

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

LARISSA OHANA FELICIO

ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E DA DEFORMAÇÃO
PLÁSTICA EM TEMPERATURA CRIOGÊNICA DA SUPERLIGA INCONEL 718
PRODUZIDA POR MANUFATURA ADITIVA

PONTA GROSSA

2025

LARISSA OHANA FELICIO

**ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E DA DEFORMAÇÃO
PLÁSTICA EM TEMPERATURA CRIOGÊNICA DA SUPERLIGA INCONEL 718
PRODUZIDA POR MANUFATURA ADITIVA**

Dissertação apresentada para obtenção do grau de
Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais, da
Universidade Estadual de Ponta Grossa,
Área de Concentração: Processamento de
Materiais Metálicos.

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho
Co-orientadora: Dr^a. Tamires Brekailo

PONTA GROSSA

2025

F314 Felício, Larissa Ohana
Estudo da caracterização microestrutural e da deformação plástica em temperatura criogênica da superliga inconel 718 produzida por manufatura aditiva / Larissa Ohana Felício. Ponta Grossa, 2025.
150 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 (Inconel 718). 2. Manufatura aditiva. 3. Fusão em leito de pó. 4. Temperaturas criogênicas. 5. Ensaio de tração. I. Cintho, Osvaldo Mitsuyuki. II. Brekailo, Tamires. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e Caracterização de Materiais. IV.T.

CDD: 620

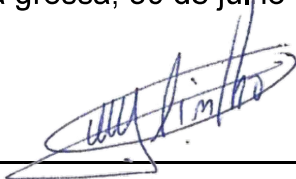
LARISSA OHANA FELÍCIO

**ESTUDO DA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E DA DEFORMAÇÃO
PLÁSTICA EM TEMPERATURA CRIOGÊNICA DA SUPERLIGA INCONEL 718
PRODUZIDA POR MANUFATURA ADITIVA**

Dissertação apresentada para obtenção
do título de Mestre em Engenharia e
Ciência de Materiais no Programa de Pós-
Graduação em Engenharia e Ciência de
Materiais da Universidade Estadual de
Ponta Grossa,

Área de Processamento de Materiais
Metálicos.

Ponta grossa, 30 de julho de 2025



Prof. Osvaldo Mitsuyuki Cintho (Orientador)
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG)

Documento assinado digitalmente

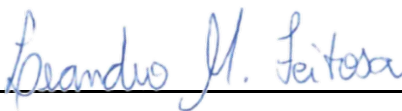


GELSON BISCAIA DE SOUZA

Data: 06/10/2025 11:54:23-0300

Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

Prof. Gelson Biscaia de Souza
Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Leandro Moraes Feitosa

Engineering PhD

Ovako Group

Dedico este trabalho à minha família, pelo apoio incondicional.
E ao meu parceiro de vida, por acreditar em mim até quando eu duvidei.

AGRADECIMENTOS

Ao professor Dr. Osvaldo, pela orientação, amizade, paciência, conselhos e pelo convite em voltar à academia, que reacendeu meu entusiasmo pela ciência.

À Dr^a Tamires, pela orientação, amizade, paciência, conselhos tanto profissionais quanto pessoais e por todo o apoio emocional em momentos difíceis.

Aos meus colegas de pós-graduação, Ana Luísa Terasawa, Maurício de Castro, Fernanda Mariano e Gustavo Walchaki por todo o suporte técnico, amizade e auxílio na condução dos estudos. E em especial ao João Pedro Giroto, por ter iniciado este fantástico e desafiador projeto, pelo suporte nos estudos e pela amizade.

À Sandvik, pela disponibilização do pó de Inconel 718 para este trabalho.

À Maysa e Renato, pelo suporte técnico para a impressão das amostras.

Ao meu ex-colega de graduação Fábulo pelas trocas de ideias, experiências e recomendações sobre a pós-graduação, além de todo o companheirismo, amizade e apoio emocional.

Ao *Group of Mechanical Properties and Surfaces* do departamento de física da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), pelo convite em participar da pesquisa no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), pelas trocas de ideias de metalurgia e análises, que me levaram a ideias para futuros projetos de pesquisa.

À UEPG e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da UEPG – PPGECEM. Em especial aos professores Dr. Marcio e Dr. Selaucio e ao técnico Eng. José Carlos, pelo apoio técnico e experimental.

Ao C-LabMu e toda sua equipe profissional e por disponibilizarem as instalações e pela colaboração.

