

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE ENGENHARIAS, CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS

JOÃO PEDRO CORRÊA GIROTO

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NOS MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO EM
UMA SUPERLIGA INCONEL 625 FABRICADA POR FUSÃO EM LEITO DE PÓ

PONTA GROSSA
2025

JOÃO PEDRO CORRÊA GIROTO

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NOS MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO EM
UMA SUPERLIGA INCONEL 625 FABRICADA POR FUSÃO EM LEITO DE PÓ

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre.

Orientador: Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho
Coorientadora: Dra. Tamires Brekailo

PONTA GROSSA
2025

G527 Giroto, João Pedro Corrêa
 Influência da temperatura nos mecanismos de deformação em uma
 superliga Inconel 625 fabricada por fusão em leito de pó / João Pedro Corrêa
 Giroto. Ponta Grossa, 2025.
 156 f.

 Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais - Área de
 Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais), Universidade
 Estadual de Ponta Grossa.

 Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho.
 Coorientadora: Profa. Dra. Tamires Brekailo.

 1. Superligas de níquel. 2. Fusão em leito de pó. 3. Ensaio de tração. 4.
 Deformação plástica. 5. Temperatura criogênica. I. Cintho, Osvaldo Mitsuyuki. II.
 Brekailo, Tamires. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento
 e Caracterização de Materiais. IV.T.

CDD: 620

Ao meu irmão, Thomaz Gabriel.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente aos meus pais, José Mauro e Ana Maria, que me colocaram nesse mundo por um propósito.

Ao meu orientador, Dr. Osvaldo M. Cintho, e minha coorientadora, Dra. Tamires Brekailo, por me guiarem durante a elaboração desse trabalho.

À CAPES, que propiciou a execução desse trabalho através do auxílio financeiro.

Ao grupo de pesquisa o qual participei durante essa etapa: à Ana Luísa Terasawa, por toda a ajuda prestada durante essa trajetória desde o seu início, à Larissa Ohana Felício, a qual dividimos tema de trabalho semelhante, à Érica Gabriele Boiano, uma grande colega do Mestrado, e ao Dr. Maurício de Castro por toda ajuda prestada.

A todos os professores do Departamento de Engenharia de Materiais da UEPG, em especial àqueles da área da Metalurgia, Dr. Selauco Vorubi Júnior pelas experiências compartilhadas sobre preparação metalográfica, e Dr. Marcio Ferreira Hupalo, pelos conhecimentos transmitidos não somente durante as aulas, mas também em diálogos corriqueiros os quais foram de grande ajuda para o desenvolvimento do presente trabalho. Também aos professores: Dra. Adriana Scoton Antonio Chinelatto, Dr. Benjamim de Melo Carvalho e Dr. Lucas Máximo Alves, os quais de alguma forma contribuíram e marcaram a minha vida acadêmica.

Aos colegas do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, os quais tive o prazer de compartilhar e aprender conhecimentos fascinantes. Em especial ao Bruno Cordova, por ter atuado concomitantemente a mim como representante dos discentes no PPGECEM, e ao Afonso Kalumbu Daniel, colega e aluno do exterior, com o qual tive a imensa oportunidade de ouvir suas histórias e experiências de vida.

Ao técnico do laboratório de usinagem, José Carlos Martins Delgado, pelos ensinamentos e ajuda prestados nessa sua grandiosa área de atuação.

A todos os funcionários da UEPG, desde os técnicos de laboratório do C-LABMU e do DEMA pelos serviços prestados em prol da pesquisa, até os seguranças do campus e as funcionárias responsáveis pela limpeza, por preservarem a segurança e a ordem da instituição, além das bibliotecárias, que sempre são muito prestativas.

À instituição SENAI, pela contribuição com a realização desse trabalho, principalmente aos funcionários da sede Franco-Suíço, Maysa Terada, por ter proporcionado ao grupo de pesquisa a oportunidade de trabalhar com manufatura aditiva, e ao Renato de Castro, por ter guiado com a prática e instruções sobre o processo e o equipamento utilizados.

RESUMO

No presente trabalho, aprofundou-se o conhecimento acerca da deformação mecânica em temperatura ambiente (TA) e criogênica (TC) de uma superliga Inconel 625 processada via fusão em leito de pó por laser (PBF-LB/M) e submetida a tratamentos térmicos. A motivação do estudo se fundamenta na escassez de dados na literatura acerca do desempenho desta superliga em condições criogênicas, especialmente quando produzida por PBF-LB/M. A metodologia foi dividida em quatro etapas. Inicialmente, caracterizou-se o pó metálico, cujas análises evidenciaram aspectos típicos de sua reutilização. Na segunda etapa, foram fabricadas amostras com diferentes parâmetros de processo, sendo uma minoria as que apresentaram porosidade do tipo *lack of fusion* dentro do conjunto amostral. Na terceira etapa, a avaliação microestrutural após tratamentos térmicos revelou que o envelhecimento direto (E) a partir da condição como-fabricada (CF) manteve a morfologia colunar com dendritas refinadas, promovendo a precipitação de carbeto interdendríticos. A solubilização (S), por sua vez, não foi eficaz em promover uma completa recristalização. Contudo, a sequência S+E resultou em microestrutura equiaxial e homogênea, evidenciando a atuação combinada dos dois tratamentos na reconfiguração microestrutural. Nos ensaios de tração, observou-se que as condições CF e E apresentaram os maiores valores de limite de escoamento (LE) e limite de resistência à tração (LRT), com alongamento superior para a condição CF. A condição S+E mostrou maior ductilidade em TC em comparação com E, atribuída à maior capacidade de acomodação plástica. Em todas as condições, os ensaios em TC resultaram em menor alongamento total e comportamento quasi-frágil, com fraturas dominadas pela propagação de trincas por modo I. Foi confirmada nas análises da superfície de fratura dos corpos de prova a influência negativa da porosidade *lack of fusion* na nucleação de trincas. Em termos de mecanismos de deformação, identificou-se a formação de maclas de deformação nos grãos orientados segundo $\langle 112 \rangle$ em TA e $\langle 101 \rangle$ em TC, esta última associada a um maior fator de Schmid. A análise das curvas tensão-deformação revelou incremento na taxa de encruamento em TC para todas as condições, com o expoente de encruamento mais elevado observado para a condição S+E, enquanto a condição E apresentou maior taxa de encruamento inicial, associada à maior densidade de discordâncias nos primeiros estágios da deformação.

Palavras-chave: Fusão Em Leito De Pó, Inconel 625, Tratamento Térmico, Ensaio de Tração, Temperatura Criogênica.

ABSTRACT

In the present work, the knowledge about mechanical deformation at room temperature (RT) and cryogenic temperature (CT) of an Inconel 625 superalloy processed via laser powder bed fusion (LPBF-LB/M) and subjected to heat treatments was deepened. The motivation for the study is based on the scarcity of data in the literature on the performance of this superalloy under cryogenic conditions, especially when produced by PBF-LB/M. The methodology was divided into four stages. Initially, the metal powder was characterized, and the analyses revealed typical aspects of its reuse. In the second stage, samples were manufactured with different process parameters, with a minority of them presenting lack of fusion porosity within the sample set. In the third stage, microstructural evaluation after heat treatments revealed that direct aging (E) from the as-manufactured condition (CF) maintained the columnar morphology with refined dendrites, promoting the precipitation of inter-dendritic carbides. Solubilization (S), in turn, was not effective in promoting complete recrystallization. However, the S+E sequence resulted in an equiaxial and homogeneous microstructure, evidencing the combined action of the two treatments in microstructural reconfiguration. In the tensile tests, it was observed that the CF and E conditions presented the highest values of yield strength (YS) and tensile strength (TS), with higher elongation for the CF condition. The S+E condition showed greater ductility in TC compared to E, attributed to greater plastic accommodation capacity. Under all conditions, the TC tests resulted in lower total elongation and quasi-brittle behavior, with fractures dominated by mode I crack propagation. The negative influence of lack of fusion porosity on crack nucleation was confirmed in the fracture surface analyses of the test specimens. In terms of deformation mechanisms, the formation of deformation twins was identified in grains oriented according to $\langle 112 \rangle$ in TA and $\langle 101 \rangle$ in TC, the latter associated with a higher Schmid factor. Analysis of the stress-strain curves revealed an increase in the strain hardening rate in TC for all conditions, with the highest strain hardening exponent observed for the S+E condition, while the E condition showed a higher initial strain hardening rate, associated with a higher density of discordances in the early stages of deformation.

Key words: Laser Powder Bed Fusion, Inconel 625, Heat Treatment, Tensile Test, Cryogenic Temperature.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Superligas a base de níquel desenvolvidas ao longo do século XX.....	18
Figura 2 – Efeito da variação dos elementos de liga nióbio e molibdênio e de diferentes tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas das ligas testadas durante o desenvolvimento do IN625.	21
Figura 3 – Diagrama TTT do IN625.....	21
Figura 4 – Esquema do processo de fabricação por PBF-LB/M.....	24
Figura 5 – Recuperador de calor que utiliza IN625 na sua fabricação, exemplo de peça que poderia ser impressa por MA devido a sua geometria complexa.....	25
Figura 6 – Fenômenos envolvidos na incidência do laser na matéria prima no processo de PBF-LB/M.	26
Figura 7 – Esquema da transferência de energia cinética do laser durante a colisão com as partículas.	27
Figura 8 – Relação entre o gradiente térmico e a taxa de solidificação (a), textura desenvolvida por materiais com estrutura cristalina cúbica (b) e poças de fusão geradas no processo de PBF-LB/M (c).....	28
Figura 9 – Relação entre os parâmetros do equipamento e as dimensões das poças de fusão geradas no processo de PBF-LB/M.	28
Figura 10 – Espaçamento (a) e padrão de varredura (b, c) do processo de fabricação por PBF-LB/M.	29
Figura 11 – Modelo de formação do defeito lack of fusion e micrografia correspondente	32
Figura 12 – Mecanismo de formação de porosidade por keyhole e micrografia correspondente	33
Figura 13 – Formação de porosidade no processo de atomização do pó metálico.	33
Figura 14 – Mecanismo de formação de porosidade por balling e micrografia correspondente.	34
Figura 15 – Gráfico Potência do Laser x Velocidade de Varredura em função da densidade de energia empregada no processo.....	35
Figura 16 – Influência do espaçamento de varredura (a) e da espessura de camada (b, c) no gráfico Potência do Laser x Velocidade de Varredura.	36
Figura 17 – Regimes de fusão no PBF-LB/M em função do tipo de porosidade formada.	37
Figura 18 – Densidade relativa em função da variação na potência do laser.	38
Figura 19 – Densificação do IN625 em função da DEV variando o ângulo de escaneamento do laser a cada camada.	38
Figura 20 – Janela de processamento para o IN625 em função da DEV e da taxa de fabricação	39
Figura 21 – Porosidade em função do espaçamento de varredura.	39
Figura 22 - Três estágios do encruamento apreciados na deformação plástica de um monocristal CFC.	42
Figura 23 - Estruturas de baixa energia assumidas pelas discordâncias em um grão encruado.	44
Figura 24 – Relação de ensaios realizados para elaboração do presente trabalho.....	49
Figura 25 – Perfil de difração das partículas de pó de IN625	51
Figura 26 – MEV das partículas de pó de IN625.	51
Figura 27 – (a) MO da seção transversal das partículas de pó de IN625, (b) Figura de Polo Inversa, (c) MO e (d) MEV das partículas após ataque químico.	53
Figura 28 – Distribuição do tamanho de partículas para o IN625.	54

Figura 29 – Efeito do tamanho de partícula no empacotamento durante a deposição do leito de pó.....	55
Figura 30 – Equipamento de fusão em leito de pó a laser OmniSint 160.....	55
Figura 31 – Representação das amostras para análise de porosidade	56
Figura 32 – Disposição das amostras após fabricação por MA.....	57
Figura 33 – Plataforma de fabricação com CPs de ensaio de tração e caracterização microestrutural	59
Figura 34 – Modelo CAD das amostras de ensaio de tração.....	61
Figura 35 – Realização do ensaio de tração em temperatura ambiente (à esquerda) e criogênica (à direita).	62
Figura 36 – Micrografias das amostras impressas de IN625 por PBF-LB/M com variação nos parâmetros de processamento.....	65
Figura 37 – Exemplo dos defeitos de aprisionamento de gás/keyhole (a) e lack of fusion (b).	68
Figura 38 – Micrografia em MO das amostras #01, #40, #10 e #24.....	69
Figura 39 – Imagem de MO de um defeito de <i>lack of fusion</i> presente na amostra #10.	70
Figura 40 – Microestrutura característica de amostra fabricada por PBF-LB/M caracterizada por MO.	71
Figura 41 – Microestrutura da amostra #24 observada em MEV.....	72
Figura 42 – Diagrama TTT para o IN625 fabricado via PBF-LB/M	73
Figura 43 – Vaporização de elementos em diferentes ligas utilizando uma potência do laser de 1000W.	74
Figura 44 – Perfil de difração da amostra #24 (a) e do pó de IN625 (b).	75
Figura 45 – Perfil de difração do pó de IN718 (a) e no estado de como fabricado por PBF-LB/M (b).	76
Figura 46 - Mapas de orientação cristalográfica para as amostras #01(a), #40(b), #10(c) e #24(d).	77
Figura 47 - Projeção estereográfica da Figura de Polo Inversa em função do múltiplo de distribuições aleatórias para as amostras #01, #24 e #40.	78
Figura 48 – (a) Mapa de tamanho de grão e (b) razão de aspecto dos grãos da amostra #10.	80
Figura 49 – Mapa de orientações e de tamanho de grão referentes a um defeito de lack of fusion observado na amostra #36.	81
Figura 50 – Mapa de orientações de uma região de lack of fusion da amostra #10.....	82
Figura 51 – Identificações em grãos com orientações diferentes realizados na amostra #24. ..	84
Figura 52 – Representação dos tratamentos térmicos selecionados para avaliação da evolução microestrutural de IN625 fabricado por PBF-LB/M.	85
Figura 53 – Imagens de MO de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e envelhecida a 700°C por 8 horas.	86
Figura 54 – Imagens de MEV de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e envelhecida a 700°C por 8 horas.	87
Figura 55 – Imagens de MEV de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e envelhecida a 700°C por 8 horas.	87
Figura 56 – Imagem de MO de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora.	88
Figura 57 – Imagens de MO de regiões parcialmente recristalizadas em amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora.....	89
Figura 58 – Imagens de MEV de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora.	90

Figura 59 – Imagens de MEV de regiões parcialmente recristalizadas em amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora.....	90
Figura 60 – Imagem de MO de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora com posterior envelhecimento a 700°C por 8 horas.	91
Figura 61 – Imagens de MO de região não recristalizada em amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora com posterior envelhecimento a 700°C por 8 horas.....	92
Figura 62 – Imagens de MEV da amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora com posterior envelhecimento a 700°C por 8 horas.	92
Figura 63 – Perfis de difração exibidos por amostras de IN625 no estado como fabricado por PBF-LB/M (a) e submetida aos tratamentos térmicos de envelhecimento (b), solubilização (c) e solubilização com posterior envelhecimento (d).	93
Figura 64 – Curvas de Tensão de Engenharia X Deformação de Engenharia obtidas do ensaio de tração em TA e TC dos CPs de IN625 no estado CF por PBF-LB/M (a) e submetido aos TT de E (b), S (c) e S+E (d).	97
Figura 65 – Limite de escoamento médio, limite de resistência a tração médio e alongamento total médio dos CPs de IN625 ensaiados por tração em TA e TC no estado CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S e S+E.....	98
Figura 66 – Resultados obtidos por Marchese et al. ¹⁵⁴ em ensaio de tração de IN625 nos estados como-fabricado por PBF-LB/M e submetido a tratamentos térmicos similares ao do presente trabalho.....	101
Figura 67 – Incremento das propriedades mecânicas no ensaio de tração em TC comparado a TA.	102
Figura 68 - Análise da curva da taxa de encruamento e de tensão X deformação do IN625 no estado como fabricado por PBF-LB/M ensaiado em temperatura ambiente (a) e criogênica (b).	103
Figura 69 - Curvas relativas à taxa de encruamento para IN625 ensaiado por tração em TA e TC no estado CF por PBF-LB/M (a) e submetido aos TT de E (b), S (c), e S+E (d).	106
Figura 70 – Fractografias em MEV dos CPs ensaiados em TA de IN625 nas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E.....	110
Figura 71 – Fractografias em MEV dos CPs ensaiados em TC de IN625 nas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E.....	111
Figura 72 – Porcentagem da redução de área da seção útil dos CPs tracionados em TA e TC de IN625 nas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E.	112
Figura 73 – Defeitos de keyhole observados nos CPs de IN625 em diferentes condições ensaiados por tração em TA e TC.....	112
Figura 74 – Defeitos de lack of fusion observados nos CPs de IN625 em diferentes condições ensaiados por tração em TA e TC.....	113
Figura 75 – (a) Defeitos causados na plataforma de fabricação devido a uma má deposição do leito de pó observados no estudo de Scime et al. e (b) imagem de MEV evidenciando a ocorrência de anomalias na impressão de cilindros de IN625 na segunda plataforma de fabricação do presente trabalho.....	116
Figura 76 – Deformação de um material fabricado por PBF-LB/M a 0° em relação a plataforma de fabricação com porosidade lack of fusion e ensaiado perpendicularmente a direção de fabricação.	118
Figura 77 – Representação da microestrutura do material nas condições CF e E em relação a direção de fabricação e de tração durante o ensaio.	120
Figura 78 - Fractografia em MEV referente ao CP #2 do material na condição E ensaiado em TC.	121

Figura 79 – Mapas de orientação cristalográfica do material CF após ensaio de tração em TA e TC.....	122
Figura 80 – Mapas de Orientação Cristalográfica, Fator de Schmid e Contraste de Banda em grãos específicos de IN625 na condição CF por PBF-LB/M ensaiado por tração em TA e TC.	123
Figura 81 - Presença de maclas de deformação com contornos $\Sigma 3$ reportados em grão na fronteira da superfície de fratura de IN625 no estado CF por PBF-LB/M ensaiado por tração em TA.....	126
Figura 82 – Mapas de KAM e GOS das amostras tracionadas em TA e TC.	129

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Principais propriedades químicas do níquel.	19
Quadro 2 – Elementos de liga presentes na superliga IN625.....	21
Quadro 3 – Parâmetros de processos que envolvem a MA por PBF-LB/M.	25
Quadro 4 – Composição química do pó de IN625 fornecido pela Sandvik.....	50
Quadro 5 – Caracterização química por EDS e FRX do pó metálico de IN625 fabricado pela Sandvik.	50
Quadro 6 – Parâmetros fixos na impressão das amostras.....	56
Quadro 7 – Parâmetros variados na impressão das amostras.....	56
Quadro 8 – DEV, porosidade média e densidade relativa das amostras impressas por PBF-LB/M com variação nos parâmetros de velocidade e espaçamento de varredura do processo.	66
Quadro 9 – Porcentual dos elementos reportados nas análises de EDS e FRX das amostras de IN625 em pó e como fabricado por PBF-LB/M referente a amostra #24.....	73
Quadro 10 – DEV, porosidade média, microdureza média e desvio padrão de amostras selecionadas.	83
Quadro 11 – Microdureza média e desvio padrão de amostra de IN625 como fabricada por PBF-LB/M e submetida a diferentes tratamentos térmicos.	95
Quadro 12 - Limite de escoamento médio, limite de resistência a tração médio e alongamento total médio dos CPs de IN625 ensaiados por tração em TA e TC no estado CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S e S+E.....	97
Quadro 13 - Coeficiente de encruamento para cada um dos CPs de IN625 em suas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S e S+E ensaiados em TA e TC.	106

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	OBJETIVOS	16
2.1	OBJETIVOS GERAIS	16
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
3.1	SUPERLIGAS	17
3.1.1	O níquel como metal base para superligas	18
3.1.2	Influência dos elementos de liga nas superligas a base de níquel	19
3.2	SUPERLIGA INCONEL 625	20
3.3	MANUFATURA ADITIVA	23
3.4	FUSÃO EM LEITO DE PÓ A LASER.....	24
3.4.1	Parâmetros de processo de PBF-LB/M	25
3.4.1.1	Potência do Laser.....	26
3.4.1.2	Varredura	28
3.4.1.2.1	<i>Velocidade de varredura</i>	28
3.4.1.2.2	<i>Espaçamento e padrão de varredura</i>	29
3.4.1.3	Espessura da camada	30
3.4.1.4	Qualidade do pó metálico e sua influência no PBF-LB/M.....	30
3.4.2	Defeitos de porosidade gerados no processo de PBF-LB/M	31
3.4.2.1	Lack of fusion	31
3.4.2.2	Keyhole	32
3.4.2.3	Aprisionamento de gás	33
3.4.2.4	Balling.....	34
3.4.3	Combinação dos parâmetros de PBF-LB/M em mapas de impressão.....	34
3.5	PBF-LB/M DO INCONEL 625.....	37
3.6	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA DE METAIS CFC.....	40
3.6.1	Deformação plástica do INCONEL 625 em temperaturas criogênicas.....	48
4	MATERIAIS E MÉTODOS	49
4.1	CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA	50
4.2	IMPRESSÃO COM VARIAÇÃO NOS PARÂMETROS	55
4.2.1	Caracterização da porosidade e microestrutural das amostras.....	57
4.2.2	Análise das poças de fusão	58
4.2.3	Análises químicas e detecção de fases	58
4.2.4	Análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	58

4.2.5	Análise de microdureza	59
4.3	TRATAMENTOS TÉRMICOS	59
4.4	ENSAIOS DE TRAÇÃO	61
4.5	MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO	63
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	65
5.1	AMOSTRAS IMPRESSAS COM VARIAÇÃO DE PARÂMETROS	65
5.1.1	Porosidade.....	65
5.1.2	Análise do processo de impressão por meio das poças de fusão.....	68
5.1.3	EDS e FRX	73
5.1.4	DRX do material como fabricado por PBF-LB/M.....	75
5.1.5	EBSD	76
5.1.6	Microdureza Vickers.....	82
5.2	TRATAMENTOS TÉRMICOS	85
5.2.1	Envelhecimento	86
5.2.2	Solubilização	88
5.2.3	Solubilização com posterior envelhecimento	91
5.2.4	Difração de raios X.....	93
5.2.5	Microdureza Vickers.....	95
5.3	ENSAIOS DE TRAÇÃO	96
5.4	Análise das curvas de encruamento	103
5.5	Fractografias	109
5.6	ANÁLISE DOS MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO	122
5.6.1	Análise por EBSD	122
5.6.2	Conjectura sobre os mecanismos de deformação	131
6	CONCLUSÕES	137
	REFERÊNCIAS	138

1 INTRODUÇÃO

“The history of man, [...], is much more a history of the development of his uses of energy than it is the story of the vagaries of kings and conquerors.”
- ASIMOV, Isaac.

As superligas são um grupo de ligas metálicas que a matriz é constituída por elementos que as classificam entre as de níquel, um balanço entre ferro e níquel, ou de cobalto. Essa classe de metais possui, dentre outras propriedades, a capacidade de manter a longevidade da sua resistência mecânica e à corrosão mesmo em ambientes de elevadas temperaturas, superiores a 700 °C. Isto permite a utilização em diversos segmentos da indústria, como o aeroespacial, que representa exclusivamente 75% da demanda total de superligas em motores aeronáuticos, e os outros 25% distribuídos entre as indústrias química, petroquímica, médica e militar, na construção de reatores nucleares, submarinos e espaçonaves^{1,2}.

Dentre os avanços recentes na fabricação dessas ligas, destaca-se a manufatura aditiva (MA), que consistem na fabricação de um componente por meio da adição em camadas de material. Dentre os processos de MA de materiais metálicos, a fusão em leito de pó a laser tem sido foco de pesquisa nos últimos anos por ter se mostrado uma maneira eficiente de fabricar peças com modelagem complexa, melhor qualidade metalúrgica e controle dimensional, além de evitar o desperdício de material e economizar em tempo de processamento. No entanto, a complexidade térmica do processo impõe desafios específicos, como a formação de gradientes térmicos acentuados, tensões residuais e microestruturas fora do equilíbrio, exigindo um entendimento aprofundado dos efeitos do processo sobre o desempenho final do material^{2,3}.

A liga Inconel 625 (IN625), uma superliga à base de níquel, desempenha um papel essencial na indústria química, de óleo e gás e aplicações *offshore* devido à sua elevada resistência mecânica, excelente resistência à corrosão e capacidade de operar em ambientes extremos. As condições de uso do material nesses ambientes são altamente corrosivas com baixas temperaturas. Em particular, o desempenho da liga IN625 sob temperaturas próximas as consideradas criogênicas (abaixo de -150 °C), como as encontradas em ambientes criogênicos, é um tópico de interesse crescente, mas ainda pouco explorado na literatura científica⁴.

A exposição de superligas a ambientes criogênicos introduz novos desafios à sua integridade estrutural. A baixa temperatura altera significativamente os mecanismos de deformação plástica, promovendo, por exemplo, a supressão de certos modos de deslizamento e o favorecimento de maclação mecânica, além de afetar a nucleação e movimentação de discordâncias. Esses efeitos podem resultar em aumento de resistência, mas também em perda de ductilidade ou comportamento frágil, especialmente em materiais processados por rotas não convencionais, como a MA. Além disso, a presença de poros, heterogeneidades microestruturais e texturas preferenciais introduzidas pela fusão em leito de pó pode interagir de maneira complexa com esses mecanismos de deformação, impactando diretamente o desempenho do componente em serviço⁵⁻⁹.

Nesse cenário, a pesquisa científica desempenha um papel crucial no avanço do conhecimento necessário para otimizar o uso de superligas em condições criogênicas. Estudos sistemáticos⁵⁻⁹ sobre o efeito da temperatura na resposta mecânica, aliados a análises microestruturais detalhadas, são fundamentais para compreender os mecanismos de encruamento, a rotação de grãos, a nucleação de maclas e a evolução da densidade de discordâncias em diferentes escalas. Tais investigações não apenas contribuem para a melhoria dos parâmetros de processamento e tratamentos térmicos pós-fabricação, mas também fornecem subsídios para o desenvolvimento de modelos constitutivos mais realistas, capazes de prever o comportamento mecânico em ambientes extremos.

Diante desse contexto, o presente trabalho busca investigar o comportamento mecânico da superliga IN625 processada por fusão em leito de pó a laser, com foco em sua resposta à deformação plástica em temperaturas criogênicas. A proposta envolve a caracterização microestrutural pós-processamento e a análise das alterações nas propriedades mecânicas, contribuindo para o entendimento dos mecanismos de deformação sob tais condições e para a otimização do uso da liga em aplicações severas.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVOS GERAIS

Avaliar os efeitos do processo de fusão em leito de pó e tratamentos térmicos na superliga INCONEL 625, comparando os mecanismos de deformação em temperatura ambiente e criogênica.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Analisar os efeitos dos parâmetros de processamento e de tratamentos térmicos na microestrutura de amostras impressas.
2. Comparar os efeitos da temperatura nas propriedades mecânicas das amostras impressas por fusão em leito de pó.
3. Avaliar os efeitos da temperatura nos modos e mecanismos de deformação.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 SUPERLIGAS

Alguns ambientes operacionais são classificados como hostis devido as condições de altas temperaturas e corrosivas. Os materiais empregados nessas situações extremas devem possuir propriedades que assegurem sua aplicação sem sua deterioração ao longo do tempo. No âmbito dos materiais metálicos, destacam-se as superligas, desenvolvidas especificamente para manter a integridade estrutural e o desempenho mecânico mesmo sob tais condições severas^{10,11}.

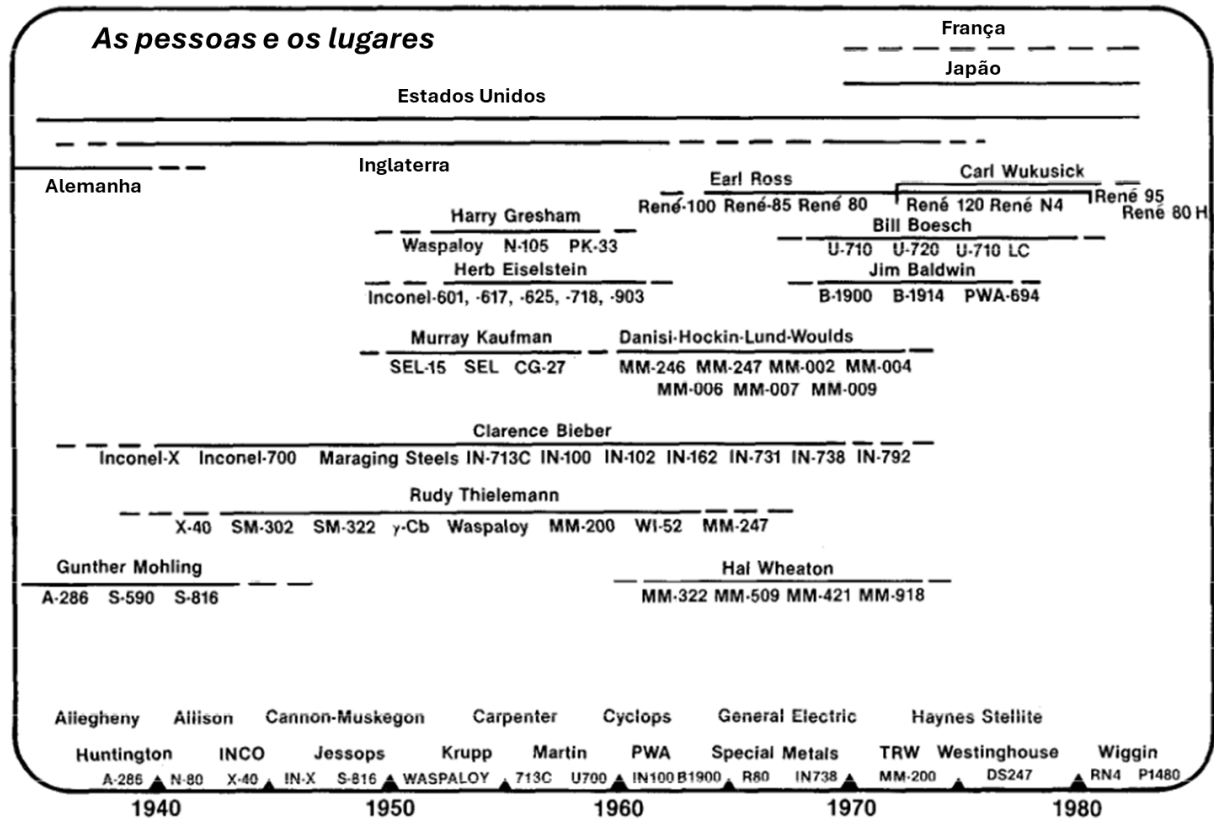
O desenvolvimento das superligas está intrinsecamente associado com a evolução dos motores a jato, em que a necessidade de se obter delas uma melhor eficiência surgiu da demanda por temperaturas operacionais mais elevadas para seu funcionamento. Metalurgistas investigaram o papel dos elementos de liga na modificação das propriedades dos materiais, com o objetivo de formular composições capazes de suportar tais condições extremas, e como resultado, foram desenvolvidas superligas aptas a serem empregadas nas palhetas de turbinas. Isto permitiu que aeronaves operassem a velocidades mais elevadas, percorressem distâncias maiores, e apresentassem menor consumo de combustível durante a decolagem¹⁰⁻¹³.

Uma das ligas que pode ser citada como precursora no desenvolvimento das superligas foi a conhecida como Monel. Nela, metalurgistas da época testaram a adição de diferentes elementos metálicos para avaliar quais eram seus efeitos em cada uma de suas propriedades. Dessa forma, foi-se adquirindo conhecimento sobre como formular novas composições de ligas metálicas, principalmente nas que continham níquel em sua composição, o qual tinha sido recém-descoberto e recebia cada vez mais notoriedade devido a suas propriedades¹¹⁻¹³.

Um dos experimentos que marcou o desenvolvimento das superligas foi o de Pilling e Merica, por volta de 1930, no qual foi avaliada influência de alumínio e titânio em ligas de níquel tal como a Monel, onde foi-se descoberto por causarem um aumento na resistência à fluência e dureza. O desenvolvimento das superligas prossegue desde o século XX até os dias atuais, dividindo-as em diversas categorias que envolvem principalmente seu método de fabricação, tal como a de monocristais e a solidificação direcional, e a presença de diferentes elementos de liga em proporções específicas que ditam as propriedades apresentadas em cada uma delas^{2,11-14}.

Na Figura 1 estão apresentadas as principais superligas de níquel desenvolvidas ao longo do século XX^{1,10}.

Figura 1 – Superligas a base de níquel desenvolvidas ao longo do século XX.



Fonte: (2)

3.1.1 O níquel como metal base para superligas

As propriedades que o níquel possui são fundamentais para a constituição das superligas que o possuem como elemento principal.

O níquel puro não sofre transformações alotrópicas até seu ponto de fusão, permitindo que superligas que o possuam como metal base não necessitem de elementos estabilizantes para a matriz e não sofram variações dimensionais resultantes de transformações de fase durante o seu uso em condições de temperaturas elevadas. A estrutura cristalina desse elemento é a Cúbica de Face Centrada (CFC), o que proporciona uma considerável capacidade de encruamento devido aos sistemas de deslizamento prontamente ativos. Por possuir uma estrutura cristalina compacta, a ativação de processos difusivos na matriz de níquel necessita de elevados valores de energia, proporcionando uma melhor estabilidade microestrutural nas condições de uso, o que propicia aplicações em ambientes de elevada temperatura^{1,4,10,11,13}.

As principais propriedades do níquel como elemento químico estão sumarizadas no Quadro 1^{4,11}.

Quadro 1 – Principais propriedades químicas do níquel.

Número Atômico	Peso Atômico	Ponto de fusão	Densidade	Estrutura cristalina
28	58,69	1453 °C	8,9 g/cm ³	CFC

Fonte: Adaptado de (4), (11)

3.1.2 Influência dos elementos de liga nas superligas a base de níquel

A função de cada elemento de liga irá subdividir as superligas a base de níquel em três categorias, de acordo com o mecanismo de endurecimento que promovem^{4,10}.

a) Endurecidas por solução sólida (SS):

Cromo, cobalto, ferro e molibdênio promovem o endurecimento por meio da distorção da rede cristalina devido a diferença de tamanho atômico entre esses átomos de soluto quando substituem os de solvente. Essa distorção gera campos de tensão, que aumentam a energia interna do material e interagem com os campos de tensão ao redor das discordâncias de forma que seu movimento é dificultado. Esse mecanismo está atrelado a fenômenos na escala atômica da matéria, sendo menos eficientes quando comparados a outros mecanismos, porém atuantes mesmo em elevadas temperatura, em que fenômenos de difusão são mais pronunciados¹⁴⁻²¹.

b) Endurecidas por precipitação:

Alumínio, titânio, nióbio e tântalo reagem com elementos da matriz e promovem a precipitação de partículas de segunda fase intermetálicas. Os dois precipitados aos quais o aumento da resistência mecânica das superligas de níquel é creditado são γ' (*gamma*-linha) e γ'' (*gamma*-duas-linhas), ambos de estequiometria Ni_3X . Para que uma liga seja passível de endurecimento por precipitação, é necessário que o limite de solubilidade de um de seus elementos constituintes decresça no resfriamento a partir de uma SS monofásica, possibilitando a formação de uma SS supersaturada em um tratamento térmico de solubilização seguido de têmpera, criando a força motriz para, durante a etapa de envelhecimento, ocorrer a precipitação. O precipitado é caracterizado como coerente, apresentando estrutura cristalina idêntica em relação a matriz, e distorções na rede cristalina causadas por ele exigem que as discordâncias se movimentem por escalagem ou cisalhando-a¹⁴⁻²¹.

c) Endurecidas por formação de carbeto nos contornos de grão:

Cromo, molibdênio, tungstênio, vanádio, nióbio, tântalo, titânio e háfnio promovem a formação de carbeto ao formarem ligações químicas com carbono. Em condições de fluência, os carbeto causam aumento da resistência mecânica do material quando precipitam nos contornos de grão, inibindo o escorregamento dessa região pois as ligações químicas outrora insatisfeitas passam a estar completas, dificultando mecanismos de deformação termicamente ativados. Entretanto, também são creditados por tornar a estrutura frágil, dependendo do tamanho que assumem quando precipitam e das condições de solicitação¹⁴⁻²¹.

Um mesmo elemento pode influenciar de diferentes maneiras na microestrutura das superligas, atuando por vezes de forma benéfica ou deletéria, o que depende principalmente da sua quantidade presente. Por exemplo, o alumínio, que tem seu papel principal no endurecimento por precipitação, pode atuar também no endurecimento por solução sólida, assim como o titânio, que atua na formação de carbeto e promove o endurecimento por precipitação, pode originar a fase eta (η), que compromete as propriedades do material. Assim sendo, a composição química de uma superliga é estipulada de tal forma que as propriedades finais do material se equilibrem com os mecanismos de endurecimento desenvolvidos e com a formação de fases indesejáveis na microestrutura¹⁴⁻²¹.

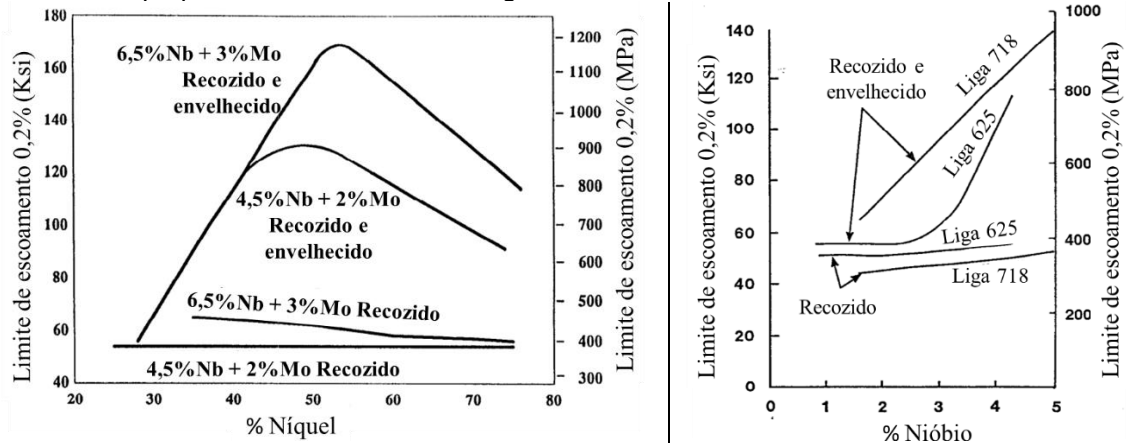
3.2 SUPERLIGA INCONEL 625

Durante a década de 1950, a *Special Metals Corporation* iniciou o desenvolvimento de duas superligas a base de níquel em paralelo, a do IN728 e do IN625, tendo sido suas patentes registradas nos anos de 1962 e 1964, respectivamente²².

Em decorrência de testes realizados com o objetivo de desenvolver uma superliga que apresentasse elevada resistência mecânica e à corrosão, variou-se a porcentagem de nióbio e molibdênio a fim de avaliar a influência na microestrutura e propriedades mecânicas do material sob diferentes tratamentos térmicos. Constatou-se que o aumento simultâneo desses elementos após recozimento e envelhecimento elevaram o limite de escoamento devido ao endurecimento pela precipitação da fase γ' , e a composição dessa liga tornar-se-ia o IN718²²⁻²⁴.

A Figura 2 ilustra a tensão de escoamento em função do efeito de tratamentos térmicos e da variação da composição química nas ligas que estavam sendo desenvolvidas e tornaram-se posteriormente o IN718 e o IN625²².

Figura 2 – Efeito da variação dos elementos de liga nióbio e molibdênio e de diferentes tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas das ligas testadas durante o desenvolvimento do IN625.



Fonte: (22)

A composição química do IN625 determinada ao final do seu desenvolvimento o classificou como uma superliga a base de níquel, em que ferro e cromo também atuam como os principais elementos formadores da matriz. A porcentagem de cada elemento presente no IN625 está apresentada no Quadro 2²³.

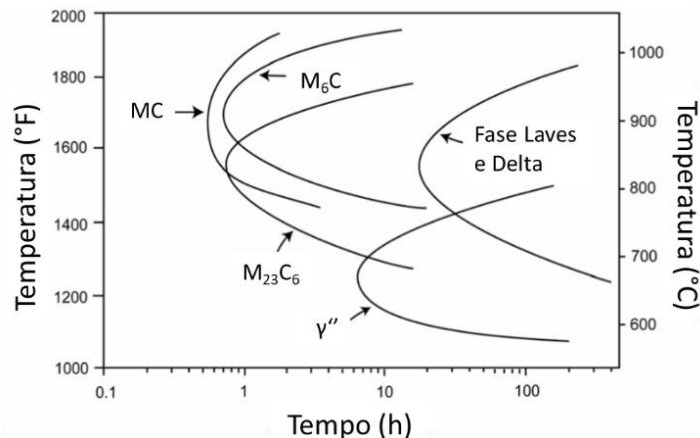
Quadro 2 – Elementos de liga presentes na superliga IN625.

Elemento	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb + Ta	Al	Ti	C	Si	P	S
% mínima	Bal.	20,0		8,0	3,15	0,2	0,2				
% máxima		23,0	5,0	10,0	4,15	0,4	0,4	0,01	0,5	0,015	0,015

Fonte: Adaptado de (23)

As possíveis fases de serem formadas na microestrutura do IN625 podem ser observadas no diagrama Tempo-Temperatura-Transformação disposto na Figura 3²⁴.

Figura 3 – Diagrama TTT do IN625.



Fonte: Adaptado de (24)

A precipitação de fases endurecedoras ocorre no IN625 devido à presença em sua composição química, mesmo que em níveis moderados, de alumínio e titânio, que, ao se ligarem com o nióbio, formam γ'' . Como previsto pelo diagrama da Figura 3, ocorre somente se a liga for mantida em uma temperatura específica ao longo de determinado tempo, sendo, nesse caso, em situações de serviço em elevadas temperaturas. Portanto, o mecanismo de endurecimento por precipitação não é atribuído ao IN625, e é a presença de molibdênio e cromo em quantidades significativas que fazem com que o principal mecanismo de endurecimento seja o por SS. Ainda, o nióbio passa a ser contribuir no endurecimento do material por SS na sua aplicação em elevadas temperaturas²³.

A superliga IN625 também está sujeito a precipitação de carbeto (MC, $M_{23}C_6$ e M_6C), e fases topologicamente empacotadas, sendo essas as fases δ e de Laves, que dependem do tempo e temperatura quando tratamentos térmicos são empregados ao material^{11,15,23}.

Carbeto do tipo MC são formados logo após a solidificação da fase líquida do material ou a partir da SS supersaturada por meio de reações que ocorrem em temperaturas acima de 1000 °C. A ordem de formação desses carbeto começa pelo mais estável deles, o HfC, seguido pelo TiC, TaC e o NbC. Carbeto do tipo $M_{23}C_6$ e M_6C são formados a partir de reação dos carbeto do tipo MC com a matriz após longos períodos de exposição em temperaturas entre 790°C e 816 °C e entre 816°C e 982 °C, respectivamente. A reação à qual os origina pode resultar também na formação de γ' ^{11,15,22,25}.

A fase δ precipita durante o superenvelhecimento da liga, em que os precipitados γ'' , os quais possuem estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado e morfologia lenticular, crescem e tornam-se incoerentes, passando a apresentar estrutura cristalina ortorrômbica e morfologia acicular. A mudança de estrutura cristalina da fase γ'' para δ é responsável pela diminuição das propriedades mecânicas do material, não havendo ordenação entre o precipitado e a matriz^{11,15,23}.

A fase Laves é caracterizada por ser do tipo A_2B , sendo os principais representantes Fe_2Ti , Fe_2Nb , Fe_2Mo , Co_2Ti e Co_2Ta . A presença dessas fases é mais evidente em superligas de ferro-níquel e cobalto, ou ainda superligas de níquel com presença elevada de ferro. A fase Laves apresenta estrutura cristalina hexagonal e morfologia globular e que evolui para formato de placas conforme o material é exposto a elevadas temperaturas^{11,15,23}.

Dois tratamentos térmicos são comumente aplicados ao IN625, sendo esses de solubilização e alívio de tensões. A solubilização é realizada a uma temperatura de 1177°C por 1 hora e promove a homogeneização da composição química com dissolução das fases secundárias, podendo ainda ocorrer o fenômeno de recristalização na microestrutura a depender da condição do material previamente ao tratamento térmico. Já o alívio de tensões, tipicamente realizado a cerca de 870 °C por um período de aproximadamente uma hora, é aplicado quando necessário para remover tensões internas residuais do método de fabricação do material sem promover as mudanças microestruturais provocadas pela solubilização. Para ambos os tratamentos térmicos, é recomendado um rápido resfriamento para evitar a formação de fases normalmente indesejadas na microestrutura²⁶⁻²⁸.

De forma geral, a aplicação do IN625 consiste em ambientes altamente corrosivos, uma vez que a quantidade significativa de molibdênio na liga não contribui somente no endurecimento por SS, mas também na elevada resistência a corrosão por pites e frestas exibida pela liga. Isso inclui aplicações nas indústrias química, petrolífera, naval e aeroespacial^{29,30}.

3.3 MANUFATURA ADITIVA

A Manufatura Aditiva (MA) pode ser definida como sendo a fabricação de materiais camada a camada em formato próximo ao objeto que se deseja produzir. A obtenção de produtos por MA se diferencia da rota subtrativa, pois naquela há menor necessidade pós-processamento, de ferramental e mão de obra^{3,31,32}.

Também conhecida como impressão 3D, a MA teve suas primeiras concepções na década de 1980 e estava diretamente ligada à evolução dos processos de prototipagem rápida, inicialmente voltados para polímero. Sua aplicação em metais surgiu de maneira mais significativa apenas nos anos 1990 e 2000, com destaque para o desenvolvimento da fusão seletiva a laser (SLM). As tecnologias de MA permitiram a fabricação de componentes metálicos de alta complexidade, antes impossíveis ou extremamente dispendiosos por métodos convencionais^{3,31,32}.

A norma ABNT 52900 classifica os processos de fabricação de manufatura aditiva de metais em três categorias: Deposição Direta de Energia (DED), Laminação de folhas e Fusão em Leito de Pó. Cada um desses processos difere principalmente no material de alimentação utilizado, a maneira como é distribuído e a fonte de calor³¹⁻

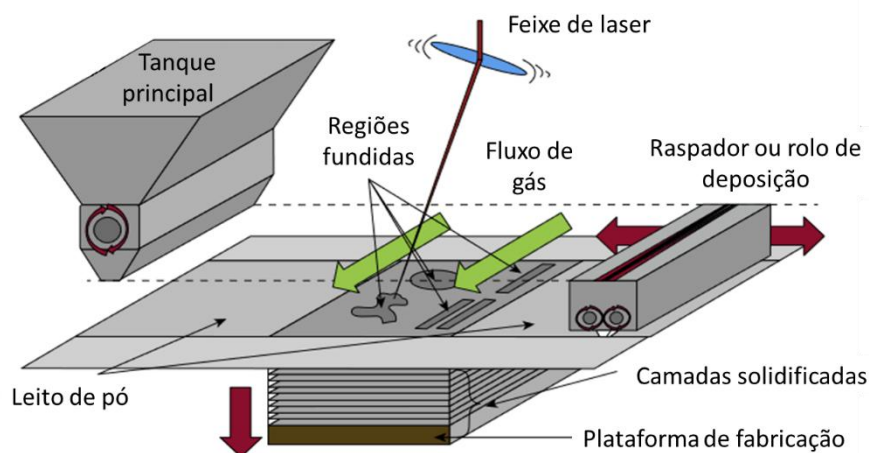
A MA tem sido foco de pesquisa nos últimos anos por ter se mostrado uma maneira eficiente de fabricar peças com modelagem complexa, com uma melhor qualidade metalúrgica e controle dimensional, além de evitar o desperdício de material e economizar em tempo de processamento^{3,31,32}.

3.4 FUSÃO EM LEITO DE PÓ A LASER

A fusão em leito de pó de metais a laser (do inglês, *Powder Bed Fusion - Laser Beam Metals*, abreviado por PBF-LB/M) é uma das técnicas de MA utilizadas para a obtenção de objetos construídos camada a camada.

O processo de fabricação por PBF-LB/M inicia-se depositando uma fina camada de pó metálico (20 - 100µm) sobre uma plataforma de construção com o auxílio de um raspador ou um rolo cilíndrico. O laser é então direcionado para as áreas selecionadas do pó, que correspondem as áreas do volume do projeto CAD que foi convertido em .stl e configurado no equipamento após o fatiamento, fundindo-o nessas regiões e criando estruturas conhecidas como poças de fusão. Após o laser percorrer toda a trajetória programada, a plataforma de construção é baixada e uma nova camada de pó é depositada sobre a camada anterior. Esse processo é repetido camada por camada até que o objeto seja completamente formado. Na Figura 4 está esboçado o processo de PBF-LB/M³⁴⁻³⁷.

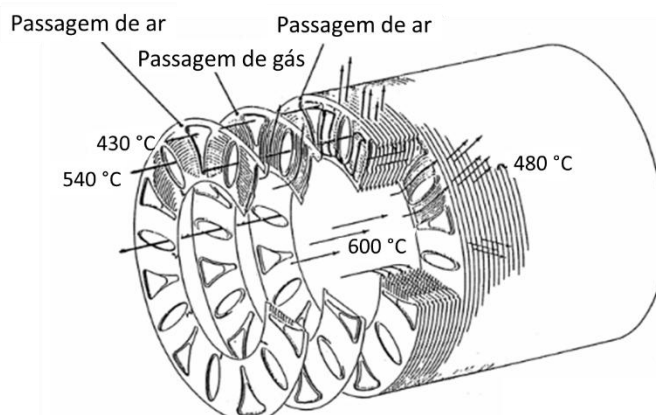
Figura 4 – Esquema do processo de fabricação por PBF-LB/M



Fonte: Adaptado de (37)

A técnica de PBF-LB/M permite fabricar com maior facilidade peças como a que está representada na Figura 5, que ilustra um recuperador de calor utilizado em turbinas feitas de IN625 que, devido a sua geometria complexa, torna-se custoso sua fabricação por métodos convencionais^{31,32,38}.

Figura 5 – Recuperador de calor que utiliza IN625 na sua fabricação, exemplo de peça que poderia ser impressa por MA devido a sua geometria complexa.



Fonte: Adaptado de (38)

As vantagens do processo de PBF-LB/M envolvem a integração de diferentes componentes fabricadas em um único componente próximo a sua forma final, possibilitando explorar geometrias complexas na fabricação, uma vez que se tem maior liberdade no projeto e economia de tempo e material desde o projeto inicial até a fabricação. Algumas desvantagens associadas ao processo incluem a qualidade superficial da peça fabricada, tensões residuais internas do material devido as diferenças de temperatura localizadas, má densificação do material devido a combinação incorreta dos parâmetros inseridos no equipamento, vaporização de elementos químicos, microsegregação de elementos, dentre outros. As desvantagens do processo exigem que os componentes impressos sejam normalmente submetidos a processos de usinagem e tratamentos térmicos^{3,34-37}.

3.4.1 Parâmetros de processo de PBF-LB/M

A fabricação por PBF-LB/M envolve diversos parâmetros, os quais podem ser controlados ou não, em que alguns desses estão associados ao equipamento utilizado para fabricação por MA, enquanto outros estão relacionados com os processos de obtenção e características da matéria prima utilizada nesses processos. Alguns dos principais parâmetros da PBF-LB/M estão apresentados no Quadro 3, em que os marcados por * são controláveis e por ** não controláveis³⁴⁻³⁷.

Quadro 3 – Parâmetros de processos que envolvem a MA por PBF-LB/M.

Laser	Varredura	Matéria prima
Fonte de emissão**	Velocidade*	Distribuição de tamanho**
Potência*	Espaçamento*	Morfologia**
Distribuição de energia**	Padrão de varredura*	Espessura de camada depositada*

Fonte: Adaptado de (37).

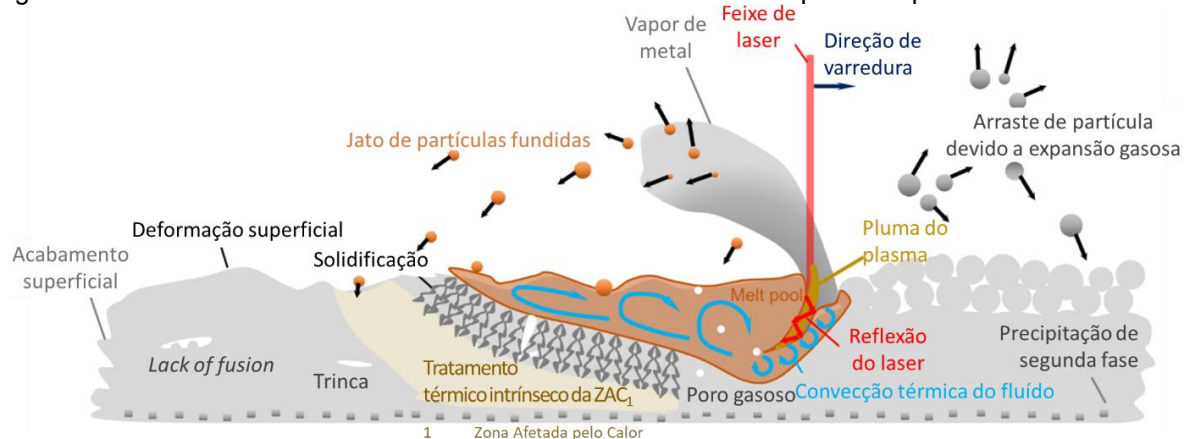
Além dos parâmetros apresentados no Quadro 3, outros merecem ser mencionados, embora a maioria destes dependa principalmente da construção do equipamento, como a presença de um fluxo de gás na câmara de fabricação, se há ou não o aquecimento da plataforma de fabricação, aspectos intrínsecos do laser, como seu diâmetro, modelo de distribuição de calor e fonte de emissão, ou ainda propriedades inerentes ao material utilizado para a fabricação, como sua refletividade ao laser³⁴⁻³⁷.

3.4.1.1 Potência do Laser

O laser atua como uma fonte de calor que, além de fundir as partículas de pó, induz diversos outros fenômenos no leito de pó durante o processo de PBF-LB/M, sendo capaz de vaporizar partículas do pó metálico, carregar pequenas gotículas de metal líquido, ejetar partículas da camada de pó depositada no leito (efeito denominado de *spatter*), criar instabilidades na região do pó fundido, gerar defeitos durante a solidificação do material, determinar características cristalográficas pertencente aos grãos e metalúrgicas em relação a fração de fases geradas e precipitadas de segunda fase, dentre outros^{34-37,39-42}.

