observado nas deposições preliminares (vide 4.3.1 e Ramos et al. (192)), indicando uma melhora na seleção dos parâmetros produtivos utilizados.

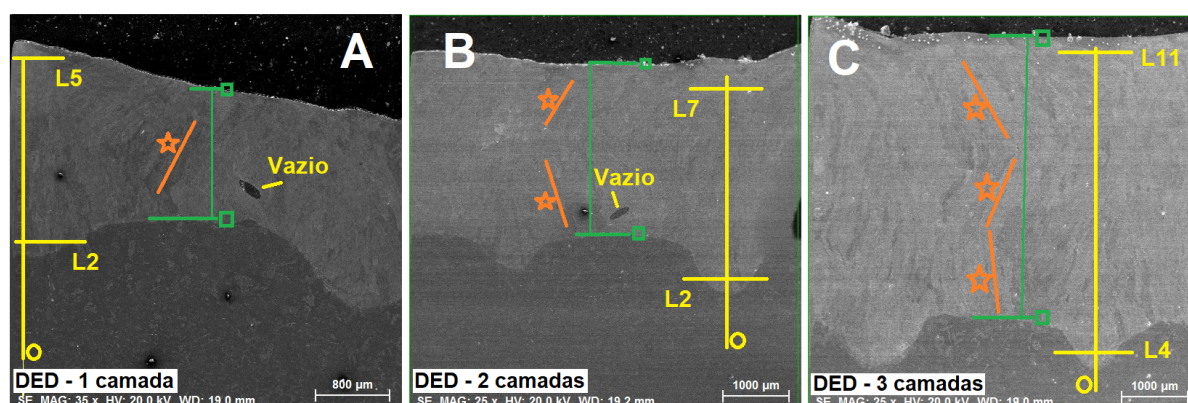


Figura 114 – Micrografias MEV com baixo aumento evidenciando densificação, influência térmica da solidificação de camadas superiores e ganho de volume com múltiplas deposições ao comparar deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).

Outro ponto notável é a existência de regiões de maior penetração do depósito sobre o substrato formando cordões de deposição é notável na Figura 114. Tais regiões estão relacionadas à porção central do feixe de laser durante a varredura, cuja ação térmica gradualmente diminui em posições que se distanciam desta linha central.

O tratamento das micrografias apresentadas na Figura 114 com uso do software ImageJ, permitiu estimar o crescimento das camadas como tendo 1,51 mm na amostra com uma camada, 2,55 mm na amostra com duas e 4,22 mm na deposição com três camadas (respectivamente em A, B e C na Figura 114). Tais medidas foram feitas da região entre dois cordões até a superfície superior do depósito, as quais estão identificadas na Figura em questão por linhas horizontais, acompanhadas de quadrados. Destaca-se que o objetivo foi realizar uma avaliação estimativa do crescimento do depósito e evidenciar que o aumento do número de camadas depositadas, com os parâmetros utilizados, resultava em um crescimento efetivo do depósito. A definição de um valor mais representativo da espessura total de depósito, aspecto distinto do objetivo deste momento da pesquisa,

exigiria a realização de um número maior de medidas, com imagens de regiões variadas, haja vista a possibilidade de variação na espessura do depósito em regiões diferentes.

Ainda na Figura 114, linhas verticais com a marcação de pequenos círculos em sua base, cortadas por linhas horizontais com indicações de números e letras (L2 e L5 em A; L2 e L7 em B; e L4 e L11 em C), servem de referencial para um estudo de microdureza Vickers ao longo do perfil vertical de cada amostra em estudo, destacando-se que foram feitas medidas em patamares horizontais distantes 0,5 mm uns dos outros, iniciando-se na linha 1, totalmente pertencente ao substrato (L1, não apresentada). As linhas representadas na Figura 114 referem-se aos perfis horizontais nos quais as indentações passaram a ocorrer em regiões dos depósitos (L2 em A e B e L4 em C), bem como às posições finais de maior altura avaliada na região dos depósitos (L5 em A; L7 em B; e L11 em C).

Os resultados dos ensaios de microdureza Vickers (HV), seguindo os perfis verticais mencionados (vide Figura 114) podem ser vistos na Figura 115. Nela estão apresentados os valores médios HV e os desvios padrão (DP) para cada uma das linhas horizontais ao longo dos perfis verticais.

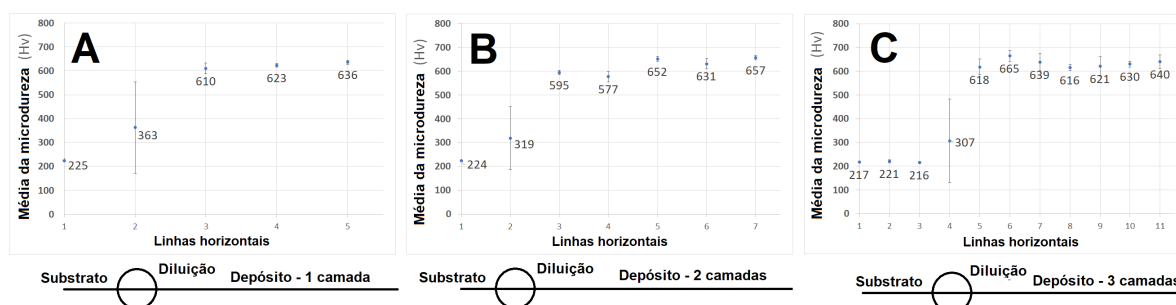


Figura 115 – Resultados de microdureza Vickers (Hv) e seus desvios padrão (DP) para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).

Verifica-se um aumento de HV no sentido a partir do substrato em direção às porções superiores do depósito de H13, apesar de uma leve redução nos valores da dureza HV em algumas linhas de medida, sendo o DP uma ferramenta para observar como as propriedades se diferenciam em regiões adjacentes, devido à influência térmica da deposição sequencial de trilhas (11, 23), acima ou lateralmente. Lembrando que as camadas inferiores se relacionam à diluição entre substrato e primeira camada, com composição química alterada, conforme será possível inferir adiante em estudo por EDS, além de estarem mais suscetíveis a ação térmica, por terem sido depositadas primeiramente. Espera-se que os resultados de dureza nas porções sejam superiores (91), pois tais regiões não estiveram sob o mesmo IHT (79) desenvolvido nas camadas inferiores, exceto em regiões lateralmente reaquecidas.

Além disso, grandes valores de DP marcaram a linha em que os depósitos se iniciavam, pois se referiam às linhas em que havia indentações na região de penetração do depósito no substrato (cordões, já mencionados), assim como nas porções de substrato adjacentes aos cordões (L2, L2 e L4 respectivamente em A, B e C da Figura 115, também ilustradas na Figura 114).

Prosseguindo na análise das amostras com as primeiras superfícies depositadas, de forma a caracterizar a adesão entre as camadas de depósito e avaliar-se a magnitude da diluição e mistura entre elementos químicos do substrato e do depósito, realizaram-se ensaios de MEV/EDS em linha (Figura 116) e em área (Figura 117).

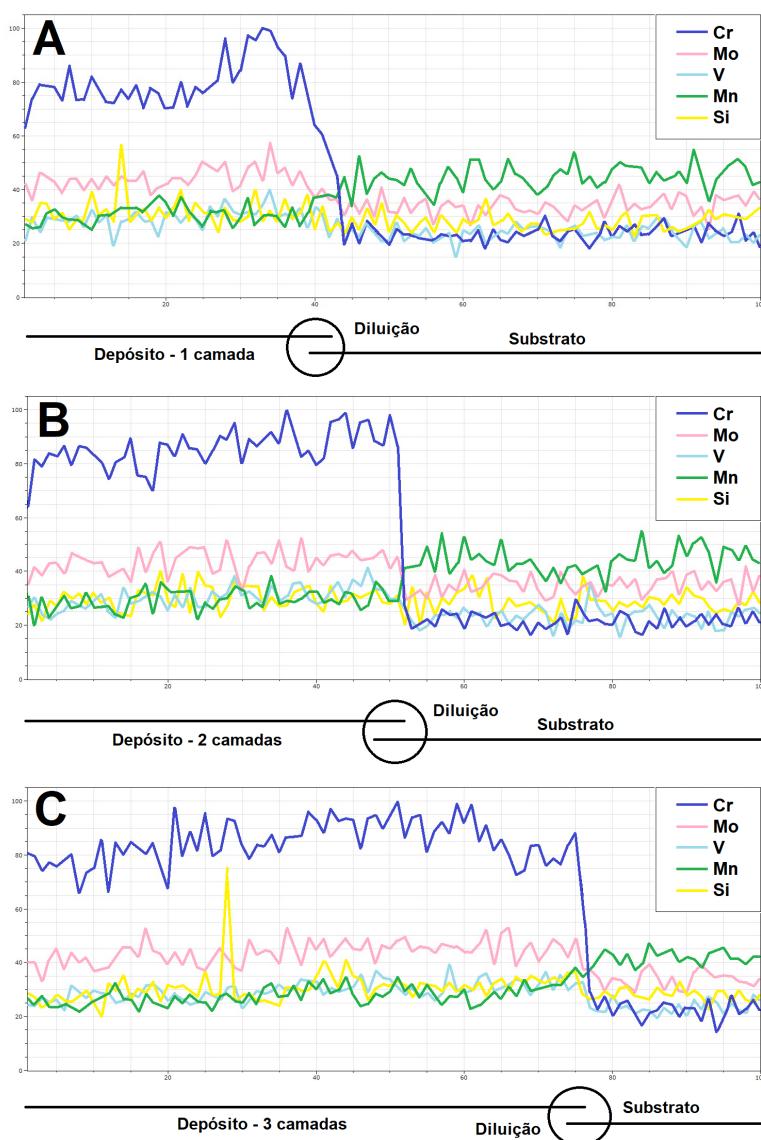


Figura 116 – EDS em linha evidenciando a zona de transição de composição química entre depósito e substrato e a evolução da presença de elementos de liga selecionados ao longo destas duas regiões para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).

O mapeamento químico elementar em linha por EDS/MEV (Figura 116), partindo-se do depósito em sentido ao substrato confirmou a existência de dois domínios com composição química relativamente homogênea (depósito e substrato), separados por uma porção de transição onde a composição química suavemente mudou. Observou-se, assim, que a diluição química e a mistura de composição química entre depósito e substrato ocorreu em uma extensão limitada (121), tendo este padrão sido observado em todas as três condições em estudo. Ademais, os mapeamentos em linha (Figura 116) revelaram a evolução dos principais elementos de liga do aço H13 (Cr) e do substrato (Mn), indicando que o Cromo (Cr) e o Manganês (Mn) se destacaram na função de indicar as zonas de transição e as porções referentes aos dois domínios (depósito e substrato).

Por sua vez, o mapeamento químico elementar em microáreas por MEV/EDS foi realizado com o objetivo de corroborar a distinção entre as regiões do substrato e do depósito, bem como para identificar a extensão da zona de diluição, região na qual se espera a mistura de elementos de liga do substrato e do depósito. Diante disso, apesar de existirem outros elementos de liga nestas duas porções, foram escolhidos para observação os elementos de liga Cr e Mn, por suas composições se destacarem, em termos percentuais, no depósito (Cr, aproximadamente 5 %) e no substrato (Mn, aproximadamente 1,6 %), sendo sua participação pequena na outra parte (Cr 0,02 % no substrato; Mn esperado de aproximadamente 0,35 % no depósito), conforme pode ser verificado nas Tabelas 32 (substrato) e 33 (depósito, que será explorada na seção 4.3.2.2), contraste este que permitiu uma melhor distinção entre depósito e substrato.

Os resultados do mapeamento químico de microáreas por EDS podem ser vistos na Figura 117, confirmando a existência de domínios bem definidos para as duas porções do material (substrato e depósito) e mostrando que a região de diluição não era extensa, bem como confirmando uma adequada penetração do depósito sobre o substrato.

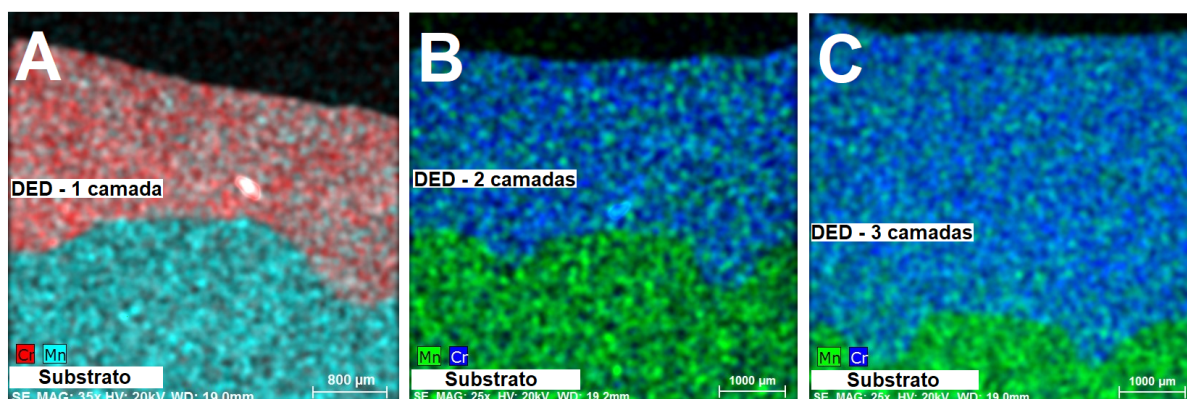


Figura 117 – Mapeamento via MEV/EDS em microárea para os elementos Mn e Cr evidenciando a homogeneidade de composição química das porções de depósito e substrato e um bom nível de adesão entre elas, para deposições de (A) uma camada (A1), (B) duas camadas (A2) e (C) três camadas (A3).

4.3.2.2 Detalhamento da deposição com três camadas superpostas - amostra A3

Neste tópico apresenta-se uma investigação focada na deposição com três camadas superpostas (amostra A3), iniciando-se por um estudo da composição química do material depositado, por meio de análise de espectrometria por emissão ótica, com apoio da IMBEL/FI, cujos resultados podem ser vistos na Tabela 33. Observou-se alteração na composição química do aço H13, assim como observado no trabalho de Péter et al. (157), no caso da presente pesquisa com resultados para os elementos Carbono, Manganês, Silício, Vanádio e Cromo (ligeiramente) inferiores ao previstos em Norma para o aço H13 (45, 46) (conforme seção 2.2.2), ponto de atenção para sua ligação com as peculiaridades do processamento por MA.

Tabela 33 – Composição Química do Depósito de 3 camadas (A3) - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso.

Elementos (% em peso)							
C	Mn	Si	Cr	Mo	V	Ni	Al
0,294	0,106	0,171	4,720	1,450	0,530	0,378	0,004
Cu	Co	B	Sn	W	Nb	P	S
0,131	0,012	0,001	0,001	0,010	0,004	0,019	0,005

Utilizando análise com microscopia ótica (MO), confirmou-se que a microestrutura se diferenciava verticalmente, ao longo das camadas depositadas, conforme pode ser visto na transição entre a primeira e a segunda camadas mostrada na Figura 118.A. Ademais, a ação térmica se faz mais intensa nas camadas inferiores, sujeitas a maior número de ciclos térmicos, podendo levá-las a passar pelo chamado tratamento térmico intrínseco (IHT), capaz de reverter porções de martensita formadas anteriormente na solidificação (16).

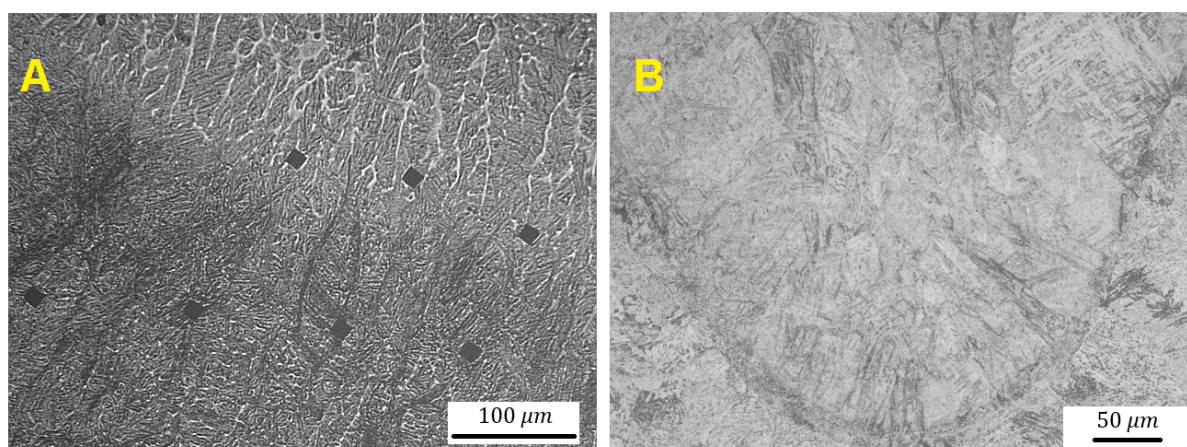


Figura 118 – Micrografias por MO de amostra com 3 camadas depositadas (A3): (A) ataque com reagente Nital 3%, transição entre a 1ª e a 2ª camadas; (B) ataque reagente Villela, transição entre substrato e 1ª camada.

Por sua vez, na Figura 118.B, tem-se uma micrografia ótica em amostra atacada com reagente Villela, na qual é observável a formação de grãos colunares oriundos do crescimento epitaxial a partir do substrato.

Já na Figura 119, tem-se resultados de ensaio de microdureza Vickers ao longo de um perfil vertical na amostra com 3 camadas depositadas (A3). Observam-se maiores valores nas camadas superiores, conforme esperado (91), nas quais eventos de reaquecimento não ocorreram ou foram menos intensos. Além disso, verifica-se o decréscimo da microdureza em direção às camadas inferiores em virtude da ação térmica já mencionada (mais sujeitas aos IHT (79)) como também pela existência de porções de transição de composição química nas quais ocorreu a diluição entre o substrato e a primeira camada.

A variação nos resultados de microdureza Vickers e a magnitude dos desvios padrão das medições realizadas em cada região, mostradas na Figura 119, corroboram a ideia de que as propriedades mecânicas de regiões "como fabricadas" ("*as-built*") por L-DED são heterogêneas, aspecto intimamente relacionado às questões térmicas decorrentes da deposição de sucessivas trilhas. Por outro lado, destaca-se que os valores encontrados em algumas regiões são compatíveis com aqueles usualmente encontrados no aço H13 convencionalmente temperado e revenido, revelando o atendimento a requisitos de uso prático, ao menos na propriedade mecânica dureza (91). Ademais, os valores e a evolução da microdureza ao longo de um perfil vertical, apresentados na Figura 119 são bastante semelhantes aos que já haviam sido mostrados na Figura 115, estes últimos obtidos para a mesma deposição (A3), mas com medições em outra amostra, revelando que o comportamento discutido se manteve ao longo de todo o material.

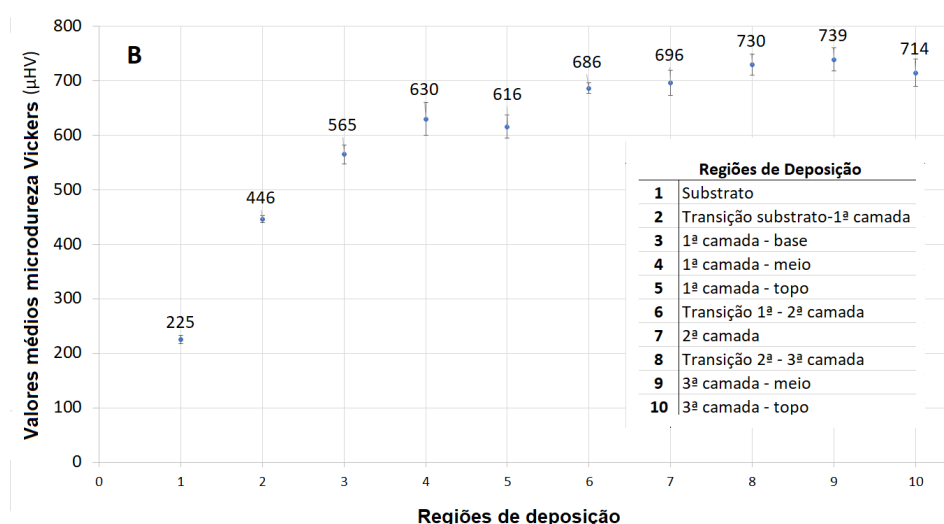


Figura 119 – Resultados de microdureza Vickers para regiões selecionadas ao longo de um perfil vertical em amostra com 3 camadas depositadas: valor médio de 5 indentações por região e seus desvio padrão representados.

Outro ponto verificado nas amostras na condição *as-built* / "como fabricadas"

(CF) foi o aspecto celular/dendrítico, envolvido por fina região interdendrítica, resultante da solidificação (21, 23), conforme pode ser visto na Figura 118.A, na parte superior referente à segunda camada depositada, assim como na Figura 120, na qual (A) se refere à segunda camada, (B) à transição entre segunda e terceira camadas e (C) à terceira camada. Destaca-se que a 3ª camada apresenta microestrutura ligeiramente mais fina que a 2ª, corroborando a ideia de que as camadas superiores, menos sujeitas a efeitos térmicos, apresentam microestrutura mais refinada (91).

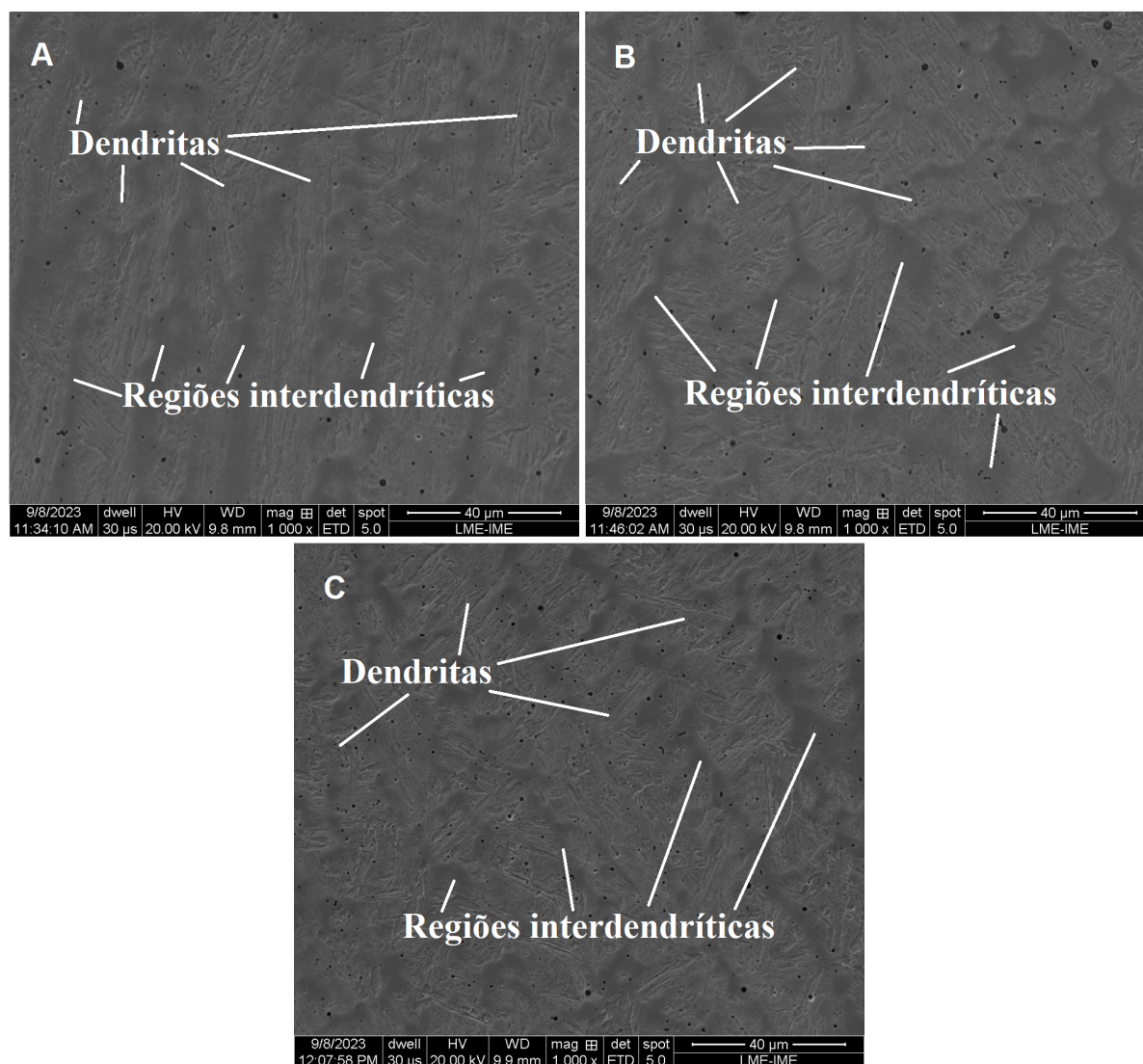


Figura 120 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, da amostra com 3 camadas depositadas evidenciando a estrutura celular/dendrítica fruto da solidificação: (A) 2ª camada; (B) transição entre 2ª e 3ª camadas; e (C) 3ª camada

O aspecto dendrítico decorre da solidificação rápida e se dá em oposição à direção do fluxo de calor (91). Alguns estudos sobre o processo de solidificação apontam a ocorrência da nucleação de algumas porções de ferrita delta as quais são sucedidas pela formação de austenita. Neste momento, ocorre a segregação de elementos de liga que se acumulam

nas porções austeníticas e as estabilizam (21, 114), inibindo a transformação martensítica. Diante disso, espera-se a formação de martensita no interior das células (24), conforme se vê na Figura 120.B.

Também foi realizado um estudo da evolução microestrutural ao longo de um perfil vertical da amostra, com micrografias obtidas com MEV e grande aumento (10.000x), conforme pode ser visto na Figura 121. A partir dela é possível inferir que cada porção do material depositado passou por diferentes ciclos térmicos, sendo as primeiras porções depositadas parcialmente refundidas ou ao menos afetadas termicamente pelas novas trilhas (24). As regiões B, C e D da Figura 121 apresentam microestrutura mais refinada e com mais sinais de transformação que as das regiões E e F, estas últimas de áreas superiores, menos afetadas termicamente, nas quais maiores quantidades de austenita retida são esperadas juntamente de martensita (21).

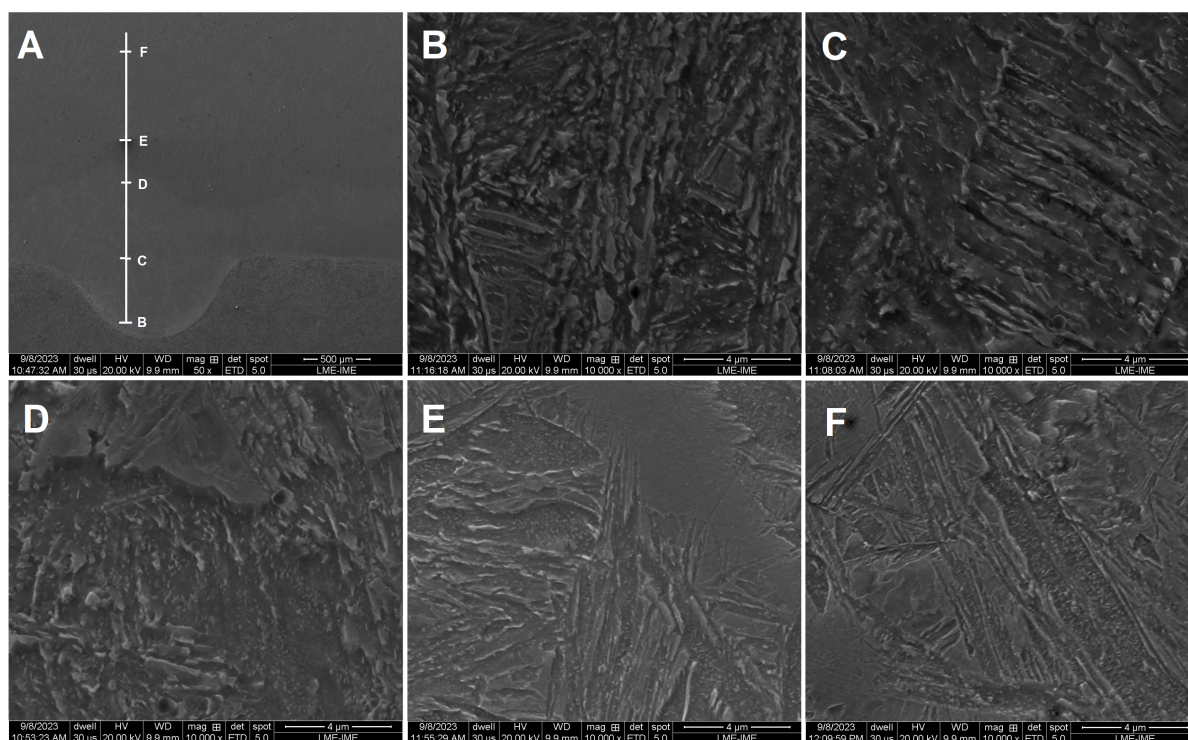


Figura 121 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 10.000 x em perfil vertical: (A) micrografia com baixo aumento indicando regiões analisadas; (B) base da 1ª camada; (C) meio da 1ª camada; (D) topo da 1ª camada; (E) transição entre 2ª e 3ª camada; e (F) meio da 3ª camada.

A análise da micrografia apresentada na Figura 121.D levou a um aprofundamento e aplicação da técnica de MEV/EDS, com mapeamento de área para os principais elementos de liga do aço H13, cujos resultados são apresentados na Figura 122. Verificou-se um sinal mais intenso para Mo (C), V (E) e Si (D), justamente em região na qual ocorreu uma depleção de Fe (B). Sendo a formação de carbonetos primários durante a solidificação, a partir de contornos de grão enriquecidos em elementos de liga um evento esperado (114),

associaram-se os resultados obtidos à existência de carbonetos esperados para o aço H13, tais como os do tipo M_2C (rico em Mo) (114), juntamente de carbonetos do tipo MC (ricos em V), dos quais se espera um enriquecimento vicinal de Si, devido a insolubilidade deste elemento no referido carboneto e à taxa de difusão mais lenta do Si (24).

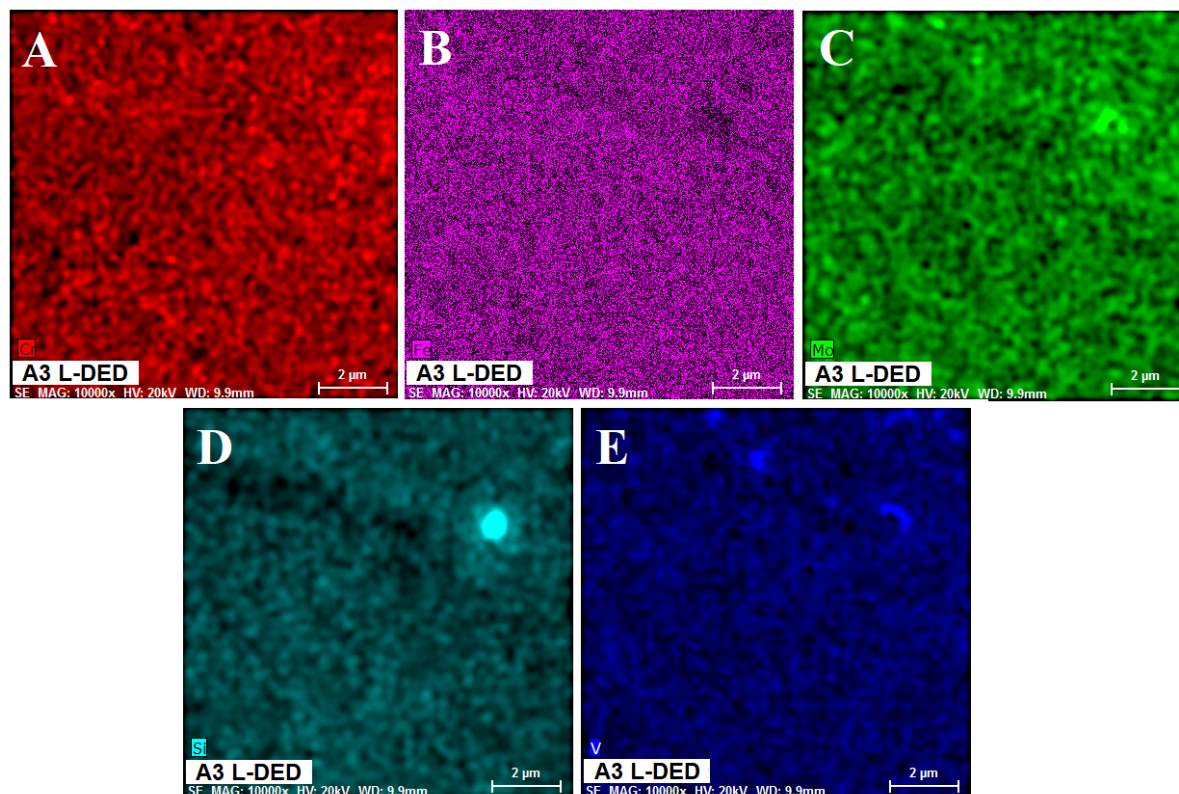


Figura 122 – Mapeamento via MEV/EDS de microregião da amostra A3 obtida por L-DED, condição CF, contendo precipitado detectado na micrografia da Figura 121.D, destacando mapas elementares de Cr (A), Fe (B), Mo (C), Si (D) e V (E).

Quanto à já comentada segregação de elementos de liga do aço na estrutura celular, são apresentados na Figura 123 resultados de mapeamento de elementos químicos em área por MEV/EDS referentes à região já mostrada na Figura 120.A. Verifica-se que nas regiões entre porções dendríticas marcadas por círculos na Figura 123.A, ocorre uma intensificação de sinal dos elementos de liga (EL) do aço H13, conforme superposição apresentada na Figura 123.B. Observando-se os resultados individuais para os EL, a essa porção associa-se uma depleção em Fe e um enriquecimento em Cr, Mo e V (vide Figura 123.C, D e E, respectivamente). Tal segregação dos citados elementos de liga pode ser associada à estabilização e à existência de austenita retida (14).

Procedeu-se também a uma análise com difração de raios X (DRX), cujos resultados são apresentados na Figura 124. Apesar de ser esperada a presença de austenita retida, juntamente com martensita, martensita revenida e carbonetos, o difratograma apresentou

somente picos relacionados a fases cúbicas de corpo centrado (CCC). Tais picos podem ser associados à ferrita (α), martensita fruto da têmpera (α' - tetragonal de corpo centrado - TCC) e/ou martensita revenida (α' próxima de CCC) no aço H13, em virtude da dificuldade de resolver por meio de DRX picos de fases com planos de difração muito próximos (210). Diante dos resultados obtidos, utilizaram-se os picos do difratograma para aplicação do método dos mínimos quadrados de Cohen (210, 209) para definição do parâmetro de rede das fases ferrita/martensita/martensita revenida com precisão, chegando-se ao valor de $a = 0,277876$ nm.

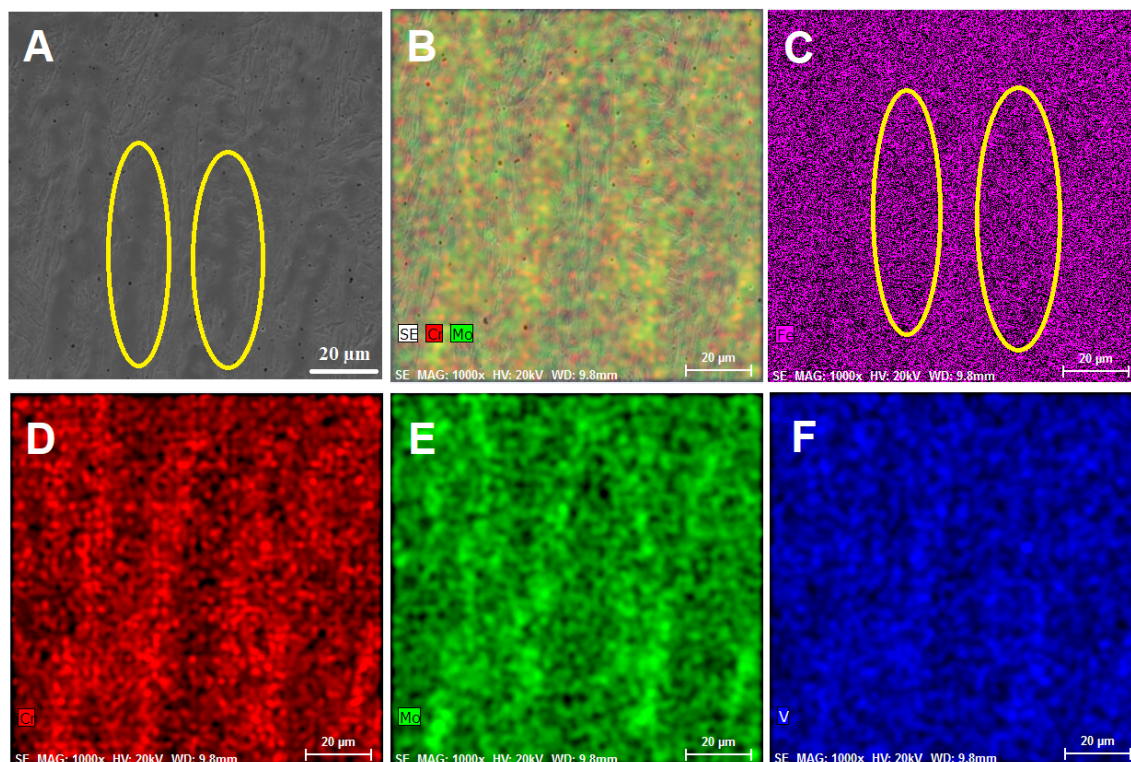


Figura 123 – Mapeamento via MEV/EDS de micro região da amostra A3 obtida via L-DED, condição CF, com aumento de 1.000x, destacando: a micrografia com detector de SE (A); a superposição do sinal de SE e dos mapeamentos dos elementos Cr e Mo (B); e os mapas elementares de Fe (C), indicando depleção em região interdentrítica, Cr (D), Mo (E) e V (F).

Finalmente, após refinar as rotas de preparação da amostra, foi executada análise por difração de elétrons retro-espalhados (EBSD) no MEV, conforme mostrado na Figura 125. Utilizou-se o parâmetro de rede calculado a partir do difratograma (124) para um padrão CCC representando as fases ferrita/martensita revenida. Por sua vez, um padrão cúbico de face-centrada (CFC), com parâmetro de rede $a = 0,366$ nm, foi selecionado do banco de dados do software para análise de EBSD com objetivo de detectar a fase austenita, o que só foi possível com grande aumento (aproximadamente 2500 vezes), conforme se vê na Figura 125.

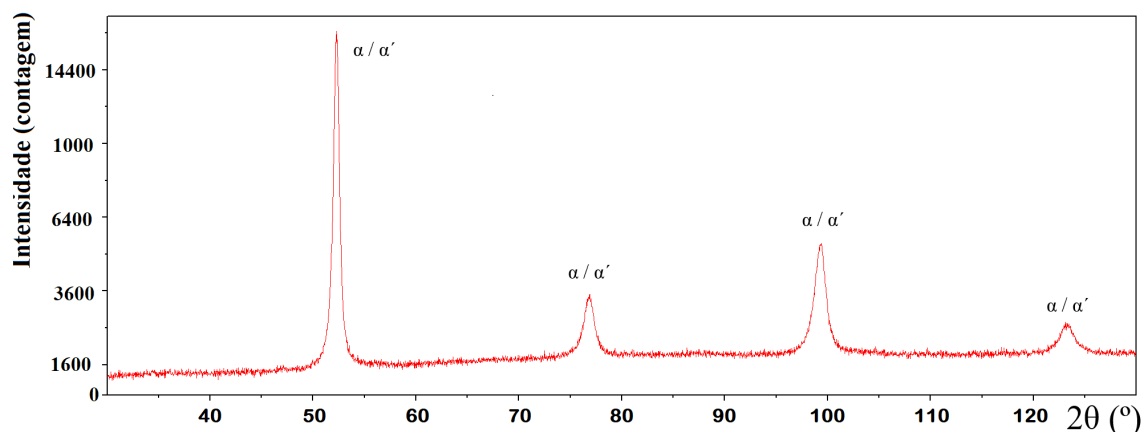


Figura 124 – Difratoograma da amostra de três camadas depositadas evidenciando somente picos CCC.

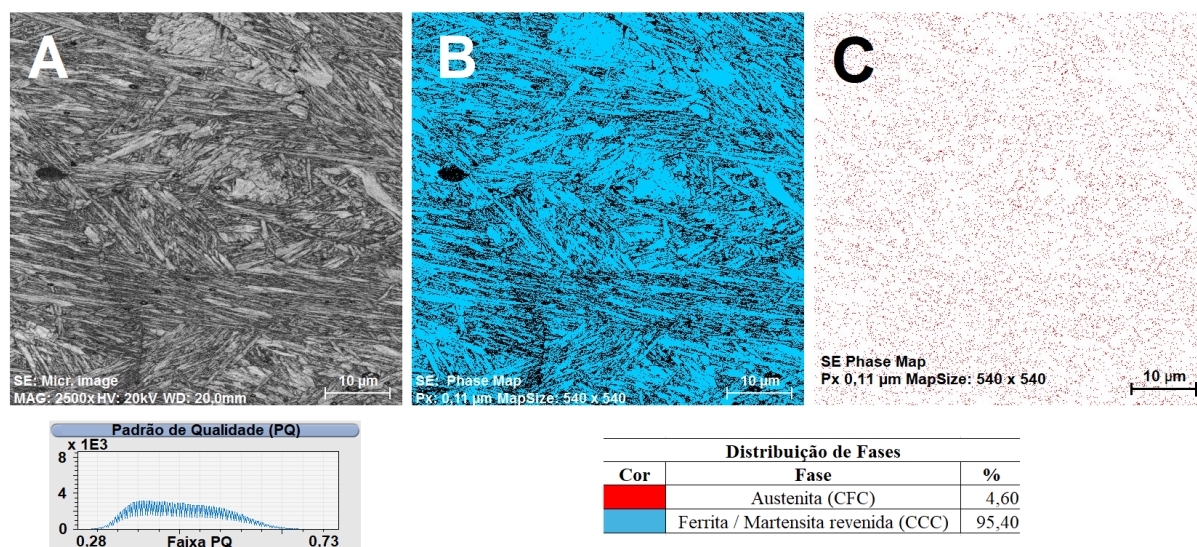


Figura 125 – Resultados de EBSD com aumento de 2500 vezes: (A) Padrão de qualidade; (B) Mapa de fases para ferrita (α)/martensita revenida; (C) Mapa de fases para austenita (γ).