Ao CNPEM (Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais) por disponibilizar as instalações para realizar análises.

À CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela concessão da bolsa de mestrado.

O universo não tem obrigação de fazer sentido para você.

(Neil Degrasse Tyson)

RESUMO

Este trabalho investigou o comportamento da Inconel 718 fabricado por *Laser Powder Bed Fusion*, utilizando pó reutilizado, submetido a deformação em temperaturas ambiente e criogênica e dois diferentes tratamentos térmicos. Os resultados demonstraram que o pó reutilizado apresenta morfologia adequada para impressão, gerando peças com alta densificação e baixa porosidade. Foram definidos parâmetros ótimos de impressão (velocidade de varredura de 1000 mm/s, *hatch spacing* de 80 μm , potência do *laser* de 40 W e rotação entre camadas de 67°), que permitiram obter porosidade de apenas 0,09%. Dois tratamentos térmicos foram avaliados: solubilização a 980 °C (S980) e a 1180 °C (S1180), ambos seguidos de envelhecimento. O tratamento a 980 °C reduziu parcialmente a fase *Laves* e manteve grãos colunares, enquanto a 1180 °C promoveu uma maior dissolução dessa fase e a transformação para grãos equiaxiais, com precipitação alinhada de carbeto. Após envelhecimento, a dureza das amostras aumentou significativamente, atingindo 486 HV (S980E) e 416 HV (S1180E), frente aos 302 HV da condição como-fabricada (AB). Ensaio mecânicos em temperatura criogênica revelaram aumento da resistência mecânica para todas as amostras em relação à temperatura ambiente, mas apenas a condição AB manteve a ductilidade. Todas as fraturas apresentaram características dúcteis. A análise de EBSD indicou diferentes acúmulos de densidade de defeitos pela microestrutura próxima a superfície de fratura. As curvas de encruamento apresentaram comportamento distinto entre temperatura ambiente e criogênica, evidenciando a mudança nos mecanismos de deformação e endurecimento influenciados pelos precipitados γ' e γ'' .

Palavras chaves: Superligas. Estudo paramétrico. Fusão em leito de pó. Encruamento. Ensaio de tração.

ABSTRACT

This study investigated the behavior of Inconel 718 produced by Laser Powder Bed Fusion, using reused powder, subjected to room and cryogenic deformation and two different heat treatments. The results showed that the reused powder maintained suitable morphology, allowing for high densification and low porosity in the printed parts. Optimal printing parameters were established (scan speed of 1000 mm/s, hatch spacing of 80 μm , laser power of 40 W, and a 67° rotation between layers), resulting in a porosity as low as 0.09%. Two heat treatments were evaluated: solution treatment at 980 °C (S980) and at 1180 °C (S1180), both followed by aging. The treatment at 980 °C partially reduced the Laves phase and maintained columnar grains, while at 1180 °C it promoted a greater dissolution of this phase and the transformation to equiaxed grains, with aligned precipitation of carbides. After aging, hardness increased significantly, reaching 486 HV (S980E) and 416 HV (S1180E), compared to 302 HV in the as-built condition (AB). Mechanical testing at cryogenic temperatures revealed an increase in strength for all samples compared to room temperature, but only the AB condition preserved ductility. All fracture surfaces exhibited ductile features. The EBSD analysis indicated varying accumulations of defect density in the microstructure near the fracture surface. Work-hardening curves showed distinct behavior between ambient and cryogenic temperatures, highlighting a change in deformation and strengthening mechanisms, influenced by γ' and γ'' precipitates.