Os principais fenômenos que podem ocorrer com a incidência do laser na camada de pó estão apresentados na Figura 6⁴³.

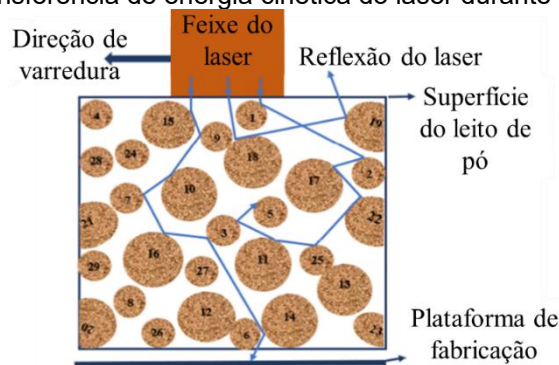
Figura 6 – Fenômenos envolvidos na incidência do laser na matéria prima no processo de PBF-LB/M.



Fonte: (43)

Na PBF-LB/M, o feixe de luz do laser colide com as partículas de pó metálico de acordo com o princípio do comportamento dual da luz, e assim transfere energia cinética na forma de fótons pelas mesmas, como ilustrado na Figura 7. De forma geral, a energia transferida pelo laser é associada à sua potência empregada, que é medida em *Watts*^{43,44}.

Figura 7 – Esquema da transferência de energia cinética do laser durante a colisão com as partículas.



Fonte: (45)

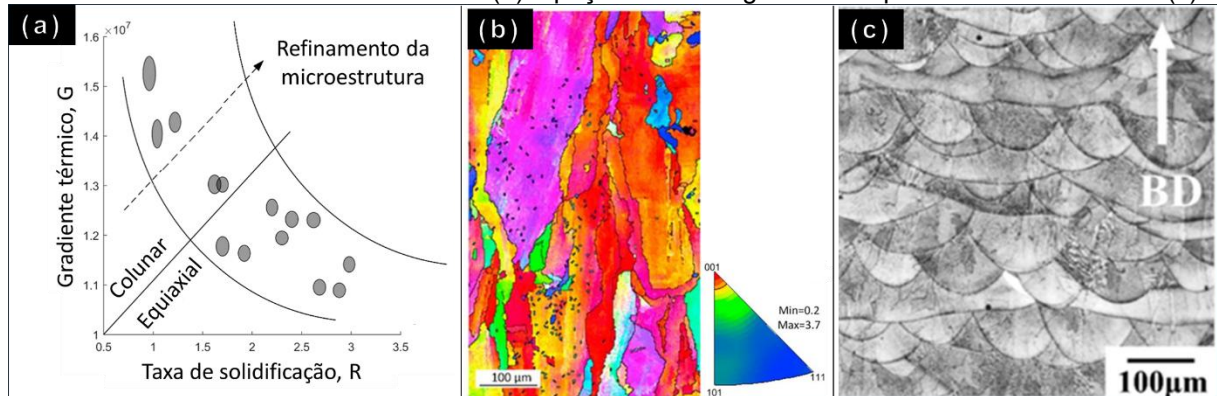
O uso de uma fonte de calor como um laser faz com que no processo de fabricação por PBF-LB/M, elevadas taxas de aquecimento e de resfriamento (na ordem de $10^5 - 10^8 \text{ K s}^{-1}$) sejam aplicadas. Nesse sentido, o processo induz ao material um histórico térmico complexo, com vários ciclos de fusão e refusão, que irão determinar as características microestruturais que serão desenvolvidas, dentre as quais microsegregação e tensão térmica residual na peça fabricada são as mais destacáveis^{34,35}.

A nucleação de grãos a partir do pó fundido se dá de maneira epitaxial na plataforma de fabricação em um primeiro momento, e na que será fundida subsequentemente em uma camada anterior em relação a que foi depositada. Esse crescimento epitaxial está associado a uma direção de crescimento favorável, que no caso dos materiais com estrutura cristalina cúbica, é a direção $\langle 001 \rangle$. A morfologia final dos grãos irá depender do gradiente térmico (G) e da taxa de solidificação (R) que ocorre camada a camada, ditando a direção de crescimento. No caso do PBF-LB/M, é comum o crescimento de grãos colunares paralelos a direção de fabricação e da aplicação de calor, característica essa um dos principais causadores de anisotropia em metais impressos por técnicas de MA^{34,42,46,47}.

Outra característica relacionada com a utilização de um laser na impressão de materiais por PBF-LB/M é de resultar em poças de fusão solidificadas camada a camada, que pode ser observada por meio de micrografias após a correta preparação metalográfica do material seguido de ataque químico^{34,48}.

Na Figura 8 está ilustrada a relação entre G e R ⁴⁸, um mapa de orientações identificando uma textura desenvolvida na direção $\langle 001 \rangle$ na figura de polo inversa⁴⁹ e as poças de fusão resultantes ao final do processo de fabricação por PBF -LB/M⁵⁰.

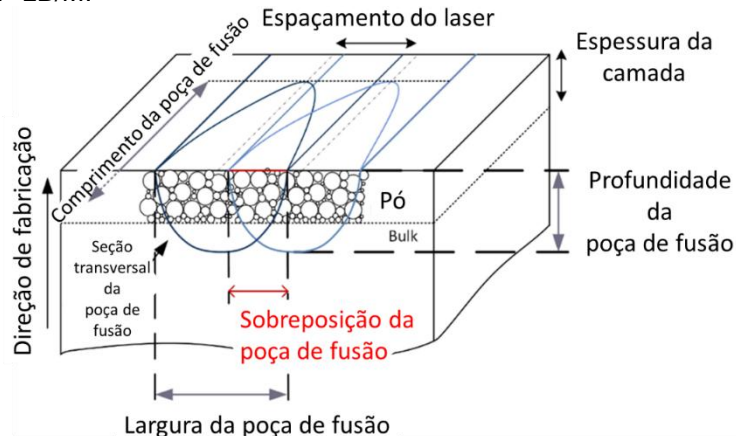
Figura 8 – Relação entre o gradiente térmico e a taxa de solidificação (a), textura desenvolvida por materiais com estrutura cristalina cúbica (b) e poças de fusão geradas no processo de PBF-LB/M (c).



Fonte: (48), (49), (50)

As poças de fusão são úteis para identificar se o processo de fabricação do material ocorreu de forma satisfatória, transpondo o que foi ajustado nos parâmetros do equipamento de impressão nas características exibidas por elas. Havendo a sobreposição adequada das poças de fusão, então o material foi fabricado quase completamente sem a presença de porosidade. Assim, cada parâmetro configurado relaciona-se com uma das dimensões das poças de fusão, sendo elas sua largura, profundidade e comprimento, como demonstrado na Figura 9⁵¹.

Figura 9 – Relação entre os parâmetros do equipamento e as dimensões das poças de fusão geradas no processo de PBF-LB/M.



Fonte: (51)

3.4.1.2 Varredura

3.4.1.2.1 Velocidade de varredura

O laser se movimenta sobre a camada de pó com uma velocidade definida. Essa movimentação é feita através de galvanômetros, que são um conjunto de espelhos que defletem a direção em que o laser é apontado³⁴⁻³⁷.

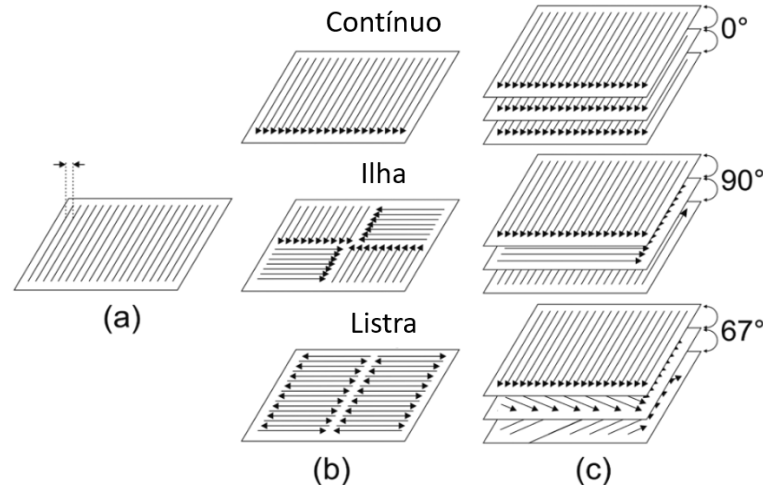
Esse parâmetro é crítico para a taxa de fabricação adotada para o processo, pois existem limitações em função da produção de defeitos que velocidades elevadas de varredura podem causar no material³⁴⁻³⁷.

Ainda, a velocidade adotada está diretamente relacionada com o tempo em que uma determinada porção do pó estará em contato efetivo com o laser, o que influencia nas taxas de resfriamento do processo, as quais afetam tanto a evolução microestrutural, podendo favorecer ou não a precipitação de determinadas fases nos materiais metálicos, quanto a geração de defeitos macroscópicos, como propagação de trincas na superfície e delaminação das camadas³⁴⁻³⁷.

3.4.1.2.2 *Espaçamento e padrão de varredura*

O espaçamento e padrão de varredura são um conjunto de parâmetros que descrevem a trajetória do laser sobre a camada de pó depositada na plataforma de fabricação, e que, combinados, são referidos normalmente como estratégias de varredura adotadas pelo laser^{34,35,37}, estando exemplificados na Figura 10.

Figura 10 – Espaçamento (a) e padrão de varredura (b, c) do processo de fabricação por PBF-LB/M.



Fonte: (52)

O espaçamento de varredura define a distância entre dois trajetos adjacentes do laser no leito de pó em uma mesma camada, sendo essencial para garantir que haja a sobreposição das poças de fusão das camadas de pó^{34,35,52}.

O padrão de varredura do laser é dividido em função da geometria que a trajetória do laser irá percorrer em uma camada, e da mudança de padrão com o acréscimo na camada de fabricação e que está associada a uma rotação do padrão geométrico adotado^{34,35,52}.

3.4.1.3 Espessura da camada

A espessura de camada de pó depositada para formar o leito que será fundido é um dos poucos parâmetros que envolvem aspectos relacionados ao pó que pode ser controlado. Isso se dá devido a maior associação do parâmetro ao equipamento de fabricação por PBF-LB/M do que com os aspectos pertinentes ao pó em si³⁵.

Primeiramente, toda técnica de MA requer que o modelo do que irá ser fabricado seja projetado em um formato digital tipo CAD. Este então é convertido em formato STL (STereoLithography), e o modelo passa a ser representado a partir de uma nuvem de pontos contidas no volume e a superfície por facetas planares ou polígonos^{3,35}.

Antes que seja exportado para o equipamento, o modelo poligonizado precisa ser representado por fatias de diversas camadas sucessivas, que também contém as informações do seu volume, como por exemplo a existência de espaços vazios na peça. Essa etapa é conhecida como fatiamento, realizada em um software especializado, e os dados de contorno da superfície do modelo do objeto passam a ficar desconectados no eixo z. É na etapa do fatiamento do arquivo *.stl* que é determinado o intervalo entre cada camada de fabricação do objeto, e, dessa forma, a espessura de camada de pó que será depositada no leito de pó. A relação entre a altura de camada, tanto no arquivo fatiado como nos parâmetros do processo, influencia na taxa de fabricação do equipamento e na precisão com que a superfície da peça final é obtida em função do modelo 3D, interferindo na sua qualidade^{3,35}.

O efeito conhecido como degraus de escada surge em função da natureza das técnicas de MA construírem objetos em camadas, em que a qualidade da superfície do objeto final é dada em função do número de degraus de camadas nessa região. Esse tipo de efeito exige que os processos de MA dependam da manufatura subtrativa para realizar o acabamento superficial da peça, pois as tolerâncias dimensionais não podem ser atendidas somente na impressão^{3,34,35,53}.

3.4.1.4 Qualidade do pó metálico e sua influência no PBF-LB/M

Para o processo de PBF-LB/M, que envolve a utilização do material na forma de pó, a qualidade final da peça depende da qualidade com que foi obtido o pó como matéria prima do processo⁵⁴⁻⁵⁶. Por isso, apesar de não ser um parâmetro controlável na fabricação, detalhes sobre a qualidade do pó metálico são abordados.

Uma distribuição uniforme de tamanho de partícula ajuda a garantir um melhor empacotamento do leito de pó, pois as de menor granulometria preenchem os espaços vazios deixados no empacotamento das partículas maiores. Partículas de morfologia mais esférica propiciam uma distribuição de energia uniforme durante o processo e um melhor escoamento durante a deposição do leito. O baixo teor de oxigênio e impurezas dos pós é necessário para garantir uma boa qualidade de fusão e evitar a formação de porosidades e falhas nas peças fabricadas, o que é obtido quando a etapa de resfriamento do metal líquido pulverizado na atomização do pó é feita de maneira satisfatória⁵⁴⁻⁵⁶.

3.4.2 Defeitos de porosidade gerados no processo de PBF-LB/M

A combinação incorreta dos parâmetros inseridos no equipamento de PBF-LB/M pode levar a presença de defeitos volumétricos no material na forma de porosidades, o que, em termos gerais, é um dos principais defeitos gerados na fabricação, resultando em uma má densificação do material^{34,35}.

Tem-se classificações distintas para as diferentes morfologias de poro, e a formação de cada um possui relação com um ou mais parâmetros do equipamento de fabricação por MA. Os defeitos de porosidade mais comuns são o *lack of fusion*, *keyhole*, *gas trapping* e *balling*³⁴⁻³⁷.

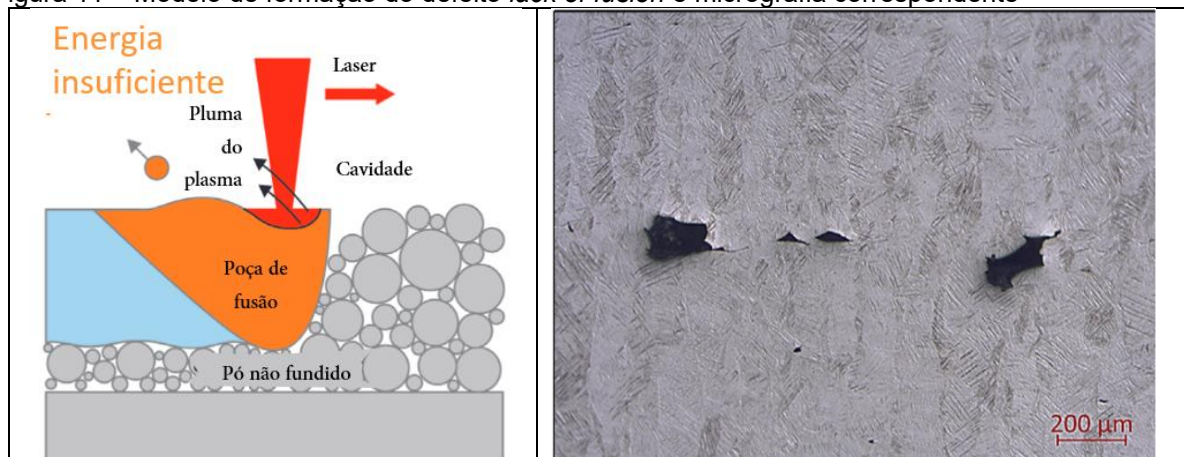
3.4.2.1 Lack of fusion

O defeito conhecido como *lack of fusion* (falta de fusão) está associado a quantidade insuficiente de energia imposta durante o processo de fabricação, o que pode ocorrer devido a uma baixa potência do laser ou uma alta velocidade de varredura. A configuração incorreta desses parâmetros causa uma fusão insuficiente do pó, não impondo durante o processo energia suficiente para ligarem uma camada que será fundida a que foi solidificada anteriormente. A presença desse defeito é a mais prejudicial à densificação de um objeto fabricado por PBF-LB/M.

A morfologia da porosidade causada por *lack of fusion* é normalmente irregular, sendo possível observar dentro dessa porosidade partículas de pó sinterizadas³⁴⁻³⁷.

Um modelo de formação do *lack of fusion* está apresentado na Figura 11, assim como uma micrografia representativa desse defeito^{57,35}.

Figura 11 – Modelo de formação do defeito *lack of fusion* e micrografia correspondente



Fonte: (57), (35)

3.4.2.2 Keyhole

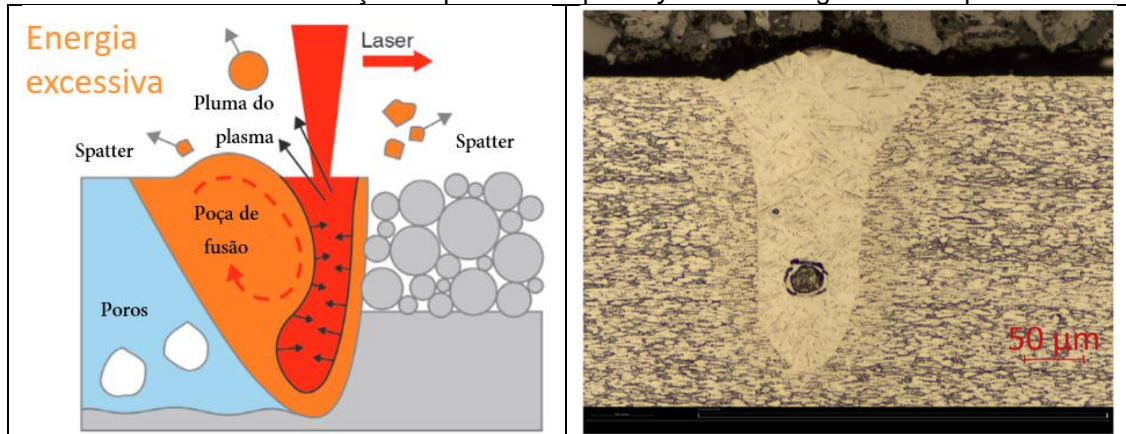
O *keyhole* (buraco de fechadura) é uma porosidade causada pelo excesso de energia imposto no processo. É um termo cunhado de processos de soldagem, onde nesse, o arco da solda atinge os objetos quando a espessura somada entre os eles torna-se relativamente elevada, necessitando que valores maiores de energia sejam utilizados, permitindo assim a união por soldagem³⁴⁻³⁷.

No que diz respeito ao processo de PBF-LB/M, a formação da porosidade por *keyhole* está diretamente relacionada com a instabilidade na poça de fusão de fusão causada pelo excesso de energia, que faz com que haja um refluxo do material fundido e a vaporização de elementos do pó na forma de gás, que pode ficar preso na parte mais inferior da poça de fusão, dando origem ao defeito³⁴⁻³⁷.

Diferentemente da porosidade *lack of fusion*, a do tipo *keyhole* possui um aspecto de morfologia mais esférica, devido a tentativa de expansão uniforme do gás que ficou aprisionado³⁴⁻³⁷.

Um modelo de formação de *keyhole* para o PBF-LB/M está apresentado na Figura 12, assim como uma micrografia representativa desse defeito^{57,35}.

Figura 12 – Mecanismo de formação de porosidade por *keyhole* e micrografia correspondente



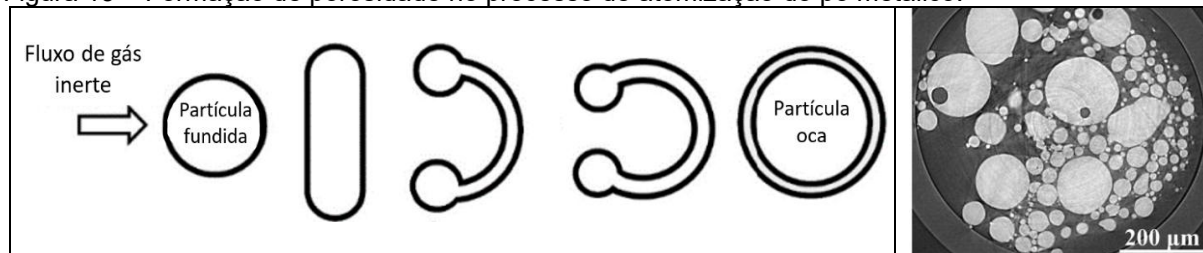
Fonte: (57), (35)

3.4.2.3 Aprisionamento de gás

A maneira mais comum de ocorrer o aprisionamento de gás (*gas trapping*), no interior do objeto fabricado por PBF-LB/M é proveniente de uma porosidade já presente no pó metálico. A presença de porosidade no pó é oriunda de um mecanismo que ocorre durante a atomização denominado “*bag break-up*”, em que o gás inerte soprado contra o jato pulverizado de metal líquido pode atingir velocidades tão altas que ele pode ficar preso dentro do pó, como se atuasse como uma bolha³⁴.

Na Figura 13 é representado um modelo do mecanismo de formação de porosidade nas partículas de pó e sua presença na seção transversal de pó atomizado a gás^{34,58}.

Figura 13 – Formação de porosidade no processo de atomização do pó metálico.



Fonte: (34), (58)

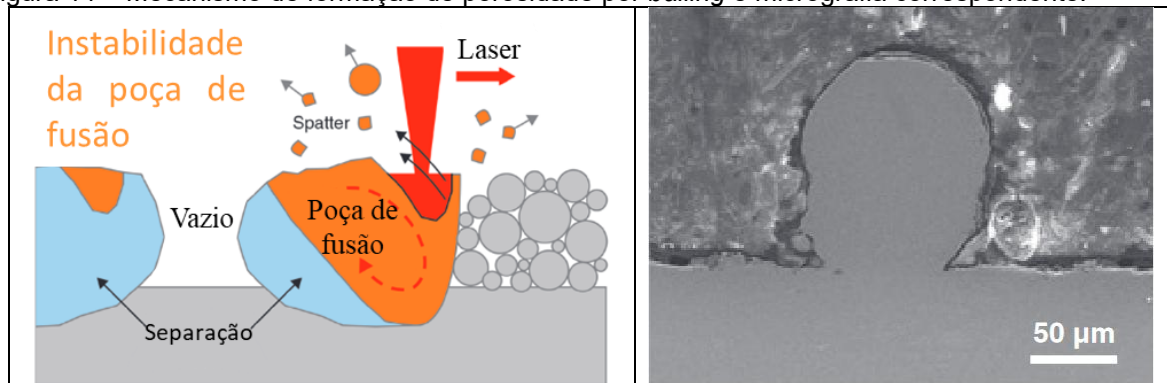
Na fabricação por PBF-LB/M, o gás aprisionado no pó metálico em forma de porosidade é dissolvido para a poça de fusão, onde parte consegue escapar, e a parte remanescente devido ao refluxo da poça de fusão é responsável pela formação de microporosidade no material. Outra maneira de ocorrer a formação de porosidade devido ao aprisionamento de gás é quando o gás purgante da câmara de fabricação é absorvido pelo metal líquido, e, no refluxo existente na poça de fusão, fica aprisionado no interior do material fabricado^{34,35}.

3.4.2.4 Balling

O fenômeno de *balling* é um defeito que ocorre quando a energia superficial da poça de fusão não atinge os valores necessários para que molhe a superfície abaixo dela. Isso ocorre devido a uma instabilidade da poça de fusão conhecida por instabilidade capilar de Plateau-Rayleigh, onde a poça de fusão acaba assumindo um formato esférico durante a solidificação para reduzir a tensão superficial caso o metal líquido não molhe a superfície. O *balling* é normalmente causado por velocidades de varredura e potência do laser muito elevadas³⁴⁻³⁷.

O mecanismo de formação desse defeito está representado na Figura 14^{52,54}. Na ocorrência desse defeito em uma das camadas durante a impressão, as adjacentes serão comprometidas por uma deposição incorreta de pó, originando a formação de porosidade *lack of fusion* no material³⁴⁻³⁷.

Figura 14 – Mecanismo de formação de porosidade por *balling* e micrografia correspondente.



Fonte: (57), (59)

3.4.3 Combinação dos parâmetros de PBF-LB/M em mapas de impressão

Os parâmetros que são configuráveis na fabricação por PBF-LB/M influenciam em diversos aspectos de forma conjunta, isto é, a combinação deles determina a qualidade metalúrgica do objeto final fabricado. Nesse sentido, a escolha correta dos parâmetros é essencial para que uma impressão resulte em, além de outros aspectos, uma elevada densificação do material^{34,35}.

Devido ao elevado número de variáveis envolvidos no processo de PBF-LB/M, determinar uma janela de parâmetros correta para uma impressão com o mínimo de defeitos normalmente depende de um design de experimentos que irá avaliar individualmente a influência de um parâmetro sob os outros. Na prática, isso pode se dar por meio de simulações, busca bibliográfica ou uma abordagem experimental, cada um apresentando suas vantagens e desvantagens^{34,35}.

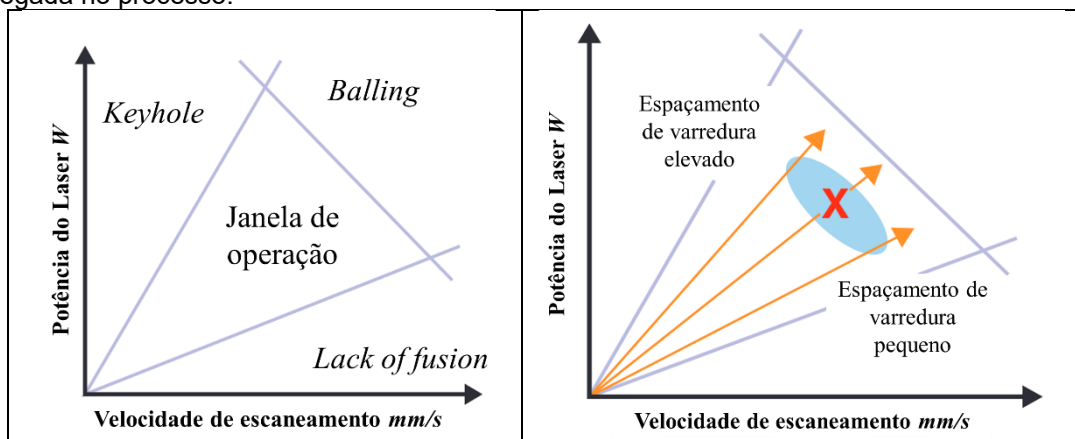
Na abordagem experimental, o é usual avaliar primeiramente a potência do laser em função da velocidade de varredura, uma vez que esses dois parâmetros estão relacionados através da expressão matemática da Equação (1), conhecida por densidade de energia linear, onde P é a potência do laser empregada e v a velocidade de varredura^{34,35}.

$$E_L = \frac{P}{v} \left[\frac{J}{mm} \right] \quad (1)$$

A variação da potência do laser em função da velocidade de varredura irá originar impressões com qualidade metalúrgica aceitável ou não em função da densificação do material. Mapas de impressão para um determinado material são estimados em função de definir onde estão localizadas as regiões que correspondem a uma combinação de parâmetros que causam defeitos de porosidade na fabricação em um gráfico de potência do laser x velocidade de escaneamento, seja por excesso de energia imposta no processo ou a falta dela³⁴.

Um mapa de impressão genérico está apresentado na Figura 15, assim como sua interpretação em termos da densidade de energia linear. Este gráfico pode ser compreendido em termos de energia aplicada ao processo a partir da Equação (1), onde a energia linear é diretamente proporcional a potência do laser e inversamente proporcional a velocidade de varredura. Correlacionando com as condições necessárias para a formação de defeito na impressão do material, no *keyhole* combinam-se uma elevada potência do laser e baixas velocidades de varredura, no *lack of fusion* uma baixa potência do laser e altas velocidades, e no *balling* elevada potência e velocidade^{34,35,37}.

Figura 15 – Gráfico Potência do Laser x Velocidade de Varredura em função da densidade de energia empregada no processo.



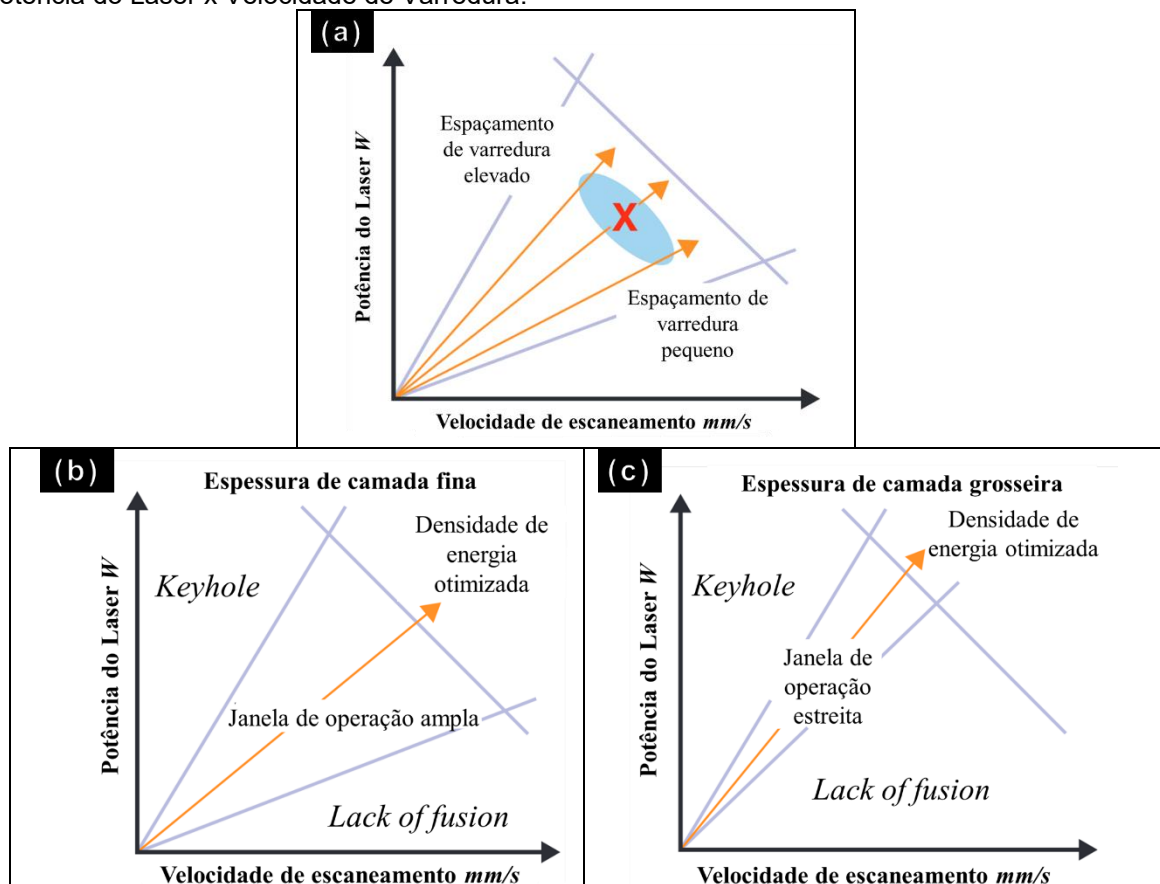
Fonte: (57)

A adição do espaçamento de varredura e a espessura de camada de pó depositada na Equação (1) transforma a energia, que antes era unidimensional, para densidade de energia volumétrica (DEV), como pode ser visualizado na Equação (2), em que h é o espaçamento de varredura e l a espessura de camada de pó^{34,35}.

$$E_V = \frac{P}{v \cdot h \cdot l} \left[\frac{J}{mm^3} \right] \quad (2)$$

Embora o espaçamento de varredura e a espessura de camada sejam inversamente proporcionais à DEV imposta no processo de PBF-LB/M, eles possuem efeitos diferentes nos mapas de impressão dos materiais. Quanto menor for o espaçamento de varredura, mais direcionado estará para a formação de *lack of fusion*, e quanto maior for a espessura de camada, mais estreita é a janela de operação, contribuindo também para a formação desse defeito^{34,35,37}. Os efeitos causados pelo espaçamento de varredura e a espessura de camada no gráfico Potência do Laser x Velocidade de Varredura estão demonstrados na Figura 16⁵⁷.

Figura 16 – Influência do espaçamento de varredura (a) e da espessura de camada (b, c) no gráfico Potência do Laser x Velocidade de Varredura.



Fonte: (57)

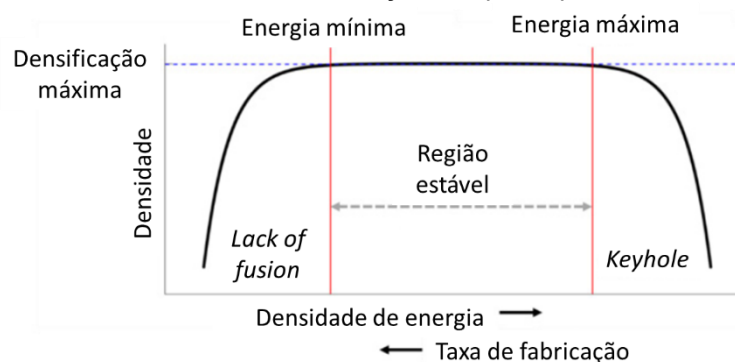
Um mapa de impressão completo é aquele em que se avalia a influência, na maioria das vezes, da potência do laser, a velocidade de varredura e o espaçamento de varredura. A espessura de camada normalmente é fixada em função de uma melhor resolução de impressão ou velocidade do processo. É possível definir com precisão, com mapas de impressão completos, as regiões em que cada defeito irá se manifestar, uma vez que o *keyhole* e o *lack of fusion* delimitam regimes de excesso e falta de energia, respectivamente, de acordo com a combinação dos parâmetros determinada^{34,35}.

Outro parâmetro relacionado com a fabricação por PBF-LB/M em termos de eficiência do processo se dá em função da velocidade com este ocorre. Esse parâmetro é tido como a taxa de fabricação, indicado na Equação (3)⁶⁰.

$$T_f = v \cdot h \cdot l \text{ [mm}^3\text{]} \quad (3)$$

É possível perceber, ao comparar as fórmulas de DEV (2) e taxa de fabricação (3), que elas são inversamente proporcionais. Dessa forma, a otimização da taxa de fabricação para a MA se dá em uma menor uso energético do processo como um todo, o que, por consequência, irá levar a uma maior eficiência na fabricação em termos de velocidade. A delimitação do regime estável de fabricação por MA imposto pelos defeitos de *keyhole* e *lack of fusion* em função da densidade energética e taxa de fabricação do processo está apresentada na Figura 17⁶¹.

Figura 17 – Regimes de fusão no PBF-LB/M em função do tipo de porosidade formada.



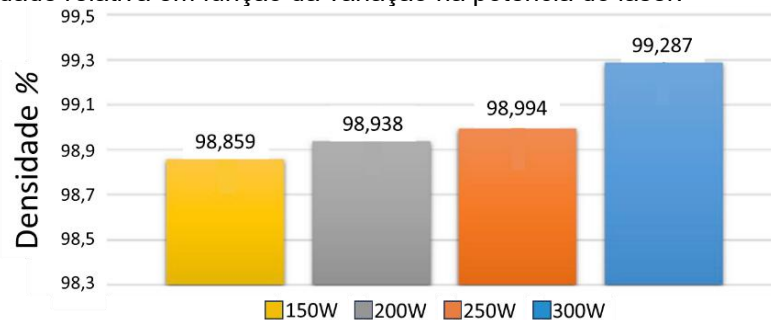
Fonte: (61)

3.5 PBF-LB/M DO INCONEL 625

O IN625 é um material que apresenta excelente capacidade de ser fabricado por PBF-LB/M. Em relação a determinação dos melhores parâmetros para sua impressão, valores que resultam em uma densificação satisfatória para esse material estão sendo definidos na literatura por meio dos diferentes métodos existentes.

Salarian *et al.*⁶² fabricaram corpos de prova para ensaio de tração com uma combinação de parâmetros em que o único que possuía variação era a potência do laser, com um alcance de 150W até 300W, resultando em faixa de DEV trabalhada de 30 J/mm³ a 60 J/mm³. A densificação alcançada para a menor DEV foi de 98,86%, e para a maior foi de 99,29%. A medida da porosidade foi realizada utilizando-se de tomografia computadorizada, e os valores obtidos estão apresentados na Figura 18.

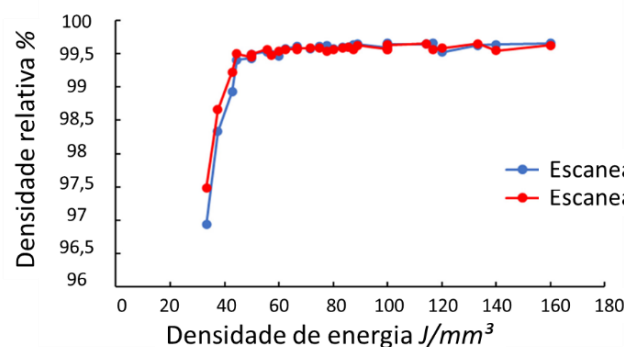
Figura 18 – Densidade relativa em função da variação na potência do laser.



Fonte: (62)

Paraschiv *et al.*⁶³ avaliaram a influência da velocidade de varredura e potência do laser na densificação do IN625 fabricado por MA, e ainda a variação da estratégia de varredura em 90° e 67°, e verificaram que para uma faixa de valores de DEV empregada entre 60 e 100 J/mm³, valores satisfatórios de densificação para o IN625 foram obtidos, como demonstrado na Figura 19.

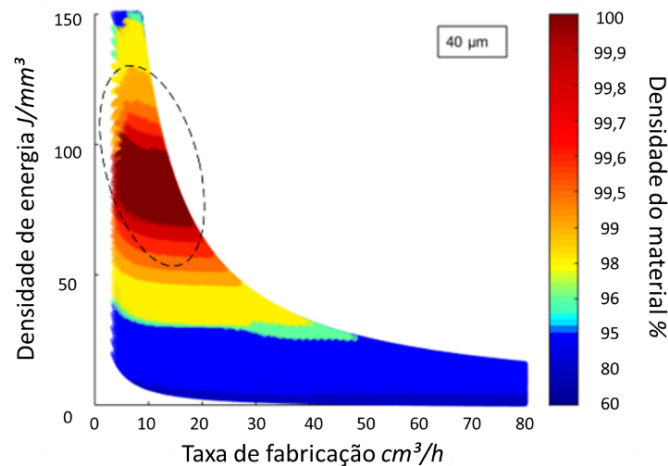
Figura 19 – Densificação do IN625 em função da DEV variando o ângulo de escaneamento do laser a cada camada.



Fonte: (63)

Letenneur *et al.*⁵¹ verificaram, por meio de análise numérica, uma janela de parâmetros para a densificação do IN625 a partir das relações entre as dimensões da poça de fusão do material fabricado. A construção da janela de parâmetros considerou construir um gráfico utilizando como variáveis a DEV e a taxa de fabricação, como apresentado na Figura 20.

Figura 20 – Janela de processamento para o IN625 em função da DEV e da taxa de fabricação

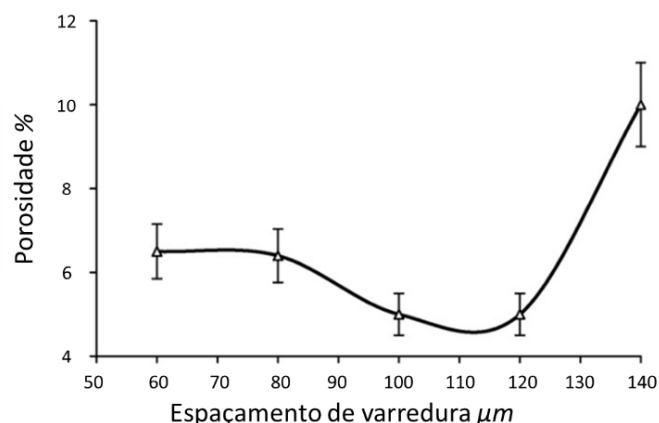


Fonte: (51)

No trabalho de Poulin *et al.*⁶⁴, a janela de parâmetros foi estimada sob as mesmas considerações que a de Letenneur *et al.*⁵¹, fabricando corpos de prova que possuíam porosidade entre 0,1% e 2,7%, variando apenas a velocidade de varredura entre 960mm/s e 1920mm/s. A combinação de parâmetros correspondia a uma DEV de 67,5J/mm³ e 33,7J/mm³ para a menor e maior velocidade respectivamente.

Yadroitsev *et al.*⁶⁵ realizaram um estudo acerca da densificação do IN625 variando o espaçamento de varredura entre 0,06mm e 0,14mm com um intervalo de 0,02mm. Para o maior espaçamento, verificaram o aumento no nível de porosidade devido a não sobreposição das poças de fusão. O efeito da variação do espaçamento de varredura pode ser visualizado na Figura 21.

Figura 21 – Porosidade em função do espaçamento de varredura.



Fonte: (65)

O pós-processamento térmico é uma etapa essencial para garantir a integridade estrutural e o desempenho mecânico do IN625 fabricado por PBF-LB/M, em que alguns tratamentos térmicos são comumente empregados para esse material.

Logo após a impressão, enquanto a peça ainda está fixada à plataforma de fabricação⁶⁶, realiza-se o alívio de tensões residuais acumuladas durante o processo de solidificação rápida e repetida exposição térmica, o que evita deformações e trincas subsequentes. A temperatura e tempo ideais do alívio de tensões do IN625 fabricado por PBF-LB/M têm sido estudadas por diversos autores⁶⁷⁻⁷⁰, uma vez que a microsegregação de elementos causada durante o processo pode levar a formação de fases indesejadas no material durante o tratamento térmico.

O tratamento por pressão isostática a quente é comumente realizado a temperaturas em torno de 1160 °C sob pressões isostáticas de até 100–150 MPa por até quatro horas, é empregado para eliminar a porosidade interna, promovendo a densificação do material e a coalescência de defeitos sub-superficiais^{70,61,72}.

O tratamento térmico de solubilização é frequentemente utilizado para promover a recristalização da microestrutura da IN625. Esse processo consiste no aquecimento do material a temperaturas próximas de 1120–1150 °C por cerca de uma hora, seguido de resfriamento rápido em água ou ao ar, a fim de evitar a precipitação de fases indesejadas, e tem como objetivo dissolver fases secundárias não desejadas e permitir a formação de uma microestrutura mais homogênea, com grãos equiaxiais e refinados. Embora a recristalização possa melhorar a ductilidade e a tenacidade do material, ela pode também reduzir a resistência mecânica conferida pela estrutura colunar dos grãos herdada da MA, além de eliminar possíveis efeitos de endurecimento induzidos durante a impressão^{42,70,72}.

3.6 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA DE METAIS CFC

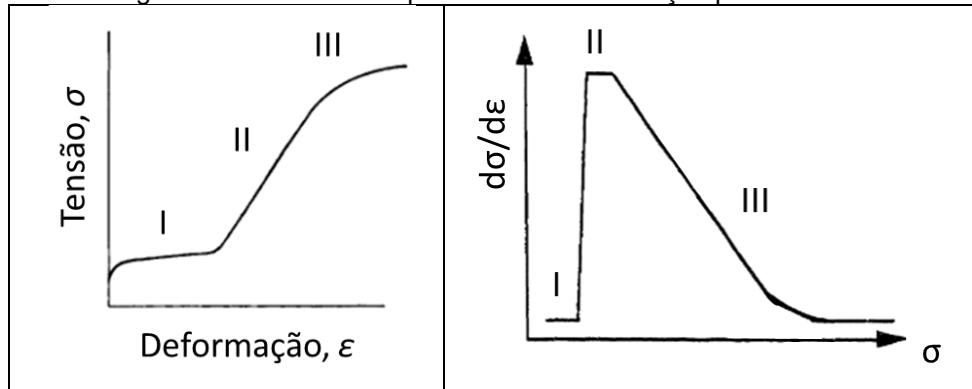
Uma vez que toda ação requer a ocorrência de uma reação, quando a um material metálico é aplicado uma força, sua reação é a de deformar, o que acontece sob dois métodos. O primeiro é pela deformação elástica, a qual é reversível e caracterizada pelo afastamento dos átomos que constituem a estrutura cristalina em relação a suas posições de equilíbrio na rede. O segundo é pela deformação plástica, a qual é irreversível e envolve fenômenos mais complexos. Apesar dos materiais de engenharia serem projetados para não ultrapassarem o limite da deformação elástica, entender como ocorre a deformação plástica é de suma importância para definir as propriedades dos materiais, os processos industriais aos quais são suscetíveis, suas aplicações tecnológicas e ainda projetar novos materiais com melhores propriedades^{16,73,74}.

O fato de que ao deformar um metal em temperatura ambiente ele tornava-se menos susceptível a continuar deformando já tinha sido observado empiricamente, e provavelmente era de conhecimento comum entre ferreiros desde antes da Idade Média. Não se sabia, no entanto, que isso era devido ao aumento na densidade de discordâncias no interior da microestrutura do material. Esse conceito foi desenvolvido ao longo do século XX, que começou na idealização desse defeito e que era através do seu movimento que os metais se deformavam de maneira irreversível. Esse é o embasamento para a concepção de três teorias de encruamento complementares, a de Taylor, de Seeger e de Kuhlmann-Wisdorf. Cada teoria foi desenvolvida em uma sequência de tal forma que a sucessão de cada uma visa preencher lacunas apresentadas pela anterior^{16,75,76}.

Antes de determinar o que é a deformação plástica e seus fenômenos envolvidos, foi necessário conceber o motivo do porquê das tensões calculadas para causar o cisalhamento de um monocristal eram maiores que aquelas reportadas experimentalmente em ensaios de tração. A resposta foi dada de maneira simultânea e independente por Taylor, Polanyi, e Orowan, onde às discordâncias foi creditado a discrepância entre os valores calculados e experimentais. Dentre todos esses, Taylor foi primordial na definição de sua teoria, propondo que a interação entre os campos de tensão de duas discordâncias de sinais opostos deslizando em um mesmo plano dificultaria a movimentação de outras, fazendo necessária a aplicação de maiores tensões para a continuidade da deformação plástica do material. A essa interação das discordâncias foi atribuído como o responsável pelo aumento na densidade das discordâncias, uma vez que eleva os valores da energia interna do material. Essa teoria foi levantada apenas na análise do comportamento parabólico exibido no regime da deformação plástica de metais policristalinos^{12,77,78}.

A teoria de encruamento Seeger⁷⁹ complementou a de Taylor ao considerar a deformação de um monocristal, em que três estágios foram reportados nas curvas tensão x deformação de materiais com estrutura cristalina CFC, como demonstrado na Figura 22, que também contempla uma maneira conveniente de visualizar o ensaio de tração ao plotar $d\sigma/d\varepsilon$ por σ . Embora a elaboração dessa teoria contemplar a análise de metais com diferentes estruturas cristalinas, o presente trabalho restringir-se-á a explicar apenas o que compreende a mesma estrutura cristalina do IN625.

Figura 22 - Três estágios do encruamento apreciados na deformação plástica de um monocristal CFC.



Fonte: (17), (80)

O primeiro estágio, denominado deslizamento fácil, é caracterizado por uma baixa taxa de encruamento no material devido ao movimento das discordâncias ocorrer em um único sistema de deslizamento denominado como primário. Esse regime é exclusivo à deformação dos monocristais pois esse único sistema de deslizamento é apreciado apenas em planos atômicos específicos que se encontram suficientemente espaçados^{17,18,80}.

O início do segundo estágio, denominado encruamento linear, demarca a ativação de outros sistemas de deslizamento, o que se dá normalmente no denominado como conjugado. O eventual encontro entre discordâncias movimentando-se em planos distintos e a interação entre os campos de tensão delas é o que caracteriza as elevadas taxas de encruamento desse regime. Isso faz com que a continuidade da deformação plástica ocorra apenas se a discordância mudar de plano de deslizamento de acordo com a teoria de Seeger, que propôs dois mecanismos os quais isso pode ocorrer^{18,79}.

O primeiro, denominado deslizamento com desvio, sugere que uma discordância, ao encontrar uma barreira ao seu movimento, possa mudar de plano atômico somente quando este contém sua linha de discordância e vetor de Burgers, e sendo as discordâncias de caráter hélice paralelas ao seu vetor de Burger, inúmeros planos atendem ao requisito do escorregamento com desvio, e esse acaba sendo mais apreciável a elas. O segundo, denominado deslizamento com escalada, considera que discordâncias de caráter cunha, que contemplam apenas um plano de deslizamento devido ao perpendicularismo entre a linha de discordância e seu vetor de Burgers, irão mudar de plano de tal maneira que esse ocorre perpendicularmente a direção do seu deslizamento^{16-18,75}.

Enquanto o deslizamento com desvio é um movimento conservativo, o deslizamento com escalada depende da interação entre as discordâncias com defeitos puntiformes presentes no material, constituindo um movimento não conservativo da discordância, o qual, além do mais, apresenta forte dependência da ativação térmica para que ocorra^{17,18,76}.

Ao terceiro regime, denominado recuperação dinâmica e que coincide com a região de formato parabólico na curva tensão x deformação de policristais, foi associado o início da ocorrência de deslizamento com desvio pelas discordâncias de caráter hélice. A neutralização de duas de sinais opostos quando se encontram é o que caracteriza as taxas decrescentes no encruamento, o que se difere do fenômeno homônimo de amolecimento de metais encruados submetidos a tratamentos térmicos onde a escalada é responsável por diminuir a densidade de defeitos no material^{17,18,80}.

A teoria de encruamento sugerida por Seeger é acompanhada do conceito em que, de alguma maneira, as discordâncias deveriam se multiplicar para justificar o aumento na densidade das mesmas durante o encruamento do material, diferente da teoria proposta por Taylor, que se limitou a associar esse fenômeno somente pela interação entre as discordâncias. Aceitou-se então que a multiplicação das discordâncias se dava pela formação de fontes de Frank-Read^{16,17,20}.

Deve-se diferenciar como ocorrem os estágios da deformação plástica em um metal policristalino em relação aos monocristais. Uma vez que a ativação de novos sistemas de deslizamento para as discordâncias é acompanhada da rotação do monocristal em uma direção definida, para um policristal, um grão é rodeado de outros que não necessariamente apresentam-se orientados favoravelmente para ativar os sistemas de deslizamento. Dessa forma, foi aceito que são necessárias a ativação de pelo menos cinco sistemas para produzir uma deformação uniforme dentro de um grão, e por isso, metais policristalinos não apresentam o estágio de deslizamento fácil, e o encruamento linear inicia-se quase que imediatamente ao deformar o material, logo após os grãos que apresentam orientação favorável à ativação dos sistemas de deslizamento primários ativarem também os sistemas conjugados^{16,17,81}.

A deformação plástica de um material depende de uma tensão de cisalhamento mínima necessária para iniciar o movimento das discordâncias, como postulado pela Lei de Schmid e descrito pela Equação (4).

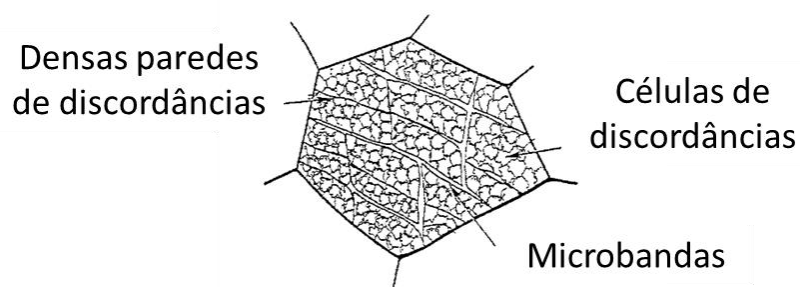
$$\tau_c = \pm \sigma_n \cos \Phi \cos \lambda \quad (4)$$

onde τ_c é a tensão crítica de cisalhamento (TCC) atuante no plano e direção de deslizamento e σ_n é a tensão normal necessária para início da deformação plástica. ϕ e λ são, respectivamente, o ângulo entre a direção da força aplicada e a normal ao plano de deslizamento, e entre a direção de cisalhamento, e a multiplicação do cosseno desses ângulos corresponde ao fator de Schmid, m_x ^{16,20}.

No caso das ligas com estrutura CFC, a TCC é praticamente independente da orientação cristalográfica dos grãos devido ao elevado empacotamento atômico exibir vários sistemas de deslizamento, compreendendo os planos $\{111\}$ e direções $\langle 110 \rangle$. Em um primeiro momento, o movimento de discordâncias ocorre nos sistemas de deslizamento primários, que corresponde a direção $[101]$ no plano $(11\bar{1})$, e o fator de Schmid, que determina a facilidade com que um sistema de deslizamento específico seja ativado sob uma tensão aplicada, tenderá ao seu valor máximo de $m_x = 0.5$ ^{16,20}.

A teoria de encruamento de Kuhlmann-Wilsdorf propôs que as discordâncias em um material encruado assumem arranjos convenientes, denominados de LEDS (*Low Energy Dislocation Structures*). A minimização da energia é um artifício inerente a natureza, e, nesse mesmo sentido, é a força motriz para a formação dos LEDS¹⁹. A principal contribuição dessa teoria é a unificação dos conceitos envolvidos no segundo e terceiro estágios de deformação de metais e como eles afetam o desenvolvimento dos arranjos de discordâncias. Ficou sugerido que os meios pelos quais as discordâncias interagem e se multiplicam resultam da formação de um emaranhado, que irá desenvolver um arranjo celular conforme se dá a deformação. Essas células são constituídas de paredes formadas por discordâncias e que em seu interior se apresentam livres desse defeito. Dessa forma, como pode ser visualizado na Figura 23⁸², um grão encruado irá desenvolver a formação de células de discordâncias, separadas por regiões em que as discordâncias se apresentam emaranhadas referidas como microbandas e densas paredes de discordâncias^{16,17,83}.

Figura 23 - Estruturas de baixa energia assumidas pelas discordâncias em um grão encruado.



Fonte: (82)

Apesar do arranjo das discordâncias em células ser energeticamente favorável, a principal diferença está na nitidez que elas assumem nos materiais metálicos, o que depende principalmente do valor da Energia do Defeito de Empilhamento (EDE), uma propriedade intrínseca que independe da estrutura cristalina do metal relacionada com a distância que discordâncias são dissociadas em parciais^{17,83}. O presente trabalho irá se ater à análise da dissociação de discordâncias em parciais para metais com estrutura cristalina CFC, uma vez que essa é a apresentada pelo material de estudo.

A estrutura CFC pode ser considerada como sendo um empilhamento atômico sequencial nas posições ABC dos planos $\{111\}$, que correspondem ao maior empacotamento atômico para essa estrutura. Durante a deformação plástica, o movimento de discordâncias nesses planos pode causar uma modificação no empilhamento previsto para essa estrutura quando essas se dissociam em discordâncias denominadas parciais de Shockley, e ocorre somente se causar um decréscimo da energia interna do material que compense o acréscimo gerado na formação de novas sequências de empilhamento atômico termodinamicamente instáveis, como determinado pela lei de Frank^{16,17,76}.