Verifica-se que o padrão de qualidade (*pattern quality*, Figura 125.A, indicou um bom nível de associação de padrões de Kikuchi com a microestrutura da amostra. Além disso, um importante resultado obtido foi a identificação da austenita retida, em percentual de 4,60 % e esparsamente distribuída ao longo da microregião analisada, fase esta esperada em virtude de sua estabilização por elementos de liga segregados (24), conforme já discutido. Por sua vez, as fases ferrita/martensita revenida e martensita representaram a maior parte da microregião observada com aumento de 2500 vezes (95,40 %), conforme pode ser visto na Figura 125.B.

A austenita retida identificada estava distribuída em volumes submicrométricos entre as ripas de martensita, aspecto que explica os motivos de sua não detecção por

DRX. Apesar de uma fração percentual próxima de 4,60 %, o tamanho individual das microregiões com austenita retida se apresentou abaixo do limite de detecção de análises de DRX (210, 218, 219, 220).

Adicionalmente, foi realizado de ensaio de dureza Rockwell C (HRC) na amostra com deposição de 3 camadas (amostra esta com área suficiente para realização de múltiplas indentações do ensaio de dureza, o que não ocorreu satisfatoriamente com as amostras de 1 e 2 camadas), o qual apresentou resultado médio de 49,72 HRC, com desvio padrão de 0,54 , valor este próximo daquele encontrado para as amostras convencionais já na sua condição revenida (5, 49, 61), sugerindo que os reaquecimentos e as transformações da martensita formada nas solidificações iniciais são consideráveis nas primeiras camadas de uma deposição.

Diante das análises realizadas com a deposição de três camadas, os parâmetros utilizados e as experiências de fabricação obtidas, foi possível avançar para a deposição de maior quantidade de camadas a que chamamos de deposição de volumes (V) e que será discutida adiante. Além disso, os aspectos microestruturais observados não só orientaram pontos a verificar em novas deposições, como também sinalizaram para a conveniência da execução de tratamentos térmicos posteriores (91, 95), principalmente pelo heterogeneidade microestrutural e de propriedade mecânica constatadas. Neste contexto, uma primeira tentativa realizada, foi a execução do tratamento térmico de revenimento diretamente após a deposição, ainda com a amostra de 3 camadas, conforme será discutido a seguir.

4.3.2.3 Revenimento direto na deposição com três camadas superpostas

A busca pela execução do tratamento térmico de revenimento diretamente, após a fabricação por manufatura aditiva, é observada em alguns estudos (69, 79, 88, 95) como tentativa de encurtar o ciclo produtivo. Diante disso, realizou-se um revenimento com a amostra da deposição de três camadas (A3), cujas peculiaridades serão vistas a seguir.

A análise por MO pode ser vista na Figura 126, na qual se observa, em A, que a diferenciação microestrutural entre camadas não foi totalmente desfeita, assim como a direcionalidade vertical da microestrutura se manteve, apesar de uma suavização do aspecto bruto de solidificação que havia sido verificado na condição "como fabricada" (vide Figura 118.A da seção 4.3.2.2).

Por sua vez, na Figura 126.B, observa-se uma significativa redução dos aspecto colunar de crescimento epitaxial verificado na Figura 118.B (seção 4.3.2.2), indicando os efeitos do revenimento em direção à homogeneização microestrutural.

A propriedade mecânica dureza da amostra diretamente revenida foi avaliada por meio de ensaios de microdureza Vickers e seu resultado está apresentado na Figura 127.B, ao lado dos resultados para a condição "como fabricada" desta amostra, em uma releitura

dos dados já apresentados na Figura 115.C (seção 4.3.2.1). Consideraram-se apenas os resultados a partir da linha 5, na qual as indentações já aconteciam na região do depósito, desconsiderando-se a linha 4 (região de transição entre substrato e depósito) e inferiores para se chegar aos dados médios mostrados na Figura.

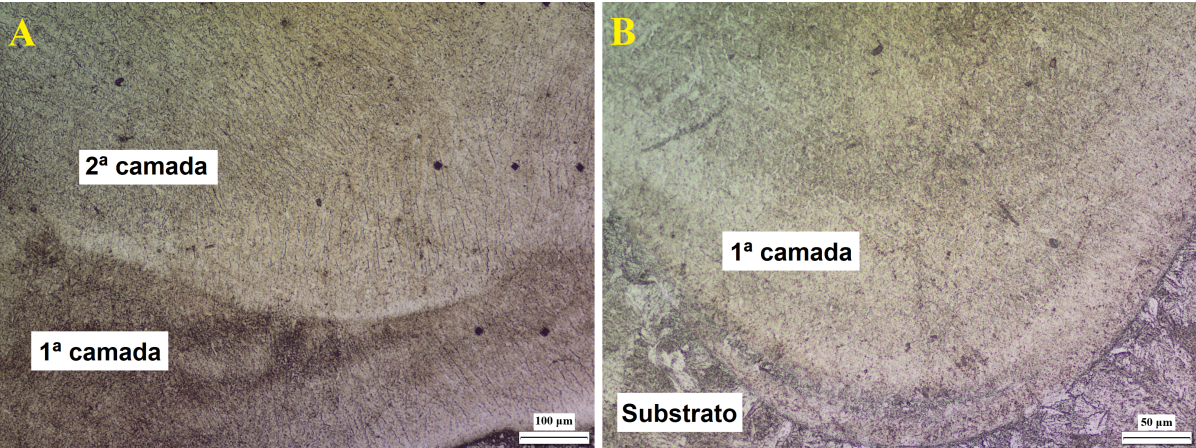


Figura 126 – Micrografias por MO de amostra com 3 camadas depositadas submetida a um revenimento diretamente após a fabricação: (A) transição entre a 1ª e a 2ª camadas; (B) cordão de transição entre substrato e 1ª camada.

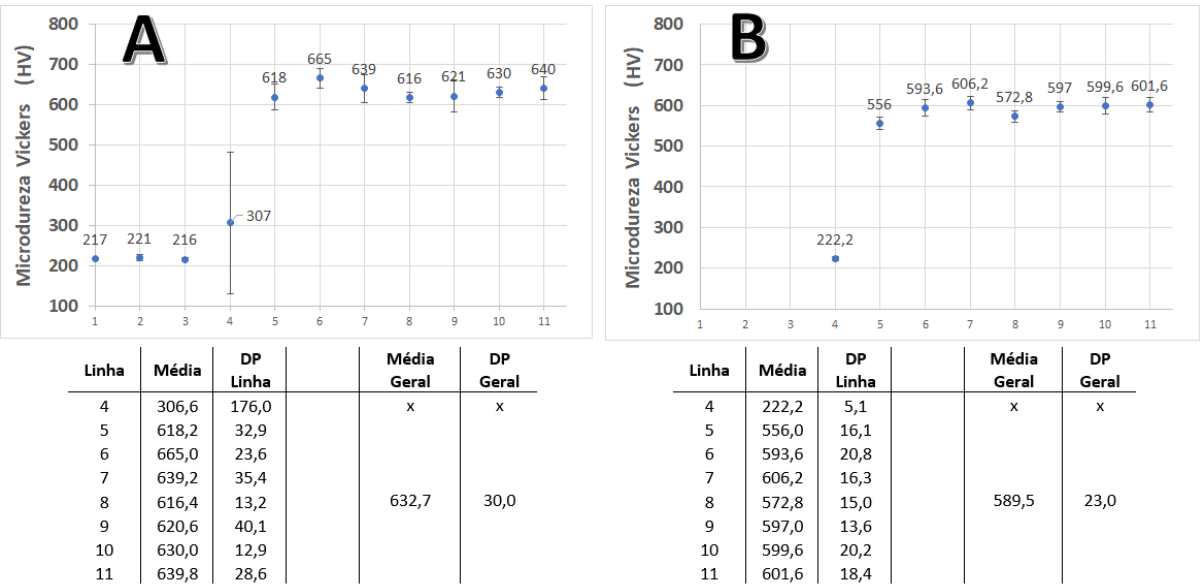


Figura 127 – Resultados de microdureza Vickers (HV) para a deposição de 3 camadas: (A) condição "como fabricada"; e (B) condição "fabricada e diretamente revenida uma vez".

Observa-se uma redução no valor médio geral da dureza (632,7 HV na condição "CF" e 589,5 HV na amostra diretamente revenida), mesmo padrão observado linha a linha. Também os valores de DP reduziram-se em cada linha e na avaliação geral, sendo indicador favorável ao objetivo de busca por homogeneidade microestrutural na amostra

fabricada. Entretanto, observa-se que os valores de HV já não destoavam tanto a partir da camada 5 e esse padrão se manteve. Conforme será mostrado adiante, com o aumento do número de camadas depositadas, as diferenças entre os níveis horizontais em termos de propriedade mecânica se tornaram mais pronunciados, evidenciando mais claramente a heterogeneidade microestrutural nas fabricações por MA.

Também foi executado ensaio de dureza Rockwell C (HRC) após o revenimento direto, resultando em um valor médio de 48,79 HRC, com desvio padrão de 0,73, valor este próximo do verificado e já apresentado para a amostra de 3 camadas na condição "como fabricada" (49,72 HRC e DP 0,54).

Foi realizada ainda uma análise com microscopia eletrônica de varredura (MEV) de regiões correspondentes às analisadas na condição "como fabricada" (Figura 120, da seção 4.3.2.2), a qual pode ser vista na Figura 128.

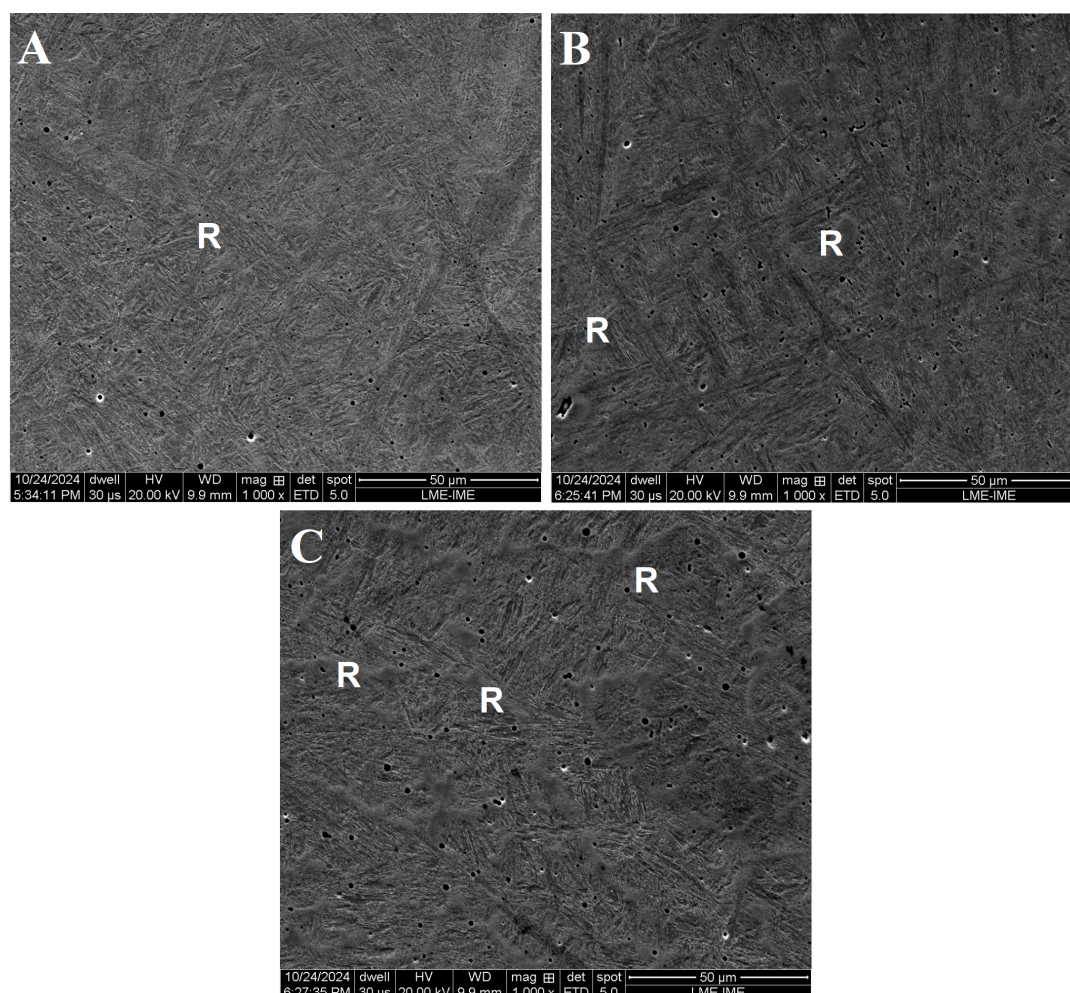


Figura 128 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, da amostra A3, diretamente revenida, evidenciando o desfazimento da estrutura celular/dendrítica fruto da solidificação: (A) base da 2ª camada; (B) transição entre 2ª e 3ª camadas; e (C) 3ª camada. R: região revenida (31).

Verifica-se que as três regiões na Figura 128 apresentam-se bastante diferentes de suas correspondentes na amostra "como fabricada", tendo a estrutura celular/dendrítica se decomposto, conforme esperado (21, 31), dando lugar a regiões transformadas pela decomposição da austenita e revenimento (ilustradas com a letra "R") de porções de martensita temperada (190).

De forma a aprofundar essa análise de quão transformada a microestrutura se apresentou, realizou-se estudo ao longo de um perfil vertical, em posições similares e com o mesmo aumento utilizado na condição "como fabricada" (vide Figura 121, da seção 4.3.2.2, a qual é retomada na Figura 129.A, em que se resgata micrografia da condição "como fabricada" para indicar as regiões observadas nas outras micrografias (B até F) da amostra diretamente revenida).

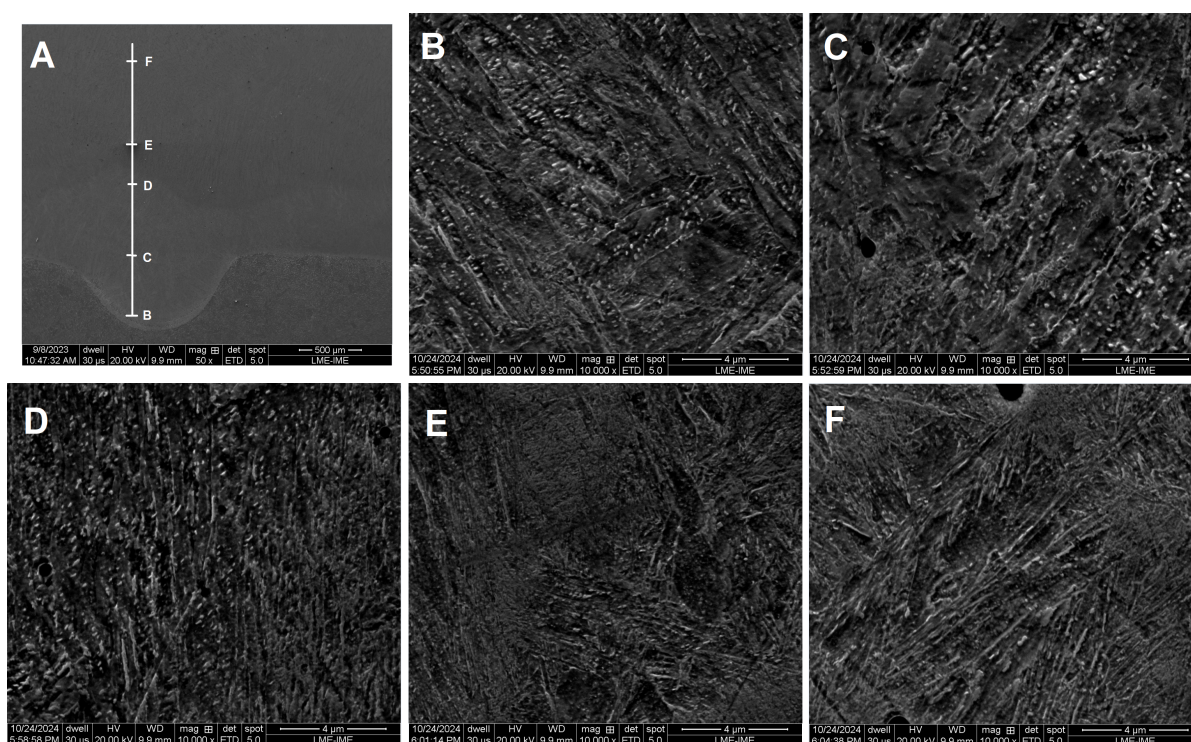


Figura 129 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, com aumento de 10.000 x em perfil vertical: (A) micrografia de baixo aumento indicando regiões observadas, já apresentada na Figura 121; (B) base da 1ª camada; (C) meio da 1ª camada; (D) topo da 1ª camada; (E) transição entre 2ª e 3ª camada; e (F) meio da 3ª camada.

Observa-se que as regiões se transformaram com o revenimento. Entretanto, ainda não se verifica um aspecto homogêneo entre todas as regiões, indicando que cada uma se submeteu a um conjunto de transformações, dependente de seu estado inicial na condição "como fabricada" (repleto de heterogeneidades, como já abordado).

Ainda no aumento de 10.000 vezes, foi avaliado se carbonetos primários, fruto da solidificação, verificados na condição "como fabricada" (vide Figura 122, seção 4.3.2.2)

continuariam presentes e/ou apresentariam-se de maneira mais destacada, fruto de um possível coalescimento favorecido pelo revenimento, ou mesmo se carbonetos secundários, de menores dimensões, teriam precipitado com tal tratamento térmico. Não foi constatada a presença de regiões com possíveis carbonetos de tamanhos significativamente maiores ao que fora observados na condição anterior, conforme ilustrado na Figura 130, com resultados de MEV/EDS para a microregião apresentada em (A), referente à posição de topo da primeira camada (próxima da região D da Figura 129). Entretanto, maior quantidade de regiões de tamanhos menores e indícios de enriquecimento em Mo e V (este acompanhado de Si) foram verificados, revelando que o revenimento ofereceu condições para a dissolução regiões maiores enriquecidas em EL, bem como favoreceu a precipitação de carbonetos em regiões dispersas e em dimensões reduzidas (95), aspecto esperado e favorável de tal tratamento térmico (95).

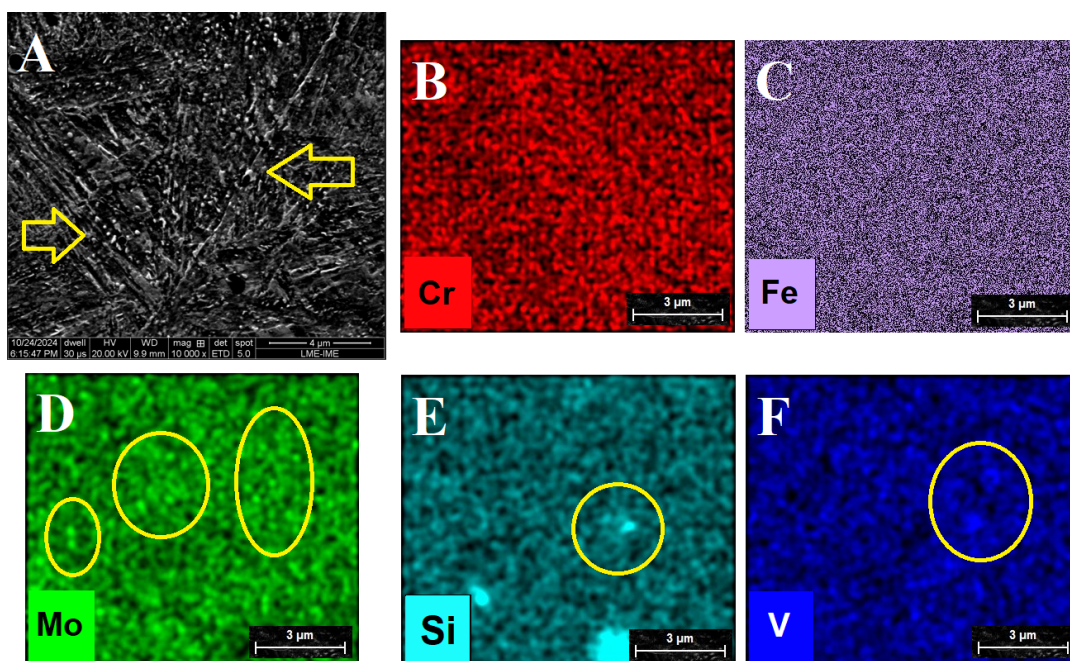


Figura 130 – Mapeamento via MEV/EDS de microregião da primeira camada depositada da amostra A3 obtida via L-DED, condição "diretamente revenida", aumento de 10.000x, com indícios da presença de precipitados, destacando: a micrografia com detector de SE (A); e os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), Si (E) e V (F).

As micrografias apresentadas até aqui (Figuras 128 e 129) evidenciam que a estrutura celular/dendrítica antes observada logo após a deposição estaria em processo de desfazimento. Entretanto, foi realizado estudo por MEV/EDS com aumento de 1000 vezes que pode ser visto na Figura 131, de forma paralela ao que já havia sido feito na Figura 123 (seção 4.3.2.2), no qual se observou que os EL ainda podiam ser vistos predominantemente em redes, relacionadas às posições das paredes de células previamente existentes (31).

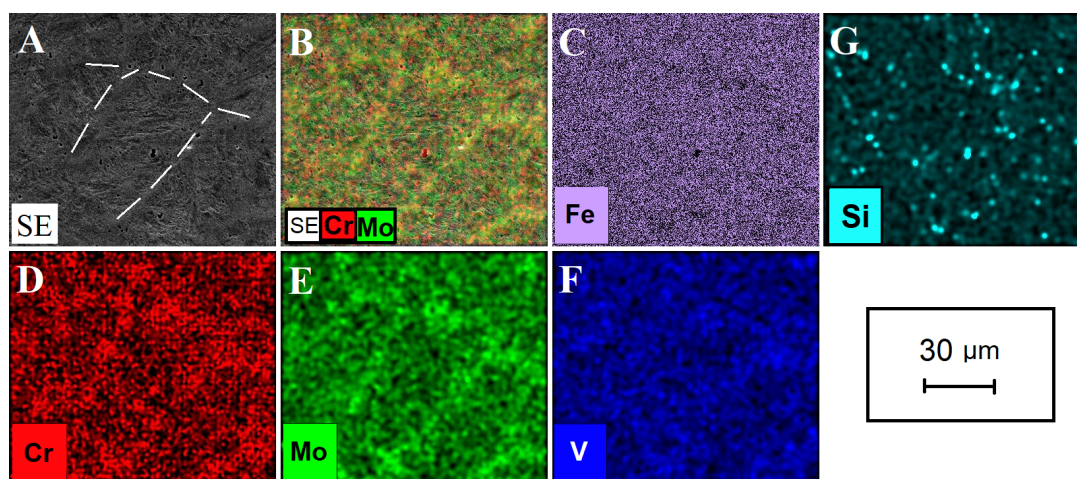


Figura 131 – Mapeamento via MEV/EDS de microregião da amostra A3 obtida via L-DED, condição "diretamente revenida", aumento de 1.000x, com presença de elementos de liga em rede, destacando: a micrografia com detector de SE (A); a superposição do sinal de SE e dos mapeamentos dos elementos Cr e Mo (B); e os mapas elementares de Fe (C), Cr (D), Mo (E), V (F) e Si (G).

Outra análise realizada com a amostra A3, na condição revenida diretamente, foi a difração de raios X (DRX), cujo difratograma está apresentado na Figura 132. Foram identificados, na etapa de indexação de fases, picos referentes às fases ferrita, martensita e/ou martensita revenida (α e α'), as quais não é possível resolver com a resolução da análise por DRX (210), assim como já havia sido identificado no difratograma da condição "como fabricada" (Figura 124, seção 4.3.2.2). Cabe destacar que, ao comparar esses dois difratogramas, os picos das fase α/α' se apresentam mais agudos na condição diretamente revenida, indicador de que o processo reduziu tensões residuais e a densidade de discordâncias (88).

Também foi verificada no difratograma a presença de novos elementos (em relação à condição CF de A3, vista na seção 4.3.2.2): picos referentes a carbonetos de Fe (Fe_3C e Fe_7C_3), corroborando a ideia de que o revenimento promove a precipitação destes microconstituintes. É interessante destacar a observação feita por Sun et al. (88) de que o carboneto Fe_3C seria o precursor dos tipos M_7C_3 e $M_{23}C_6$ (221). Além disso, picos referentes ao *filler* de grafite cristalino existente na resina em que a amostra foi embutida, foram identificados (2θ de 30, 936° e 64, 470°).

Diante das análises realizadas, verifica-se que o revenimento direto, apesar de iniciar o processo de homogeneização microestrutural, não conseguiu completamente desfazer o padrão resultante do processo de deposição, conforme também observado no estudo de Du et al. (95), indicando a necessidade de um segundo revenimento ou mesmo de um tratamento posterior mais completo, composto de fase prévia de solubilização (115), ou ao menos a austenitização da têmpera (95).

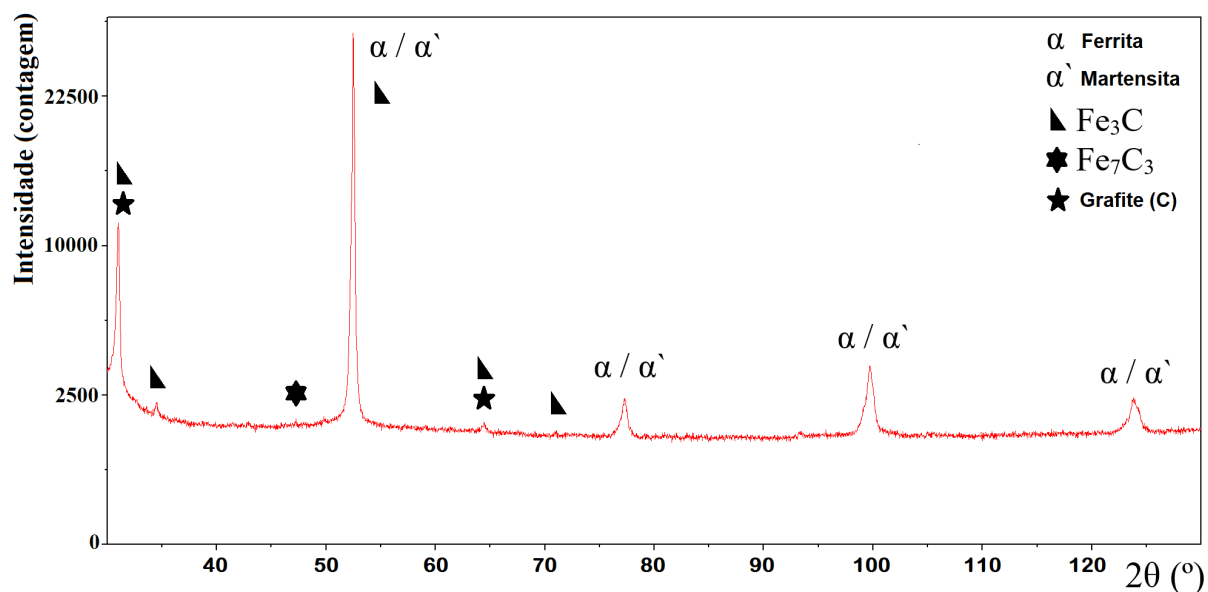


Figura 132 – Difratoograma da amostra de três camadas sujeita a revenimento diretamente após a deposição, evidenciando picos CCC e carbonetos.

4.3.3 Deposições de Volumes

As deposições das amostras V1 até V5 ocorreram segundo os parâmetros apresentados na Tabela 17 (seção 3.2.1.2, Capítulo de Materiais e Métodos) e foram realizadas sobre substratos de aço inoxidável austenítico 304L, chapa de 10 mm de espessura, cuja composição química foi avaliada por espectrometria e está apresentada na Tabela 34.

Tabela 34 – Composição Química Substrato da deposição de 12 camadas (V4) - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso.

Elementos (% em peso)							
C	Mn	Si	Cr	Mo	V	Ni	Al
0,039	1,500	0,500	18,82	0,147	0,043	7,900	0,003
Cu	Co	B	Sn	W	Nb	P	S
0,157	0,150	0,002	0,008	0,030	0,026	0,049	0,003

Quanto ao estudo das amostras principais das deposições de volumes propriamente ditas, macrografias das amostras V1, V2, V3 e V4 podem ser vistas na Figura 133.

Ao observar-se a Figura 133, verifica-se que em V1 obteve-se um baixo nível de densificação. Na amostra V2, com uma taxa de alimentação menor, mantendo-se todos os parâmetros de V1, verificou-se uma melhora na densificação, porém ainda apresentando poros de dimensão considerável. Já na amostra V3, conjugando aumento de potência e a mesma alimentação de V2, verificou-se no depósito uma melhora na densificação. Por sua vez, a amostra V4, com mesmos parâmetros de V3 e uma nova redução na taxa de alimentação evidenciou uma densificação ainda superior, o que levou à adoção desta

última amostra para investigação pormenorizada da resposta de deposições volumétricas por MA/L-DED aos tratamentos térmicos aplicáveis ao aço H13 depositado.

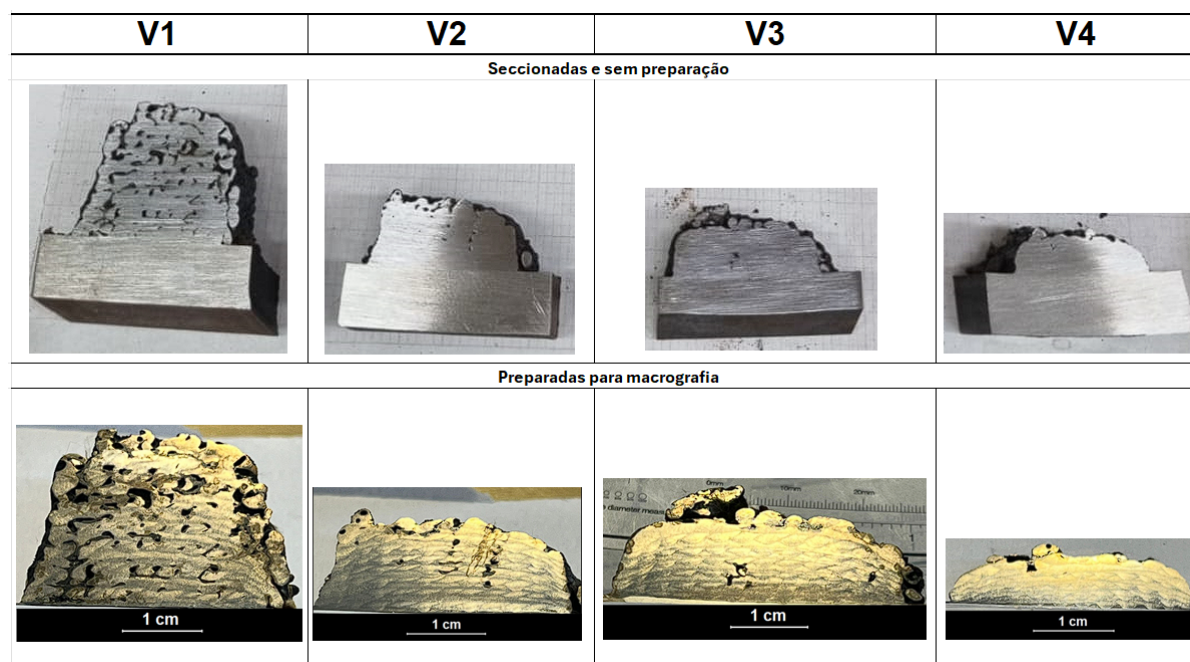


Figura 133 – Análise macrográfica de amostras da série de deposições volumétricas (V1, V2, V3 e V4) evidenciando aumento na densificação em decorrência da manipulação de parâmetros de deposição.

Destaca-se que o objetivo da redução na taxa de alimentação e da manutenção de potência fixa em valor mais alto da série descrita (vide Tabela 17, seção 3.2.1.2, Capítulo de Materiais e Métodos), face às falhas acentuadas de consolidação do material depositado, objetivaram um aumento na densidade de energia e uma maior capacidade de fusão do pó depositado e da porção na qual este era aplicado.

Prosseguindo na tentativa de caracterizar a evolução da densificação nesta série de amostras, recorreu-se ao uso da radiografia industrial, com apoio da IMBEL/FJF, e ao uso da microtomografia computadorizada, em cooperação com o Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN/COPPE/UFRJ) - Rio de Janeiro/RJ.

Na Figura 134, verificam-se radiografias para as amostras V1, V2 e V3, oriundas de análises na IMBEL/FJF (Figura 134.A, B e C), e da amostra V4 (Figura 134.D), extraída durante a realização de análises de microtomografia, uma possibilidade oferecida por tal análise (146), selecionando-se um plano específico para geração da radiografia.

Nas radiografias vindas da IMBEL/FJF (V1, V2 e V3, respectivamente Figura 134.A, B e C), os defeitos apareceram como manchas escuras no interior da peça. Para cada uma das radiografias, apresenta-se uma visão geral acima e um detalhamento, abaixo. Observa-se que a incidência de defeitos diminuiu de V1 para V3, conforme já mencionado.

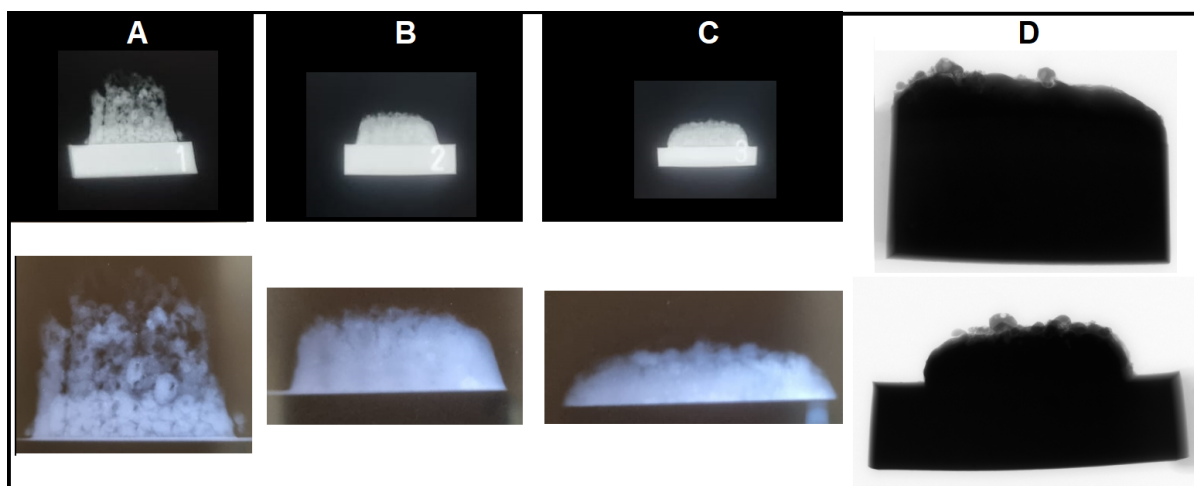


Figura 134 – Radiografias da série de amostras das deposições de volumes (V): (A) amostra V1; (B) V2; (C) V3; e (D) dois segmentos distintos de V4. De A até C, defeitos na cor escura; em D, defeitos em cor clara.

Por sua vez, na Figura 134.D, estão duas amostras referentes a cortes em posições distintas da amostra V4. Nestas radiografias, os defeitos estariam apresentados na cor clara, entretanto esses não foram observados em nenhum desses dois cortes da amostra V4, ratificando a já comentada boa densificação conseguida com tal amostra.

De forma a quantificar os ajustes de parâmetros realizados nas deposições V1 a V4, decidiu-se utilizar os parâmetros de deposição retratados na Tabela 17 (seção 3.2.1.2, Capítulo de Materiais e Métodos), com as devidas adequações em suas unidades, nas Equações 2.4, 2.5, 2.6 e 2.7 apresentadas na seção 2.4.3, do Capítulo Revisão Bibliográfica. De forma a complementar os referidos dados, utilizou-se como largura de trilha (*hatch distance*) o valor de 3,55 mm registrado na etapa de caracterização de trilhas (vide Figura 104, seção 4.3.1). Já o valor de espessura de camada foi definido com o auxílio do software Image J para avaliação das macrografias mostradas na Figura 133, chegando-se a um valor médio de 0,727 mm.

Os resultados da aplicação dos equacionamentos citados podem ser vistos na Tabela 35. Algumas constatações podem ser feitas: é notório o aumento da densidade volumétrica e efetiva de energia das amostras iniciais (V1 e V2) até a amostra V4; a densidade de pó, diretamente proporcional à taxa de alimentação deste, cai em V4, entretanto, observando o o fator comparativo S (128) que conjuga potência, taxa de alimentação e velocidade de varredura, verifica-se um aumento significativo em seu valor na amostra V4, considerada melhor resultado da série. Isso confirma a informação da literatura de que um aumento na taxa de escoamento de pó (*Powder Mass Flow Rate - PMFR*) leva a um decréscimo do fator S e a uma menor capacidade de fusão da massa de material fornecida (9, 128), justamente o contrário do que foi feito nesta série de deposições, obtendo-se assim uma melhor capacidade de fusão e consolidação do material em V4.

Tabela 35 – Resultados da aplicação de Equacionamentos apresentados em 2.4.3 aos parâmetros usados nas amostras V1, V2, V3 e V4.

Grandeza/Amostra	V1	V2	V3	V4
Densidade volumétrica de energia (E_v) ¹	150,082	150,082	164,607	164,607
Densidade efetiva de energia (E_e) ²	64,583	64,583	70,833	70,833
Densidade de pó (F) ³	0,009	0,004	0,004	0,004
Fator S de comparação ⁴	2447,368	4894,737	5368,421	6710,526

¹J/mm³ ; ²J/mm² ; ³g/mm² ; ⁴J.s/mm.g

Ademais, a relação entre a taxa de escoamento de pó (PMFR) e a altura de camada depositada, segundo a qual a redução da taxa de alimentação seria acompanhada de um menor crescimento do depósito (129), confirmou-se nas deposições de V1 até V3, ambas com 16 camadas depositadas e alturas verificadas com o ImageJ na posição central de cada depósito na Figura 4.3.3, respectivamente de 2,076 cm , 1,209 cm e 1,142 cm. Ressalta-se que a PMFR foi aqui reduzida com o intuito de obter uma melhor densificação do material. Por sua vez, V4, com 12 camadas teve altura aproximada de 0,634 cm.

Cabe ainda destacar, observando dados de deposições com L-DED e pó de aço H13 citadas na seção 2.4.6, do Capítulo Revisão Bibliográfica, como a densidade efetiva de energia empregada nas deposições de volumes deste trabalho se assemelham a valores utilizados por Joshi et al. (23) (77 J/mm²) e são superiores aos obtidos por Silveira et al. (31) (40 J/mm²) e Amirabdollahian et al. (91) (24 J/mm²). Por sua vez, a densidade volumétrica de energia das deposições desta pesquisa foram superiores às mencionadas por Braga et al. (48) (102,08 J/mm³) e Ofner et al. (34) (48 J/mm³).

Também as densidades volumétricas de energia que puderam ser calculadas com os dados do trabalho de Mukherjee (96) ($E_v = 97,97$ J/mm³ para uma distância de desfocagem de 23 mm e $E_v = 28,83$ J/mm³ para uma distância de desfocagem de 34 mm) se mostraram inferiores à $E_v = 164,61$ J/mm³ utilizada no presente trabalho para as amostras V4 e V5 (lembrando que esta última, que ainda será abordada na presente pesquisa, utilizou os mesmos parâmetros de V4). Já as densidades efetivas de energia $E_e = 109,33$ J/mm² e $E_e = 24,33$ J/mm² (obtidas com distâncias entre foco do laser e substrato de 23 e 34 mm, respectivamente (96)) se mostraram superior e inferior, respectivamente, a $E_e = 70,83$ J/mm² obtidos nesta pesquisa para as amostras V4 e V5. Deve-se, entretanto, considerar que tais comparações servem como fator comparativo, mas não devem ser admitidas como valores absolutos de aprovação ou reprovação de determinada combinação de parâmetros, haja vista a variedade de outros parâmetros produtivos e ajustes de *setup* de equipamento capazes de influenciar a qualidade da deposição (9, 131) (vide seção 2.4.3, da Revisão Bibliográfica).

4.3.3.1 Amostra de 12 camadas MA (V4) - como fabricada (CF)

Conforme comentado, a amostra V4 (12 camadas) apresentou melhor aspecto de densificação e por isso foi escolhida para a realização dos tratamentos térmicos alvo da presente pesquisa. Antes disso, um trabalho preparatório de caracterização foi realizado com tal amostra na condição "como fabricada" (CF).

4.3.3.1.1 Estudo da composição química

Inicialmente realizou-se avaliação da composição com auxílio de MEV/EDS em 12 quadrantes na amostra V4 (apresentados na Figura 66, da seção 3.2.2.4, do Capítulo Materiais e Métodos). Os resultados médios obtidos para cada elemento de liga, que podem ser vistos na Tabela 36, denotaram quantitativo inferior ao esperado para a liga H13. Na Figura 135 evidencia-se a evolução da presença dos EL em cada um dos quadrantes, revelando um equilíbrio em um mesmo nível horizontal, ao mesmo tempo que uma diferença entre os dois níveis analisados (quadrantes de 1 a 6 e 7 a 12), destacando-se um incremento no percentual de Fe e uma redução do percentual de Cr no nível horizontal superior (quadrantes 7 a 12).

Tabela 36 – Composição Química do Depósito de 12 camadas - Estudo por múltiplos pontos em 12 quadrantes na amostra, % em peso.

	MÉDIA QUADRANTES 1 A 6	MÉDIA QUADRANTES 7 A 12	MÉDIA GERAL	DP GERAL
Fe	90,99	93,51	92,25	1,37
Cr	5,55	3,77	4,66	0,96
Ni	1,47	0,64	1,05	0,46
Mo	1,10	1,24	1,17	0,09
V	0,40	0,35	0,38	0,06
Mn	0,25	0,15	0,20	0,06
Si	0,21	0,26	0,23	0,10
Al	0,02	0,08	0,05	0,06

Também foi feita a avaliação de composição química da porção depositada por meio da já comentada análise por espectrometria de emissão ótica, nas instalações da IMBEL/FI - Itajubá/MG, cujos resultados pode ser vistos na Tabela 37. Assim como foi verificado na metodologia com MEV/EDS em quadrantes, e de maneira similar ao observado na análise por espectrometria emissão ótica na deposição de 3 camadas (seção 4.3.2.1, Deposição de Áreas) foram identificados alguns elementos de liga com a composição fora da faixa prevista para o aço H13 ((46, 45), vide seção 2.2.2, da Revisão Bibliográfica). No presente caso, especificamente Carbono, Manganês, Silício e Vanádio.