Keywords: Superalloys. Parametric analysis. Powder bed fusion. Work-hardening. Tensile test.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	(a) Representação esquemática da estrutura cristalina de γ' . (b) Imagem alta resolução MEV de γ' de uma IN718 produzido por PBF e solubilizado a 1065 °C por 1,5 h, e duplo envelhecimento a 760 e 650 °C	26
Figura 2 -	(a) Representação esquemática da estrutura cristalina de γ'' . (b) Imagem MET de γ'' de um lingote de IN718 solubilizado a 1040 °C por 1 h, e envelhecimento a 774 °C	27
Figura 3 -	Exemplos de morfologia em bloco e acicular da fase δ em (a) e (b). Em (c) representação de possíveis locais de nucleação da fase δ	29
Figura 4 -	Exemplo de morfologia da fase de Laves de uma IN718 fabricado por DED a laser.....	30
Figura 5 -	(a) Morfologia de carbeto MC (NbC) de uma amostra de IN718 fabricada por LPBF e homogeneizada a 1150 °C por 2h. (b) Morfologia de um carbeto M ₆ C de uma amostra de IN718 produzido por DED homogeneizado a 1162 °C e envelhecido	32
Figura 6 -	Microestruturas de IN718 fabricadas por técnicas diferentes e tratados termicamente por parâmetros semelhantes	34
Figura 7 -	Imagens de MEV das amostras de IN718 fabricado por LPBF: a) As Build e b) solubilizado a 980 °C e envelhecido a 720 °C e 620 °C	36
Figura 8 -	Diagrama TTT para soldas em IN718	37
Figura 9 -	Diagrama TTT da IN718 com tratamento de solubilização 955 °C por 1h	38
Figura 10 -	Diagrama TTT da IN718, sendo solubilização a 1150 °C por 1h	38
Figura 11 -	Micrografias obtidas por MEV de uma IN718 produzido por LPBF, sendo em (a) uma amostra AB e em (b) uma amostra solubilizada a 1150 °C.....	39
Figura 12 -	Mapas de orientação cristalográfica de uma IN718 produzido por LPBF, sendo em (a) amostras As Build; (b) amostra solubilizada a 980 °C por 1 h e (c) amostra solubilizada a 1180 °C	41
Figura 13 -	Exemplos de peças feitas por manufatura aditiva na área metalúrgica. (a) Bico de combustível fabricado pela General Electric;	

	(b) Inserto de molde; (c) Pistão automotivo; (d) Implante para ressecção mandibular; e (e) Trocador de calor	43
Figura 14 -	Etapas de fabricação por manufatura aditiva	44
Figura 15 -	Ilustração do funcionamento de L-PBF	45
Figura 16 -	Seção transversal de um modelo de um caminho de varredura da técnica LPBF	46
Figura 17 -	Exemplos de imagens obtidas por microscopia óptica de microestrutura encontrada em material fabricado por LPBF. (a) Visualização das vistas BD e topo com os respectivos símbolos; (b) micrografia da vista BD; e (c) micrografia vista em topo	48
Figura 18 -	Imagem de MEV de microestruturas típicas de material metálico fabricado por LPBF. (a) destaque para divisões entre as poças de fusão. (b) Maior aumento para visualização das estruturas dendríticas e celulares	49
Figura 19 -	Processo de solidificação e relação entre gradiente de temperatura e taxa de crescimento	50
Figura 20 -	Exemplos de imagens de orientação cristalográfica obtidas pela técnica de EBSD. (a) Visualização da vista BD e em topo da microestrutura de uma IN718 como construída; (b) vista da microestrutura apenas de BD; e (c) vista da microestrutura apenas em topo	51
Figura 21 -	Imagem MET de IN718 fabricada por PBF. É possível visualizar grãos equiaxiais com discordâncias (linhas finas) em seu interior.....	52
Figura 22 -	Pós metálicos de IN718 fabricadas por diferentes métodos. (a) e (d) atomização a gás (GA); (b) e (e) atomização a plasma (PA); (c) e (f) eletrodo rotativo a plasma (PREP). Em (a) a (c) são imagens obtidas por MEV e (d) a (f) são imagens obtidas a partir do ensaio de análise de fluxo de pó, com a respectiva média do ângulo de avalanche. (g) Gráfico de distribuição de diâmetro de partículas dos três diferentes pós	54
Figura 23 -	Influência da morfologia das partículas do pó depositado sobre o Build Plate	55
Figura 24 -	Influência do valor de DEV nas características do material metálico impresso.....	57