As discordâncias parciais delimitam uma região na estrutura cristalina conhecida como defeito de empilhamento, e para a estrutura CFC passa a ocorrer nas posições ACAC, o que se assemelha ao da estrutura HC. O valor da EDE de um material é inversamente proporcional à distância que as discordâncias parciais se dissociam durante sua movimentação pelos planos de maior empacotamento atômico, uma vez que possuem forças repulsivas entre si^{16,17,76}.

As discordâncias parciais atuam de duas maneiras no impedimento da formação de células de discordâncias com maior desenvoltura. Uma das maneiras é quando duas discordâncias parciais dissociadas em planos distintos interagem, formando uma do tipo cunha cuja direção de escorregamento se dá fora do plano de cada uma, tornando-se imóveis num arranjo denominado barreira de Lomer-Cottrell, que atua impedindo o movimento de outras discordâncias ao exigirem que o escorregamento com desvio seja realizado para obstruir o obstáculo. Outra maneira, que é mais apreciável para metais com valores de EDE baixos, as discordâncias parciais se encontram afastadas de tal forma que sua mobilidade por escorregamento com desvio é dificultada, ficando restritas a no plano $\{111\}$ para a estrutura CFC, e o arranjo das discordâncias assume uma distribuição homogênea em um mesmo plano durante o encruamento ao invés de evoluírem para a formação de células^{16,17,20,75,76,84}.

A movimentação das discordâncias, apesar de ser o principal mecanismo de deformação plástica apresentado pelos materiais metálicos, não é o único, sendo a deformação por formação de maclas seu sucessor. É admitido, portanto, que pode existir uma competição entre qual mecanismo de deformação é atuante, e em situações particulares, a maclação mecânica pode se tornar atuante conforme a indisponibilidade de sistemas de deslizamento que atendam a condição necessária para a movimentação de discordâncias^{16,23,85}.

O estudo das maclas de deformação em metais com estrutura CFC iniciou-se em meados dos anos 1950, observada na deformação de um cobre de alta pureza. Até então, acreditava-se que esse mecanismo de deformação não era apreciável para metais com essa estrutura cristalina tanto quanto é para os Cúbicos de Corpo Centrado (CCC) e Hexagonal Compacto (HC), devido aos sistemas de deslizamento mais compactos e eficientes que a estrutura CFC apresenta. Desde então, novos estudos e teorias foram desenvolvidos na tentativa de explicar e prever os mecanismos de deformação adotados para os metais com estrutura CFC⁸⁶.

As maclas são uma forma ordenada de reorientação da rede cristalina, na qual uma região apresenta orientação simetricamente especular em relação ao plano de ocorrência da macla. Essa região é a interface entre o plano da macla com o grão, denominada contorno de macla. Esse contorno é responsável por agir como uma barreira ao movimento das discordâncias, contribuindo com o encruamento do material durante a deformação plástica. A energia associada ao contorno de macla é menor com relação ao contorno de grão^{76,86-88}.

Duas morfologias diferem a origem das maclas. As que são formadas durante processos de solidificação ou tratamentos térmicos apresentam contornos retilíneos bem definidos, e as que são formadas durante a solicitação mecânica do material apresentam-se lenticulares. Uma vez que a cada três átomos da interface há o seu compartilhamento entre as duas regiões, o *Coincidence Site Lattice* (CSL) das maclas é denominado $\Sigma 3$, com uma rotação de 60° em torno da direção $\langle 111 \rangle$ ⁸⁶⁻⁸⁸.

Assim como nenhuma das teorias sobre o encruamento contemplam integralmente todas as explicações acerca da sua complexidade, ainda não se tem uma teoria definitiva sobre o mecanismo de nucleação e crescimento das maclas de deformação. Entretanto, duas características compartilhadas entre todas que foram desenvolvidas até então é de que essas são originadas por meio da dissociação de discordâncias em parciais após um grau apreciável de deformação no material⁸⁸⁻⁹⁰.

Venables foi quem desenvolveu uma primeira teoria sólida que ficou conhecida como mecanismo de polos. Coheen e Weertman desenvolveram uma teoria em que o mecanismo para a formação das maclas de deformação envolvia a emissão de discordâncias parciais móveis de Shockley na interação de discordâncias com barreiras de Lomer-Cottrell. O modelo da teoria de Mahajan e Chin foi o único a propor um mecanismo de formação de um núcleo para as maclas de deformação a partir de discordâncias movimentando-se em planos primários e conjugados de maior densidade atômica que, ao dissociarem-se em três parciais, dariam origem a uma região de falha de empilhamento atômico em planos $\{111\}$ adjacentes, propagando-a para o interior do grão. Tendo as maclas de deformação a presença de defeitos de empilhamento, sua morfologia lenticular é normalmente muito fina, observada normalmente na escala de nanometro⁸⁸⁻⁹¹.

Da mesma forma que na deformação pelo movimento de discordâncias, a macla de deformação depende da aplicação de um cisalhamento para sua ocorrência, e uma maior energia de ativação é necessária, tendo em vista que uma mudança local na orientação cristalográfica é gerada no processo. Em sua maioria, as maclas de deformação têm ocorrência somente após a ativação do sistema de deslizamento conjugado. Isso implica em uma maior facilidade de se observar essas subestruturas em grãos com orientação $\langle 111 \rangle$ na aplicação de tensões de tração sob o material. Admite-se também que um fator anisotrópico está associado à sua formação. Quando ocorrem no terceiro estágio de encruamento, as maclas de deformação podem substituir o escorregamento com desvio das discordâncias como mecanismo de alívio de tensão em policristais^{86,88,92-96}.

A deformação por maclagem é governada em razão principalmente de três aspectos fundamentais do material: a EDE, o tamanho de grão, a textura cristalográfica e a composição química^{85,95}.

Para metais CFC que possuem valores de EDE baixos, foi observado uma maior facilidade para a ocorrência de deformação por maclagem, uma vez que, dada a dificuldade da ocorrência de escorregamento com desvio pelas discordâncias, essas tenderão a dissociarem-se em parciais^{85,95}.

Em relação ao tamanho de grão, se a sua característica for grosseira, a presença da textura cristalográfica e a EDE são mais relevantes para a maclação mecânica^{85,95}.

Em relação a textura cristalográfica, a formação de maclas de deformação irá ocorrer mais facilmente se os grãos estiverem alinhados de tal forma que, durante o ensaio mecânico, possam ativar imediatamente os sistemas de deslizamento secundários^{85,95}.

A presença de átomos de soluto como mecanismo de endurecimento promove um aumento da tensão necessária para que as discordâncias parciais se tornem unitárias para realizarem o escorregamento com desvio, favorecendo a formação de maclas mecânicas¹⁷.

Alguns fatores extrínsecos ao material aumentam a probabilidade da deformação por maclagem em metais CFC. Deformação em baixas temperaturas favorecem a formação de maclas de deformação ao diminuírem a mobilidade das discordâncias e consequentemente elevando o valor da TCC. Elevadas taxas de deformação inibem a possibilidade de ocorrer a deformação pelo movimento de discordâncias, e, portanto, também favorecem a maclação mecânica^{21,75,81,97-99}.

3.6.1 Deformação plástica do INCONEL 625 em temperaturas criogênicas

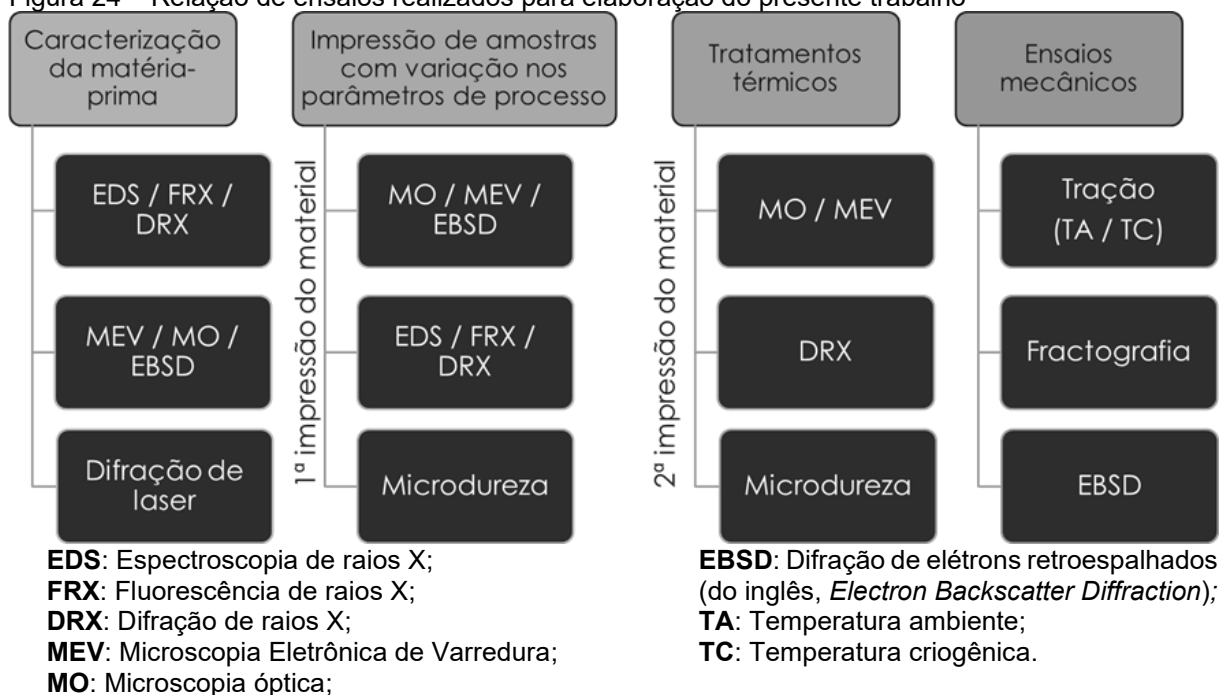
Um dos ambientes considerados agressivos e que possuem aplicabilidade das superligas, especialmente do IN625, está na indústria de gás e óleo, na exploração de matérias-primas em ambientes *offshore*, em sistemas de tubulação submarina e no transporte e armazenamento de gás natural liquefeito⁴. Essas aplicações constituem ambientes altamente corrosivos em temperaturas criogênicas.

Nesse sentido, a compreensão do comportamento mecânico do IN625 nessas temperaturas é de extrema importância. Nordström *et al.*¹⁰⁰ e Chalapathi *et al.*¹⁰¹ observaram o incremento das propriedades mecânicas para o IN625 produzido por extrusão a quente e ensaiado por tração em temperatura criogênica, em que a diminuição da temperatura induziu outros mecanismos de deformação, reportado por ambos os autores como sendo a formação de maclas de deformação, responsável por elevar os valores de limite de escoamento e de resistência a fratura. No caso do material fabricado por MA, Poudel *et al.*¹⁰² revelou que um IN625 impresso pelo processo de DED também apresentou aumento das propriedades mecânicas quando ensaiado em temperatura criogênica, afirmando que o mecanismo de deformação por deslizamentos de discordâncias é suprimido em função da formação das maclas de deformação.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A continuidade do presente trabalho se deu com a realização dos procedimentos experimentais, os quais foram divididos em quatro etapas, apresentados na Figura 24 junto às técnicas de caracterização empregados.

Figura 24 – Relação de ensaios realizados para elaboração do presente trabalho



Fonte: o autor.

A primeira etapa consistiu na caracterização do pó metálico utilizado como matéria-prima para a impressão por PBF-LB/M, e os resultados serão apresentados nessa seção do trabalho.

A segunda etapa consistiu na impressão de amostras com variação nos parâmetros do processo, em que foi analisado o percentual de porosidade formada, a microestrutura, composição química, fases presentes e a microdureza do material.

A terceira etapa consistiu em avaliar a evolução microestrutural do material por meio de análises ópticas, químicas e mecânicas, quando submetido a diferentes tratamentos térmicos.

A quarta etapa consistiu em avaliar as propriedades mecânicas do material por meio de ensaios de tração em duas temperaturas no seu estado como fabricado e submetido a tratamentos térmicos, além de analisar a superfície de fratura e os mecanismos de deformação envolvidos.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA

Nesta primeira parte do trabalho, o pó metálico utilizado para obtenção das amostras e corpos de prova por PBF-LB/M foi analisado quanto suas propriedades químicas e físicas. Os resultados serão comparados com os dados fornecidos pelo fabricante, Sandvik, bem como durante etapas subsequentes quando necessário.

A composição química do pó de IN625 fabricado pela empresa Sandvik está apresentado no Quadro 4.

Quadro 4 – Composição química do pó de IN625 fornecido pela Sandvik.

Elemento	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb + Ta	Al	Ti	Co	C	Si / Mn	P / S
% (peso)	58,0 mín.	20,0- 23,0	≤5,0	8,0- 10,0	3,15-4,15	≤0,4	≤0,4	≤1,0	≤0,1	≤0,5	≤0,015

Fonte: (103)

Com o objetivo de confirmar os dados fornecidos pelo fabricante, foi avaliada a composição química e percentual dos elementos presentes no pó metálico por meio de duas técnicas: espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS), realizada no Microscópio Eletrônico De Varredura (MEV) da marca Tescan, modelo Mira 3 acoplado ao detector X-Maxⁿ 50, e fluorescência de raios X (FRX), realizada no equipamento EDX-700 da Kratos Analytical, o qual é capaz de identificar elementos com número atômico entre 11 (Na) e 92 (U). Os resultados reportados pelas duas técnicas estão apresentados no Quadro 5.

Quadro 5 – Caracterização química por EDS e FRX do pó metálico de IN625 fabricado pela Sandvik.

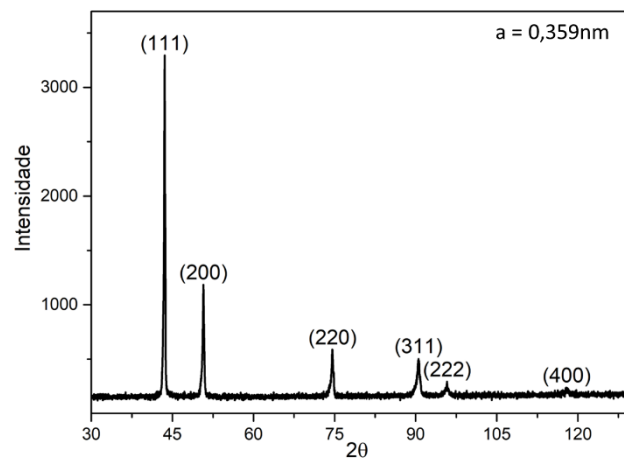
Técnica	Elemento	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	Al	Ti	S	Ca
EDS	% (peso)	61,2	21,1	4,1	9,4	3,8	0,3	0,1	x	x
FRX	% (peso)	58,1	20,7	3,5	10,1	4,1	0,5	x	2,1	0,7

Fonte: o autor.

Apesar dos principais elementos da composição do IN625 terem sido previamente selecionados no software AZtec para a análise de EDS, os resultados reportados em ambas as técnicas indicam que a composição química do pó de IN625 utilizado é similar ao que é reportado pelo fabricante, e apenas variações sutis no percentual de cada um são observadas. No caso dos resultados de FRX, essas variações, assim como a presença de enxofre (S) e cálcio (Ca), estão associadas provavelmente com limitações da técnica¹⁰⁴. Para uma análise mais precisa da composição química, técnicas complementares de caracterização são necessárias.

As fases presentes no pó de IN625 foram analisadas por meio de difração de raio X (DRX) realizado no difratômetro da marca Rigaku modelo Ultima IV, com fonte de radiação Cu K α de comprimento de onda igual a 0,15418nm, e o perfil de difração obtido está apresentado na Figura 25, juntamente com o parâmetro de rede calculado como 0,359nm. É possível afirmar que o material é inteiramente constituído pela fase austenítica. Não é possível distinguir os picos que representam a matriz e os precipitados, uma vez que, havendo semelhança em suas estruturas cristalinas, o ângulo em que difratam coincide³⁴.

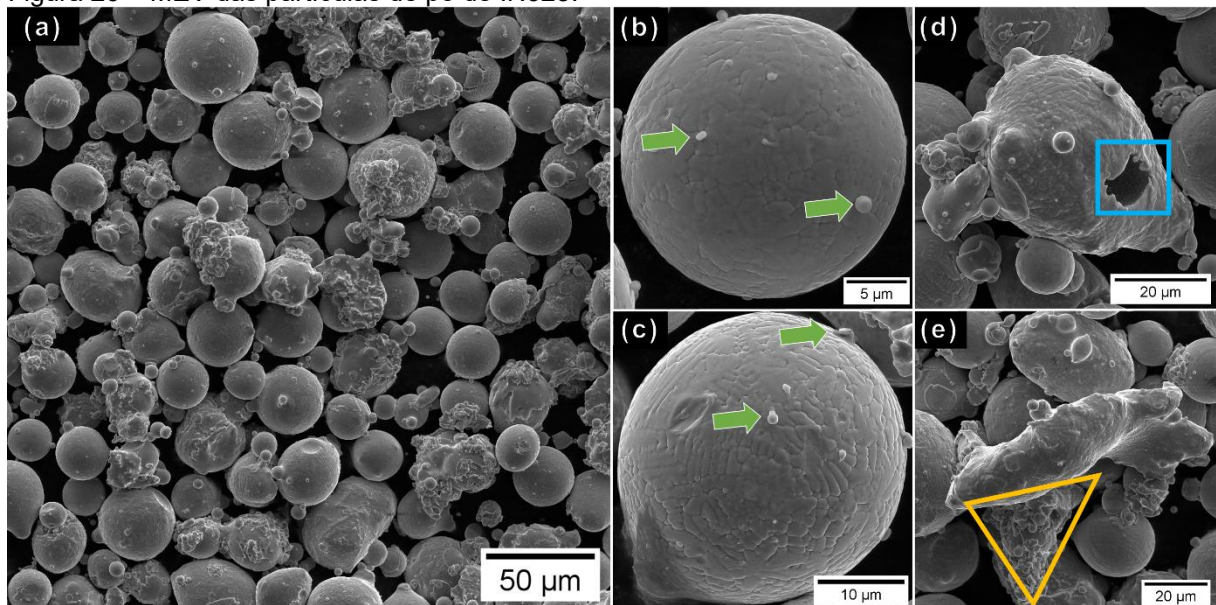
Figura 25 – Perfil de difração das partículas de pó de IN625



Fonte: o autor.

A morfologia do pó foi analisada visualmente em imagens obtidas por elétrons secundários em MEV, e estão apresentadas na Figura 26.

Figura 26 – MEV das partículas de pó de IN625.



Fonte: o autor.

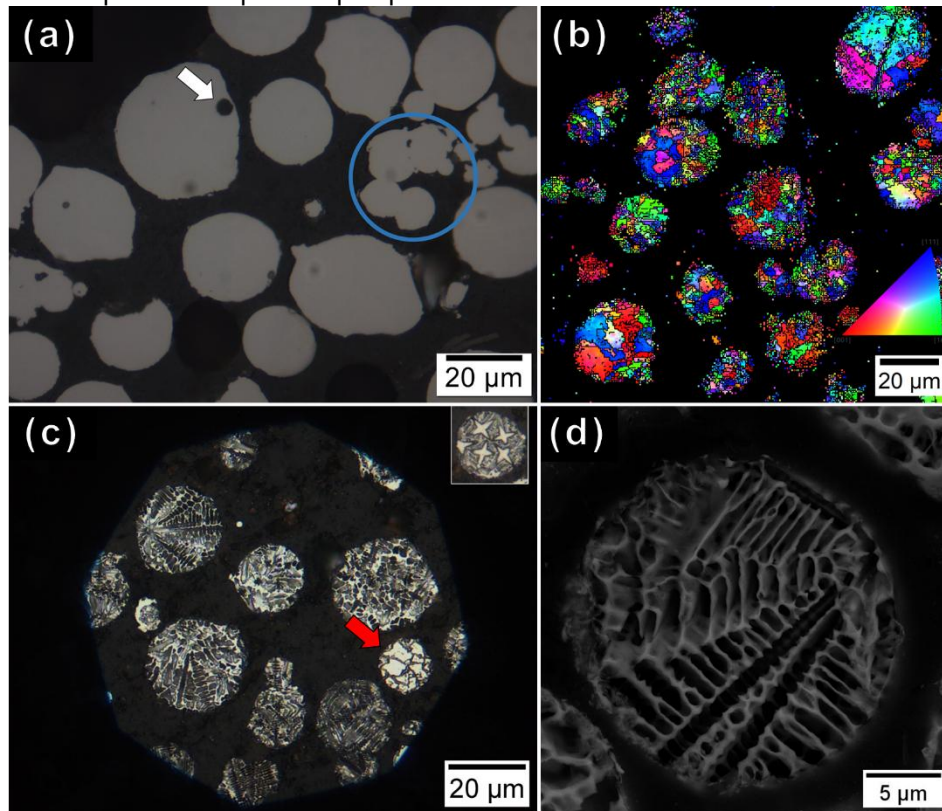
Uma visão geral das partículas do pó é apresentada em 26(a), onde é possível observar que essas apresentam em sua maioria morfologia esférica, como demonstrado em 26(b, c). Partículas muito pequenas acopladas as maiores, denominadas satélites, e que estão associadas com limitações do método de atomização a gás¹⁰⁵, estão indicadas pelas setas verde em 26(b, c).

Apesar da morfologia geral das partículas ser esférica, é possível observar irregularidades neste comportamento. Em 26(d), fica evidente a presença de porosidade aberta no pó, indicada pelo quadrado azul. Em 26(e) é demonstrado uma partícula com alta rugosidade superficial, com aparência de que partículas menores tenham se fundindo a outras, onde indicado pelo triângulo amarelo, provavelmente devido ao reuso da matéria-prima. Este processo é comum de ocorrer em partículas que foram ejetadas do leito de pó na incidência do laser durante a fabricação, fenômeno é definido como *spatter*, como foi observado por Ali *et. al.*¹⁰⁶.

A característica morfológica das partículas é um dos fatores que influenciam a deposição de uma camada de pó uniforme na plataforma de fabricação na sua distribuição pelo rolo ou raspador. Partículas que apresentam um perfil pouco circular, como demonstrado em 26(e), tendem a ficar presas mecanicamente umas às outras, causando um arraste durante a deposição do leito de pó, fazendo com uma distribuição uniforme de partículas na plataforma de fabricação não seja obtida³⁵.

A presença de defeitos internos no pó metálico foi analisada por microscopia óptica (MO), a qual está apresentada na Figura 27(a), em que, para tanto, o pó teve que ser embutido em baquelite, lixado utilizando uma lixa *mesh* #3000 e polido com sílica coloidal 0,06µm e em politriz da marca Buehler modelo EcoMet 250, com velocidade angular de 60 e 180 rotações por minuto na base e no cabeçote, respectivamente, aplicando uma pressão de 25 N por 10 minutos. A análise de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) também foi realizada na amostra de pó, realizado no MEV da marca Tescan modelo Mira 3 com detector Oxford Nordlys Nano, utilizando um *step size* de 0,6µm, e o resultado é apresentado na forma de mapa de orientações na Figura 27(b) gerado no software ATEX¹⁰⁷. A análise da microestrutura do pó foi realizada com o ataque químico do pó embutido utilizando-se de uma solução preparada de *aqua* regia, que consiste em 10mL de ácido nítrico (HNO₃), 10mL de ácido acético glacial P.A. e 15mL de ácido clorídrico (HCl), conforme descrito pela norma ASTM E407-23¹⁰⁸, e as micrografias de MO e MEV obtidas estão apresentadas na Figura 27(c) e (d) respectivamente.

Figura 27 – (a) MO da seção transversal das partículas de pó de IN625, (b) Figura de Polo Inversa, (c) MO e (d) MEV das partículas após ataque químico.

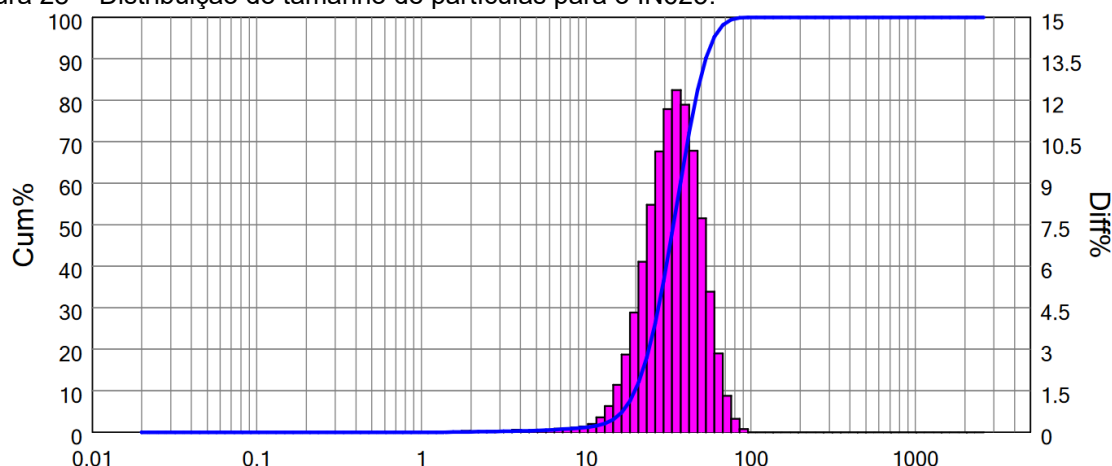


Fonte: o autor.

Na MO da seção transversal do pó metálico da Figura 27(a), é possível observar a presença de porosidade interna e um aglomerado de partículas parcialmente sinterizadas, indicados pela seta branca e pelo círculo azul respectivamente. A presença de porosidade interna no pó é responsável pelo aprisionamento de gás na fabricação por PBF-LB/M^{34,109}, e no caso do aglomerado de partículas parcialmente sinterizadas, Ali *et al.*¹⁰⁶ relataram que essa é uma característica de partículas que sofreram *spatter*, como discutido anteriormente, o que corrobora com a análise de MEV da Figura 26(d). A partir do mapa de orientações do pó na Figura 27(b) pode ser observado que suas características cristalográficas o definem como policristalino, com grãos finos e equiaxiais, de orientação cristalográfica randômica. A partir da MO e MEV do pó atacado nas Figuras 27(c) e (d) respectivamente, é possível observar que este possui sua microestrutura formada de grãos dendríticos finos, característica essa adquirida no processo de fabricação empregado¹¹⁰. Com exceção da partícula apontada pela seta vermelha na Figura 27(c), esse apresenta grãos equiaxiais, sugerindo que, no caso do reuso da matéria prima, fenômenos de recristalização podem ter ocorrido, em que nesse não houve sua completude como apresentado na partícula no inserto da imagem.

A distribuição e tamanho de partícula foram analisadas com auxílio do equipamento Bettersizer 2600 da marca Bettersizer Instrument Ltd., utilizando uma dispersão em meio líquido, e os resultados estão apresentados na Figura 28.

Figura 28 – Distribuição do tamanho de partículas para o IN625.

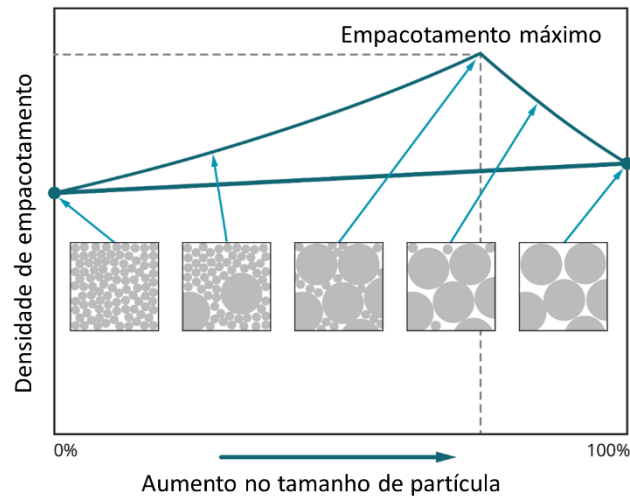


Fonte: o autor.

A dispersão do tamanho de partícula do pó apresentou uma faixa de valores com $D_{10}=19,89\mu\text{m}$, $D_{50}=33,94\mu\text{m}$ e $D_{90}=53,17\mu\text{m}$, o que corresponde com a faixa de valores que o método de atomização por gás inerte com fusão por indução a vácuo (VIGA) da Sandvik proporciona a seus pós. No caso do processo de PBF-LB/M, partículas com distribuição de tamanho entre 5 e 60 μm são utilizadas³⁵. Ainda, o resultado da distribuição do tamanho das partículas no ensaio do Bettersize 2600 pode apresentar-se distorcido, uma vez que a técnica de difração a laser, em considerando as partículas como perfeitamente esféricas, as que possuem irregularidades superficiais podem ser analisadas maiores do que realmente são pelo equipamento¹¹¹. Como foi constatado por MEV que as partículas apresentam irregulares, o tamanho do D_{90} reportado neste ensaio pode estar superdimensionado.

A distribuição de tamanho das partículas de pó também é um fator influente na deposição de uma camada uniforme na plataforma de fabricação. Uma quantidade significativa de partículas pequenas tende a atrapalhar a deposição do leito devido a sua alta relação entre área superficial e volume, estando suscetíveis a unirem-se uma as outras por ligações de Van der Waals³⁴, e na predominância de partículas maiores sobre as menores, espaços vazios são deixados no contato entre elas, que não serão preenchidos devido à ausência de partículas menores, fazendo com que o empacotamento do leito seja prejudicado. O efeito do tamanho das partículas no empacotamento do leito de pó pode ser observado na Figura 29.

Figura 29 – Efeito do tamanho de partícula no empacotamento durante a deposição do leito de pó.



Fonte: (112)

4.2 IMPRESSÃO COM VARIAÇÃO NOS PARÂMETROS

A próxima etapa do trabalho consistiu na impressão de amostras com variação nos parâmetros do processo de fusão em leito de pó, o qual foi realizado em um equipamento da OmniTek modelo OmniSint-160 representado na Figura 30, localizado no SENAI Suíço-Brasileiro de São Paulo, capital.

Figura 30 – Equipamento de fusão em leito de pó a laser OmniSint 160.



Fonte: o autor.

O OmniSint-160 é um equipamento de fabricação de objetos por PBF-LB/M consideravelmente versátil no quesito liberdade da escolha dos parâmetros de impressão. Seu laser com fonte de fibra possui potência máxima de 500W, diâmetro focal de 140 μm a 160 μm , e velocidade de varredura máxima de 5000 mm/s. A espessura de camada pode variar de 20 μm a 100 μm . Possui também um sistema de purga da câmara de fabricação com gás inerte a uma vazão de 0,5L/min, o que mantém os níveis de O_2 inferiores a 100 ppm. O abastecimento do pó é realizado por um funil, e a deposição do pó no leito por raspador de material polimérico¹¹³. No presente trabalho, o gás utilizado para purga da câmara foi argônio industrial, e o raspador feito de poliuretano (PU) com 60 Shore de dureza.

Os valores dos diferentes parâmetros envolvidos para a impressão das amostras, foram estabelecidos com base em levantamento bibliográfico⁶²⁻⁶⁵, e estão apresentados respectivamente nos Quadro 6 e 7 os que foram mantidos fixos e os que foram variados.

Quadro 6 – Parâmetros fixos na impressão das amostras.

Parâmetro	Valor
Potência do Laser / W	217
Espessura de camada / mm	0,04
Angulação entre as camadas / °	67

Fonte: o autor.

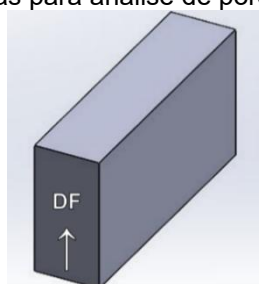
Quadro 7 – Parâmetros variados na impressão das amostras.

		VELOCIDADE DE VARREDURA mm/s									
		750	800	850	900	950	1000	1050	1100	1150	1200
ESPAÇAMENTO DE VARREDURA mm	0,08	#01	#02	#03	#04	#05	#06	#07	#08	#09	#10
	0,09	#11	#12	#13	#14	#15	#16	#17	#18	#19	#20
	0,10	#21	#22	#23	#24	#25	#26	#27	#28	#29	#30
	0,11	#31	#32	#33	#34	#35	#36	#37	#38	#39	#40

Fonte: o autor.

Ao total, foram fabricadas 40 amostras com dimensões de 10 x 2,5 x 5 milímetros, como ilustrado na Figura 31.

Figura 31 – Representação das amostras para análise de porosidade

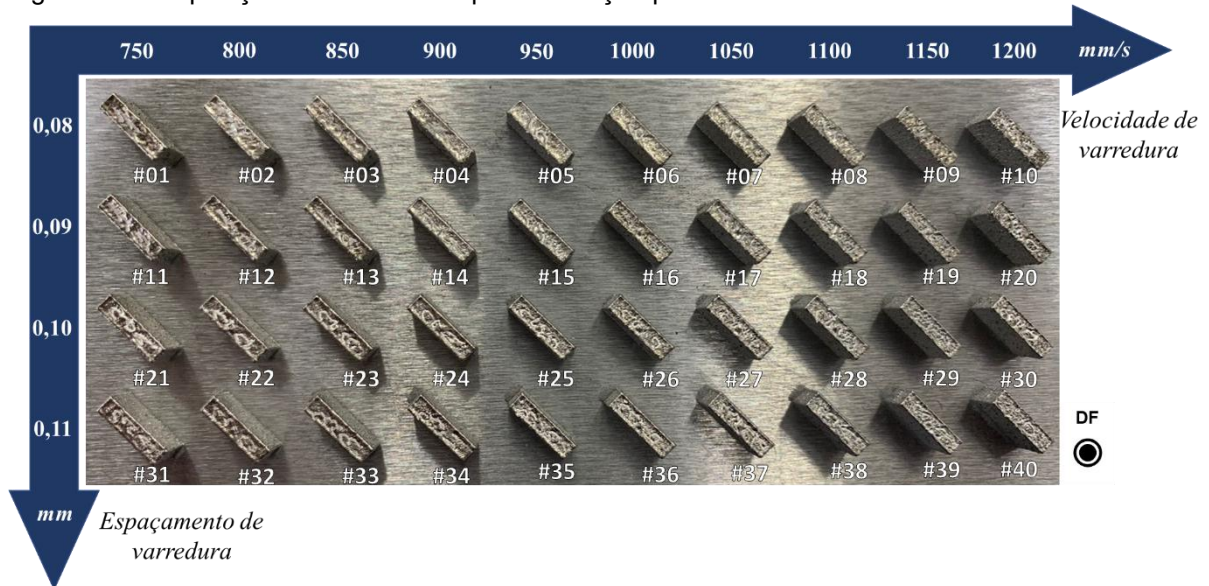


DF: Direção de fabricação

Fonte: o autor.

Na Figura 32, podem ser visualizados a disposição das amostras ainda na plataforma de fabricação com os respectivos parâmetros variados. As amostras foram removidas da plataforma de fabricação após a impressão por eletroerosão a fio.

Figura 32 – Disposição das amostras após fabricação por MA.



Fonte: o autor.

Os diferentes procedimentos analíticos foram aplicados às amostras: caracterização da porosidade e microestrutural por meio da análise das poças de fusão, análise química por EDS, FRX, DRX, análises de EBSD e microdureza.

4.2.1 Caracterização da porosidade e microestrutural das amostras

Para a caracterização da porosidade e avaliação microestrutural das amostras, fez-se então necessário a preparação metalográfica das mesmas. Primeiramente, elas foram embutidas em baquelite em equipamento da marca Arotec modelo Pre 30, de modo a deixar exposta a superfície paralela à direção de fabricação. Na sequência, as amostras foram lixadas manualmente em lixadeira de bancada seguindo uma sequência crescente de *mesh*, iniciando pela #80 para retirada da camada superficial, uma vez que as propriedades dessa região não condizem com as do interior do material, seguindo para as lixas de *mesh* #150, #240, #400, #600, #1200, #2000 e #3000. O polimento foi realizado com suspensão de sílica coloidal da MasterMet de granulometria 0,06µm por 10 minutos em politriz da marca Buehler modelo EcoMet 250, aplicando uma velocidade angular de 60 rotações por minuto na base e 180 no cabeçote, e uma pressão de 25 N, lavando as amostras com álcool etílico absoluto P.A. e secando-as com soprador térmico na finalização dessa operação.

Após o polimento, seis micrografias foram tiradas de cada amostra com aumento de 50x no microscópio da marca Olympus modelo BX51. Estas foram utilizadas para estimar quantitativamente a média porcentual da porosidade presente em cada uma. Essa operação foi realizada no software *ImageJ*¹¹⁴, em que foi necessária a modificação das imagens para que apresentassem uma composição binária de cores e o software calculasse a distinção das duas áreas¹¹⁵.

Os resultados obtidos na análise do nível de porosidade pelo método metalográfico foram confrontados com os de densidade relativa obtidos pelo método de Arquimedes, em que estes ensaios foram realizados conforme as normas ASTM F3637¹¹⁶, B311¹¹⁷ e B962¹¹⁸, tendo ocorrido posteriormente ao primeiro método proposto.

4.2.2 Análise das poças de fusão

A análise das poças de fusão foi realizada após o ataque químico utilizando-se de uma solução preparada de *aqua regia* modificada, conforme descrito na norma ASTM E407-23¹⁰⁸. Quatro amostras foram selecionadas para análise por MO, com base dois princípios: amostras impressas com maior e menor densidade de energia (#01 e #40), de maior porosidade apresentada no processo de análise micrográfica (#10), e uma que apresentou baixa porosidade, tendo sido escolhido nesse caso a amostra #24. Ainda, apenas para essa é que foi realizada análise em MEV.

4.2.3 Análises químicas e detecção de fases

A análise química teve como objetivo a verificação da composição química e fases presentes nas amostras após a impressão. Três técnicas foram utilizadas: de EDS, no MEV da marca Tescan modelo Mira 3 acoplado com detector X-Maxⁿ 50, e de FRX no equipamento EDX-700 da Kratos Analytical para análise química, e de DRX no difratômetro da marca Rigaku modelo Ultima IV para detecção de fases.

4.2.4 Análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

A técnica de EBSD é amplamente utilizada para análise da microestrutura de materiais metálicos. Integrada a um MEV, permite determinar a orientação cristalográfica de grãos, a distribuição de fases e defeitos, e textura em materiais. A técnica de EBSD é capaz de fornecer informações quantitativas e qualitativas sobre a estrutura cristalina de materiais metálicos com alta resolução espacial^{119,120,121}.

A análise EBSD teve como objetivo comparar a influência dos parâmetros do processo de PBF-LB/M quanto as microestruturas geradas nas amostras de maior e menor densidade de energia do processo (#01 e #40), e entre amostras que apresentaram elevado (#10 e #36) e baixo (#24) índice de porosidade. A análise foi realizada no MEV da marca Tescan modelo Mira 3 com detector Oxford Nordlys Nano após a devida preparação metalográfica das amostras, e os mapas foram gerados e tratados no software HKL CHANNEL 5.

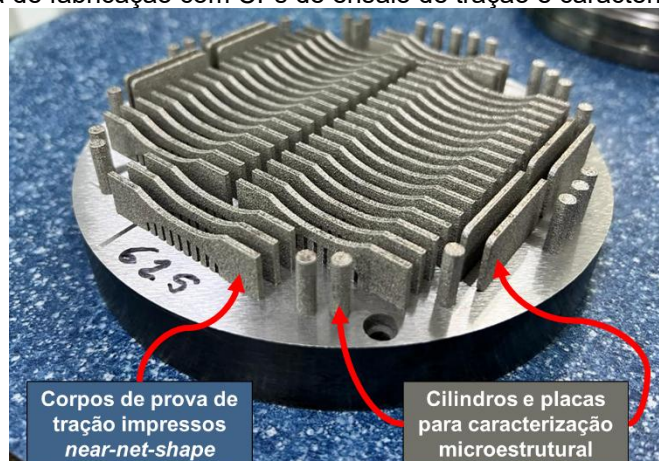
4.2.5 Análise de microdureza

A microdureza foi realizada conforme norma ASTM E384-22¹²² utilizando-se de microdurômetro da marca Shimadzu modelo HMV-2, localizado no laboratório de Engenharia de Materiais da UEPG. O ensaio foi realizado nas quatro amostras pós-atacadas quimicamente (#01, #10, #24 e #40), com objetivo de avaliar possíveis heterogeneidades geradas com a variação nos parâmetros de processo na impressão do material. Foram empregados na análise de cada amostra 0,2HV por 15 segundos, estimando a média da microdureza de cada uma a partir de doze marcações.

4.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS

A continuidade das etapas analíticas do presente trabalho foi realizada em cilindros e placas utilizados para caracterização da microestrutura, e corpos de prova (CPs) de tração para avaliar propriedades mecânicas. Estes foram impressos em uma nova plataforma de fabricação no equipamento OmniSint-160, localizado no SENAI Suíço-Brasileiro de São Paulo, capital, ilustrado na Figura 33, e foram recebidos após terem sido removidos da plataforma por eletroerosão a fio.

Figura 33 – Plataforma de fabricação com CPs de ensaio de tração e caracterização microestrutural



Fonte: o autor.

Os parâmetros de impressão do equipamento não foram variados para essa impressão. Neste caso, com base no índice de porosidade estimado na etapa anterior, foi determinado que os parâmetros correspondentes ao da amostra #24 seriam mantidos fixos, adotando respectivamente uma velocidade e espaçamento de varredura de 900mm/s e 0,1mm.

Foram realizados os seguintes TT no IN625 a partir de seu estado como fabricado por PBF-LB/M (CF) selecionados com base em levantamento bibliográfico⁶⁷⁻⁷²:

- Envelhecimento direto (E): realizado a 700 °C por 8 horas, teve-se como intuito elevar as propriedades mecânicas considerando a precipitação da fase γ' .
- Solubilização (S): realizado a 1150 °C por 1 hora, teve-se como intuito obter a recristalização da microestrutura do material.
- Solubilização com posterior envelhecimento (S+E): realizado nas mesmas temperatura e tempo dos TT de S e E em duas etapas separadas, teve-se como intuito obter uma microestrutura recristalizada do material e a partir dela promover o endurecimento com a precipitação da fase γ' .

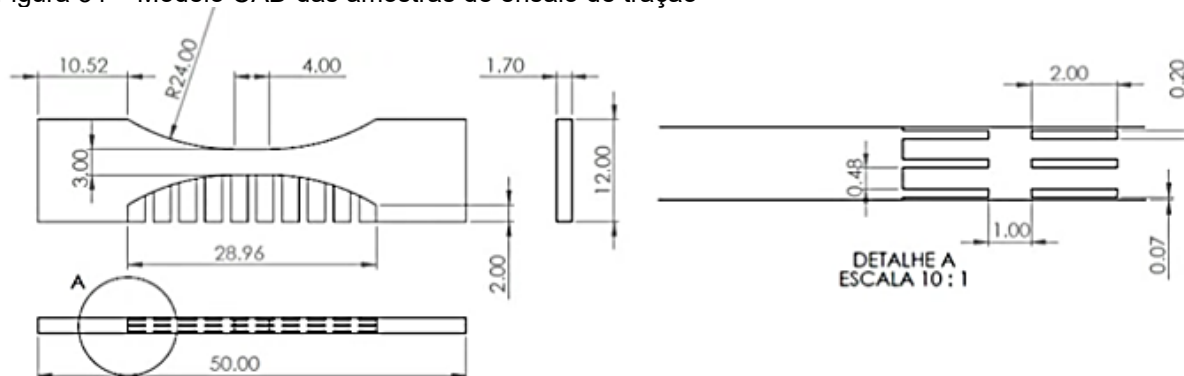
Os TT foram realizados em forno tubular, com o material posicionado dentro de um tubo de quartzo, e que, para evitar a oxidação de sua superfície, foram previamente recobertas com tinta da marca Keratech modelo Keracoat. Ainda, com o objetivo de obter-se uma atmosfera controlada, uma bomba de vácuo foi conectada na extremidade aberta do tubo, que também teve seu interior preenchido com cavaco de titânio. O resfriamento do material após todos os TT foi realizado em água.

Após os TT, foi realizada a caracterização do material. A análise microestrutural foi realizada em MO e MEV em micrografias obtidas de cilindros preparados de forma metalográfica após o ataque químico, o qual foi realizado com solução de *aqua regia*, exceto para a amostra submetida ao TT de E, o qual foi utilizado reagente *Kalling No. 2*, que consiste em 2 gramas de CuCl_2 , 40ml de HCl e de 40ml a 80ml de etanol¹⁰⁸. A análise de fases foi realizada a partir de perfis de difração obtidos pela técnica de DRX em seções paralelas à direção de fabricação. A análise mecânica foi realizada, para essa etapa do trabalho, por microdureza¹²², obtendo a média e o desvio padrão com os valores mensurados em 12 marcações aplicadas com 0,2HV por 15 segundos.

4.4 ENSAIOS DE TRAÇÃO

A avaliação das propriedades mecânicas do IN625 CF e submetido a diferentes TT foi realizada também por tração, em CPs impressos próximos a sua forma final de halter, em tamanho *sub-size*, onde as dimensões estão dispostas na representação do modelo CAD na Figura 34.

Figura 34 – Modelo CAD das amostras de ensaio de tração



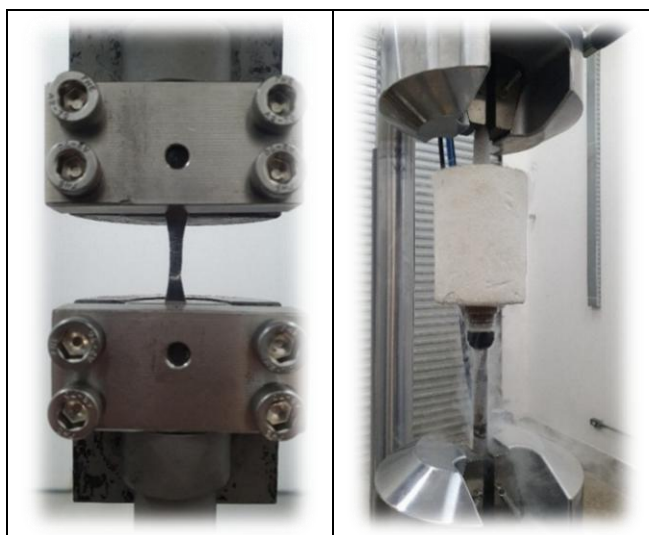
Fonte: o autor.

Para a realização do ensaio de tração, houve a necessidade da remoção das estruturas de suporte e preparação da superfície dos CPs, que, devido a rota de fabricação, apresentam irregularidades que impedem a avaliação das propriedades mecânicas macroscópicas do material. As estruturas de suporte foram removidas com esmeril, juntamente com altura extra de 2mm projetada para remoção dos CPs da plataforma de fabricação. O desbaste da superfície também foi realizado com esmeril, seguido de lixamento utilizando uma sequência de lixas *mesh* #80, #400, #1200, #2000 e #3000. Ao final do processo, os CPs tiveram sua altura reduzida para 10 mm e sua espessura em 0,2 mm. Ainda, para permitir o posicionamento no suporte que é acoplado ao equipamento de ensaio, foi necessário usinar um furo de 4 mm de diâmetro em cada uma das extremidades dos CPs, operação realizada em furadeira Clack Machine modelo FFR 45 pelo técnico do laboratório José Carlos.

O ensaio de tração foi realizado na máquina servo-hidráulica MTS modelo Landmark 370.25, localizado no laboratório de Engenharia de Materiais da UEPG, em duas condições de temperatura, ambiente (25°C) e criogênica (-196 °C), em duplicata para cada uma das condições do material (CF, E, S, S+E). A velocidade de estiramento utilizada no ensaio em ambas as temperaturas foi de 0,3mm/min, que se converte para uma taxa de 0,001 s⁻¹.

Em temperatura ambiente (TA), a realização do ensaio seguiu o procedimento segundo a norma ASTM E8¹²³, em que os CPs foram fixados em um suporte e, em seguida, tracionados uniaxialmente pela movimentação das garras do equipamento. Em temperatura criogênica (TC), um copo térmico foi acoplado ao suporte inferior de fixação, e nele foi despejado nitrogênio líquido a fim de reduzir a temperatura, que foi medida com um termopar previamente calibrado. Após atingir a temperatura desejada, aguardou-se 5 minutos para que o equilíbrio pelo material fosse atingido e este pudesse ser ensaiado. Na Figura 35, está ilustrado a realização dos ensaios de tração nas duas temperaturas.

Figura 35 – Realização do ensaio de tração em temperatura ambiente (à esquerda) e criogênica (à direita).



Fonte: o autor.

Após a realização do ensaio, as propriedades mecânicas do material foram determinadas. A força e deslocamento axial registrados pelo equipamento foram convertidos respectivamente em tensão e deformação ao dividir a força pela área e o deslocamento pelo comprimento da seção útil dos CPs. Dessa forma, gráficos de tensão de engenharia x deformação de engenharia foram construídos no software *Origin*¹²⁴, em que a partir deles foram determinadas as propriedades mecânicas de limite de escoamento (LE) pelo método do *offset* em 0,2%, e do limite de resistência a tração (LRT) e alongamento total (%A) como sendo respectivamente os valores máximos da tensão e deformação que os CPs apresentaram no ensaio.

A superfície de fratura dos CPs tracionados foram analisadas em MEV, em que, em medindo a área final da seção útil utilizando software *ImageJ*¹¹⁴, sua redução em relação a área útil previamente ao ensaio foi calculada.

4.5 MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO

Os fenômenos envolvidos na deformação plástica em duas temperaturas de um IN625 como fabricado por PBF-LB/M e submetido a diferentes TT foram avaliados por EBSD e pelas curvas da taxa e expoente de encruamento.

A análise de EBSD foi realizada somente para o material na sua condição CF, na seção de topo de uma região próxima a fratura dos CPs. Para tanto, essa região foi extraída com corte metalográfico em equipamento TechCut 4 da marca Allied, fixada em um suporte de alumínio, desbastada com lixa *mesh* #3000, e polida com sílica coloidal 0,06µm em politriz da marca Buehler modelo EcoMet 250. Mapas de Orientação Cristalográfica, Fator de Schmid, Contraste de Banda, *Kernel Average Misorientation* (KAM) e *Grain Orientation Spread* (GOS) foram gerados e tratados nos softwares HKL CHANNEL 5 e ATEX¹⁰⁷.

A análise da curva e do coeficiente de encruamento foi realizada em software *Origin*¹²⁴ para todas as condições do material e de temperatura de ensaio segundo a metodologia descrita. Os dados de tensão de engenharia (σ) e deformação de engenharia (ε) foram convertidos em tensão verdadeira (σ_v) e deformação verdadeira (ε_v) utilizando respectivamente as Equações (5) e (6)^{125,126}.

$$\sigma_v = \sigma(1 + \varepsilon) \quad (5)$$

$$\varepsilon_v = \ln(1 + \varepsilon) \quad (6)$$

As curvas de encruamento foram obtidas ao plotar $d\sigma/d\varepsilon$ por ε_v ^{125,126}.

O formato parabólico da região de deformação plástica da curva do ensaio de tração pode ser representado pela Equação de Hollomon em (7). Nesse caso, a relação entre a tensão e deformação é válida até a estricção do corpo de prova, uma vez que, após essa etapa, a deformação do material deixa de ocorrer de maneira homogênea^{125,126}.

$$\sigma = K\varepsilon^n \quad (7)$$

Na Equação (7), K assume um valor constante, e n é o coeficiente de encruamento. A linearização da curva na região da deformação plástica é realizada ao plotar o $\ln\sigma_v$ por $\ln\varepsilon_v$, e a Equação (7) passa a ser descrita de acordo com a Equação (8), em que nela, n assume o valor do coeficiente angular da reta, e assim seu valor foi obtido^{125,126}.

$$\ln \sigma = \ln K + n \ln \varepsilon \quad (8)$$

O método de Crussard-Jaoul, que exhibe a forma logarítmica da derivada da equação de Hollomon em relação à deformação verdadeira, como representado pela Equação (9), foi utilizado para avaliar os diferentes mecanismos de deformação atuantes^{125,126}.

$$\log \frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v} = \log(Kn) + (n - 1) \log \varepsilon_v \quad (9)$$

Desta forma, os mecanismos de deformação atuantes em uma liga IN625 ensaiada por tração em duas temperaturas foram analisados tanto por técnicas analíticas quanto por arranjos matemáticos.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

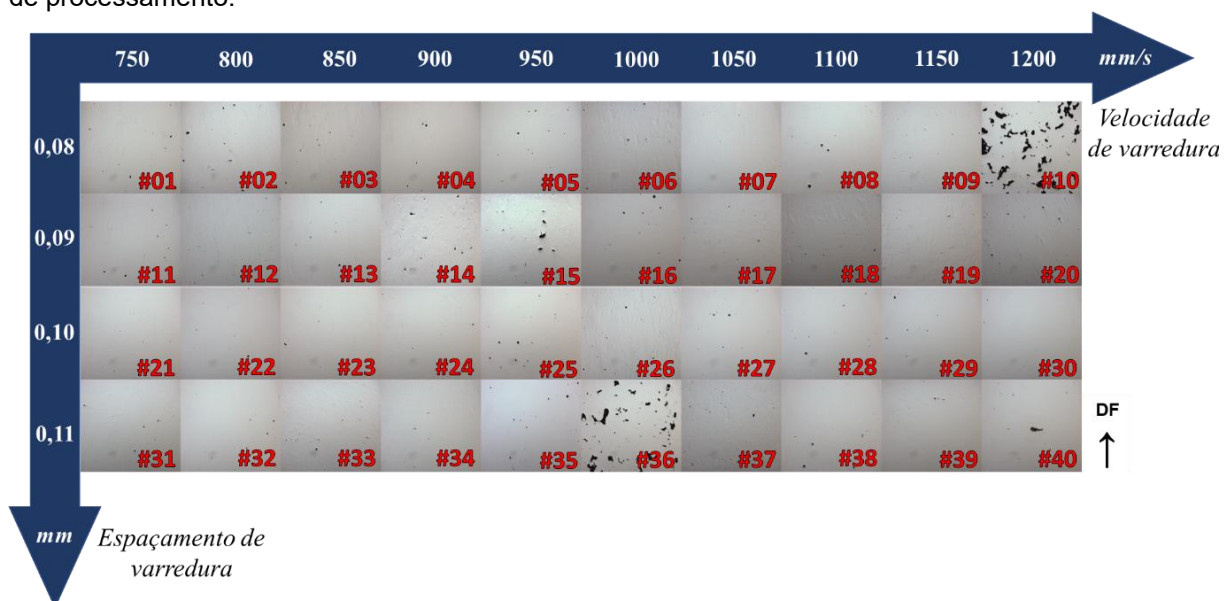
Nesta seção do trabalho serão abordados os resultados conforme a metodologia descrita na Seção 4, apresentando os da análise do nível de porosidade das amostras impressas com variação dos parâmetros de processo assim como caracterizações químicas, microestruturais e mecânicas, a evolução microestrutural do material como fabricado submetido a diferentes tratamentos térmicos, as propriedades mecânicas determinadas por ensaio de tração em temperatura ambiente e criogênica e a análise dos mecanismos de deformação por duas técnicas analíticas distintas.