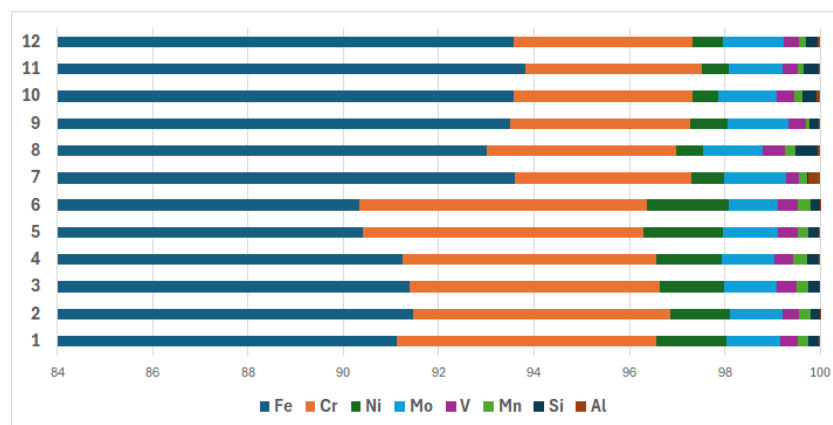


Figura 135 – Evolução da presença de elementos de liga analisados em cada quadrante.

Tabela 37 – Composição Química do Depósito de 12 camadas (V4) - análise realizada em espectrômetro de emissão ótica da IMBEL/FI, % em peso.

Elementos (% em peso)							
C	Mn	Si	Cr	Mo	V	Ni	Al
0,261	0,102	0,133	5,400	1,390	0,417	1,16	0,007
Cu	Co	B	Sn	W	Nb	P	S
0,128	0,025	0,001	0,003	0,014	0,004	0,023	0,005

Péter et al. (157) mostraram em estudo sistemático a ocorrência da vaporização de elementos de liga do aço H13, realizando especial comentário sobre o Vanádio ser o mais volátil dos principais constituintes do aço em estudo, algo em grande sintonia com o observado nos resultados de composição química das amostras depositadas. Os autores chegaram em deposições com menor perda de V, em comparação com as deste trabalho, porém com perdas mais acentuadas de Mo. Além disso, dados por eles apresentados sobre a pressão de vapor de alguns EL do aço H13 (aqui transcritos na Tabela 7), mostram que V e Mn tem maiores pressões de vapor e assim sendo são mais propícios à vaporização, aspecto coerente com a maior queda na composição química destes dois elementos nas amostras aqui depositadas por MA.

Tais aspectos reforçam a importância da otimização e do entendimento dos efeitos dos parâmetros de deposição, de forma a conseguir boa densificação, porém mitigando a vaporização de elementos de liga, conforme sugerem Mukherjee et al. (132) e Shi et al. (158), ou mesmo vislumbrando a necessidade de ajustes de composição química nos materiais de entrada do processo de deposição.

4.3.3.1.2 Estudo da densidade e porosidade: princípio de Arquimedes

Os resultados obtidos segundo a metodologia descrita na seção 3.2.2.11 (Capítulo Materiais e Métodos) podem ser vistos na Tabela 38. Optou-se por apresentá-los juntamente com resultados provenientes da mesma análise, aplicados ao aço H13 convencional (*Villares*) trabalhado na presente pesquisa, para fins de comparação. Destaca-se que a técnica permitiu observar a existência de poros abertos, expressa pela diferença entre "va" e "vas" e também pelo valor calculado de "pa". Apesar do valor de porosidade não ter sido alto (2,2 %), esperava-se um valor menor. Cabe ressaltar que tal ensaio foi realizado com porção lateral do depósito da condição V4, de aspecto rugoso, fato capaz de causar a impressão de uma maior presença de poros (204).

Tabela 38 – Resultados com valores de densidade e porosidade para amostra V4, segundo procedimentos da Norma ABNT NBR 16661:2017.

Grandeza/Amostra	V4	H13 Convencional
va (cm^3)	0,907	1,072
vas (cm^3)	0,887	1,062
dma (g/cm^3)	7,37	7,62
dmas (g/cm^3)	7,53	7,69
pa (%)	2,2	0,9
a (%)	0,3	0,1

4.3.3.1.3 Estudo da presença de defeitos internos em V4 com microtomografia

Primeiramente, foi estudado um fragmento de menores dimensões, apresentado na Figura 136.A. Nesta mesma Figura, observam-se vistas de topo, plano xy (B), lateral do plano xz (C) e lateral do plano yz (D), nesta última se verificando um defeito interno com aspecto de defeito de *keyhole* (9). Já a Figura 136.E dá uma visão geral da estrutura interna do fragmento, evidenciando a existência apenas do defeito comentado, sem indicação trincas, outro defeito possível e observado em amostras de L-DED (9, 155). Um detalhamento do defeito identificado pode ser visto na Figura 137, vista no plano xz (A) e no plano yz (B), com seu tamanho aproximado de 0,42 mm.

O estudos das tiras extraídas de V4 (mostradas na seção 3.2.2.10, Capítulo Materiais e Métodos), cujas radiografias já foram apresentadas na Figura 134.D, pode ser visto nas Figuras 138 e 139, nas quais alguns *frames* selecionados e extraídos da varredura do eixo y são apresentados, com a indicação de sua posição em y.

Quanto à tira I (Figura 138), em alguns frames/cortes, nenhum defeito é observado (B e D); em outros, apenas defeitos extremamente superficiais foram detectados (em E, de dimensão 0,330 mm; e em F, de dimensões 0,522 mm) os quais seriam certamente

eliminados pela deposição de uma próxima camada, caso o processo continuasse. Já no frame A, três defeitos esféricos, aparentemente relacionados a porosidade oriunda de aprisionamento de gases (9, 142), de dimensões 0,864 mm, 0,432 mm e 0,735 mm. Por sua vez, no frame C também foram verificados defeitos de aspecto similar aos vistos em A, de tamanhos 0,629 mm e 0,518 mm. Destaca-se que, apesar de os defeitos de A e C não serem tão superficiais quanto os de E e F e pelo fato de não terem sido identificados defeitos em porções inferiores em nenhum dos frames da Figura 138, pode-se inferir que a superposição de camadas conseguiria desfazer tais defeitos.

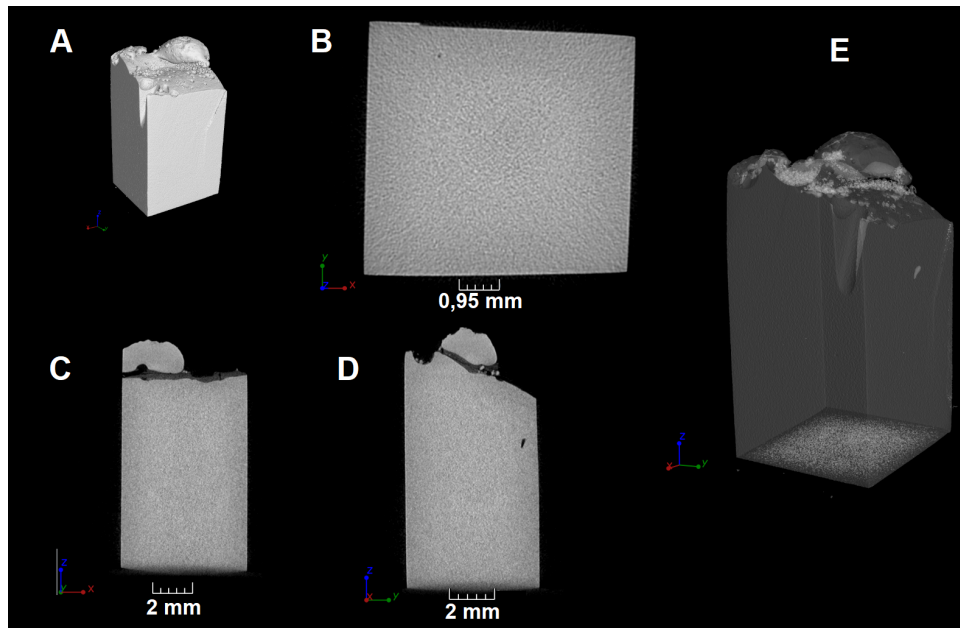


Figura 136 – Microtomografia de fragmento da amostra V4: (A) vista geral; (B) vista do plano xy; (C) vista do plano xz; (D) vista do plano yz; e (E) reconstrução evidenciando apenas um defeito interno.

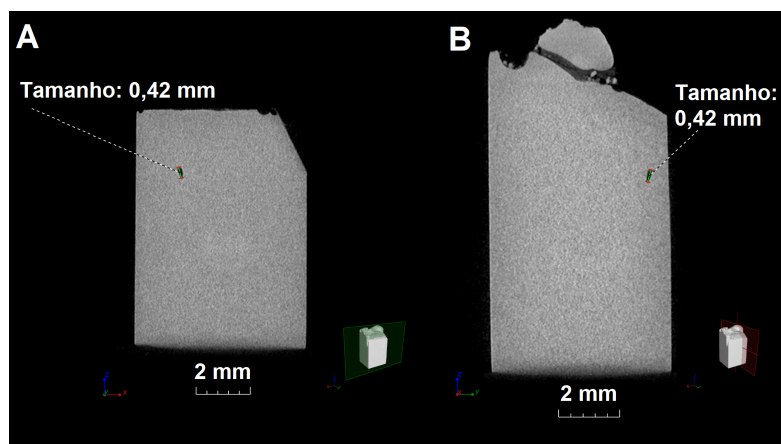


Figura 137 – Microtomografia detalhando defeito em fragmento da amostra V4 e seu tamanho linear de 0,42 mm: (A) vista do plano xz; (B) vista do plano yz.

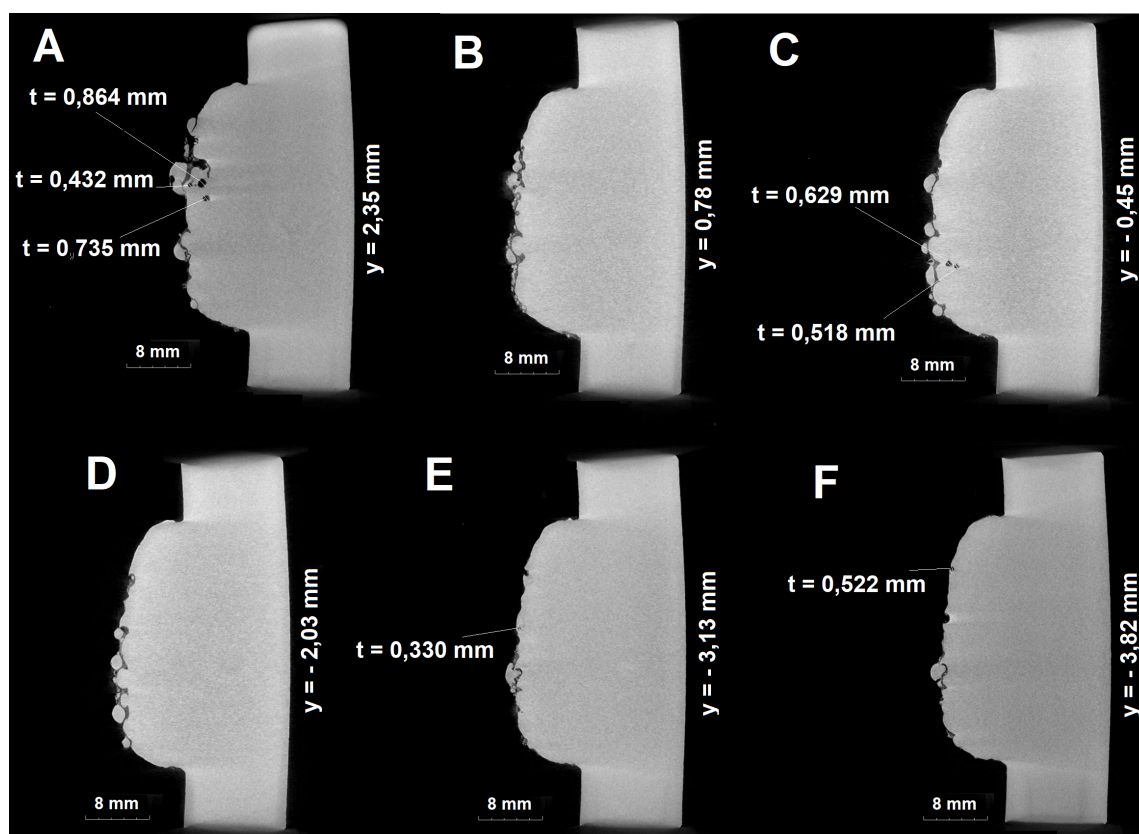


Figura 138 – Microtomografia da tira I da amostra V4: frames extraídos de varredura ao longo do eixo y para identificação de defeitos internos.

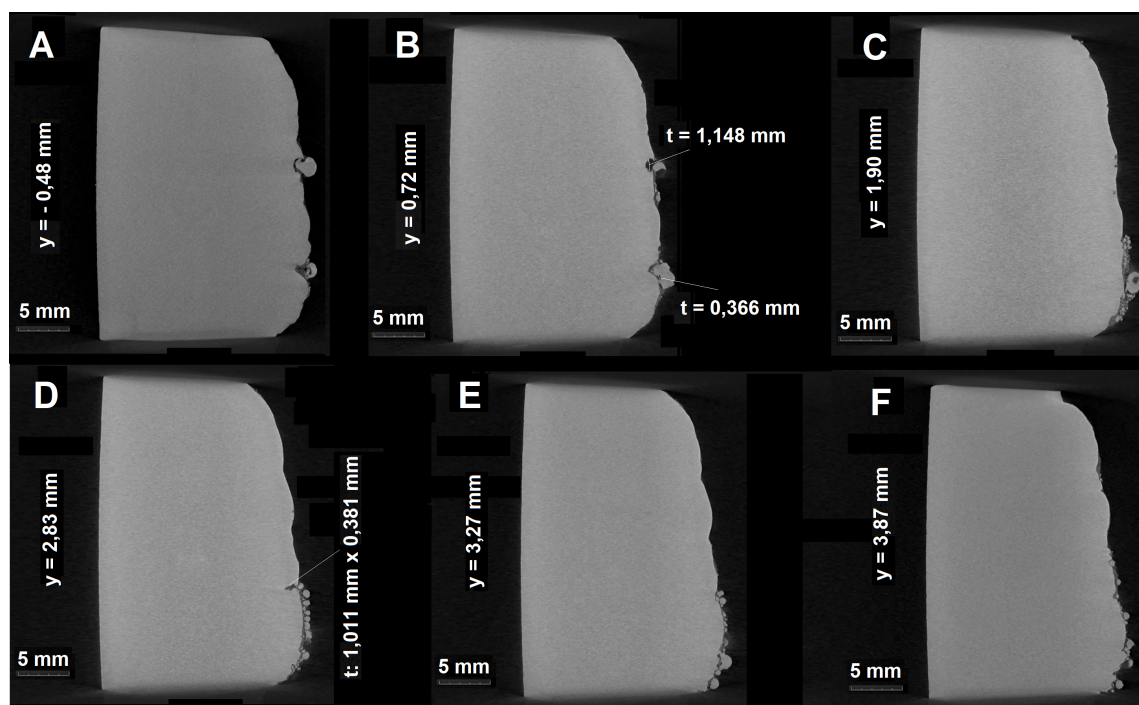


Figura 139 – Microtomografia da tira II da amostra V4: frames extraídos de varredura ao longo do eixo y para identificação de defeitos internos.

Quanto à tira II (Figura 139), em toda a extensão da amostra, à exceção da superfície, não foram verificados defeitos, ponto favorável à consideração de V4 como uma deposição de boa densificação. Tratando da superfície, verificam-se, em todos os frames, porções sem a completa fusão, destacando-se em C, D, E e F a ocorrência do defeito de *balling* (155), e em D um defeito de *keyhole* (141, 155) alongado na direção de construção (1,011 mm) e estreito em sua largura (0,381 mm). Novamente, acredita-se que tais defeitos e o aspecto superficial não fundido completamente seriam anulados pela deposição de uma nova camada.

Assim, as análises das Figuras 74 e 75 (seção 3.2.2.10, Capítulo Materiais e Métodos), bem como 136, 137, 138 e 139 corroboram a ideia de uma boa densificação, haja vista a presença de defeitos ser mínima e superficial, em amostra que não tinha como objetivo a realização de procedimentos para melhoria da condição superficial, aspecto relevante para um produto final, para evitarem-se poros como os observados no trabalho de Plessis et al. (145) (Figura 26.B, seção 2.4.4, Capítulo Revisão Bibliográfica).

4.3.3.1.4 Caracterização geral

Primeiramente, um estudo macrográfico foi feito com auxílio da Figura 140.A, em que se verificam a superposição de camadas e a interpenetração de cordões de trilhas depositadas em camadas superiores nas camadas inferiores. Isso evidencia a ocorrência de refusão entre camadas depositadas e permite inferir sobre a influência térmica em porções adjacentes não fundidas (24, 79).

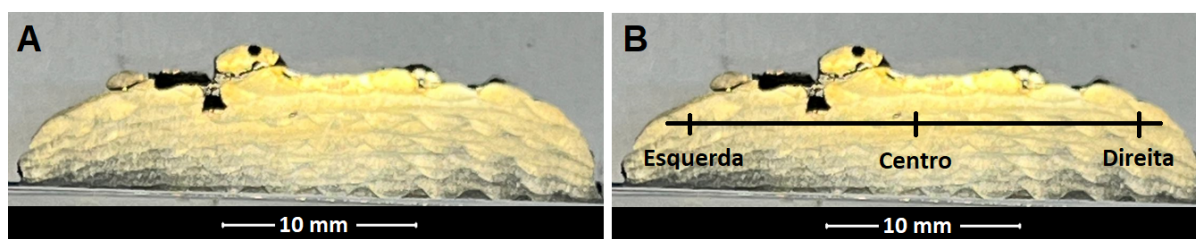


Figura 140 – A) Macrografia do corte transversal de amostra depositada com 12 camadas; B) Marcação das regiões de análise à esquerda, ao centro e à direita em um mesmo nível horizontal da amostra.

Em seguida, realizou-se uma investigação em um mesmo nível horizontal, a cerca de 5 mm acima da interface entre substrato e depósito, em posições à esquerda, ao centro e à direita, conforme indicado na Figura 140.B, de forma a compará-las e verificar se tais partes macroscópicas guardavam similaridades entre si.

Uma análise por microscopia ótica das três posições citadas pode ser visto na Figura 141. Observou-se grande similaridade na microestrutura de tais porções, permitindo-se

inferir que os efeitos térmicos em um mesmo nível horizontal foram similares ao longo de todo o material depositado.



Figura 141 – Micrografias por MO, aumento de 200X, campo claro. Posições A) à esquerda; B) ao centro; e C) à direita, referente à Figura 140, B.

Também foram geradas micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura, com detector de elétrons secundários (SE), as quais são mostradas na Figura 142. Verifica-se que nas três posições existe o mesmo padrão de microestrutura indicado pela literatura para os produtos de L-DED (14, 79): ripas relacionadas a blocos de martensita, fruto do resfriamento rápido da solidificação das trilhas depositadas, permeados por regiões planas as quais podem se relacionar tanto a porções não transformadas (austenita retida) ou a áreas transformadas pela ação térmica das sucessivas deposições (tratamento térmico intrínseco - IHT (31, 95), capaz de reverter parcialmente a martensita formada no resfriamento do produto sólido austenítico) (14). Além disso, observa-se na Figura 142 indícios da presença de carbonetos fruto dos IHT (setas verdes) e primários (seta vermelha), decorrentes da solidificação e não dissolvidos pelos IHT, conforme também encontrados por Du et al. (95). Também se destaca que a estrutura celular não é mais perceptível, assim como em algumas posições de perfil vertical avaliado em trabalho de Silveira et al. (31), evidenciando a ação intensa dos IHT em uma deposição de volumes.

Ainda no estudo por MEV, foi feita uma investigação qualitativa da distribuição dos elementos químicos principais do aço H13, conforme resultados de microanálise química elementar por EDS apresentados na Figura 143. As faixas identificadas pelas letras A, B e C na Figura se relacionam às posições esquerda, central e direita indicadas anteriormente na Figura 140, respectivamente. Cada uma das faixas inicia-se com a micrografia obtida por MEV da região analisada, obtida com aumento de 2500X e elétrons secundários (SE), enfatizando a já comentada similaridade microestrutural entre as regiões. Os mapas composicionais em área resultantes das microanálises de EDS evidenciam uma distribuição muito similar de Fe, Cr, Mo e V para as três posições em estudo. Podem ser verificados indícios da ocorrência da esperada (91) segregação de elementos de liga e precipitação de carbonetos (95), ao se observarem algumas áreas destacadas com círculos amarelos, relacionadas a regiões com ligeira depleção em Fe e maior quantidade de Mo e/ou Cr.

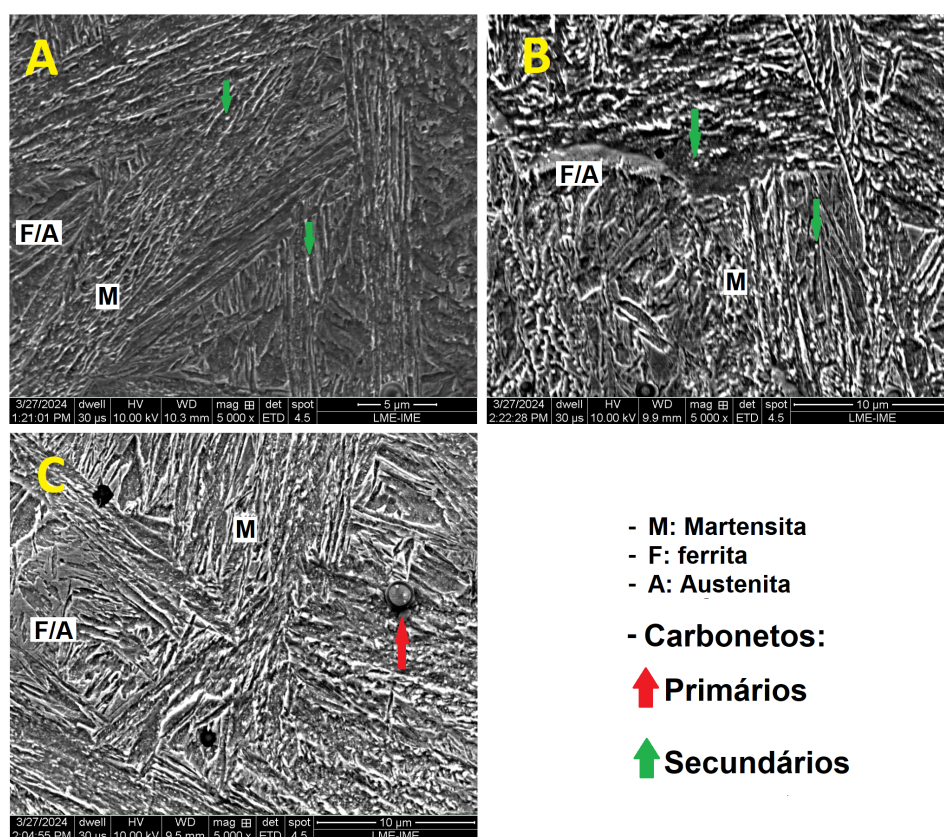


Figura 142 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons secundários (SE). Posições A) à esquerda; B) ao centro; e C) à direita, referente à Figura 140, B.

Por sua vez, a propriedade mecânica dureza, com resultados obtidos via ensaio de microdureza Vickers, é apresentada na Figura 144, revelando valores médios um pouco diferentes para as posições à esquerda, central e à direita (referentes à Figura 140.B), apesar de haver interseções entre os desvios padrão para as regiões. Além disso, observam-se significativos valores para os desvios padrão, corroborando a ideia de que os ciclos térmicos a que cada posição é submetida são distintos e que, mesmo em pontos próximos, valores diferentes da propriedade mecânica dureza são encontrados (91). Também cabe mencionar que os valores aqui obtidos são bem próximos dos 587 HV obtidos por Ferreira et al. (85) para deposição de H13 na condição *as-built* e também dentro da faixa de 497 a 565 HV medidas em perfil vertical de deposição de H13 feita por Du et al. (95) ou ainda da faixa de 420 HV a 680 Hv encontrada por Bohlen et al. (16).

A propriedade mecânica dureza também foi avaliada por meio de ensaio de dureza Rockwell C (HRC), trazendo informações globais da dureza na amostra, revelando um valor médio de 45,80 HRC e desvio padrão de 1,31.

Complementando as investigações já apresentadas, foi feita análise por difração de raios X, cujo difratograma encontra-se na Figura 145, o qual revelou a pluralidade de

fases esperada (14, 91) ao apresentar picos referentes às fases de natureza cúbica de corpo centrado ou tetragonal de corpo centrado (relacionados à martensita temperada e/ou aos produtos revenidos ferrita e/ou martensita) vinculados a α/α' , além de austenita (γ), esta última também verificada na condição CF de deposições de Ferreira et al. (85), Kim et al. (190) e Du et al. (95). Também foram identificados picos que podem ser associados a carbonetos dos elementos de liga presentes na composição do aço H13, assim como ocorreu em estudo de Ferreira et al. (85) e Pellizzari et al. (74), os quais podem ter se formado a partir da segregação de elementos de liga que ocorreu na solidificação, como também na precipitação auxiliada pela influência térmica (tratamento térmico intrínseco - IHT (31)) em zonas termicamente afetadas adjacentes a zonas fundidas/refundidas a cada deposição de trilhas que iriam compor uma nova camada (24, 114).

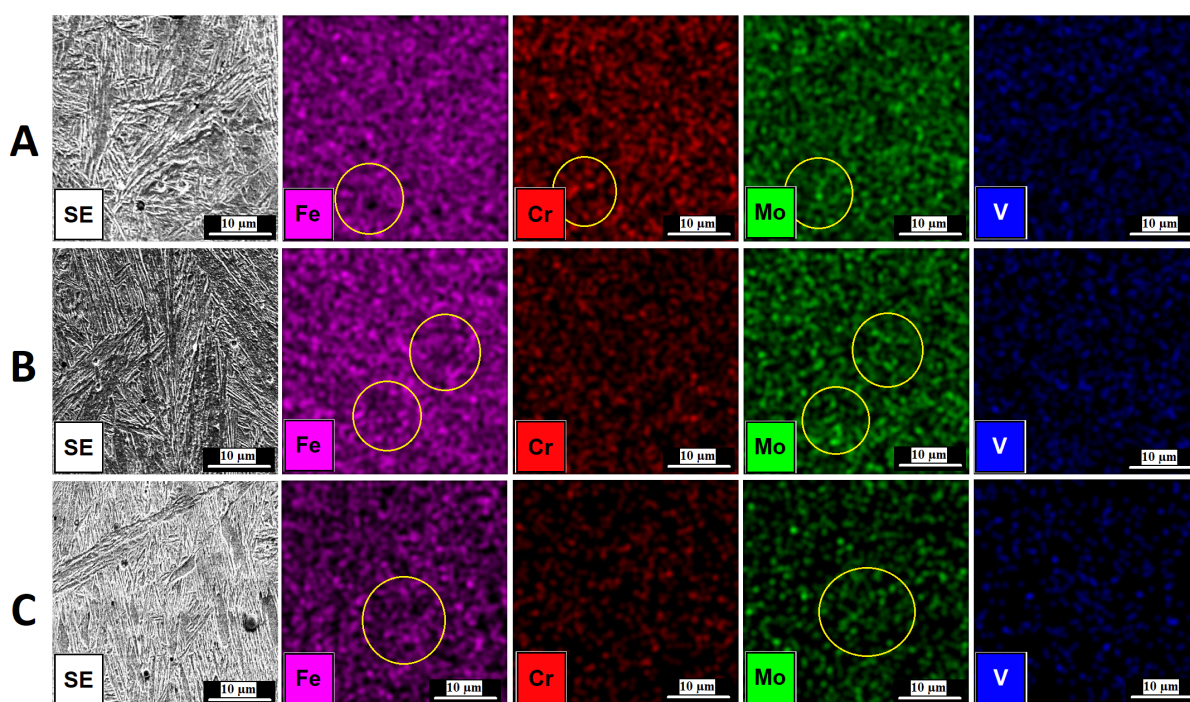


Figura 143 – Mapeamento via MEV/EDS de microregiões da amostra V4 obtida por L-DED, condição "como fabricada". Faixas A, B e C iniciando com micrografia obtida por MEV, detector de SE, da região analisada, seguida pelos mapas elementares dos elementos Fe, Cr, Mo e V, sendo relacionadas as seguintes posições: A) à esquerda; B) ao centro; e C) à direita, referentes à Figura 140.B.

Assim, em cada região verificaram-se os aspectos de influência térmica de camadas posteriormente depositadas sobre as previamente fabricadas, incluindo os eventos de refusão e reaquecimento, gerando uma microestrutura não uniforme (31), indicativa de martensita revenida, carbonetos e austenita retida (23, 31, 95), aspecto corroborado pelos resultados de DRX. Além disso, foram verificados indícios de segregação de elementos de liga (16, 74) nas três macroregiões estudadas. Por sua vez, a propriedade mecânica

dureza, avaliada em ensaios de microdureza Vickers, evidenciou transformações térmicas em regiões próximas, por meio dos desvios padrão dos resultados relativamente grandes. Apesar disso, tais desvios guardavam interseções entre as três macroregiões, reforçando sua similaridade, associada à não uniformidade microestrutural.



Figura 144 – Resultados de microdureza Vickers (HV) para as posições A) à esquerda; B) ao centro; e C) à direita, em referência à Figura 140, B.

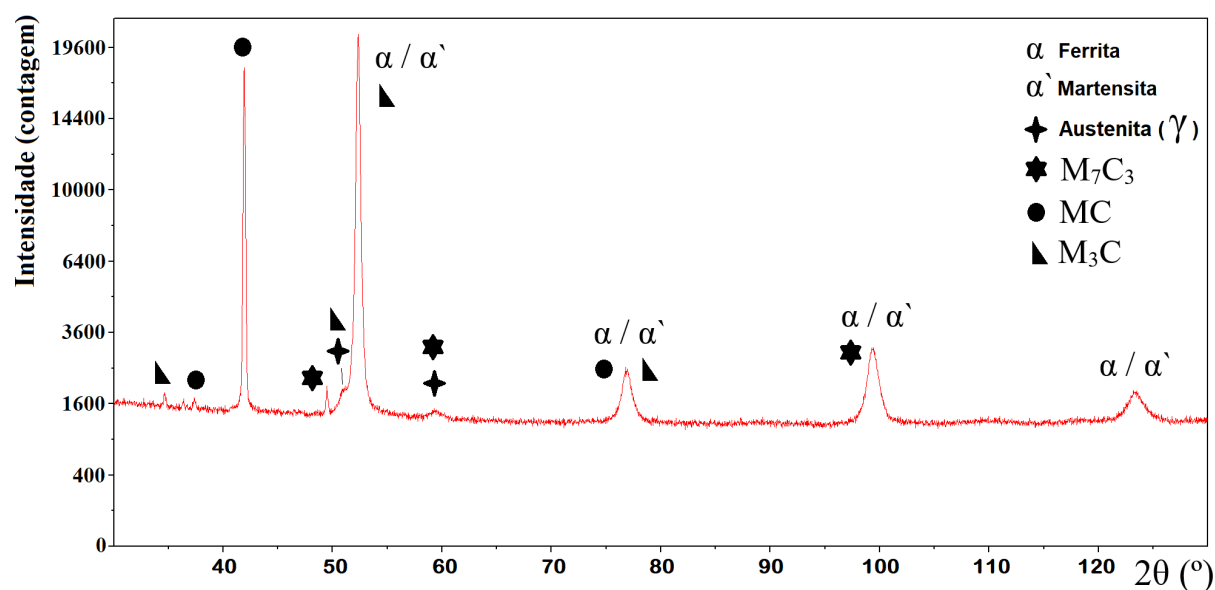


Figura 145 – Difratograma da face transversal da amostra de 12 camadas depositadas, com varredura com acoplamento $\Theta/2\Theta$ no intervalo de 30° até 130° 2Θ , com radiação Co- $K\alpha$.

Apesar da semelhança apresentada por regiões diferentes da amostra em um mesmo nível horizontal, realizou-se estudo micrográfico em um perfil vertical em três posições denominadas como base (mais próxima da interface com o substrato e contendo as primeiras camadas depositadas), meio (posição verticalmente intermediária) e topo

(posição próxima à borda superior do depósito), cujas micrografias podem ser vistas na Figura 146.A, B e C, respectivamente.

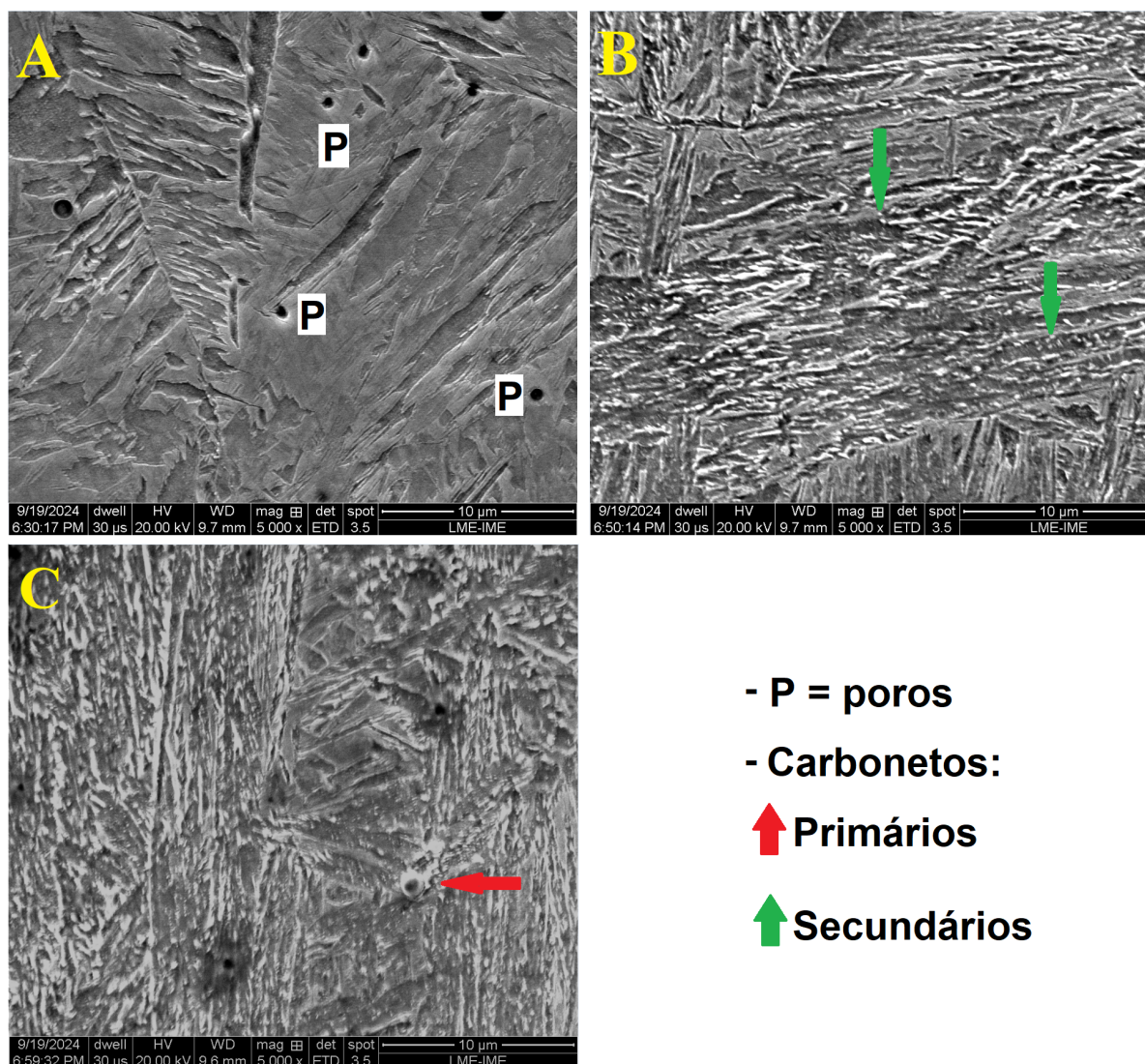


Figura 146 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons secundários (SE), em perfil vertical: Posições A) base; B) meio; e C) topo. Setas indicando carbonetos: verdes-secundários; e vermelha-primários.

Verificou-se um padrão microestrutural distinto entre as três posições verticais, reforçando a ideia da heterogeneidade microestrutural em peças fabricadas por MA e da já mencionada influência térmica das deposições sucessivas. Adicionalmente, observa-se a semelhança da micrografia da Figura 146.B, com aquelas já apresentadas na Figura 142, por estarem relacionadas a região verticalmente semelhante. Também verifica-se na Figura 146 a presença de poros (porções arredondadas e escuras), assim como identificado por Silveira et al. (31) e na Figura 146.B e C a presença de carbonetos, respectivamente, de dimensões menores (secundários, fruto dos IHT) e maiores (primários, oriundos da solidificação na deposição), assim como identificado por Du et al. (95), coerente com a

maior intensidade de revenimentos (IHT) sofridos pela porção do meio (B) em relação ao topo (C). Ademais, reforça-se que tal ação dos IHT tornou a estrutura celular imperceptível, como já observado por Silveira et al. (31).

Os resultados de microdureza Vickers no perfil vertical (indicados na Figura 70, seção 3.2.2.6, Capítulo Materiais e Métodos) podem ser vistos na Figura 147. Observa-se um valor médio de 574,52 HV, compatível com os já observados em outras posições dessa amostra (vide Figura 144) e em deposições encontradas na literatura e já abordadas na seção 2.4.6 do Capítulo Revisão Bibliográfica (16, 85, 95), além de um pouco abaixo do obtido nas deposições de uma, duas e três camadas (vide Figuras 115 e 119, respectivamente nas seções 4.3.2.1 e 4.3.2.2), supostamente pelo maior efeito térmico na deposição de 12 camadas submetendo o material aos IHT por maior tempo (95).

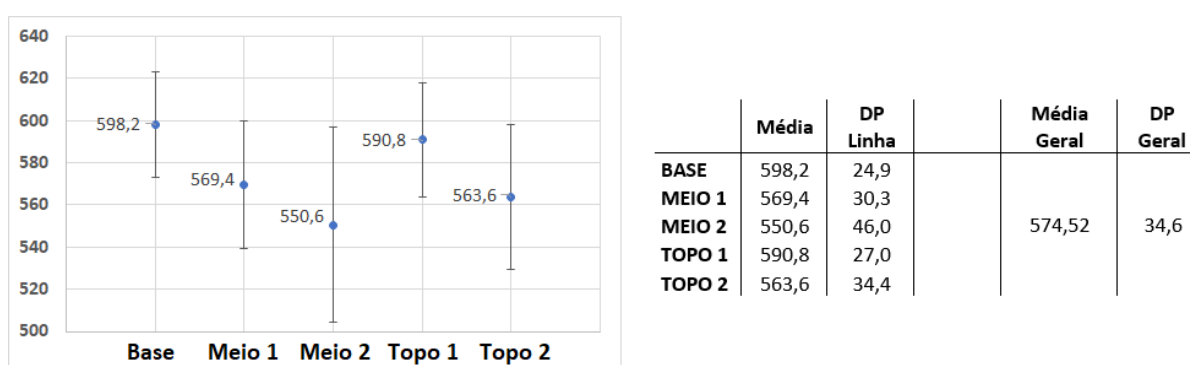


Figura 147 – Resultados de microdureza Vickers (HV) em posições ao longo de perfil vertical, na condição "como fabricada": gráfico e tabela com médias e desvios padrão (DP).

Quanto a tal aspecto de influência térmica sobre o material previamente depositado, observa-se a redução do valor médio na posição central (meio 2), comportamento similar ao que ocorreu na posição 50% do estudo de Silveira et al. (31) (abordado na seção 2.4.6, do Capítulo Revisão Bibliográfica), evidenciando que tais porções centrais foram intensivamente revenidas pelos ciclos térmicos fruto das deposições e em temperaturas relativamente mais altas, em comparação com os revenimentos da região da base (vide ciclos térmicos mostrados na Figura 21 (31), seção 2.4.2, do Capítulo Revisão Bibliográfica). Também podem ser vistos valores relativamente grandes de DP em cada nível horizontal, reforçando a ideia de heterogeneidade microestrutural na condição "como fabricada" em MA.

Diante das análises realizadas, verificou-se que as macroregiões à esquerda, ao centro e à direita da amostra V4 (deposição por L-DED com 12 camadas) apresentavam características microestruturais semelhantes, permitindo admitir que a realização de segmentação do material em faixas verticais seria representativa do material como um todo, o que levou a geração de amostras a serem submetidas aos tratamentos térmicos de

interesse desta pesquisa, mostrados na Figura 64.B (seção 3.2.1.2, Capítulo Materiais e Métodos).

4.3.3.2 Amostra de 12 camadas MA (V4) - temperada

A análise por MO desta condição, apresentado na Figura 148, permite observar alguma similaridade da condição temperada da amostra obtida por manufatura aditiva com a condição temperada da amostra de origem convencional, apresentada na Figura 80, seção 4.1.2 do presente Capítulo.

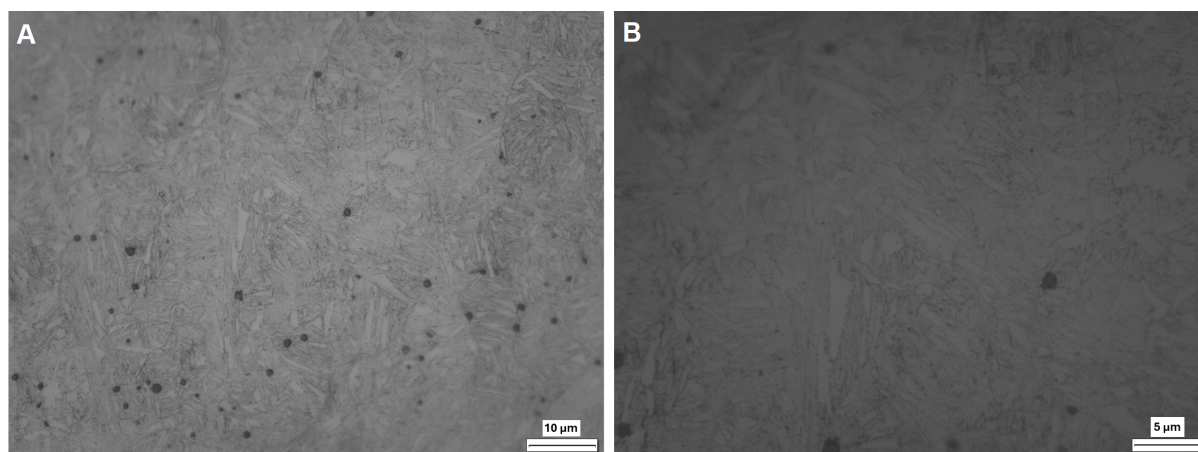


Figura 148 – Micrografias por MO do Aço H13 Processado por MA, 12 camadas, temperado. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.