Figura 25 -	Relação entre velocidade de varredura e (a) porosidade e (b) profundidade da poça de fusão	58
Figura 26 -	Relação entre porosidade e hatch spacing	59
Figura 27 -	Exemplos de porosidades: (a) lack of fusion; (b) aprisionamento de gás; e (c) key hole	60
Figura 28 -	Exemplos de ilustrações de formação de lack of fusion.....	61
Figura 29 -	Representação da formação de keyhole devido a maior incidência do feixe de laser sobre um substrato metálico. Essa maior incidência pode provocar a instabilidade da poça de fusão bem como a vaporização do metal, gerando uma cavidade de vapor	62
Figura 30 -	Visualização detalhada de um poro de um metal fabricada por MA com ênfase nos contornos de poças de fusão	63
Figura 31 -	Comparação das propriedades mecânicas da IN718 com diferentes métodos de fabricação: cast – fundido, DLD – disposição direta a laser, DEBD – deposição direta por feixe de elétrons, SLM – fusão seletiva a laser, EBM – fusão por feixe de elétrons e wrought – forjamento. Sendo (a1), (b1) e (c1) antes de tratamento térmico e (a2), (b2) e (c2) após tratamento térmico.....	64
Figura 32 -	Partículas γ' de uma superliga à base de níquel cisalhadas pela passagem de discordância (indicadas pelas setas amarelas)	65
Figura 33 -	Imagens microscopia de transmissão mostrando interação entre discordâncias e precipitados. Amostras envelhecidas durante 100 h a (a) 700 °C; (b) 800 °C; e (c) 900 °C.....	66
Figura 34 -	Imagens de microscopia de transmissão revelando a evolução microestrutural de uma superliga de níquel com deformações em temperatura ambiente	69
Figura 35 -	Imagens de MET mostrando a evolução microestrutural em temperatura criogênica de uma superliga à base de níquel.....	71
Figura 36 -	Comparação de propriedades sob tração mecânicas em temperatura ambiente (29 3K) e temperatura criogênica (77 K) de uma superliga a base de níquel, sendo (a) Curvas tensão x deformação verdadeiras e (b) Taxa de encruamento	72

Figura 37 - Mapas de EBSD indicando a orientação cristalográfica de amostras de uma superliga de níquel monofásica deformadas em temperatura criogênica.....	73
Figura 38 - Microscopia de transmissão de uma superliga à base de níquel envelhecida	74
Figura 39 - Micrografias de transmissão relevando a evolução microestrutural da IN718.....	75
Figura 40 - Curvas de taxa de encruamento em função da deformação.....	76
Figura 41 - Imagens de microscopia de transmissão de amostras de IN718 após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento deformadas por tração em diferentes temperaturas	79
Figura 42 - Ilustração do mecanismo de fratura em temperatura criogênica do ensaio de impacto. Sendo (a) amostra envelhecida e (b) amostra apenas solubilizada.....	79
Figura 43 - Parte I: Estudo paramétrico para otimização de parâmetros de impressão.....	82
Figura 44 - Parte II: Estudo da deformação da Inconel 718 em temperatura ambiente e criogênica	82
Figura 45 - Máquina de manufatura aditiva OmniSint-160®.....	84
Figura 46 - Projeto CAD: (a) dimensão de amostra e (b) distribuição das amostras no build plate	85
Figura 47 - Matriz de estudo de parâmetros de impressão	86
Figura 48 - Exemplo de amostra da matriz de impressão embutida.....	86
Figura 49 - Dimensões iniciais (em mm) do corpo de prova para impressão	87
Figura 50 - Build plate com corpos de prova impressos.....	88
Figura 51 - Tratamento térmico 1	889
Figura 52 - Tratamento térmico 2	90
Figura 53 - Ataque eletrolítico	92
Figura 54 - Dimensão final dos corpos de prova	93
Figura 55 - Ensaio de tração	93
Figura 56 - Região selecionada para realizar a técnica de EBSD	95
Figura 57 - Distribuição de diâmetro de partículas do pó IN718 utilizado neste estudo	97

Figura 58 - MEV/FEG a) imagem fornecida pelo datasheet do fornecedor; e b) imagem do pó utilizado no trabalho	98
Figura 59 - Mapa de orientação cristalográfica das partículas do pó de IN718 utilizado neste trabalho	99
Figura 60 - Imagens da porosidade da matriz impressa.....	100
Figura 61 - Análise da matriz por meio da visualização dos valores obtidos de (a) densidade de energia e (b) porosidade	101
Figura 62 - Amostra 39. Imagem obtida por microscopia óptica	102
Figura 63 - Amostra 36. Imagens obtidas por microscopia óptica em (a) e (b). Em (c) imagem obtida por microscopia eletrônica	103
Figura 64 - Imagens obtidas por microscopia óptica da superfície das amostras (a) 6 e (b) 8 sem ataque químico. As imagens são de diferentes regiões de cada amostra e mostram os poros superficiais após a preparação metalográfica.....	105
Figura 65 - Micrografia óptica de amostra AB, após ataque químico, com ênfase nas poças de fusão.	106
Figura 66 - Micrografia óptica de amostra AB, com ataque químico, com ênfase nas microestruturas dendríticas e celulares	107
Figura 67 - Imagem MEV/FEG da amostra AB, com ataque químico, indicando fases de Laves	107
Figura 68 - Micrografias ópticas de amostra S980 após ataque químico. (a) microestrutura geral e (b) morfologia com destaque do vestígio de uma poça de fusão.....	108
Figura 69 - Micrografia óptica de amostra S980E após ataque químico. (a) morfologia geral e (b) morfologia com destaque para estruturas brancas indicando presença de fase δ	109
Figura 70 - Evolução microestrutural da IN718 sob elevadas temperaturas. Imagens obtidas por meio de MET in-situ. Foi observado a dissolução da fase de Laves, redistribuindo seus elementos de liga, para então promover a formação de precipitados δ	110
Figura 71 - Imagem de MEV/FEG da amostra S980 após ataque químico, com ênfase na morfologia dos grãos (região 1 em vermelho) e resquícios de fase de Laves (região 2 em amarelo).....	111