5.1 AMOSTRAS IMPRESSAS COM VARIAÇÃO DE PARÂMETROS

5.1.1 Porosidade

A Figura 36 ilustra uma das seis micrografias utilizadas para determinar a porosidade obtida na impressão das 40 amostras, relacionando a velocidade e o espaçamento de varredura envolvidos na fabricação de cada uma.

Figura 36 – Micrografias das amostras impressas de IN625 por PBF-LB/M com variação nos parâmetros de processamento.



Fonte: o autor.

Os resultados da análise da porosidade média das amostras estão apresentados no Quadro 8, juntamente com a DEV, calculada pela Equação (2) para a combinação dos parâmetros em cada uma, e a densidade relativa, a qual foi medida pelo método de Arquimedes.

Quadro 8 – DEV, porosidade média e densidade relativa das amostras impressas por PBF-LB/M com variação nos parâmetros de velocidade e espaçamento de varredura do processo.

Amostra	Densidade de Energia Volumétrica J/mm^3	Porosidade média %	Densidade relativa %	Amostra	Densidade de Energia Volumétrica J/mm^3	Porosidade média %	Densidade relativa %
#01	90,42	0,11	94,24	#21	72,33	0,11	91,31
#02	84,77	0,18	92,66	#22	67,81	0,11	91,89
#03	79,78	0,12	93,05	#23	63,82	0,11	91,84
#04	75,35	0,10	91,83	#24	60,28	0,08	93,02
#05	71,38	0,07	86,72	#25	57,11	0,15	89,96
#06	67,81	0,10	92,37	#26	54,25	0,21	92,17
#07	64,58	0,13	92,30	#27	51,67	0,23	92,81
#08	61,65	0,11	92,48	#28	49,32	0,08	92,43
#09	58,97	0,15	91,39	#29	47,17	0,13	89,49
#10	56,51	8,25	85,74	#30	45,21	0,07	89,23
#11	80,37	0,16	92,25	#31	65,76	0,06	92,41
#12	75,35	0,31	93,80	#32	61,65	0,19	92,49
#13	70,92	0,10	91,57	#33	58,02	0,09	91,86
#14	66,98	0,24	91,58	#34	54,80	0,08	92,40
#15	63,45	0,53	92,78	#35	51,91	0,19	91,47
#16	60,28	0,16	92,16	#36	49,32	3,27	91,95
#17	57,41	0,20	92,44	#37	46,97	0,36	92,26
#18	54,80	0,24	91,76	#38	44,83	0,11	90,39
#19	52,42	0,21	86,71	#39	42,89	0,15	89,21
#20	50,23	0,25	87,04	#40	41,10	0,17	85,99

Fonte: o autor.

A partir dos dados apresentados no Quadro 8, observa-se que em todas as amostras houve a formação de porosidade em maior ou menor percentual, sendo que em 95% delas foram obtidos valores na faixa de 0,06% a 0,5%. Esse baixo nível de porosidade pode ser considerado como resultados de impressão satisfatórios. A medida da densidade relativa pelo método de Arquimedes revela que os valores de densificação das amostras flutua entre torno de uma margem que não ultrapassa 10% entre a que a atingiu uma maior densificação, sendo a amostra #01, e a que atingiu menor densificação, sendo a amostra #10.

Salarian *et al.*⁶² relatou em seu trabalho que a densificação alcançada para a menor DEV (30 J/mm^3) foi de 98,86%, e de 99,29% para a maior (60 J/mm^3). Poulin *et al.*⁶⁴, com base no trabalho de Letenneur *et al.*⁵¹, fabricou corpos de prova com porosidade entre 0,1% e 2,7% para a mesma faixa de DEV que a de Salarian *et al.*⁶².

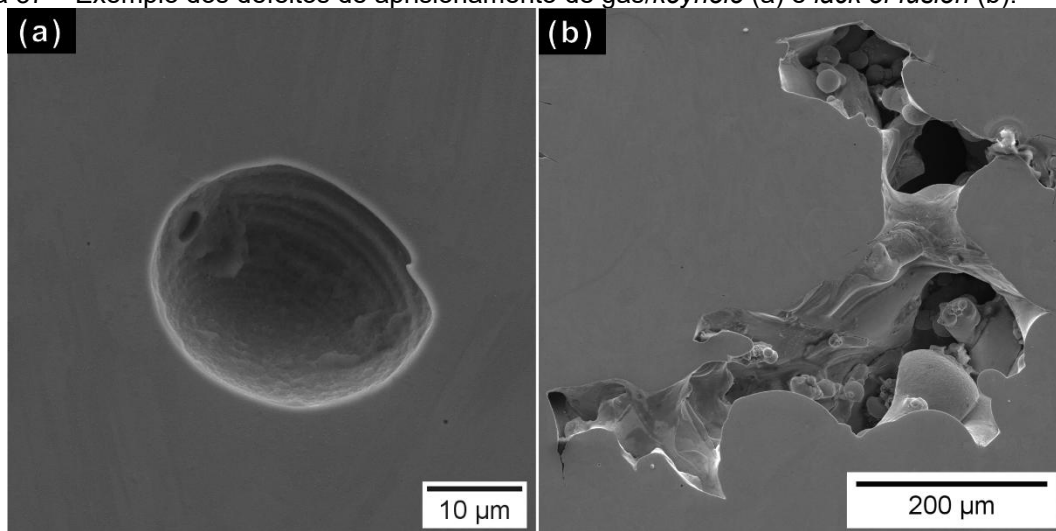
Todas as amostras apresentaram porosidade causada pelo aprisionamento de gás ou por *keyhole*. O primeiro caso é corroborado com o que foi observado na análise de MO das partículas de pó metálico na Figura 27(a) em que nelas foi caracterizado a presença de porosidade interna, que pode ter se transferido durante a impressão das amostras para elas³⁴. Em estudo de Qi *et al.*¹²⁷, partículas de pó com diferentes níveis de porosidade interna foram utilizadas para fabricar amostras de IN718, onde ficou evidenciado que de fato ocorre a transposição da porosidade do pó para a peça final. No caso do *keyhole*, esse pode ocorrer mesmo quando valores elevados de DEV não são empregados na impressão por PBF-LB/M, porém tornam-se facilmente observados nessas condições devido ao tamanho que assumem³⁵.

Nas amostras #10 e #36, a combinação dos parâmetros do processo resultou em uma DEV menor que 60 J/mm^3 , o que corrobora com o trabalho de Parashiv *et al.*⁵⁸ no sentido que valores acima de 60 J/mm^3 foram necessários para a impressão do IN625 por PBF-LB/M com elevada densificação. Entretanto, os resultados do presente trabalho sugerem que é possível a impressão desse material com uma densificação aceitável para valores de DEV ainda mais baixos, uma vez que a porosidade caracterizada para a amostra #40 equiparou-se ao da amostra #01, sendo que elas foram impressas com uma combinação de parâmetros que resultou no menor e maior valor de DEV dentre todas as amostras, respectivamente. Ainda, a caracterização do nível de porosidade das amostras em que valores de DEV menores que 60 J/mm^3 foram empregados pode ter sido falha, entretanto, valores de DEV reduzidos não são recomendados pois acabam sendo imprecisos se a impressão com baixo índice de porosidade for almejada.

Comparando os resultados obtidos entre as análises de porosidade média e de densidade relativa, é possível afirmar que a maior parte das amostras apresenta porosidade muito baixa, onde mesmo variações sutis na porosidade, entre 0,07% e 0,20%, estão relacionadas com variações um pouco mais perceptíveis na densidade relativa, de até 2%. No caso da amostra #10, que apresentou uma porosidade quase uma ordem de grandeza a mais que as das outras amostras, o valor da densidade relativa acaba por ser o menor. De forma contrária, o mesmo não ocorre para a amostra #40, que, ao utilizar o menor valor de DEV para a sua impressão, apresentou a segunda menor densidade relativa entre as amostras, o que não foi concordante com a porosidade medida. Esta mesma análise também se estende à amostra #36.

Para fins de contextualização dos tipos de porosidade reportados na impressão do material, foi selecionada uma amostra que apresentou tanto aprisionamento de gás/*keyhole* quanto *lack of fusion*, nesse caso a #10. As imagens obtidas em MEV estão dispostas na Figura 37 para cada defeito.

Figura 37 – Exemplo dos defeitos de aprisionamento de gás/*keyhole* (a) e *lack of fusion* (b).



Fonte: o autor.

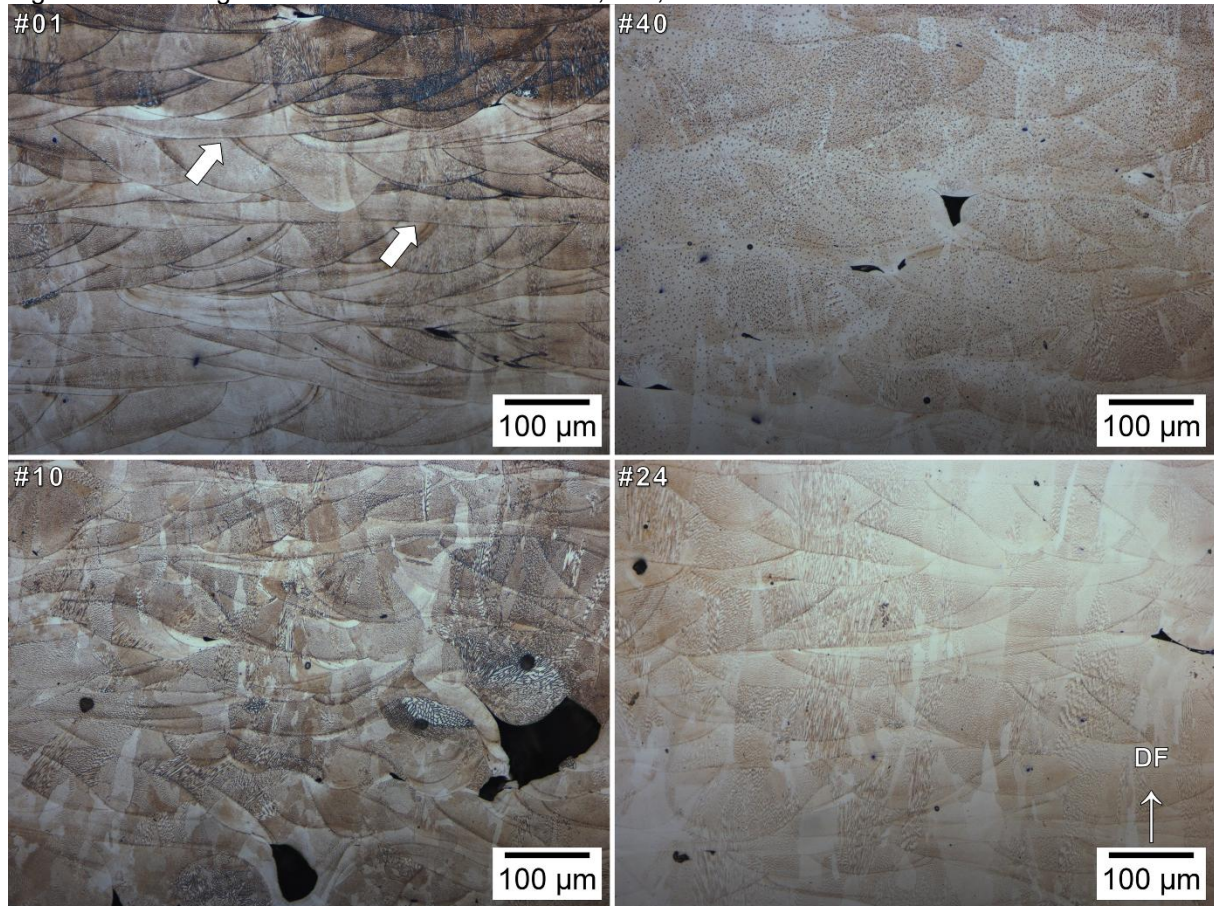
É possível relacionar os defeitos de porosidade apreciados na impressão a morfologia de cada um. Enquanto a porosidade gasosa/*keyhole* apresenta formato esférico, o *lack of fusion* é caracterizado pelo seu formato irregular com a presença de partículas não fundidas em seu interior. Ressalta-se que, em sendo uma porosidade *keyhole*, essa assumiu um tamanho menor que o habitual observado devido a aplicação de valores intermediários de DEV na impressão das amostras³⁵.

5.1.2 Análise do processo de impressão por meio das poças de fusão

Conforme descrito por Letenneur *et al.*⁵¹, as poças de fusão são úteis para identificar se o processo de fabricação do material ocorreu de forma satisfatória, transpondo o que foi ajustado no equipamento na forma dos parâmetros de impressão nas características exibidas por elas.

Para a análise das poças de fusão por MO, quatro amostras foram selecionadas tendo como base dois princípios: amostras impressas com maior e menor DEV (#01 e #40), a que foi reportada contendo o maior nível de porosidade (#10), e uma com baixa porosidade, sendo optada nesse caso pela amostra #24. As micrografias obtidas das quatro amostras por MO estão dispostas na Figura 38.

Figura 38 – Micrografia em MO das amostras #01, #40, #10 e #24.



Fonte: o autor.

Na Figura 38, é possível observar nas micrografias das amostras que o formato das poças de fusão varia em tamanho quanto ao comprimento e profundidade.

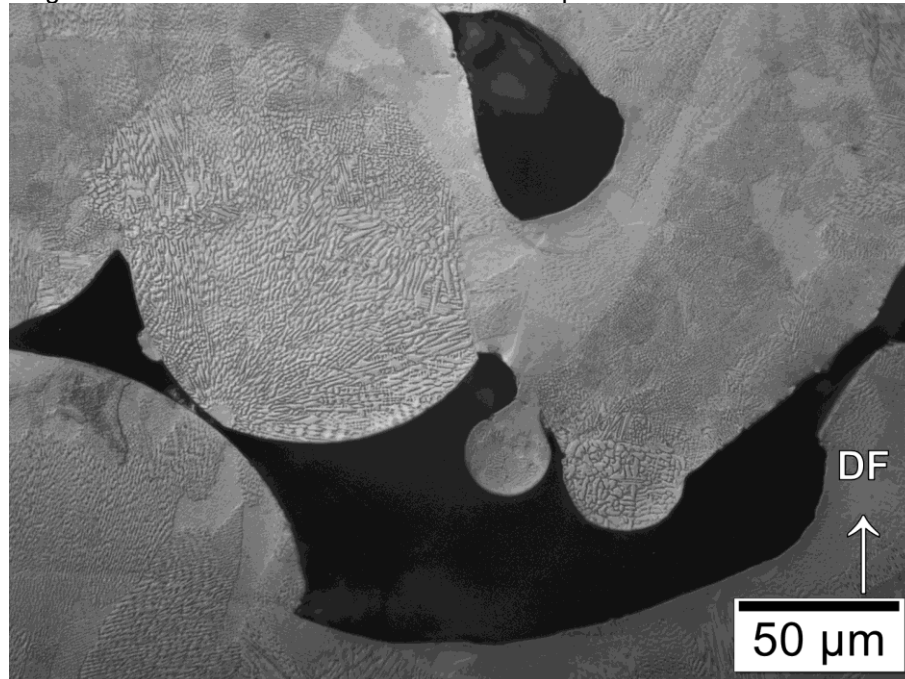
No caso do seu comprimento, ocorre conforme a cada camada, apontado pelas setas brancas na amostra #01, efeito causado pela rotação de 67° na varredura do laser, como também reportado no trabalho de Ledwig *et al.*¹²⁸.

No caso da sua profundidade, variações ocorrem em uma mesma camada, o que pode indicar mudanças localizadas da energia incidida sob o leito de pó durante o processo. Por mais que mudanças esporádicas na profundidade de algumas poças de fusão sejam observadas, não houve alteração do regime de solidificação do material, uma vez que todas as amostras apresentaram possuindo majoritariamente um formato semicircular, o que é condizente com o modo de solidificação por condução¹²⁹. Isso demonstra que o processo ocorreu de forma satisfatória⁵¹ na maioria dos casos, e que a ocorrência de *lack of fusion* pode ter sido causada por outros fatores que não necessariamente compreendem os parâmetros do processo como responsáveis. Ainda, por mais que cavidade típica do regime de *keyhole* não tenha sido reportada, sua presença como gás aprisionado se deu de forma geral em

todas as amostras, com um tamanho menor do que quando sua ocorrência é devido a valores de DEV elevados empregados no processo³⁵.

Uma análise mais detalhada foi realizada por MO do defeito de *lack of fusion* reportado na amostra #10, o qual está apresentado na Figura 39.

Figura 39 – Imagem de MO de um defeito de *lack of fusion* presente na amostra #10.



Fonte: o autor.

Uma análise da porosidade formada na amostra #10 permite observar que a deposição do pó metálico no leito pode não ter ocorrido de maneira eficiente, causando uma solidificação incompleta das partículas, o que resultou na porosidade de *lack of fusion*, prevalecendo na partícula de pó sua microestrutura original.

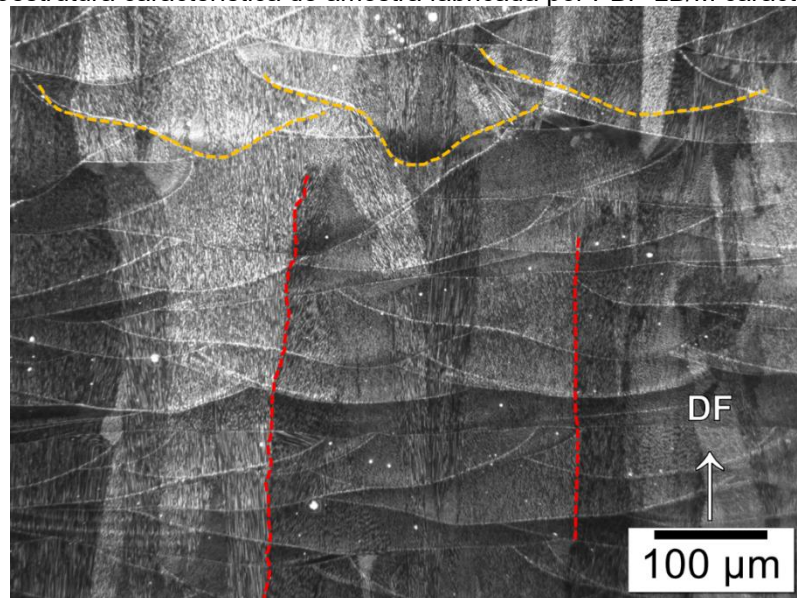
Du *et al.*¹³⁰ relata que pode haver diversos mecanismos de formação deste defeito, o que no caso do presente trabalho pode ter sido pelo impedimento de uma deposição correta do leito de pó por partículas não solidificadas que possivelmente sofreram *spatter*. Chu *et al.*¹³¹ investigaram não somente a influência da morfologia das partículas de um pó de AlSi10Mg na deposição do leito, como também observaram que partículas que sofrem *spatter* mudam localmente a espessura de camada, impedindo a deposição correta do leito de pó, causando o defeito de *lack of fusion* durante a impressão.

Conforme descrito por Yadroitsev *et al.*³⁵, Ali *et al.*¹⁰⁶ e Schwerz *et al.*¹³², para evitar a formação de *lack of fusion* de maneira estocástica, ou seja, que não pode ser prevista, ocorrendo mesmo com a seleção correta dos parâmetros de processo

previstos para determinado material, é importante que se tenha um fluxo de gás dentro da câmara de fabricação do equipamento de PBF-LB/M. Desse modo, as partículas que sofrem *spatter* são arrastadas com esse fluxo, evitando que caiam sob o leito de pó e impeçam a deposição correta de uma nova camada, causando o defeito de *lack of fusion*. O equipamento utilizado no presente trabalho não contemplava um sistema de fluxo de gás, e apenas a purga da atmosfera era realizada pelo gás inerte, o que pode ter causado o *lack of fusion*.

Para visualização em conjunto das poças de fusão e contornos de grão, optou-se por observar outra amostra. Para tanto, escolheu-se a amostra #11, onde é apresentada na Figura 40 uma micrografia obtida por MO após o ataque químico.

Figura 40 – Microestrutura característica de amostra fabricada por PBF-LB/M caracterizada por MO.



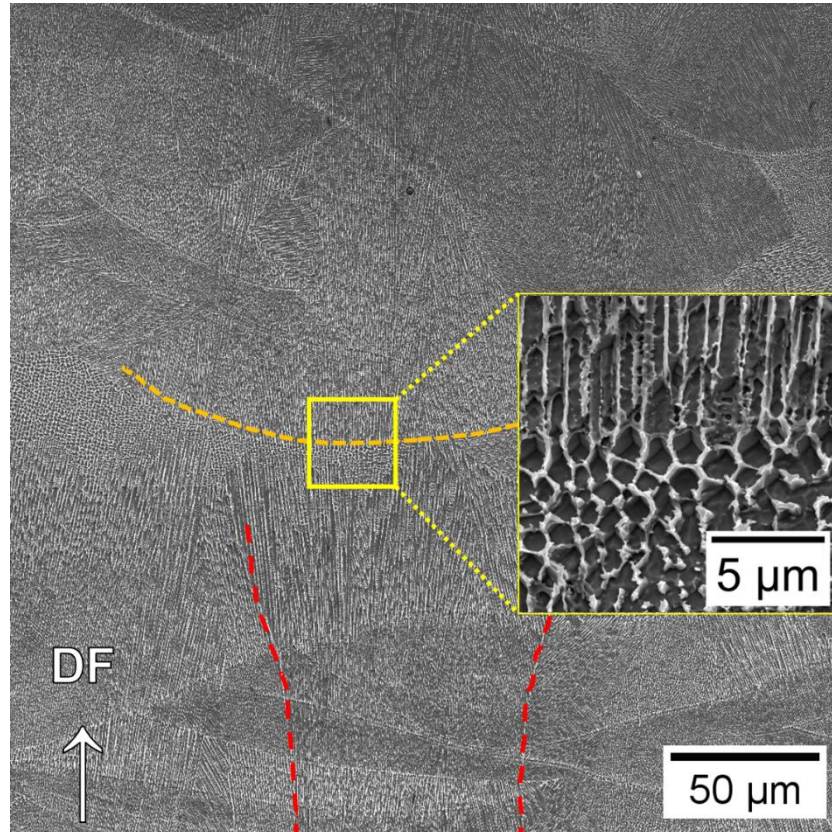
Fonte: o autor.

Na micrografia da amostra #11 disposta na Figura 40, é evidenciado as poças de fusão pelo tracejado amarelo e alguns contornos de grão pelo tracejado vermelho. Pode ser observado que o crescimento dos grãos colunares formados durante o processo de PBF-LB/M se dá na direção de extração de calor, o qual coincide em ser paralelo a direção de impressão, que ocorre sucessivamente a cada nova camada e se superpõe às poças de fusão. É referida à característica de grãos colunares em metais fabricados por PBF-LB/M como um dos principais fatores causadores de anisotropia no material, conforme relatado por DebRoy *et al.*¹³³.

A análise de MEV foi realizada no intuito de caracterizar as estruturas geradas na solidificação dos grãos metálicos no processo de PBF-LB/M, a qual se deu apenas

na amostra #24 após o ataque químico, e as imagens que foram obtidas estão apresentadas na Figura 41.

Figura 41 – Microestrutura da amostra #24 observada em MEV.



Fonte: o autor.

Disposta na Figura 41, é observado uma imagem de MEV com elétrons secundários da amostra #24, evidenciando as poças de fusão pelo tracejado amarelo e contornos de grão pelo tracejado vermelho.

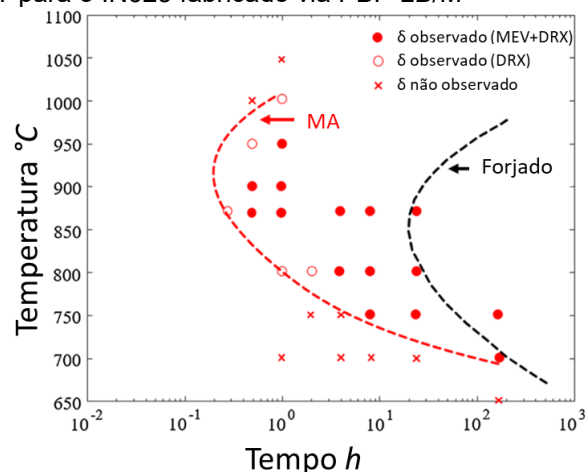
A estrutura gerada na solidificação dos grãos durante o processo de PBF-LB/M é constituída de finas dendritas colunares majoritariamente paralelas a direção de fabricação, a qual está associada as altas taxas de solidificação do processo (aproximadamente 10^6 K s^{-1})¹³⁴. É possível observar que ocorrem mudanças em relação a direção adotada pelo crescimento dendrítico, ocorrendo regiões em que se apresentam com morfologia celular, como pode ser observado na imagem do inserto da Figura 41. A mudança morfológica das dendritas é conduzida na fronteira da poça de fusão devido aos diferentes gradientes térmicos existentes nessa região, e o crescimento colunar da camada anterior pode ser suprimido, de acordo com Li *et al.*¹³⁵.

Outro efeito causado pelas altas taxas de solidificação empregadas no processo é o de microsegregação de elementos para regiões específicas. No caso do

IN625, nióbio e molibdênio, que são os principais elementos endurecedores por SS da liga, têm sua difusão facilitada para regiões interdendríticas, enquanto o seu interior mantém-se rico em níquel e cromo^{136,137,138}.

O efeito da microsegregação causado no processo de PBF-LB/M foi estudado por Stoudt *et al.*¹³⁹, indicando que esse pode se tornar deletério no sentido de que a precipitação de fase δ e formação de fase Laves é facilitada em realizando tratamentos térmicos na faixa de 870 °C. Nesse sentido, foi reportado por Lindwall *et al.*⁶⁷ que o diagrama TTT do IN625 fabricado por processos de MA é alterado em relação ao que é previsto na literatura para o material fabricado por métodos que não envolvem elevadas taxas de solidificação, como pode ser observado na Figura 42, evidenciando que a precipitação da fase δ pode ocorrer de forma precoce.

Figura 42 – Diagrama TTT para o IN625 fabricado via PBF-LB/M



Fonte: (67)

5.1.3 EDS e FRX

Análises de EDS e FRX foram realizadas na amostra #24 para quantificar os elementos químicos presentes no material após a fabricação por PBF-LB/M, onde os resultados estão apresentados no Quadro 9 juntamente com a quantificação dos elementos no pó metálico e a composição base do IN625 para fins comparativos.

Quadro 9 – Porcentual dos elementos reportados nas análises de EDS e FRX das amostras de IN625 em pó e como fabricado por PBF-LB/M referente a amostra #24.

Técnica	Amostra	Elemento	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	Al	Ti	S	Ca
EDS	Pó	% (peso)	61,26	21,07	4,13	9,4	3,83	0,29	0,02	-	-
	#24	% (peso)	61,08	21,31	3,9	9,39	3,76	0,23	-	-	-
FRX	Pó	% (peso)	58,18	20,76	3,54	10,06	4,06	0,54	-	2,08	0,75
	#24	% (peso)	57,74	20,73	3,63	9,76	3,94	1,68	-	2,49	-
Composição base		% (peso)	58,0 mín.	20,0- 23,0	≤5,0	8,0- 10,0	3,15- 4,15	≤0,4	≤0,4	≤0,01	-

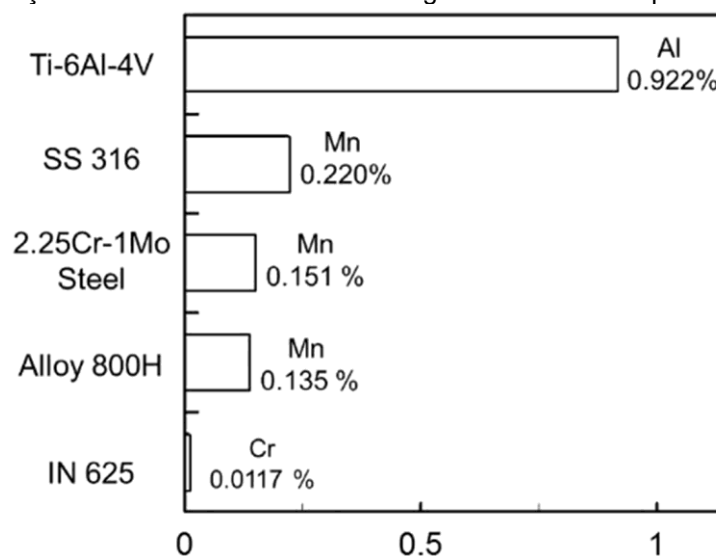
Fonte: o autor.

As análises de EDS e FRX sugerem que uma quantidade pouco significativa de elementos tenha sido vaporizada na impressão do material pelo processo de PBF-LB/M, onde apenas a presença de titânio não foi identificada por ambas as técnicas. Em se tratando dos resultados da análise de FRX, as interferências relacionadas com a física da amostra, a do tipo espectral e o efeito de matriz, podem ter contribuído para discrepância dos valores percentuais de alumínio, enxofre e cálcio, tanto no material na forma de pó quanto como fabricado por PBF-LB/M¹⁰⁴.

O fenômeno de vaporização consiste na transição da fase sólida do material na forma de pó para a fase líquida ao formar a poça de fusão, e então em fase gasosa. A transformação em fase gasosa ocorre devido a diferença entre os pontos de ebulição de cada elemento presente no pó metálico, onde, na incidência do laser sobre o leito, os que são mais voláteis tendem a ser vaporizados no processo¹³⁷. Esse fenômeno é mais favorável de ocorrer quando uma elevada densidade de energia é aplicada no processo, atrelado ao modo de solidificação pelo regime de *keyhole*, o qual não foi atingido mesmo na impressão da amostra em que a maior DEV foi empregada, ou ainda em partículas extremamente pequenas, como por exemplo os satélites, e uma vez que requerem menos energia para serem fundidas, ao se desprenderem das partículas de pó maiores esse fenômeno é facilitado¹⁴⁰.

Os estudos de Mukherjee *et al.*¹⁴¹ constataram que a vaporização de elementos formadores da matriz pode ser considerada insignificante para o IN625, mesmo com o uso de uma potência de 1000W pelo laser, como pode ser visualizado na Figura 43.

Figura 43 – Vaporização de elementos em diferentes ligas utilizando uma potência do laser de 1000W.

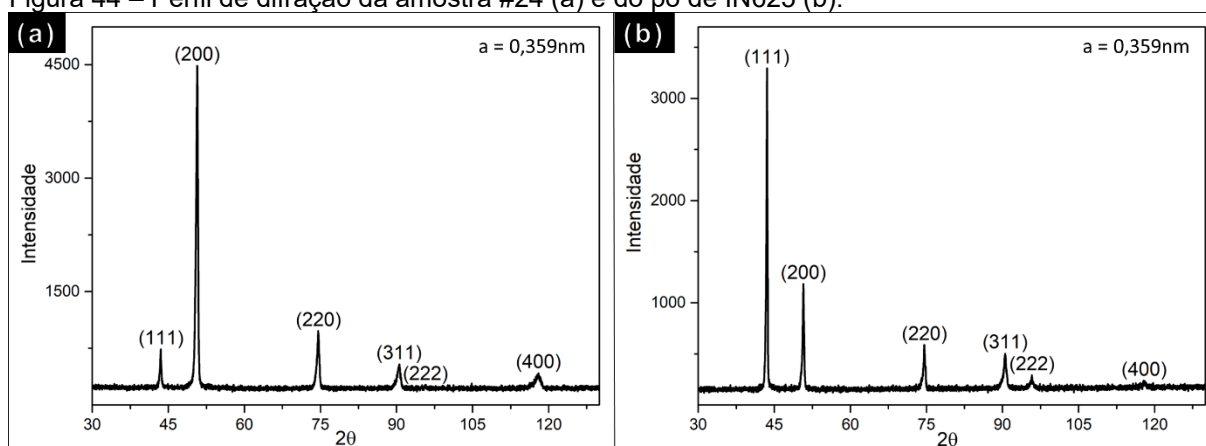


Fonte: (141)

5.1.4 DRX do material como fabricado por PBF-LB/M

O perfil de difração da superfície paralela à direção de fabricação da amostra #24 está disposto na Figura 44(a), e, para fins de comparação, o do pó de IN625 utilizado na impressão das amostras na Figura 44(b), assim como o parâmetro de rede calculado que, para cada uma das condições do material, igualaram-se em um valor igual a 0,359nm. Os picos difratados indexados são representativos da fase austenítica, não sendo possível distinguir quando há contribuição dos precipitados na intensidade para ambos os casos³⁴.

Figura 44 – Perfil de difração da amostra #24 (a) e do pó de IN625 (b).

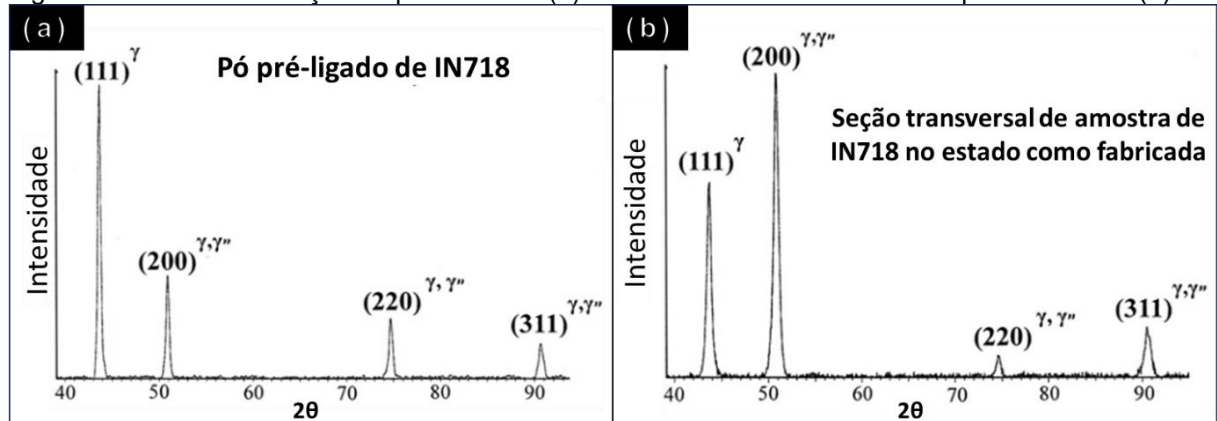


Fonte: o autor.

É possível observar que a maior intensidade, que antes era nos planos (111) para o material particulado, passou a ocorrer para os planos (200) no material impresso por PBF-LB/M.

Amato *et al.*¹⁴² estudaram a evolução microestrutural de um IN718 fabricado pelo mesmo processo de MA que o do presente trabalho, onde o mesmo comportamento no perfil de difração da amostra após fabricada em relação ao pó foi observado, e os autores concluíram que o método de fabricação induz a formação de uma textura mista entre os planos (111) e (200), como demonstrando na Figura 45. É possível supor que o material do presente trabalho a evolução de textura não foi mista, e se deu majoritariamente no plano (200).

Figura 45 – Perfil de difração do pó de IN718 (a) e no estado de como fabricado por PBF-LB/M (b).



Fonte: (142)

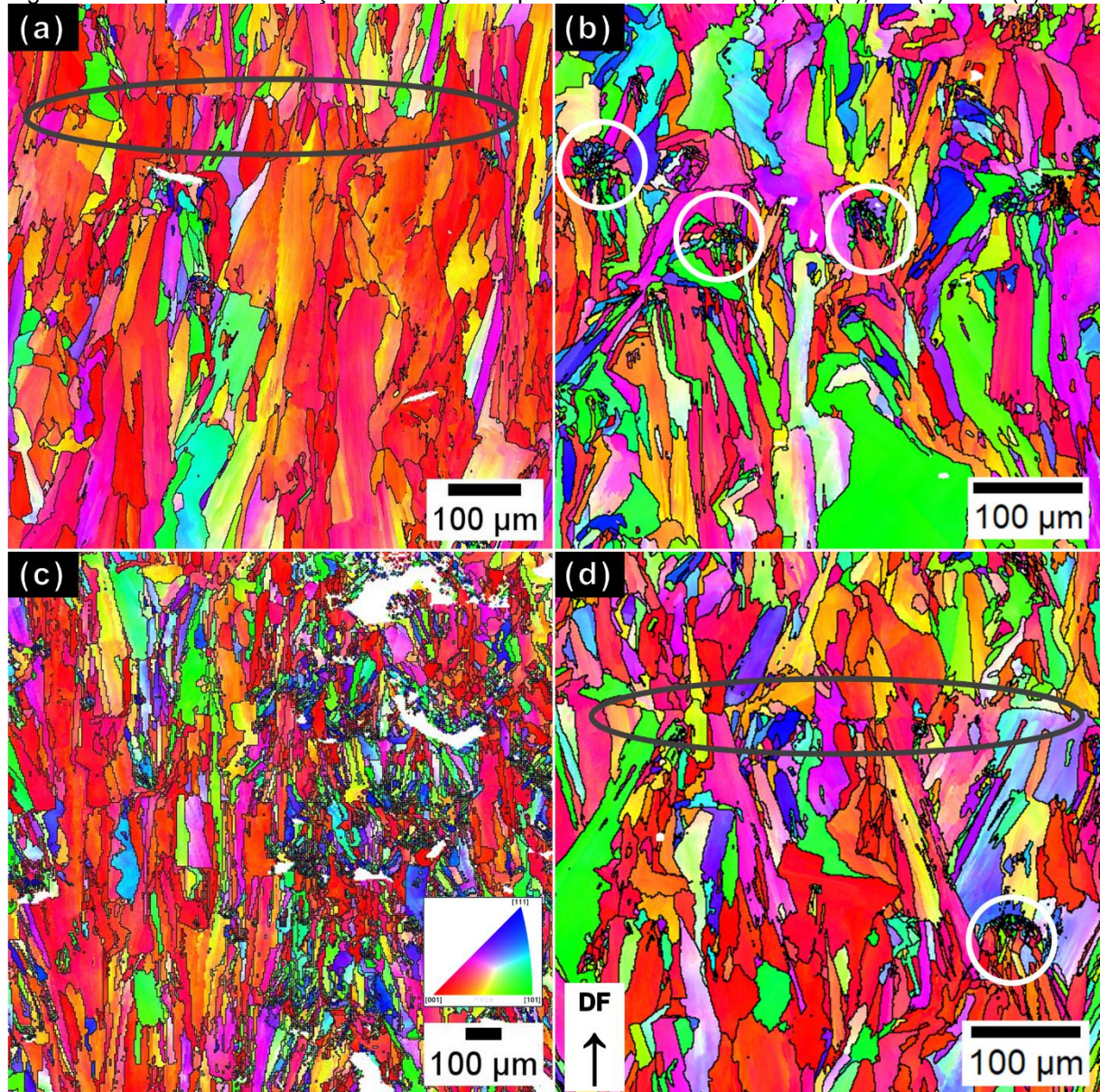
5.1.5 EBSD

Análises de EBSD foram realizadas para que uma maior compreensão acerca das características microestruturais desenvolvidas pelo material quando fabricado por PBF-LB/M fosse obtida.

A seleção das amostras se deu segundo os mesmos critérios das que tiveram as poças de fusão analisadas, e dessa forma, foram realizadas nas que foram impressas com maior e menor DEV (#01 e #40), em uma com elevado índice de porosidade (#10), e em uma a qual obteve-se uma densificação satisfatória em sua impressão (#24). Ainda, uma análise da porosidade *lack of fusion* foi realizada na amostra #36.

Mapas de orientações foram obtidos para as amostras #01, #40, #10 e #24 utilizando respectivamente um *step size* de 1,1 μ m, 1 μ m, 4,5 μ m e 1,05 μ m e estão apresentados na Figura 46 em (a), (b), (c) e (d).

Figura 46 - Mapas de orientação cristalográfica para as amostras #01(a), #40(b), #10(c) e #24(d).



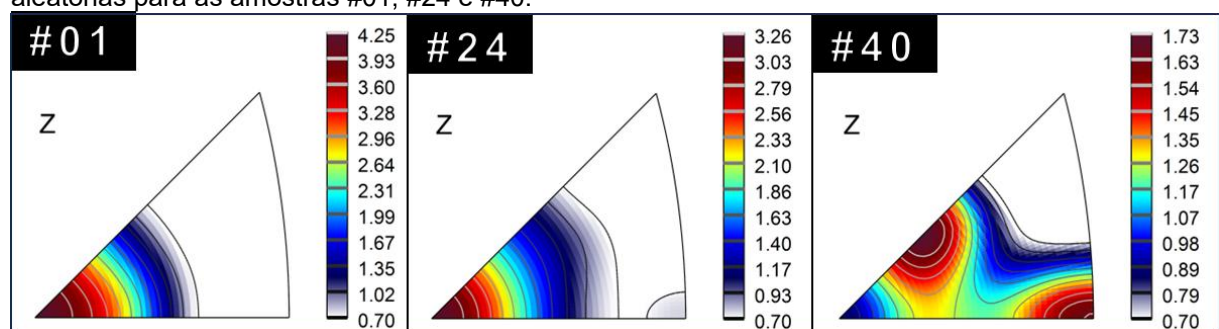
Fonte: o autor.

A fabricação por PBF-LB/M dá origem a grãos majoritariamente colunares com sentido de crescimento paralelo ao da extração de calor, sendo que esse rege a direção de crescimento a partir da poça de fusão. O desenvolvimento de textura na direção $\langle 100 \rangle$ é comumente observado para metais com estrutura cristalina cúbica¹⁴³, o qual é percebido na predominância de cor vermelha em mapas de orientação, assim como no da Figura 46(a) para a amostra #01 que, por ter sido impressa com a maior DEV, ficou submetida a tempos mais prolongados de incidência do laser, o que consequentemente reforçou o sentido de extração de calor do processo e uma textura mais pronunciada foi desenvolvida.

A rotação de 67° na estratégia de varredura do laser entre cada camada faz com que seja diminuída a evolução de uma textura mais pronunciada, uma vez que a frente de solidificação muda a cada camada. O efeito da mudança de direção de varredura do laser em cada camada da impressão por PBF-LB/M foi reportado por Ledwig *et al.*¹²⁸ como sendo um dos mais consideráveis na evolução de textura em metais, além da morfologia, tamanho e sobreposição das poças de fusão. Pakkanen *et al.*¹⁴⁴ também afirma que a mudança de rotação na estratégia de varredura afeta a microestrutura ao alterar a orientação e a interação entre as poças de fusão em cada camada. No caso da mudança de orientação de varredura em 67° , são necessárias a deposição de 360 camadas até que o vetor de varredura do laser assuma a mesma direção da primeira camada, enfraquecendo o desenvolvimento de uma textura pronunciada, de acordo com Leicht *et al.*¹⁴⁵.

No caso do presente trabalho, o desenvolvimento de textura pelo material é afetado não só pelo ângulo de varredura fixado em 67° , como também pela DEV envolvida na impressão de cada amostra, uma vez que, quanto maior seu valor, maior é o tempo que o laser interage com as poças de fusão, fazendo com que o crescimento dos grãos se desenvolva com uma orientação preferencial. Essa diminuição de textura é comprovada na projeção estereográfica da figura de polo inversa em função do múltiplo de distribuição aleatórias¹⁴⁶, disposto na Figura 47 para as amostras #01, #24 e #40. No caso da amostra #01, impressa com uma combinação de parâmetros em que os maiores de DEV foram empregados, o múltiplo de distribuições aleatórias de grãos com orientação $\langle 001 \rangle$ é o maior dentro dessa amostragem, o qual é diminuído conforme ocorre a redução da DEV na impressão das amostras, sendo nesse caso intermediário para a amostra #24 e mínimo para a amostra #40.

Figura 47 - Projeção estereográfica da Figura de Polo Inversa em função do múltiplo de distribuições aleatórias para as amostras #01, #24 e #40.



Fonte: o autor.

Outro fator que é afetado pela rotação de varredura do laser a cada camada é a inclinação dos grãos em relação a direção de incidência do laser. É possível observar no mapa de orientações da amostra #24 na Figura 48(d) que os grãos se apresentam inclinados em relação a direção de fabricação, e ao comparar com o mapa de orientações da amostra #01 na Figura 46(a), nesse a orientação dos grãos é majoritariamente paralela àquela da direção de fabricação¹⁴³.

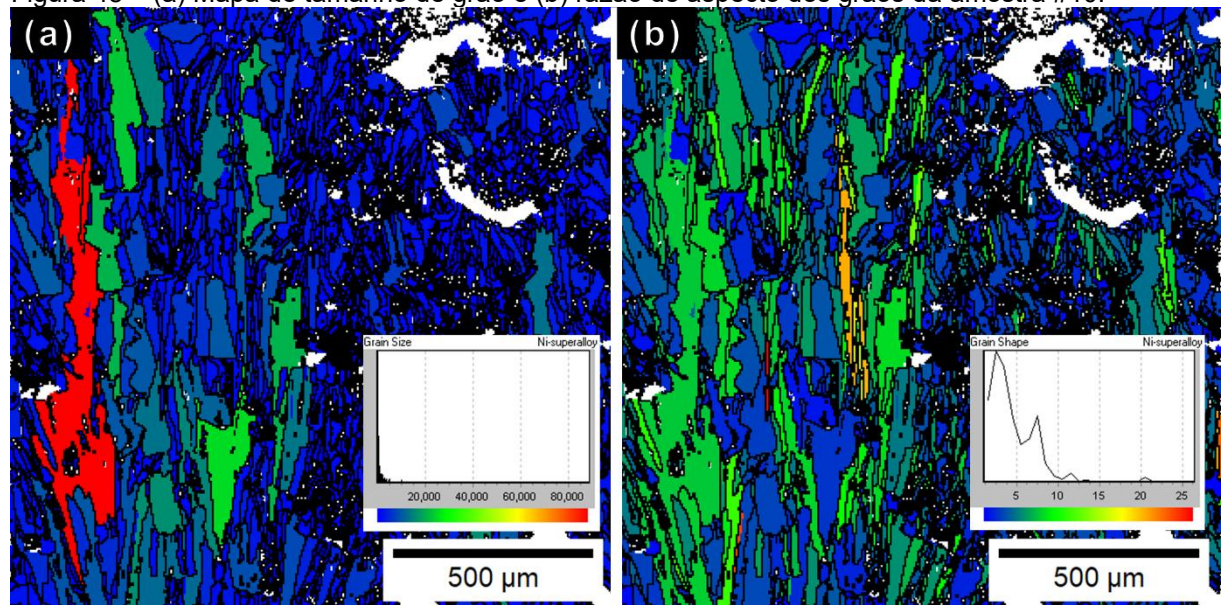
Nas regiões marcadas pela elipse cinza na Figura 46 (a) e (c), é possível perceber que os contornos dos grãos praticamente alinham-se horizontalmente, demarcando que a direção de extração de calor pelo laser mudou significativamente. Esse efeito acaba afetando a direção de crescimento dos grãos na camada adjacente, o que é mais perceptível na amostra #24. Uma sugestão que pode ser feita para a amostra #40 é que a mudança do sentido de extração de calor tenha ocorrido onde demarcado pelos círculos brancos na Figura 46(b), uma vez que os grãos refinados estão praticamente alinhados e os que se encontram adjacentes a eles têm sua direção de crescimento afetada. Outra explicação plausível sobre a origem dos grãos refinados com orientação cristalográfica randomizada marcados pelos círculos brancos na Figura 46(b) e (d) das amostras #24 e #40 respectivamente é que, durante o crescimento epitaxial dos grãos colunares a partir da camada solidificada anteriormente, a temperatura de fusão próximo a interface sólido/líquido diminui devido ao superresfriamento constitucional originado pela segregação de soluto à frente de solidificação, e quando esse atinge um valor crítico necessário para nucleação de grãos, dá origem a grãos equiaxiais. Esse processo, embora raro, é passível de acontecer nos que envolvem soldagem, como é o caso do processo de PBF-LB/M^{46,47}. O mesmo fenômeno de refinamento de grãos foi observado por Marchese *et al.*¹⁴⁷ em seu estudo sobre a influência dos parâmetros na impressão de um IN939 por PBF-LB/M. Para o presente trabalho, sugere-se que quanto menor a DEV, mais favorável é a nucleação e crescimento de grãos equiaxiais refinados.

No mapa de orientações da amostra #10 apresentado na Figura 46(c), é possível observar que em regiões em que houve uma fusão sequencial entre cada camada, a tendência é que seja gerado um certo tipo de textura na direção $\langle 100 \rangle$, com grãos alongados e colunares paralelos a direção de fabricação, como discutido anteriormente. Já as regiões que apresentam porosidade do tipo *lack of fusion*, os grãos apresentam aspecto mais refinado e equiaxial.

No trabalho de Laleh *et al.*¹⁴⁸, o mesmo aspecto de refinamento de grão nas regiões adjacentes ao defeito de *lack of fusion* causada por *spatter* em um aço 316L foi observado utilizando técnica de EBSD. O mecanismo causador da porosidade na amostra #10 foi caracterizado anteriormente por MO como tendo sido por partículas que sofreram *spatter*. Durante a solidificação, a região em que ocorre o *lack of fusion* suprime o crescimento dendrítico epitaxial que ocorre camada a camada, onde, em não havendo o processo de refusão da camada anterior, a estrutura apresentada pelos grãos adquire um aspecto mais refinado ao invés do aspecto colunar. Portanto, para a região que ocorre o *lack of fusion*, o gradiente térmico é reduzido pois não há calor localizado suficiente para fundir uniformemente o leito de pó, dando origem a grãos refinados e equiaxiais¹⁴⁸.

Mapas de tamanho de grão e razão de aspecto foram gerados para a amostra #10, a fim de analisar outras características pertinentes aos grãos colunares resultantes da fusão sequencial de camadas e dos grãos refinados devido ao *lack of fusion* no processo de PBF-LB/M. Esses mapas foram gerados especificamente para essa amostra devido ao tamanho da área analisada (vide escala), além de abrangem essas duas regiões distintas que podem ser obtidas na fabricação. Os mapas de tamanho de grão e de razão de aspecto para a amostra #10 estão apresentados na Figura 48 em (a) e (b) respectivamente.

Figura 48 – (a) Mapa de tamanho de grão e (b) razão de aspecto dos grãos da amostra #10.



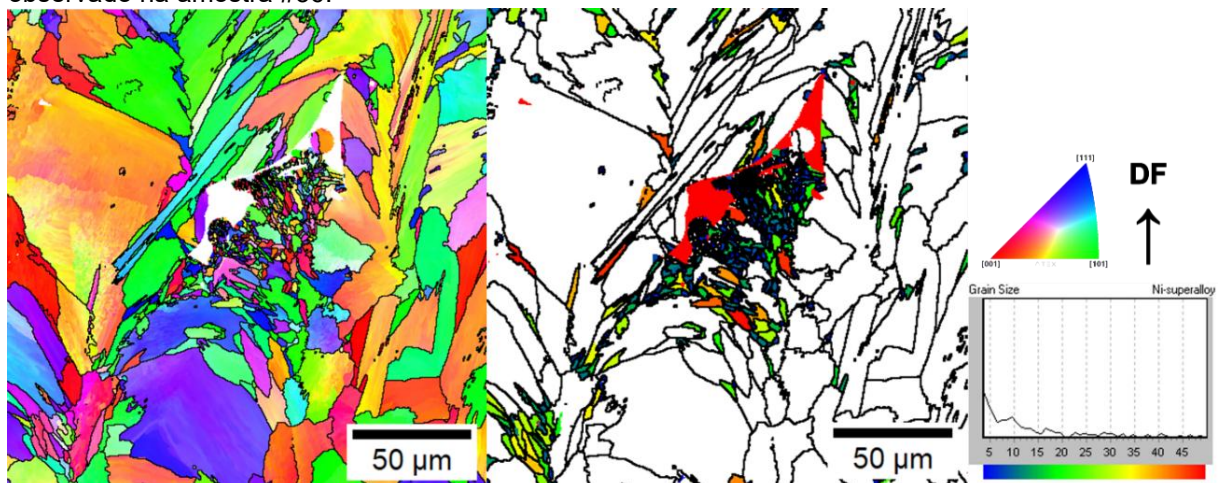
Fonte: o autor.

É possível observar no mapa de tamanho de grão da amostra #10 disposto na Figura 48(a) que o processo foi capaz de induzir a formação de grãos com tamanho de até 338 micrômetros ($>90000 \mu\text{m}^2$) quando a fusão camada a camada ocorre de maneira satisfatória. Gamon *et al.*¹⁴⁹ estudaram a microestrutura do IN625 fabricado por diferentes processos de MA, e observaram que o processo de PBF-LB/M induz a formação de grãos colunares paralelos à direção de fabricação com 331 μm de altura. Ledwig *et al.*¹²⁸ também reportou a presença de grãos com tamanho de aproximadamente 330 μm .

A razão de aspecto dos grãos da amostra #10 é analisada na Figura 48(b). Pode-se afirmar que essa propriedade dos grãos é elevada justamente pela característica dos grãos crescem adquirindo aspecto colunar, em que uma de suas dimensões é relativamente superior a outra, sendo essa, para o processo de PBF-LB/M, a altura dos grãos. No trabalho de Nguejio *et al.*¹⁵⁰, é comparado a morfologia dos grãos de um IN625 fabricado por forjamento e pelo processo de MA por DED, e o valor assumido como referência para grãos de morfologia equiaxial é tido como menor que 5. Foi verificado que há uma formação majoritária de grãos com razão de aspecto maior que 5 para o processo de DED, o que corrobora com o relatado no presente trabalho, em que o processo de PBF-LB/M induz a formação de grãos com elevada razão de aspecto quando a fusão camada a camada ocorre de maneira satisfatória.

Em uma região da amostra #36 que o defeito de *lack of fusion* teve ocorrência foi realizada uma análise de EBSD utilizando um *step size* de 0,4 μm , em que foram gerados mapas de orientações e de tamanho de grão, apresentados na Figura 49.

Figura 49 – Mapa de orientações e de tamanho de grão referentes a um defeito de *lack of fusion* observado na amostra #36.