As micrografias apresentadas na Figura 148 relacionam-se à porção superior da amostra temperada, evidenciando aparentemente uma estrutura de martensita temperada, pois em região os tratamentos térmicos intrínsecos (IHT) da deposição se fizeram menos intensos (95). Verifica-se, também, a presença de poros nas micrografias (31).

Já a análise por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um perfil vertical para a condição temperada pode ser vista na Figura 149. Observa-se uma melhora na homogeneidade entre as posições (base, meio e topo), pelo relativo aumento na similaridade microestrutural entre as regiões, ao comparar-se com resultados de mesmo aumento obtidos na condição "como fabricada" (vide Figura 146, seção 4.3.3.1.4), apesar de ainda existir certa diferença entre as regiões, com um aspecto de menor presença de blocos de martensita na base, indício relacionado ao fato de a base ter sofrido mais transformações de estado sólido que as porções superiores ao longo do processamento do material, em virtude dos IHT (31), bem como de que o tratamento de têmpera não foi capaz de completamente desfazer as transformações ocorridas em tal região (115).

Na Figura 149.A ainda verifica-se a presença de formas com perfil arredondado as quais podem ser associadas a formação de poros causados pela ação de gases (9, 101). Ademais, observa-se que a região do topo (Figura 149.C) é a que mais se aproxima do

padrão microestrutural verificado na amostra de aço H13 convencional temperado (Figura 81, seção 4.1.2).

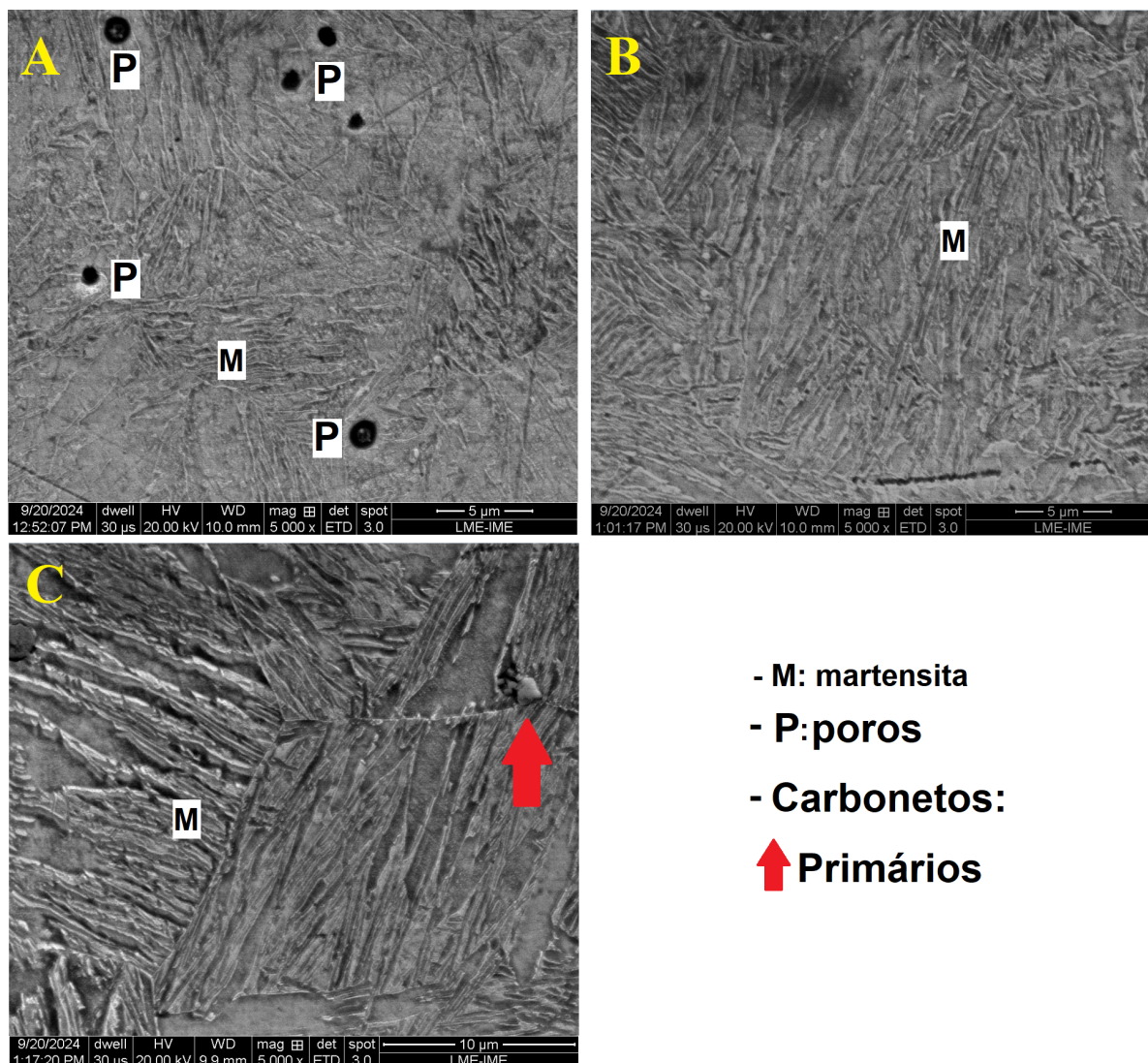


Figura 149 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons secundários (SE), em perfil vertical de amostra na condição temperada: Posições A) base; B) meio; e C) topo.

Em paralelo à obtenção das micrografias por MEV com detector de SE, realizou-se análise com detector de BSE. Nas regiões da base e meio (respectivamente Figura 150.A e B) nenhuma diferença significativa em termos de contraste de número atômico foi observada. Já na região do topo, verificou-se estrutura com aspecto diferenciado, conforme pode ser visto na Figura 150.C, indicando a existência de região composicionalmente distinta.

Diante do aspecto identificado, realizou-se análise por MEV/EDS na micrografia da região assinalada na Figura 150.C, apresentada na Figura 151. Verificou-se que a região correspondia a um aumento da presença de Cr, Mo e V, associado a uma depleção em

Fe. Tais características remetem à presença de carbonetos primários formados durante a solidificação (114, 95). Destaca-se que, ao observar tal região na micrografia por SE (Figura 149.C) e identificar-se a estrutura caracterizada por MEV/EDS, verifica-se que estrutura similar existia na condição CF, conforme pode ser visto na Figura 146.C (seção 4.3.3.1.4), reforçando a ideia de que tais carbonetos de tamanhos maiores (primários) decorrem da solidificação na deposição, conforme abordado por Du et al. (95).

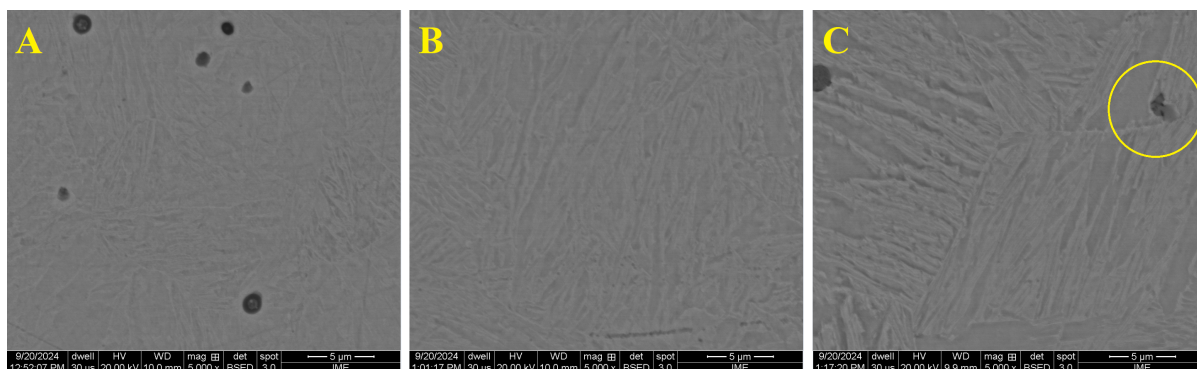


Figura 150 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons retroespalhados (BSE), em perfil vertical de amostra na condição temperada: Posições A) base; B) meio; e C) topo.

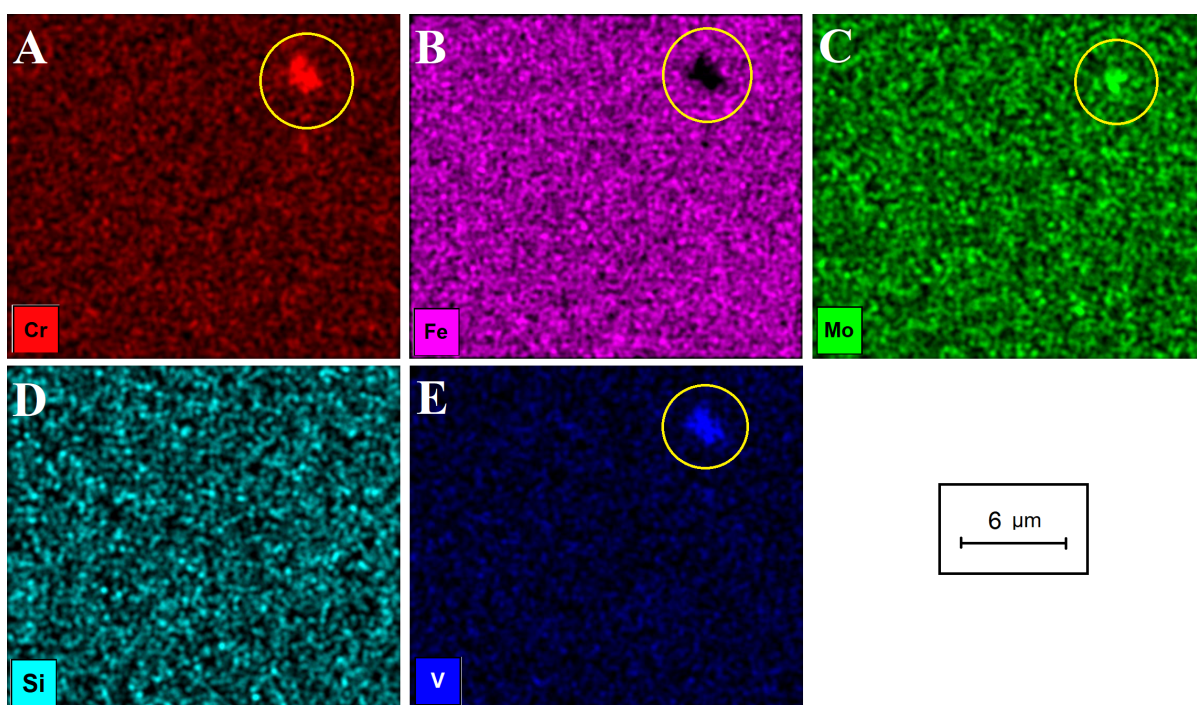


Figura 151 – Mapeamento via MEV/EDS em microregião da amostra V4, obtida por L-DED, na condição "temperada", com aumento de 5.000x, contendo estrutura com indícios de composição química diferenciada identificada na micrografia da Figura 150.C, destacando os mapas elementares de Cr (A), Fe (B), Mo (C), Si (D) e V (E).

Assim, pode-se inferir que o tratamento de têmpera conseguiu aproximar a amostra de uma condição mais homogênea, entretanto não foi capaz de solubilizar e homogeneizar completamente a estrutura de fabricação.

Também realizou-se análise da amostra por difração de raios X, cujo difratograma pode ser visto na Figura 152 em que o resultado para a condição temperada está sobreposto ao da condição "como fabricada" (já apresentado na Figura 145). Verifica-se que os picos referentes a carbonetos, identificados na amostra CF (vide Figura 145, seção 4.3.3.1.4), reduziram-se significativamente na condição temperada, tendo sido identificados apenas o carboneto Fe_3C , o qual é um precursor da formação de outros tipos (88, 221) e pode se originar em processo de "auto-revenimento" no resfriamento da têmpera (31), indicando o poder de solubilização da austenitização da têmpera que, se não foi completo (vide estrutura identificada nas Figuras 149 e 151), foi bastante efetivo. Também não foram identificados picos referentes à austenita, indícios sua transformação, assim como ocorreu em tratamento térmico sobre amostra depositada em estudo de Ferreira et al. (85). Destacam-se, no difratograma, os picos referentes à fase martensita (α') que ocupam as mesmas posições que antes se associaram também à martensita revenida e à ferrita na condição CF (210). Assim como em outras amostras do presente trabalho, verificaram-se picos referentes ao grafite (C) (2θ de 30,9931° , 64,5061° e 93,3945°), em virtude de a análise ter sido realizada, por questões logísticas e de fluxo de trabalho, em amostra embutida em resina condutora contendo *filler* de grafite cristalino, sem que isso tenha atrapalhado o acompanhamento da evolução microestrutural.

Por sua vez, a propriedade mecânica dureza da amostra de uma maneira global foi avaliada com a escala Rockwell C (HRC), tendo como resultado o valor médio de 41,13 HRC e desvio padrão de 0,47.

Já em perfil vertical, a dureza foi avaliada com ensaio de microdureza Vickers, cujos valores são apresentados na Figura 153, denotando um valor médio de 401,6 HV, consideravelmente abaixo daquele verificado na condição "CF" (vide Figura 147). Além disso, os valores de DP em cada nível horizontal também se mostraram reduzidos. Tais aspectos reforçam a ideia de que o tratamento térmico foi efetivo em causar transformações microestruturais em direção a uniformização da microestrutura (95). Entretanto, verifica-se que a camada superior (TOPO 2) destoou das outras regiões, apresentando resultado significativamente inferior, aspecto que denota a não completude da homogeneização. Associa-se tal resposta em menor grau à têmpera pelo fato de a porção superior não ter sofrido tantos ciclos térmicos de revenimento como porções intermediárias e inferiores (31), tendo a dissolução de carbonetos (vide Figura 149.C) não sido tão efetiva e assim existindo menor disponibilidade de EL (em especial o C) para endurecimento da martensita formada naquela região.

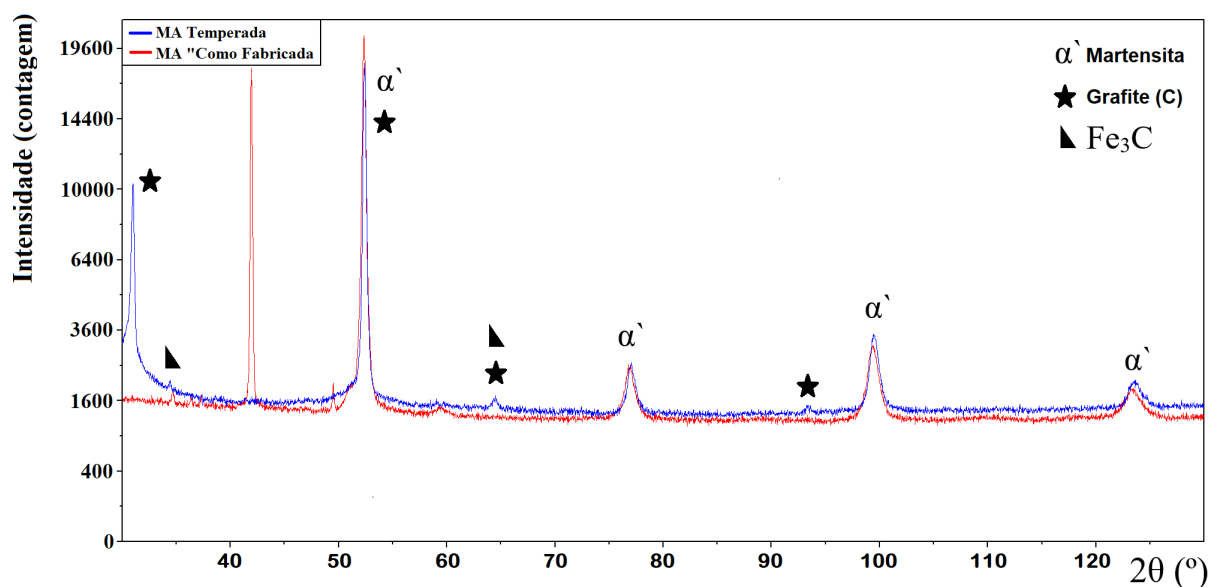


Figura 152 – Difratograma de amostra produzida por MA e Temperada em óleo, sobreposto ao resultado da condição "como fabricada".

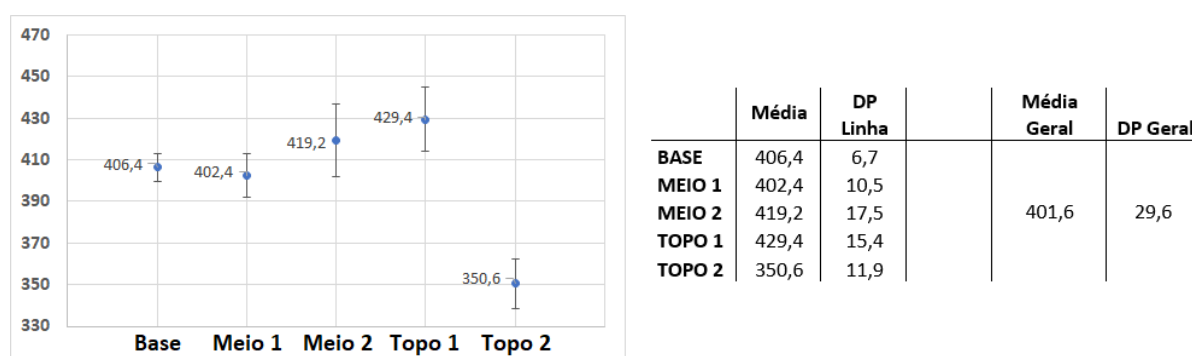


Figura 153 – Resultados de microdureza Vickers (HV) em posições ao longo de perfil vertical, na condição "temperada": gráfico e tabela com médias e desvios padrão (DP).

4.3.3.3 Amostra de 12 camadas MA (V4) - temperada e revenida uma vez

Na Figura 154 pode ser vista micrografia obtida por MO para esta condição, na qual fica visível a suavização dos blocos de martensita que se faziam presentes na amostra temperada (vide Figura 148, seção 4.3.3.2).

Já a análise por MEV em perfil vertical para a condição "temperada e revenida uma vez" pode ser vista na Figura 155. Verifica-se uma mudança no padrão microestrutural em todas as regiões (base, meio e topo), em comparação à condição temperada (Figura 149, seção 4.3.3.2), apesar de ainda existir certa diferença entre tais regiões na amostra revenida uma vez. Destaca-se a existência de constituintes de forma arredondada e coloração escura ou brilhante na Figura 155.A e C (principalmente), parte destas relacionadas a estruturas escurecidas já observáveis na análise por MO (Figura 154).

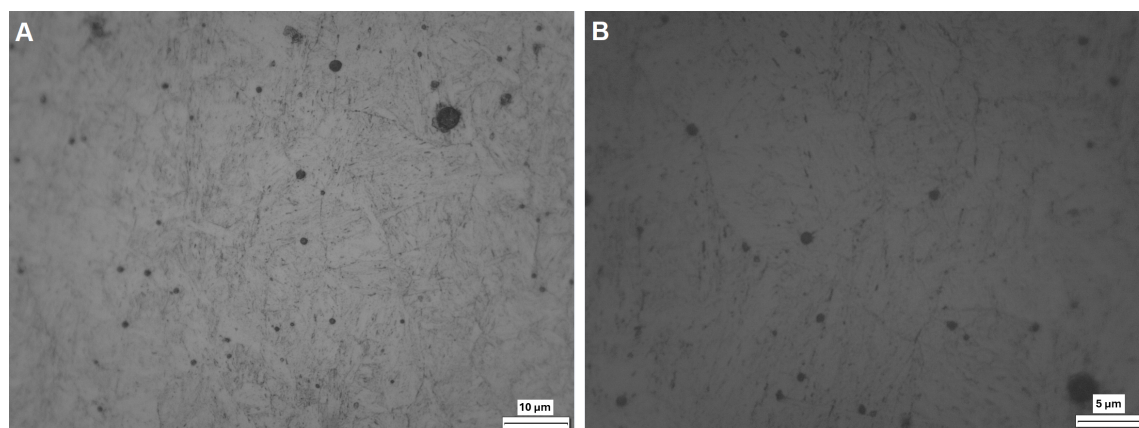


Figura 154 – Micrografias por MO do Aço H13 Processado por MA, 12 camadas, temperado e revenido 1 vez. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.

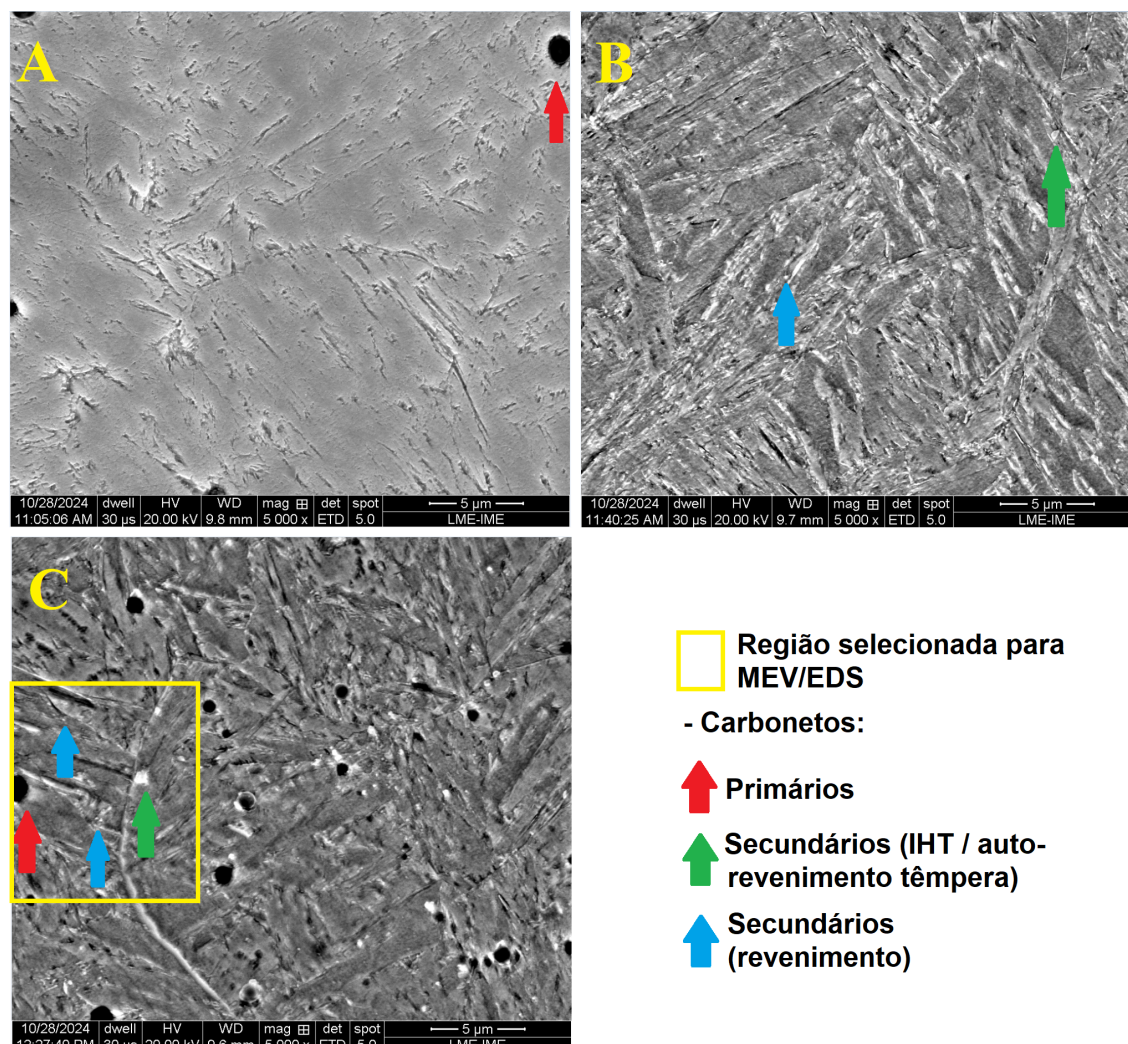


Figura 155 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de SE, em perfil vertical de V4, condição temperada e revenida uma vez: Posições A) base; B) meio; e C) topo. Setas vermelhas: carbonetos primários; azuis e verdes: carbonetos secundários. Quadro amarelo: seleção para MEV/EDS.

Comparando as estruturas verificadas na Figura 155 com precipitados mostrados por Du et al. (95) (vide Figura 46, seção 2.4.6, Capítulo Revisão Bibliográfica), estima-se que existam na condição em estudo: carbonetos primários (seta vermelha), fruto da solidificação da deposição, não dissolvidos pela austenitização do tratamento térmico de têmpera; carbonetos secundários formados por IHT das deposições ou em "auto-revenimento" durante o resfriamento da têmpera (seta verde); e carbonetos secundários do tratamento térmico de revenimento (seta azul) (95).

De forma a aprofundar a investigação dos constituintes mencionados, realizou-se análise com detector de BSE, conforme apresentado na Figura 156, verificando-se em (A) e (C) a existência de contraste em número atômico para as porções mencionadas (algumas destacadas por setas) na análise da Figura 155.

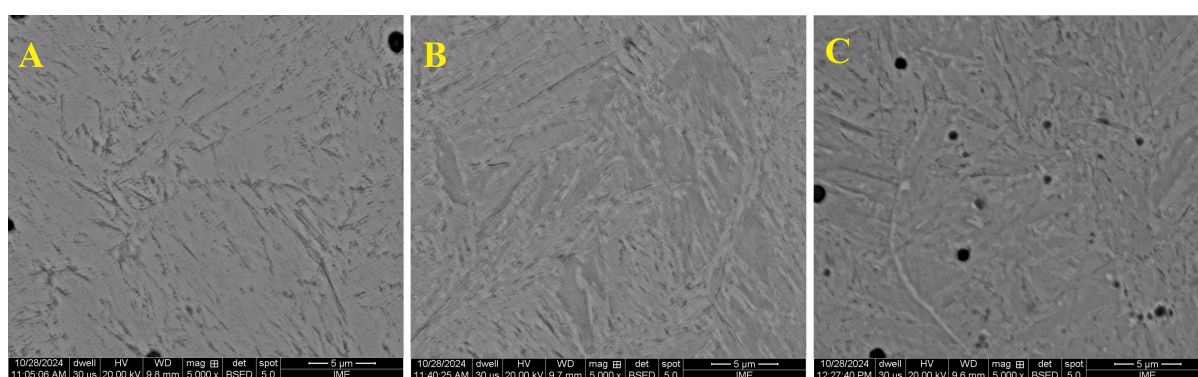


Figura 156 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons retroespalhados (BSE), em perfil vertical de amostra na condição temperada e revenida uma vez: Posições A) base; B) meio; e C) topo.

Também foi conduzida investigação por MEV/EDS em microregião selecionada da Figura 155.C, contendo estruturas com topografia e composição diferenciadas. Esta análise pode ser vista na Figura 157. Observa-se que a uma das regiões correspondia a um aumento da presença de Cr e Si, associado a uma depleção em Fe. Já outras, se referiam a um incremento na presença de V e Mo (este de forma sutil). Assim, pode-se reforçar-se a interpretação de que tais estruturas referem-se a regiões nas quais se precipitaram carbonetos dos EL do aço depositado (31, 95), conforme já indicado na Figura 155.

Já a análise por difração de raios X, cujo difratograma da condição "temperada e revenida uma vez" está sobreposto ao da condição temperada na Figura 158, evidenciou a presença destacada de picos referentes às fases martensita revenida, ferrita ou mesmo novas porções de martensita formadas no revenimento (69) (α/α'). Também identificaram-se, de maneira mais sutil, picos associados a carbonetos, esperados no revenimento (74, 85), como MoC , Fe_7C_3 e Fe_3C . Ademais, alguns picos (2θ de $30,9281^\circ$, $64,3416^\circ$ e $93,4329^\circ$) foram associados ao grafite existente no *filler* de grafite cristalino da resina condutora, conforme já mencionado na apresentação de outros difratogramas.

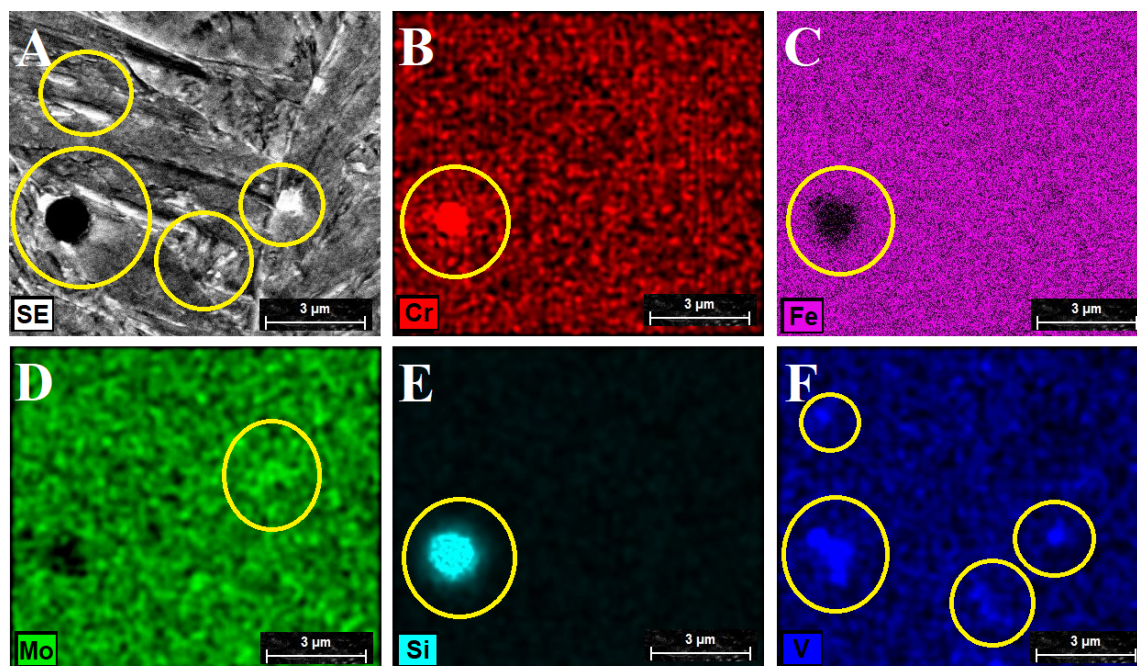


Figura 157 – Mapeamento via MEV/EDS em microregião da amostra V4, obtida por L-DED, na condição "temperada e revenida uma vez", com aumento de 10.000x, contendo estruturas com indícios de composição química diferenciada, destacando a micrografia com detector de SE (A) e os mapas elementares de Cr (B), Fe (C), Mo (D), Si (E) e V (F).

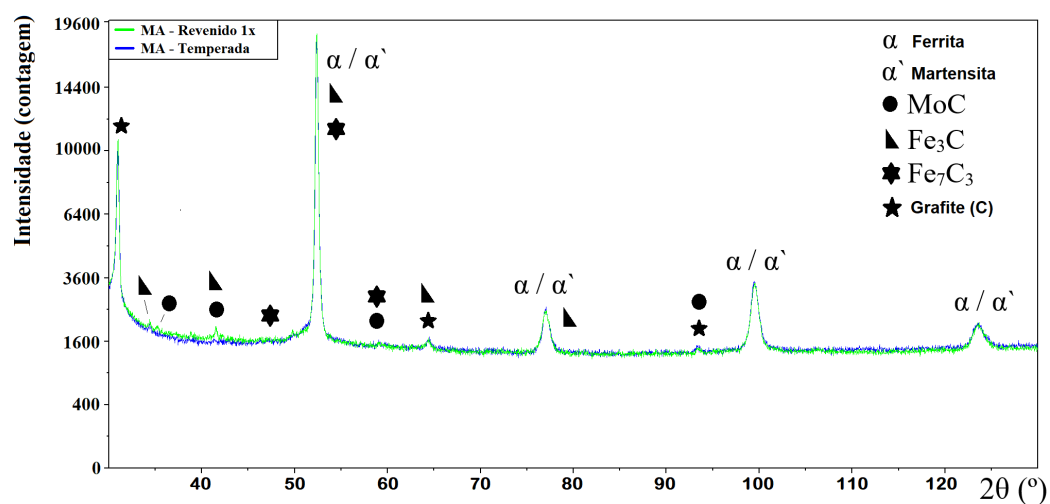


Figura 158 – Difratoograma de amostra produzida por MA revenida uma vez, sobreposto ao resultado da condição temperada em óleo.

Também nesta condição (temperada e revenida uma vez), a região do topo (Figura 155, C) é a que mais se assemelha do padrão microestrutural da amostra de aço H13 convencional temperado e revenido uma vez (Figura 85).

Quanto à propriedade mecânica dureza da amostra como um todo, avaliada com a escala Rockwell C (HRC), chegou-se ao resultado médio de 41,61 HRC e desvio padrão

de 1,25 , não revelando grande diferença em relação ao valor obtido anteriormente na condição temperada, apesar de um aumento sutil ter ocorrido. Acredita-se que isso se deva a dois processos competitivos em andamento que se equilibraram: o revenimento de porções martensíticas e a precipitação de carbonetos secundários (85, 95).

Por sua vez, a propriedade mecânica dureza no perfil vertical, avaliada por ensaio de microdureza Vickers, mostrada na Figura 159, apresentou valor médio de 421,6 HV, evidenciando um aumento em relação à condição "temperada" (vide Figura 153, seção 4.3.3.2), indício da ocorrência do endurecimento secundário no revenimento (85). Além disso, os valores de DP em cada nível horizontal reduziram-se, bem como os resultados de todas as regiões se aproximaram, denotando um processo de homogeneização microestrutural com o tratamento térmico aplicado.

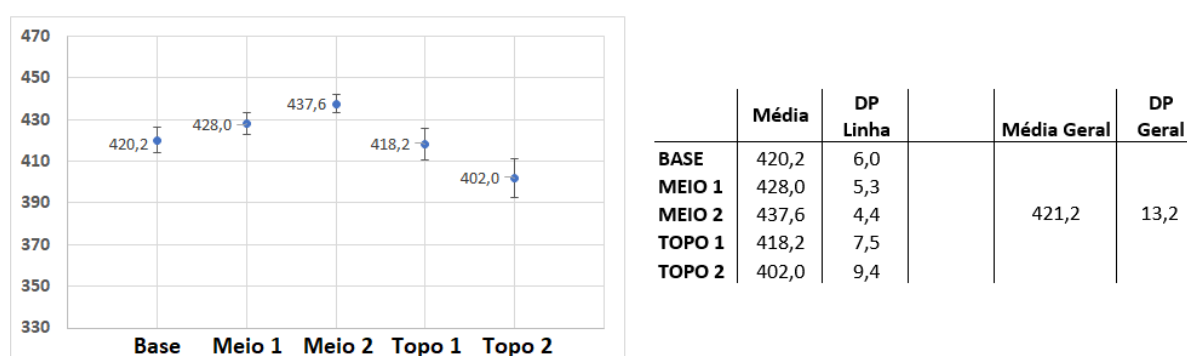


Figura 159 – Resultados de microdureza Vickers (HV) em posições ao longo de perfil vertical, na condição "temperada e revenida uma vez": gráfico e tabela com médias e desvios padrão (DP).

4.3.3.4 Amostra de 12 camadas MA (V4) - temperada e revenida duas vezes

A análise por MO desta condição pode ser verificada na Figura 160. Primeiramente, em comparação à condição anterior de um único revenimento, observou-se uma maior sensibilidade ao ataque químico (31), com microestrutura e contornos mais nítidos. Em segundo lugar, inspeção visual das micrografias e sua comparação com aquelas presentes na Figura 154 (seção 4.3.3.3), oferece indícios do início da ocorrência de um processo de recristalização com refinamento de grão (61, 222), porém não tão consolidado como o inferido para o aço convencional (vide Figura 88, seção 4.1.4).

Na sequência, realizou-se análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em perfil vertical para a condição "temperada e revenida duas vezes" que pode ser vista na Figura 161.

Observa-se que o padrão microestrutural das três regiões (base, meio e topo) passou a ser semelhante, diferentemente do que fora verificado nas micrografias das condições "temperada" e "temperada e revenida uma vez" (Figuras 149 e 155, respectivamente nas

seções 4.3.3.2 e 4.3.3.3), evidenciando o potencial de homogeneização da microestrutura oferecido pelo tratamento térmico completo (têmpera e duplo revenimento) (95, 222). Além disso, tais micrografias aprestam um padrão microestrutural semelhante ao obtido por Du et al. (95) (vide Figura 46.A, seção 2.4.6), do Capítulo Revisão Bibliográfica), composto por martensita revenida e carbonetos precipitados. Novamente foram identificados elementos de cor e topografia diferenciados, com destaque para o fato disto ter sido observado nas três posições do perfil vertical, indicativo da homogeneidade microestrutural ao longo do perfil vertical.

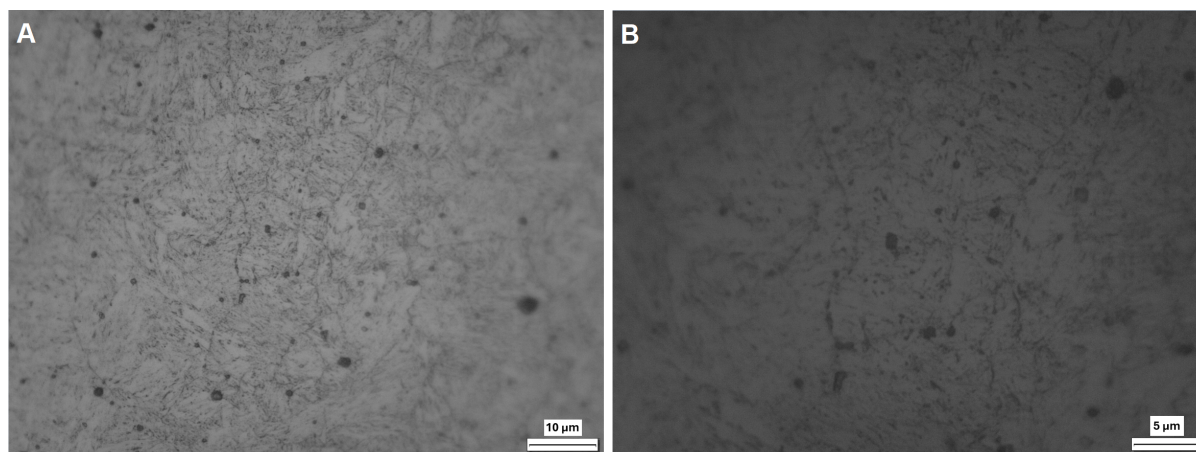


Figura 160 – Micrografias por MO do Aço H13 Processado por MA, 12 camadas, temperado e duplamente revenido. Aumentos de (A) 500x e (B) 1000x.

Assim como foi feito para a condição revenida uma vez, realizou-se análise complementar por MEV com detector de BSE, conforme apresentado na Figura 162, verificando-se que as regiões com topografia distinta também apresentavam indício de contraste de número atômico.

Complementando os estudos já apresentados, análises por MEV/EDS de regiões selecionadas da base, meio e topo estão podem ser vistas na Figura 163. Nota-se que às estruturas com relevo e contraste de número atômico observadas nas micrografias das Figuras 161 e 162 e replicadas na Figura 163, correspondeu um aumento da presença de Cr, Si e V, associado a uma depleção em Fe. Também pequenas regiões com maior intensidade no mapa de Mo são observadas, podendo corresponder a carbonetos de menor dimensão oriundos do revenimento (95) (vide Figura 46, seção 2.4.6, do Capítulo Revisão Bibliográfica).

Os aspectos mencionados novamente indicam a ocorrência da precipitação de EL do aço depositado, esperado no tratamento térmico de revenimento (91, 95, 31), desta vez observada nas três regiões em estudo no perfil vertical (base, meio e topo), conduzindo ao entendimento de um aumento na homogeneidade microestrutural entre as regiões da amostra depositada.

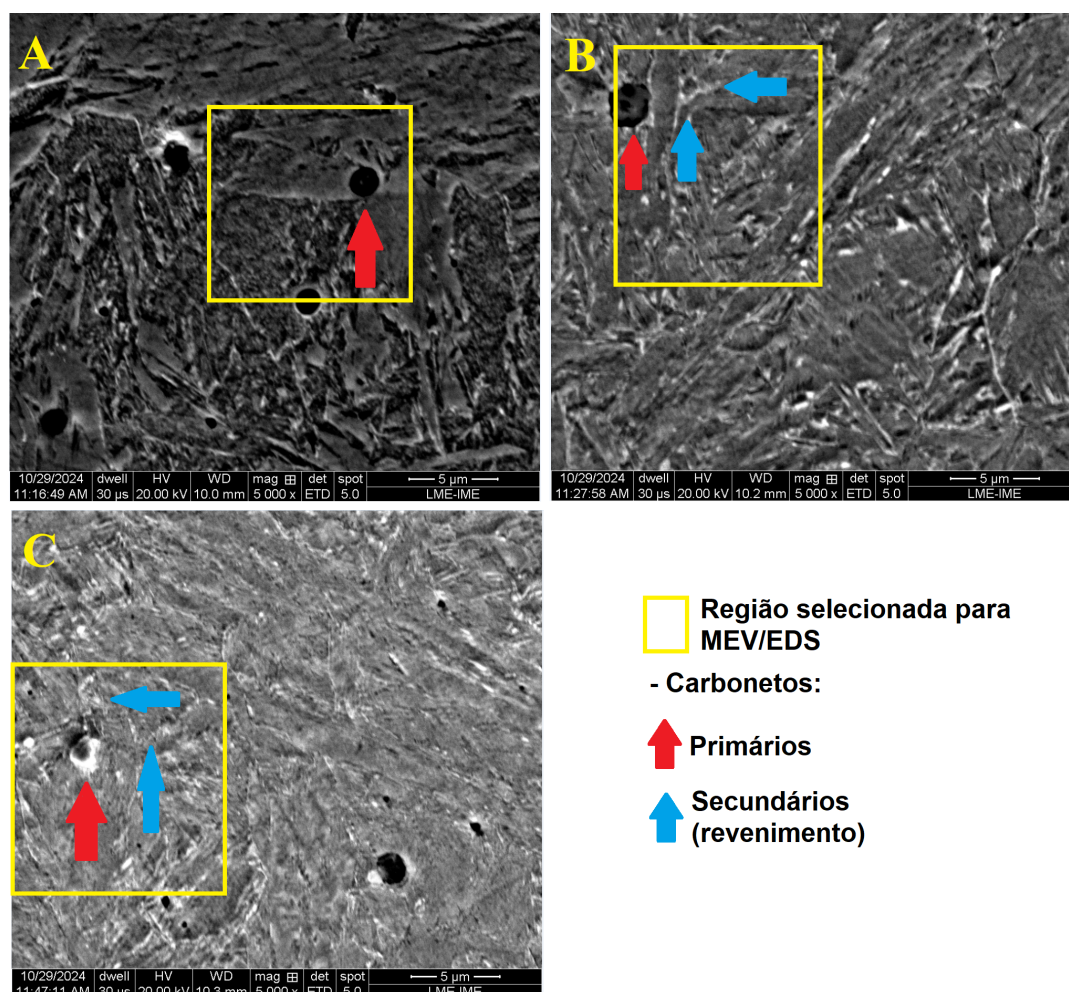


Figura 161 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons secundários (SE), em perfil vertical de amostra na condição temperada e revenida duas vezes: Posições A) base; B) meio; e C) topo.