Figura 72 -	Imagens MEV/FEG da amostra S980E, sendo (a) indicação de microestruturas e fases presentes e (b) foco em microestrutura não solubilizada. Nas regiões circuladas em 1 são precipitados fase δ , em 2 carbeto e 3 resquícios de fase de Laves	112
Figura 73 -	Micrografia óptica de amostra S1180, após ataque químico. (a) microestrutura geral com setas indicando contornos de macla e (b) microestrutura com ênfase em precipitados brancos, sendo possivelmente carbeto.....	113
Figura 74 -	Micrografia óptica de amostra S1180E, após ataque químico. (a) microestrutura geral e (b) microestrutura com ênfase em precipitados alongados e com seta indicando contorno de macla	113
Figura 75 -	Imagem MEV/FEG da amostra S1180 após ataque químico com indicação de carbeto	114
Figura 76 -	Imagem de MEV/FEG da amostra S1180E, sendo em (a) microestrutura geral e (b) maior ampliação com indicação de fases presentes. As regiões destacadas são em 1 precipitados de fase δ e em 2 carbeto	114
Figura 77 -	Micrografias ópticas após ataque químico correlacionadas com micro durezas obtidas, sendo em (a) AB, (b) S980, (c) S980E, (d) S1180 e (e) S1180E	116
Figura 78 -	Difratogramas da IN718 como pó, como construído e tratado termicamente	118
Figura 79 -	Mapeamento de orientação cristalográfica da amostra AB com destaque em regiões com grãos finos.....	119
Figura 80 -	Mapeamento de orientação cristalográfica das amostras (a) S980 e (b)S980E com destaquem em regiões com grãos finos.....	120
Figura 81 -	Mapeamento de orientação cristalográfica das amostras (a) S1180 e (b)S1180E	120
Figura 82 -	Mapas de contornos de grãos das amostras sem deformação, sendo em (a) AB, (b) S980 (sem tratamento térmico de envelhecimento) e (c) S1180 (sem tratamento térmico de envelhecimento).....	121
Figura 83 -	Curvas tensão x deformação verdadeiras das amostras AB, S980E e S1180, submetidas ao ensaio de tração sob temperaturas ambiente (TA) e criogênica (TC)	123

Figura 84 - Gráfico de análise de Crussard-Jaoul das amostras AB, S980E e S1180, submetidas ao ensaio de tração sob temperaturas ambiente (TA) e criogênica (TC)	124
Figura 85 - Fractografia da superfície de fratura das amostras AB	125
Figura 86 - Fractografia da superfície de fratura das amostras S980E	126
Figura 87 - Fractografia da superfície de fratura das amostras S1180E	126
Figura 88 - Superfície do poro das amostras AB	127
Figura 89 - Superfície do poro das amostras S980E	127
Figura 90 - Superfície do poro das amostras S1180E	128
Figura 91 - Imagens de orientação dos grãos e de KAM de amostras AB, sendo (a) microestrutura antes da deformação; (b) após deformação em TA; e (c) após deformação em TC	129
Figura 92 - Imagens de orientação dos grãos e de KAM de amostras S980E, sendo (a) microestrutura antes da deformação; (b) após deformação em TA; e (c) após deformação em TC	131
Figura 93 - Imagens de orientação dos grãos e de KAM de amostras S1180E, sendo (a) microestrutura antes da deformação; (b) após deformação em TA; e (c) após deformação em TC	133
Figura 94 - Evolução microestrutural de um corpo de prova S1180E deformado em TA	135
Figura 95 - Detalhes microestrutural de um corpo de prova S1180E deformado em TA com ênfase em uma região	136
Figura 96 - Diferentes mapas EBSD de uma amostra S1180E com deformação intermediária em TC	137