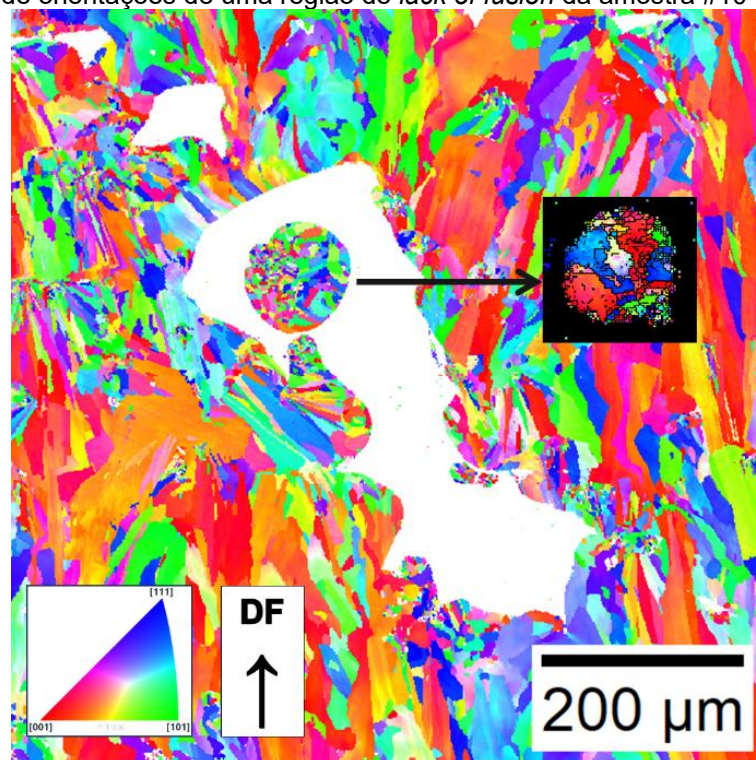


Fonte: o autor.

É possível observar no mapa de tamanho de grão da Figura 49 que os grãos refinados da região de *lack of fusion* possuem tamanho máximo de $50 \mu\text{m}^2$, o que é muito menor em relação aos grãos que sofrem processo de fusão contínua camada a camada ($90000 \mu\text{m}^2$). Poulin *et al.*⁶⁴ relataram que os grãos refinados gerados com o defeito de *lack of fusion* possuem tamanho submicrométrico, evidenciando que a presença de *lack of fusion* induz a nucleação e crescimento de grãos equiaxiais.

Na Figura 50 está apresentado um mapa de orientações de uma região em que houve o fenômeno de *lack of fusion* na amostra #10. O *step size* utilizado foi de $1,2 \mu\text{m}$.

Figura 50 – Mapa de orientações de uma região de *lack of fusion* da amostra #10



Fonte: o autor.

Um aspecto que pode ser associado com a região de *lack of fusion* observada na Figura 50 é de que os grãos refinados se assemelham com a estrutura do pó do material, como indicado pela seta. Nesse caso, se o defeito foi causado por uma partícula que sofreu *spatter*, então essa partícula, por não ter sofrido o processo de fusão, irá guardar semelhança com sua microestrutura original.

5.1.6 Microdureza Vickers

As amostras submetidas à análise de microdureza Vickers foram selecionadas com base nos mesmos critérios de DEV e porosidade adotados anteriormente, e, portanto, foram realizados nas amostras #01, #10, #24 e #40.

Os resultados da dureza média e desvio padrão estão apresentados no Quadro 10 juntamente com valores de DEV e porosidade média de cada amostra.

Quadro 10 – DEV, porosidade média, microdureza média e desvio padrão de amostras selecionadas.

Amostra	DEV J/mm³	Porosidade média %	Dureza Média 0,2HV	Desvio padrão σ
#01	90,4	0,11	286,9	16,5
#10	56,5	8,25	284,5	24,1
#24	60,3	0,08	264,8	10,3
#40	41,1	0,17	269,9	33,8

Fonte: o autor.

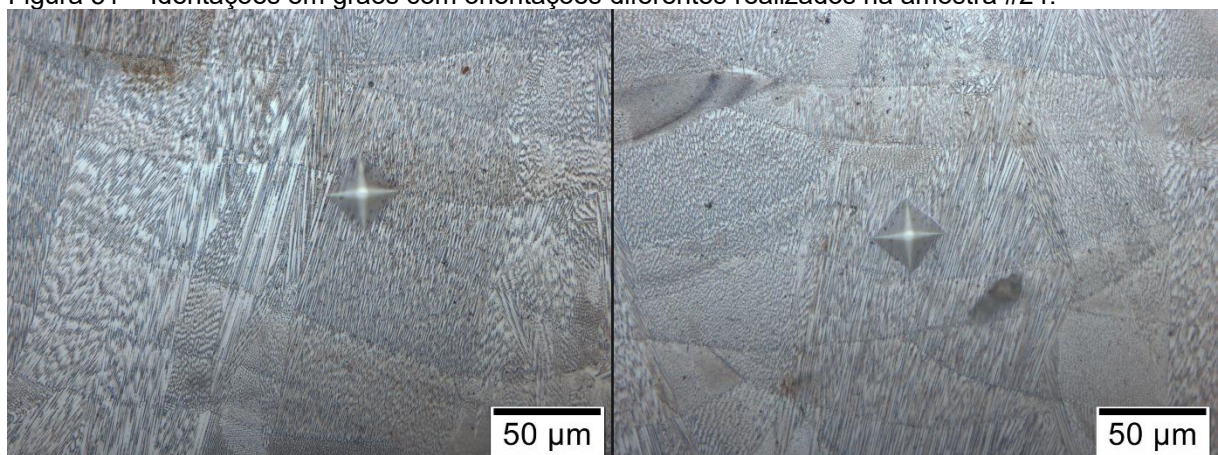
Uma análise é realizada em função da influência da DEV na medida de dureza. A amostra #01, que foi fabricada com a maior DEV, 90,4 J/mm³, apresentou a maior dureza média, 286,9 HV, e uma porosidade relativamente baixa, de 0,11%. Esse resultado sugere que o aumento na energia fornecida durante o processo de fabricação promove uma fusão mais completa do pó metálico, contribuindo para uma microestrutura mais densa e, portanto, com maior dureza. A amostra #40, que foi fabricada com a menor DEV, 41,1 J/mm³, apresentou dureza média inferior, de 269,9 HV, além de uma porosidade média mais elevada e, conseqüentemente, uma menor resistência mecânica. Além disso, o desvio padrão dessa amostra foi o mais elevado, 33,8 HV, sugerindo uma variabilidade significativa na dureza, provavelmente associada a uma microestrutura menos homogênea em que, havendo a fusão incompleta do material, ocorre conseqüentemente a formação de poros¹⁵¹. Durante a análise de microdureza dessa amostra, é possível que a presença de poros estivesse em regiões as quais não eram observadas no microscópio acoplado ao equipamento.

Outra análise é realizada em função da influência da porosidade na medida de dureza. A amostra com maior porosidade média, 8,25%, alcançou uma dureza média relativamente alta, de 284,5 HV, embora não a maior entre todas as amostras. Por outro lado, a amostra com a menor porosidade, de apenas 0,08%, apresentou a menor dureza, 264,8 HV. Isso pode indicar que, embora a redução na porosidade esteja geralmente associada a uma maior integridade estrutural, ela não determina isoladamente o valor da dureza média, sugerindo que essa propriedade também depende da forma como o material foi solidificado e da uniformidade na distribuição de fases. Ainda, a amostra #24 apresentou o menor desvio padrão, 10,3 HV, sugerindo que uma estrutura interna mais uniforme foi gerada durante a fabricação, o que contribui para medidas de dureza mais consistentes.

No geral, os valores de dureza medidos para todas as amostras são equivalentes e condizentes com o do material fabricado por PBF-LB/M reportados na literatura¹⁰⁶. Vale ressaltar que os valores de dureza utilizando esse método de fabricação são maiores que aqueles do material obtido por rotas convencionais, uma vez que os ciclos térmicos empregados de fusão e refusão a cada camada na MA resultam em um material com uma tensão térmica acumulada^{34,35}.

Gu *et al.*¹⁵² investigou como diferentes direções cristalográficas adotadas pelas dendritas durante a solidificação de uma poça de fusão, assim como sua morfologia (colunar dendritica ou equiaxial), afetam as medidas dos valores de Microdureza Vickers. Os valores de microdureza obtidos no presente trabalho também podem ter sido afetados pelas diferentes características adotadas na solidificação dos grãos por PBF-LB/M, onde pode ser observado na Figura 51 duas indentações realizadas em grãos com diferentes direções de crescimento cristalográfico na amostra #24.

Figura 51 – Indentações em grãos com orientações diferentes realizados na amostra #24.



Fonte: o autor.

A partir desse momento do trabalho, as análises foram realizadas para espécimes do material impressos em uma nova plataforma de fabricação, em que todos os parâmetros do processo foram mantidos fixos. Nesse caso, a velocidade e espaçamento de varredura foram respectivamente de 900 mm/s e 0,1mm, que correspondem aos utilizados na impressão da amostra #24. Essa escolha foi embasada majoritariamente no nível de porosidade de 0,08% reportado na análise dessa amostra, e na DEV de 60,27J/mm³ imposta pela seleção dos parâmetros, a qual é condizente com o valor mínimo reportado na literatura⁶²⁻⁶⁵ para uma densificação satisfatória na impressão do IN625 por PBF-LB/M.

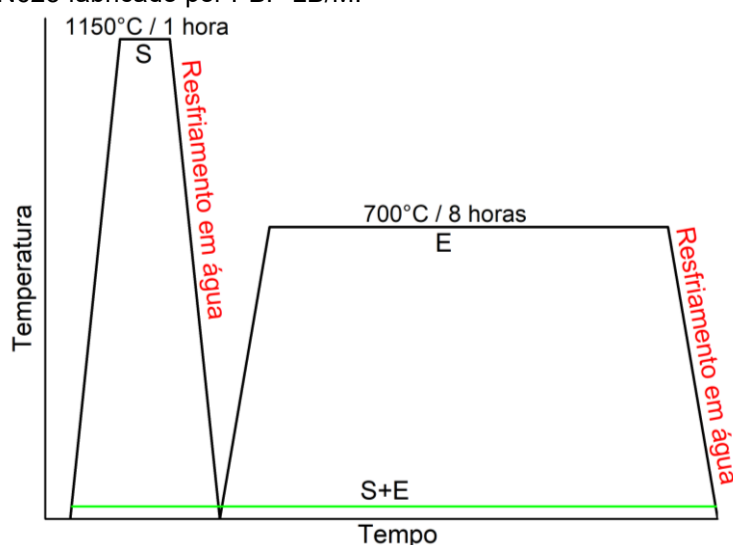
Esses parâmetros propiciaram o equilíbrio entre a energia imposta e a velocidade de fabricação do material. Uma maior taxa de fabricação está atrelada a maiores valores dos parâmetros de velocidade e espaçamento de varredura, o que pode ocasionar uma fabricação com presença de defeitos devido à redução na DEV do processo. No que diz respeito a aplicação dos processos de MA em ambientes industriais, a velocidade de fabricação é um fator determinante na impressão de componentes em larga escala ou que possuem dimensões relativamente consideráveis. Em todo caso, a otimização do processo de PBF-LB/M se dá com a minimização da energia imposta, o que eleva a taxa de fabricação do equipamento³⁵.

5.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Diferentes TT foram selecionados para analisar a evolução da microestrutura de um IN625 a partir de seu estado como fabricado (CF) por PBF-LB/M, que foram o de envelhecimento (E) a 700°C por 8 horas, de solubilização (S) a 1150 °C por 1 hora, e solubilização com posterior envelhecimento (S+E) onde foi empregado as mesmas condições de tempo e temperatura dos TT de envelhecimento e solubilização realizados individualmente após o resfriamento do material em cada um deles. Ainda, ressalta-se que o material foi inserido dentro do forno tubular após esse atingir a temperatura idealizada para cada TT.

A temperatura e tempo de cada um dos TT realizados no presente trabalho estão demonstrados na forma de gráfico na Figura 52.

Figura 52 – Representação dos tratamentos térmicos selecionados para avaliação da evolução microestrutural de IN625 fabricado por PBF-LB/M.



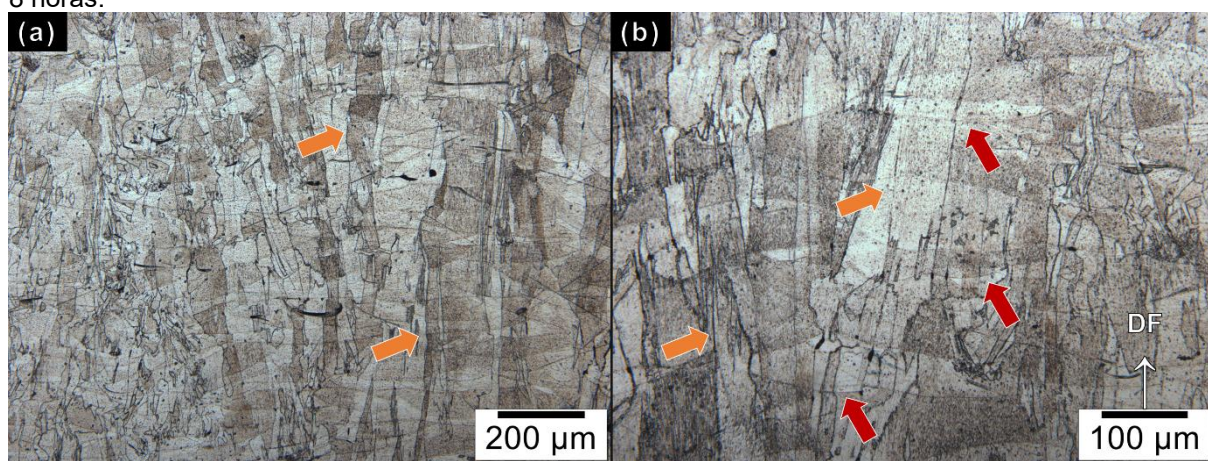
Fonte: o autor.

Apesar de outros TT serem aplicados ao material impresso por PBF-LB/M, o alívio de tensões, por exemplo, é realizado com os componentes ainda aderidos à plataforma de fabricação na intenção de minimizar os efeitos deletérios causados pelos gradientes térmicos do processo¹⁵³, o que não foi possível de ser realizado na ocasião do presente trabalho uma vez que as amostras foram recebidas já removidas, e ainda, na indisponibilidade de um equipamento de pressão isostática a quente, este não pode ser realizado.

5.2.1 Envelhecimento

Uma imagem de MO da seção transversal da amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M envelhecida a 700 °C por 8 horas está disposta na Figura 53.

Figura 53 – Imagens de MO de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e envelhecida a 700°C por 8 horas.

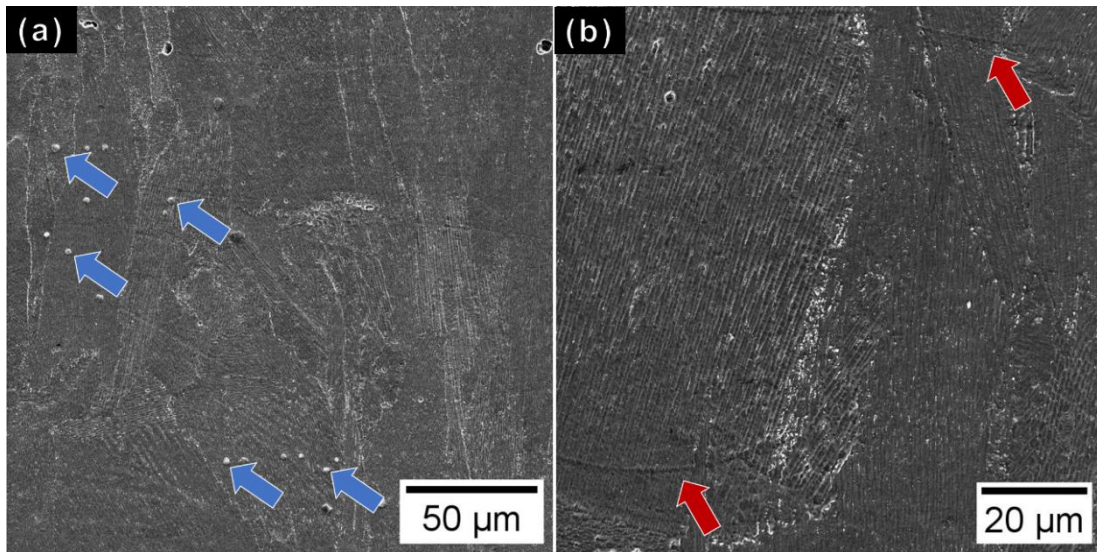


Fonte: o autor.

A partir das imagens de MO da Figura 53 referentes a amostra envelhecida, é possível observar que as características microestruturais compreendem grãos colunares com a presença de poças de fusão, indicadas respectivamente pelas setas laranjas e vermelhas. Essa microestrutura, que foi identificada no material em seu estado como fabricado, foi, portanto, mantida mesmo após a realização desse TT. Nesse caso, a temperatura empregada no envelhecimento do material não se apresentou suficientemente elevada a ponto de promover mudanças microestruturais significativas no que diz respeito a morfologia dos grãos e na solubilização das poças de fusão¹⁵⁴⁻¹⁵⁷.

Na Figura 54 estão apresentadas imagens de MEV para a amostra envelhecida a 700°C por 8 horas de IN625 fabricado por PBF-LB/M.

Figura 54 – Imagens de MEV de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e envelhecida a 700°C por 8 horas.

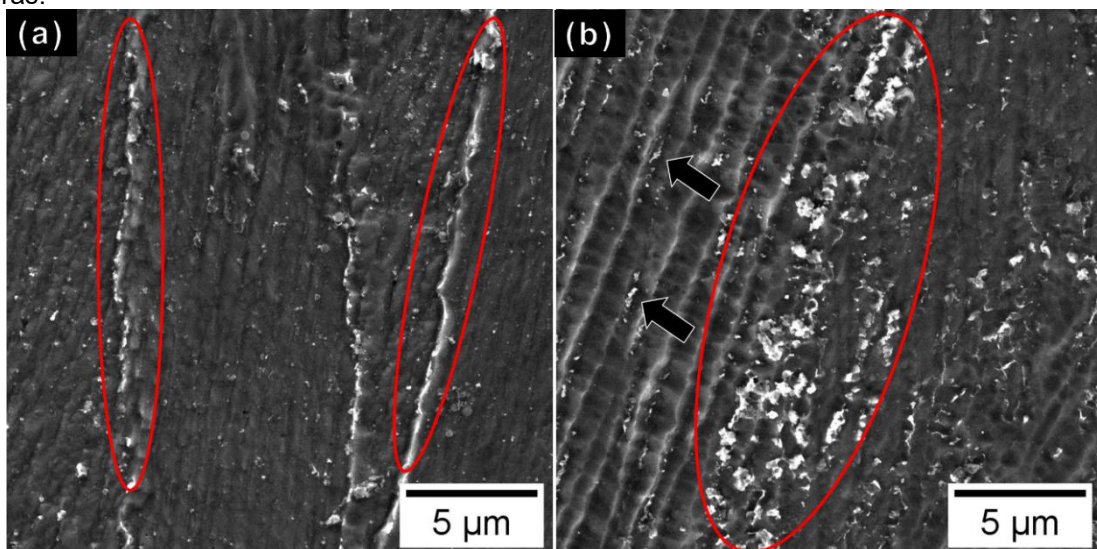


Fonte: o autor.

É possível observar nas imagens de MEV da Figura 54 referentes a amostra de IN625 envelhecida, que o TT promoveu a precipitação de fases secundárias no material. A presença de carbeto provavelmente do tipo MC, indicados pelas setas azuis, pode ser observada em regiões intergranulares. É possível afirmar que a estrutura de dendritas finas semelhante à do material na condição como fabricado por PBF-LB/M foi mantida. A presença de poças de fusão também pode ser observada onde indicado pelas setas vermelhas¹⁵⁴⁻¹⁵⁷.

Na Figura 55 estão apresentadas imagens de MEV com uma maior ampliação referentes a amostra de IN625 submetida ao TT de envelhecimento.

Figura 55 – Imagens de MEV de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e envelhecida a 700°C por 8 horas.



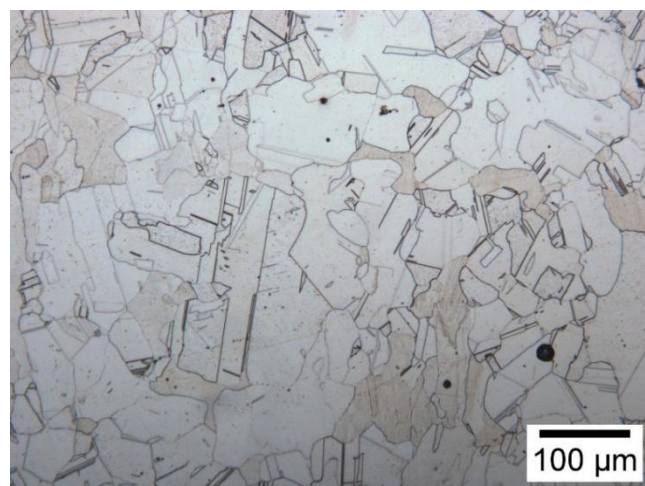
Fonte: o autor.

Nas imagens de MEV da Figura 55 referentes a amostra de IN625 envelhecida, é possível observar nas regiões de contornos de grão que houve um fenômeno de precipitação provavelmente de carbeto do tipo $M_{23}C_6$ onde indicado pelas elipses vermelhas. A precipitação desse tipo carbeto é mais provável que a de M_6C devido a temperatura utilizada nesse TT. Ainda, a microsegregação de elementos tais como nióbio e molibdênio proveniente da condição CF por PBF-LB/M pode originar carbeto do tipo MC e fase Laves nas regiões interdendríticas durante o TT de envelhecimento, e onde indicado pelas setas pretas, supõe-se a possibilidade de ser uma dessas duas fases, podendo também haver uma concentração dessas fases nas regiões demarcadas pelas elipses vermelhas. Não foi observado na análise a precipitação de fase δ mesmo em regiões próximas aos contornos de grão que são tidas como favoráveis à sua ocorrência, indicando que o tempo e temperatura empregados no TT e as condições do material não eram propícias para tal^{69,158-162}.

5.2.2 Solubilização

Na Figura 56 é apresentada uma imagem de MO da amostra de IN625 fabricado por PBF-LB/M solubilizada a 1150 °C por 1 hora.

Figura 56 – Imagem de MO de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora.

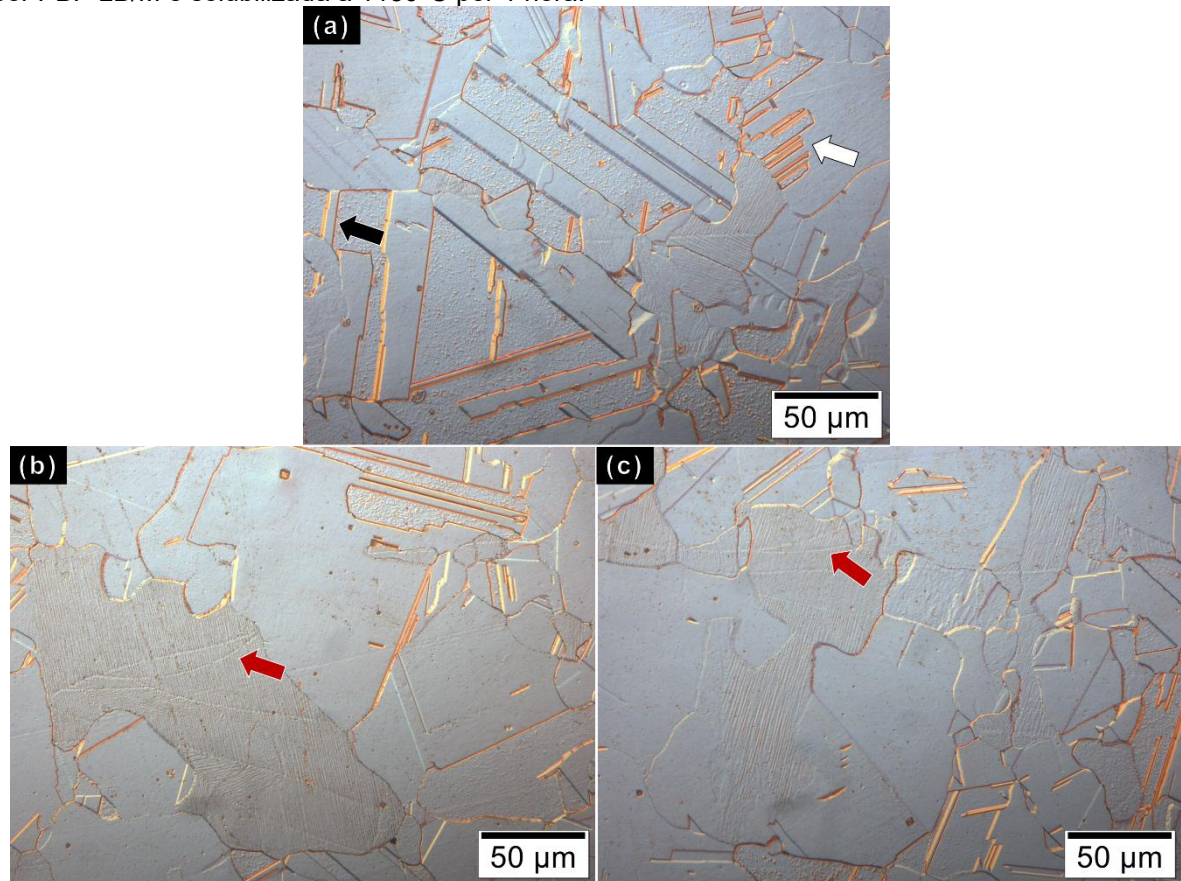


Fonte: o autor.

É possível observar na micrografia da amostra de IN625 solubilizada na Figura 56 que houve a ocorrência de recristalização dos grãos durante o TT, caracterizado por uma mudança morfológica desses, passando a apresentar formato equiaxial. Esse fenômeno é apreciado em metais impressos por PBF-LB/M devido aos defeitos induzidos pelas altas taxas de solidificação e resfriamento do processo¹⁵⁴.

Nas imagens de MO da Figura 57 estão dispostas micrografias obtidas com um maior aumento de lente na amostra submetida ao TT de solubilização.

Figura 57 – Imagens de MO de regiões parcialmente recrystalizadas em amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora.



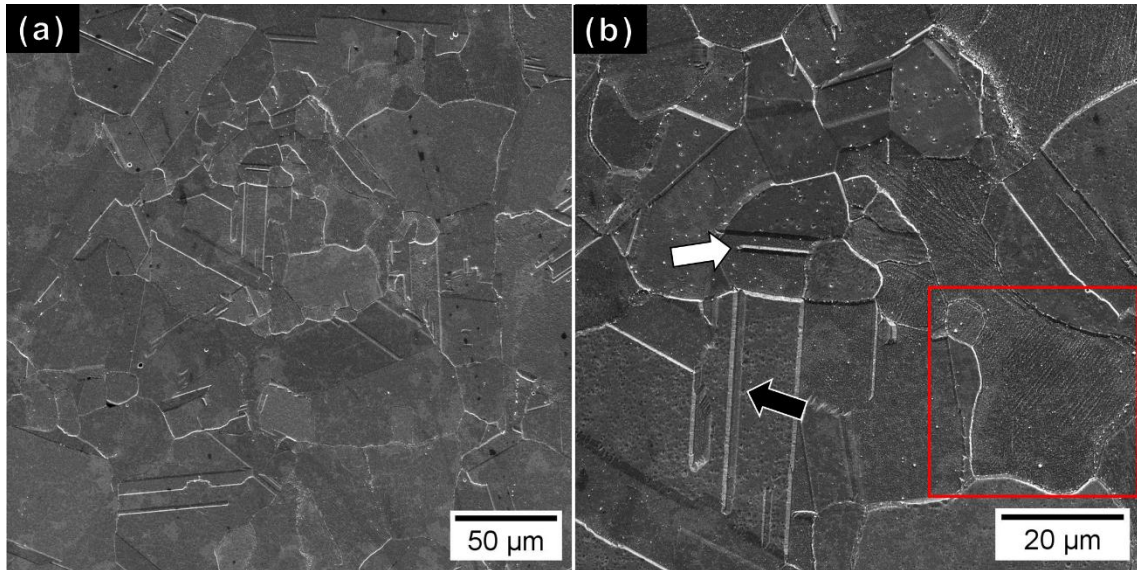
Fonte: o autor.

É possível observar maclas de recozimento provenientes do TT, sendo algumas com contornos incoerentes, conforme indicado pelas setas preta e branca respectivamente na Figura 57 (a). Essas estruturas são típicas em materiais metálicos com estrutura cristalina CFC quando submetidos a TT de solubilização⁷⁶.

É possível observar que algumas regiões do material não atingiram a temperatura e tempo necessários para a completa recrystalização do material, exibindo características do material CF mesmo após o TT de solubilização. Essas regiões são caracterizadas por dendritas finas, com uma direcionalidade específica de crescimento. Em alguns casos, é possível observar ainda que as poças de fusão dentro dessas regiões apresentaram-se de forma mais proeminente, conforme indicado pelas setas vermelhas na Figura 57 (b, c)^{155,156,157}.

Imagens de MEV da amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150 °C por 1 hora estão dispostas na Figura 58.

Figura 58 – Imagens de MEV de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora.

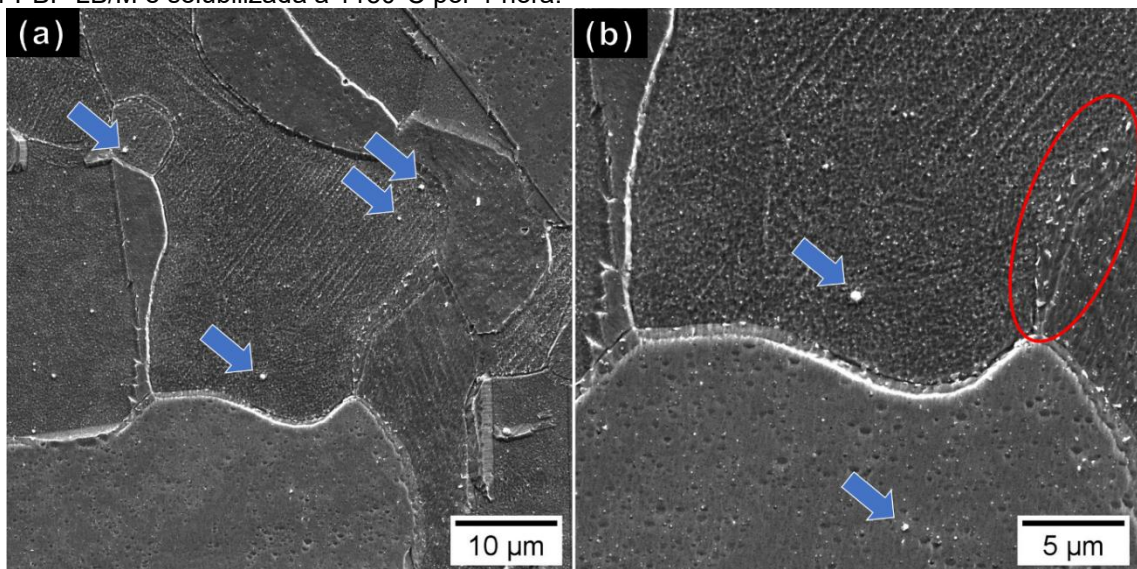


Fonte: o autor.

Nas imagens de MEV da Figura 58 referentes a amostra de IN625 fabricado por PBF-LB/M e solubilizado, é possível observar a característica de grãos com morfologia equiaxial e maclas de recozimento de contornos coerentes indicados pela seta preta e incoerentes pela seta branca⁷⁶.

Regiões que não sofreram recristalização estão demonstradas em imagens de MEV na Figura 59, referente a região demarcada pelo quadrado vermelho da Figura 60(b), e são caracterizadas por uma estrutura de dendritas finas, oriundas do processo de fabricação do material⁶⁹.

Figura 59 – Imagens de MEV de regiões parcialmente recristalizadas em amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora.



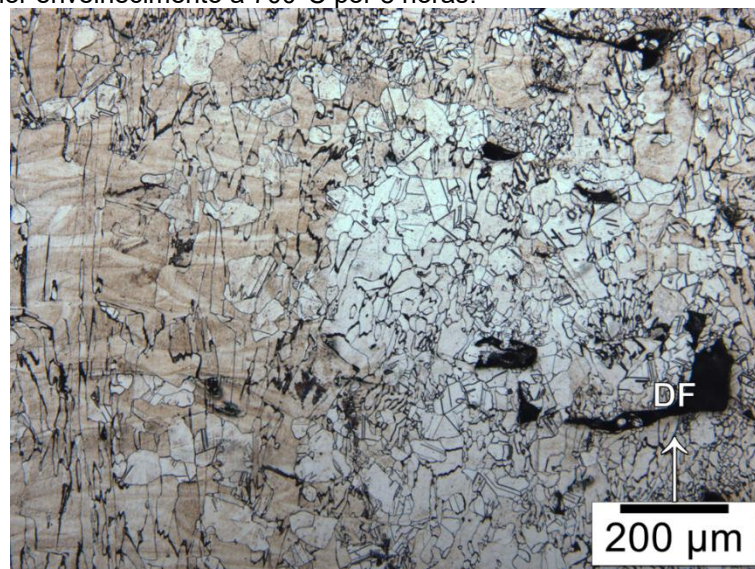
Fonte: o autor.

Na Figura 59, com relação aos contornos de grão, esses demonstraram um efeito mais atenuado de precipitação de carbeto provavelmente do tipo $M_{23}C_6$, indicado pela elipse vermelha, sendo menores em comparação ao observado para o material submetido ao TT de E. Ainda, a precipitação de carbeto provavelmente do tipo MC pode ser observada no interior dos grãos onde indicado pelas setas em azul, sendo essa mais perceptível em grãos que não sofreram recristalização¹⁵⁵. Nesse sentido, é provável que o tempo e temperatura definidos para o TT de S tenham sido suficientes apenas para promover a difusão de elementos formadores de carbeto em regiões não recristalizadas, indicando também que, por isso não ter ocorrido nesses grãos, a solubilização dessas fases pela matriz não surtiu efeito.

5.2.3 Solubilização com posterior envelhecimento

Uma micrografia obtida por MO da amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150 °C por 1 hora com posterior envelhecimento a 700 °C por 8 horas está disposta na Figura 60.

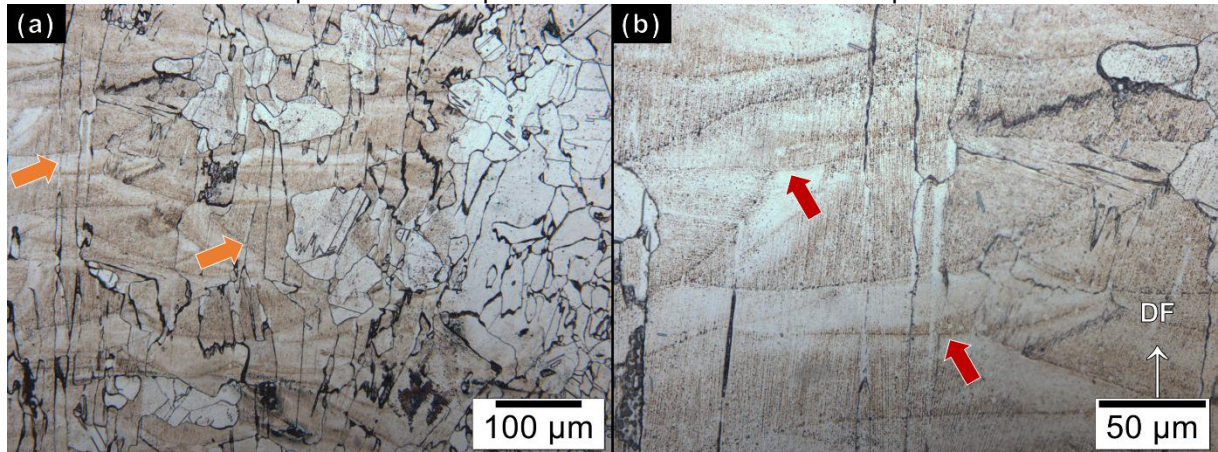
Figura 60 – Imagem de MO de amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora com posterior envelhecimento a 700°C por 8 horas.



Fonte: o autor.

É possível observar conforme apresentado na Figura 60 que a amostra S+E sofreu uma recristalização parcial, com regiões constituídas de grãos equiaxiais e maclas de recozimento após o TT⁷⁶ e de que não sofreram recristalização, onde observa-se grãos colunares alongados na direção de fabricação indicados pelas setas laranjas em (a) e de poças de fusão pelas setas vermelhas em (b) na Figura 61¹⁵⁵.

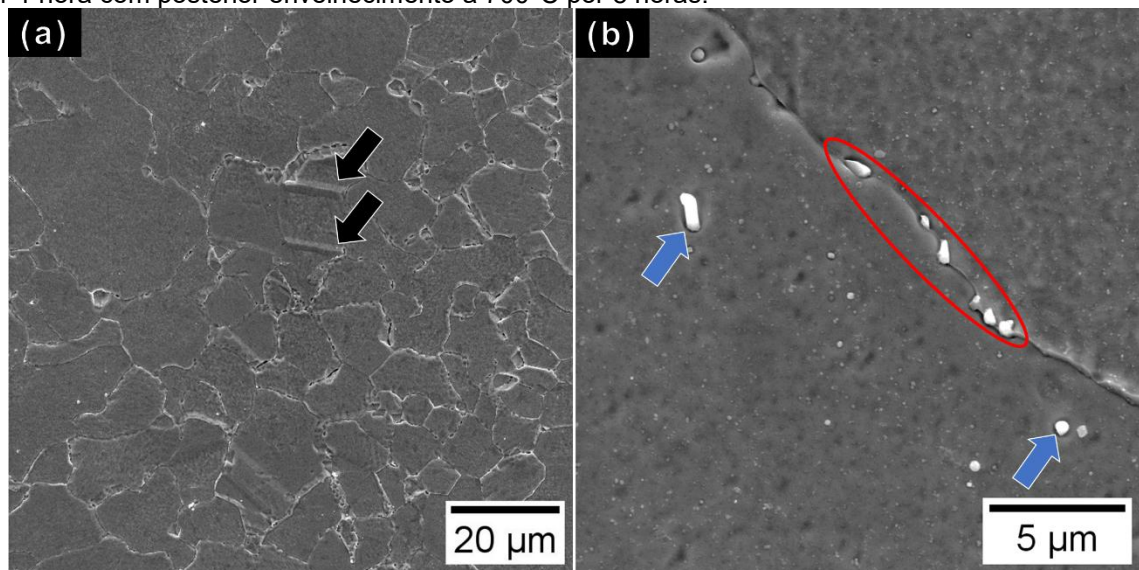
Figura 61 – Imagens de MO de região não recristalizada em amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora com posterior envelhecimento a 700°C por 8 horas.



Fonte: o autor.

Imagens de MEV da amostra solubilizada a 1150 °C por 1 hora e posteriormente envelhecida a 700 °C por 8 horas estão dispostas na Figura 62.

Figura 62 – Imagens de MEV da amostra de IN625 fabricada por PBF-LB/M e solubilizada a 1150°C por 1 hora com posterior envelhecimento a 700°C por 8 horas.



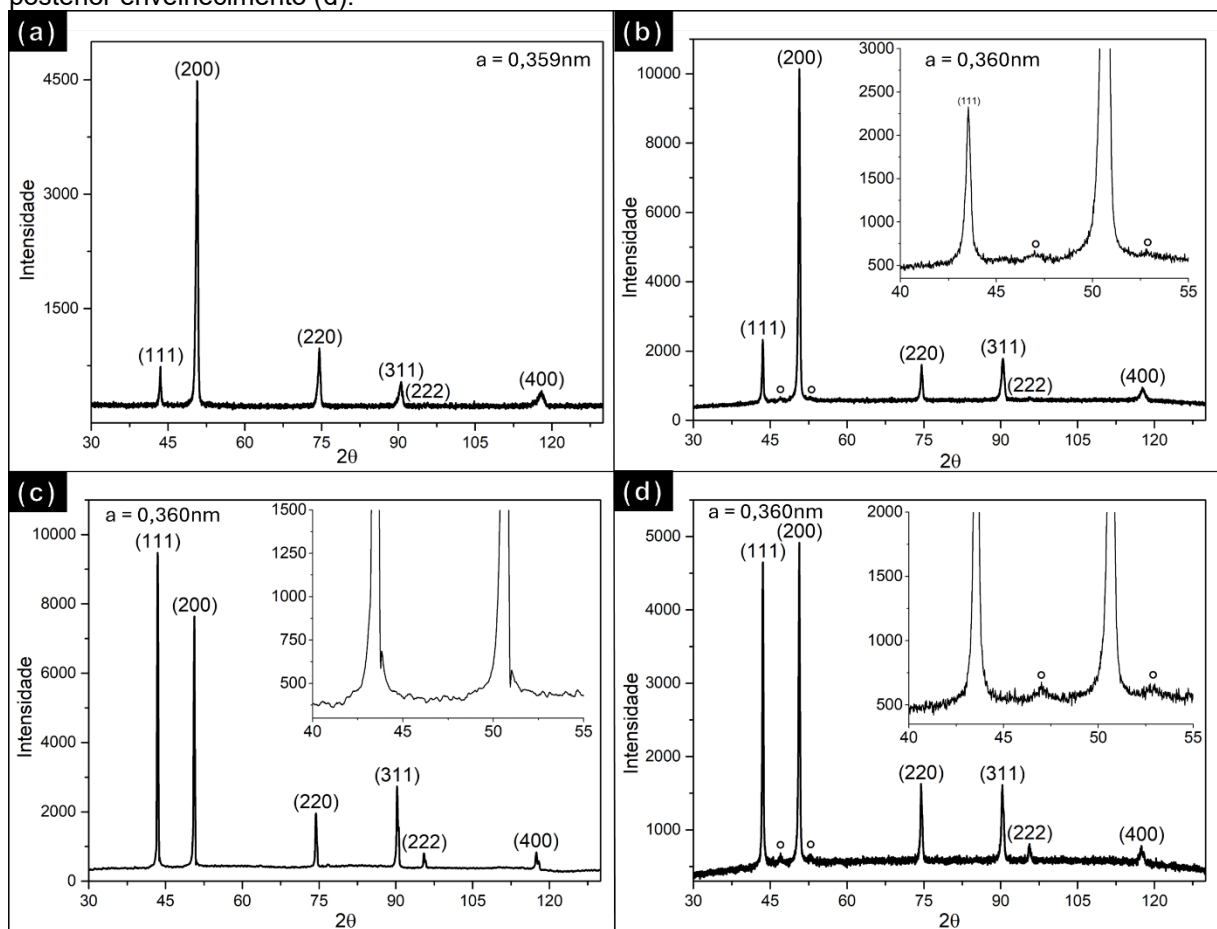
Fonte: o autor.

Nas imagens de MEV da amostra S+E da Figura 62, é possível observar a característica de grãos equiaxiais e a ocorrência de maclas indicado pelas setas pretas, resultantes do TT de solubilização. Em regiões de contornos de grão, observa-se a presença de partículas que remetem a de carbeto provavelmente do tipo $M_{23}C_6$, indicados pela elipse vermelha, e nas regiões internas do grão a de carbeto provavelmente do tipo MC, indicados pelas setas azuis. A precipitação dessas fases está atrelada ao TT de envelhecimento posterior a solubilização. Ainda, assim como no TT de E, não foi identificada a formação de fase δ no TT de S+E¹⁵⁸⁻¹⁶².

5.2.4 Difração de raios X

A caracterização das possíveis fases desenvolvidas durante os TT propostos no presente trabalho foi realizada por DRX, onde são apresentados na Figura 63 os perfis de difração e parâmetro de rede calculados da amostra de IN625 como fabricado por PBF-LB/M em (a), envelhecida a 700°C por 8 horas em (b), solubilizada a 1150°C por 1 hora em (c), e solubilizada com posterior envelhecimento em (d).

Figura 63 – Perfis de difração exibidos por amostras de IN625 no estado como fabricado por PBF-LB/M (a) e submetida aos tratamentos térmicos de envelhecimento (b), solubilização (c) e solubilização com posterior envelhecimento (d).



Fonte: o autor.

No perfil de difração da amostra submetida ao TT de E apresentado na Figura 63(b), nota-se o surgimento de picos de menor intensidade, destacados por círculos, próximos aos picos correspondentes aos planos (111) e (200), associados à formação de fases secundárias no material durante o TT, tais como carbeto. Quando comparado ao perfil de difração do material no estado CF na Figura 65(a), observa-se que a textura cristalográfica no plano (200), associada à morfologia colunar dos grãos, foi mantida^{69,156}.

A temperatura de 700 °C na realização do TT de E tem sido investigada como alternativa as temperaturas de 800°C e 870°C, que são empregadas para o IN625 fabricado convencionalmente a fim de aliviar tensões internas no material, normalmente por um período de uma hora⁷⁰. No entanto, devido aos efeitos de microsegregação promovidos na microestrutura do IN625 fabricado por PBF-LB/M, a cinética de reação de precipitação no estado sólido é alterada^{69,154,155}.

Zhang *et al.*⁶⁸ investigaram comparativamente os efeitos do TT a 700 °C e 800 °C em um IN625 fabricado por PBF-LB/M por meio de difração de raios X *in situ* com radiação síncrotron, complementada por MEV *ex situ* para análise das fases precipitadas. Os autores observaram que, a 700 °C, a precipitação da fase δ ocorre de forma consideravelmente mais lenta, exigindo aproximadamente 24 horas para se tornar detectável, enquanto a 800 °C a mesma fase precipita em apenas uma hora. Considerando que a fase δ compromete as propriedades mecânicas da liga por promover fragilização, os autores recomendam a aplicação do tratamento térmico a 700 °C em situações destinadas ao alívio de tensões. Essa abordagem é particularmente adequada para o IN625 produzido por MA, uma vez que o processo impõe múltiplos ciclos rápidos de aquecimento e resfriamento, favorecendo a formação de microestruturas metastáveis, onde tempos prolongados nessa temperatura podem ainda induzir a precipitação de fases endurecedoras, contribuindo para a melhoria das propriedades mecânicas do material.

Na Figura 63(c), observa-se o perfil de difração da amostra submetida ao TT de S. Comparativamente ao da amostra CF e E nas Figura 63(a, b), é possível observar que a característica de um pico (200) mais intenso que os demais foram totalmente extinguidos, apresentando uma equiparidade entre a intensidade dos picos (111) e (200). Essa característica é proveniente de uma microestrutura mais homogênea, composta por grãos equiaxiais formados em decorrência do fenômeno de recristalização. Além disso, não foram observados picos atribuíveis à presença de fases secundárias, como aqueles identificados na condição envelhecida (E)¹⁵⁷.

No perfil de difração da amostra submetida ao TT de S+E, apresentado na Figura 63(d), observa-se que as intensidades dos picos (111) e (200) são semelhantes às registradas na amostra apenas solubilizada, enquanto a presença de precipitados secundários, indicada pelos picos de menor intensidade, assemelha-se ao perfil de difração observado na amostra envelhecida^{160,161}.

Nota-se que em todas as situações em que o material foi submetido a algum dos TT, houve uma mudança no parâmetro de rede para um valor que se igualou a 0,360nm. Nesse caso, pode-se sugerir que houve um alívio das tensões internas que estão presentes no material em seu estado CF por PBF-LB/M^{68,69,156,157,160,161}.

5.2.5 Microdureza Vickers

A microdureza Vickers foi determinada para cada uma das amostras submetidas aos diferentes TT (E, S e S+E), com a média e o desvio padrão calculados a partir de 12 identificações por amostra. Os resultados foram comparados àqueles obtidos para a amostra #24 no estado CF, considerando que os mesmos parâmetros no equipamento de PBF-LB/M foram utilizados na impressão das amostras na segunda plataforma de fabricação, as quais foram submetidas aos TT. No Quadro 11 são apresentados os valores médios de microdureza e desvio padrão da liga IN625 fabricada por PBF-LB/M no estado CF e após os TT.

Quadro 11 – Microdureza média e desvio padrão de amostra de IN625 como fabricada por PBF-LB/M e submetida a diferentes tratamentos térmicos.

Condição do material	Dureza 0,2HV	Desvio padrão σ
CF	264,8	10,3
E	325	9,2
S	217	16,5
S+E	245	31

Fonte: o autor.

A elevada dureza observada no material no estado CF pode ser atribuída ao encruamento gerado pela rápida solidificação e pelas tensões residuais acumuladas durante o processo de PBF-LB/M. A microestrutura exibida pelo material nesse estado é caracterizada por dendritas finas e colunares típicas da solidificação rápida, e segregação química que, devido a isso, pode favorecer a formação de uma pequena fração de fases metaestáveis durante o processo, como as fases γ' e δ ^{34,157}.

O aumento de 60,2 HV na microdureza em relação ao estado CF evidencia o efeito do TT de envelhecimento na resistência da liga IN625, o qual pode ser atribuído à precipitação de partículas finas da fase γ' e de carbeto, que reforçam a matriz ao dificultar o deslocamento de discordâncias, e que foram confirmadas na análise das micrografias em MO e MEV, onde foi identificado somente a presença de carbeto. Além disso, o baixo desvio padrão obtido nas medições de microdureza sugere que o TT resultou em uma microestrutura homogênea^{154,155,156,160,163}.

A redução de 47,8 HV na microdureza da amostra S em comparação ao estado CF evidencia o efeito do TT na diminuição da resistência mecânica da liga IN625, a qual está relacionada a uma microestrutura mais homogênea devido a dissolução das fases endurecedoras, a redução das tensões residuais internas e a atenuação das segregações químicas, resultando em um material mais dúctil. O desvio padrão relativamente elevado (16,5 HV) indica a presença de heterogeneidades remanescentes na microestrutura, possivelmente associadas a regiões não recristalizadas ou à presença de porosidade subsuperficial^{147,150,159}.

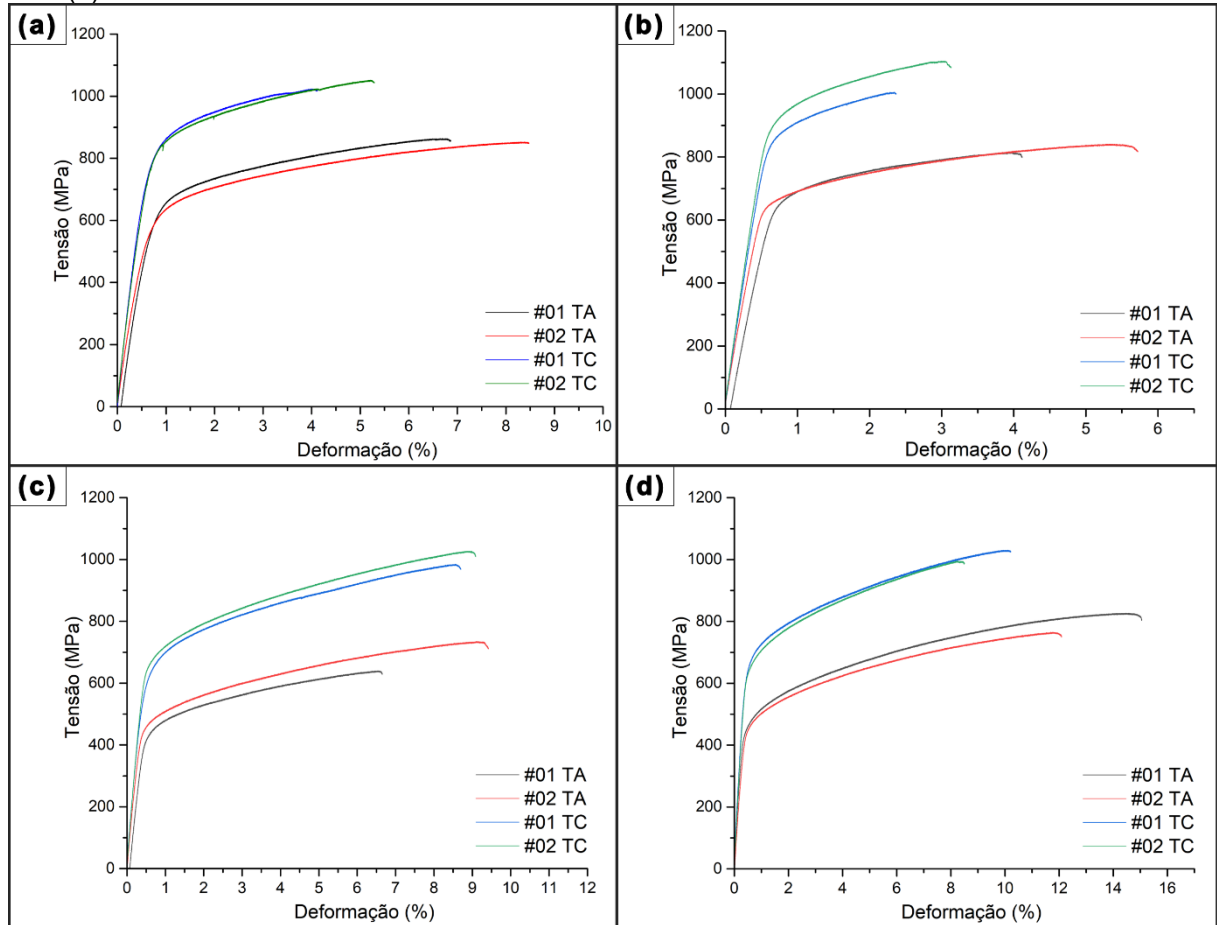
A condição S+E resultou em um valor de microdureza intermediário entre os estados CF e S, indicando a ocorrência de precipitação da fase γ'' , embora possivelmente com menor densidade do que no envelhecimento isolado. O elevado desvio padrão observado (31 HV) sugere uma microestrutura heterogênea, possivelmente decorrente de uma precipitação não uniforme das fases endurecedoras em regiões parcialmente recristalizadas ou ainda devido à presença de porosidade. Essa condição reflete a combinação dos efeitos da solubilização na redução de tensões internas, e do subsequente envelhecimento, que promove uma precipitação controlada das fases secundárias^{154,163}.

Marchese *et al.*¹⁵⁴ investigaram a variação da dureza da liga IN625 fabricada por PBF-LB/M submetida a TT semelhantes aos que foram empregados no presente trabalho. O envelhecimento a 700 °C por 24 horas foi o mais eficaz em aumentar a dureza devido à precipitação da fase γ'' , enquanto temperaturas de 800 °C e 900 °C favoreceram a formação de fases δ e Laves. A solubilização a 1150 °C por até 2 horas promoveu recristalização e homogeneização da matriz, reduzindo a dureza. Já o tratamento combinado S+E mostrou-se eficiente ao aumentar a dureza devido à precipitação de γ'' e carbeto intergranulares com uma cinética mais controlada devido a microestrutura homogeneizada, sem que fases deletérias fossem observadas.