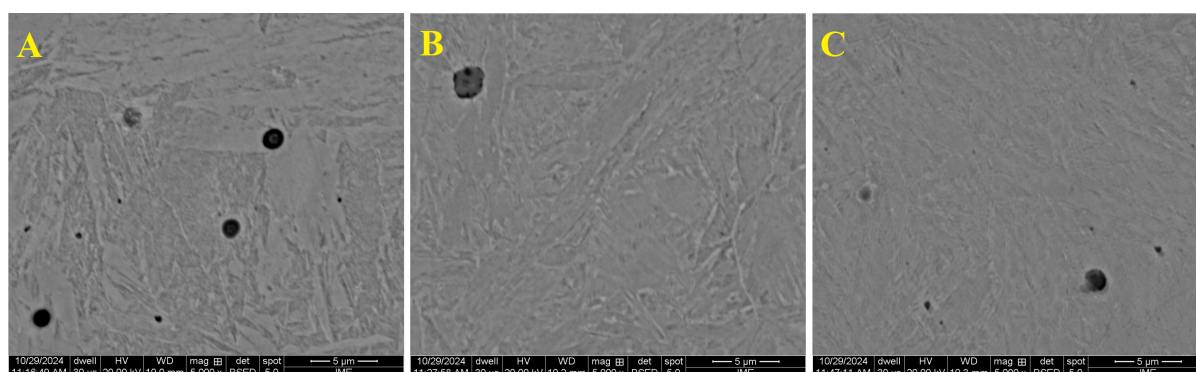


Figura 162 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, aumento de 5000X, detector de elétrons retroespalhados (BSE), em perfil vertical de amostra na condição temperada e revenida uma vez: Posições A) base; B) meio; e C) topo.

Por sua vez, os resultados da análise por difração de raios X não diferiram dos obtidos para a condição anterior, "temperada e revenida uma vez". Conforme pode ser visto na Figura 164, onde o difratograma da condição "temperada e revenida duas vezes" se sobrepõe ao da anterior, os picos foram associados às mesmas fases e constituintes já verificados na Figura 158 (seção 4.3.3.3), ou seja, referentes às fases martensita/martensita revenida/ferrita (α e α'), carbonetos Fe_3C , Fe_7C_3 e MoC , além de outros relacionados ao *filler* de grafite cristalino existente na resina condutora em que a amostra estava embutida (picos com 2θ de $30,9816^\circ$ e $64,4043^\circ$).

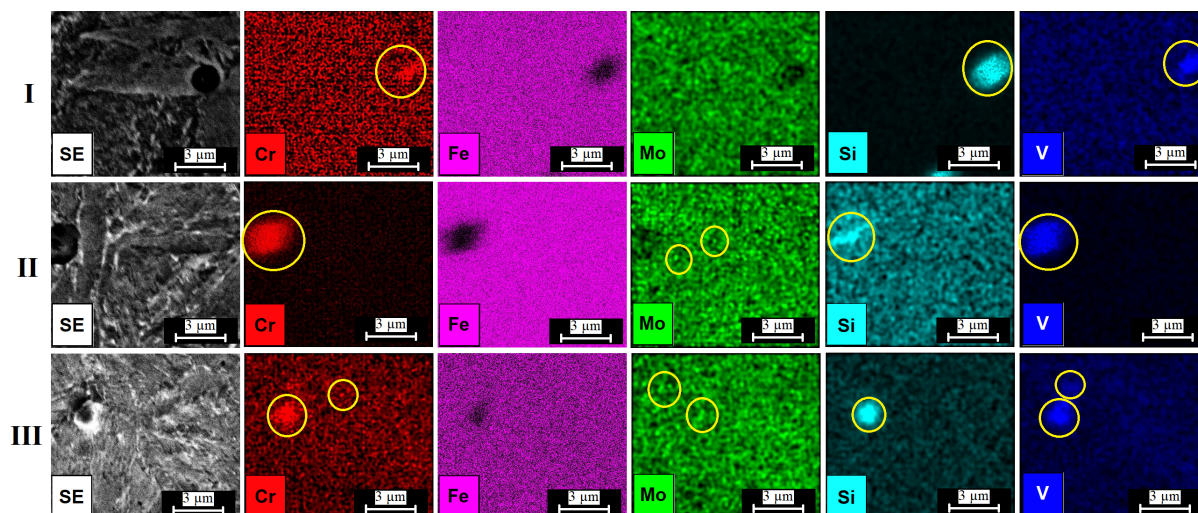


Figura 163 – Mapeamento via MEV/EDS em microregiões da amostra V4, obtida por L-DED, na condição "temperada e revenida duas vezes", com aumento de 10.000x, contendo estruturas com morfologia distinta e indícios de composição química diferenciada, contendo os mapas elementares de Cr, Fe, Mo, Si e V, para as seguintes posições de interesse: base (I), meio (II) e topo (III).

É interessante notar que o aspecto microestrutural das três regiões (base, meio e topo) na presente condição (temperada e revenida duas vezes) se mostrou significativamente semelhante ao verificado nas micrografias do aço convencional H13 na mesma condição (vide Figura 89, seção 4.1.4), aspecto que corrobora ainda mais a ideia de que a evolução dos tratamentos térmicos aplicados foi capaz de aproximar a amostra depositada por MA de uma condição homogênea e próxima da existente no aço convencional submetido à mesma rota de tratamento térmico.

A propriedade mecânica dureza também foi verificada por meio da escala Rockwell C (HRC) e apresentou resultado médio de 42,78 HRC e desvio padrão (DP) de 0,45. Tal DP pequeno denota a homogeneidade conseguida com o tratamento térmico aplicado.

Já os resultados da propriedade mecânica dureza em perfil vertical, avaliada em ensaio de microdureza Vickers, são mostrados na Figura 165 e apresentam valor médio de 449,0 HV, revelando um aumento em relação à condição "temperada e revenida uma vez"

(vide Figura 159, seção 4.3.3.3), reforçando a continuidade do fenômeno de endurecimento secundário no revenimento (85). Entretanto, o resultado foi inferior aos 603,2 HV obtidos por Ferreira et al. (85), e aos 497 a 525 HV verificados em deposições submetidas aos mesmos tratamentos térmicos por Du et al. (95), podendo as modificações de composição química oriundas de processo de vaporização de EL (será abordado na seção 4.3.5 terem minimizado o potencial de endurecimento secundário (85) no revenimento ou modificado sua cinética de precipitação (223).

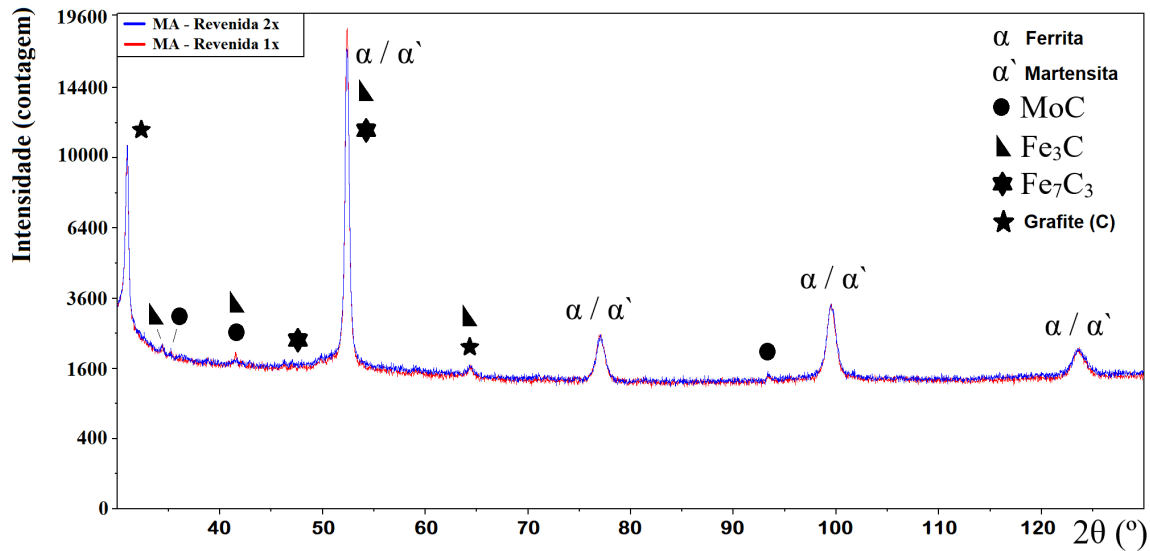


Figura 164 – Difratoograma de amostra produzida por MA revenida duas vezes, sobreposto ao resultado da condição revenida uma vez.

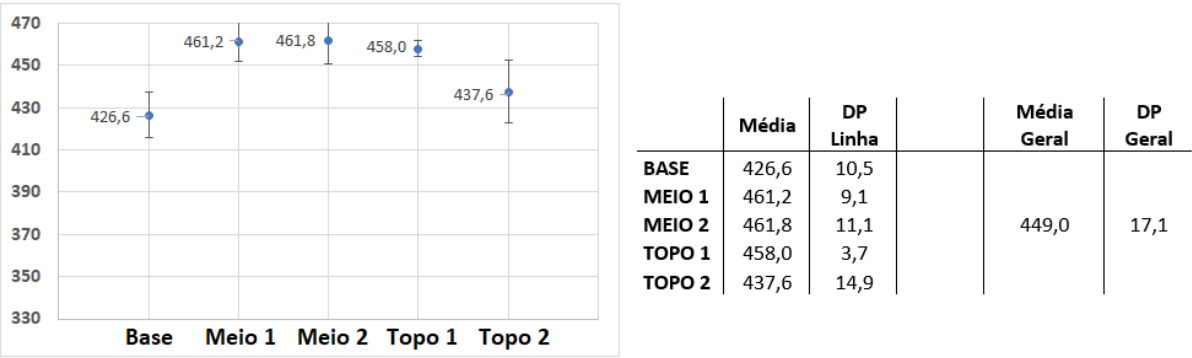


Figura 165 – Resultados de microdureza Vickers (HV) em posições ao longo de perfil vertical, na condição "temperada e revenida duas vezes": gráfico e tabela com médias e desvios padrão (DP).

Quanto aos valores de DP em cada nível horizontal mantiveram-se nos patamares reduzidos já observados nas condições "temperada" e "temperada e revenida uma vez" (em comparação à condição "como fabricada"), bem como os resultados de todas as regiões não se distanciaram significativamente. Neste último aspecto, optando-se por uma análise

criterosa, apenas pontua-se que a região BASE não apresentou o mesmo incremento de microdureza que as outras regiões, em relação à condição anterior (revenida uma vez), talvez denotando que os processos de transformação microestrutural (formação de martensita, revenimento desta e precipitação de carbonetos) não tenham se processado da mesma forma que nas porções central e superior. Conforme lembram (31), os ciclos de revenimento dos IHT nas porções inferiores se processam em patamares de temperatura menores que os de camadas superiores (vide Figura 21), porém acontecem mais vezes submetendo as porções inferiores a maior tempo sob IHT, podendo-se deduzir que a região da base pode ter sofrido transformações difusionais muito mais intensamente que meio e topo, tendo assim uma resposta sutilmente diferenciada aos tratamentos de têmpera e revenimento.

4.3.4 Deposições de Volume para ensaio Charpy - amostra V5

O bloco que foi fabricado pode ser visto na Figura 166, na qual foi utilizada o software ImageJ para, por meio da calibração de escalas, chegar às dimensões úteis de 7,253 cm x 8,406 cm x 1,336 cm, após a deposição de 20 camadas. Outro ponto interessante é notar como as tensões térmicas da fabricação causaram o abaulamento do substrato, indicando a necessidade de substratos mais espessos ou mesmo de sistema de refrigeração/troca de calor mais eficiente para a fabricação de amostras de maiores dimensões.

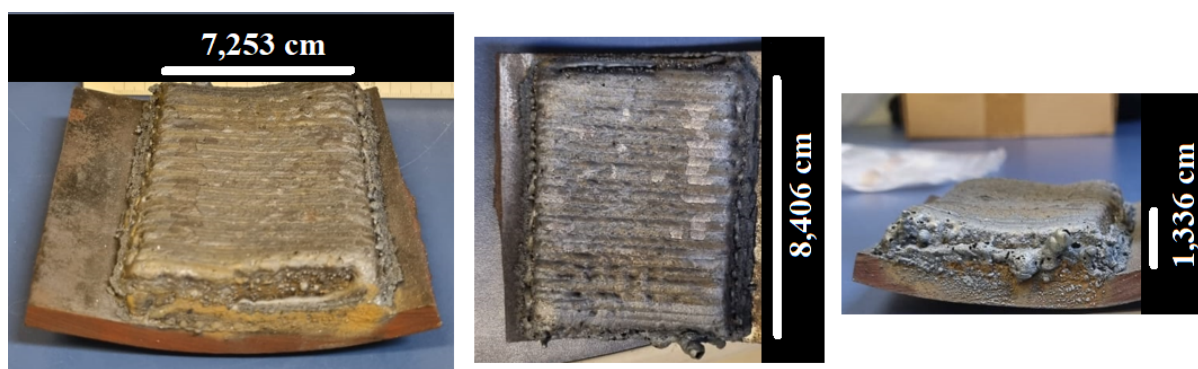


Figura 166 – Fotografias com diversas vistas do bloco fabricado para extração de corpos de prova Charpy e suas medidas principais.

Na Figura 167 verificam-se 5 (cinco) tiras destinadas a usinagem de CPs até a forma final, de forma a gerar 5 CPs da condição "como fabricado", e 4 (quatro) blocos com dimensões suficientes para extrair até 8 (oito) CPs na condição "tratados termicamente". A inspeção visual já permite identificar grande presença de poros e regiões com falta de fusão (9, 101, 142).

Avaliou-se também a propriedade mecânica dureza, por meio das escalas Rockwell C e de microdureza Vickers para tais volumes depositados (V5) nas condições "como

fabricado" e "tratado termicamente" (sujeitos à têmpera e duplo revenimento, conforme seção 3.2.1.1), cujos resultados podem ser vistos na Tabela 39.



Figura 167 – Fotografias do seccionamento realizado no bloco para geração de CP para ensaio Charpy. (A) Vista de topo; (B) Vista lateral.

Tabela 39 – Resultados de ensaio de microdureza Vickers (HV) e dureza Rockwell (HRC) com seus desvios padrão (DP) para a amostra V5.

Condição	HV	DP	HRC	DP
CF	606	40,5	47,93	1,2
TT	602	33,3	47,74	0,6

Diante dos resultados apresentados na Tabela 39, observa-se que os valores médios para a condição CF (606 HV e 47,93 HRC) foram superiores aos obtidos para a amostra V4 (12 camadas) na mesma condição (574,52 HV e 45,8 HRC) e também a valores encontrados na literatura para deposições de H13 na condição CF: 587 HV (85); porém, inferiores aos 671 HV encontrados por Braga et al. (48).

Por sua vez, na condição TT, a amostra V5 e suas durezas médias de valor 602 HV e 47,74 HRC foram também superiores aos 449 HV encontrados para a amostra V4 (12 camadas), a valores encontrados por Du et al. (95) (faixa de 497 a 525 HV) e Park et al. (222) (535 HV) e também aos valores obtidos para o aço convencional tratado na presente pesquisa (condição temperado e revenido duas vezes, 480,4 HV, vide seção 4.1.4). Por outro lado, valores foram equivalentes aos encontrados por Ferreira et al. (85) (603,2 HV). Evidencia-se, assim, que a vaporização de EL (já citada na seção 4.3.3.4 e que será aprofundada na seção 4.3.5) não foram decisivamente impactantes, entendendo-se que o maior volume e maior tempo para ocorrência de transformações microestruturais como a solubilização de EL e sua precipitação via IHT (31) ou tratamento térmico completo (95) permitiram atingir parâmetros de resistência mecânica elevados.

De forma a avaliar a sanidade interna do material, utilizaram-se os 4 (quatro) blocos mostrados na parte inferior da Figura 167.A e B, destinados a gerar CPs com tratamento térmico, para realização de análise radiográfica, com apoio da IMBEL/FJF. Das tiras já haviam sido retiradas todas as porções de substrato, sendo elas compostas apenas de material depositado. Elas foram radiografadas nos dois planos mostrados na Figura 167 (em A e B), de forma a ter-se uma vista de possíveis defeitos em dois planos perpendiculares. O resultado destas análises pode ser visto na Figura 168.

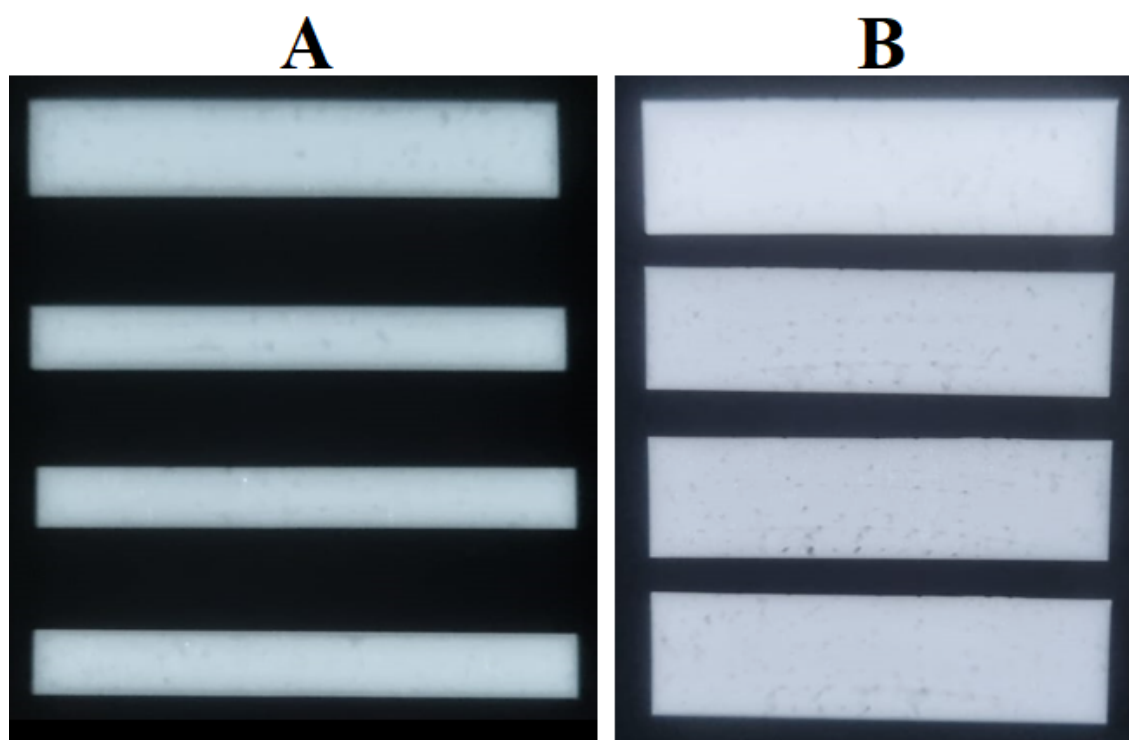


Figura 168 – Radiografia das tiras destinadas ao tratamento térmico e CP para ensaio Charpy. (A) Vista de topo; (B) Vista lateral.

A partir das radiografias mencionadas, recorreu-se à Norma ASTM E192-20 (*Stan-*

dard Reference Radiographs of Investment Steel Castings for Aerospace Applications) (202) para tentar classificar e/ou quantificar os defeitos verificados na análise. Observa-se que, dos diversos tipos de defeitos apresentados pela Norma, como contrações, presença de materiais estranhos/inclusões, trincamentos, a inspeção visual dos pontos mais escuros existentes em A e B na Figura 168 caracterizam-se como defeitos de "porosidades causadas por gases" (*gas holes*), defeito este esperado da fabricação com MA (9, 101, 142), sem que outros como o trincamento tenham sido verificados.

Em termos de quantificação, a avaliação das radiografias mostradas na Figura 168 com as cartas comparativas da Norma ASTM E192-04 (vide seção 3.2.2.9, do Capítulo Materiais e Métodos) levou à classificação das vistas da Figura 168.A como de Grau 4 (carta para até 9,5 mm) e Grau 3 para a vista da Figura 168.B (carta para até 19 mm).

Também realizou-se o ensaio de Arquimedes, para avaliação de densidade e porosidade, espelhando os procedimentos sugeridos na Norma ABNT NBR 16661:2017 (205), conforme equacionamentos apresentados na Seção 3.2.2.11, do Capítulo Materiais e Métodos. Os resultados para o bloco de maior volume aqui discutido (V5) são apresentados na Tabela 40, juntamente com resultados do mesmo ensaio aplicado em H13 convencional (*Villares*), para fins de comparação.

Tabela 40 – Resultados com valores de densidade e porosidade segundo procedimentos da Norma ABNT NBR 16661:2017 para o bloco volumoso de extração de CPs Charpy.

Grandeza/Amostra	Bloco Charpy	H13 Convencional
va (cm^3)	0,887	1,072
vas (cm^3)	0,880	1,062
dma (g/cm^3)	7,59	7,62
dmas (g/cm^3)	7,65	7,69
pa (%)	0,8	0,9
abs (%)	0,1	0,1

Observa-se que os valores de densidade e percentual de porosidade assemelham-se aos observados para uma amostra de aço H13 convencional submetida ao mesmo ensaio. Além disso, verifica-se uma melhora nos resultados de densificação em relação ao apresentado na Tabela 38 (seção 4.3.3.1.3), reforçando a ideia de que os parâmetros usados em V4 e na construção do bloco em questão foram favoráveis a uma boa densificação, bem como que os valores inferiores verificados na Tabela 38 podem ser associados ao fato de aquela amostra ensaiada (V4) conter face rugosa lateral do depósito inicial. Por outro lado, ao confrontar os bons resultados obtidos no ensaio de Arquimedes com a porosidade identificada por micro-CT (conforme será abordado na seção seguinte), verifica-se que tais poros são internos e não se comunicam com o exterior, não sendo identificáveis pelo ensaio de Arquimedes, evidenciando uma limitação desta técnica.

4.3.4.1 Estudo do Bloco de maior volume (V5) por microtomografia

Apesar dos aparentes bons resultados para porosidade verificados na Tabela 40 e de terem sido mantidos os mesmos parâmetros de deposição aplicados em V4, a inspeção visual (Figura 167) e a análise radiográfica (Figura 168) de fragmentos do bloco de maior volume (V5) já indicavam a presença de uma quantidade considerável de defeitos.

Para aprofundamento da investigação destes defeitos e avaliação de sua presença internamente, procedeu-se a uma análise com microtomografia (micro-CT) em porção extraída de V5, a qual pode ser vista na Figura 169.A. Ainda na Figura 169, observam-se cortes nas seguintes vistas : de topo, plano xy (B), lateral do plano xz (C) e lateral do plano yz (D). Já na Figura 169.E, tem-se uma visão geral da estrutura interna da tira extraída do bloco V5. Em todos os casos, é notória a presença de defeitos de formas e tamanhos variados, diferentemente do que havia sido observado em V4 (seção 4.3.3.1.3).

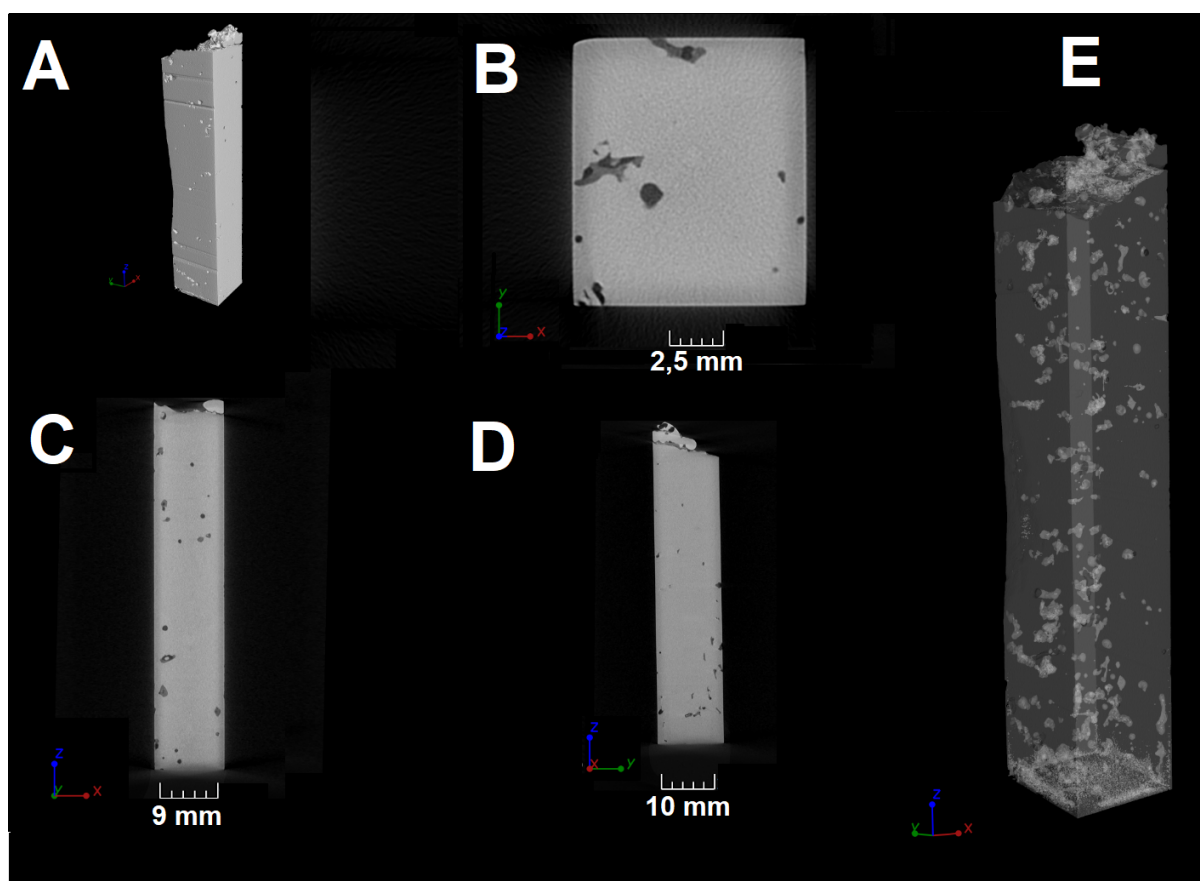


Figura 169 – Microtomografia de tira extraída da amostra V5 com sua vista geral (A) e cortes nas vistas de: plano xy (B); plano xz (C); plano yz (D); e reconstrução evidenciando distribuição de defeitos internos (E).

Também realizou-se procedimento de varredura percorrendo o eixo y, do qual podem ser vistos alguns *frames* na Figura 170, com a posição em y destacada em cada um deles.

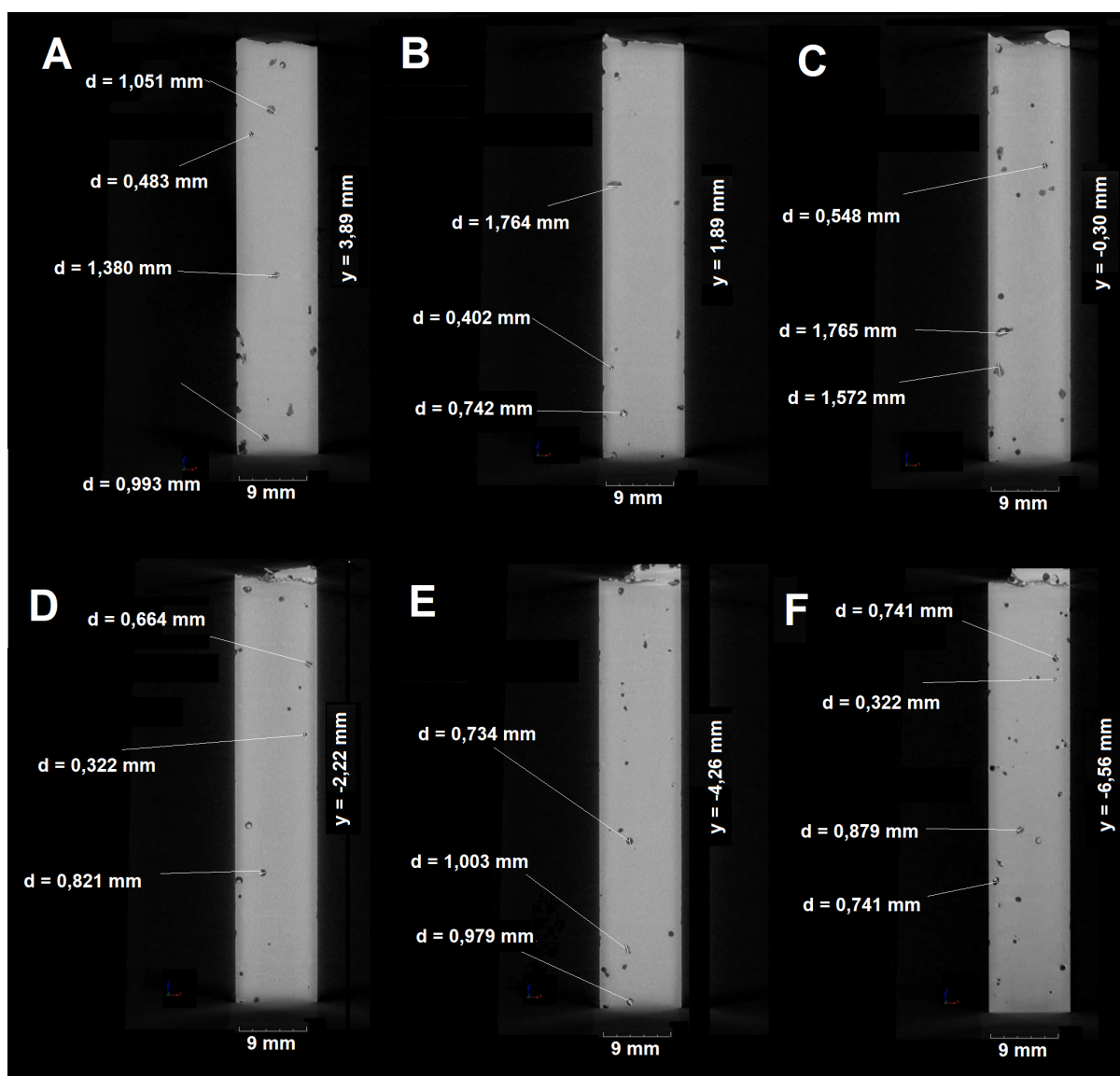


Figura 170 – Microtomografia de tira extraída da amostra V5: *frames* extraídos de varredura ao longo do eixo y para identificação de defeitos internos.

Da análise da Figura 170, verificam-se, nos planos internos, defeitos de dimensões e características variados. Inicialmente, destaca-se que não foram identificadas trincas ou delaminações. Alguns dos defeitos vistos referem-se a poros oriundos de gases, com formato esférico (101) e cor preta nos *frames* apresentados. A título de exemplo, em (A) tem-se um poro deste tipo de tamanho (t) 0,483 mm e outro de 0,993 mm; em B, $t = 0,402$ mm; em C, $t = 0,548$ mm; em D, $t = 0,322$ mm; em E, $t = 0,734$ mm; e em F $t = 0,741$ mm e 0,322 mm. Ressalta-se que são identificáveis vários outros poros deste tipo, com tamanhos variados, e que a enumeração anterior serve apenas para facilitar sua identificação na Figura. Tal defeito é esperado em produtos de MA (9, 142) e até certa magnitude e distribuição espacial, podem não afetar significativamente as propriedades mecânicas da peça fabricada (146).

Um outro tipo de defeito identificado é a presença de inclusões (porções com densidade diferente daquela referente ao material depositado), defeito possível de ser verificado em deposições por MA (146, 224), por vezes relacionado à presença de óxidos (225) e com reflexos negativos para as propriedades mecânicas (146, 225), por agir como concentrador de tensões (146). De forma a ilustrá-lo, este defeito foi identificado em: A, com tamanhos (t) 1,380 mm e 1,051 mm; em B, $t = 1,764$ mm; em C, $t = 1,572$ mm; em D, $t = 0,664$ mm; em E, $t = 0,979$ mm; e em F, $t = 0,879$ mm.

Também cabe mencionar a presença de um defeito caracterizado por ser uma cavidade contendo partículas não fundidas aprisionadas, assim incompletamente integradas ao restante do material depositado (144, 226). Tal defeito tende a associar-se à energia insuficiente para fundir completamente uma porção e incorporá-la à massa do material depositado (227).

Atribuir a presença de defeitos à constituição e qualidade dos pós utilizados, sempre uma hipótese em MA (146, 227), não parece ser uma boa escolha, haja vista os bons resultados obtidos com os mesmos pós em V4. Por outro lado, a seleção de parâmetros e sua relação com os defeitos gerados, comumente vista na literatura (144, 146, 226, 227, 228), aparenta ser a hipótese mais apropriada.

A presença dos defeitos verificados pode ser relacionada não só a parâmetros, pois os mesmos que levaram a uma diminuta presença de defeitos em V4 e conduziram a um aumento destes em V5, mas também a procedimentos. A fabricação de V5, por exigir maior extensão e altura e assim depositar maior volume de material, levou à manutenção de temperaturas elevadas por mais tempo. Em virtude das características de refrigeração do sistema de deposição utilizado, optou-se por realizar pausas entre as camadas, sendo esse um possível caminho para a inserção de defeitos (146), fato que poderá ser modificado em futuras deposições pela melhoria nos sistemas de refrigeração do aparato produtivo. Haley et al. (229) lembram que um aumento na temperatura da base em que se depositam nova quantidade de pó diminuiria a quantidade de calor necessário para atingir-se a fusão deste. Se não ocorre qualquer mudança de parâmetro (alteração em distância de trabalho, potência, velocidade de varredura) a densidade de energia se torna maior e assim também a poça de fusão (229), aspectos que tendem a majorar defeitos como a porosidade (144).

Cabe mencionar que os defeitos em micro-CT aparecem de maneira tão nítida que sua presença pode ter seu peso majorado em relação ao efeito que terão nas propriedades da peça (146). Além disso, a inspeção da presença de defeitos por cortes em planos de uma amostra, também explorada por autores como Kim et al. (226), não aparenta estar proporcionalmente tão elevada (vide Figura 170).

Apesar disso, foi notório o incremento de defeitos em relação ao que fora verificado na amostra V4, evidenciando que os procedimentos e parâmetros de produção para

componentes de maior volume exigem maior atenção. Cabe destacar que, apesar de terem sido acrescidas apenas 6 (seis) camadas de V4 (12 camadas) para V5 (20 camadas), as dimensões gerais e assim o volume de material desta última são muito maiores que em V4, contribuindo para a manutenção de temperaturas elevadas durante a deposição.

Uma medida a ser adotada seria a redução ou eliminação do tempo de parada entre a deposição de camadas, como uma tentativa de mitigar a inserção de defeitos, ação dependente de uma capacidade de refrigeração eficiente do sistema de deposição e da amostra e seu substrato.

Além disso, avalia-se que uma outra medida adequada possa ser a variação de parâmetros durante a deposição, haja vista o fato de as condições de temperatura da superfície em que se depositam novas camadas ser diferente ao longo da construção da peça, modificando as condições de aproveitamento da energia do laser aplicado e assim a densidade de energia oferecida. Assim, poderiam ser evitadas altas densidades de energia relacionadas a defeitos como porosidade e vaporização de elementos de liga (abordado na seção 4.3.5) observados na presente deposição em que se mantiveram constantes os parâmetros ao longo da deposição das 20 camadas (vide Tabela 17).

4.3.4.2 Ensaio Charpy com produtos de MA

Após a realização dos ensaios com os CPs nas condições "como fabricado" (CF) e "tratados termicamente" (TT - temperado e revenido duas vezes), os resultados podem ser verificados na Tabela 41.

Tabela 41 – Resultados dos Ensaios de Impacto Charpy - Aço H13 produzido por MA - condição "como fabricado" (CF) e "tratado termicamente" (TT) - CPs tamanho reduzido.

Fabricados por MA - tamanho reduzido			
Amostra	Média da energia absorvida (J)	DP	Energia corrigida (J) ¹
CF	5,33	0,58	21,32
TT	4,00	0,00	16,00

¹fator de correção de 4x (211).

Inicialmente, observa-se que a energia absorvida reduziu-se da condição CF para TT, podendo-se atribuir essa redução à homogeneização microestrutural causada pelo tratamento de têmpera e duplo revenimento, levando a microestrutura a se tornar majoritariamente composta por martensita revenida e carbonetos dispersos. Mesmo comportamento foi observado por Ferreira et al. (85) (CF 25,44 J/cm² e TT 17,89 J/cm²), o qual foi também associado ao fato de a precipitação de carbonetos extremamente duros impactar negativamente a tenacidade, tornando o material mais frágil.

Além disso, à condição CF associa-se grande heterogeneidade microestrutural, com a estimada presença de austenita retida (85), bem como infere-se que os ciclos de reaquecimento oriundos das sucessivas deposições para gerar um bloco de maiores dimensões (B.1, vide seção 4.3.4) podem ter causado transformações microestruturais tão intensas a ponto de tornar o material na condição CF mais tenaz que na condição TT.

Por outro lado, verifica-se que o valor de 16 J/cm^2 para a condição TT está equivalente ao encontrado: por Zhang et al. (214) para amostras de aço H13 depositadas por MADA e tratadas termicamente ($14,8$ e $18,3 \text{ J/cm}^2$); por Yuan et al. (84) para amostras de aço H13 depositadas por MA/L-PBF e tratadas termicamente (temperadas e duplamente revenidas, aproximadamente 17 J/cm^2); e foi superior ao verificado por Pixner et al. (230) em amostras de H13 depositadas por diferentes técnicas de MADA (MA/WAAM - $5,6$ a 15 J/cm^2).

Os resultados comparativos com outras amostras depositadas por MA permitem duas considerações: primeiro que o tratamento térmico aplicado foi equivalente ao utilizado por outros autores para conduzir a amostra depositada nesta pesquisa a valores de tenacidade ao impacto informados; segundo, que a presença de porosidades observadas nas análises de microtomografia para o depósito de origem dos CPs (seção 4.3.4.1) não causou efeitos negativos na propriedade mecânica tenacidade ao impacto, reforçando o argumento de Plessis et al. (146) de que análises de micro-CT podem conduzir a uma impressão majorada da presença de defeitos, conforme já abordado, bem como a ideia de que nem sempre a porosidade gera efeitos negativos nas propriedades de um material depositado (149).

Cabe também mencionar que a metodologia utilizada por Zhang et al. (214) de apresentar os valores de tenacidade na unidade J/cm^2 ratificam o uso do fator multiplicativo de 4 vezes já mencionado na seção 4.1.5, haja vista o ensaio com CP padrão se dar em área de seção reta de 1 cm^2 ($10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$), área esta que para ser alcançada com a seção reta utilizada nesta pesquisa ($5 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$, área de $0,25 \text{ cm}^2$) exige a multiplicação por 4.

4.3.5 Vaporização de elementos de liga nas deposições por MA

Conforme verificado na composição química (CQ) da deposição de 3 camadas (A3, vide Tabela 33, seção 4.3.2.2) e também na de 12 camadas (V4, vide Tabela 37, seção 4.3.3.1.1), o percentual de alguns elementos de liga do aço H13 apresentou-se fora da faixa esperada para tal material (Tabela 2, seção 2.2.2, Capítulo Revisão Bibliográfica).

Durante a caracterização do pó metálico de H13 utilizado nas deposições, material de partida do processo de deposição, verificou-se por diferentes metodologias que sua composição permaneceu adequada após o processo de atomização (vide seção 4.2.3), assim

excluindo-se a hipótese de que a variação composicional se devia à matéria-prima utilizada.

Assim, a comparação entre as CQ do pó utilizado e das peças fabricadas, um dos métodos de avaliação da ocorrência de vaporização (101), já foi positiva para a ocorrência de vaporização. Outro método adotado, já mencionado na seção 3.2.2.4 do Capítulo Materiais e Métodos, foi a coleta de condensados gerados pelo processo (155, 156, 157).

Antes de apresentar os resultados de tal coleta de condensados, é importante relacionar as janelas investigadas (vide Figura 68, seção 3.2.2.4, Capítulo Materiais e Métodos) com os parâmetros de processo com os quais elas estiveram relacionadas:

- Janelas 1 (J1) e 2 (J2): foram utilizadas com os parâmetros relacionados à deposição das amostras V4 e V5, apresentados na Tabela 17 (seção 3.2.1.2, Capítulo Materiais e Métodos), e foram utilizadas exclusivamente com o aço H13;

- Janelas 5 (J5) e 6 (J6): J5 predominantemente com os parâmetros relacionados à amostra V1 e J6 com aqueles utilizados na deposição das amostras V2 e V3, todos eles descritos na Tabela 17 (seção 3.2.1.2, Capítulo Materiais e Métodos), e foram utilizadas em período de realização de deposições no IEAv com outros materiais, além do H13.