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Composição química da IN718 (% em peso)	25
Tabela 2 -	Efeitos de alguns elementos de liga na IN718	25
Tabela 3 -	Fases da Inconel 718, fórmula química, estrutura cristalina e grupo espacial	26
Tabela 4 -	Nomenclaturas de técnicas de manufatura aditiva.....	45
Tabela 5 -	Parâmetros de impressão para matriz	85
Tabela 6 -	Comparação entre concentração química do pó fornecido pelo fabricante e da análise química feito no material impresso	88
Tabela 7 -	Nomenclatura de amostras após tratamento térmico	91
Tabela 8 -	Nomenclatura dos corpos de prova para ensaio de tração	94
Tabela 9 -	Comparação de valores de distribuição de diâmetro de partículas	98
Tabela 10 -	Dados extraídos do ANEXO A.....	104
Tabela 11 -	Parâmetros escolhidos para fabricação dos corpos de prova.....	104
Tabela 12 -	Média e desvio padrão dos valores de dureza obtidos das amostras AB e tratadas termicamente a 980 °C e 1180 °C	115
Tabela 13 -	Valores de propriedades mecânicas obtidas pelo ensaio de tração...	123

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AS	<i>As Build</i>
Bal.	Balanceado
BD	<i>Build Direction</i>
C-LabMu	Complexo de Laboratórios Multiusuário da UEPG
CJ	Crussard-Jaoul
CCC	Cúbico de Corpo Centrado
CFC	Cúbico de Face Centrada
DEMA	Departamento de Engenharia de Materiais da UEPG
DRX	Difração de Raios x
DED	<i>Directed Energy Deposition</i>
DEV	Densidade de Energia Volumétrica
EBSD	<i>Electron Backscatter Diffraction</i>
EDE	Energia de Defeito de Empilhamento
TCC	Tetragonal de Corpo Centrado
IN718	Inconel 718
KAM	<i>Kernel Average Misorientation</i>
LPBF	<i>Laser Powder Bed Fusion</i>
MA	Manufatura Aditiva
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV/FEG	Microscopia Eletrônica de Varredura (<i>field emission gun</i>)
PBF	<i>Powder Bed Fusion</i>
TA	Temperatura Ambiente
TC	Temperatura Criogênica
TTT	Transformação-Tempo-Temperatura

LISTA DE SÍMBOLOS

γ	Gamma: austenita
γ'	Gamma linha: $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$
γ''	Gamma duas linhas: Ni_3Nb
k	Coeficiente de partição
D_s	Coeficiente de difusividade
δ	Delta: $\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Ti})$
σ_e	Tensão de engenharia
F	Força
A_0	Área inicial
ε_e	Deformação de engenharia
Δl	Variação de alongamento
l_0	Comprimento inicial
σ_v	Tensão verdadeira
ε_v	Deformação verdadeira
n	Coeficiente de encruamento
K	Constante

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	20
2	OBJETIVOS	23
2.1	Objetivos Gerais	23
2.2	Objetivos específicos	23
3	REVISÃO DA LITERATURA	24
3.1	Inconel 718	24
3.1.1	Composição Química e Microestrutura	24
3.1.2	Tratamento Térmico	32
3.2	Manufatura Aditiva	42
3.2.1	Fusão a <i>Laser</i> em Leito de Pó	45
3.2.2	Solidificação e Microestrutura	47
3.2.3	Parâmetros do Processo	53
3.2.4	Defeitos Associados à Manufatura Aditiva	59
3.3	Propriedades Mecânicas da Inconel 718	63
3.3.1	Deformação Criogênica	67
3.4	Síntese	80
4	MATERIAIS E MÉTODOS	82
4.1	Caracterização do Pó Metálico	83
4.2	Impressão da Matriz	84
4.3	Análise de Porosidade	85
4.4	Impressão dos Corpos de Prova	87
4.5	Tratamento Térmico	89
4.6	Ensaio de Tração	92
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	97
5.1	Análise das Partículas	97
5.2	Análise da Matriz de Parâmetros	99