5.3 ENSAIOS DE TRAÇÃO

Na Figura 64 estão apresentadas as curvas de Tensão de Engenharia x Deformação de Engenharia obtidas nas duas temperaturas em que foram ensaiados por tração o IN625 na condição CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E, e no Quadro 12 a média dos valores relacionados às propriedades mecânicas de limite de escoamento (LE), limite de resistência a tração (LRT) e alongamento total (%A).

Figura 64 – Curvas de Tensão de Engenharia X Deformação de Engenharia obtidas do ensaio de tração em TA e TC dos CPs de IN625 no estado CF por PBF-LB/M (a) e submetido aos TT de E (b), S (c) e S+E (d).



Fonte: o autor.

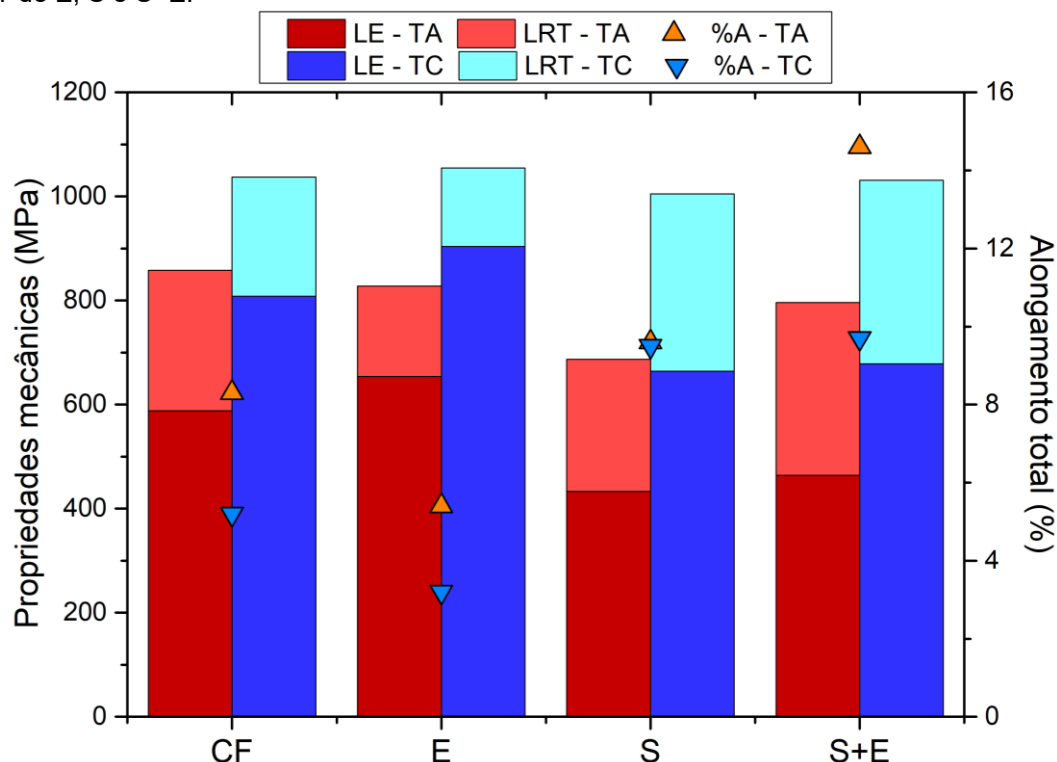
Quadro 12 - Limite de escoamento médio, limite de resistência a tração médio e alongamento total médio dos CPs de IN625 ensaiados por tração em TA e TC no estado CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S e S+E.

Temperatura do ensaio		25 °C			-196 °C		
Propriedade mecânica		LE	LRT	A	LE	LRT	A
Unidade de medida		MPa	MPa	%	MPa	MPa	%
Condição do material	CF	588	858	8,3	808	1037	5,2
	E	654	828	5,4	904	1055	3,2
	S	433	687	9,6	664	1005	9,5
	S+E	464	796	14,6	678	1013	9,7

Fonte: o autor.

Na Figura 65 está ilustrado graficamente os dados apresentados no Quadro 12 referente a média dos valores das propriedades mecânicas de LE, LRT e %A para o IN625 ensaiado por tração em TA e TC nas suas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E.

Figura 65 – Limite de escoamento médio, limite de resistência a tração médio e alongamento total médio dos CPs de IN625 ensaiados por tração em TA e TC no estado CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S e S+E.



Fonte: o autor.

As Figuras 64 e 65 evidenciam dois grupos distintos em que as condições do material podem ser agrupadas com relação as propriedades de LE e LRT apresentadas tanto em TA quanto em TC: o primeiro formado pelo material nas condições CF e E, e o segundo formado pelas condições S e S+E.

No estado CF do material, o encruamento decorrente das tensões térmicas residuais do processo de PBF-LB/M contribui para um valor superior das propriedades mecânicas de LE e LRT quando comparado com o material fabricado por rotas convencionais, conforme reportado na literatura³⁵. A condição E apresentou aumento no LE e leve redução do LRT em comparação à condição CF quando ensaiados em TA, e no ensaio em TC houve o aumento em ambas as propriedades. Esse comportamento está associado à precipitação de carbeto nos contornos de grão, que, por possuírem maior módulo elástico em relação ao da matriz do material, contribuem com o aumento nas propriedades mecânicas, ao mesmo tempo que reduzem sua ductilidade e favorecem a iniciação de trincas nessas regiões. Nesse caso, a ausência de carbeto é refletida no maior %A reportada na condição CF, apesar que quando ensaiado em TC equiparou-se a condição E ensaiada em TA^{154,155,163}.

Nas condições S e S+E, os valores de LE permaneceram próximos tanto nos ensaios em TA quanto em TC, sendo ligeiramente superiores para S+E provavelmente devido à presença de carbeto nos contornos de grão, que conferem maior rigidez ao material^{154,163}. Além disso, os valores de LRT da condição S+E, quando ensaiada em TA, aproximaram-se dos observados para o primeiro grupo. Esse comportamento pode ser atribuído ao maior %A que os CPs do material nessa condição apresentaram, permitindo que uma maior deformação antes da fratura atingisse o patamar dos valores de LRT comparáveis ao das condições CF e E.

A presença de carbeto nos contornos de grão na condição do material S+E mostrou-se menos deletéria no %A dos CPs quando comparado a condição E, sendo a precipitação desses afetada em razão da quantidade de carbono e silício presente na composição química do material²⁴. Isso indica que a precipitação de carbeto foi mais atenuada quando realizado o TT de envelhecimento diretamente a partir da condição CF devido a segregação de elementos na fabricação por PBF-LB/M, e o TT de solubilização realizado anteriormente a esse na condição do material S+E foi eficaz em promover uma homogeneização na microestrutura de tal forma que a cinética de precipitação dessas fases foi reduzida^{154,155}.

Ainda, a segregação de nióbio na fabricação por PBF-LB/M para regiões interdendríticas faz com que a cinética de precipitação de fase Laves e δ , as quais são influenciadas pela quantidade e distribuição desse elemento na microestrutura, também seja alterada, sendo ambas prejudiciais às propriedades mecânicas do IN625²⁴. É possível afirmar que a fase Laves no material em que o TT de envelhecimento foi realizado diretamente a partir da condição CF, caracterizado por MEV, resultou em uma maior fragilização em comparação a condição S+E¹⁶².

Em relação ao %A, os maiores valores foram atingidos pelo material em que o TT de solubilização foi realizado, tanto as condições S quanto S+E, o que se deve ao fato da microestrutura predominantemente recristalizada em ambos os casos^{154,156}. A condição do material submetida apenas ao TT de solubilização apresentou a menor diferença dos valores obtidos dessa propriedade entre as duas temperaturas de ensaio, sendo que em TC apresentaram valor similar ao que foi obtido pela condição do material S+E, que por sua vez apresentou o maior %A entre todas as amostras ensaiadas em TA, apesar de ter sido caracterizada por MEV a presença de carbeto nas regiões de contorno de grão para essa condição e sua presença na microestrutura estar associada a fragilização do material¹⁶⁴.

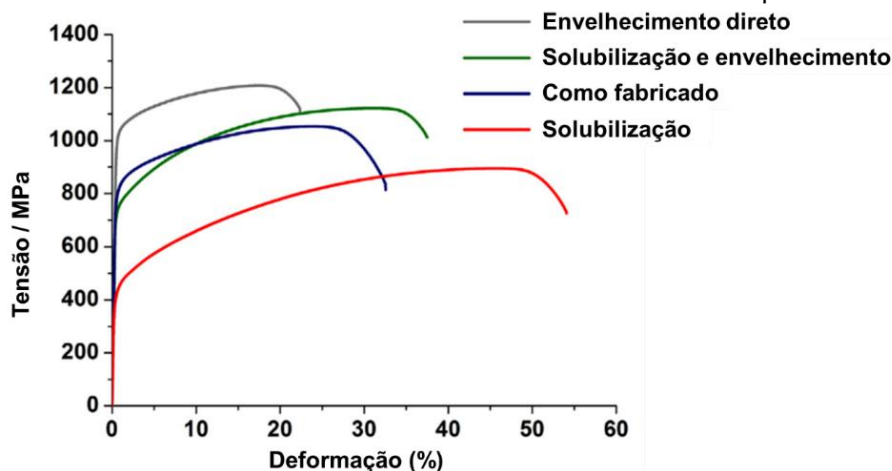
Kreitchberg *et al.*⁷¹ obtiveram valores de LE, LRT e A% para CPs de IN625 impressos horizontalmente de 670MPa, 890MPa e 28% respectivamente, e na realização de uma solubilização com recristalização dos grãos, os valores passaram a ser de 400MPa, 800MPa e 48%. Wong *et al.*¹⁶⁵ obtiveram respectivamente valores de LE, LRT e %A de 585MPa, 864MPa e 58,6% para o material no estado CF, em que, ao realizar um TT de solubilização, houve um decréscimo no LE e LRT e um acréscimo no %A. Apesar dos valores de %A apresentados pelos CPs no presente trabalho não ser coerente com o reportado no trabalho de ambos os autores^{71,165}, os valores das propriedades de LE e LRT são condizentes com o do material nas condições CF e S.

Ferraresi *et al.*¹⁶³ avaliaram as propriedades mecânicas de um IN625 fabricado por PBF-LB/M, obtendo respectivamente valores de LE, LRT e %A para a condição do material CF de 554MPa, 839MPa e 45,3%, para a condição envelhecida diretamente de 711MPa, 955MPa e 36,5%, para a condição solubilizada de 339MPa, 800MPa e 61,3%, e para a condição solubilizada com posterior envelhecimento de 578MPa, 866MPa e 47,2%. Os resultados obtidos pelos autores apresentaram a mesma tendência que os do presente trabalho, exceto pelo de %A.

Marchese *et al.*¹⁵⁴ obtiveram valores de LE e LRT de 783MPa e 1041MPa respectivamente para a amostra ensaiada no estado CF, de 1012MPa e 1222MPa na realização de um envelhecimento direto de 700 °C por 24 horas, de 396MPa e 883MPa na solubilização a 1150 °C por 2h valores, e de 722MPa e 1116MPa para a condição do material submetida a uma solubilização com posterior envelhecimento nas mesmas condições que as citadas para os TT isoladamente. Os valores referentes as propriedades mecânicas do material S+E aproximaram-se ao do estado CF, o qual refletiu-se também em um %A similar, sendo esses de 35% e 33% respectivamente para cada condição, enquanto a condição S apresentou os menores valores das propriedades mecânicas, porém o maior %A, sendo esse de 55%, e o menor valor dessa propriedade foi obtido para a condição E, sendo de 23%.

Os resultados obtidos por Marchese *et al.*¹⁵⁴ estão dispostos na Figura 66 na forma de um gráfico tensão x deformação, evidenciando que se distinguem três grupos com relação as propriedades mecânicas de um IN625 fabricado por PBF-LB/M e submetido a TT similares ao do presente trabalho, sendo um primeiro grupo pertencente ao do material na condição E, um segundo ao da condição S, e um terceiro que abrange o material nas condições CF e S+E.

Figura 66 – Resultados obtidos por Marchese *et al.*¹⁵⁴ em ensaio de tração de IN625 nos estados como-fabricado por PBF-LB/M e submetido a tratamentos térmicos similares ao do presente trabalho.



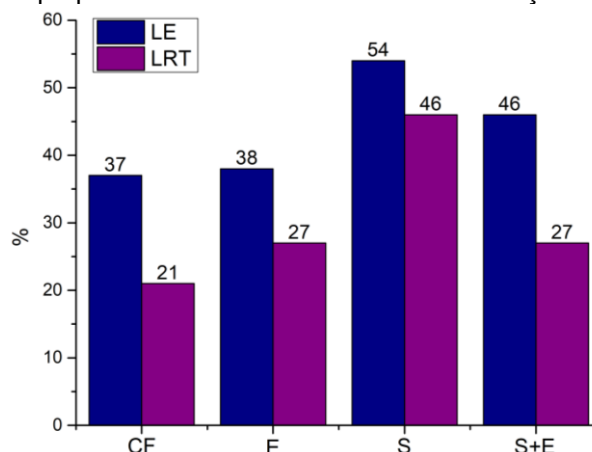
Fonte: (154)

No caso do presente trabalho, a realização do TT de envelhecimento teve mínimo efeito no aumento das propriedades mecânicas de LE e LRT do material quando comparado as condições E com CF e S+E com S. Ainda, esse TT prejudicou o %A do material em relação a CF, porém, no caso da condição S+E, em que o TT de solubilização foi realizado anteriormente, essa propriedade não foi afetada, apresentando respectivamente em TA e TC um alongamento de 14,6%, o maior entre todas as condições do material ensaiadas, e de 9,8%, equiparável ao do material em que apenas o TT de solubilização foi realizado.

Na caracterização por EDS e FRX do material na condição CF, a presença de titânio não foi identificada. Esse elemento é o principal responsável pela formação de precipitados γ'' na microestrutura do material. Dessa forma, o TT de envelhecimento não proporcionou um ganho tão significativo das propriedades mecânicas das amostras E e S+E comparado ao material CF e S respectivamente, provavelmente porque a ausência desse elemento na composição química do material CF impediu a precipitação dessa fase^{23,24}.

De maneira geral, todas as condições do material ensaiadas em TC apresentaram incremento nas propriedades LE e LRT em comparação às mesmas condições ensaiadas em TA. O incremento percentual nas propriedades mecânicas do IN625 nas condições CF, E, S e S+E ensaiadas em TC em relação àquelas ensaiadas em TA está demonstrado na Figura 67.

Figura 67 – Incremento das propriedades mecânicas no ensaio de tração em TC comparado a TA.



Fonte: o autor.

Em relação a propriedade de LRT, apesar das diferenças nos incrementos percentuais exibidos em TC em cada uma das condições do material, os valores absolutos ficaram equiparáveis entre todas as condições.

Destacam-se as condições E, que apresentou o maior valor de LRT, sendo esse de 1055 MPa com um aumento de 27% em relação ao valor obtido no ensaio em TA, e a condição S, que apesar do menor valor apresentado, de 1005 MPa, teve o maior incremento percentual entre todas as condições do material, sendo esse de 46%, que também foi o maior para o LE, de 54%. A condição S+E, quando comparada a S, apresentou um aumento menos expressivo no LRT, uma vez que seus valores em TA foram próximos aos observados para CF e E, igualando-se a esse último citado ao apresentar um aumento de 27% dessa propriedade. O incremento de 46% no LE foi equiparável ao da condição S, sendo que valores similares dessa propriedade foram observados em ambas. A condição CF exibiu incremento similar à condição E de ambas as propriedades, sendo que o aumento do LRT da condição E foi 6% superior ao da CF, cujo incremento foi de 21%, o menor entre todas as condições.

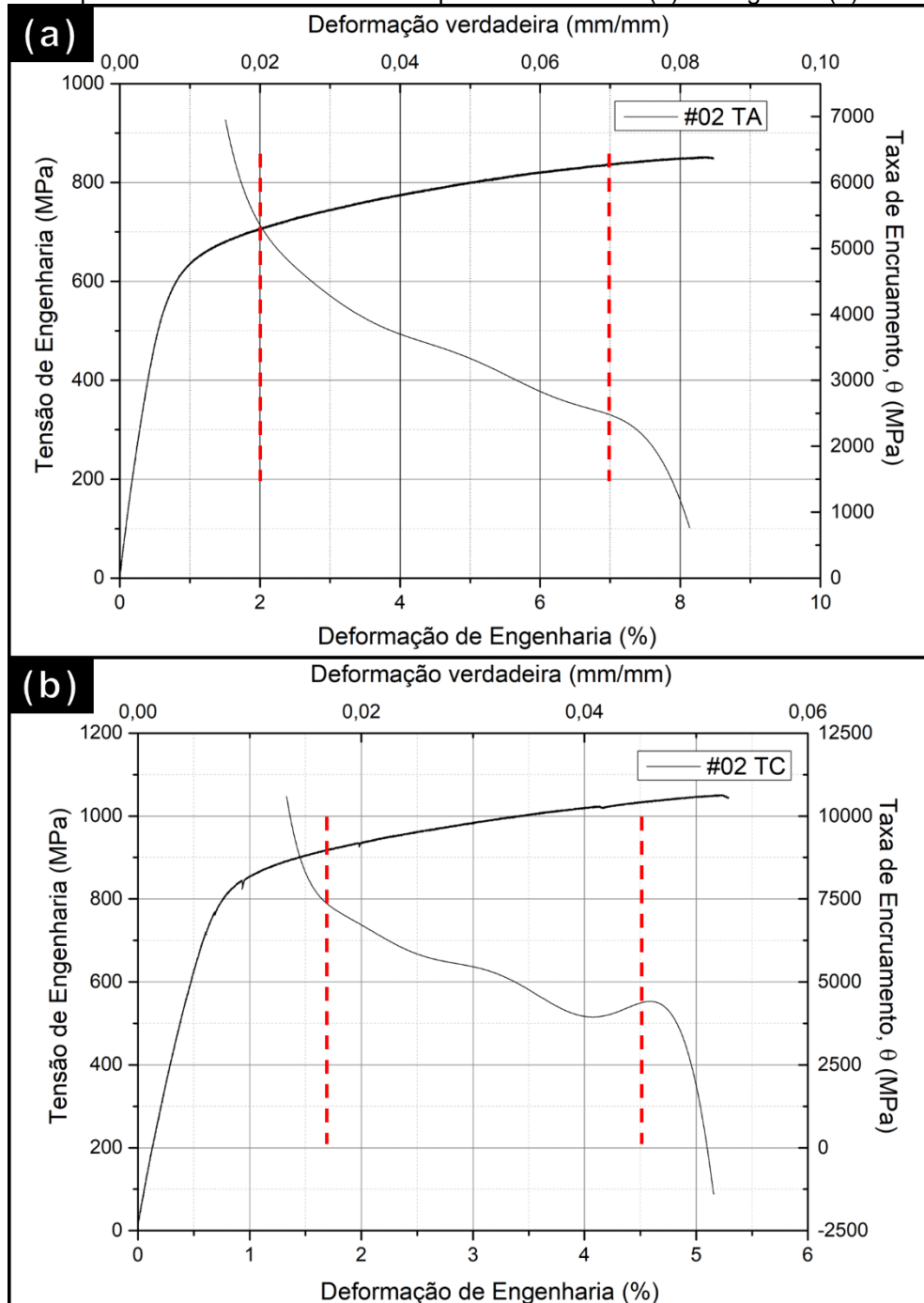
Em todo caso, o incremento nas propriedades mecânicas de LE e LRT do IN625 em sua condição CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E quando ensaiado em TC está associado com a diminuição da mobilidade das discordâncias e no aumento da TCC para o início da deformação plástica do material²¹.

Ressalta-se que nenhuma das condições do material apresentou aumento no %A quando ensaiadas em TC, opondo-se ao resultado reportado por outros autores¹⁰⁰⁻¹⁰². Nesse sentido, as superfícies de fratura dos CPs ensaiados serão analisadas na seção a seguir para obter-se tanto a compreensão dessa causa como da variação observada no %A das duplicatas de cada condição do material.

5.4 Análise das curvas de encruamento

As curvas de encruamento sobrepostas à de tensão x deformação do material CF #02 TA/TC estão dispostas respectivamente nas Figuras 68(a) e (b). Ressalta-se que as curvas são representativas dos mesmos CPs em que foram realizadas as análises de EBSD, possibilitando a correlação entre os regimes de encruamento e a microestrutura do material deformado.

Figura 68 - Análise da curva da taxa de encruamento e de tensão X deformação do IN625 no estado como fabricado por PBF-LB/M ensaiado em temperatura ambiente (a) e criogênica (b).



Fonte: o autor.

As curvas da taxa de encruamento do IN625 CF por PBF-LB/M e ensaiado em TA e TC apresentaram um comportamento dividido em três regimes^{166,167,168}.

No primeiro regime, o material é sujeito ao início da deformação plástica. O encruamento ocorre de maneira rápida a uma taxa decrescente, e perdura apenas para baixos valores de deformação. No caso de metais policristalinos, que não exibem os estágios I e II de encruamento dos monocristais, a transição elasto-plástica nas curvas de encruamento é marcada pela saturação das discordâncias, provavelmente assumindo uma distribuição planar no IN625, e a interação entre elas dá origem a formação de barreiras de Lomer-Cottrell, uma vez que múltiplos sistemas de deslizamento passam a ser ativos desde o início da deformação do material^{166,167,168}.

A transição para o segundo regime é caracterizada por uma inflexão na curva de encruamento, e os valores passam a ser constantes e decrescentes, uma vez que a mobilidade das discordâncias, que outrora era restringida devido a interação entre elas, é restaurada. Isso ocorre através de escorregamento com desvio em metais com estrutura cristalina CFC. Esse regime coincide com estágio III de encruamento de monocristais^{166,167,168}.

No terceiro regime, o material aproximasse da fratura, com uma nova inflexão na curva de encruamento em que os valores decrescem até o limite final^{166,167,168}.

As características de cada um dos regimes observados nas curvas de encruamento do material na condição CF por PBF-LB/M ensaiado em TA em TC respectivamente nas Figuras 68(a, b) são comparadas.

No material ensaiado em TA, o primeiro regime perdura até 2% de deformação e é aproximadamente quando as curvas da Taxa de Encruamento e da Tensão de Engenharia se transpõem, marcando o início do empescoçamento do CP e do segundo regime, que se estende até aproximadamente 7% de deformação.

No material ensaiado em TC, a intersecção entre as curvas da Taxa de Encruamento e de Tensão de Engenharia ocorre em aproximadamente 1,4% e a mudança do primeiro para o segundo regime em 1,6%. Isso indica que o material não atingiu toda a sua capacidade de encruar antes que houvesse o início do empescoçamento do CP, marcando, nesse caso, a abertura precoce da trinca. Isso reforça a teoria de que o ensaio realizado nessa temperatura atenuou a característica *quasi-frágil* do material, uma vez que foi após a tensão aplicada começar a se concentrar em uma região do CP que se deu a transição para o regime da deformação plástica, ao contrário do que é comumente observado para ligas com estrutura CFC

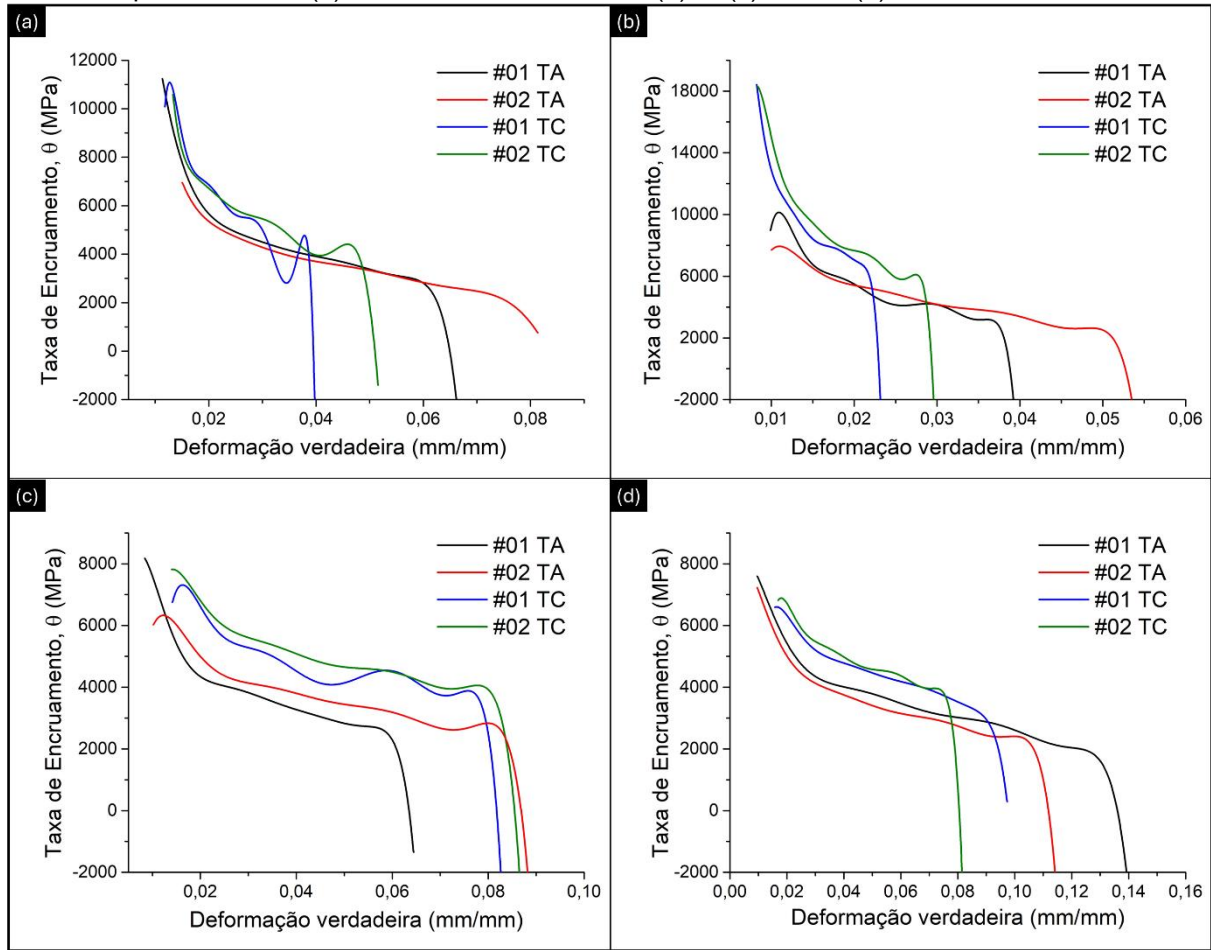
ensaiadas em baixas temperaturas, em que o empescoamento é postergado. Apesar disso, uma taxa de encruamento maior foi observada no primeiro e segundo regimes, ressaltando que a redução de temperatura eleva os valores da TCC, assim como afeta a mobilidade das discordâncias. Nesse sentido, as barreiras de Lomer-Cottrell, que são configurações de discordâncias imóveis, podem se tornar mais efetivas em razão da diminuição da temperatura, assim como o escorregamento por desvio das discordâncias ser dificultado no segundo regime, em vista desse ser caracterizado pela ocorrência de fenômenos que são termicamente ativados¹⁶⁹.

As variações na taxa de encruamento observadas ao longo do segundo regime para o material ensaiado em TC podem estar associadas com a formação das maclas de deformação, a qual é favorecida por uma taxa de encruamento elevada no primeiro regime⁹⁰. Ainda, considerando que esse regime é caracterizado pela obstrução das discordâncias às barreiras ao seu movimento, a formação das maclas de deformação é justificável em grãos com orientação desfavorável a sua ocorrência, agindo como mecanismo de alívio de tensões internas no material, o qual irá competir nesse sentido com o movimento por escorregamento com desvio das discordâncias.

Durante a deformação plástica de ligas metálicas, a maior parte da energia aplicada é dissipada como calor, sendo apenas uma fração responsável pelo aumento da densidade de discordâncias. Esse calor gerado pode promover o amolecimento do material por aniquilação parcial dos defeitos acumulados em níveis elevados de deformação. No entanto, no presente estudo, o amolecimento observado ocorreu predominantemente pelo acúmulo de defeitos de porosidade, marcando a transição para o terceiro regime das curvas de encruamento. Para o material na condição CF ensaiado em TA, essa transição ocorreu de forma mais gradual do que no material ensaiado em TC, indicando que a trinca propagou mais rapidamente em baixas temperaturas, o que reduziu a duração do segundo regime de encruamento, e como consequência, observou-se uma menor incidência de maclas de deformação.

As curvas da taxa de encruamento para o IN625 ensaiado por tração em TA e TC na condição CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E estão apresentadas na Figura 69, e no Quadro 13 os respectivos coeficientes de encruamento.

Figura 69 - Curvas relativas à taxa de encruamento para IN625 ensaiado por tração em TA e TC no estado CF por PBF-LB/M (a) e submetido aos TT de E (b), S (c), e S+E (d).



Fonte: o autor.

Quadro 13 - Coeficiente de encruamento para cada um dos CPs de IN625 em suas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S e S+E ensaiados em TA e TC.

Temperatura de ensaio	25 °C							
Condição do material	CF		E		S		S+E	
Corpo de prova	#1	#2	#1	#2	#1	#2	#1	#2
<i>n</i>	0,171	0,178	0,138	0,145	0,187	0,217	0,247	0,231
Temperatura de ensaio	-196 °C							
Condição do material	CF		E		S		S+E	
Corpo de prova	#1	#2	#1	#2	#1	#2	#1	#2
<i>n</i>	0,138	0,151	0,135	0,137	0,208	0,219	0,217	0,221

Fonte: o autor.

Ao comparar as curvas de encruamento do material na condição CF e E na Figura 69(a) e (b) respectivamente, é possível observar que, no primeiro regime, a taxa de encruamento da condição CF ensaiado em TC aproximasse ao da condição E ensaiada em TA, sendo que o material submetido a esse TT foi o que apresentou os maiores valores iniciais para a taxa de encruamento dentre todas as condições. Nesse caso, o TT de envelhecimento promove a precipitação de partículas de segunda fase, e que para o presente trabalho, foi caracterizado principalmente por

carbeto. Tais partículas nucleiam-se preferencialmente em discordâncias pré-existent no material da sua condição CF por PBF-LB/M ou em subestruturas dendríticas. Essa precipitação reforça a matriz por meio do impedimento do movimento de discordâncias, favorecendo um aumento da taxa de encruamento no primeiro regime das curvas, e pode elevar a TCC para o deslizamento em sistemas secundários, tornando energeticamente mais favorável a ativação de mecanismos alternativos, como a maclação mecânica. Dessa forma, a formação de maclas de deformação no material em sua condição E estariam associadas as variações observadas ao longo do segundo regime nas curvas da taxa de encruamento, embora esse comportamento tenha sido observado com menor intensidade em comparação com a condição CF, e seriam favorecidas pela presença de partículas de segunda fase na microestrutura do material, que elevaram as taxas de encruamento no primeiro regime das curvas.

A transição para o segundo regime das curvas se dá aproximadamente em um mesmo nível de deformação nas duas temperaturas em que o material tanto na condição CF quanto E foi ensaiado. Isso ressalta que o início da abertura da trica ocorreu precocemente quando o ensaio se deu em TC. Em todo caso, o segundo regime é marcado por maiores valores na taxa de encruamento nos ensaios ocorridos na menor temperatura. A transição para o terceiro regime foi causada pelo amolecimento devido ao acúmulo de defeitos nos CPs.

Ao comparar as curvas de encruamento do material na condição S e S+E na Figura 69(c) e (d) respectivamente, observa-se que as taxas de encruamento no primeiro regime são semelhantes em ambas as temperaturas, sendo que em TC inicia-se para níveis maiores de deformação, ressaltando que a eliminação da anisotropia pelo TT de solubilização restitui o comportamento previsto para materiais com estrutura cristalina CFC ensaiados em baixas temperaturas, postergando o empescoamento dos CPs.

O TT de solubilização teve por finalidade dissolver as partículas precipitadas durante o processo de PBF-LB/M, homogeneizar a composição química do material e promover a recristalização da matriz, o que leva à significativa redução na densidade de discordâncias geometricamente necessárias geradas pelos ciclos térmicos. Com a diminuição das tensões internas e das discordâncias que agem como barreiras ao movimento de outras, supõe-se que a deformação plástica passe a ser controlada majoritariamente pelo deslizamento em sistemas primários, especialmente em grãos

com orientação $\langle 111 \rangle$, devido à ausência das condições necessárias para a nucleação de maclas de deformação. De qualquer forma, ainda assim foram observadas variações ao longo do segundo regime das curvas da taxa de encruamento do material na condição S, sendo mais predominantes para a temperatura de ensaio criogênica. Nesse caso, a recristalização incompleta do material pode ter propiciado a permanência de grãos favoráveis ao acúmulo de tensões internas responsáveis pela formação de maclas de deformação.

A combinação dos TT de solubilização com posterior envelhecimento visou combinar os benefícios da recristalização com o reforço mecânico por precipitação, os quais foram caracterizados no presente trabalho como sendo majoritariamente de carbeto. Entretanto, a ausência de tensões internas residuais elevadas e de subestruturas dendríticas remanescentes do material na condição CF por PBF-LB/M limita a ocorrência de maclação mecânica como mecanismo alternativo de deformação plástica. Para o material na condição S+E, observou-se variações menos intensas ao longo do segundo regime das curvas da taxa de encruamento no ensaio em ambas as temperaturas, indicando que a realização combinada dos dois TT desfavoreceu a ocorrência da maclação mecânica, embora, assim como no material na condição S, a existência de regiões não recristalizadas podem ter sido favoráveis à ocorrência desse mecanismo de deformação em grãos específicos.

O segundo regime das curvas de encruamento também apresentou taxas mais elevadas nos ensaios em TC para as condições do material S e S+E. A presença de defeitos nos CPs denota o amolecimento do material no terceiro regime.

Os valores de coeficiente de encruamento apresentaram-se diretamente proporcionais ao alongamento total dos CPs após o ensaio de tração para todas as condições do material, sendo que, de modo geral, foram menores para os que foram ensaiados em TC. Nesse caso, menores valores de n estão associados com uma maior taxa de encruamento no primeiro regime da curva, enquanto valores maiores estão associados com uma maior predominância do segundo regime^{15,118}.

O material na condição CF ensaiado em TA apresentou menores valores de n comparativamente às condições solubilizadas (S e S+E), enquanto em TC, esses valores se equiparam aos obtidos para o material envelhecido (E) em ambas as temperaturas. A condição S exibiu valores consistentes de n e %A no ensaio em ambas as temperaturas, exceto pela amostra #01 ensaiada em TA, que se mostrou discrepante nos valores das duas propriedades. A condição S+E apresentou os

maiores valores de n e %A dentre todas as condições do material, assemelhando-se aos reportados à condição S no ensaio em TC.

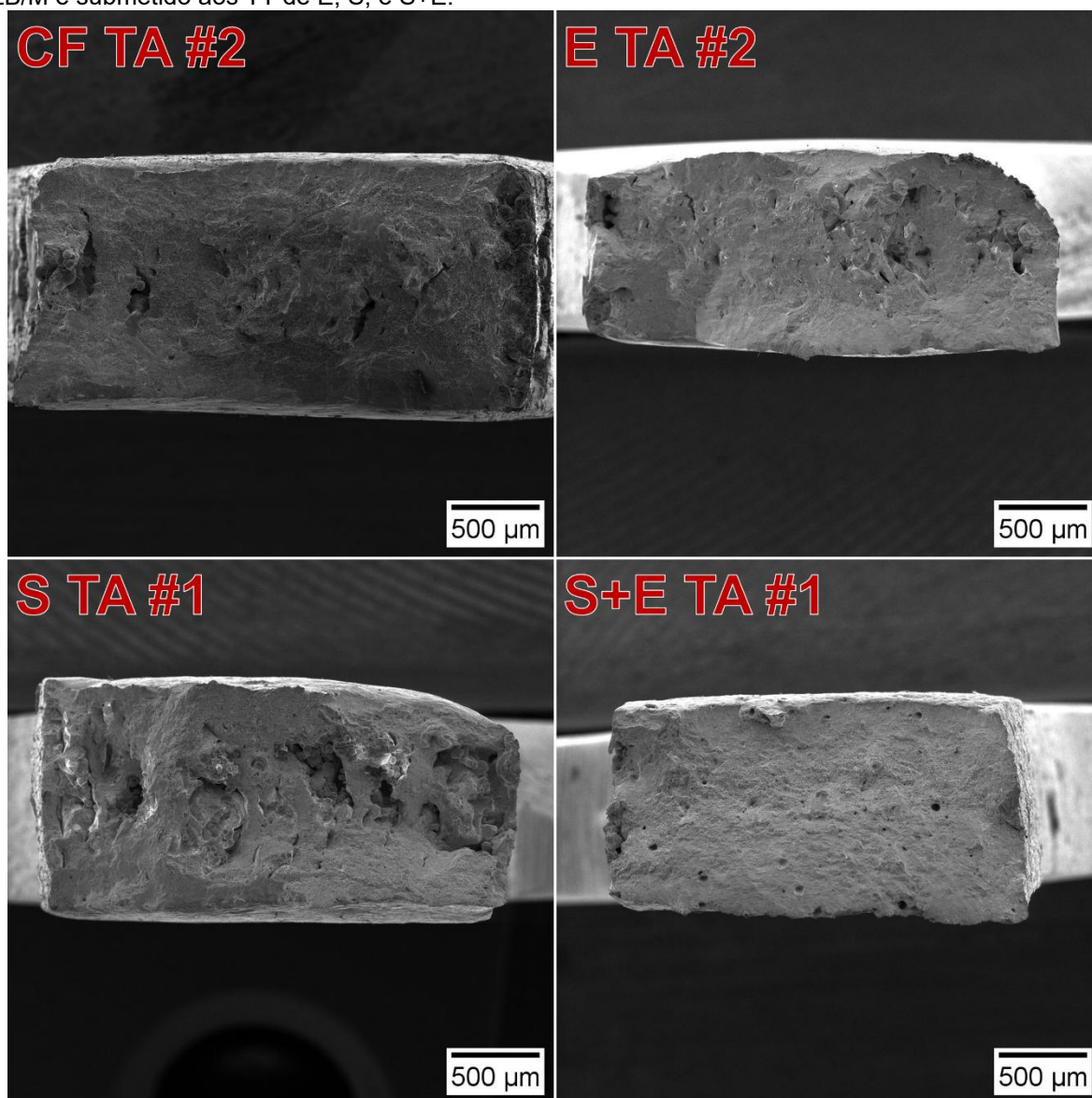
Alguns autores discutem a possibilidade do mecanismo de formação de maclas de deformação para o IN625 a partir de análises da curva de encruamento.

Behjati e Asgari¹⁷⁰ e Hamdi e Asgari¹⁷¹ avaliaram que a curva de encruamento do IN625 ensaiado por compressão é composta de quatro regimes, em que nenhum deles é creditado a formação de maclas de deformação durante a deformação plástica do material, mas sim pela atuação de barreiras de Lomer-Cottrell. Li *et al.*¹⁷² também afirmam que o encruamento causado no segundo regime se deve a formação de barreiras de Lomer-Cottrell, nesse caso envolvendo a deformação por tração uniaxial de um IN625 fabricado por DED. Os autores realçam que, devido a rota de fabricação por MA induzir a formação de discordâncias nos ciclos de aquecimento durante a impressão do material, a formação de barreiras de Lomer-Cottrell no segundo regime do gráfico da taxa de encruamento é intensificada. No trabalho dos autores, o gráfico da taxa de encruamento obtida compreende três regimes, similar ao obtido no presente trabalho. Chalapathi *et al.*¹⁰¹ evidenciaram que a curva de encruamento para o IN625 fabricado por extrusão a quente e ensaiado em temperatura ambiente e criogênica não apresenta mudanças significativas em termos de números de regimes, sendo compostos por três regiões para ambas as temperaturas. A taxa de encruamento do material ensaiado em TC foi maior que a em TA, assim como o que foi observado no presente trabalho. Os autores sugerem que esse comportamento está atrelado a formação de maclas de deformação como mecanismos de encruamento adotado pelo material quando ensaiado em temperaturas mais baixas que a ambiente, onde a caracterização das maclas foi realizada por EBSD.

5.5 Fractografias

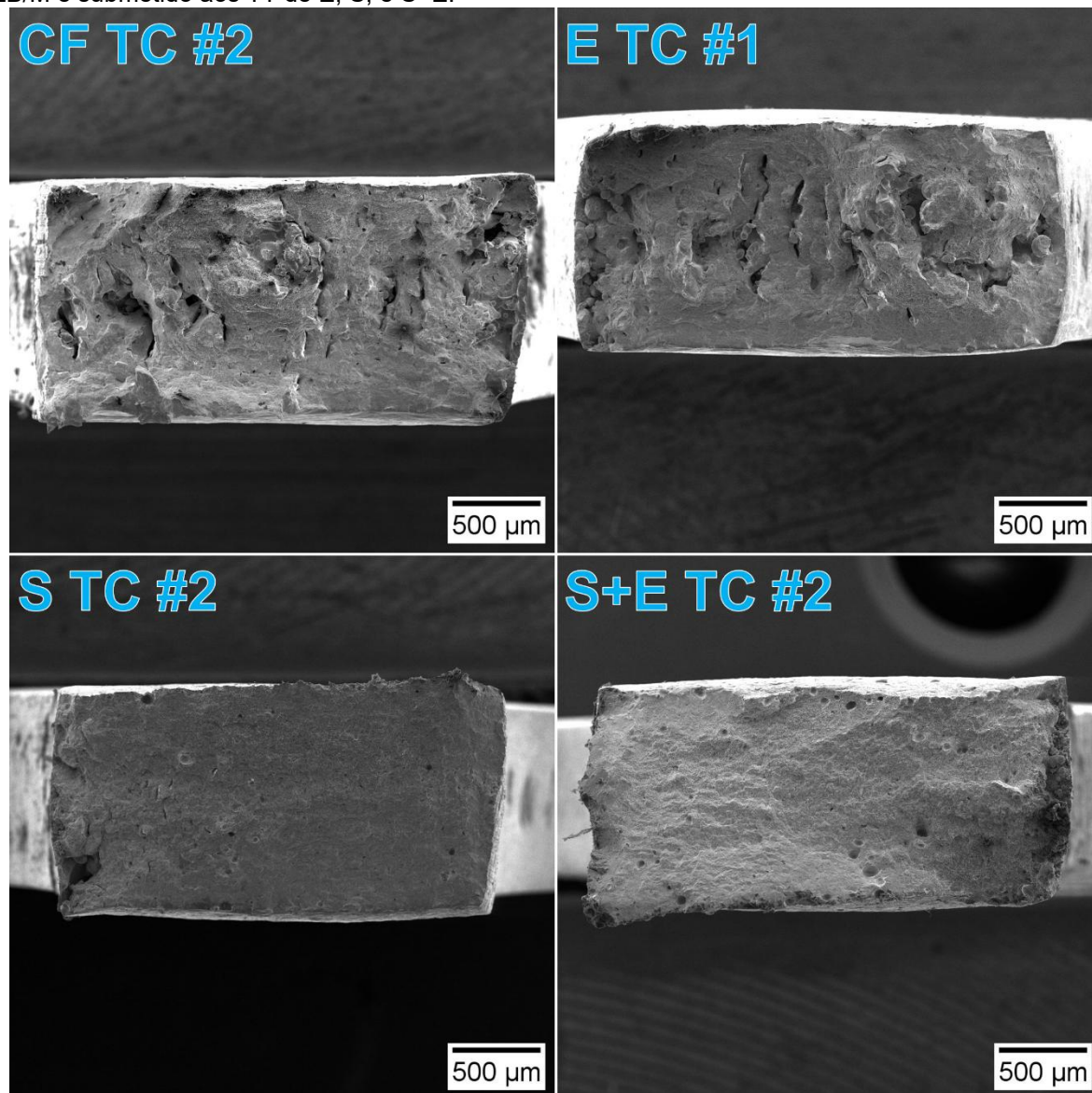
A análise da superfície de fratura dos CPs de IN625 nas suas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E foi realizada em MEV, e estão dispostas respectivamente na Figura 70 e 71 as do ensaio em TA e TC.

Figura 70 – Fractografias em MEV dos CPs ensaiados em TA de IN625 nas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E.



Fonte: o autor.

Figura 71 – Fractografias em MEV dos CPs ensaiados em TC de IN625 nas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E.



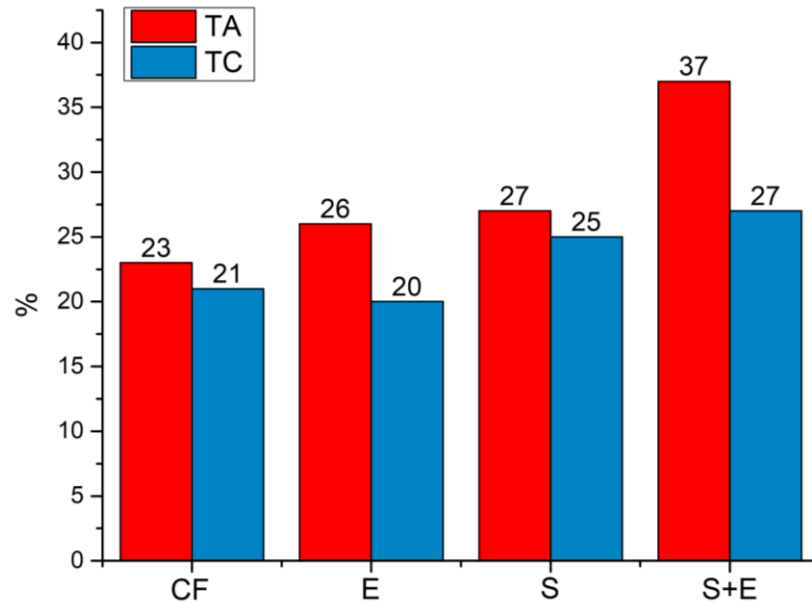
Fonte: o autor.

Nas fractografias das Figuras 70 e 71, é possível observar que os CPs ensaiados em ambas as temperaturas apresentaram em maior ou menor grau porosidade do tipo *lack of fusion* após a fabricação, evidenciado pelos vazios contidos de partículas sinterizadas, e em menor evidência, porém, também pode ser observada porosidade do tipo *keyhole*. A presença dos diferentes tipos de porosidade nos CPs de tração, sua morfologia e tamanho foram os principais responsáveis pela dispersão dos resultados de %A entre as duplicatas.

Apesar da presença de porosidade nos CPs ensaiados, a fratura foi causada predominantemente por uma deformação dúctil, caracterizada por microcavidades na superfície de fratura⁷⁴.

A medida da área final da seção útil foi realizada em fractografias como nas das Figuras 70 e 71, e os resultados estão apresentados na Figura 72.

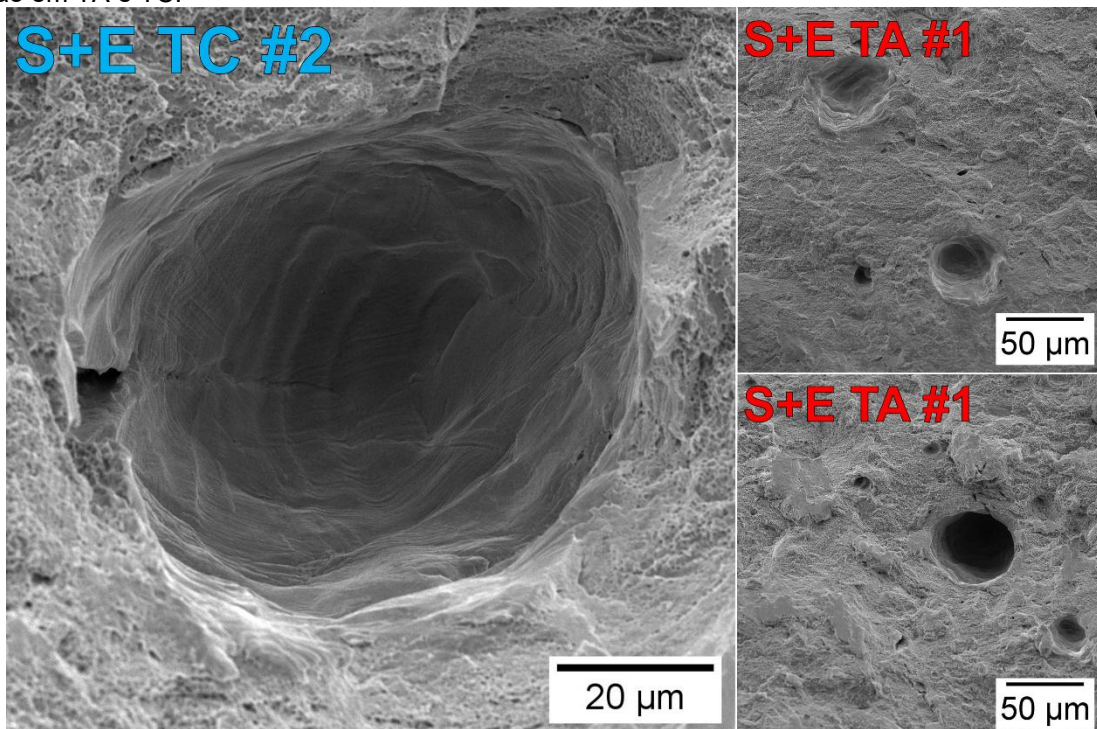
Figura 72 – Porcentagem da redução de área da seção útil dos CPs tracionados em TA e TC de IN625 nas condições CF por PBF-LB/M e submetido aos TT de E, S, e S+E.



Fonte: o autor.

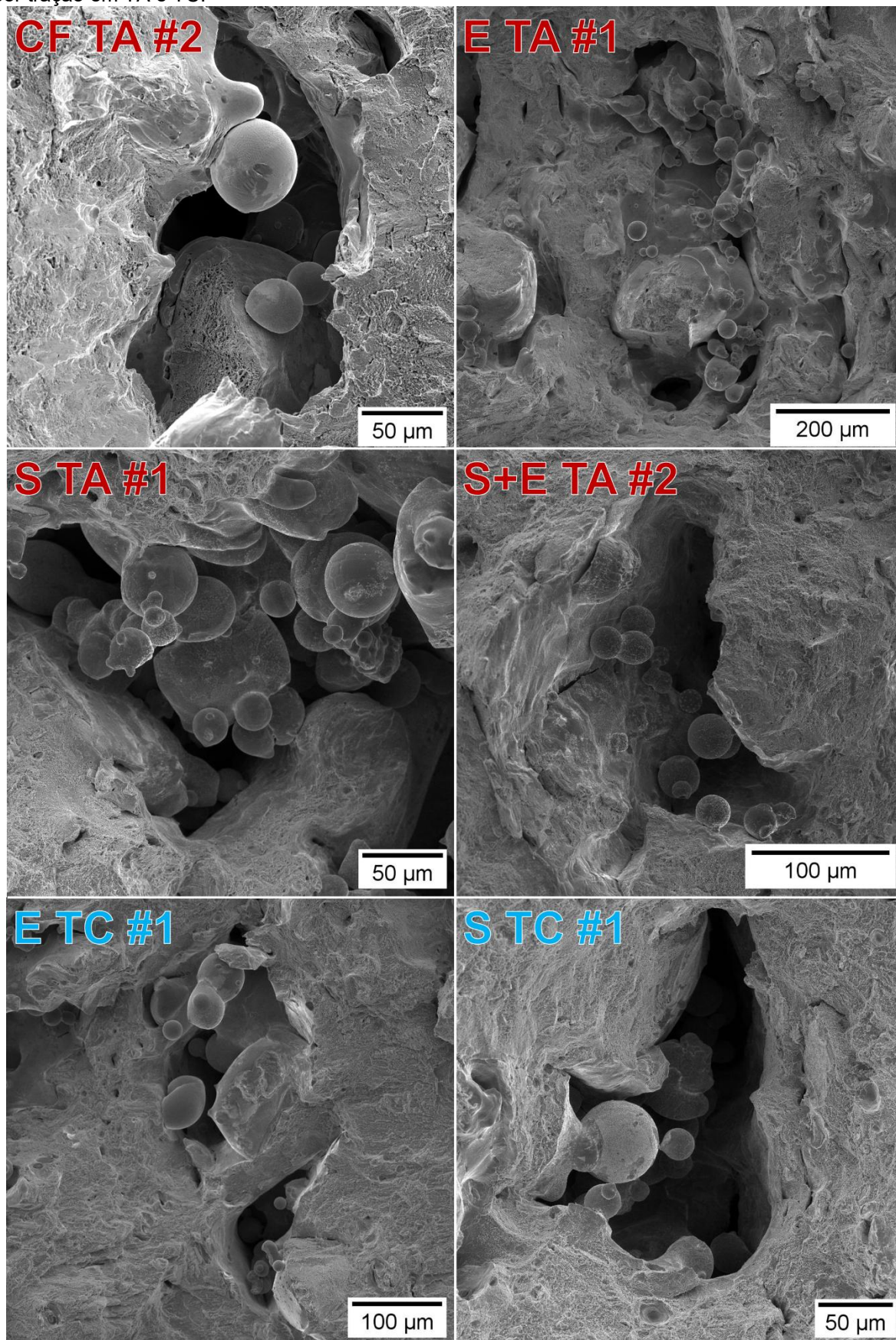
Fractografias referentes aos tipos de porosidade identificadas estão demonstradas respectivamente nas Figuras 73 e 74 para o de *keyhole* e *lack of fusion*.

Figura 73 – Defeitos de *keyhole* observados nos CPs de IN625 em diferentes condições ensaiados por tração em TA e TC.



Fonte: o autor.

Figura 74 – Defeitos de *lack of fusion* observados nos CPs de IN625 em diferentes condições ensaiados por tração em TA e TC.



Fonte: o autor.

Estruturas de suporte foram projetadas sob a seção útil dos CPs que seriam ensaiados por tração com o intuito de conferir melhores condições de estabilidade durante a impressão e evitar que ocorresse uma possível degradação física dessa região, o que impossibilitaria as propriedades mecânicas do material de serem estimadas³⁵. Ressalta-se que o equipamento utilizado no presente trabalho para a impressão por PBF-LB/M possui limitações quanto a liberdade com que essas estruturas podem ser projetadas, o que, dessa forma, restringiu a possibilidade das diferentes geometrias que essas poderiam adotar. De modo geral, são utilizadas no processo de PBF-LB/M estruturas de suporte com formato de alfinetes, celulares ou de paredes finas, sendo esse último o que mais se assemelha às que foram projetadas para o presente trabalho, que tiveram sua espessura delimitada pelo equipamento quanto a distância de varredura empregado.