Iniciando pela Janela 1 (J1), escolheram-se 5 (cinco) pontos em regiões nas quais se observa a deposição de vapores e outros 5 (cinco) pontos distantes do concentrado de vapores depositados, de forma a buscar pela composição do vidro e diferenciá-la dos citados depósitos. Tais regiões e pontos selecionados estão ilustrados na Figura 171.

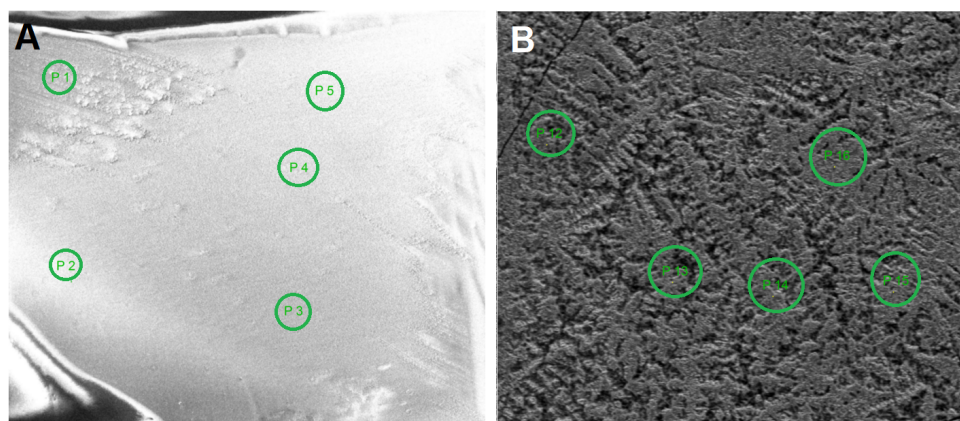


Figura 171 – Regiões do vidro (A) e do depósito de vapores (B) oriundos do processo de deposição em janela do sistema ótico do aparato produtivo: pontos onde foi realizada a análise por MEV/EDS para a Janela 1 (J1).

Os resultados para as análises de J1 podem ser vistos nas Tabelas 42 e 43. Verifica-se que entre a composição da janela e da encontrada na região de vapor depositado existe a interseção de elementos como o Si, O, C e, em alguns pontos, Fe. Entretanto, para outros elementos de liga como o Cr, V, Mn e Mo essa interseção não se faz presente.

Assim, a existência de tais elementos nos depósitos coletados na janela é uma evidência clara da ocorrência de vaporização de EL, alguns deles em tal magnitude que deixaram as composições dos depósitos abaixo da faixa esperada para a especificação do aço H13.

Tabela 42 – Resultados da análise por MEV/EDS da janela J1 em região distante do condensado de forma a caracterizar o seu vidro.

Vidro	Hf	O	Si	C	Rb	Fe
P1	53,62	25,70	19,09	1,59		
P2	51,07	25,60	16,48	1,66	5,19	
P3	53,16	25,69	19,79	1,36		
P4	46,48	27,31	19,88	1,59		4,74
P5	47,02	27,54	19,05	1,72		4,68
Média	50,27	26,37	18,86	1,58	5,19	4,71

Tabela 43 – Resultados da análise por MEV/EDS do condensado de vapores em J1.

Depósito	Fe	O	Si	Cr	V	Mn	C	Mo
P12	41,48	26,37	17,77	9,77	3,31	0,72	0,58	0,00
P13	47,36	23,78	18,50	6,41	2,61	0,25	1,07	0,02
P14	32,51	31,35	26,11	6,31	2,45	0,42	0,81	0,04
P15	47,09	28,85	16,79	4,20	1,43	0,80	0,83	0,00
P16	52,84	19,65	10,69	11,14	4,34	0,87	0,46	0,00
Média	44,26	26,00	17,97	7,57	2,83	0,61	0,75	0,01
CQ padrão	90,72	x	1,00	5,13	1,00	0,35	0,39	1,43
Vapor/Entrada	0,49	x	17,97	1,48	2,83	1,75	1,95	0,01

Pelo fato de terem sido encontradas referências de uso do Rubídeo em vidros especiais (231), considerou-se como correta sua identificação, apesar de ter aparecido em somente um ponto. Sua presença será buscada também nas análises das outras janelas. Quanto ao Ferro, por ter sido identificado em apenas dois pontos, avalia-se que, mesmo distante de região onde era nítida a deposição de vapores, partículas de Fe atingiram a região de vidro analisada.

Tratando da Janela 2 (J2), foram selecionadas uma região de condensados, outra distante destes buscando-se avaliar somente o vidro, e uma terceira também de condensado, mas com morfologia peculiar, todas mostradas na Figura 172.A, B e C, respectivamente.

Os resultados dos elementos encontrados no estudo de J2 podem ser vistos nas Tabelas 44, 45 e 46. Novamente os elementos O, Si, C e Fe (em somente um ponto) foram verificados na composição da janela e dos condensados. Já os elementos Cr, V, Mn e Mo aparentemente não são parte da composição do vidro, portanto podem ter sua origem relacionada ao aço H13 depositado. Cabe mencionar que, no vidro de J2, em um único ponto (P7) foi identificada a presença de Fe, indicando que mesmo em posições aparentemente sem condensados, também chegaram vapores.

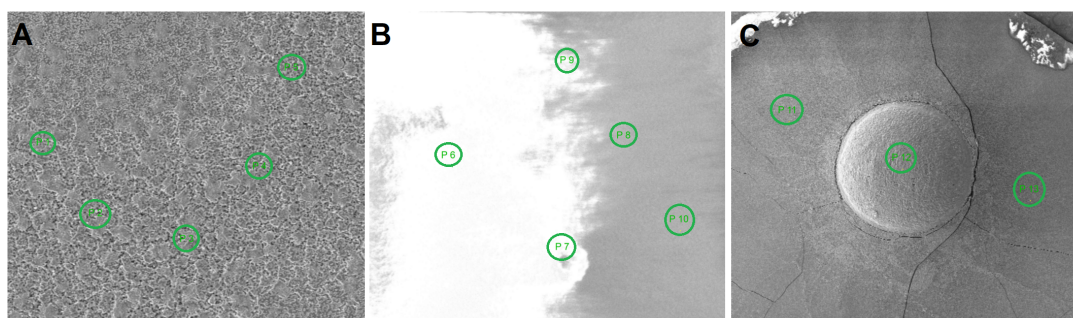


Figura 172 – (A) Região do depósito de vapores oriundos do processo de deposição em janela do sistema ótico do aparato produtivo; (B) região do vidro (B) da janela; e (C) região de condensado com morfologia peculiar: indicação dos pontos onde foi realizada a análise pontual por MEV/EDS para a Janela 2 (J2).

Tabela 44 – Resultados da análise por MEV/EDS do condensado de vapores selecionado em J2.

Depósito	Fe	O	Si	Cr	V	Mn	C	Mo
P1	51,84	17,92	28,52	1,47	0,18	0,00	0,07	0,00
P2	67,40	23,65	6,18	1,83	0,33	0,00	0,61	0,00
P3	67,44	22,62	8,46	0,76	0,00	0,00	0,70	0,02
P4	13,41	35,83	44,94	4,43	0,37	0,00	0,99	0,03
P5	8,37	40,94	49,04	0,32	0,01	0,35	0,97	0,00
Média	41,69	28,19	27,43	1,76	0,18	0,07	0,67	0,01
CQ padrão	90,72	x	1,00	5,13	1,00	0,35	0,39	1,43
Vapor/Entrada	0,46	x	27,43	0,34	0,18	0,20	1,74	0,01

Tabela 45 – Resultados da análise por MEV/EDS da Janela J2 em região distante do condensado de forma a caracterizar o seu vidro.

Vidro	Hf	O	Si	C	Fe
P6	56,27	23,69	19,32	0,72	
P7	54,09	23,78	19,29	0,63	2,21
P8	56,23	23,49	19,60	0,68	
P9	56,54	23,44	19,41	0,60	
P10	56,33	23,42	19,61	0,62	
Média	55,89	23,56	19,45	0,65	2,21

Quanto ao elemento de forma peculiar (Figura 172.C e Tabela 46), verifica-se em P12 a presença apenas de Fe, O e C (em ínfima quantidade, em comparação com os dois elementos anteriores), caracterizando-o como um óxido que se formou a partir dos vapores.

Tratando da Janela 5 (J5), analisaram-se duas regiões de condensados e uma distante destas, referente ao vidro, conforme mostrado na Figura 173.A, B e C, respectivamente.

Tabela 46 – Resultados da análise por MEV/EDS de região do condensado de vapores apresentado partícula de forma peculiar em J2.

Depósito	Fe	O	Si	Cr	V	Mn	C
P11	31,41	31,01	24,39	11,05	1,35	0,00	0,80
P12	78,54	21,17					0,29
P13	42,46	26,90	21,89	6,84	0,67	0,00	1,24
Média	50,80	26,36	23,14	8,95	1,01	0,00	0,78

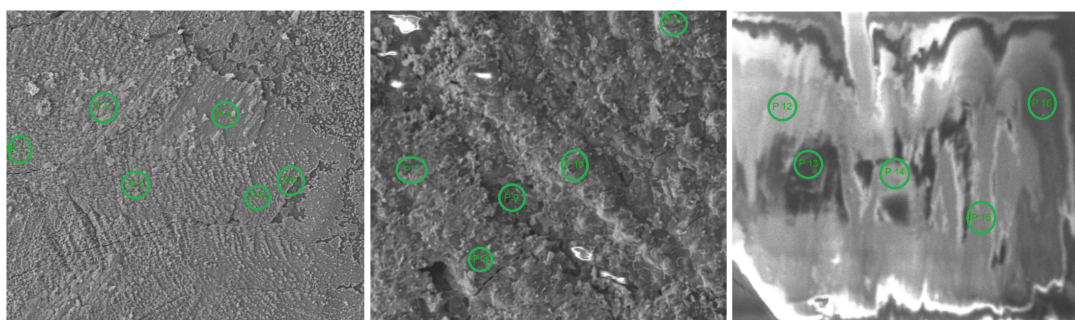


Figura 173 – (A) e (B) Regiões do depósito de vapores oriundos do processo de deposição em janela do sistema ótico do aparato produtivo e (C) região do vidro da janela deste sistema: indicação dos pontos onde foi realizada a análise pontual por MEV/EDS para a Janela 5 (J5).

Os resultados de análises por MEV/EDS para J5 são apresentados nas Tabelas 47, 48 e 49. O mesmo padrão já comentado para J1 e J2 foi verificado entre o depósito mostrado em (A) e o vidro (C), ambos na Figura 173. Também nesta Figura, mas no depósito de (B), foram identificados elementos adicionais como Ni, Al e S. Neste ponto cabe mencionar que o equipamento utilizado atende a diferentes estudos com processamentos de materiais distintos, podendo tais elementos relacionarem-se a outros materiais trabalhados no IEAv, tais como ligas NiTi e alumina.

Por fim, em J6 foram inspecionadas uma região de condensado, uma partícula com morfologia peculiar em meio ao condensado e uma região distante do acúmulo de condensados, buscando-se caracterizar o vidro apenas, conforme mostrado na Figura 174.A, B e C, respectivamente.

Os resultados de análises por MEV/EDS para J6 podem ser verificados nas Tabelas 50, 51 e 52. Assim como em J5, em J6 foram observados elementos como Na, Al e Ca, porém em poucos pontos (P3 e P5) e em pequenas quantidades, cabendo relacionar esta presença a outros trabalhos realizados com o equipamento no IEAv. Relaciona-se desta mesma forma a presença de Flúor observada em apenas um ponto (P13), no vidro de J6. Ademais, a partícula de forma diferenciada apresentou composição que replicava as observadas no vidro, além de Mo, Ni, Na e Cl. Destes, apenas o Mo pode ser relacionado ao aço H13, permitindo inferir que a partícula não tinha relação com as deposições deste

trabalho.

Tabela 47 – Resultados da análise por MEV/EDS do 1º condensado de vapores selecionado em J5.

Depósito	Fe	O	Si	Cr	V	Mn	C	Mo
P1	70,42	25,10	2,96	0,06	0,48	0,07	0,82	0,09
P2	86,99	0,25	0,88	10,66	0,00	0,33	0,83	0,05
P3	69,09	21,38	6,16	2,28	0,11	0,00	0,55	0,43
P4	61,56	26,51	10,03	0,88	0,41	0,00	0,60	0,00
P5	64,43	22,53	11,61	0,30	0,29	0,38	0,46	0,00
P6	9,30	41,25	48,49	0,06	0,03	0,06	0,78	0,03
Média	60,30	22,84	13,36	2,37	0,22	0,14	0,67	0,10
CQ padrão	90,72	x	1,00	5,13	1,00	0,35	0,39	1,43
Vapor/Entrada	0,66	x	13,36	0,46	0,22	0,40	1,75	0,07

Tabela 48 – Resultados da análise por MEV/EDS do 2º condensado de vapores selecionado em J5.

Depósito	Fe	O	Si	Cr	V	Mn	C	Mo	Outros ¹
P7	40,30	22,23	3,97	22,86	1,56	0,00	3,02	2,29	3,76
P8	3,47	43,48	50,99	1,32	0,00	0,00	0,65	0,09	
P9	1,44	45,14	51,78	0,92	0,01	0,00	0,68	0,03	
P10	2,28	39,81	55,14	0,35	0,06	0,30	1,87	0,22	
P11	24,66	26,99	30,81	13,12	0,90	0,24	0,79	1,31	1,17
Média	14,43	35,53	38,54	7,71	0,51	0,11	1,40	0,79	2,47
CQ padrão	90,72	x	1,00	5,13	1,00	0,35	0,39	1,43	x
Vapor/Entrada	0,16	x	38,54	1,51	0,51	0,31	3,64	0,55	x

¹Em P7: Ni (2,68%), Al (0,70%) e S (0,38%); em P11 Ni (1,17%).

Tabela 49 – Resultados da análise por MEV/EDS da Janela J5 em região distante do condensado de forma a caracterizar o seu vidro.

Vidro	Hf	O	Si	C
P12	16,70	54,80	21,55	6,95
P13	19,62	52,20	22,08	6,10
P14	27,13	46,76	21,09	5,02
P15	22,78	50,01	22,09	5,16
P16	22,56	49,94	22,44	5,08
Média	21,76	50,74	21,85	5,66

Da análise das quatro Janelas (J1, J2, J5 e J6), constata-se que em todos os casos elementos de liga do aço H13 foram identificados nas regiões de condensação de vapores. Quanto à caracterização do vidro, verificou-se que Hf, O, Si e C estiveram sempre presentes (à exceção de alguns pontos de J6), permitindo inferir ser esta a composição principal deste vidro, substrato de onde se investigou a condensação de vapores.

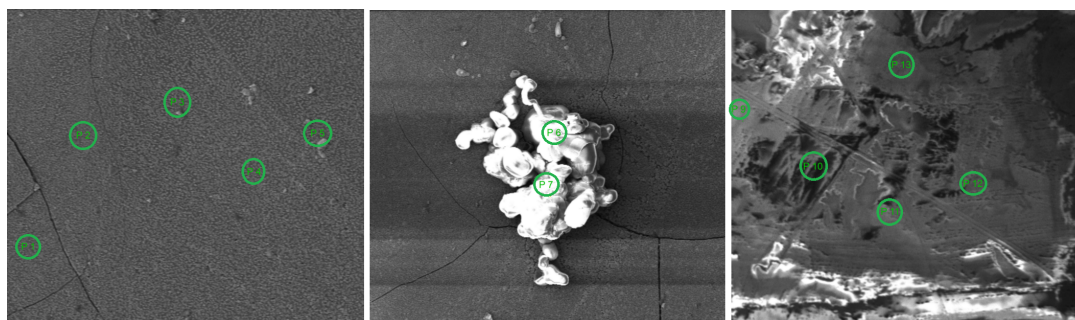


Figura 174 – (A) Região do depósito de vapores oriundos do processo de deposição em janela do sistema ótico do aparato produtivo; (B) partícula com morfologia peculiar em meio ao condensado; e (C) região do vidro da janela do sistema ótico: indicação dos pontos onde foi realizada a análise pontual por MEV/EDS para a Janela 6 (J6).

Tabela 50 – Resultados da análise por MEV/EDS do condensado de vapores selecionado em J6.

Depósito	Fe	O	Si	Cr	V	Mn	C	Mo	Outros ¹
P1	29,62	31,13	25,70	12,03	0,16	0,44	0,80	0,13	
P2	19,12	35,06	31,46	12,56	0,18	0,36	1,15	0,12	
P3	13,52	34,44	8,10	1,38	0,30	0,00	33,79	2,06	6,43
P4	21,60	33,91	32,93	9,37	0,06	0,45	1,64	0,05	
P5	40,21	32,98	16,14	6,29	0,24	0,00	2,65	0,82	0,67
Média	24,81	33,50	22,87	8,33	0,19	0,25	8,01	0,64	3,55
CQ padrão	90,72	x	1,00	5,13	1,00	0,35	0,39	1,43	
Vapor/Entrada	0,27	x	22,87	1,62	0,19	0,71	20,79	0,45	

¹Em P3: Na (2,97%), Al (1,79%) e Ca (1,67%); em P5 Na (0,67%).

Tabela 51 – Resultados da análise por MEV/EDS de região do condensado de vapores apresentado partícula de forma peculiar em J6.

Depósito	Fe	O	Si	C	Mo	Ni	Na	Cl
P6	45,29	45,58	0,11	3,88	0,73	2,77	0,94	0,70
P7	79,09	15,17	1,18	1,80			0,99	1,76
Média	62,19	30,38	0,65	2,84	0,73	2,77	0,97	1,23

Sabe-se que a composição química de entrada para cada um dos elementos é diferente, então buscou-se analisar a presença de cada elemento de liga proporcionalmente à quantidade dele existente no início do processo (pó, conforme especificações para o H13). Assim, adotou-se o ponto central da faixa de especificação apresentada na Tabela 2 (seção 2.2.2, da Revisão Bibliográfica) e realizou-se, em cada uma das Tabelas com resultados da coleta de condensados, a divisão do percentual encontrado no condensado pelo percentual do elemento na composição padrão do H13, cujos resultados ("Vapor/Entrada") estão na última linha das Tabelas referentes a condensados em cada janela.

Tabela 52 – Resultados da análise por MEV/EDS da Janela J6 em região distante do condensado de forma a caracterizar o seu vidro.

Vidro	Hf	O	Si	C	F
P9		67,50	20,97	11,53	
P10		70,69	12,94	16,37	
P11		66,07	23	10,93	
P12		73,72	9,18	17,11	
P13	4,71	54,15	4,11	30,66	6,36
Média	4,71	66,43	14,04	17,32	6,36

Quanto à presença de Oxigênio, esta foi relacionada à oxidação a que o material condensado pode ter sofrido durante sua implantação ou mesmo após isso, não tendo relação com os objetivos de caracterizar a ocorrência da vaporização de EL. Além disso, O e C tendem a não ser considerados nas análises de EDS, por ser difícil sua distinção de impurezas oriundas da manipulação e do próprio sistema de análise (157). Assim, as discussões se concentrarão nos outros elementos identificados.

Buscando encontrar relação entre a evaporação e as propriedades físicas dos elementos químicos, encontraram-se em estudo de Zhang, Evans e Yang (232) informações sobre a vaporização dos elementos de interesse desta pesquisa, os quais foram transportados para a Tabela 53, na qual se encontram a temperatura e o calor (entalpia) de vaporização destes elementos. Adicionou-se, também, a temperatura de fusão (233).

Tabela 53 – Temperatura de fusão (233), temperatura e calor de vaporização (232) de elementos químicos identificados nos condensados de vapores oriundos do processo de deposição.

Elemento	Fusão (°C)	Vaporização (°C)	Calor de vaporização (kJ/mol)
Mn	1246	2100	225
Cr	1907	2482	347
Fe	1538	3000	354
Si	1414	3260	383
V	1910	3407	444
Mo	2623	4612	617
C	3500	4830	715

A partir da quantificação feita pela relação "vapor/Entrada", tentou-se identificar se havia uma tendência de maior ou menor evaporação associada a cada elemento. A ordenação da ocorrência de evaporação, do mais acentuado para o menos em cada janela pode ser vista na Tabela 54. Verifica-se que não há um resultado de ordenação absoluto, devendo-se levar em conta o que fora mencionado por Ziefuss et al. (234), de que não necessariamente existirá correlação direta entre a composição química na parte depositada e aquela encontrada na névoa de vapores acima dela (ou no que dela se depositou em

um anteparo, como nas janelas analisadas nesta pesquisa), pois desvios decorrentes de particionamento, espalhamento no fluxo de vapor, dentre outros, tendem a ocorrer.

Tabela 54 – Ordenação dos elementos por valor absoluto da relação "Vapor/Entrada" a qual dividiu os percentuais encontrados nos condensados pelo valor central da composição do aço H13 referente ao pó metálico de entrada.

Ordem	J1	J2	J5.A	J5.B	J6
1º	Si	Si	Si	Si	Si
2º	V	C	C	C	C
3º	C	Fe	Fe	Cr	Cr
4º	Mn	Cr	Cr	Mo	Mn
5º	Cr	Mn	Mn	V	Mo
6º	Fe	V	V	Mn	Fe
7º	Mo	Mo	Mo	Fe	V

Verifica-se que Si, Cr e Fe, elementos com temperaturas de vaporização mais baixas ou intermediárias (vide Tabela 53) apresentaram valores proporcionais superiores. Por sua vez, o Mo apresentou-se em posição de menor vaporização na maior parte das janelas, em coerência com a sua elevada energia e temperatura de vaporização. Entretanto, Mn, com a menor temperatura de vaporização não apresentou quantidade proporcional tão acentuada, enquanto o C, de maior energia e temperatura para vaporização foi verificado com em posição superior. Cabe destacar que, apesar da tentativa de se criar uma ordenação para a evaporação de cada EL, pela observação dos valores da relação "vapor/Entrada", apenas o Si apresentou proporções de perda detectada nos condensados acima de 10 % em todas as janelas, enquanto as outras relações estiveram predominantemente abaixo dos 3 %. Isso somado ao fato de não necessariamente a coleta refletir o que de fato evaporou, em virtude de perdas (234), a análise comparativa não pode ser vista como um dado definitivo. Além disso, a presença de Si e C é influenciada pela sua existência na composição do vidro das janelas.

Um ponto interessante a notar é que, conforme apontam Mukherjee et al. (152), a vaporização e a magnitude da presença de um elemento no fluxo evaporativo se dão em uma conjunção de pressão de vapor e reatividade de cada elemento em uma determinada liga, sendo tal fenômeno significativamente específico para aquela liga. Assim, muitas variáveis estão envolvidas nesse fenômeno (153, 155).

Além disso, verificou-se que o Vanádio teve a sua pressão de vapor (Tabela 7, seção 2.4.4, Capítulo Revisão Bibliográfica) associada a um valor inferior ao de outros elementos, apesar de sua energia de vaporização ser superior a de Mn, Cr e Fe (vide Tabela 53). Deve-se lembrar que estudo de Zhang, Evans e Yang (232) aponta que a determinação dos valores de temperaturas e entalpias de vaporização estão sujeitas a grande variabilidade. Somando-se a isso o fato de que tais valores estão em uma mesma ordem de magnitude

(diferentemente das pressões de vapor) e tem valores próximos, a discrepância verificada com o V não prejudica as observações feitas sobre a maior volatilidade de V e Mn nos estudos de Péter et al. (157).

A determinação da temperatura da poça de fusão não é tarefa trivial (156), porém, estima-se que ela atinja temperaturas com valor médio superior às temperaturas de vaporização dos elementos de liga dos materiais em processamento (235, 156). Observando os EL que foram perdidos e identificados nos condensados e comparando-os com as temperaturas de vaporização, verificam-se perdas até mesmo de Mo, um dos elementos demandantes de maior energia para vaporização (Tabela 53). Apesar de seu percentual de perda não ser tão intenso quanto o de Si e Mn, elementos com menores energias de vaporização, sua perda permite inferir que, mesmo localmente e por tempos curtos as temperaturas atingiram patamares extremamente elevados. Isso está de acordo com o observado por DebRoy e David (155), ao pontuarem que a poça de fusão atinge temperaturas extremamente superiores aos pontos de vaporização, especialmente quando fontes de alta densidade de energia são utilizadas, como é o caso do laser.

O aumento de temperatura na região da poça de fusão, faz com que a pressão de vapor nesta região supere a pressão ambiente, permitindo o estabelecimento de um fluxo de vapores da superfície da poça para o ambiente (155, 235). Em aplicações em que a deposição se dá em câmaras, como em PBF, e sabendo-se que pressão ambiente é um fator relevante, são utilizadas pressões de gás de proteção com incremento para se minimizar a vaporização (153), aspecto que não é possível na região de deposição aberta utilizada em L-DED.

Por sua vez, a Tabela 55 apresenta a comparação entre a CQ dos dois depósitos por MA cuja CQ foi avaliada (3 camadas - A3 e 12 camadas - V4, vide Tabelas 33 e 37, respectivamente, nas seções 4.3.2.2 e 4.3.3.1.1) e a composição padrão do H13, atendida pelo pó metálico utilizado, mostrando perdas dos elementos C, Mn, Si, V. O Cr apresentou valor de 4,72 % no depósito de 3 camadas (A3), muito pouco abaixo dos 4,75 % do limite inferior da faixa admitida, estando dentro da faixa no depósito de 12 camadas. Quanto ao Mo, esteve dentro da faixa em ambos os casos, apesar de sua presença (pequena) ter sido identificada nos condensados analisados. Tal situação está coerente com a maior presença de Si observada nos condensados, bem como pela grande presença de C. Também Mn, V e Cr foram observados nos condensados, porém em proporções menores.

Observa-se que o percentual de perdas foi consideravelmente superior ao verificado no estudo de Péter et al. (157) (vide Figura 28, seção 2.4.4, Capítulo Revisão Bibliográfica). Entretanto, observando-se os parâmetros de deposição informados por aqueles autores (vide Tabela 6, seção 2.4.4) e comparando-os com os utilizados nas deposições deste trabalho (Tabela 17, seção 3.2.1.2, Capítulo Materiais e Métodos), observa-se que a potência por

eles utilizada foi significativamente inferior, permitindo inferir que as densidades de energia superiores utilizadas no presente trabalho causaram um maior nível de vaporização.

Tabela 55 – Percentuais de perda de EL nos depósitos de A3 e V4, em comparação com valor de centro da faixa de especificação de CQ para o aço H13.

Elementos	Si	Cr	V	Mn	C
CQ padrão (centro da faixa)	1,000	5,125	1,000	0,350	0,385
12 camadas (V4)	0,133	5,400	0,417	0,102	0,261
Diferença V4 (%)	-86,70	x	-58,30	-70,86	-32,21
Amostra 3 camadas (A3)	0,171	4,720	0,530	0,106	0,294
Diferença A3 (%)	-82,90	-7,90	-47,00	-69,71	-23,64

Em suma, o principal objetivo desta etapa do estudo foi a de confirmar a ocorrência da vaporização de elementos de liga relacionados à depleção em seus percentuais observada nos depósitos por MA, meta esta concluída, conforme pode ser observado nas informações apresentadas até este ponto. A vaporização deve ser observada e controlada, por suas possibilidades de degradar propriedades mecânicas esperadas, ao alterar a composição química e a microestrutura final (235). Além disso, a evaporação também está associada a outros defeitos como a formação de poros pelo aprisionamento de gases (143) ou mesmo a formação do defeito de *keyhole* (153).

Finalmente, verifica-se que o fator dominante que favorece a ocorrência da vaporização é a relação superfície/volume da poça de fusão, sendo o volume dominante (155). Assim, quanto maior essa relação na poça de fusão, maior a suscetibilidade à vaporização (156, 155), e assim o monitoramento da poça e seu relacionamento com os parâmetros produtivos se fazem relevantes.

Obviamente a temperatura da poça de fusão é um fator primordial, tendo sido observado, por exemplo, que aumentos no fluxo de pó (*powder mass flow rate*) tem o potencial de reduzir a vaporização pelo fato de reduzir a temperatura da poça (143, 236).

Contraintuitivamente, DebRoy e David (155) mencionam que até mesmo potências baixas, com poças pequenas, mas com alta relação superfície/volume, estão sujeitas a elevados níveis de vaporização. Porém, o uso de potências elevadas continua sendo um fator relevante ao estar diretamente relacionado ao aumento de temperatura da poça (153).

De forma sintética (153), o volume de vaporização depende do fluxo de vaporização (relacionado às propriedades físicas dos elementos, às pressões ambientes e de vapor, influenciadas pela temperatura atingida), da área superficial, do volume da poça e do tempo em que está existe (dependente novamente das propriedades do material), além da temperatura da poça (143), desta forma dependendo dos parâmetros como potência,

velocidade de varredura e refrigeração do sistema.

Conforme apresentado na seção 4.3.3, verifica-se que a energia utilizada com foco no aumento da densificação apresentou valores de densidade efetiva e densidade volumétrica de energia superiores aos obtidos em outros estudos (31, 34, 91, 48, 96), podendo tal situação ter sido a precursora da vaporização identificada nas deposições.

Portanto, o ajuste de parâmetros é um dos meios verificados como caminho para mitigação do problema (153, 155), devendo-se buscar um ponto de equilíbrio, já que a redução da energia aplicada pode favorecer a ocorrência de outros defeitos como a falta de fusão e a porosidade (9, 237).

Outro caminho possível é utilizar composições químicas de entrada modificadas que já assumam que a perda de certos elementos químicos ocorrerá, similar ao que foi utilizado por Zhou et al. (238) ao trabalhar com liga de Al AA5083 processada por L-PBF com adições de Zr. Neste caso, não houve suplementação do EL perdido com vaporização (Mg), mas tal fenômeno foi admitido como certo e a adição de Zr foi idealizada para suprir deficiências diversas, algumas delas relacionadas à mudança de propriedades mecânicas pela modificação de CQ. Também em estudo de Wang et al. (236) a temática era essa, sendo trabalhado um modelo de *machine learning* em que a CQ era avaliada *in situ* e a alimentação de pós (dois tipos concomitantes: Fe e Fe-Mn) era balanceada de forma a obter-se uma composição final desejada. Por sua vez, Chen et al. (239) discutiram a técnica de *in-situ alloying* da qual se pode fazer uso para balanceamento de percentual de EL. Finalmente, Wang et al. (89) mencionam a possibilidade de deposições com a mistura de pós de elementos puros e de ferro-ligas, criando a possibilidade de customização de composições químicas por meio do *in-situ alloying*.

4.4 Discussão comparativa

4.4.1 Comportamento dos produtos de manufatura aditiva com tratamento térmico

Um compilado dos resultados de dureza Rockwell C (HRC) para as amostras fabricadas com MA pode ser vista na Figura 175. Na amostra de 12 camadas (V4: 45,8 HRC), observa-se uma redução na dureza ao proceder-se com o tratamento de têmpera (41,1 HRC), com relativo aumento após a execução dos revenimentos (42,8 HRC). Sun et al. (88) já haviam observado comportamento similar de redução na dureza após o tratamento térmico de têmpera e revenimento, o qual pode ser associado ao desfazimento da estrutura celular/colunar fina e aumento do tamanho de grão durante a austenitização, resultando em microestrutura martensítica com grãos maiores, portanto com menor resistência mecânica, seguindo o princípio da relação de Hall-Petch (63, 88). Também a

estrutura martensítica fruto da solidificação na deposição e os carbonetos formados nos IHT são desfeitos na têmpera, conforme já observado por Deirmina et al. (79), conferindo à nova matriz martensítica formada uma nova constituição.

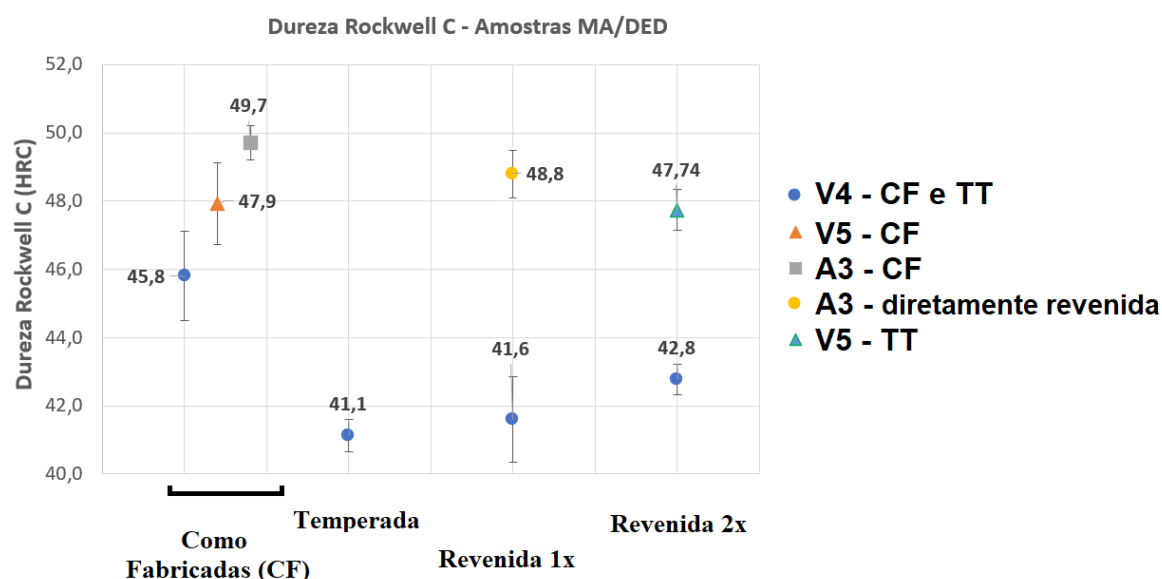


Figura 175 – Resultados de dureza Rockwell C (HRC) para as deposições por MA/DED: 12 camadas (V4) nas condições "como fabricada" (CF), temperada, temperada e revenida 1 vez e temperada e revenida 2 vezes (TT); 3 camadas "como fabricada" e "diretamente revenida"; bloco V5 para extração CP Charpy CF e TT.

De forma comparativa, verificam-se neste gráfico os valores de dureza HRC para outras fabricações e tratamentos, como por exemplo a deposição do bloco V5 do qual se extraíram os CPs para ensaio Charpy, a qual apresentou valor médio pouco superior (47,9 HRC) ao obtido com a amostra de 12 camadas (45,8 HRC), com DP similares.

Por sua vez, observa-se o valor médio da deposição de 3 camadas (49,7 HRC), superior aos referentes à amostra de 12 camadas e ao bloco V5, a princípio pela menor quantidade de ciclos térmicos nela aplicados (menos deposições) e assim menor ocorrência de revenimentos dos IHT, responsáveis por redução na dureza ao revenir a martensita formada na solidificação das deposições (31).

Além disso, verifica-se também o valor médio de dureza HRC para a amostra de 3 camadas diretamente revenida (48,8 HRC), o qual se mostra inferior à sua condição como fabricada, como era de se esperar para um tratamento de revenimento (31), porém significativamente superior aos valores de amostras temperadas e revenidas (tratamentos aplicados à amostra de 12 camadas), aspecto relacionado ao fato de tal tratamento não ser capaz de desfazer o padrão microestrutural fruto da deposição (88), conforme discutido no tópico 4.3.2.3. Por outro lado, a dureza da amostra diretamente revenida (48,8 HRC) foi apenas pouco superior à obtida com a amostra V5 submetida ao tratamento completo

de têmpera e duplo revenimento (TT: 47,74 HRC), levando a crer que neste volume maior os efeitos de endurecimento causado pelo TT foram mais efetivos.

Já a Figura 176 mostra os dados de microdureza Vickers (HV) apresentados ao longo do trabalho para a amostra de 12 camadas (V4), 3 camadas (A3) e bloco V5, nas condições CF e submetidos a tratamentos térmicos, desta vez compilados em um único gráfico e sem assinalar os desvios padrão e os valores obtidos no interior do gráfico, de forma a permitir uma melhor visualização da evolução da propriedade com os tratamentos térmicos e em cada posição analisada ao longo de um perfil vertical das amostras (vide Figura 70, seção 4.3.3.1.4).

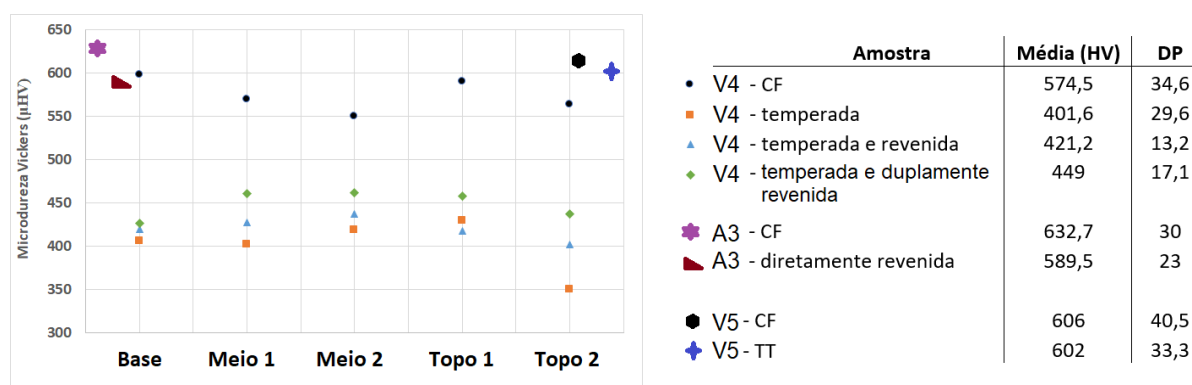


Figura 176 – Resultados de microdureza Vickers (HV) para: deposição de 12 camadas (V4) nas condições como fabricada, temperada, revenida 1 vez e revenida 2 vezes; deposição de 3 camadas CF e diretamente revenida; e deposição do bloco V5 CF e TT.

A análise da microdureza Vickers para a amostra de 12 camadas (V4) confirmou o padrão já mencionado de redução da dureza da condição CF para temperada, por meio dos resultados de microdureza, em todas as posições avaliadas nos perfis verticais ao longo do trabalho (base, meio 1, meio 2, topo 1, topo 2), pelos motivos já expostos e discutidos ao tratar da dureza Rockwell C (HRC), quanto ao desfazimento da estrutura celular fina fruto da deposição (88). Com os revenimentos ocorreu uma homogeneização dos valores de microdureza para as posições observadas, conforme evidencia a redução nos desvios padrão (DP), além de uma elevação tanto no primeiro, quanto no segundo revenimento, para todas as posições, confirmando a ocorrência do fenômeno de endurecimento secundário (31, 85, 95).

A manufatura aditiva e os sucessivos ciclos térmicos já haviam submetido o material a inúmeros efeitos da temperatura (os já discutidos IHT). Ao realizar-se a têmpera, a austenitização acaba por desconstituir, mesmo que não integralmente, a microestrutura composta por martensita virgem, martensita revenida e carbonetos, levando a uma redução na dureza, lembrando da constatação de Ferreira et al. (85) de que o padrão da condição CF já é completamente martensítico. Tal redução da dureza de CF para temperada foi

observada na amostra de 12 camadas (V4) submetida à rota de tratamentos térmicos completa e não verificado na amostra de 3 camadas (A3) diretamente revenida (tanto nos resultados de HRC quanto de HV), pela menor capacidade de o revenimento direto modificar a microestrutura da deposição.

Por sua vez, nos tratamentos de revenimento que se aplicaram na amostra de 12 camadas, após a têmpera, infere-se a ocorrência de um endurecimento secundário pela precipitação de carbonetos secundários (85), conforme verificado ao longo desta pesquisa, o que justifica a tendência de aumento da dureza nestes tratamentos. Cabe destacar que esse aumento não é extremamente pronunciado, pois dois processos competitivos ocorrem simultaneamente (88): a redução da resistência da martensita e a precipitação de carbonetos associada ao endurecimento secundário. Aqui cabe comentar que os resultados de dureza e microdureza para o bloco V5 na condição TT são superiores aos obtidos com V4 temperada e revenida duas vezes, indicando que dentre os processos competitivos, o do endurecimento secundário se fez mais efetivo em tal amostra de maior dimensão (V5).

Quanto à tenacidade ao impacto verificada por meio de ensaio Charpy, observa-se que o resultado da condição CF ($21,33 \text{ J/cm}^2$) é ligeiramente maior que o da condição TT (16 J/cm^2), conforme mostrado na seção 4.3.4.2, redução que pode ser estimada como relacionada à menor presença de austenita retida, fase que contribui para uma maior tenacidade (31), ou mesmo à precipitação de carbonetos e seu coalescimento nos tratamentos térmicos, o que pode ter influenciado negativamente a tenacidade, além do revenimento mais efetivo da martensita (31).

De uma maneira geral, observa-se que a deposição por MA conseguiu superar valores mínimos de 42 HRC combinados com energia absorvida em ensaio de impacto Charpy de 13,55 J estabelecidos na Norma NADCA #229 e citados por Hengsbach et al. (115).

4.4.2 Comportamento do aço H13 convencional com tratamento térmico

As amostras do aço convencional Villares submetidas aos mesmos tratamentos térmicos realizados com as amostras de MA evidenciaram a evolução da propriedade mecânica dureza que pode ser vista na Figura 177. Nesta mesma Figura, encontram-se também a evolução da dureza obtida com o aço de origem Imbel quando temperado em água e ao ar, tratamentos térmicos que foram consolidados no texto da Proposta de Tese (193) e em publicação para evento científico (194).

Observa-se que a condição "como recebida" (CR), no estado recozido, apresentou dureza significativamente baixa (conforme já discutido, dentro da escala HRB que, via conversão (60), equivaleria a aproximadamente 10 HRC para o aço Villares e 19 HRC para o aço IMBEL) a qual foi aumentada no tratamento de têmpera em todas os meios

de resfriamento: água e ar (193, 194), bem como óleo.