5.3	Tratamento Térmico.....	105
5.3.1	Microdureza e Microscopia	106
5.3.2	DRX	116
5.3.5	EBSD	118
5.4	Ensaio de Tração	122
5.4.1	Curva Tensão x Deformação e Encruamento	122
5.4.2	Fractografias	124
5.4.3	EBSD	128
6	CONCLUSÕES	138
7	SUGESTÕES PARA FUTUROS ESTUDOS	141
	REFERÊNCIAS.....	142
	ANEXO A – ANÁLISE DE POROSIDADE DA MATRIZ	150

1 INTRODUÇÃO

O níquel é o quinto elemento mais abundante do planeta, sua maior utilização começou com a primeira guerra mundial para aprimorar ligas de aços especiais para uso militar. Com o fim da guerra, foram desenvolvidas ligas de níquel para fins comerciais. Uma característica interessante do níquel, que permitiu o desenvolvimento de suas ligas, é a capacidade de dissolver grandes quantidades de soluto (1-3).

O desenvolvimento de motores a jato está intimamente ligado com o estudo e desenvolvimento de ligas complexas a base de níquel (as superligas), uma vez que esses motores apresentam maior eficiência em temperaturas de trabalho em torno de 1000 °C. A maioria das ligas metálicas fraturaria rapidamente sob fluência nessa temperatura, assim, foram projetadas as superligas. Superligas são ligas metálicas complexas desenvolvidas para suportar altas resistências mecânicas (além de resistência à fluência e fadiga térmica), estabilidade térmica, resistência à corrosão e à oxidação mesmo em altas temperaturas (1,2,4,5).

Um exemplo de superliga é a Inconel 718 (IN718), que é uma superliga à base de níquel (ou ferro-níquel) desenvolvida entre 1960-1969 e é amplamente utilizada na indústria aeronáutica, como em discos e lâminas de turbinas. Devido a presença de alumínio, titânio e nióbio, é uma liga endurecida por precipitação pelas fases γ' e γ'' (1,3,6). A IN718 também apresenta estabilidade termomecânica, resistência à fadiga e fluência em temperaturas até 650 °C, e podendo atingir um limite de escoamento 1090 MPa nesta temperatura (5,7,8).

Patel, Barbadillo e Coryell (2018) consideram a IN718 uma superliga genérica por ser utilizada em projetos com aplicações tanto em altas quanto baixas temperaturas e em várias condições ambientais (como ambientes corrosivos). Além da utilização da superliga em pontos de alta temperatura em motores de aeronaves, a NASA utilizou a IN718 em componentes que ficam em contato com fluidos criogênicos de alta pressão, como o manuseio e contenção de oxigênio e hidrogênio líquidos (6,9,10).

Já foi observado que para superligas a base de níquel sua tensão de escoamento aumenta em temperaturas em torno de -196 °C (2,6,10). Mas os estudos nessas temperaturas ainda são bastante dispersos e desatualizados, e são mais escassos quando a IN718 é fabricada por Manufatura Aditiva (MA) (11).

O estudo de deformação plástica de metais em temperatura criogênica apresenta um grande interesse tecnológico. Estudos anteriores sobre deformação plástica em temperatura criogênica, como de Magalhães, Hupalo e Cintho (2014), observaram que por meio de laminação criogênica conseguiram obter grãos de tamanhos nanométricos, promovendo um aumento considerável de resistência mecânica e ductilidade (12). Os estudos em condições criogênicas são mais focados em metais CFC (cúbico de faces centradas), uma vez que metais CCC (cúbico de corpo centrado) apresentam temperatura de transição dúctil-frágil, que leva a uma falha catastrófica em baixas temperaturas. Izumi *et al* (2019) e Crivoi *et al* (2020) analisaram que devido à supressão de mecanismos de deformação termicamente ativados, diferentes mecanismos de deformação plástica são favorecidos, como maclação e transformação de fases (13-17). Como a IN718 é uma superliga CFC para aplicações em altas temperaturas, é muito bem relatado que sua resistência mecânica é dependente de mecanismos de endurecimento que são termicamente ativados, até mesmo é observado um aumento no limite de escoamento anômalo com o aumento da temperatura (2,18). Portanto, é interessante buscar evidências dos modos de deformação em temperaturas criogênicas da IN718.