Algumas hipóteses são levantadas no que diz respeito a influência da presença das estruturas de suporte que justificam os dois tipos de porosidade observados nos CPs tracionados para cada uma.

Uma primeira hipótese é que a formação de *keyhole* tenha sido causada devido a diferença na capacidade de dissipação do calor existente entre o material particulado e a região solidificada. As variações de temperatura local e consequentemente nas dinâmicas de solidificação das poças de fusão podem resultar no aprisionamento de gás durante a impressão do material, o que também justifica a diferença entre o tamanho do *keyhole* observado nas etapas desse trabalho e na que as amostras foram impressas com variação nos parâmetros de processo, em que essas não continham estruturas de suporte e estavam fixadas diretamente na plataforma de fabricação^{35,173}.

Outra hipótese é levantada para a formação do *keyhole* devido as propriedades da matéria-prima e que tiveram contribuição das estruturas de suporte. Quanto as características morfológicas, o pó utilizado não apresentava desde o início as mais ideais para fabricação por PBF-LB/M, e considerando que na fabricação dos CPs de tração ocorreu sua segunda utilização, o pó metálico pode ter se tornado ainda menos favorável para o processo. As características morfológicas do pó podem ter sido responsáveis por impedir a correta deposição do leito, causando o aprisionamento de gás quando espaços vazios são deixados em regiões com uma predominância de partículas maiores depositadas, o que, nesse caso, pode ter se atenuado nas regiões onde as estruturas de suporte estavam presentes³⁵.

Outras possibilidades são levantadas para a formação de *keyhole* influenciada somente pelas características do pó metálico. O aprisionamento do gás no material impresso pode ter sido causado pela presença de partículas contaminadas por óxidos em sua superfície, essa não tendo sido relatada nas caracterizações que a envolveram, ou em regiões que a fluidez do pó tenha sido prejudicada pela presença ou de satélites ou pelas que possuíam morfologia irregular³⁵.

A deposição incorreta de uma nova camada de pó em relação à anterior é um fator mais severo quando resulta na formação de *lack of fusion*. Entre os diferentes modos em que isso pode ocorrer, alguns podem ser atribuídos às estruturas de suporte. Um deles é que, assim como para o *keyhole*, a variação térmica local é atuante no sentido que é causado o empenamento do material durante a impressão, o que por consequência irá bloquear a deposição do pó em determinadas regiões. Isso faz com que seja alterado localmente a espessura da camada de tal forma que a energia imposta no processo se torna insuficiente para que haja a sobreposição das poças de fusão nas camadas anteriores, ou que haja uma interação do sistema de deposição do pó com as regiões solidificadas com uma espessura de camada superior ao que foi determinado como parâmetro, e em danificando o componente do equipamento, sua correta atuação é comprometida^{35,173}.

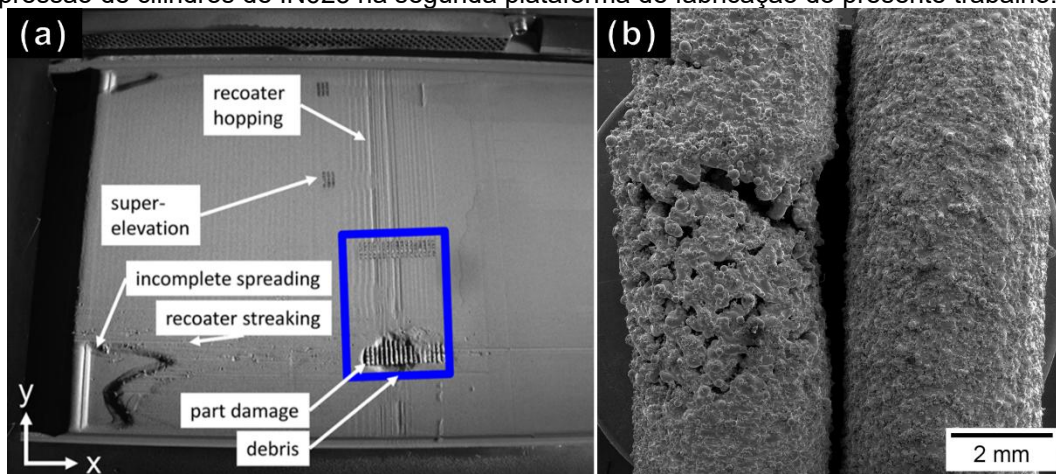
Em relação ao sistema de deposição do pó, o que é utilizado no equipamento que se deu a impressão do material no presente trabalho pode ter influenciado na geração do *lack of fusion*. O OmniSint-160 utiliza um raspador, o que é usual entre os métodos de deposição de pó no PBF-LB/M, entretanto, não proporciona uma fluidez do pó durante sua deposição tanto quanto o sistema que utiliza um rolo. Ainda, em sendo fabricado de um material polimérico, os meios pelo qual se dá sua interação com as partículas de pó é alterada em relação à quando é fabricado por um material metálico, influenciando na forma como é depositado o leito de pó¹⁷⁴.

De acordo com Mulhi *et al.*¹⁷⁵, o posicionamento das amostras na plataforma de fabricação pode influenciar na presença de defeitos, onde esse irá depender tanto em relação ao raspador quando ao fluxo de gás, o qual não se faz presente no equipamento utilizado, tendo sido sua relevância quanto à prevenção da formação de porosidade *lack of fusion* discutida anteriormente. Dessa forma, o mapeamento da posição na plataforma de fabricação de cada objeto a ser impresso é de suma importância para identificar as regiões em que a formação de porosidade foi mais propensa, o que não pode ser realizado no presente trabalho.

Nos trabalhos de Scime *et al.*^{176,177}, foi reportado o efeito de uma má deposição do leito de pó em uma camada específica durante a fabricação de trocadores de calor por PBF-LB/M. Essa falha foi atribuída ao distribuidor de pó do equipamento, um raspador, e a má deposição do leito resultou em diversos defeitos na peça que os autores classificaram como: distribuição incompleta do material (*incomplete spreading*); interação física entre o raspador e a peça (*recoater hopping*); arraste de partículas pelo raspador, com consequente dano ao componente (*recoater damage*); e empenamento da peça devido a tensões térmicas residuais (*super-elevation*). Em todas essas situações, a má distribuição do pó compromete a integridade da peça fabricada (*part damage*) e pode gerar anomalias durante a impressão (*debris*)^{31,176,177,178}.

Na Figura 75(a) e (b) estão dispostas respectivamente uma imagem da camada afetada na plataforma de fabricação nos estudos de Scime *et al.*^{176,177} evidenciando os efeitos diretos causados da interação entre o raspador e a matéria-prima e uma imagem de MEV de dois cilindros impressos na mesma plataforma de fabricação dos CPs para ensaio de tração no presente trabalho.

Figura 75 – (a) Defeitos causados na plataforma de fabricação devido a uma má deposição do leito de pó observados no estudo de Scime *et al.* e (b) imagem de MEV evidenciando a ocorrência de anomalias na impressão de cilindros de IN625 na segunda plataforma de fabricação do presente trabalho.



Fonte: (176), o autor.

Correlacionando as anomalias de impressão reportadas nos trabalhos de Scime *et al.*^{176,177} com o que foi observado no presente trabalho, pode-se afirmar que a impressão da segunda plataforma de fabricação foi afetada principalmente pela interação entre o raspador e as peças sendo fabricadas (*recoater hopping*), ou pelo arraste de partículas por ele (*recoater streaking*). Em todo caso, a presença de porosidade foi causada de maneira estocástica.

É possível encontrar na literatura sugestões de como evitar a formação de *lack of fusion* caso essa tenha sido formada pela incorreta seleção de parâmetros do processo. Nesse sentido, uma primeira abordagem seria reduzir o espaçamento de varredura ou a espessura de camada, a depender do tamanho de partícula da matéria prima utilizado, e em um segundo momento, reduzir a velocidade de escaneamento e/ou aumentar a potência do laser^{179,180}.

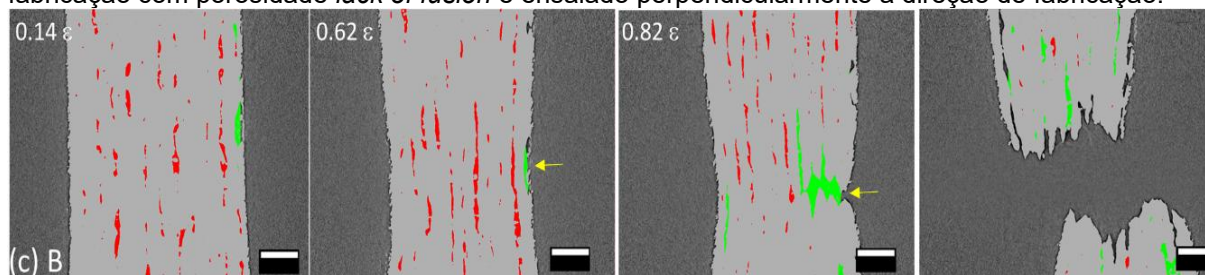
No que diz respeito ao %A dos CPs e consequentemente a redução de área da seção útil, é possível afirmar que tenham sido afetadas negativamente principalmente devido a presença da porosidade *lack of fusion*, uma vez que essas, em possuindo uma morfologia irregular, estão sujeitas a concentrarem tensões ao seu redor com muito mais intensidade que a porosidade *keyhole*^{35,181}.

A influência do nível de porosidade nas propriedades mecânicas de tração de um IN625 fabricado por PBF-LB/M foi avaliada no trabalho de Poulin *et al.*¹⁸². Foi constatado que a presença de porosidade exerce um efeito deletério principalmente nas propriedades de %A e deformação total quando presentes no material impresso. Para o material que apresentou porosidade de até 2,7%, houve uma redução de 16,5% no %A comparativamente ao impresso com menor porosidade (33,4%), sendo que os valores das propriedades de LE e LRT (672 MPa e 909MPa) mantiveram-se equiparáveis as do material com elevada densificação (689 MPa e 1035 MPa), havendo uma maior diferença para o LRT. O autor afirma que, devido ao refino de grão causado nas regiões de *lack of fusion* e diminuição da textura no geral, as propriedades de LE e LRT são equiparáveis as de materiais fabricados com pouca porosidade. Essa afirmação corrobora com os resultados obtidos no presente trabalho, e realça que, o fato do material na condição S+E ter exibido um menor número de porosidade *lack of fusion*, o %A dessas acabou sendo superior à das outras condições do material ensaiadas em TA.

Poulin *et al.*¹⁸² também avaliaram a influência da direção de fabricação das amostras, e concluiu que para os CPs impressos a 90° em relação a plataforma de fabricação, o nível de porosidade foi responsável por reduzir o LRT de 934MPa para 749MPa no material com 2,7% de porosidade. Ainda, a redução no %A foi maior que para os CPs fabricados a 0°, sendo essa de 41,7%. Nesse caso, a presença de porosidade principalmente do tipo *lack of fusion* é um causador de anisotropia no material com relação a direção de impressão.

No trabalho de Choo *et al.*¹⁸³ foi estudada a deformação por micrografia computadorizada *in situ* com difração de raios x sincrotron de CPs de um aço 316L fabricado por PBF-LB/M com diferentes níveis de porosidade *lack of fusion*. Foi observado que o mecanismo de fratura depende da direção em que a porosidade se encontra em relação a direção de aplicação do esforço mecânico, e isso é função direta da direção de impressão dos CPs. Estando os defeitos de *lack of fusion* alinhados paralelamente à direção de aplicação de carga, estes não coalescem durante a deformação, o que seria responsável por uma fratura frágil, mas sim sofrem um alongamento dúctil na direção da sollicitação mecânica, sendo que a propagação da trinca pode ser iniciada por uma porosidade na superfície. Para essa configuração, a impressão das amostras é de 0° em relação a plataforma de fabricação. Esse modelo descrito está apresentado na Figura 76, onde a porosidade *lack of fusion* interna pode ser visualizada nas regiões em vermelho e na superfície em verde.

Figura 76 – Deformação de um material fabricado por PBF-LB/M a 0° em relação a plataforma de fabricação com porosidade *lack of fusion* e ensaiado perpendicularmente a direção de fabricação.



Fonte: (183)

Os CPs que apresentaram um menor grau de porosidade *lack of fusion* foram os da condição S+E, onde identifica-se na fratura uma quantidade maior de porosidade do tipo *keyhole*, corroborando com os resultados de %A apresentados por estes, sendo de 14,6% em TA e 9,8% em TC, que foram os maiores entre todas as condições do material do presente trabalho em ambas as temperaturas. É possível observar na Figura 71 que o CP S TC #2 também apresentou uma prevalência de porosidade do tipo *keyhole*, entretanto, os valores de %A foram iguais em ambas as temperaturas. Nesse caso, apesar dos CPs S TC #2, S+E TA/TC terem apresentado uma maioria de defeitos de *keyhole* em seu interior, ainda assim havia uma porosidade do tipo *lack of fusion* em alguma extremidade do CP. Isso indica que foi a ocorrência de porosidade na superfície dos CPs responsável por afetar negativamente o %A, atuando como um iniciador à propagação da trinca, e no interior do material atuou como um caminho favorável à sua propagação¹⁶.

Faz-se necessário então uma correlação crucial na determinação da natureza do material em cada uma de suas condições no presente trabalho, que se dará entre a estrutura cristalina do material, a porosidade dos CPs, a temperatura de ensaio, a propagação de trinca e os efeitos que essa tem sobre a deformação plástica.

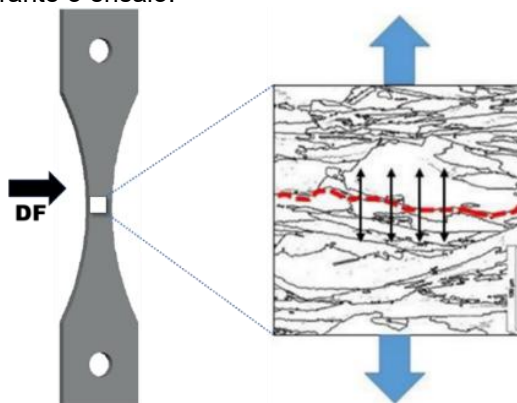
Ao contrário dos materiais caracterizados como frágeis, os que deformam plasticamente apresentam uma ponta de trinca arredondada ao invés de se concentrar em único ponto, em que uma quantidade de deformação plástica ocorre ao seu redor devido ao seu efeito concentrador de tensão. O mecanismo de fratura que o material irá apresentar depende da quantidade de deformação plástica exercida pela trinca, o que depende da velocidade da sua propagação, da temperatura de ensaio e da natureza do material^{16,17}. A deformação plástica na ponta da trinca resulta na separação dos planos do material sem que haja necessariamente sua propagação de forma súbita, onde a fratura do material ocorre somente quando essa separação atinge um valor crítico¹⁶.

O ensaio de impacto é um exemplo dos que envolvem a medida da energia necessária para propagação de trinca. Nesse, um entalhe pré-existente no CP permite com que a quantidade de deformação plástica comportada pelo material, propriedade intitulada como tenacidade à fratura, seja avaliada considerando a existência de um concentrador de tensão. Materiais metálicos são conhecidos por serem tenazes, isto é, resistentes a propagação da trinca, e podem absorver uma grande quantidade de deformação plástica antes de fraturarem. Em se tratando da influência da temperatura, a tendência é que os metais apresentem uma fragilização conforme a sua redução. Por exemplo, metais com estrutura CCC apresentam uma faixa de temperatura, conhecida por transição dúctil-frágil, em que deixam de deformar plasticamente e passam a apresentar uma fratura com aspecto de clivagem, caracterizando-a como frágil. É possível determinar a faixa de temperatura dúctil-frágil em uma série de ensaios de impacto com variações na temperatura^{18,126}.

Para o presente trabalho, tende-se a afirmar que ocorreu a fragilização no ensaio em TC para todas as condições do material, uma vez que houve um acréscimo nas propriedades de LE e LRT e uma redução no %A, em que o primeiro fator se deve a estrutura cristalina do material que, por não apresentar transição dúctil-frágil, a redução da temperatura do ensaio diminui a mobilidade das discordâncias e maiores tensões para deformar o material são exigidas, e o segundo está relacionado com a presença de porosidade nos CPs.

As condições do material CF e E foram ensaiadas de tal forma que, sua fabricação a 0° em relação à plataforma e o posicionamento no equipamento propiciaram o modo I de a propagação da trinca, sendo perpendicular em relação a direção de deformação¹⁵¹, conforme representado na Figura 77. Como foi observado uma superfície de fratura dúctil nas fractografias, isso indica que o fator para emissão de discordâncias (K_{IE}), que caracteriza o comportamento plástico para o modo I de propagação de trinca, foi menor que o fator indicativo para o mecanismo de deformação por clivagem (K_{IC})^{184,185}. Esse comportamento está intrinsecamente relacionado com a estrutura cristalina do IN625, que apresenta matriz austenítica CFC, e está sujeita a acomodar uma maior quantidade de deformação plástica devido aos sistemas de deslizamento mais ativos. Para as condições do material que foram submetidas ao TT de solubilização, tanto S quanto S+E, a recristalização dos grãos propiciou um comportamento mais dúctil, desfazendo a anisotropia presente dos grãos colunares das condições CF e E.

Figura 77 – Representação da microestrutura do material nas condições CF e E em relação a direção de fabricação e de tração durante o ensaio.



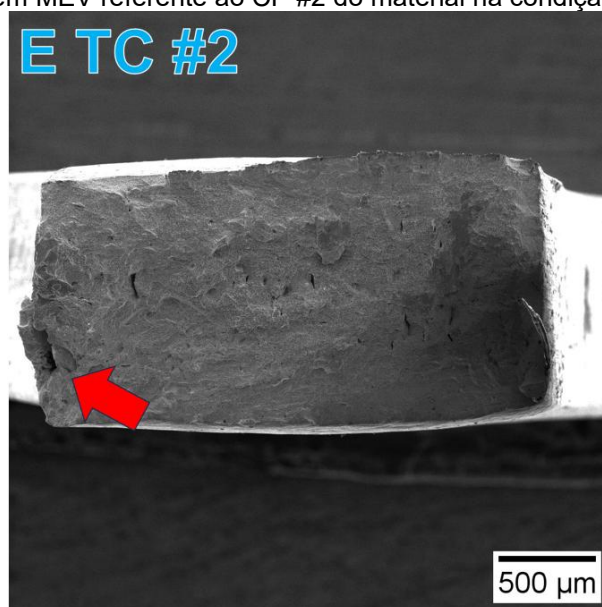
Fonte: Adaptado de (151).

Em todo caso, no ensaio realizado em TC, embora todas as condições do material tenham apresentado superfícies de fratura com microcavidades, que caracterizam que o fenômeno de deformação plástica teve ocorrência, a porosidade contribuiu para um comportamento com tendência *quasi*-frágil mais atenuado¹⁸⁶. Essa característica é típica de materiais que, assim como no caso do presente trabalho, possuem defeitos no seu estado pré-deformado¹⁸⁶. Dessa forma, a redução do %A em comparação aos valores obtidos em TA se deve a uma propagação mais rápida da trinca nos ensaios em TC.

Pode-se afirmar então que o decréscimo do %A no ensaio em TC foi proporcional para cada condição do material. Sendo esse o caso, o TT de solubilização possui uma limitação no aumento da ductilidade do material em relação a condição CF associada a presença de defeitos na superfície dos CPs, e que, devido a isso, as condições S e S+E exibiram valor similar de %A quando ensaiadas em TC.

De modo a sintetizar as observações realizadas nessa seção do presente trabalho, é apresentado na Figura 78 uma fractografia referente ao CP #2 do material na condição E ensaiado em TC.

Figura 78 - Fractografia em MEV referente ao CP #2 do material na condição E ensaiado em TC.



Fonte: o autor.

É possível perceber na fractografia do CP#2 do material submetido ao TT de envelhecimento diretamente a partir de sua condição CF e ensaiado em TC que esse, assim como os CPs do material na condição S+E, apresentou um maior nível de porosidade *keyhole* em seu interior. Entretanto, isso não foi suficiente para promover um aumento significativo no %A em relação a sua duplicata, sendo apenas 0,7% superior comparado aos 2,9% reportados para o CP#1. Isso ressalta que a presença da porosidade *lack of fusion* na superfície do CP, indicada pela seta vermelha na Figura 78, é muito mais atuante como concentrador de tensão em comparação com sua ocorrência no interior do material. Ainda, a precipitação de carbeto na realização do TT mostrou-se mais eficaz no aumento nas propriedades mecânicas de LE e LRT, em que esse apresentou os maiores valores em comparação a todas as outras condições do material, sendo respectivamente de 934MPa e 1105MPa.

Em relação a condição S+E, essa apresentou os maiores valores de %A em relação as outras condições do material. Nesse sentido, a presença de carbeto precipitados nos contornos de grão não afetou no %A dos CPs ensaiados em TA tanto quanto afetou quando o TT de envelhecimento foi empregado no material em sua condição CF. O motivo do porquê a condição do material S+E apresentou um maior %A em relação a condição S no ensaio em TA ainda há de ser compreendido, uma vez para essa condição, constituída de uma microestrutura mais homogênea com menor quantidade de carbeto, uma maior ductilidade era esperada. Uma possível explicação se dá devido a diferença na quantidade da porosidade *lack of fusion* presente na superfície dos CPs, que em tendo sido menor nos do material em sua condição S+E, esses apreciaram uma maior quantidade de deformação plástica.

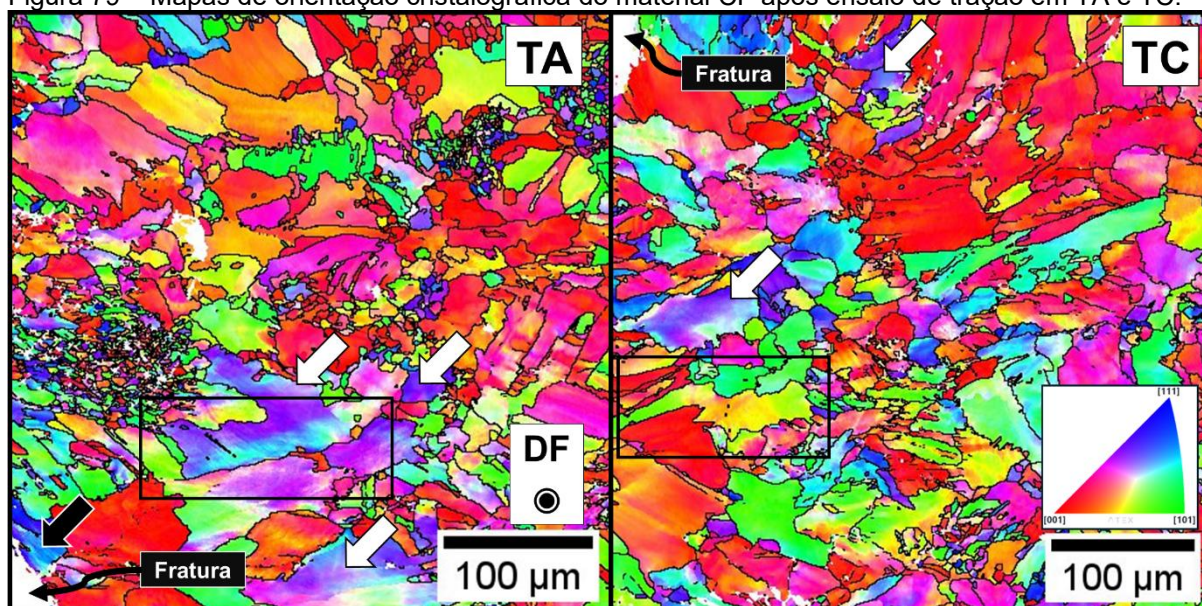
5.6 ANÁLISE DOS MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO

5.6.1 Análise por EBSD

As análises de EBSD objetivaram compreender os mecanismos envolvidos na deformação plástica a partir da microestrutura do material deformado. Todas foram realizadas na seção de topo próxima a fratura dos CP #02 para as duas temperaturas de ensaio do material na condição CF, utilizando um *step size* de 0,85µm.

Na Figura 79 estão apresentados os mapas de orientação cristalográfica do material na condição CF ensaiado em TA e TC.

Figura 79 – Mapas de orientação cristalográfica do material CF após ensaio de tração em TA e TC.

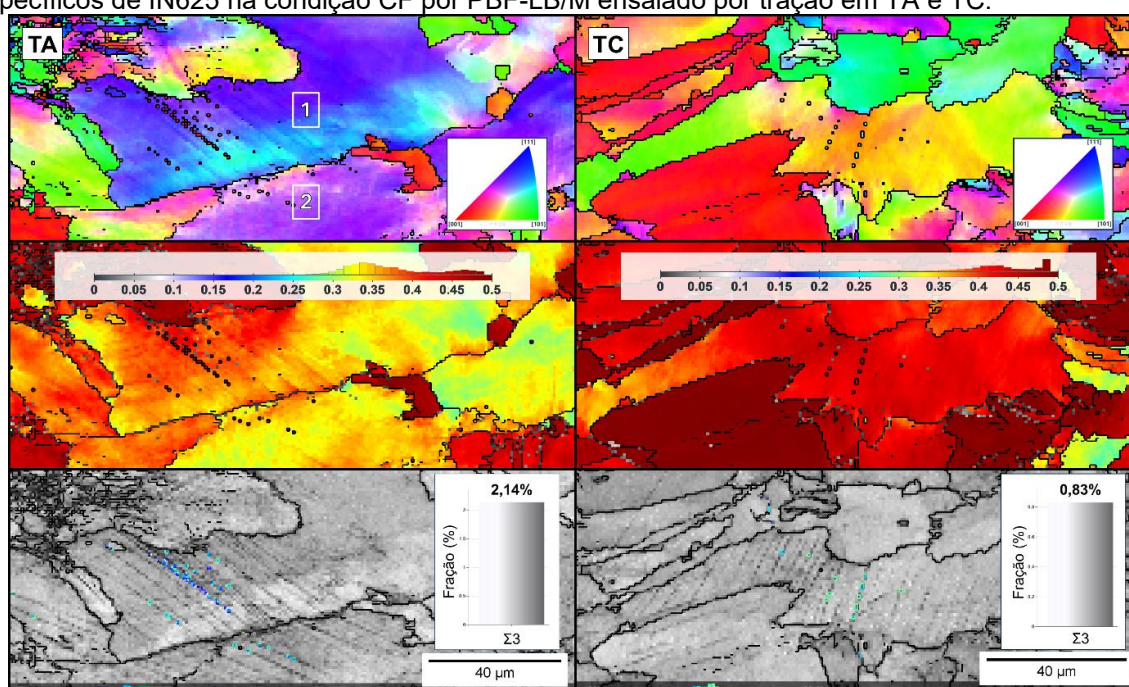


Fonte: o autor.

Apontado pelas setas brancas nos mapas da Figura 79, observa-se a presença de duas cores distintas dentro de um mesmo grão, indicando que a rotação desses foi ocorrida durante a deformação plástica no ensaio de tração, e que está associada com a mudança na direção do deslizamento das discordâncias a favor do eixo tensionado quando são ativados os sistemas de deslizamento secundários^{11,12,15,79}. Para metais com estrutura cristalina CFC, a movimentação das discordâncias ocorre nos planos de deslizamento primários $\{111\}$, causando a rotação dos grãos na direção $[101]$, o que ocorre a favor da aresta correspondente as direções $[001]$ - $[111]$. Quando a rotação dos grãos atinge essa aresta, outros sistemas de deslizamento passam a ser ativos, fazendo com que a rotação geral se dê na direção $[112]$ uma vez que ambos o sistema primário e o conjugado passam a ser igualmente tensionados^{17,20,84}. Em todo caso, pode-se afirmar que no presente trabalho uma minoria dos grãos apresentou rotação nessa direção, uma vez que a deformação dos CPs foi comprometida pela porosidade.

Nos grãos indicados pelo retângulo preto na Figura 79, foi observado a presença de subestruturas de deformação para o material ensaiado em ambas as temperaturas. A fim de caracterizá-los em maiores detalhes, foram gerados para esses grãos mapas de orientação cristalográfica, de fator de Schmid e de contraste de banda, os quais estão dispostos na Figuras 80.

Figura 80 – Mapas de Orientação Cristalográfica, Fator de Schmid e Contraste de Banda em grãos específicos de IN625 na condição CF por PBF-LB/M ensaiado por tração em TA e TC.



Fonte: o autor.

Observa-se no mapa de contraste de banda da Figura 80 que a deformação de grão específicos originaram a formação de maclas de deformação, caracterizados pela presença de contornos $\Sigma 3^{86,87,88}$, como resultado dos mecanismos de deformação exercidos pelo IN625 durante o ensaio de tração em ambas as temperaturas. Nordstrom *et al.*¹⁸⁷ também reportou a formação dessas subestruturas para o mesmo material fabricado por extrusão a quente e ensaiado em temperatura ambiente e criogênica.

No caso do presente trabalho, a ocorrência de maclas de deformação na microestrutura deformada se deu em maior proporção para o material ensaiado em TA do que em TC, provavelmente devido a menor deformação exibida pelos CPs na menor temperatura. A nucleação dessas subestruturas ocorreu de maneira heterogênea em contornos de grão do material ensaiado em ambas as temperaturas, o que é tido como uma região favorável à sua ocorrência^{188,189}.

No material ensaiado em TA, o grão em que foi caracterizado a formação de maclas de deformação demarcado pelo número [1] na Figura 80 apresentou orientação na direção [112] e baixos valores de m_x . A ocorrência de maclas de deformação nesse grão se deu provavelmente após sua rotação no sentido da linha de simetria [001]-[111], o que ativa outros sistemas de deslizamento além do primário e é condição para ocorrência desse mecanismo de deformação⁸⁵. Essa sequência de eventos sugere uma relação direta entre o acúmulo de tensões internas decorrente da interação entre os campos de tensão de discordâncias movimentando-se em múltiplos sistemas de deslizamento e a nucleação da maclação mecânica. A orientação apresentada por esse grão em questão permite a ativação simultânea de diversos sistemas de deslizamento em materiais com estrutura cristalina CFC. Essa característica favorece uma elevada taxa de encruamento, resultante da maior probabilidade de formação de barreiras de Lomer-Cottrell^{84,190,191}. Dessa forma, também há uma competição maior entre os mecanismos de deformação atuantes, e a maclação mecânica pode ocorrer caso necessite de uma tensão menor de ativação comparativamente a TCC para o movimento das discordâncias^{192,193}.

Ainda referente ao material ensaiado em TA, foi observado no grão [2] no mapa de orientação cristalográfica da Figura 80 a presença de maclas de deformação e gradientes de cor mais dispersos que, porém, tenderam ao que foi observado no grão [1]. Isso sugere que o grão [1] tenha induzido a maclação mecânica no grão [2], uma vez que uma baixa desorientação foi apresentada entre os dois.

Assim, quando dois grãos adjacentes apresentam igual tendência a deformar pelo mesmo mecanismo, a transferência limitada de tensão entre eles pode causar uma rotação que seja favorável à ativação da maclação mecânica em ambos. Dessa forma, o impedimento da macla mecânica de transpor o contorno de grão resultou em uma concentração de tensões tal que favoreceu sua nucleação no grão que ainda estava em processo de rotação^{193,194}.

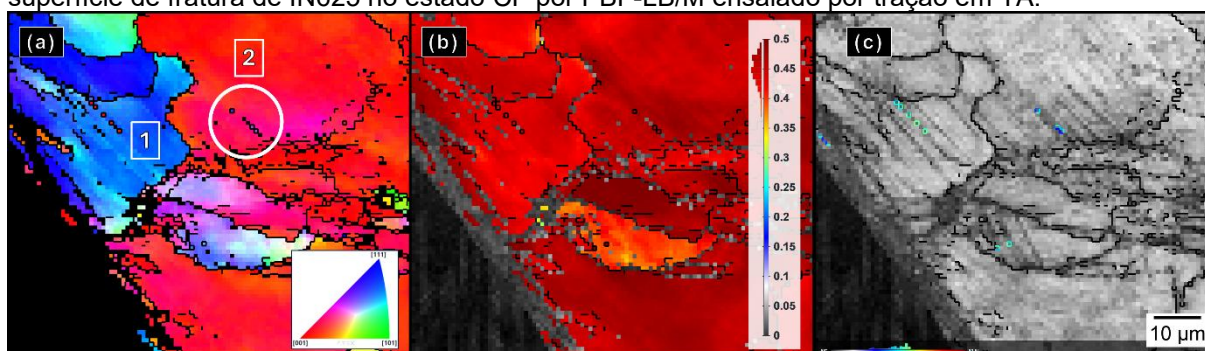
No material ensaiado em TC, a ocorrência de maclas de deformação se deu somente em um grão na região com orientação tendendo à direção da linha de simetria [001] – [101] da projeção estereográfica, e é desfavorável à formação dessas subestruturas, como indicado pelos maiores valores de m_x nos mapas de fator de Schmid na Figura 80, e dessa forma estavam mais propensos a encruarem pelo movimento de discordâncias. Nesse caso, a diminuição temperatura do ensaio favorece a maclação mecânica ao surtir dois efeitos, sendo um deles a redução da EDE do material, e o outro no aumento do valor da TCC para início da movimentação das discordâncias. O mesmo fenômeno de formação de maclas de deformação em grão com mesma orientação desfavorável do material ensaiado em TC foi observado por Gutierrez *et al.*¹⁹⁴, e os autores o associaram ao acúmulo de tensões e aos gradientes de deformação nos contornos dos grãos. Yang *et al.*¹⁹⁵ também relataram maclação mecânica em grãos com essa orientação. Nesse caso, a maclagem mecânica em grãos que possuem essa orientação pode ocorrer sem necessariamente a ativação do sistema de deslizamento conjugado⁸⁶.

Ainda, grãos com orientação cristalográfica que tendem a direção <101> são menos propensos a barreiras de Lomer-Cottrell de serem formadas, pois a ativação dos sistemas de deslizamento secundários ocorre primeiramente em grãos que possuem outras orientações cristalográficas mais favoráveis, tal como a <111>, que apesar de apresentar menos sistemas de deslizamento que a <001>, são mais favoráveis de a interação de discordâncias deslizando em múltiplos sistemas se fazer presente. Em não ocorrendo a interação entre os defeitos em planos distintos, o arranjo de discordâncias imóveis não é formado, e a recombinação das discordâncias parciais em unitária para assim permitir o movimento por escorregamento com desvio pelos obstáculos não se faz necessária. Nesse caso, a formação de maclas de deformação pode ter ocorrido tanto como mecanismo de deformação alternativo ao movimento das discordâncias como no alívio das tensões internas acumuladas durante o encruamento do material ensaiado em TC.

Como foi observado no material ensaiado em TA, a continuidade da orientação cristalográfica entre grãos adjacentes favoreceu a indução da maclação mecânica de um para outro. Em contraste, no material ensaiado em TC, observou-se que, embora os grãos que apresentaram maclação mecânica tivessem orientação tendendo a linha de simetria $[001] - [101]$, o grão adjacente exibiu coloração predominantemente verde nos mapas de orientação cristalográfica, com orientação tendendo a linha de simetria $[101] - [111]$. Do ponto de vista cristalográfico, o grão com orientação tendendo a linha de simetria $[001] - [101]$ pode corresponder as direções $[013]$ ou $[023]$, e o que apresentou tendência a orientação à linha de simetria $[101] - [111]$ pode corresponder as direções $[101]$ ou $[\bar{1}22]$. Ambos possuem dois sistemas de deslizamento que podem ser ativados, entretanto, para o primeiro caso constituem-se de dois planos e uma direção em cada, enquanto para o segundo caso os dois sistemas compartilham o mesmo plano com orientações de deslizamento distintas. Devido a essa desorientação cristalográfica entre os grãos, a transferência de tensões foi insuficiente para induzir a maclação mecânica.

A formação de maclas de deformação também teve ocorrência no grão indicado pela seta preta próximo a fratura do material ensaiado em TA na Figura 79, o qual foi analisado a partir de mapas de orientação cristalográfica, de fator de Schmid e de contraste de banda, apresentados respectivamente na Figura 81(a, b, c).

Figura 81 - Presença de maclas de deformação com contornos $\Sigma 3$ reportados em grão na fronteira da superfície de fratura de IN625 no estado CF por PBF-LB/M ensaiado por tração em TA.



Fonte: o autor.

O grão identificado como [1] na Figura 81, localizado na fronteira da superfície de fratura, apresentou maclas de deformação, o que indica uma provável correlação com o processo de propagação da trinca. Tal evidência sugere que a emissão de discordâncias, associada à propagação da trinca em modo I, resultou na formação dessas subestruturas.

Na emissão de discordâncias durante a propagação da trinca, essas podem dissociar em parciais nos metais CFC, e uma falha de empilhamento é gerada e estende-se até a sua ponta. Se a fratura será dúctil ou frágil irá depender de como a propagação da trinca irá atuar após esse fenômeno^{196,197}.

Se a emissão de uma nova discordância parcial pela propagação da trinca ocorrer no mesmo plano que a emitida previamente, nenhum defeito de empilhamento é criado e essa discordância é emitida no interior do material, e um comportamento predominantemente dúctil é previsto. No caso da emissão de uma nova discordância parcial em um plano de deslizamento adjacente, então essa, juntamente com a emitida previamente, irão delimitar um defeito de empilhamento, em que nesse sentido, pode ser considerada como uma macla nanométrica com espessura de poucos átomos. Esse mecanismo irá favorecer apenas a formação de novas maclas de deformação, restringindo a plasticidade durante a propagação da trinca, e o comportamento do material será classificado como *quasi-frágil*^{196,197}, o que é agora confirmado para a condição do material CF pelas análises de EBSD.

Para a maclação mecânica causada pela propagação de trinca, a emissão de discordâncias ocorre preferencialmente em planos cristalográficos orientados a 70,5° em relação ao plano de fratura, em planos (111) coincidentes com a superfície de fratura, sendo que a ponta da trinca se propaga paralelamente à direção $[\bar{1}10]$. Esse mecanismo de maclação induzido por propagação de trinca é restrito aos grãos localizados nas fronteiras da superfície de fratura, e atua principalmente ao acomodar localmente as tensões na região adjacente à ponta da trinca¹⁹⁷.

Uma observação deve ser feita em relação ao material ensaiado em TC. A possibilidade do mecanismo de emissão de maclas de deformação pela propagação da trinca não é descartada devido ao caráter *quasi-frágil* ter sido mais predominante no ensaio nessas temperaturas, e a caracterização por EBSD irá depender se a região selecionada para análise contemplar um grão em que esse fenômeno tenha ocorrido.

O grão com orientação $\langle 001 \rangle$ demarcado pelo número [2] na Figura 83 também exibiu a formação de maclas de deformação. Durante a deformação plástica, os grãos normalmente desenvolvem uma textura de deformação devido a sua rotação, o que, entretanto, se dá de forma gradual, e nem todos tenderão a uma direção com baixo fator de Schmid¹⁹⁸. Esse é o caso de grãos com orientação $\langle 001 \rangle$, em que mesmo com a aplicação de um elevado grau de deformação preservam sua orientação, e o mecanismo de deformação por deslizamento de discordâncias é prevalecido.

A orientação $\langle 001 \rangle$ apresenta, teoricamente, o maior número de sistemas de deslizamento potencialmente ativos em metais com estrutura CFC, sendo quatro planos com duas direções cada, embora apenas uma direção seja efetivamente operante, o que faz com que seja improvável a atuação da maclagem mecânica como mecanismo alternativo de deformação⁸⁴. A atuação dos sistemas de deslizamento secundários em grãos com essa orientação ocorre somente se a TCC para esses for menor que a do sistema de deslizamento primário.

Dessa forma, é plausível assumir que pode existir uma competição entre a ativação dos sistemas de deslizamento secundários e da atuação da maclação mecânica quanto a energia necessária para cada mecanismo. Supõe-se então que a tensão de cisalhamento crítica para a ativação dos sistemas de deslizamento secundários foi maior que para a formação de maclas de deformação no grão com orientação $\langle 001 \rangle$, resultando nesse mecanismo de deformação, o qual não é previsto de acordo com as análises do fator de Schmid.

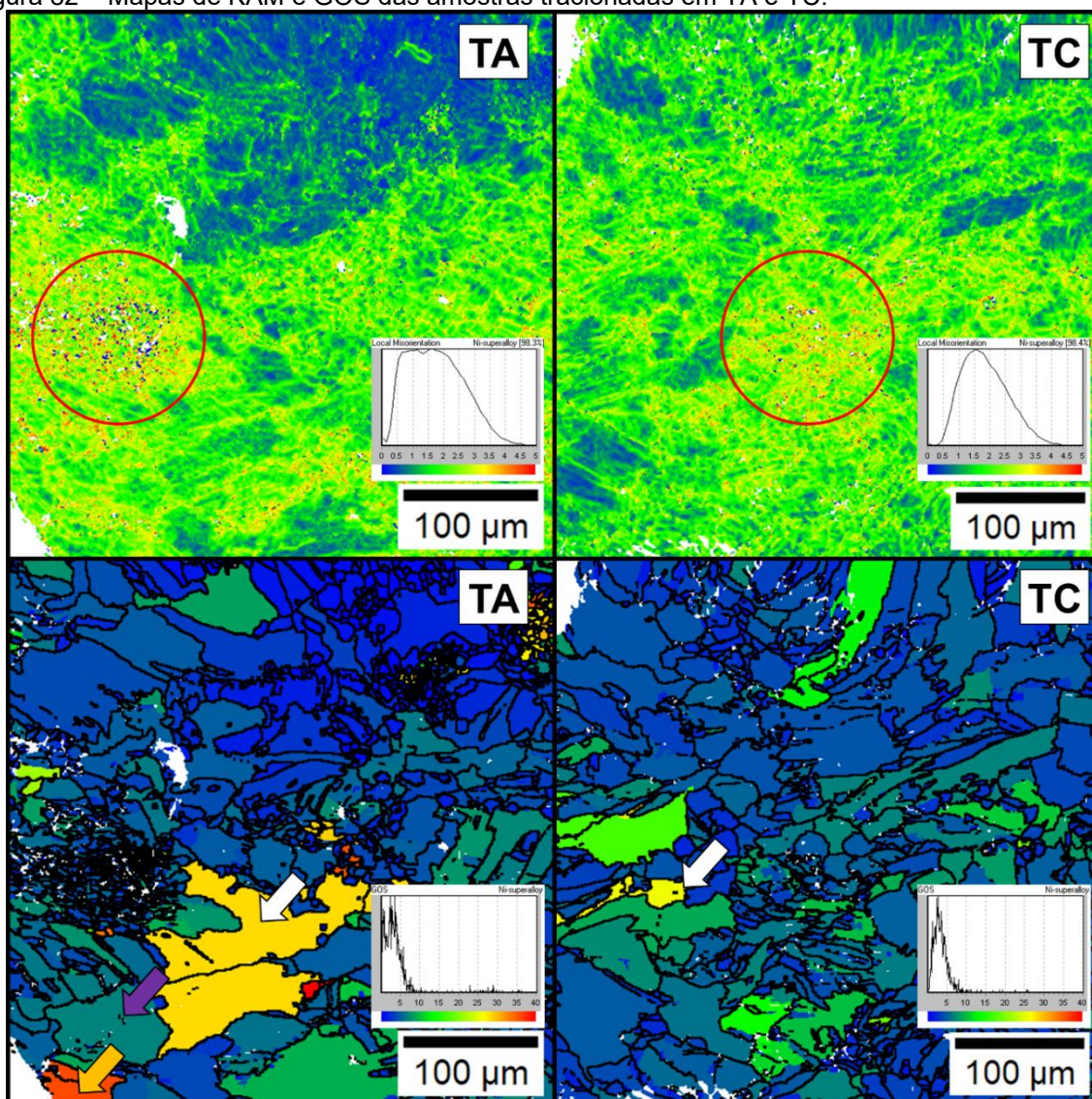
Ainda, considerando que a maclação mecânica exigiu uma tensão menor que a da ativação de outros sistemas de deslizamento, então a continuidade da deformação pela movimentação de discordâncias se deu apenas nos sistemas de deslizamentos que compreendem uma tensão de cisalhamento tão baixa quanto a que deu origem a macla de deformação⁹⁰, o que acaba não sendo dubitável para o grão com orientação $\langle 001 \rangle$, que apresenta o maior número de sistemas de deslizamento preliminarmente ativos dentre todas as orientações da projeção estereográfica para metais com estrutura cristalina CFC.

Salienta-se que as interpretações percorridas no presente trabalho na análise dos mecanismos de deformação podem estar acompanhadas de alguns equívocos. Jung *et al.*¹⁹⁹ realçam a infidelidade de associar o fator de Schmid a ocorrência da maclação mecânica, em que esse não contempla todas as virtudes necessárias como técnica analítica passível de descrever o comportamento de um grão durante a deformação plástica, principalmente após um elevado grau de deformação do material. Considerando o alongamento total exibido pelos CPs em questão (8% em TA e 5% em TC), deve-se questionar a fidelidade dos resultados apresentados na análise do fator de Schmid do presente trabalho, em que, em não se sabendo a orientação dos grãos a priori do ensaio e os meios pelos quais adquiriram suas orientações após a deformação, não se pode afirmar com certeza os meios pelos quais os mecanismos de deformação foram adotados.

A análise do estado dos grãos deformados foi realizada a partir de mapas de KAM e de GOS. Mapas de KAM são obtidos na comparação de desorientação de um *pixel* com seus *pixels* vizinhos em um mesmo grão, sendo utilizado na análise do nível de energia elástica acumulada associada as discordâncias geometricamente necessárias geradas como meio de acomodar as tensões residuais causadas pelos elevados ciclos térmicos do processo no caso da fabricação por PBF-LB/M. Mapas de GOS são obtidos comparando o desvio médio entre a orientação de um *pixel* em relação a orientação média do grão a qual pertence, sendo que maiores valores de GOS indicam um acúmulo heterogêneo da deformação²⁰⁰.

Os mapas de KAM e GOS estão apresentados na Figura 82 para o IN625 no estado CF por PBF-LB/M ensaiado por tração em TA e TC.

Figura 82 – Mapas de KAM e GOS das amostras tracionadas em TA e TC.



Fonte: o autor.

Comparando os mapas de KAM na Figura 82, é possível notar que valores maiores e mais distribuídos foram obtidos para o material ensaiado em TA, associado com a maior ductilidade desses no ensaio de tração. Um maior valor de KAM foi reportado na região indicada pelos círculos vermelhos no material ensaiado em ambas as temperaturas. Nessas, os grãos são mais refinados, e acabam sendo circundados por uma maior quantidade de grãos vizinhos, sendo mais dispersas as orientações cristalográficas entre eles, o que propicia um maior acúmulo de discordâncias geometricamente necessárias em seus contornos. Essa análise indica que os grãos refinados são mais favoráveis a acumularem uma maior deformação plástica, como previsto pela lei de Hall-Petch²⁰¹.

Outra possível explicação para a ocorrência de maclação mecânica no material ensaiado em TA pode ser atribuída à distribuição heterogênea das tensões internas, conforme evidenciado pelos mapas de KAM. Como discutido anteriormente, as discordâncias geometricamente necessárias concentraram-se em regiões compostas por grãos refinados, o que, no caso do material ensaiado em TA, ocorreu nas proximidades de um grão com orientação [112]. Nesse contexto, o acúmulo local de tensões internas, causado tanto pela formação de discordâncias geometricamente necessárias quanto pela incompatibilidade na transmissão dessas tensões para os grãos adjacentes, contribuiu para a ativação da maclação mecânica em um grão cuja orientação cristalográfica favorecia esse mecanismo, devido à sua rotação em direção à linha de simetria [001] – [111]^{202,203}.

Maiores valores de GOS foram reportados nos grãos indicados pelas setas em branco do material ensaiado nas duas temperaturas. Nesses, houve a formação de maclas de deformação, e apresentaram um gradiente de cores em relação a orientação cristalográfica, aumentando o grau de desorientação interna. Os valores de GOS foram inconstantes em relação a orientação cristalográfica dos grãos da amostra ensaiada TA. Um maior valor de GOS foi observado no grão possuindo orientação <001> presente na fronteira da fratura, e um menor valor de GOS foi reportado em um grão com mesma orientação cristalográfica em que foi caracterizada a presença de maclação mecânica, indicados pelas setas laranja e roxa respectivamente. Isso sugere que, assim como o fator de Schmid, mapas de GOS não predizem os mecanismos de deformação após o encruamento, e que a presença de maclas de deformação em grãos não é sinônimo dos mesmos serem reportados nessa análise como os que sofreram uma maior deformação.

5.6.2 Conjectura sobre os mecanismos de deformação

Considerando as análises realizadas por EBSD e nas curvas da taxa de encruamento, as seguintes observações são sintetizadas quanto aos mecanismos de deformação plástica atuantes no IN625 CF por PBF-LB/M ensaiado em TA e TC.

As análises de EBSD concentraram-se principalmente na caracterização das maclas de deformação observadas após a deformação plástica do material. A ocorrência desse mecanismo alternativo de deformação está diretamente condicionada tanto às características microestruturais do material quanto às condições de ensaio empregadas.

Em termos microestruturais, a formação de maclas de deformação é favorecida em ligas metálicas com estrutura cristalina CFC que apresentem baixos valores de EDE, uma vez que a mobilidade das discordâncias é restringida, facilitando a nucleação de maclas de deformação. A literatura²³ reporta que a EDE do IN625 pode variar amplamente, desde 35 até 75 mJ/m², dependendo da sua composição química e proporção relativa dos elementos de liga. Embora a matriz de níquel apresente, isoladamente, elevada EDE, a adição de Nb, Mo e Cr reduz significativamente esse valor, tornando a atuação da maclação mecânica energeticamente viável mesmo em ligas CFC.

No presente estudo, embora o valor exato da EDE para o IN625 na condição CF não tenha sido estimado, a presença de maclas de deformação no material ensaiado em ambas as condições de temperatura indica que o valor efetivo da EDE se situa na faixa baixa a intermediária, permitindo a ativação desse mecanismo de deformação plástica alternativo ao movimento das discordâncias.

Ainda, a estrutura atômica desordenada da matriz de níquel contendo diversos elementos de liga no IN625 faz com que a deformação por deslizamento de discordâncias seja dificultada devido as interações com átomos de soluto, tais como Nb e Mo, e que no estado CF por PBF-LB/M do material, apresentam-se segregados em regiões interdendríticas. Esses elementos atuam como pontos de travamento à mobilidade das discordâncias ao criarem campos de tensão que interagem com os das discordâncias, favorecendo o acúmulo local de tensões e consequentemente a formação de maclas de deformação¹⁷. Essa afirmação é corroborada pelas análises de EBSD, que revelaram regiões com elevada densidade de discordâncias

necessárias, compatível com o comportamento esperado para a ativação da maclação mecânica.

Como foi observado nas análises de EBSD, o material ensaiado em TA apresentou a formação majoritária de maclas de deformação em grãos alinhados nessa direção. A afirmação de que o grão com orientação $\langle 112 \rangle$ rotacionou em direção ao eixo de simetria $[001]$ - $[111]$ no CP#02 se dá na comparação da taxa de encruamento do primeiro regime das curvas apresentada pelo CP#01, o qual igualou-se ao do material ensaiado em TC. Esse comportamento está intimamente relacionado com a orientação dos grãos a priori dos ensaios²⁰⁴. A orientação $\langle 111 \rangle$ é a que promove um maior encruamento inicial nos metais com estrutura CFC devido a ativação simultânea de múltiplos sistemas de deslizamento, em que na interação entre discordâncias parciais movendo-se em diferentes planos são geradas barreiras de Lomer-Cottrell que atuam impedindo o movimento de outras.

O material na sua condição CF por PBF-LB/M que foi ensaiado em TC apresentou a formação dessas subestruturas em grãos com orientação tendendo a $[101]$, que por consequência exibiram um elevado fator de Schmid e, dessa forma, estavam mais propensos a deformarem pelo movimento de discordâncias.

A maior taxa de encruamento no segundo regime das curvas no ensaio em TC pode estar associada tanto pela formação de maclas de deformação, embora essas subestruturas também tenham sido identificadas pela análise de EBSD no material ensaiado em TA, como também pela maior eficiência das barreiras de Lomer-Cottrell em dificultar o movimento de discordâncias por escorregamento com desvio nessas temperaturas¹⁹⁹. Ainda, a formação das maclas de deformação pode ter atuado dualmente como mecanismo de deformação ou no alívio de tensões internas do material substituto ao escorregamento com desvio pelas discordâncias.

Considerando as curvas da taxa de encruamento do material ensaiado em TC, em um primeiro momento é observado uma diminuição nos valores ao final do segundo regime, sendo esse caracterizado quando o movimento das discordâncias passa a ocorrer por escorregamento com desvio devido a interação destas deslizando em múltiplos sistemas de deslizamento. Nesse caso, quando as maclas de deformação são formadas sem que os sistemas de deslizamento secundários sejam ativados, o que é possível nos grãos com orientação $\langle 101 \rangle$, ocorre pouca interação entre essas subestruturas e as discordâncias pois essas se fazem presentes apenas em um plano cristalográfico. Assim, a maclação mecânica contribui inicialmente

apenas com a continuidade da deformação plástica do material sem que apresente efeitos de encruamento, uma vez que não são exigidas maiores tensões para tal, atuando no alívio das tensões internas impostas sobre o material.

A queda da taxa de encruamento é logo procedida por um aumento nos valores quando maiores tensões são exercidas sobre o material, e a formação das maclas de deformação ocorre também em outros planos após a orientação geral do grão ter rotacionado na direção da linha de simetria [001]-[101]. Dessa forma, as maclas de deformação passam a interagir com as discordâncias, em que os contornos dessas subestruturas atuam como obstáculo ao seu movimento, subdividindo o grão em regiões de tal forma que a aplicação de maiores tensões para que haja a continuidade da deformação plástica é análogo ao efeito de Hall-Petch. Nesse momento, as maclas mecânicas são associadas como mecanismos de deformação por elevarem as taxas de encruamento do material, apesar de o reduzirem no momento que são formadas apenas em um plano cristalográfico^{98,205}.

Outro caso em que as maclas de deformação agem como mecanismo de alívio de tensões se dá quando, após sua nucleação, possibilitam a movimentação das discordâncias, não atuando como uma barreira ao movimento das discordâncias, e sim como uma interface que é produzida quando o material não comporta um maior encruamento, o que possibilita a continuidade da deformação plástica⁹⁰.

Os meios pelo qual se dão a interação entre a discordância com o contorno da macla dependem, dentre outros fatores, do caráter desse defeito, podendo ser do tipo cunha, hélice ou uma parcial de Shockley, e da EDE do material, que irá determinar a distâncias com que as discordâncias parciais são dissociadas e, dessa forma, a facilidade com que se dá a mobilidade dessas pela microestrutura¹⁹³.