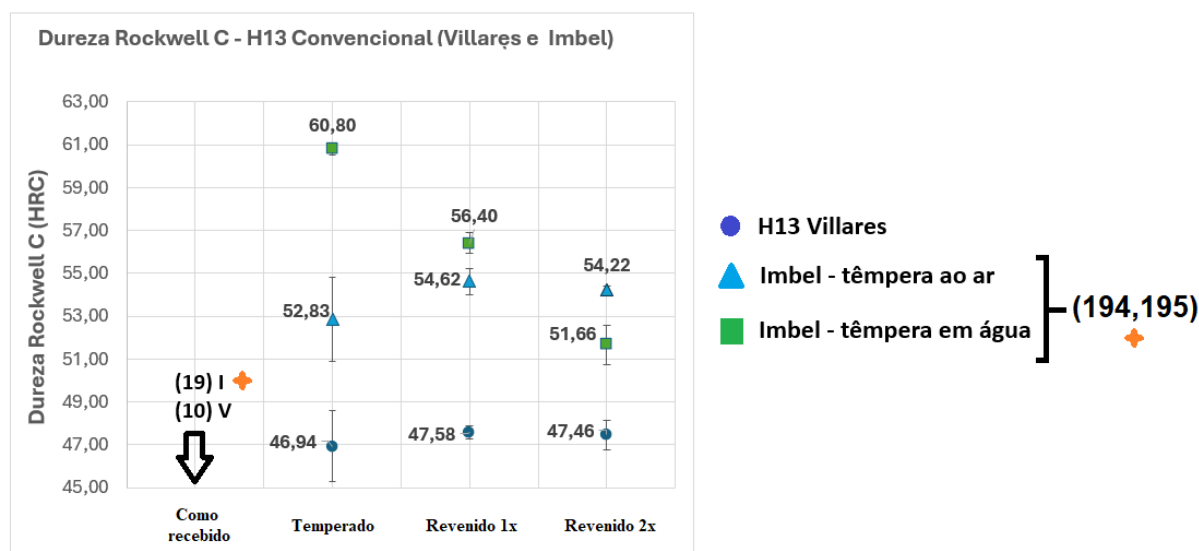


Figura 177 – Resultados de dureza Rockwell C (HRC) para amostras do aço H13 convencional nas condições "como recebido", temperado, revenido 1 vez e revenido 2 vezes das seguintes origens: aço Villares; aço IMBEL com têmpera em água; e aço Imbel com têmpera ao ar.

Os revenimentos, por sua vez, na amostra temperada em água, foram efetivos na redução de tensões fruto da têmpera e causaram diminuição da dureza (193, 194). Já no caso da têmpera ao ar com o aço IMBEL (193, 194) e em óleo com o aço Villares, levaram a um pequeno aumento de dureza. Observa-se que em meio a dois fenômenos concomitantes (88), o revenimento da martensita causador de redução na dureza e a precipitação de carbonetos submicrométricos dispersos causadores de aumento na dureza (95), o primeiro evento foi preponderante no caso da têmpera em água, meio mais severo (43), enquanto o segundo evento conseguiu compensar o primeiro e ainda acarretar leve aumento de dureza, mediante fenômeno já discutido de endurecimento secundário (2, 43, 51) nas amostras temperadas ao ar e em óleo.

Também foram realizados ensaios de microdureza Vickers (HV) nas amostras do aço de origem convencional, de forma a permitir a comparação de valores médios obtidos neste material com aqueles observados nas amostras de deposição por MA. Ressalta-se que pela homogeneidade microestrutural existente no aço convencional, as indentações foram realizadas em posição aleatória nas amostras. Os valores médios e os desvios-padrão (DP) obtidos para as condições "como recebido"(CR), temperada e temperada e revenida uma vez e duas vezes podem ser vistos na Figura 178.

Quanto à condição CR, foram verificadas amostras do aço de origem IMBEL (193, 194), bem como das faces transversal e longitudinal do aço Villares, todas apresentando valores similares. Por sua vez, os DP se mostraram significativamente pequenos. O fato

de as faces distintas apresentarem comportamento similar e os valores diminutos de DP reforçam a ideia da homogeneidade do material convencional. A análise da Figura 178 também permite observar o incremento de microdureza na condição temperada. Assim como já descrito para a dureza Rockwell, nos revenimentos do aço IMBEL temperado em água, houve um decréscimo na microdureza. Já para o aço IMBEL temperado ao ar e para o aço Villares temperado em óleo, ocorreu um aumento na microdureza, de maneira até mais categórica do que ocorreu para as medições de HRC.

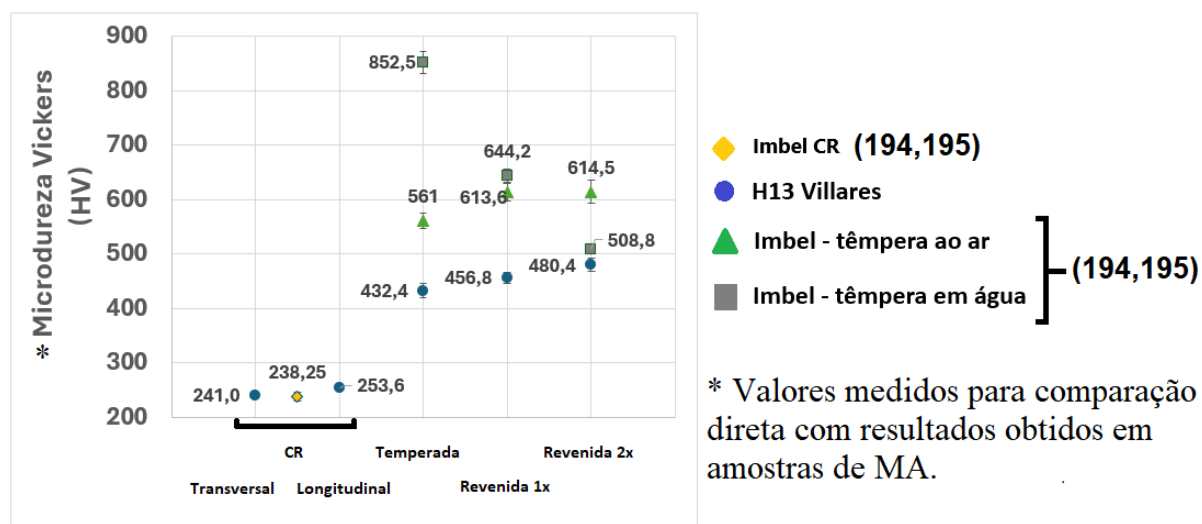


Figura 178 – Resultados de microdureza Vickers (HV) para amostras do aço H13 convencional nas condições: "como recebido", IMBEL e faces transversal e longitudinal Villares; temperado; revenido uma vez; e revenido duas vezes.

4.4.3 Comparação entre as amostras do aço convencional e oriundas da MA

Primeiramente, um aspecto interessante observado no aço convencional, nas três condições tratadas termicamente e na condição "como recebido", em comparação com os resultados com amostras obtidas por manufatura aditiva, é o fato de as amostras de origem convencional apresentarem homogeneidade microestrutural ao longo de toda a extensão das amostras. Assim, os extratos de microestrutura retratados nas imagens de micrografias apresentadas ao longo do trabalho, foram observados em diversas regiões das amostras de maneira muito similar.

Ao comparar a evolução entre as condições de tratamentos térmicos com têmpera em óleo (temperada, revenida uma vez e revenida duas vezes) para a amostra com origem na MA (12 camadas) e de origem convencional (Villares), percebe-se o mesmo padrão de evolução (aumento de dureza nos revenimentos), fruto do endurecimento secundário relacionado à precipitação de carbonetos finos e de maneira dispersa (31, 85, 95).

É interessante notar que os valores de microdureza verificados para as condições revenida uma (456,8 HV) e duas vezes (480,4 HV) ficaram próximos do valor médio obtido na propriedade dureza para a amostra depositada por MA (12 camadas), na condição revenida duas vezes (449,0 HV, vide Figura 176), o mesmo ocorrendo com a dureza avaliada na escala Rockwell C (42,8 HRC para amostra MA 12 camadas e 47,46 HRC para H13 Villares, ambas na condição TT, têmpera em óleo), indicando que o tratamento térmico utilizado aproxima-se do objetivo de homogeneizar a microestrutura resultante da MA (95) e conduzir seu comportamento ao verificado no aço H13 convencional.

Acredita-se que o mesmo tratamento aplicado na amostra obtida por MA de 12 camadas (V4) e no aço Villares convencional possa não ter sido suficiente para solubilizar totalmente os carbonetos formados e coalescidos durante os eventos térmicos da deposição. Corroborar tal interpretação a análise de duas micrografias de tais amostras mostradas na Figura 179, ambas na condição TT, nas quais observa-se a similaridade da matriz (martensítica revenida), porém com uma presença superior de carbonetos precipitados (95) (pontos brilhantes) na amostra do aço convencional.

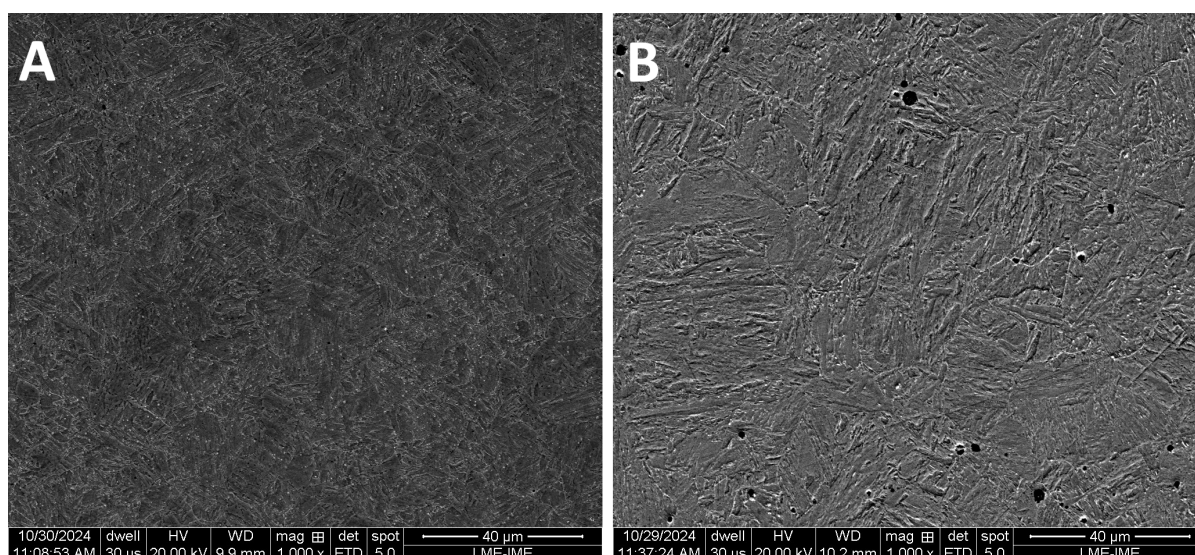


Figura 179 – Aspecto microestrutural, observado no MEV, em amostras na condição TT, após têmpera em óleo: (A) aço convencional Villares; e (B) amostra V4 de 12 camadas obtida por MA.

Ademais, verificou-se uma redução nos teores de EL nas amostras depositadas por MA 12 camadas (conforme mostrado ao longo do trabalho), fator que pode ter alterado a cinética de transformação microestrutural (223).

Por outro lado, a amostra V5 depositada por MA (20 camadas) apresentou dureza de 47,74 HRC, valor praticamente idêntico ao obtido com o aço H13 Villares convencional e compatível com valores obtidos na condição TT para o aço convencional (61, 72) (vide seção 2.3.3). Acredita-se que o maior número de deposições de trilhas e consequente aplicação

de maior quantidade de ciclos térmicos (31), necessários para evolução microestrutural no material (223), permitiu que o material obtido por MA, neste caso, respondesse aos tratamentos térmicos de maneira semelhante ao aço convencional.

Quanto à tenacidade ao impacto, ao comparar-se o resultado obtido com os CPs oriundos da MA (Tabela 41, na seção 4.3.4.2) e aqueles obtidos com os CPs fabricados com o aço convencional (Tabela 22), mencionados na seção 4.1.5, observa-se a seguinte ordenação:

49,33 J/cm², Convencional CR;

21,33 J/cm², MA CF;

16 J/cm², MA TT;

13,33 J/cm², Convencional TT.

Dos resultados, podem ser feitas algumas considerações: primeiramente, que os valores das amostras tratadas termicamente não são tão distantes e que a tenacidade ao impacto das amostras de MA TT ficou até mesmo ligeiramente superior à do aço convencional TT, porém com ambas dentro da faixa esperada mencionada na literatura para o aço H13 TT (15 a 18 J/cm²) (72, 84); em segundo lugar, que a tenacidade ao impacto das amostras de MA CF estão mais próximas dos valores das amostras TT que do valor para a amostra convencional CR, reforçando a existência de uma microestrutura temperada e revenida pelos múltiplos ciclos térmicos fruto da deposição (31, 91, 95), mais próxima da encontrada após o tratamento de têmpera e duplo revenimento (TT) que da condição CR do aço convencional (recozida). Além disso, a redução dos valores de tenacidade ao impacto em MA CF, MA TT e Convencional TT, se comparadas à Convencional CR, está condizente com o fato de que a tenacidade é afetada negativamente por tensões internas, reaquecimentos rápidos e concentradores de tensão (44), fatores esses presentes nas amostras mencionadas, sujeitas ao tratamento de têmpera e revenimento (com resfriamento rápido na têmpera, presença de carbonetos) ou à fabricação por MA (na qual ocorre solidificação rápida, e revenimento, relacionado aos IHT, bem como reaquecimentos e presença de concentradores de tensão como poros se fazem presentes).

Desta forma, observou-se que produtos finais de MA tratados termicamente segundo a têmpera e o duplo revenimento (TT) apresentaram dureza e tenacidade ao impacto semelhantes às do aço convencional (47,74 HRC e 16 J/cm² para MA; 47,46 HRC e 13,33 J/cm² para o H13 convencional).

5 CONCLUSÕES

O aço H13 produzido convencionalmente, na condição "como recebido" (CR), apresentou-se no no estado recozido, dotado de matriz ferrítica com carbonetos dos EL coalescidos e em rede. Por sua vez, os tratamentos térmicos levaram tal material a apresentar uma matriz de martensita revenida/ferrita contendo carbonetos dispersos precipitados, na condição "tratado termicamente" (TT), sem evidências da presença de austenita retida.

Em termos de propriedades mecânicas dureza (macro e micro) e tenacidade ao impacto Charpy observou-se a passagem de valores médios da condição CR para TT, respectivamente de 14,5 HRC, 244,2 μHV e 49,32 J/mm^2 para 51,11 HRC, 534,57 μHV e 13,32 J/mm^2 , evidenciando um aumento de resistência mecânica, com perda de tenacidade, mas mantendo níveis aceitáveis e esperados. Desta forma, validou-se a utilização da têmpera com meio de resfriamento óleo e os parâmetros obtidos da Norma NADCA.

Quanto à caracterização do pó metálico atomizado em água nacionalmente pela primeira vez em empresa brasileira, foi obtido material na granulometria desejada ((53 μm a 150 μm)), compatível com o observado na literatura para processamento via L-DED. Quanto à composição química, não houve perda de elementos de liga ou modificação durante o processo de atomização que viesse a modificar a CQ do aço H13.

Ademais, os pós apresentaram morfologia relativamente irregular, em comparação com partículas predominantemente esféricas originárias de atomização a gás ou plasma, sem que isso tenha comprometido o fluxo de alimentação na deposição das amostras.

Por sua vez, no estudo reológico, verificou-se boa escoabilidade, com resultados permitindo classificar o pó em estudo na categoria "escoamento livre", equivalente a de outros pós metálicos atomizados a gás ou a plasma observados na literatura. Também não foram identificados sinais de aglomeração decorrentes de armazenamento e o pó de H13 apresentou um nível de coesividade adequado, ligeiramente superior ao esperado de pós com forma esférica (atomizados a gás).

Desta forma, o pó de H13 atomizado em água se mostrou adequado e apto a um bom carreamento por gás, observado na alimentação do processo de L-DED.

Tratando das deposições por L-DED, evoluiu-se satisfatoriamente da fabricação de trilhas isoladas para áreas com camadas superpostas e chegando-se à fabricação de amostras volumétricas com níveis adequados de densificação, apesar da presença de porosidade por gases e evidência da vaporização de elementos de liga do aço H13, sem que isto tenha comprometido as propriedades mecânicas avaliadas neste trabalho.

Na condição "como fabricadas" (CF), apresentaram microestrutura com padrão celular/dendrítico, acompanhado da segregação de EL do aço H13 nas regiões interdendríticas, sendo identificada a presença de martensita temperada, martensita revenida, bem como austenita retida e carbonetos precipitados, em um padrão de significativa heterogeneidade microestrutural.

Na realização de tratamentos térmicos posteriores à fabricação, avaliou-se o revenimento direto após a deposição, o qual suavizou o aspecto bruto de solidificação e desfez a estrutura celular/dendrítica, entretanto manteve notáveis a distinção entre camadas depositadas e a presença de EL em redes nas posições em que haviam segregado anteriormente, mostrando-se insuficiente para dissolução destas regiões e para efetiva homogeneização da amostra. Já o tratamento térmico completo (têmpera e duplo revenimento) permitiu significativa transformação do padrão microestrutural da condição CF, promovendo a precipitação de carbonetos secundários (finos e dispersos) em matriz martensítica revenida, sem indícios da presença de austenita retida, levando a uma adequada homogeneização microestrutural, após a fabricação por L-DED.

Assim, conseguiu-se, na condição "tratada termicamente" (TT), um produto gerado por MA com microestrutura martensítica revenida com carbonetos dos EL do aço H13 precipitados, da mesma forma que o obtido com o aço convencional estudado nesta pesquisa, submetido aos mesmos tratamentos, apesar de ter sido identificada maior fração de carbonetos dispersos neste último material.

Em termos de propriedades mecânicas, amostras depositadas por L-DED na condição TT apresentaram valores de dureza 47,74 HRC e tenacidade ao impacto Charpy de 16 J/cm², praticamente os mesmos obtidos com o aço convencional H13 Villares (47,46 HRC e 13,33 J/cm²).

Conclui-se, assim, que foi possível depositar adequadamente produtos de MA com a técnica L-DED e uso de pó de aço H13 atomizado em água nacionalmente, tendo sido obtidos níveis similares aos conseguidos com aço H13 convencional, em termos de microestrutura e propriedades mecânicas dureza e tenacidade ao impacto Charpy, após a aplicação do pós-processamento de têmpera e duplo revenimento.

Ademais, fruto do estudo e das experiências obtidas ao longo desta pesquisa, verificou-se que a MA tem grande potencial para a fabricação de ferramentas, ao permitir a construção de formas e canais de refrigeração complexos. Por sua vez, verificou-se que a construção de peças com a técnica L-DED traz consigo desafios significativos, sinalizando maior aptidão desta para recuperação e recondicionamento de ferramentas ou mesmo a aplicação de materiais mais nobres sobre núcleos de menor valor. Desta forma, infere-se que a construção de ferramentas integralmente pode ser melhor realizada via técnicas de MADA e PBF.

6 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

Visualizam-se como trabalhos futuros possíveis:

- Realizar novas deposições, com novo conjunto de parâmetros, alterando-os durante a deposição de volumes, de forma a limitar a densidade de energia aplicada (sem prejudicar a densificação) e tentar mitigar a ocorrência de vaporização de elementos de liga, haja vista a modificação das propriedades físicas da porção que recebe o depósito, à medida que o empilhamento de camadas se desenvolve;
- Realizar testes com estratégias de varredura diferenciadas;
- Avaliar possibilidade e planejar utilização de substratos de mesmas dimensões (preferencialmente espesso, para suportar tensões térmicas e facilitar escoamento de calor) ao testar novos conjuntos de parâmetros;
- Construção de amostra com paredes finas/empilhamento de trilhas superpostas; construção de paredes curvas; construção de blocos com canais internos; e fabricação de peças/ferramentas, mesmo que em tamanho reduzido, para avaliação da eficiência dos canais de refrigeração;
- Fabricação de peças com geometria compatível com ferramental real utilizado na IMBEL/FJF para forjamento de granadas, permitindo teste prático;
- Realização de recobrimento (*cladding*) em peças/ferramentas para testes práticos na IMBEL/FJF;
- Incorporar sistemas de monitoramento *in-situ* no equipamento de deposição e relacionar resultados do monitoramento (temperatura da peça, tamanho da poça de fusão) com o ajuste dos parâmetros produtivos (potência do laser, velocidade de varredura, taxa de alimentação de pó);
- Submissão de amostras depositadas por MA a novas rotas de tratamento térmico. Uma delas deveria iniciar com um recozimento para homogeneização inicial, seguido da têmpera e duplo revenimento, de forma a comparar a efetividade de homogeneização de propriedades e microestrutura deste tratamento em relação à condição "como fabricada" e submetida aos tratamentos apresentados no presente trabalho;
- Expansão do estudo de propriedades mecânicas, com a fabricação de maior quantidade de exemplares de material depositado por MA e realização de ensaios como tração, apesar de os resultados de tração serem esperados como intimamente correlacionados ao comportamento observado em dureza (88);
- Realizar deposições com pó de aço H13 atomizado a gás e comparar com resultados

obtidos com pó atomizado em água;

- Realizar ensaios de fadiga (mecânica), fadiga térmica, fluência, tenacidade à fratura, dentre outros, relacionando-os com as características do material depositado (presença de porosidades, microestrutura heterogênea);

- Caracterizar a evolução da austenita (retida) com apoio de análises como MEV/EBSD;

- Investigar a presença de poros e gases nas partículas de pó, bem como sua densidade *skeletal* por picnometria a gás, de forma a quantificar a contribuição de defeitos do pó na formação de porosidades nas peças depositadas;

- Investigar a presença de poros em amostras depositadas utilizando técnica de picnometria a gás, de forma a buscar a identificação da presença de possíveis poros de tamanho menor não verificados pelo ensaio de Arquimedes com meio de imersão água;

- Utilizar como matéria-prima pó metálico de composição química modificada ou acrescido de aditivos (ex: negro de fumo) e avaliar a resposta destas condições aos parâmetros de deposição selecionados, aproveitando as possibilidades de L-DED quanto à mistura de pós, com o objetivo de incrementar a escoabilidade, bem como aumentar absortividade de energia, de forma a permitir uso de menores densidades de energia e mitigar vaporização de EL e porosidade.

- Avaliar comportamento de pós distintos quanto à sua taxa de escoamento e parâmetros necessários para sua deposição, bem como quanto à geometria do cone formado em sua alimentação, o qual deve estar canalizado para o ponto focal do laser;

- Avaliar evolução de tensões residuais nas condições CF e submetidas a pós-processamento, bem como a presença e evolução de textura cristalográfica, em decorrência do processo de solidificação da deposição;

- Realizar comparações com deposições via outras tecnologias de MA (ex.: PBF).

REFERÊNCIAS

- 1 EROMINAS. *Ferramentaria: tudo o que você precisa saber sobre isso*. 2019. 20 Jun 2023. Disponível em: <<https://www.erominas.com.br/usinagem/ferramentaria-tudo-o-que-voce-precisa-saber-sobre-isso>>.
- 2 SILVA, A. L. d. C.; MEI, P. R. Aços e ligas especiais. *Edgar Blücher/Villares Metals: Sao Paulo, Brazil*, v. 120, p. 220–221, 1988.
- 3 UDDEHOLM. *Aços para trabalho a quente*. 2023. 20 Jun 2023. Disponível em: <<https://www.uddeholm.com/brazil/pt-br/product-category/aco-ferramenta-para-trabalho-quente/>>.
- 4 NOBRE, A. *Trabalho a quente para aços*. 2023. 20 Jun 2023. Disponível em: <<https://acosnobre.com.br/blog/trabalho-a-quente/>>.
- 5 GERDAU. *Catálogo de Produtos*. [S.l.], 2022. 1 p. Disponível em: <<https://www.ggdmets.com.br/produto/AISI-h13/>>.
- 6 IMBEL. *Fábrica de Juiz de Fora (FJF)*. 2023. 20 Jun 2023. Disponível em: <<https://www.imbel.gov.br/institucional/quem-somos/nossas-unidades>>.
- 7 IMBEL. *Aniversário da FJF*. 2022. 05 Ago 2022. Disponível em: <<https://www.imbel.gov.br/index.php/noticias-imbel/fabrica-de-juiz-de-fora-fjf>>.
- 8 IMBEL. *IMBEL entrega Mun 155 mm M107 totalmente nacionalizada ao EB*. 2022. 01 Ago 2023. Disponível em: <<https://www.imbel.gov.br/index.php/noticias-imbel/fabrica-de-juiz-de-fora-fjf>>.
- 9 SVETLIZKY, D.; DAS, M.; ZHENG, B.; VYATSKIKH, A. L.; BOSE, S.; BANDYOPADHYAY, A.; SCHOENUNG, J. M.; LAVERNIA, E. J.; ELIAZ, N. Directed energy deposition (ded) additive manufacturing: Physical characteristics, defects, challenges and applications. *Materials Today*, Elsevier, v. 49, p. 271–295, 2021.
- 10 MANYIKA, J.; CHUI, M.; BUGHIN, J.; DOBBS, R.; BISSON, P.; MARRS, A. *Disruptive technologies: Advances that will transform life, business, and the global economy*. [S.l.]: McKinsey global institute San Francisco, CA, 2013. v. 180.
- 11 ZHAO, X.; LV, Y.; DONG, S.; YAN, S.; HE, P.; LIU, X.; LIU, Y.; LIN, T.; XU, B. The effect of thermal cycling on direct laser-deposited gradient h13 tool steel: Microstructure evolution, nanoprecipitation behaviour, and mechanical properties. *Materials Today Communications*, Elsevier, v. 25, p. 101390, 2020.
- 12 TANVIR, A. N. M.; AHSAN, M. R.; SEO, G.; BATES, B.; LEE, C.; LIAW, P. K.; NOAKES, M.; NYCZ, A.; JI, C.; KIM, D. B. Phase stability and mechanical properties of wire + arc additively manufactured h13 tool steel at elevated temperatures. *Journal of Materials Science & Technology*, Elsevier, v. 67, p. 80–94, 2021.
- 13 ATZENI, E.; SALMI, A. Economics of additive manufacturing for end-usable metal parts. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Springer, v. 62, p. 1147–1155, 2012.

- 14 CHADHA, K.; TIAN, Y.; NYAMUCHIWA, K.; SPRAY, J.; JR, C. A. Austenite transformation during deformation of additively manufactured h13 tool steel. *Materials Today Communications*, Elsevier, v. 33, p. 104332, 2022.
- 15 PARITALA, P. K.; MANCHIKATLA, S.; YARLAGADDA, P. K. Digital manufacturing-applications past, current, and future trends. *Procedia engineering*, Elsevier, v. 174, p. 982–991, 2017.
- 16 BOHLEN, A.; FREISSE, H.; HUNKEL, M.; VOLLERTSEN, F. Additive manufacturing of tool steel by laser metal deposition. *Procedia Cirp*, Elsevier, v. 74, p. 192–195, 2018.
- 17 CHANTZIS, D.; LIU, X.; POLITIS, D. J.; FAKIR, O. E.; CHUA, T. Y.; SHI, Z.; WANG, L. Review on additive manufacturing of tooling for hot stamping. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Springer, v. 109, p. 87–107, 2020.
- 18 CORTINA, M.; ARRIZUBIETA, J. I.; CALLEJA, A.; UKAR, E.; ALBERDI, A. Case study to illustrate the potential of conformal cooling channels for hot stamping dies manufactured using hybrid process of laser metal deposition (lmd) and milling. *Metals*, MDPI, v. 8, n. 2, p. 102, 2018.
- 19 XIE, J.; RAOELISON, R. N.; KANG, N.; MAZERAN, P.-E.; RACHIK, M. Study on the in situ strengthening and toughening mechanism of h13 tool steel/wc-12co composite using laser-based directed energy deposition. *Composites Part B: Engineering*, Elsevier, v. 266, p. 111011, 2023.
- 20 MAZUR, M.; BRINCAT, P.; LEARY, M.; BRANDT, M. Numerical and experimental evaluation of a conformally cooled h13 steel injection mould manufactured with selective laser melting. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Springer, v. 93, p. 881–900, 2017.
- 21 FONSECA, E. B.; GABRIEL, A. H.; ARAÚJO, L. C.; SANTOS, P. L.; CAMPO, K. N.; LOPES, E. S. Assessment of laser power and scan speed influence on microstructural features and consolidation of aisi h13 tool steel processed by additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 34, p. 101250, 2020.
- 22 ALIMOV, A.; SVIRIDOV, A.; SYDOW, B.; JENSCH, F.; HÄRTEL, S. Additive manufacturing of hot-forming dies using laser powder bed fusion and wire arc direct energy deposition technologies. *Metals*, MDPI, v. 13, n. 11, p. 1842, 2023.
- 23 JOSHI, S. S.; SHARMA, S.; MAZUMDER, S.; PANTAWANE, M. V.; DAHOTRE, N. B. Solidification and microstructure evolution in additively manufactured h13 steel via directed energy deposition: Integrated experimental and computational approach. *Journal of Manufacturing Processes*, Elsevier, v. 68, p. 852–866, 2021.
- 24 DU, X.; LIU, X.; SHEN, Y.; LIU, R.; WEI, Y. H13 tool steel fabricated by wire arc additive manufacturing: Solidification mode, microstructure evolution mechanism and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 883, p. 145536, 2023.
- 25 TELASANG, G.; MAJUMDAR, J. D.; WASEKAR, N.; PADMANABHAM, G.; MANNA, I. Microstructure and mechanical properties of laser clad and post-cladding

- tempered aisi h13 tool steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Springer, v. 46, p. 2309–2321, 2015.
- 26 XIE, J.; RAOELISON, R. N.; DI, R.; LIU, Y.; LI, J.; RACHIK, M. Laser remelting of aisi h13 tool steel: influence of cooling rate on the surface properties. *Surface Topography: Metrology and Properties*, IOP Publishing, v. 10, n. 4, p. 044003, 2022.
- 27 DEVINE, R.; CULLEN, C.; FOSTER, J.; KULAKOV, M.; MACFADDEN, C.; FITZPATRICK, S. Remanufacture of hot forging dies by lmd-p using a cobalt based hard-facing alloy. *BHM Berg-und Hüttenmännische Monatshefte*, Springer, v. 166, n. 5, p. 243–249, 2021.
- 28 BENNETT, J.; GARCIA, D.; KENDRICK, M.; HARTMAN, T.; HYATT, G.; EH-MANN, K.; YOU, F.; CAO, J. Repairing automotive dies with directed energy deposition: industrial application and life cycle analysis. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, American Society of Mechanical Engineers, v. 141, n. 2, p. 021019, 2019.
- 29 SORGATO, M.; BERTOLINI, R.; GHIOTTI, A.; BRUSCHI, S. Tool wear assessment when drilling aisi h13 tool steel multilayered claddings. *Wear*, Elsevier, v. 524, p. 204853, 2023.
- 30 3DLAB, S. e. I. D. *Manufatura aditiva: saiba o que é e o que ela representa*. 2019. 21 Jun 2023. Disponível em: <<https://3dlab.com.br/o-que-e-manufatura-aditiva/>>.
- 31 SILVEIRA, A. C. d. F.; BELKACEMI, L. T.; CASTRO, P. J. de; SCHOWALTER, M.; FECHTE-HEINEN, R.; EPP, J. Effect of intrinsic heat treatment on the precipitate formation of x40crmov5–1 tool steel during laser-directed energy deposition: A coupled study of atom probe tomography and in situ synchrotron x-ray diffraction. *Acta Materialia*, Elsevier, v. 283, p. 120488, 2025.
- 32 FERNANDES, V. K.; MARTENDAL, C. P. *Manufatura aditiva de metais/Impressão 3D com metais*. 2018. 21 Jun 2023. Disponível em: <<https://engenheirodemateriais.com.br/2018/06/21/manufatura-aditiva-de-metais-impressao-3d-com-metais/>>.
- 33 ADDITIVE, G. *New manufacturing milestone: 30,000 additive fuel nozzles*. 2018. 21 Jun 2023. Disponível em: <<https://www.ge.com/additive/stories/new-manufacturing-milestone-30000-additive-fuel-nozzles>>.
- 34 OFNER, N.; BODNER, S. C.; KUNNAS, P.; ASCI, A.; KUTLEŠA, K.; STARK, A.; HÖBENREICH, P.; AUMAYR, C.; WU, L.; TURK, C. et al. Influence of increasing chromium content on additively manufactured tool steels: microstructural and mechanical evolution before and after heat treatment. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, 2024.
- 35 VILLARES. *Metal additive manufacturing report 2024*. [S.l.], 2024. 15 p. Disponível em: <<https://ampower.eu/reports/>>.
- 36 IMBEL. *Catálogo de Produtos*. Brasília, 2019. 71 p. Disponível em: <<https://www.imbel.gov.br/phocadownload/produtos/catalogo-de-produtos-imbel-2018.pdf>>.
- 37 EXÉRCITO, M. do. *Munição de Armamento Pesado - Tradução Provisória do Artillery Ammunition TM 9-1300-203*. Brasília, 1977. 216 p.

- 38 BOLAND, K. *155 mm Artillery Platform Projectile Fallback Sensor*. EUA, 2019. 10 p.
- 39 ARMY, U. *Engineering Design Handbook: Ammunition Series, Section 6, Manufacture of Metallic Components of Artillery Ammunition*. USA, 1964. 57 p.
- 40 RESEARCH, D. U. A. A.; CENTER, E. *Military Handbook: Manufacture of Projectiles, Projectile Components, and Cartridge Cases for Artillery, Tank Main Armament, and Mortars*. USA, 1991. 147 p.
- 41 BHADESHIA, H.; HONEYCOMBE, R. Steels. *Microstructure and Properties*, v. 344, 2006.
- 42 CHIAVERINI, V. *Tratamentos térmicos das ligas metálicas*. [S.l.]: ABM, 2003.
- 43 COLPAERT, H.; COSTA, A. L. V. da et al. *Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns*. [S.l.]: Editora Blucher, 2008.
- 44 CHIAVERINI, V. Aços e ferros fundidos. 6ª edição. *São Paulo, SP*, 1988.
- 45 ASSOCIACIÓN MERCOSUR DE NORMALIZACIÓN. *NM 122-1: Aços ferramentas - parte 1: Classificação, designação e composição química*. [S.l.], 2004. 4 p.
- 46 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *ABNT NBR NM 122-1: Aços ferramentas - parte 1: Classificação, designação e composição química*. [S.l.], 2005. 4 p.
- 47 KANG, M.; PARK, G.; JUNG, J.-G.; KIM, B.-H.; LEE, Y.-K. The effects of annealing temperature and cooling rate on carbide precipitation behavior in h13 hot-work tool steel. *Journal of alloys and compounds*, Elsevier, v. 627, p. 359–366, 2015.
- 48 BRAGA, V.; SIQUEIRA, R.; ATILIO, I.; MANSUR, R.; VIEIRA, D.; CHEN, D.; LIMA, M. Microstructural and mechanical aspects of laser metal deposited h13 powder for die repair. *Materials Today Communications*, Elsevier, v. 29, p. 102945, 2021.
- 49 VILLARES. *Catálogo de Produtos*. [S.l.], 2006. 2 p. Disponível em: <<https://www.villaresmetals.com.br/pt/Produtos/Acos-Ferramenta/Trabalho-a- quente/VH13ISO>>.
- 50 STEELS, I. E.; ALLOYS. *Data Sheet - H13 Tool Steel (X40CrMoV5-1)*. [S.l.], 2023. 2 p. Disponível em: <http://www.interlloy.com.au/data_sheets/tool_steel/h13.html>.
- 51 ROBERTS, G. A.; KENNEDY, R.; KRAUSS, G. *Tool steels*. [S.l.]: ASM international, 1985.
- 52 PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E.; SHERIF, M. Y. *Phase transformations in metals and alloys*. [S.l.]: CRC press, 2008.
- 53 ASM International. *ASM Handbook, Volume 15: Casting*. Materials Park, OH: ASM International, 2008. Comprehensive guide to casting and solidification. ISBN 978-0871700070. Disponível em: <<https://www.asminternational.org/materials-resources/handbooks>>.
- 54 XIE, Y.; CHENG, G.; MENG, X.; CHEN, L.; ZHANG, Y. Precipitation behavior of primary precipitates in ti-microalloyed h13 tool steel. *ISIJ International*, The Iron and Steel Institute of Japan, v. 56, n. 11, p. 1996–2005, 2016.

- 55 ZHU, H.; LI, H.; HE, Z.; FENG, H.; JIANG, Z.; HE, T. Effect of pressure on dendrite structure and characteristics of carbides during solidification process of h13 die steel ingot. *ISIJ International*, The Iron and Steel Institute of Japan, v. 61, n. 6, p. 1889–1898, 2021.
- 56 LI, T.-s.; WANG, F.-m.; LI, C.-r.; ZHANG, G.-q.; MENG, Q.-y. Carbide evolution in high molybdenum nb-microalloyed h13 steel during annealing process. *Journal of Iron and Steel Research International*, Springer, v. 22, n. 4, p. 330–336, 2015.
- 57 DELAGNES, D.; LAMESLE, P.; MATHON, M.; MEBARKI, N.; LEVAILLANT, C. Influence of silicon content on the precipitation of secondary carbides and fatigue properties of a 5% cr tempered martensitic steel. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 394, n. 1-2, p. 435–444, 2005.
- 58 SOUKI, I.; DELAGNES, D.; LOURS, P. Influence of heat treatment on the fracture toughness and crack propagation in 5% cr martensitic steel. *Procedia Engineering*, Elsevier, v. 10, p. 631–637, 2011.
- 59 DOBRZAŃSKI, L.; MAZURKIEWICZ, J.; HAJDUCZEK, E. Effect of thermal treatment on structure of newly developed 47crmo9vticexr16-26-8 hot-work tool steel. *Journal of Materials Processing Technology*, Elsevier, v. 157, p. 472–484, 2004.
- 60 MONFERRATO, S. em Ferro e A. *Tabela comparativa entre as principais medidas de dureza em metais*. 2024. 31 dez. 2024. Disponível em: <<https://monferrato.com.br/comparacao-entre-dureza-dos-metais/>>.
- 61 GUANGHUA, Y.; XINMIN, H.; YANQING, W.; XINGGUO, Q.; MING, Y.; ZUO-MING, C.; KANG, J. Effects of heat treatment on mechanical properties of h13 steel. *Metal Science and Heat Treatment*, Springer, v. 52, p. 393–395, 2010.
- 62 ESER, A.; BROECKMANN, C.; SIMSIR, C. Multiscale modeling of tempering of aisi h13 hot-work tool steel–part 1: Prediction of microstructure evolution and coupling with mechanical properties. *Computational Materials Science*, Elsevier, v. 113, p. 280–291, 2016.
- 63 JR, W. D. C. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. 589 p. [S.l.]: John Wiley & Sons, Inc, 2008.
- 64 STEEL, S. Q. D. Heat treatment acceptance criteria for die casting dies, publication number 229. *North American Die Casting Association*, Arlington Heights, IL, 2006.
- 65 KORECKI, M.; OLEJNIK, J.; KULA, P.; WOOWIEC, E. Best practice in heat treatment of large dies made of hot work tool steels. *Proceedings - European Conference on Heat Treatment and 21st IFHTSE Congress*, p. 227–235, 01 2014.
- 66 GROUP, S. *Catálogo de Produtos*. [S.l.], 2016. 4 p. Disponível em: <<https://steelselector.sij.si/steels/UTOPMO2.html>>.
- 67 NING, A.; LIU, Y.; GAO, R.; YUE, S.; WANG, M.; GUO, H. Effect of tempering condition on microstructure, mechanical properties and precipitates in aisi h13 steel. *JOM*, Springer, v. 73, n. 7, p. 2194–2202, 2021.

- 68 PRUDENTE, W.; LINS, J. F. C.; SIQUEIRA, R.; MENDES, P.; PEREIRA, R. Microstructural evolution under tempering heat treatment in aisi h13 hot-work tool steel. *Int. J. Eng. Res. Appl.*, v. 7, n. 4, p. 67–71, 2017.
- 69 FONSECA, E. B.; ESCOBAR, J. D.; GABRIEL, A. H.; RIBAMAR, G. G.; BOLL, T.; LOPES, E. S. Tempering of an additively manufactured microsegregated hot-work tool steel: A high-temperature synchrotron x-ray diffraction study. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 55, p. 102812, 2022.
- 70 BABU, S. S.; SPECHT, E. D.; DAVID, S. A.; KARAPETROVA, E.; ZSCHACK, P.; PEET, M.; BHADESHIA, H. In-situ observations of lattice parameter fluctuations in austenite and transformation to bainite. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Springer, v. 36, p. 3281–3289, 2005.
- 71 TONG, X.; DAI, M.-j.; ZHANG, Z.-h. Thermal fatigue resistance of h13 steel treated by selective laser surface melting and crni alloying. *Applied Surface Science*, Elsevier, v. 271, p. 373–380, 2013.
- 72 KONESHLOU, M.; ASL, K. M.; KHOMAMIZADEH, F. Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical and wear behaviors of aisi h13 hot work tool steel. *Cryogenics*, Elsevier, v. 51, n. 1, p. 55–61, 2011.
- 73 VOLPATO, N.; CARVALHO, J. d. Introdução à manufatura aditiva ou impressão 3d. In: _____. *Manufatura Aditiva: tecnologias e aplicações da impressão 3D*. [S.l.: s.n.], 2017. p. 15–29.
- 74 PELLIZZARI, M.; ZHAO, Z.; BOSETTI, P.; PERINI, M. Optimizing direct laser metal deposition of h13 cladding on cube alloy substrate. *Surface and Coatings Technology*, Elsevier, v. 432, p. 128084, 2022.
- 75 ROSOCHOWSKI, A.; MATUSZAK, A. Rapid tooling: the state of the art. *Journal of materials processing technology*, Elsevier, v. 106, n. 1-3, p. 191–198, 2000.
- 76 ISO, A. Iso/astm 52900: 2015 additive manufacturing—general principles—terminology. *ASTM F2792-10e1*, v. 1, p. 1–19, 2015.
- 77 POPOVICH, A.; SUFIAROV, V. Metal powder additive manufacturing. In: *New trends in 3D printing*. [S.l.]: IntechOpen, 2016.
- 78 MERTENS, R.; VRANCKEN, B.; HOLMSTOCK, N.; KINDS, Y.; KRUTH, J.-P.; HUMBEECK, J. V. Influence of powder bed preheating on microstructure and mechanical properties of h13 tool steel slm parts. *Physics Procedia*, Elsevier, v. 83, p. 882–890, 2016.
- 79 DEIRMINA, F.; PEGHINI, N.; ALMANGOUR, B.; GRZESIAK, D.; PELLIZZARI, M. Heat treatment and properties of a hot work tool steel fabricated by additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 753, p. 109–121, 2019.
- 80 DŽUGAN, J.; HALMEŠOVÁ, K.; ACKERMANN, M.; KOUKOLÍKOVÁ, M.; TROJANOVÁ, Z. Thermo-physical properties investigation in relation to deposition orientation for slm deposited h13 steel. *Thermochimica Acta*, Elsevier, v. 683, p. 178479, 2020.

- 81 HE, Y.; ZHONG, M.; BEUTH, J.; WEBLER, B. A study of microstructure and cracking behavior of h13 tool steel produced by laser powder bed fusion using single-tracks, multi-track pads, and 3d cubes. *Journal of Materials Processing Technology*, Elsevier, v. 286, p. 116802, 2020.
- 82 PELLIZZARI, M.; ALMANGOUR, B.; BENEDETTI, M.; FURLANI, S.; GRZESIAK, D.; DEIRMINA, F. Effects of building direction and defect sensitivity on the fatigue behavior of additively manufactured h13 tool steel. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, Elsevier, v. 108, p. 102634, 2020.
- 83 CHELONI, J. P.; FONSECA, E. B.; GABRIEL, A. H.; LOPES, E. S. The transient temperature field and microstructural evolution of additively manufactured aisi h13 steel supported by finite element analysis. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 19, p. 4583–4597, 2022.
- 84 YUAN, M.; CAO, Y.; KARAMCHEDU, S.; HOSSEINI, S.; YAO, Y.; BERGLUND, J.; LIU, L.; NYBORG, L. Characteristics of a modified h13 hot-work tool steel fabricated by means of laser beam powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 831, p. 142322, 2022.
- 85 FERREIRA, D. F.; VIEIRA, J. S.; RODRIGUES, S.; MIRANDA, G.; OLIVEIRA, F. J.; OLIVEIRA, J. M. Dry sliding wear and mechanical behaviour of selective laser melting processed 18ni300 and h13 steels for moulds. *Wear*, Elsevier, v. 488, p. 204179, 2022.
- 86 HUANG, G.; WEI, K.; ZENG, X. Microstructure and mechanical properties of h13 tool steel fabricated by high power laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 858, p. 144154, 2022.
- 87 HAN, L.; WANG, Y.; LIU, S.; ZHANG, Z.; SONG, X.; LI, Y.; LIU, W.; YANG, Z.; MU, M. Effect of cryogenic treatment on the microstructure and mechanical properties of selected laser melted h13 steel. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 21, p. 5056–5065, 2022.
- 88 SUN, Y.; WANG, J.; LI, M.; WANG, Y.; LI, C.; DAI, T.; HAO, M.; DING, H. Thermal and mechanical properties of selective laser melted and heat treated h13 hot work tool steel. *Materials & Design*, Elsevier, v. 224, p. 111295, 2022.
- 89 WANG, J.; WANG, S.; WU, W.; WANG, D.; ZHAO, J.; YANG, Z.; CHEN, H. Achieving ultrahigh yield strength and decent toughness in an in-situ alloyed h13 steel via laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing*, Elsevier, p. 104169, 2024.
- 90 LI, S.; YANG, S.; ZHAO, Y.; DONG, Y.; WANG, Z. 2 gpa h13 steels fabricated by laser powder bed fusion and tempering: Microstructure, tensile property and strengthening mechanism. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 888, p. 145803, 2023.
- 91 AMIRABDOLLAHIAN, S.; DEIRMINA, F.; PELLIZZARI, M.; BOSETTI, P.; MOLINARI, A. Tempering behavior of a direct laser deposited hot work tool steel: Influence of quenching on secondary hardening and microstructure. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 814, p. 141126, 2021.

- 92 HODGIR, R.; SINGH, R. K.; MUJUMDAR, S. Experimental investigation of laser remelting in directed energy deposition (ded) of cpm-9v. *Manufacturing Letters*, Elsevier, v. 35, p. 701–706, 2023.
- 93 BIDARE, P.; JIMÉNEZ, A.; ABDELKHALEK, S. M.; KHALED, I.; HASSAN, A.; ABDALLAH, R.; ESSA, K. Hybrid additive manufacturing of aisi h13 through interlayer machining and laser re-melting. *Materials Today Communications*, Elsevier, v. 37, p. 107042, 2023.
- 94 HENTSCHEL, O.; KRAKHMALEV, P.; FREDRIKSSON, G.; OLSÈN, J.; SELTE, A.; SCHMIDT, M. Influence of the in-situ heat treatment during manufacturing on the microstructure and properties of ded-lb/m manufactured maraging tool steel. *Journal of Materials Processing Technology*, Elsevier, v. 315, p. 117928, 2023.
- 95 DU, X.; WEI, Y.; LIU, X.; ZHAO, W.; LIU, R. Heat treatment routes and strengthening mechanism of h13 steel hybrid components produced by forging and additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, p. 147762, 2024.
- 96 MUKHERJEE, M. Significance of defocussing distance in laser based directed energy deposition of steel powders: Effect on clad geometrical characteristics and process parameter maps. *Optics and Lasers in Engineering*, Elsevier, v. 184, p. 108618, 2025.
- 97 ÅSBERG, M.; FREDRIKSSON, G.; HATAMI, S.; FREDRIKSSON, W.; KRAKHMALEV, P. Influence of post treatment on microstructure, porosity and mechanical properties of additive manufactured h13 tool steel. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 742, p. 584–589, 2019.
- 98 GREER, C.; NYCZ, A.; NOAKES, M.; RICHARDSON, B.; POST, B.; KURFESS, T.; LOVE, L. Introduction to the design rules for metal big area additive manufacturing. *Additive manufacturing*, Elsevier, v. 27, p. 159–166, 2019.
- 99 YANG, X.; LAI, Y.; ZHANG, Z.; ZHANG, T.; YAO, X.; SONG, F.; HOU, Y.; QI, H.; TANG, H. Microstructure evolution and mechanical properties of h13 steel produced by selective electron beam melting. *Materials Characterization*, Elsevier, p. 113053, 2023.
- 100 SYED, W. U. H.; PINKERTON, A. J.; LI, L. A comparative study of wire feeding and powder feeding in direct diode laser deposition for rapid prototyping. *Applied surface science*, Elsevier, v. 247, n. 1-4, p. 268–276, 2005.
- 101 DEBROY, T.; WEI, H.; ZUBACK, J.; MUKHERJEE, T.; ELMER, J.; MILEWSKI, J.; BEESE, A. M.; WILSON-HEID, A. d.; DE, A.; ZHANG, W. Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties. *Progress in Materials Science*, Elsevier, v. 92, p. 112–224, 2018.
- 102 LIMA, M. S. F. de. Processo de am por adição de lâminas, por deposição com energia direcionada e híbridos. In: _____. *Manufatura Aditiva: tecnologias e aplicações da impressão 3D*. [S.l.: s.n.], 2017. p. 271–292.
- 103 GROARKE, R.; DANILENKOFF, C.; KARAM, S.; MCCARTHY, E.; MICHEL, B.; MUSSATTO, A.; SLOANE, J.; O'NEILL, A.; RAGHAVENDRA, R.; BRABAZON, D. 316l stainless steel powders for additive manufacturing: relationships of powder rheology, size, size distribution to part properties. *Materials*, MDPI, v. 13, n. 23, p. 5537, 2020.

- 104 ELIAZ, N.; FOUCKS, N.; GEVA, D.; OREN, S.; SHRIKI, N.; VAKNIN, D.; FISHMAN, D.; LEVI, O. Comparative quality control of titanium alloy ti-6al-4v, 17-4 ph stainless steel, and aluminum alloy 4047 either manufactured or repaired by laser engineered net shaping (lens). *Materials*, MDPI, v. 13, n. 18, p. 4171, 2020.
- 105 GRIFFITH, M.; SCHLIENGER, M.; HARWELL, L.; OLIVER, M.; BALDWIN, M.; ENSZ, M.; ESSIEN, M.; BROOKS, J.; ROBINO, C.; SMUGERESKY, e. J. et al. Understanding thermal behavior in the lens process. *Materials & design*, Elsevier, v. 20, n. 2-3, p. 107-113, 1999.
- 106 WANG, C.-j.; LIU, T.; ZHU, P.; LU, Y.; SHOJI, T. Study on microstructure and tensile properties of 316l stainless steel fabricated by cmt wire and arc additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 796, p. 140006, 2020.
- 107 YAN, J.; SONG, H.; DONG, Y.; QUACH, W.-M.; YAN, M. High strength (~ 2000 mpa) or highly ductile (~ 11%) additively manufactured h13 by tempering at different conditions. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 773, p. 138845, 2020.
- 108 TAN, Q.; YIN, Y.; WANG, F.; CHANG, H.; LIU, S.; LIANG, G.; WU, T.; ZHANG, M.-X. Rationalization of brittleness and anisotropic mechanical properties of h13 steel fabricated by selective laser melting. *Scripta Materialia*, Elsevier, v. 214, p. 114645, 2022.
- 109 NARVAN, M.; GHASEMI, A.; FERREIDUNI, E.; ELBESTAWI, M. Laser powder bed fusion of functionally graded bi-materials: Role of vc on functionalizing aisi h13 tool steel. *Materials & Design*, Elsevier, v. 201, p. 109503, 2021.
- 110 YEHOOROV, Y. et al. Exploring solutions to mitigate unidirectional grain growth and to set operational envelop for wire+ arc additive manufacturing of aluminium alloys. Universidade Federal de Uberlândia, 2018.
- 111 BAJAJ, P.; HARIHARAN, A.; KINI, A.; KÜRNSTEINER, P.; RAABE, D.; JÄGLE, E. A. Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 772, p. 138633, 2020.
- 112 MOGHIMIAN, P.; POIRIÉ, T.; HABIBNEJAD-KORAYEM, M.; ZAVALA, J. A.; KROEGER, J.; MARION, F.; LAROUCHE, F. Metal powders in additive manufacturing: A review on reusability and recyclability of common titanium, nickel and aluminum alloys. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 43, p. 102017, 2021.
- 113 CHEN, X.; LI, J.; CHENG, X.; HE, B.; WANG, H.; HUANG, Z. Microstructure and mechanical properties of the austenitic stainless steel 316l fabricated by gas metal arc additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 703, p. 567-577, 2017.
- 114 YANG, X.; LAI, Y.; ZHANG, Z.; ZHANG, T.; YAO, X.; SONG, F.; HOU, Y.; QI, H.; TANG, H. Microstructure evolution and mechanical properties of h13 steel produced by selective electron beam melting. *Materials Characterization*, Elsevier, p. 113053, 2023.
- 115 HENGSBACH, F.; BÜRGER, J.; ANDREIEV, A.; BIGGS, K.; FISCHER-BÜHNER, J.; LINDNER, J. K.; HOYER, K.-P.; OLSON, G. B.; SCHAPER, M. Die steel design for additive manufacturing. *Acta Materialia*, Elsevier, p. 120326, 2024.

- 116 ML, F.; BELAID, M.; CHAHAOUI, O.; GHOU, H.; KHELFAOUI, Y. An investigation on the usefulness and performance of new hot working tool steel by nitrocarburizing process. *e-Journal of Surface Science and Nanotechnology*, The Japan Society of Vacuum and Surface Science, v. 10, p. 1–11, 2012.
- 117 LALEH, M.; SADEGHI, E.; REVILLA, R. I.; CHAO, Q.; HAGHDADI, N.; HUGHES, A. E.; XU, W.; GRAEVE, I. D.; QIAN, M.; GIBSON, I. et al. Heat treatment for metal additive manufacturing. *Progress in Materials Science*, Elsevier, p. 101051, 2022.
- 118 HALMEŠOVÁ, K.; PROCHÁZKA, R.; KOUKOLÍKOVÁ, M.; DŽUGAN, J.; KONOPÍK, P.; BUCKI, T. Extended continuous cooling transformation (cct) diagrams determination for additive manufacturing deposited steels. *Materials*, MDPI, v. 15, n. 9, p. 3076, 2022.
- 119 TUCHO, W. M.; LYSNE, V. H.; AUSTBØ, H.; SJOLYST-KVERNELAND, A.; HANSEN, V. Investigation of effects of process parameters on microstructure and hardness of slm manufactured ss316l. *Journal of Alloys and Compounds*, Elsevier, v. 740, p. 910–925, 2018.
- 120 HANZL, P.; ZETEK, M.; BAKŠA, T.; KROUPA, T. The influence of processing parameters on the mechanical properties of slm parts. *Procedia Engineering*, Elsevier, v. 100, p. 1405–1413, 2015.
- 121 DASS, A.; MORIDI, A. State of the art in directed energy deposition: From additive manufacturing to materials design. *Coatings*, MDPI, v. 9, n. 7, p. 418, 2019.
- 122 WANG, H.; LIU, W.; TANG, Z.; WANG, Y.; MEI, X.; SALEHEEN, K. M.; WANG, Z.; ZHANG, H. Review on adaptive control of laser-directed energy deposition. *Optical engineering*, Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, v. 59, n. 7, p. 070901–070901, 2020.
- 123 TANG, Z.-j.; LIU, W.-w.; WANG, Y.-w.; SALEHEEN, K. M.; LIU, Z.-c.; PENG, S.-t.; ZHANG, Z.; ZHANG, H.-c. A review on in situ monitoring technology for directed energy deposition of metals. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Springer, v. 108, p. 3437–3463, 2020.
- 124 FEENSTRA, D.; MOLOTNIKOV, A.; BIRBILIS, N. Utilisation of artificial neural networks to rationalise processing windows in directed energy deposition applications. *Materials & Design*, Elsevier, v. 198, p. 109342, 2021.
- 125 LI, X.; SIAHPOUR, S.; LEE, J.; WANG, Y.; SHI, J. Deep learning-based intelligent process monitoring of directed energy deposition in additive manufacturing with thermal images. *Procedia Manufacturing*, Elsevier, v. 48, p. 643–649, 2020.
- 126 ERTVELDT, J.; GUILLAUME, P.; HELSEN, J. Miclad as a platform for real-time monitoring and machine learning in laser metal deposition. *Procedia CIRP*, Elsevier, v. 94, p. 456–461, 2020.
- 127 ZHU, Z.; FERREIRA, K.; ANWER, N.; MATHIEU, L.; GUO, K.; QIAO, L. Convolutional neural network for geometric deviation prediction in additive manufacturing. *Procedia Cirp*, Elsevier, v. 91, p. 534–539, 2020.

- 128 TRAXEL, K. D.; MALIHI, D.; STARKEY, K.; BANDYOPADHYAY, A. Model-driven directed-energy-deposition process workflow incorporating powder flowrate as key parameter. *Manufacturing Letters*, Elsevier, v. 25, p. 88–92, 2020.
- 129 SAMPSON, R.; LANCASTER, R.; SUTCLIFFE, M.; CARSWELL, D.; HAUSER, C.; BARRAS, J. The influence of key process parameters on melt pool geometry in direct energy deposition additive manufacturing systems. *Optics & Laser Technology*, Elsevier, v. 134, p. 106609, 2021.
- 130 BAX, B.; RAJPUT, R.; KELLET, R.; REISACHER, M. Systematic evaluation of process parameter maps for laser cladding and directed energy deposition. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 21, p. 487–494, 2018.
- 131 SCIAMMARELLA, F. M.; NAJAFABADI, B. S. Processing parameter doe for 316l using directed energy deposition. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, MDPI, v. 2, n. 3, p. 61, 2018.
- 132 MUKHERJEE, T.; ZUBACK, J.; DE, A.; DEBROY, T. Printability of alloys for additive manufacturing. *Scientific reports*, Nature Publishing Group UK London, v. 6, n. 1, p. 19717, 2016.
- 133 LEE, Y.; NORDIN, M.; BABU, S.; FARSON, D. Influence of fluid convection on weld pool formation in laser cladding. *Weld. J*, v. 93, n. 8, p. 292–300, 2014.
- 134 DONADELLO, S.; FURLAN, V.; DEMIR, A. G.; PREVITALI, B. Interplay between powder catchment efficiency and layer height in self-stabilized laser metal deposition. *Optics and Lasers in Engineering*, Elsevier, v. 149, p. 106817, 2022.
- 135 ZHENG, B.; ZHOU, Y.; SMUGERESKY, J.; SCHOENUNG, J.; LAVERNIA, E. Thermal behavior and microstructural evolution during laser deposition with laser-engineered net shaping: Part i. numerical calculations. *Metallurgical and materials transactions A*, Springer, v. 39, p. 2228–2236, 2008.
- 136 KENEL, C.; GROLMUND, D.; LI, X.; PANEPUCCI, E.; SAMSON, V.; SANCHEZ, D. F.; MARONE, F.; LEINENBACH, C. In situ investigation of phase transformations in ti-6al-4v under additive manufacturing conditions combining laser melting and high-speed micro-x-ray diffraction. *Scientific reports*, Nature Publishing Group UK London, v. 7, n. 1, p. 16358, 2017.
- 137 LEBRUN, T.; NAKAMOTO, T.; HORIKAWA, K.; KOBAYASHI, H. Effect of retained austenite on subsequent thermal processing and resultant mechanical properties of selective laser melted 17–4 ph stainless steel. *Materials & Design*, Elsevier, v. 81, p. 44–53, 2015.
- 138 WITHERS, P. J.; BHADESHIA, H. Residual stress. part 1–measurement techniques. *Materials science and Technology*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 17, n. 4, p. 355–365, 2001.
- 139 YU, J.; LIN, X.; MA, L.; WANG, J.; FU, X.; CHEN, J.; HUANG, W. Influence of laser deposition patterns on part distortion, interior quality and mechanical properties by laser solid forming (lsf). *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 528, n. 3, p. 1094–1104, 2011.

- 140 GUO, W.; SUN, R.; SONG, B.; ZHU, Y.; LI, F.; CHE, Z.; LI, B.; GUO, C.; LIU, L.; PENG, P. Laser shock peening of laser additive manufactured ti6al4v titanium alloy. *Surface and coatings technology*, Elsevier, v. 349, p. 503–510, 2018.
- 141 KING, W. E.; BARTH, H. D.; CASTILLO, V. M.; GALLEGOS, G. F.; GIBBS, J. W.; HAHN, D. E.; KAMATH, C.; RUBENCHIK, A. M. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology*, Elsevier, v. 214, n. 12, p. 2915–2925, 2014.
- 142 SAMES, W.; MEDINA, F.; PETER, W.; BABU, S.; DEHOFF, R. Effect of process control and powder quality on inconel 718 produced using electron beam melting. In: JOHN WILEY & SONS, INC. HOBOKEN, NJ, USA. *8th international symposium on superalloy 718 and derivatives*. [S.l.], 2014. p. 409–423.
- 143 SVETLIZKY, D.; ZHENG, B.; BUTA, T.; ZHOU, Y.; GOLAN, O.; BREIMAN, U.; HAJ-ALI, R.; SCHOENUNG, J. M.; LAVERNIA, E. J.; ELIAZ, N. Directed energy deposition of al 5xxx alloy using laser engineered net shaping (lens®). *Materials & Design*, Elsevier, v. 192, p. 108763, 2020.
- 144 SLOTWINSKI, J. A.; GARBOCZI, E. J.; HEBENSTREIT, K. M. Porosity measurements and analysis for metal additive manufacturing process control. *Journal of research of the National Institute of Standards and Technology*, National Institute of Standards and Technology, v. 119, p. 494, 2014.
- 145 PLESSIS, A. D.; SPERLING, P.; BEERLINK, A.; TSHABALALA, L.; HOOSAIN, S.; MATHE, N.; ROUX, S. G. L. Standard method for microct-based additive manufacturing quality control 1: Porosity analysis. *MethodsX*, Elsevier, v. 5, p. 1102–1110, 2018.
- 146 PLESSIS, A. D.; YADROITSEV, I.; YADROITSAVA, I.; ROUX, S. G. L. X-ray microcomputed tomography in additive manufacturing: a review of the current technology and applications. *3D Printing and Additive Manufacturing*, Mary Ann Liebert, Inc., publishers 140 Huguenot Street, 3rd Floor New . . . , v. 5, n. 3, p. 227–247, 2018.
- 147 LEUNG, C. L. A.; MARUSSI, S.; TOWRIE, M.; ATWOOD, R. C.; WITHERS, P. J.; LEE, P. D. The effect of powder oxidation on defect formation in laser additive manufacturing. *Acta Materialia*, Elsevier, v. 166, p. 294–305, 2019.
- 148 QIU, C.; ADKINS, N. J.; ATTALLAH, M. M. Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and of hiped laser-melted ti–6al–4v. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 578, p. 230–239, 2013.
- 149 RODRIGUES, D. *Metalurgia do Pó: produtos sinterizados e manufatura aditiva*. [S.l.]: Blucher, 2024.
- 150 KOU, S. Solidification and liquation cracking issues in welding. *Jom*, Springer, v. 55, p. 37–42, 2003.
- 151 QIU, C.; PANWISAWAS, C.; WARD, M.; BASOALTO, H. C.; BROOKS, J. W.; ATTALLAH, M. M. On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting. *Acta Materialia*, Elsevier, v. 96, p. 72–79, 2015.

- 152 MUKHERJEE, T.; SHINJO, J.; DEBROY, T.; PANWISAWAS, C. Integrated modeling to control vaporization-induced composition change during additive manufacturing of nickel-based superalloys. *npj Computational Materials*, Nature Publishing Group UK London, v. 10, n. 1, p. 230, 2024.
- 153 LIU, J.; WEN, P. Metal vaporization and its influence during laser powder bed fusion process. *Materials & Design*, Elsevier, v. 215, p. 110505, 2022.
- 154 WEI, K.; WANG, Z.; ZENG, X. Influence of element vaporization on formability, composition, microstructure, and mechanical performance of the selective laser melted mg–zn–zr components. *Materials letters*, Elsevier, v. 156, p. 187–190, 2015.
- 155 DEBROY, T.; DAVID, S. Physical processes in fusion welding. *Reviews of modern physics*, APS, v. 67, n. 1, p. 85, 1995.
- 156 KHAN, P.; DEBROY, T. Alloying element vaporization and weld pool temperature during laser welding of alsi 202 stainless steel. *Metallurgical Transactions B*, Springer, v. 15, p. 641–644, 1984.
- 157 PÉTER, L.; OSÁN, J.; KUGLER, S.; GROMA, V.; POLLASTRI, S.; NAGY, A. Comprehensive analysis of two h13-type starting materials used for laser cladding and aerosol particles formed in this process. *Materials*, MDPI, v. 15, n. 20, p. 7367, 2022.
- 158 SHI, G.; ZHANG, R.; CAO, Y.; YANG, G. A review of the vaporization behavior of some metal elements in the lpbfd process. *Micromachines*, MDPI, v. 15, n. 7, p. 846, 2024.
- 159 TAN, J. H.; WONG, W. L. E.; DALGARNO, K. W. An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the selective laser melting process. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 18, p. 228–255, 2017.
- 160 HYPERTHERM. *Tecnologia de plasma*. 2022. 03/04/2022. Disponível em: <<https://www.hypertherm.com/pt/learn/cutting-education/plasma-technology/>>.
- 161 BAESSO, I.; KARL, D.; SPITZER, A.; GURLO, A.; GÜNSTER, J.; ZOCCA, A. Characterization of powder flow behavior for additive manufacturing. *Additive manufacturing*, Elsevier, v. 47, p. 102250, 2021.
- 162 ROGALSKY, A.; RISHMAWI, I.; BROCK, L.; VLASEA, M. Low cost irregular feed stock for laser powder bed fusion. *Journal of manufacturing processes*, Elsevier, v. 35, p. 446–456, 2018.
- 163 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Additive manufacturing - Feedstock materials - Methods to characterize metallic powders*. [S.l.], 2019. 14 p.
- 164 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *Manufatura aditiva - material de alimentação - Métodos de caracterização de pós metálicos*. [S.l.], 2024. 14 p.
- 165 WEI, W.-H.; WANG, L.-Z.; CHEN, T.; DUAN, X.-M.; LI, W. Study on the flow properties of ti-6al-4v powders prepared by radio-frequency plasma spheroidization. *Advanced Powder Technology*, Elsevier, v. 28, n. 9, p. 2431–2437, 2017.
- 166 LUDWIG, B.; MILLER, T. F. Rheological and surface chemical characterization of alkoxysilane treated, fine aluminum powders showing enhanced flowability and fluidization behavior for delivery applications. *Powder Technology*, Elsevier, v. 283, p. 380–388, 2015.

- 167 FU, X.; DUTT, M.; BENTHAM, A. C.; HANCOCK, B. C.; CAMERON, R. E.; ELLIOTT, J. A. Investigation of particle packing in model pharmaceutical powders using x-ray microtomography and discrete element method. *Powder Technology*, Elsevier, v. 167, n. 3, p. 134–140, 2006.
- 168 BARRETO, E. S.; FREY, M.; WEGNER, J.; JOSE, A.; NEUBER, N.; BUSCH, R.; KLESZCZYNSKI, S.; MÄDLER, L.; UHLENWINKEL, V. Properties of gas-atomized cu-ti-based metallic glass powders for additive manufacturing. *Materials & Design*, Elsevier, v. 215, p. 110519, 2022.
- 169 LÜDDECKE, A.; PANNITZ, O.; ZETZENER, H.; SEHRT, J.; KWADE, A. Powder properties and flowability measurements of tailored nanocomposites for powder bed fusion applications. *Materials & Design*, Elsevier, v. 202, p. 109536, 2021.
- 170 SUBUKI, I.; ABDULLAH, Z.; RAZALI, R.; ISMAIL, M. Rheological study of feed stock for niti alloy molded parts. In: IOP PUBLISHING. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. [S.l.], 2015. v. 100, n. 1, p. 012001.
- 171 ZHANG, J.; TUOHEY, J.; AMINI, N.; MORTON, D. A.; HAPGOOD, K. P. 3d printing of customised particles for powder rheology, mixing and segregation study. *Powder Technology*, Elsevier, v. 425, p. 118576, 2023.
- 172 FREEMAN, R. Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders—a comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell. *Powder Technology*, Elsevier, v. 174, n. 1-2, p. 25–33, 2007.
- 173 METALLURGICALS, P. *Hall's Flow Meter*. 2022. 13/04/2022. Disponível em: <<http://www.porwalmetalpowder.com/halls-flow-meter/>>.
- 174 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard Test Method for Shear Testing of Powders Using the Freeman Technology FT4 Powder Rheometer Shear Cell*. [S.l.], 2015. 6 p.
- 175 YABLOKOVA, G.; SPEIRS, M.; HUMBEECK, J. V.; KRUTH, J.-P.; SCHROOTEN, J.; CLOOTS, R.; BOSCHINI, F.; LUMAY, G.; LUYTEN, J. Rheological behavior of β -ti and niti powders produced by atomization for slm production of open porous orthopedic implants. *Powder Technology*, Elsevier, v. 283, p. 199–209, 2015.
- 176 GONÇALVES, D. A. C. *Elaboração de liga NiTi por fusão seletiva a laser a partir de pós de Ni e Ti HDH*. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2020.
- 177 CLAYTON, J. Optimising metal powders for additive manufacturing. *Metal Powder Report*, Elsevier, v. 69, n. 5, p. 14–17, 2014.
- 178 LETURIA, M.; BENALI, M.; LAGARDE, S.; RONGA, I.; SALEH, K. Characterization of flow properties of cohesive powders: A comparative study of traditional and new testing methods. *Powder Technology*, Elsevier, v. 253, p. 406–423, 2014.
- 179 YAN, Z.; WILKINSON, S. K.; STITT, E. H.; MARIGO, M. Investigating mixing and segregation using discrete element modelling (dem) in the freeman ft4 rheometer. *International journal of pharmaceutics*, Elsevier, v. 513, n. 1-2, p. 38–48, 2016.

- 180 HARE, C.; ZAFAR, U.; GHADIRI, M.; FREEMAN, T.; CLAYTON, J.; MURTAGH, M. Analysis of the dynamics of the ft4 powder rheometer. *Powder Technology*, Elsevier, v. 285, p. 123–127, 2015.
- 181 OGATA, K. A review: recent progress on evaluation of flowability and floodability of powder. *KONA Powder and Particle Journal*, Hosokawa Powder Technology Foundation, v. 36, p. 33–49, 2019.
- 182 HAUSMANN, A.; BUCK, B.; SHAW, L.; SIMONS, T.; JÄGER, F. K.; WILLIAMS, D. The importance of humidity control in powder rheometer studies. *Powder Technology*, Elsevier, v. 421, p. 118425, 2023.
- 183 FU, X.; HUCK, D.; MAKEIN, L.; ARMSTRONG, B.; WILLEN, U.; FREEMAN, T. Effect of particle shape and size on flow properties of lactose powders. *Particuology*, Elsevier, v. 10, n. 2, p. 203–208, 2012.
- 184 BATISTÃO, B. F.; PINOTTI, V. E.; LIMA, M. L. de; RODRIGUES, A. D. G.; AMANCIO-FILHO, S. de T.; GARGARELLA, P. Wet chemical surface functionalization of aa2017 powders for additive manufacturing. *Powder Technology*, Elsevier, p. 119938, 2024.
- 185 BRIKA, S. E.; LETENNEUR, M.; DION, C. A.; BRAILOVSKI, V. Influence of particle morphology and size distribution on the powder flowability and laser powder bed fusion manufacturability of ti-6al-4v alloy. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 31, p. 100929, 2020.
- 186 FREEMAN, R.; FU, X. Characterisation of powder bulk, dynamic flow and shear properties in relation to die filling. *Powder Metallurgy*, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 51, n. 3, p. 196–201, 2008.
- 187 LIRAVI, F.; VLASEA, M. Powder bed binder jetting additive manufacturing of silicone structures. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 21, p. 112–124, 2018.
- 188 FORTE, G.; CLARK, P.; YAN, Z.; STITT, E.; MARIGO, M. Using a freeman ft4 rheometer and electrical capacitance tomography to assess powder blending. *Powder Technology*, Elsevier, v. 337, p. 25–35, 2018.
- 189 HOGANAS. *Metal powders for serial production of Additive Manufacturing componentes – AM H13 Sieve Code 5*. [S.l.], 2016. 2 p. Disponível em: <https://www.hoganas.com/globalassets/downloads/sp/library/additive-manufacturing_am-h13-sieve-code-5_1758hog.pdf?mode=brochure#page=1>.
- 190 KIM, S.-H.; JEONG, S. G.; SON, D. M.; KIM, H. S.; KIM, S.-J. Intrinsic brittleness of laser powder bed fusion processed h13 hot work tool steel. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 96, p. 104564, 2024.
- 191 ROJAS-ARIAS, N.; COURRY, F.; VANMEENSEL, K.; AMANCIO-FILHO, S.; GARGARELLA, P. Heat treating additive-manufactured alloys: A comprehensive review. *Journal of Alloys and Compounds*, Elsevier, p. 176035, 2024.
- 192 RAMOS, R.; SéNéCHAL, N. V. L.; PAULA, H. de; GONÇALVES, D. A.; JORGE, I. C. da S.; VASCONCELOS, G. de; PAULA, A. dos S. Parametrização de equipamento

de deposição por energia direcionada utilizando pó de aço ferramenta h13 atomizado em água. In: *76º Congresso Anual da ABM - Internacional*. [S.l.]: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2023. (7ª ABM Week), p. 2473–2483.

193 RAMOS, R. *Aspectos Microestruturais e Mecânicos de Aço Ferramenta para Trabalho a Quente (H13) Convencional e Processado por Manufatura Aditiva via Deposição por Energia Direcionada (DED)*. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2023.

194 RAMOS, R.; SÉNÉCHAL, N. V. L.; PAULA, A. dos S. Aspectos estruturais do aço ferramenta h13 temperado e revenido submetido a meios de resfriamento distintos na têmpera. In: *Seminário de Moldes, Matrizes e Ferramentas*. [S.l.]: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2023. (7ª ABM Week), p. 65–74.

195 VOORT, V. Metallography “principles and practice” mcgraw-hill. *Inc USA*, p. 458, 1984.

196 COMMITTEE, E. et al. Test methods for vickers hardness and knoop hardness of metallic materials (astm e92-17). *ASTM International: West Conshohocken, PA, USA*, 2017.

197 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials*. [S.l.], 2018. 26 p.

198 ASAMS. *For some American Standards such as AWS, ANSI and ASTM, a reduction in the size of Charpy specimens also means a reduction in test temperature is required. This article will explain the reasons for the reduction in test temperature and how this is carried out*. 2015. 11 jan. 2022. Disponível em: <<https://www.asams.co.uk/about/asams-blog/temperature-reduction-for-sub-sized-charpy-specimens#:~:text=The%20normal%20standard%20size%20for,the%20size%20of%20the%20specimen.>>>

199 BASHU, S. Impact energy/specimen thickness relationship for two turbine steels. *Journal of testing and evaluation*, ASTM International, v. 18, n. 5, p. 363–368, 1990.

200 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *Metallic materials - Charpy pendulum impact test - Part 1: Test method (ISO 148-1:2016)*. [S.l.], 2016. 38 p.

201 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard Practice for Radiographic Examination*. [S.l.], 2006. 14 p.

202 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard Reference Radiographs of Investment Castings for Aerospace Applications - ASTM E192*. [S.l.], 2020. 4 p.

203 WATERMAN, P. *Understanding MicroCT for Additive Manufacturing*. 2018. 4 out. 2018. Disponível em: <<https://www.robotics247.com/article/understanding-microct-for-additive-manufacturing>>>.

204 PLESSIS, A. D.; SPERLING, P.; BEERLINK, A.; TSHABALALA, L.; HOOSAIN, S.; MATHE, N.; ROUX, S. G. L. Standard method for microct-based additive manufacturing quality control 2: Density measurement. *MethodsX*, Elsevier, v. 5, p. 1117–1123, 2018.

- 205 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *Materiais refratários densos conformados - determinação do volume aparente da parte sólida, densidade de massa aparente, densidade aparente da parte sólida, porosidade aparente e absorção - NBR16661*. [S.l.], 2017. 5 p.
- 206 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard Test Method for Density of Powder Metallurgy (PM) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity*. [S.l.], 2022. 5 p.
- 207 LU, J.; LI, L.; ZHANG, H.; CHEN, Y.; LUO, L.; ZHAO, X.; GUO, F.; XIAO, P. Oxidation behavior of gas-atomized alcohrofeni high-entropy alloy powder at 900-1100° c. *Corrosion Science*, Elsevier, v. 181, p. 109257, 2021.
- 208 MURR, L. E.; MARTINEZ, E.; HERNANDEZ, J.; COLLINS, S.; AMATO, K. N.; GAYTAN, S. M.; SHINDO, P. W. Microstructures and properties of 17-4 ph stainless steel fabricated by selective laser melting. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 1, n. 3, p. 167–177, 2012.
- 209 SURYANARAYANA, C.; NORTON, M. G.; SURYANARAYANA, C.; NORTON, M. G. *X-rays and Diffraction*. [S.l.]: Springer, 1998.
- 210 CULLITY, B. D. *Elements of X-ray diffraction*. 2. ed. [S.l.]: Addison-Wesley Publishing Company Inc., 1978.
- 211 BASHU, S. Impact energy/specimen thickness relationship for two turbine steels. *Journal of testing and evaluation*, ASTM International, v. 18, n. 5, p. 363–368, 1990.
- 212 WALLIN, K.; KARJALAINEN-ROIKONEN, P.; SUIKKANEN, P. Sub-sized cvn specimen conversion methodology. *Procedia Structural Integrity*, Elsevier, v. 2, p. 3735–3742, 2016.
- 213 ASTM INTERNATIONAL. *ASTM A370-24: Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products*. West Conshohocken, PA, 2024. DOI: 10.1520/A0370-24. Disponível em: <<https://www.astm.org/a370-24.html>>.
- 214 ZHANG, J.; HE, J.; FENG, J.; XU, M.; ZHANG, P.; CHEN, C.; PENG, H. On the waam characteristics of oxide-modified h13 solid wire by mag process. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 25, p. 2324–2332, 2023.
- 215 MUTHUSWAMY, P. Influence of powder characteristics on properties of parts manufactured by metal additive manufacturing. *Lasers in Manufacturing and Materials Processing*, Springer, v. 9, n. 3, p. 312–337, 2022.
- 216 SOUZA, A. C. A. de. *Produtos de Transformações de FAses Obtidos Sobre Distintas Condições de Resfriamentos em Aço Baixo Carbono com Microadição de Molibdênio Laminado a Quente*. 94 p. Monografia (Graduação em Engenharia Metalúrgica) — Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, 2011.
- 217 GE, J.; FAN, N.; LONG, Y.; LIN, J.; LEI, Y.; YIN, S. Investigation on h13 buildups produced with wire arc additive manufacturing: Deposition strategies-induced microstructural evolution and mechanical performances. *Journal of Alloys and Compounds*, Elsevier, v. 860, p. 157893, 2021.

- 218 GURGEL, M. A. M.; JÚNIOR, E. de S. B.; TEIXEIRA, R. da S.; NASCIMENTO, G. O. do; OLIVEIRA, S. S.; LEITE, D. N. F.; MOREIRA, L. P.; BRANDAO, L. P.; PAULA, A. dos S. Microstructure and continuous cooling transformation of an fe-7.1 al-0.7 mn-0.4 c-0.3 nb alloy. *Metals*, MDPI, v. 12, n. 8, p. 1305, 2022.
- 219 ZHANG, M.-X.; KELLY, P.; BEKESSY, L.; GATES, J. Determination of retained austenite using an x-ray texture goniometer. *Materials characterization*, Elsevier, v. 45, n. 1, p. 39–49, 2000.
- 220 SILVA, R. F. da. A difração de raios x: uma técnica de investigação da estrutura cristalina de materiais. *Revista Processos Químicos*, v. 14, n. 27, p. 73–82, 2020.
- 221 NURBANASARI, M.; TSAKIROPOULOS, P.; PALMIERE, E. J. A study of carbide precipitation in a h21 tool steel. *ISIJ international*, The Iron and Steel Institute of Japan, v. 54, n. 7, p. 1667–1676, 2014.
- 222 PARK, J. S.; LEE, M.-G.; CHO, Y.-J.; SUNG, J. H.; JEONG, M.-S.; LEE, S.-K.; CHOI, Y.-J.; KIM, D. H. Effect of heat treatment on the characteristics of tool steel deposited by the directed energy deposition process. *Metals and Materials International*, Springer, v. 22, p. 143–147, 2016.
- 223 LIU, Y.; CHEN, C.; PENG, H.; HE, J.; SUN, Z.; XUE, H.; GUO, W.; LIU, B.; GUO, Y.; ZHANG, H. et al. Wire-arc directed energy deposition of oxide-modified h13 steel: Microstructural characterization and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 911, p. 146962, 2024.
- 224 NARAGANI, D.; SANGID, M. D.; SHADE, P. A.; SCHUREN, J. C.; SHARMA, H.; PARK, J.-S.; KENESEI, P.; BERNIER, J. V.; TURNER, T. J.; PARR, I. Investigation of fatigue crack initiation from a non-metallic inclusion via high energy x-ray diffraction microscopy. *Acta Materialia*, Elsevier, v. 137, p. 71–84, 2017.
- 225 LOU, X.; ANDRESEN, P. L.; REBAK, R. B. Oxide inclusions in laser additive manufactured stainless steel and their effects on impact toughness and stress corrosion cracking behavior. *Journal of Nuclear Materials*, Elsevier, v. 499, p. 182–190, 2018.
- 226 KIM, F.; MOYLAN, S.; GARBOCZI, E.; SLOTWINSKI, J. Investigation of pore structure in cobalt chrome additively manufactured parts using x-ray computed tomography and three-dimensional image analysis. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 17, p. 23–38, 2017.
- 227 CACACE, S.; DEMIR, A. G.; SEMERARO, Q. Densification mechanism for different types of stainless steel powders in selective laser melting. *Procedia Cirp*, Elsevier, v. 62, p. 475–480, 2017.
- 228 KASPEROVICH, G.; HAUBRICH, J.; GUSSONE, J.; REQUENA, G. Correlation between porosity and processing parameters in tial6v4 produced by selective laser melting. *Materials & Design*, Elsevier, v. 105, p. 160–170, 2016.
- 229 HALEY, J. C.; ZHENG, B.; BERTOLI, U. S.; DUPUY, A. D.; SCHOENUNG, J. M.; LAVERNIA, E. J. Working distance passive stability in laser directed energy deposition additive manufacturing. *Materials & Design*, Elsevier, v. 161, p. 86–94, 2019.

- 230 PIXNER, F.; BUZOLIN, R.; WARCHOMICKA, F.; DOMÁNKOVÁ, M.; ČAPLO-VIČOVÁ, M.; RIEDLSPERGER, F.; FRITSCH, S.; ORŁOWSKA, M.; DOMITNER, J.; LASNIK, M. et al. Influence of process and heat input on the microstructure and mechanical properties in wire arc additive manufacturing of hot work tool steels. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 888, p. 145799, 2023.
- 231 CRQ/SP, C. R. de Química de S. P. *Elemento Químico – Rubídio*. 2024. 17 dez. 2024. Disponível em: <<https://crqsp.org.br/elemento-quimico-rubidio/>>.
- 232 ZHANG, Y.; EVANS, J. R.; YANG, S. Corrected values for boiling points and enthalpies of vaporization of elements in handbooks. *Journal of Chemical & Engineering Data*, ACS Publications, v. 56, n. 2, p. 328–337, 2011.
- 233 WEBELEMENTS. *Melting point*. 2024. 25 dez. 2024. Disponível em: <https://www.webelements.com/periodicity/melting_point/>.
- 234 ZIEFUSS, A. R.; GABRIEL, P.; STREUBEL, R.; NACHEV, M.; SURES, B.; EIBL, F.; BARCIKOWSKI, S. In-situ composition analysis during laser powder bed fusion of nd-fe-based feedstock using machine-integrated optical emission spectroscopy. *Materials & Design*, Elsevier, v. 244, p. 113211, 2024.
- 235 HE, X.; DEBROY, T.; FUERSCHBACH, P. Alloying element vaporization during laser spot welding of stainless steel. *Journal of Physics D: Applied Physics*, IOP Publishing, v. 36, n. 23, p. 3079, 2003.
- 236 WANG, J.; KIM, E. S.; KIM, H. S.; LEE, B.-J. A machine learning approach for predicting evaporation-induced composition variability in directed energy deposition in-situ alloying. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 92, p. 104384, 2024.
- 237 ZHAO, T.; DAHMEN, M.; CAI, W.; ALKHAYAT, M.; SCHAIBLE, J.; ALBUS, P.; ZHONG, C.; HONG, C.; BIERMANN, T.; ZHANG, H. et al. Laser metal deposition for additive manufacturing of aa5024 and nanoparticulate tic modified aa5024 alloy composites prepared with balling milling process. *Optics & Laser Technology*, Elsevier, v. 131, p. 106438, 2020.
- 238 ZHOU, L.; HYER, H.; PARK, S.; PAN, H.; BAI, Y.; RICE, K. P.; SOHN, Y. Microstructure and mechanical properties of zr-modified aluminum alloy 5083 manufactured by laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing*, Elsevier, v. 28, p. 485–496, 2019.
- 239 CHEN, M.; NING, Y.; SUN, X.; LIU, T.; WEI, H.; ZHANG, K.; ZHOU, W.; ZHU, Z.; ZHAI, W.; LIAO, W. Manipulating microstructure and mechanical property during laser powder bed fusion: Multi-material, in-situ alloying, and processing. *Journal of Alloys and Compounds*, Elsevier, p. 176438, 2024.