Compreende-se ainda que a interação entre discordâncias e contornos de macla envolve reações energeticamente desfavoráveis⁸⁶. Para tanto, é necessário que haja um empilhamento extenso de discordâncias sobre algum obstáculo e que a tensão aplicada seja suficiente para promover a movimentação da primeira discordância do empilhamento pelo defeito por escorregamento com desvio. Essas são as duas condições necessárias previstas pelas teorias desenvolvidas até então para que sejam formadas as maclas de deformação: um acúmulo nas tensões internas do material e o movimento coordenado de discordâncias parciais^{90,206}.

Discordâncias do tipo hélice possuem maior facilidade em obstruírem obstáculos a sua movimentação por escorregamento com desvio, sendo esse o meio

pelo qual se dá a mudança de plano de deslizamento o qual permite sua mobilidade durante o estágio de recuperação dinâmica da deformação plástica, e realizam-no também quando interceptam um contorno de macla de deformação. Porém, para que discordâncias parciais realizem o mesmo, é necessário que haja a recombinação delas em uma unitária, e a energia envolvida nesse processo será tão maior quanto menor for a EDE do material. Discordâncias do tipo cunha, as quais não realizam facilmente o escorregamento com desvio, também são responsáveis por aumentarem a energia interna do material quando, ao interceptarem um contorno de macla de deformação, exigirem maiores tensões para que sua mobilidade seja restaurada, a qual se dá ao dissociarem-se em parciais após o empilhamento de uma elevada quantidade desse defeito sobre o contorno de macla¹⁹³.

Após a discordância realizar o escorregamento com desvio, pode movimentar-se novamente pela microestrutura com sua dissociação em parciais, e uma falha de empilhamento é gerada, aliviando assim a tensão interna acumulada pelo empilhamento sucessivo dos defeitos no contorno da macla²⁰⁷. Essa falha de empilhamento pode ser interpretada como uma macla de deformação, e processo sucessivo do escorregamento de discordâncias parciais contribui com o aumento na sua espessura conforme mais falhas de empilhamento são geradas.

De acordo com as observações na análise de EBSD do material ensaiado em TC, os resultados obtidos no presente trabalho apresentam-se congruentes a teoria de Fujita-Mori levantada para a formação de maclas de deformação, que assume que discordâncias parciais possam realizar um escorregamento com desvio ao dissociarem-se em outras parciais quando são ativados mais de um sistema de escorregamento^{90,208}.

Essa teoria é uma adaptação da que foi proposta por Cohen e Weertman, em que nessa é necessitada a presença de barreiras de Lomer-Cottrell que promovem a dissociação das discordâncias. Apesar do arranjo de discordâncias imóveis não ter sido levantado como possibilidade em questão da orientação do grão no material ensaiado em TC que foi caracterizado a maclação mecânica, pode-se originar da interação sucessiva de maclas de deformação e defeitos de empilhamento, e, portanto, podem ter se tornado o mecanismo atuante em estágios posteriores^{208,209}.

Em todo caso, as maclas de deformação formadas no material ensaiado tanto em TA quanto em TC estão de acordo com a teoria de Mahajan e Chin, uma vez que ocorreram em grãos que possuíam mais de um sistema de deslizamento ativo. A

morfologia das maclas assemelha-se ao proposto por Cohen e Weeterman, com lamelas de maclas imperfeitas que se intercalam com a matriz²⁰⁸.

As análises contempladas no presente trabalho não se estendem a prever o comportamento mecânico de outros IN625 fabricados nem por PBF-LB/M nem por rotas convencionais. Deve-se salientar que, mesmo quando fabricado por processos tradicionais, a variação na composição química do IN625 afeta principalmente a EDE do material, e, por isso, há divergências entre os mecanismos de deformação atuantes. Pode-se afirmar para o presente trabalho que o IN625 em seu estado CF por PBF-LB/M pode apresentar a formação de maclas de deformação mesmo em temperatura ambiente, o que indica que o processo de fabricação complexo envolvido na obtenção do material afetou sua EDE de tal forma que a maclação mecânica não dependeu exclusivamente do ensaio em temperatura criogênica para que esse mecanismo alternativo de deformação plástica se tornasse atuante, podendo haver variações locais dessa propriedade na microestrutura do material²¹⁰.

Outro fator que afeta a probabilidade da ocorrência de maclação mecânica em metais com estrutura cristalina CFC fabricados por PBF-LB/M é a indução de defeitos durante o processo. Uma vez que são empregadas taxas de resfriamento extremamente elevadas (da ordem de 10^5 a 10^6 K/s), microestruturas não-equilibradas e de elevado nível de tensão interna são obtidas, caracterizadas por uma alta densidade de discordâncias residuais, especialmente do tipo geometricamente necessárias, oriundas dos intensos gradientes térmicos e das restrições volumétricas impostas camada a camada. Tais discordâncias pré-existentes desempenham papel fundamental na seleção e modulação dos mecanismos de deformação atuantes durante carregamentos mecânicos subsequentes¹⁹⁵.

A elevada densidade de discordâncias impostas pelo processo de PBF-LB/M favorece a ocorrência precoce de interações entre discordâncias móveis e estacionárias, aumentando significativamente a taxa de encruamento logo nos estágios iniciais da deformação plástica, como foi reportado principalmente para o material na condição E. Isso modifica a cinética dos mecanismos de deformação atuantes, em que tende a ser menos homogênea, com a concentração localizada de tensões favorecendo a nucleação de maclas de deformação, especialmente em grãos onde os sistemas de deslizamento primários encontram-se inicialmente desfavorecidos pela orientação cristalográfica.

Além disso, as discordâncias pré-existentes atuam como fontes de multiplicação secundárias e promovem a ativação de sistemas de deslizamento secundários e terciários, mesmo em grãos com orientações que, teoricamente, apresentariam baixa tendência à rotacionarem durante a deformação plástica, como no caso da $\langle 001 \rangle$. Essa condição pode levar à ativação prematura de mecanismos alternativos, como maclação mecânica, como foi observado nas análises de EBSD para o material na condição CF ensaiado em TA. Para tanto, a TCC para ativar novos sistemas de deslizamento num grão encruado deve ser superior à requerida para nucleação de uma macla de deformação.

Do ponto de vista da orientação cristalográfica, o IN625 impresso por PBF-LB/M tende a exibir texturas preferenciais relacionadas à direção de crescimento epitaxial, com predomínio de orientações do tipo $\langle 001 \rangle$ paralelos a direção de fabricação, embora a rotação de 67° na direção de varredura do laser a cada camada adotada no presente trabalho tenha provavelmente diminuído a evolução de uma textura mais proeminente. Essa orientação dos grãos, embora mais estável e resistente à rotação durante a deformação, apresenta a ativação restrita de sistemas de deslizamento e alto fator de Schmid, e que quando associadas a uma microestrutura fortemente encruada por discordâncias pré-existentes, podem se tornar locais potenciais para a ocorrência de mecanismos alternativos de deformação, tal como a maclação mecânica. Deve-se ressaltar que as análises de EBSD não foram realizadas na superfície paralela a direção de fabricação do material, e, portanto, análises posteriores são fundamentais para uma correta caracterização do material no seu estado pós-deformado.

6 CONCLUSÕES

- 1) Com relação ao efeito dos parâmetros de processamento aos tratamentos térmicos:
 - a) A variação nos parâmetros de processo empregadas resultaram em uma elevada densificação em pelo menos 95% das amostras, o que foi confirmado conjuntamente em análises metalográficas e pela técnica de Arquimedes.
 - b) A solubilização isolada não promoveu recristalização completa, enquanto o envelhecimento direto preservou a microestrutura colunar dendrítica e favoreceu a precipitação de carbeto — características mantidas após a aplicação sequencial dos dois tratamentos térmicos.
- 2) Com relação ao efeito da temperatura nos ensaios de tração:
 - c) Em ambas as temperaturas de ensaio, as condições CF e E apresentaram propriedades mecânicas semelhantes, com os maiores valores de LE e LRT, destacando-se maior alongamento para CF. Da mesma forma, as condições S e S+E, submetidas à solubilização, também exibiram comportamentos mecânicos próximos.
 - d) A presença de porosidade do tipo *lack of fusion* nos corpos de prova e o modo I de propagação de trincas resultaram em comportamento quasi-frágil para as condições CF e E, com menor alongamento total em temperatura criogênica (TC) em comparação à temperatura ambiente (TA).
- 3) Com relação ao efeito da temperatura nos mecanismos de deformação:
 - e) Na condição CF, a formação de maclas de deformação ocorreu preferencialmente em grãos com orientação $\langle 112 \rangle$ em TA, e em TC em um único grão com orientação próxima à linha de simetria $[001]$ – $[101]$, esse associado a maiores valores do fator de Schmid.
 - f) Todas as condições ensaiadas em TC apresentaram aumento na taxa de encruamento no segundo regime das curvas. O maior expoente de encruamento foi observado nas amostras S+E, devido ao maior alongamento, enquanto as amostras E, embora com menor expoente, mostraram maior taxa de encruamento no primeiro regime.

REFERÊNCIAS

- 1 MOURITZ, A. P. **Introduction to aerospace materials**. Inglaterra: Woodhead Publishing, 2012.
- 2 SIMS, C. T. A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists. *In: Superalloys 1984*, 1984, Champion. **Proceedings...** Champion: Metallurgical Society of AIME, 1984, p. 399 – 419.
- 3 YANG, L. et al. **Additive manufacturing of metals**: The technology, materials, design and production. Suíça: Springer International Publishing, 2017.
- 4 DAVIS, J. R. **ASM specialty handbook**: Nickel, Cobalt, and their alloys. Estados Unidos: ASM International, 2000.
- 5 WANG, J.; ZHANG, X. Twinning effects on strength and plasticity of metallic materials. **MRS Bulletin**, v. 41, n. 4, p. 274–281, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1557/mrs.2016.67>. Acesso em: 6 abr. 2025.
- 6 LIU, M. et al. Comparison in deformation behavior, microstructure, and failure mechanism of nickel base alloy 625 under two strain rates. **Materials**, v. 14, n. 10, p. 2652, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma14102652>. Acesso em: 2 abr. 2025.
- 7 SINGH, J. B.; CHAKRAVARTTY, J. K.; SUNDARARAMAN, M. Work hardening behaviour of service aged Alloy 625. **Materials Science and Engineering: A**, v. 576, p. 239–242, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.03.091>. Acesso em: 24 fev. 2025.
- 8 MEGAHED, S. et al. Micro-twinning in IN738LC manufactured with laser powder bed fusion. **Materials**, v. 16, p. 5918, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma16175918>. Acesso em: 6 abr. 2025.
- 9 OMAR, A. et al. Effect of microstructure on recovery in strain hardening rate in superalloy 625. **Materials Science and Engineering: A**, v. 925, p. 147915, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2025.147915>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 10 ZHANG, S., ZHAO, D. **Aerospace Materials Handbook**. Estados Unidos: CRC Press, 2016.
- 11 REED, R. C. **The superalloys**: fundamentals and applications. Estados Unidos: Cambridge University Press, 2006.
- 12 ASM International. **ASM handbook Vol. 2**: Nonferrous alloys and special-purpose materials. Estados Unidos: ASM International, 1990.
- 13 GEDDES, B.; HUGO, L.; HUANG, X. **Superalloys**: Alloying and Performance. Estados Unidos: ASM International, 2010.

- 14 SIMS, C. T.; STOLOFF, N. S.; HAGEL, W. C. **Superalloys II: High-temperature materials for aerospace and industrial power**. Nashville, TN, USA: John Wiley & Sons, 1987.
- 15 JENA, A. K.; CHATURVEDI, M. C. The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys. **Journal of Materials Science**, v. 19, p. 3121–3139, 1984. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF00549796>. Acesso em: 23 mar. 2023.
- 16 MEYERS, M. A., CHAWLA, K. K. **Mechanical behavior of materials**. 2 ed. Inglaterra: Cambridge University Press, 2008.
- 17 SMALLMAN, R. E., BISHOP, R. J. **Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering: Science, process, applications**. 6 ed. Inglaterra: Butterworth-Heinemann, 1999.
- 18 HAIDEMENOPOULOS, G. N. **Physical metallurgy: Principles and design**. 1 ed. Estados Unidos: CRC Press, 2018
- 19 ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, R. E. **Physical metallurgy principles**. 4 ed. Estados Unidos: Cengage Learning, 2008.
- 20 HOSFORD, W.F. **Mechanical Behavior of Materials**. 2 ed. Inglaterra: Cambridge University Press, 2009.
- 21 COURTNEY, T. H. **Mechanical behavior of materials**. 2 ed. Estados Unidos: Waveland Press, 2005.
- 22 EISELSTEIN, H. L.; TILLACK, D. J. The invention and definition of Alloy 625. *In: Superalloys 718, 625 And Various Derivatives*, 1991, Pittsburgh. **Proceedings...** Pittsburgh: The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, p. 1–14,
- 23 SINGH, J. B. **Materials horizons: from nature to nanomaterials – Alloy 625 microstructure, properties and performance**. Singapura: Springer, 2022.
- 24 FLOREEN, S.; FUCHS, G. E.; YANG, W. J. The metallurgy of Alloy 625. *In: Superalloys 1994*, 1994, Pittsburgh. **Proceedings of the International Symposium on Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives** Pittsburgh: The Minerals, Metals & Materials Society, 1994, p. 13 – 37.
- 25 GESSINGER, G. H. **Powder Metallurgy of Superalloys**. Inglaterra: Cambridge University Press, 1984.
- 26 SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS. AMS 2774. Heat treatment of wrought nickel alloys. Estados Unidos, p. 1 – 31, 2016.
- 27 CHANDLER, H. **Heat treater's guide: Practices and procedures for nonferrous alloys**. 1 ed. Estados Unidos: ASM International, 1996.

- 28 DONACHIE, M. J. **Superalloys: A Technical Guide**. 2. ed. Estados Unidos: ASM International, 2002.
- 29 SMITH, G. D.; TILLACK, D. J.; PATEL, S. J. Alloy 625: impressive past, significant presence, awesome future. *In: Superalloys 718, 625, 706 And Various Derivatives*, 2001, Pittsburgh. **Proceedings...** Pittsburg: The Minerals, Metals & Materials Society, 2001, p. 35 – 46.
- 30 KUTZ, M. (ED.). **Mechanical engineers' handbook, volume 1: Materials and engineering mechanics**. 4. ed. Nashville, TN, USA: John Wiley & Sons, 2015.
- 31 BOURELL, D.; FRANZIER, W.; SEIFI, M. **ASM Handbook, Volume 24: Additive Manufacturing Processes**. 1 ed. Estados Unidos: ASM International, 2020.
- 32 GODEC, D. et al. **A guide to additive manufacturing**. Cham, Switzerland: Springer Nature, 2022.
- 33 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 52900: Manufatura Aditiva – Princípios Gerais – Terminologia. Rio de Janeiro. 2018.
- 34 MOSTAFAEI, A.; et al. Additive manufacturing of nickel-based superalloys: a state-of-the-art review on process-structure-defect-property relationship. **Progress in Materials Science**, v. 136, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2023.101108>. Acesso em: 30 out. 2023.
- 35 YADROITSEV, I.; et al. **Fundamentals of laser powder bed fusion of metals**. Estados Unidos: Elsevier, 2021.
- 36 ABD-ELAZIEM, W.; et al. On the current research progress of metallic materials fabricated by laser powder bed fusion process: a review. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 20, p. 681–707, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.07.085>. Acesso em: 21 nov. 2023.
- 37 BRANDT, M. **Laser additive manufacturing: materials, design, technologies, and applications**. 1 ed, Inglaterra: Woodhead Publishing, 2016
- 38 SHOEMAKER, L. E. Alloys 625 and 725: trends in properties and applications. *In: Superalloys 718, 625, 706 And Various Derivatives*, 2005, Pittsburgh. **Proceedings of the International Symposium on Superalloys 718, 625, 706 And Various Derivatives** Pittsburgh: The Minerals, Metals & Materials Society, 2005, p. 409-418.
- 39 MOSALLANEJAD, M. H.; et al. Untapped opportunities in additive manufacturing with metals: from new and graded materials to post-processing. **Metals**, v. 14, n. 4, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/met14040425>. Acesso em: 10 ago. 2024.
- 40 SUN, Z.; et al. Simultaneously enhanced strength and ductility for 3D-printed stainless steel 316L by selective laser melting. **NPG Asia Materials**, v. 10, n. 4,

- p. 127–136, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/s41427-018-0018-5>. Acesso em: 16 ago. 2024.
- 41 TAGHIAN, M.; et al. Laser powder bed fusion of metallic components: latest progress in productivity, quality, and cost perspectives. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 27, p. 6484–6500, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.11.049>. Acesso em: 26 ago. 2024.
 - 42 TIAN, Z. et al. A review on laser powder bed fusion of Inconel 625 nickel-based alloy. **Applied Sciences**, v. 10, n. 81, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/app10010081>. Acesso em: 28 dez. 2024.
 - 43 PANWISAWAS, C.; et al. Metal 3D printing as a disruptive technology for superalloys. **Nature Communications**, v. 11, 2327, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/s41467-020-16188-7>. Acesso em: 9 out. 2023.
 - 44 LIU, J.; WEN, P. Metal vaporization and its influence during laser powder bed fusion process. **Materials and Design**, v. 215, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110505>. Acesso em: 4 set. 2024.
 - 45 NARASIMHARAJU, S. R.; et al. A comprehensive review on laser powder bed fusion of steels: processing, microstructure, defects and control methods, mechanical properties, current challenges and future trends. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 75, p. 375–414, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.12.033>. Acesso em: 9 out. 2023.
 - 46 YEHOOROV, Y.; et al. Exploring the use of switchback for mitigating homoepitaxial unidirectional grain growth and porosity in WAAM of aluminium alloys. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 104, p. 1581–1592, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03959-w>. Acesso em: 13 nov. 2024.
 - 47 YAN, F.; XIONG, W.; FAIERSON, E. J. Grain structure control of additively manufactured metallic materials. **Materials**, v. 10, 1260, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma10111260>. Acesso em: 16 nov. 2024.
 - 48 LETENNEUR, M.; KREITZBERG, A.; BRAILOVSKI, V. The average grain size and grain aspect ratio in metal laser powder bed fusion: modeling and experiment. **Journal of Manufacturing and Materials Processing**, v. 4, 25, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/jmmp4010025>. Acesso em: 20 set. 2024.
 - 49 IDURY, K. S. N. S.; CHAKKRAVARTHY, V.; NARAYAN, R. L. Mechanical behavior of laser powder bed fusion processed Inconel 625 alloy. **Transactions of the Indian National Academy of Engineering**, v. 6, p. 975–990, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s41403-021-00269-0>. Acesso em: 6 abr. 2025.
 - 50 SANCHEZ, S.; et al. Powder bed fusion of nickel-based superalloys: a review. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v. 165, 2021.

- Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2021.103729>. Acesso em: 23 set. 2023.
- 51 LETENNEUR, M.; KREITCBERG, A.; BRAILOVSKI, V. Optimization of laser powder bed fusion processing using a combination of melt pool modeling and design of experiment approaches: density control. **Journal of Manufacturing and Materials Processing**, v. 3, 21, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/jmmp3010021>. Acesso em: 9 out. 2023.
 - 52 VOLPATO, G. M.; TETZLAFF, U.; FREDEL, M. C. A comprehensive literature review on laser powder bed fusion of Inconel superalloys. **Additive Manufacturing**, v. 55, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102871>. Acesso em: 30 out. 2023.
 - 53 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 52911-1: Manufatura Aditiva – Projeto – Parte 1: Fusão em leito de pó de metais a laser. Rio de Janeiro. 2021.
 - 54 MATHIAS, L. E. T. et al. Metal powder as feedstock for laser-based additive manufacturing: From production to powder modification. **Journal of Materials Research**, v. 39, p. 19–47, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1557/s43578-023-01271-8>. Acesso em: 15 maio 2025
 - 55 SON, J.-Y. et al. Effects of oxidized metal powders on pore defects in powder-fed direct energy deposition. **Micromachines**, v. 15, n. 2, p. 243, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/mi15020243>. Acesso em: 15 maio 2025.
 - 56 VOCK, S. et al. Powders for powder bed fusion: a review. **Progress in Additive Manufacturing**, v. 4, p. 383–397, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s40964-019-00078-6>. Acesso em: 15 maio 2025.
 - 57 SAUNDERS, M. How process parameters drive successful metal AM part production. **Metal Additive Manufacturing**, v. 4, n. 2, 2018. Disponível em: <https://www.metal-am.com/metal-additive-manufacturing-magazine-archive/metal-additive-manufacturing-vol-4-no-2-summer-2018/>. Acesso em: 08 nov. 2023.
 - 58 CHEN, G.; et al. A comparative study of Ti-6Al-4V powders for additive manufacturing by gas atomization, plasma rotating electrode process and plasma atomization. **Powder Technology**, v. 333, p. 38–46, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.04.013>. Acesso em: 21 ago. 2024.
 - 59 BERTOLI, U. S.; et al. On the limitations of volumetric energy density as a design parameter for selective laser melting. **Materials and Design**, v. 113, p. 331–340, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.037>. Acesso em: 8 nov. 2023.
 - 60 Tang, M., Pistorius, P.C., Montgomery, C. et al. Build Rate Optimization for Powder Bed Fusion. **J. of Materi Eng and Perform** 28, 641–647 (2019). <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3647-5>

- 61 CACACE, S.; SEMERARO, Q. On the lack of fusion porosity in L-PBF processes. **Procedia CIRP**, v. 112, p. 352–357, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.procir.2022.09.008>. Acesso em: 5 dez. 2023.
- 62 SALARIAN, M.; ASGARI, H.; VLASEA, M. Pore space characteristics and corresponding effect on tensile properties of Inconel 625 fabricated via laser powder bed fusion. **Materials Science and Engineering: A**, v. 769, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138525>. Acesso em: 9 out. 2023.
- 63 PARASCHIV, A.; et al. Laser powder bed fusion process parameters' optimization for fabrication of dense IN 625. **Materials**, v. 15, 5777, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma15165777>. Acesso em: 3 nov. 2023.
- 64 POULIN, J. R.; KREITZBERG, A.; BRAILOVSKI, V. Effect of hot isostatic pressing of laser powder bed fused Inconel 625 with purposely induced defects on the residual porosity and fatigue crack propagation behavior. **Additive Manufacturing**, v. 47, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102324>. Acesso em: 14 jul. 2024.
- 65 YADROITSEV, I.; et al. Strategy of manufacturing components with designed internal structure by selective laser melting of metallic powder. **Applied Surface Science**, v. 254, n. 4, p. 980–983, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.08.046>. Acesso em: 13 abr. 2023.
- 66 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. E 52911 – 1. Additive manufacturing — Design — Part 1: Laser-based powder bed fusion of metals. p. 1–15, 2019.
- 67 LINDWALL, G. et al. Simulation of TTT Curves for Additively Manufactured Inconel 625. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 50, n. 1, p. 457–467, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4959-7>. Acesso em: 20 set. 2023.
- 68 ZHANG, F. et al. Solid-state transformation of an additive manufactured Inconel 625 alloy at 700 °C. **Applied Sciences**, v. 11, n. 18, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/app11188643>. Acesso em: 16 nov. 2024.
- 69 MARCHESE, G. et al. Heat-treated Inconel 625 by laser powder bed fusion: microstructure, tensile properties, and residual stress evolution. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 33, p. 6825–6834, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11665-024-09235-7>. Acesso em: 27 jul. 2024.
- 70 SADEK, A. Optimization of the post-heat treatment of additively manufactured IN625. In: INTERNATIONAL FEDERATION FOR HEAT TREATMENT AND SURFACE ENGINEERING WORLD CONGRESS (IFHTSE 2024), 29., 2024, Cleveland, Ohio. **Proceedings...** Cleveland: ASM, 2024. p. 183–192. Disponível em: <https://doi.org/10.31399/asm.cp.ifhtse2024p0183>. Acesso em: 15 maio 2025.

- 71 KREITCBERG, A.; BRAILOVSKI, V.; TURENNE, S. Effect of heat treatment and hot isostatic pressing on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 alloy processed by laser powder bed fusion. **Materials Science and Engineering: A**, v. 689, p. 1–10, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.038>. Acesso em: 28 dez. 2024.
- 72 SONI, H. et al. A comprehensive review on effect of process parameters and heat treatment on tensile strength of additively manufactured Inconel-625. **Materials Today: Proceedings**, v. 47, p. 4866–4871, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.126>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 73 GONZÁLEZ-VELÁZQUEZ, J. L. **Mechanical Behavior and fracture of engineering materials**. Suíça: Springer Nature, 2019.
- 74 CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 9 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2018.
- 75 PADILHA, A. F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3.ed.rev.ampl. São Paulo: ABM, 2005. 232 p. ISBN 85-86778-80-X.
- 76 Padilha, A. F. **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**. São Paulo: HEMUS, 1997.
- 77 KUHLMANN-WILSDORF, D. Theory of workhardening 1934-1984. **Metallurgical Transactions A**, v. 16, p. 2091–2108, 1985. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF02670414>. Acesso em: 18 abr. 2025.
- 78 HUTCHINSON, J. W. **Advances in applied mechanics**: v. 23. Estados Unidos: Academic Press, 1983.
- 79 SEEGER, A. et al. Work-hardening and work-softening of face-centred cubic metal crystals. **Philosophical Magazine**, v. 2, n. 15, p. 323–350, 1957. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/14786435708243823>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 80 ROLLETT, A. D.; KOCKS, U. F. A review of the stages of work hardening. **University of North Texas Digital Library**, 1993. Disponível em: <https://digital.library.unt.edu/ark:/67531/metadc1342227/>. Acesso em: 18 abr. 2025.
- 81 HULL, D.; BACON, D. J. **Introduction to Dislocations**. 5. ed. Inglaterra: Butterworth-Heinemann, 2011.
- 82 HORSTEMEYER, M. F.; MCDOWELL, D. L. Modeling effects of dislocation substructure in polycrystal elastoviscoplasticity. **Mechanics of Materials**, v. 27, p. 145–163, 1998. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0167-6636\(97\)00037-9](https://doi.org/10.1016/S0167-6636(97)00037-9). Acesso em: 15 maio 2025.
- 83 TSCHIPTSCHIN, A. P. **Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**. 2.ed. São Paulo: IPEN, 2003.

- 84 HONEYCOMBE, R. W. K. **The plastic deformation of metals**. 2 ed. Inglaterra: American Society for Metals, 1984.
- 85 HAN, W. Z. et al. Combined effects of crystallographic orientation, stacking fault energy and grain size on deformation twinning in fcc crystals. **Philosophical Magazine**, v. 88, n. 24, p. 3011–3029, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/14786430802440908>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 86 RÉMY, L. The interaction between slip and twinning systems and the influence of twinning on the mechanical behavior of fcc metals and alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 12, p. 387–408, 1981. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF02648536>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 87 THOMAS, S. L.; HAN, J.; SROLOVITZ, D. J. The coupling of grain growth and twinning in FCC metals. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 580, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/580/1/012026>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 88 WEIDNER, A. **Deformation processes in TRIP/TWIP steels**: In-situ characterization techniques. Suíça: Springer Nature, 2020
- 89 DE COOMAN, B. C.; ESTRIN, Y.; KIM, S. K. Twinning-induced plasticity (TWIP) steels. **Acta Materialia**, v. 142, p. 283–362, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.06.046>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 90 CHRISTIAN, J. W.; MAHAJAN, S. Deformation twinning. **Progress in Materials Science**, v. 39, p. 1 – 157, 1995. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/0079-6425\(94\)00007-7](https://doi.org/10.1016/0079-6425(94)00007-7). Acesso em: 26 ago. 2024.
- 91 ZHANG, D. et al. Deformation Twinning (Update). **Reference Module in Materials Science and Materials Engineering**, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.02878-2>. Acesso em: 2 abr. 2025.
- 92 BEYERLEIN, I. J.; ZHANG, X.; MISRA, A. Growth twins and deformation twins in metals. **Annual Review of Materials Research**, v. 44, n. 1, p. 329–363, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070813-113447>. Acesso em: 6 abr. 2025.
- 93 NIEWCZAS, M. Dislocations and Twinning in Face Centred Cubic Crystals. In: Capítulo 75 - **Dislocations in Solids**, 13, 263–364, 2007. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1572-4859\(07\)80007-6](https://doi.org/10.1016/S1572-4859(07)80007-6). Acesso em: 15 maio 2025
- 94 MAHAJAN, S. Critique of mechanisms of formation of deformation, annealing and growth twins: Face-centered cubic metals and alloys. **Scripta Materialia**, v. 68, n. 2, p. 95–99, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.09.011>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 95 HEYE, W.; WASSERMANN, G. The formation of the rolling textures in FCC metals by slip and twinning. **Scripta Metallurgica**, v. 2, p. 205 – 208, 1968.

- Disponível em: [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(68\)90228-7](https://doi.org/10.1016/0036-9748(68)90228-7). Acesso em: 27 abr. 2025.
- 96 HUTCHINSON, B. Critical Assessment 16: Anisotropy in metals. **Materials Science and Technology**, v. 31, n. 12, p. 1393–1401, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/1743284715Y.0000000118>. Acesso em: 27 abr. 2025.
 - 97 LU, K.; LU, L.; SURESH, S. Strengthening materials by engineering coherent internal boundaries at the nanoscale. **Science**, v. 324, n. 5925, p. 349-352, 2009. Disponível em: <https://www.science.org/doi/10.1126/science.1159610>. Acesso em: 26 ago. 2024.
 - 98 MEYERS, M. A., VÖHRINGER, O., LUBARDA, V. A. The onset of twinning in metals: a constitutive description. **Acta Materialia**, v. 49, n. 19, p. 4025 – 4039, 2011. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00300-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00300-7). Acesso em: 15 maio 2025.
 - 99 REED, R. P.; CLARK, A. F. **Materials at Low Temperatures**. Estados Unidos: ASM International, 1983.
 - 100 NORDSTRÖM, J.; et al. TWIP and fracture behavior in the superalloy 625 at room and cryogenic temperatures. **Procedia Structural Integrity**, v. 23, p. 457–462, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.01.129>. Acesso em: 19 set. 2024.
 - 101 CHALAPATHI, D.; et al. Deformation twinning and the role of stacking fault energy during cryogenic testing of Ni-based superalloy 625. **Materials Science and Engineering: A**, v. 898, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.146404>. Acesso em: 19 set. 2024.
 - 102 POUDEL, A.; et al. Tensile deformation behavior of laser powder direct energy deposited Inconel 625: Cryogenic to elevated temperatures. **Materials Science and Engineering: A**, v. 889, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145826>. Acesso em: 19 set. 2024.
 - 103 SANDVIK. Osprey® 625 For Additive Manufacturing Data Sheet. Disponível em: <https://www.metalpowder.sandvik/siteassets/metal-powder/datasheets/new-datasheets-am/osprey-alloy-625.pdf> Acesso em: 10 de agosto de 2023.
 - 104 NAGATA, N.; BUENO, M. I. M. S.; PERALTA-ZAMORA, P. G. Métodos matemáticos para correção de interferências espectrais e efeitos interelementos na análise quantitativa por fluorescência de raios-X. **Química Nova**, v. 24, n. 4, p. 531–539, jul. 2001. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422001000400015>. Acesso em: 13 mar. 2024.
 - 105 ÖZBILEN, S. Satellite formation mechanism in gas atomised powders. **Powder Metallurgy**, v. 42, n. 1, p. 70–78, 1999. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/pom.1999.42.1.70>. Acesso em: 15 mar. 2024.

- 106ALI, U. et al. Identification and characterization of spatter particles and their effect on surface roughness, density and mechanical response of 17-4 PH stainless steel laser powder-bed fusion parts. **Materials Science and Engineering: A**, v. 756, p. 98–107, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.026>. Acesso em: 24 set. 2024.
- 107BEAUSIR, B.; FUNDENBERGER, J.-J. **Analysis Tools for Electron and X-ray Diffraction**. ATEX-software, Université de Lorraine - Metz, 2017. Disponível em: <www.atex-software.eu>.
- 108AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E 407 - 23 Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. p. 1–22, 2023.
- 109CARROZZA, A. et al. A comparative analysis between material extrusion and other additive manufacturing techniques: Defects, microstructure and corrosion behavior in nickel alloy 625. **Materials and Design**, v. 225, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.111545>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 110MONIER, L. et al. On the origin of grain refinement and twin boundaries in as-fabricated austenitic stainless steels produced by laser powder bed fusion. **Additive Manufacturing**, v. 61, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.103351>. Acesso em: 16 abr. 2024.
- 111AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM B822 – 20 Standard Test Method for Particle Size Distribution of Metal Powders and Related Compounds by Light Scattering. Pg. 1- 4, 2020.
- 112HUCK-JONES, D. Beyond particle size: exploring the influence of particle shape on metal powder performance. **Metal Additive Manufacturing**, v. 3, n. 4, 2017. Disponível em: <https://www.metal-am.com/metal-additive-manufacturing-magazine-archive/metal-additive-manufacturing-vol-3-no-4-winter-2017/>. Acesso em: 11 fev. 2024
- 113OMNITEK. **Equipamentos de Fusão Seletiva a Laser**. Disponível em: <https://www.omnitek.com.br/produto/equipamentos-de-fusao-seletiva-a-laser>. Acesso em: 13 jul. 2023.
- 114SCHINDELIN, J.; et al. Fiji: an open-source platform for biological-image analysis. **Nat Methods**, v. 9, p. 676–682, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/nmeth.2019>. Acesso em: 10 set. 2023.
- 115HARRISON, N. J. **Selective Laser Melting of Nickel Superalloys: solidification, microstructure and material response**. 2016. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Universidade de Sheffield, Sheffield, 2016. Disponível em: <https://etheses.whiterose.ac.uk/id/eprint/17033/>. Acesso em: 10 set. 2023.
- 116AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. F 3637 - 23. Standard Guide for Additive Manufacturing of Metal — Finished Part Properties — Methods for Relative Density Measurement. p. 1–6, 2023.

- 117 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. B 311 – 22. Standard Test Method for Density of Powder Metallurgy (PM) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity. p. 1–5, 2022.
- 118 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. B 962 – 17. Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle. p. 1–7, 2017.
- 119 NOWELL, M. M.; WITT, R. A.; TRUE, B. W. EBSD Sample Preparation: Techniques, Tips, and Tricks. **Microscopy Today**, v. 13, n. 4, p. 44-49, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1017/S1551929500053669>. Acesso em: 10 set. 2023.
- 120 TERNER, M.; LEE, J.; MARCHESE, G.; BIAMINO, S.; HONG, H.-U. Electron Backscattered Diffraction to Estimate Residual Stress Levels of a Superalloy Produced by Laser Powder Bed Fusion and Subsequent Heat Treatments. **Materials**, v. 13, p. 4643, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma13204643>. Acesso em: 24 fev. 2024.
- 121 WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M.; FIELD, D. P. A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction. **Microscopy and Microanalysis**, v. 17, n. 3, p. 316–329, 1 jun. 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1017/S1431927611000055>. Acesso em: 17 abr. 2024.
- 122 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E384-22 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. P. 1-40, 2022.
- 123 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. E8/E8M – 22. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. p. 1 – 31. 2022.
- 124 OriginPro 9, Versão 90E. OriginLab Corporation, Estados Unidos.
- 125 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. E646 – 15. Standard Test Method for Tensile Strain-Hardening Exponents (n -Values) of Metallic Sheet Materials. p. 1 – 9, 2016.
- 126 KALPAKJIAN, S.; SCHMID, S. R.; KOK, C.-W. **Manufacturing, Engineering and Technology**. 6. ed. Singapura: Pearson Education Centre, 2009.
- 127 QI, H.; AZER, M.; RITTER, A. Studies of Standard Heat Treatment Effects on Microstructure and Mechanical Properties of Laser Net Shape Manufactured INCONEL 718. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 40, p. 2410–2422, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11661-009-9949-3>. Acesso em: 19 abr. 2024.
- 128 LEDWIG, P. et al. Tailoring Microstructure and Mechanical Properties of Additively Manufactured Inconel 625 by Remelting Strategy in Laser Powder Bed Fusion. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 55, p. 2485–

- 2508, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11661-024-07412-w>. Acesso em: 3 mar. 2024.
- 129 PATEL, S.; VLASEA, M. Melting modes in laser powder bed fusion. **Materialia**, v. 9, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100591>. Acesso em: 2 set. 2023.
- 130 DU, C. et al. Pore defects in Laser Powder Bed Fusion: Formation mechanism, control method, and perspectives. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 944, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169215>. Acesso em: 5 set. 2023.
- 131 CHU, F. et al. Influence of satellite and agglomeration of powder on the processability of AlSi10Mg powder in Laser Powder Bed Fusion. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 11, 2021, p. 2059–2073. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.02.015>. Acesso em: 7 abr. 2024.
- 132 SCHWERZ, C. et al. In-situ detection of redeposited spatter and its influence on the formation of internal flaws in laser powder bed fusion. **Additive Manufacturing**, v. 47, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102370>. Acesso em: 7 abr. 2024.
- 133 DEBROY, T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. **Progress in Materials Science**, v. 92, 2018, p. 112–224. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>. Acesso em: 19 fev. 2023.
- 134 GUO, C. et al. Additive manufacturing of Ni-based superalloys: Residual stress, mechanisms of crack formation and strategies for crack inhibition. **Nano Materials Science**, v. 5, n. 1, p. 53–77, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2022.08.001>. Acesso em: 2 fev. 2024.
- 135 LI, S. et al. Microstructure characteristics of Inconel 625 superalloy manufactured by selective laser melting. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 31, n. 9, p. 946–952, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2014.09.020>. Acesso em: 6 ago. 2023.
- 136 YEGANEH, M. et al. Inclusions and segregations in the selective laser-melted alloys: a review. **Coatings**, v. 13, n. 1295, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/coatings13071295>. Acesso em: 18 set. 2023.
- 137 KUO, Y. L. et al. Effects of build direction and heat treatment on creep properties of Ni-base superalloy built up by additive manufacturing. **Scripta Materialia**, v. 129, p. 74–78, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.10.035>. Acesso em: 19 set. 2023.
- 138 KUO, Y. L. et al. The effect of interdendritic δ phase on the mechanical properties of Alloy 718 built up by additive manufacturing. **Materials and Design**, v. 116, p. 411–418, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.12.026>. Acesso em: 19 set. 2023.

- 139STOUDT, M. R. et al. The Influence of Annealing Temperature and Time on the Formation of δ -Phase in Additively-Manufactured Inconel 625. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 49, n. 7, p. 3028–3037, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4643-y>. Acesso em: 20 set. 2023.
- 140SHI, G. et al. A Review of the Vaporization Behavior of Some Metal Elements in the LPBF Process. **Micromachines**, v. 15, n. 7, p. 846, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/mi15070846>. Acesso em: 9 ago. 2024.
- 141MUKHERJEE, T. et al. Printability of alloys for additive manufacturing. **Scientific Reports**, v. 6, n. 19717, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/srep19717>. Acesso em: 9 ago. 2024.
- 142AMATO, K. N. et al. Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting. **Acta Materialia**, v. 60, n. 5, p. 2229–2239, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.12.032>. Acesso em: 9 ago. 2024
- 143DE TERRIS, T. et al. Analysis of As-Built Microstructures and Recrystallization Phenomena on Inconel 625 Alloy Obtained via Laser Powder Bed Fusion (L-PBF). **Metals**, v. 11, p. 619, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/met11040619>. Acesso em: 15 set. 2024.
- 144PAKKANEN, J.A. **Designing for Additive Manufacturing** – Product and Process Driven Design for Metals and Polymers. 2018. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais) – Escola Politécnica de Turim, Politécnica de Turim, Turim, 2018. Disponível em: <https://iris.polito.it/handle/11583/2714732>. Acesso em: 29 set. 2024.
- 145LEICHT, A. et al. Effect of scan rotation on the microstructure development and mechanical properties of 316L parts produced by laser powder bed fusion. **Materials Characterization**, v. 163, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110309>. Acesso em: 14 jan. 2024.
- 146BELADI, H.; ROHRER, G. S. The Distribution of Grain Boundary Planes in Interstitial Free Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44, p. 115–124, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11661-012-1393-0>. Acesso em: 13 mar. 2024.
- 147MARCHESE, G. et al. The influence of the process parameters on the densification and microstructure development of laser powder bed fused inconel 939. **Metals**, v. 10, n. 7, p. 1–19, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/met10070882>. Acesso em: 12 jun. 2024.
- 148LALEH, M. et al. A critical insight into lack-of-fusion pore structures in additively manufactured stainless steel. **Additive Manufacturing**, v. 38, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101762>. Acesso em: 25 jul. 2024.

- 149 GAMON, A. et al. Microstructure and hardness comparison of as-built Inconel 625 alloy following various additive manufacturing processes. **Results in Materials**, v. 12, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2021.100239>. Acesso em: 12 maio 2024.
- 150 NGUEJIO, J. et al. Comparison of microstructure features and mechanical properties for additive manufactured and wrought nickel alloys 625. **Materials Science and Engineering: A**, v. 764, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138214>. Acesso em: 18 jun. 2024.
- 151 ANAM, M. A. **Microstructure and mechanical properties of selective laser melted superalloy inconel 625**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Industrial) – Escola de Engenharia, Universidade de Louisville, Kentucky, 2018. Disponível em: <https://ir.library.louisville.edu/etd/3029/>. Acesso em: 27 mar. 2024.
- 152 GU, D. et al. Microstructure and performance evolution and underlying thermal mechanisms of Ni-based parts fabricated by selective laser melting. **Additive Manufacturing**, v. 22, p. 265–278, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.05.019>. Acesso em: 14 jun. 2024.
- 153 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. F3056 - 14E01. Standard Specification for Additive Manufacturing Nickel Alloy (UNS N06625) with Powder Bed Fusion. p. 1 – 8, 2021.
- 154 MARCHESE, G. et al. Influence of heat treatments on microstructure evolution and mechanical properties of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion. **Materials Science and Engineering: A**, v. 729, p. 64–75, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.044>. Acesso em: 27 jul. 2024.
- 155 KEYA, T. et al. Evolution of microstructure and its influence on the mechanical behavior of LPBF Inconel 625 upon direct aging. **Manufacturing Letters**, v. 35, p. 732–742, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mfglet.2023.09.009>. Acesso em: 27 jul. 2024.
- 156 KEYA, T. et al. Evolution of precipitates and microhardness of L-PBF Inconel 625 through relevant thermal treatment. **Alloys**, v. 3, n. 4, p. 295–312, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/alloys3040018>. Acesso em: 16 jan. 2025
- 157 DUBIEL, B. et al. Effect of high temperature annealing on the microstructure evolution and hardness behavior of the Inconel 625 superalloy additively manufactured by laser powder bed fusion. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, v. 23, n. 4, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s43452-023-00787-4>. Acesso em: 27 jul. 2024.
- 158 HYER, H. et al. Microstructural development in as-built and heat-treated IN625 component additively manufactured by laser powder bed fusion. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, v. 42, n. 1, p. 14–27, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11669-020-00855-9>. Acesso em: 27 jul. 2024.

- 159 MARINUCCI, F. et al. Hardness evolution of solution-annealed LPBFed Inconel 625 alloy under prolonged thermal exposure. **Metals**, v. 12, n. 11, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/met12111916>. Acesso em: 27 jul. 2024.
- 160 CHEN, L. et al. Microstructural evolution and mechanical properties of selective laser melted a nickel-based superalloy after post treatment. **Materials Science and Engineering: A**, v. 792, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139649>. Acesso em: 16 nov. 2024.
- 161 GRUBER, K. et al. Impact of high temperature stress relieving on final properties of Inconel 718 processed by laser powder bed fusion. **Materials Science and Engineering: A**, v. 813, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141111>. Acesso em: 16 nov. 2024.
- 162 FRANCO-CORREA, J. C. et al. Effect of conventional heat treatments on the microstructure and microhardness of IN718 obtained by wrought and additive manufacturing. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 30, n. 9, p. 7035–7045, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11665-021-06138-9>. Acesso em: 16 nov. 2024.
- 163 FERRARESI, R. et al. Microstructural, Mechanical, and Tribological Evolution under Different Heat Treatment Conditions of Inconel 625 Alloy Fabricated by Selective Laser Melting. **Advanced Engineering Materials**, v. 24, n. 4, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/adem.202100966>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 164 BURKE, J. **Surfaces and interfaces II: Physical and Mechanical Properties**. 1 ed. Estados Unidos: Syracuse University Press, 1968.
- 165 WONG, H. et al. Multi-Laser Powder Bed Fusion Benchmarking — Initial Trials with Inconel 625. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 105, n. 7–8, p. 2891–2906, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04417-3>. Acesso em: 28 dez. 2024.
- 166 LIU, M. et al. Dependence on manufacturing directions of tensile behavior and microstructure evolution of selective laser melting manufactured Inconel 625. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 32, p. 7488–7500, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11665-022-07622-6>. Acesso em: 2 abr. 2025.
- 167 HU, Y. et al. Microstructural evolution and anisotropic mechanical properties of Inconel 625 superalloy fabricated by directed energy deposition. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 870, p. 159426, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.JALLCOM.2021.159426>. Acesso em: 2 abr. 2025.
- 168 SHREYASI, V.; SRINIVAS, N. C. S. Effect of Temperature and Strain Rate on Tensile Behavior of Superalloy Inconel 625. **Journal of Materials Engineering and Performance**, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11665-024-09940-3>. Acesso em: 2 abr. 2025.

- 169 YVELL, K. et al. Microstructure development in a high-nickel austenitic stainless steel using EBSD during in situ tensile deformation. **Materials Characterization**, v. 135, p. 228–237, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.11.046>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 170 BEHJATI, P.; ASGARI, S. Microstructural characterisation of deformation behaviour of nickel base superalloy IN625. **Materials Science and Technology**, v. 27, n. 12, p. 1858–1862, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/1743284711Y.0000000056>. Acesso em: 24 fev. 2025.
- 171 HAMDÍ, F.; ASGARI, S. Evaluation of the role of deformation twinning in work hardening behavior of face-centered-cubic polycrystals. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 39, p. 294–303, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9356-6>. Acesso em: 24 fev. 2025.
- 172 LI, M. et al. New insights on dislocation forming mechanism of nickel-based superalloy fabricated by laser powder bed fusion. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 30, p. 4303–4309, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.04.105>. Acesso em: 27 maio 2025.
- 173 DE LEON NOPE, G. V. et al. Study of volumetric energy density limitations on the IN718 mesostructure and microstructure in laser powder bed fusion process. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 64, p. 1261–1272, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.02.043>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 174 GIBSON, I. et al. **Additive manufacturing technologies**. 3 ed. Suíça: Springer Nature, 2020.
- 175 MULHI, A. et al. Process Parameter Optimization of 2507 Super Duplex Stainless Steel Additively Manufactured by the Laser Powder Bed Fusion Technique. **Metals**, v. 13, n. 4, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/met13040725>. Acesso em: 25 ago. 2024.
- 176 SCIME, L.; BEUTH, J. A multi-scale convolutional neural network for autonomous anomaly detection and classification in a laser powder bed fusion additive manufacturing process. **Additive Manufacturing**, v. 24, p. 273–286, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.09.034>. Acesso em: 13 nov. 2024.
- 177 SCIME, L.; BEUTH, J. Anomaly detection and classification in a laser powder bed additive manufacturing process using a trained computer vision algorithm. **Additive Manufacturing**, v. 19, p. 114–126, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.11.009>. Acesso em: 13 nov. 2024.
- 178 REGO, R. R.; TRABASSO, L. G.; LIMA, M. L. (Org.). **The Metal Additive Manufacturing Journey for Industry**. São Carlos: Diagrama Editorial, 2023. 36 p.
- 179 OLIVEIRA, J. P.; LALONDE, A. D.; MA, J. Processing parameters in laser powder bed fusion metal additive manufacturing. **Materials and Design**, v. 193,

2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108762>. Acesso em: 12 nov. 2023.
- 180 CARERI, F. et al. Additive manufacturing of heat exchangers in aerospace applications: a review. **Applied Thermal Engineering**, v. 235, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2023.121387>. Acesso em: 12 nov. 2023.
- 181 KAN, W. H. et al. A critical review on the effects of process-induced porosity on the mechanical properties of alloys fabricated by laser powder bed fusion. **Journal of Materials Science**, v. 57, p. 9818–9865, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10853-022-06990-7>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 182 POULIN, J. R.; BRAILOVSKI, V.; TERRIAULT, P. Long fatigue crack propagation behavior of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion: Influence of build orientation and post-processing conditions. **International Journal of Fatigue**, v. 116, p. 634–647, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.07.008>. Acesso em: 28 dez. 2024.
- 183 CHOO, H. et al. Deformation and fracture behavior of a laser powder bed fusion processed stainless steel: In situ synchrotron x-ray computed microtomography study. **Additive Manufacturing**, v. 40, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.101914>. Acesso em: 15 jun. 2024.
- 184 ZHANG, L.; VAN DER GIESSEN, E.; MARESCA, F. The influence of crack tip dislocation emission on the fracture toughness. **International Journal of Fracture**, v. 250, n. 1, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10704-025-00847-1>. Acesso em: 6 abr. 2025.
- 185 ANDRIC, P.; CURTIN, W. A. New theory for Mode I crack-tip dislocation emission. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 106, p. 315–337, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2017.06.006>. Acesso em: 6 abr. 2025.
- 186 KARIHALOO, B. L.; HUANG, X. Tensile response of quasi-brittle materials. **Pure and Applied Geophysics (PAGEOPH)**, v. 137, p. 461–487, 1991. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF00879045>. Acesso em: 6 abr. 2025.
- 187 NORDSTRÖM, J. et al. Deformation Twinning Behavior in High Ni-Austenitic Materials. **Materials Science Forum**, v. 941, p. 1591–1596, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.941.1591>. Acesso em: 2 abr. 2025.
- 188 HAN, W. Z. et al. Origin of deformation twinning from grain boundary in copper. **Applied Physics Letters**, v. 92, n. 22, p. 221909, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.2938881>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 189 LI, N. et al. Twinning dislocation multiplication at a coherent twin boundary. **Acta Materialia**, v. 59, n. 15, p. 5989–5996, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.06.007>. Acesso em: 27 abr. 2025.

- 190 HUTCHINSON, J. W. **Advances in applied mechanics**: v. 30. Estados Unidos: Academic Press, 1993.
- 191 ZHANG, W. et al. Crystallographic orientation-dependent deformation characteristics of additive manufactured interstitial-strengthened high entropy alloys. **Scripta Materialia**, v. 222, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.115049>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 192 JIANG, S. et al. Plastic deformation mechanisms of NiCuCrMoTiAlNb Ni-based alloys at cryogenic temperature. **Materials Science and Engineering: A**, v. 664, p. 135–145, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.03.133>. Acesso em: 26 fev. 2025
- 193 PAN, H. et al. Interactions between dislocations and boundaries during deformation. **Materials**, v. 14, n. 4, p. 1–48, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma14041012>. Acesso em: 15 maio 2025
- 194 GUTIERREZ-URRUTIA, I. et al. The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe-22wt.% Mn-0.6wt.% C TWIP steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 15, p. 3552–3560, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.041>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 195 YANG, P. et al. Dependence of deformation twinning on grain orientation in a high manganese steel. **Scripta Materialia**, v. 55, n. 7, p. 629–631, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.06.004>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 196 ANDRIC, P.; CURTIN, W. A. New theory for crack-tip twinning in fcc metals. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 113, p. 144–161, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2018.01.016>. Acesso em: 6 abr. 2025.
- 197 WARNER, D. H. et al. Rate dependence of crack-tip processes predicts twinning trends in f.c.c. metals. **Nature Materials**, v. 6, p. 876–881, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/nmat2030>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 198 JI, Y. et al. In-situ tensile analysis of microstructure evolution in Ni, Ni5W, and Ni9W using EBSD. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 36, p. 1475–1490, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025.03.213>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 199 JUNG, J. et al. Continuum understanding of twin formation near grain boundaries of FCC metals with low stacking fault energy. **npj Computational Materials**, v. 3, p. 21, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/s41524-017-0023-1>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 200 CARNEIRO, Í.; SIMÕES, S. Recent advances in EBSD characterization of metals. **Metals**, v. 10, n. 8, p. 1–32, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/met10081097>. Acesso em: 15 maio 2025.

- 201 SEETHARAMAN, S. **Fundamentals of metallurgy**. Inglaterra: Woodhead Publishing, 2005.
- 202 TERNER, M. et al. Electron backscattered diffraction to estimate residual stress levels of a superalloy produced by laser powder bed fusion and subsequent heat treatments. **Materials**, v. 13, n. 20, p. 1–18, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma13204643>. Acesso em: 27 maio 2025.
- 203 LI, J. Y.; et al. Enhanced mechanical properties and deformation mechanisms in DED Inconel 625 via printing path switching. **Materials Research Letters**, p. 1–10, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/21663831.2025.2476174>. Acesso em: 24 mar. 2025.
- 204 KOCKS, U. F.; MECKING, H. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. **Progress in Materials Science**, v. 48, p. 171 – 273, 2003. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(02\)00003-8](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(02)00003-8). Acesso em: 18 abr. 2025.
- 205 KRISHNAMURTHY, S.; REED-HILL, R. E. Concerning the role of mechanical twinning on the stress-strain behavior of Cu-4.9 At. pct Sn alloy. **Metallurgical Transactions A**, v. 11, p. 565–572, 1980. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF02670693>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 206 HUNG, C. Y. et al. A correlation between grain boundary character and deformation twin nucleation mechanism in coarse-grained high-Mn austenitic steel. **Scientific Reports**, v. 11, n. 1, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/s41598-021-87811-w>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 207 KACHER, J.; ROBERTSON, I. M. Quasi-four-dimensional analysis of dislocation interactions with grain boundaries in 304 stainless steel. **Acta Materialia**, v. 60, n. 19, p. 6657–6672, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.08.036>. Acesso em: 27 abr. 2025.
- 208 STEINMETZ, D. R. et al. Revealing the strain-hardening behavior of twinning-induced plasticity steels: Theory, simulations, experiments. **Acta Materialia**, v. 61, n. 2, p. 494–510, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.09.064>. Acesso em: 15 maio 2025.
- 209 SHE, S.; WANG, C.; CHEN, M.; JI, V. Mechanical properties and strengthening mechanisms of FCC-based and refractory high-entropy alloys: a review. **Metals**, v. 15, p. 247, 2025. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/met15030247>. Acesso em: 6 abr. 2025.
- 210 YOSHIDA, S. et al. Grain orientation dependence of deformation microstructure evolution and mechanical properties in face-centered cubic high/medium entropy alloys. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 1249, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/1249/1/012027>. Acesso em: 27 abr. 2025.