Um dos grandes desafios de produzir peças como as superligas é devido à difícil trabalhabilidade desses materiais. A exemplo disso foi o desenvolvimento de processos de metalurgia do pó para conseguir processar as superligas Rene 95, Astroloy e MERL 76 (2,19). Em processos convencionais, a IN718 tem uma difícil usinabilidade devido ao endurecimento contínuo por meio de deformação plástica gerada pela ferramenta de corte, mesmo com a otimização de processos de usinagem para a IN718 (20). Porém, por meio da MA, utilizando técnicas como DED (*Directed Energy Deposition* – deposição por energia direcionada) e PBF (*Powder Bed Fusion* – fusão em leito de pó), este material tem demonstrado grandes avanços tanto no desenvolvimento de novos *designs* de peças quanto em novas aplicações (21,22).

Deste modo, a MA tem sido considerada uma alternativa de processamento para materiais de difícil trabalhabilidade e para peças de geometria complexas, que são difíceis ou impossíveis de serem produzidas por técnicas convencionais de manufatura subtrativa (como usinagem, cortes a plasma e *laser*) e conformação mecânica. Entretanto, existe o desafio de conseguir otimizar os parâmetros de processamento da MA, que englobam potência do *laser*, velocidade de varredura, estratégia de varredura, *hatch spacing* (passo de varredura), espessura de camada e

orientação da peça. Uma abordagem que é utilizada para estudar esta otimização é a elaboração de um planejamento experimental para avaliar as propriedades obtidas a partir de uma matriz de variação de seus parâmetros (23-25).

Após décadas de estudos, hoje em dia é possível obter um metal impresso por MA com alta densidade. Porém, ainda é necessário realizar “estudos paramétricos”, já que as tecnologias de MA são muito dependentes do controle cuidadoso desses parâmetros. Outro ponto que exige atenção são os parâmetros de fabricação, que podem variar de um equipamento para outro para atingir o mesmo resultado (26). E dentre a grande quantidade de parâmetros a serem analisados, tem sido observado que a potência do *laser*, velocidade de varredura e *hatch spacing* (em ordem decrescente) são os parâmetros que mais influenciam nas propriedades finais (24).

Portanto, este trabalho se concentrou em buscar uma correlação entre velocidade de varredura e *hatch spacing* por meio da técnica de LPBF (*Laser Powder Bed Fusion* – fusão em leito de pó a *laser*) a fim de garantir uma baixa porosidade, para então, ser testado sob ensaio de tração em temperaturas ambiente e criogênica. Além disso, foi investigada a evolução microestrutural da IN718 sob diferentes tratamentos térmicos, a fim de entender seu comportamento durante a deformação plástica em temperatura ambiente e criogênica.

2 OBJETIVOS

Ao longo das análises e estudos, foram definidos diversos objetivos para este trabalho, sendo separados em objetivos gerais e específicos.

2.1 Objetivos Gerais

1. Por meio de estudos paramétricos, encontrar a combinação entre velocidade de varredura e o *hatch spacing* mais adequada para uma menor densidade de poros;
2. Analisar o comportamento da deformação plástica sob tração e temperaturas ambiente e criogênica da IN718 fabricado por LPBF.

2.2 Objetivos específicos

1. Analisar a morfologia do pó reutilizado a fim de verificar se está adequado para uma nova fabricação de MA;
2. Além da quantidade, analisar a morfologia dos defeitos gerados durante a MA;
3. Analisar a influência da temperatura de solubilização para modificar a orientação e morfologia dos grãos da IN718 fabricado por LPBF, por meio de microscopia ótica e eletrônica, DRX e mapas de orientação obtidos por EBSD;
4. Analisar as microestruturas formadas durante os tratamentos térmicos e comparar a microestrutura inicial da IN718 fabricado por LPBF, por meio de microscopia ótica e eletrônica, DRX e mapas de orientação obtidos por EBSD;
5. Por meio de ensaio de dureza Vickers, comparar e avaliar a influência microestrutural, dessas diferentes condições de tratamentos térmicos, nas propriedades mecânicas;
6. Analisar a influência da precipitação de γ' , γ'' e carbeto sobre a deformação plástica sob tração em temperaturas ambiente e criogênica por meio de curvas de tensão x deformação, taxa de encruamento e mapas de orientação cristalográfica de EBSD.

3 REVISÃO DA LITERATURA

Neste tópico serão tratados os seguintes temas para a compressão e análise dos resultados obtidos: características, microestruturas e tratamento térmico da superliga Inconel 718 (IN718); o processo de Manufatura Aditiva (MA); e por fim, será abordado a deformação plástica em temperatura criogênica com ênfase na superliga IN718.

3.1 Inconel 718

A IN718 é uma superliga à base níquel-ferro e possui uma ampla aplicabilidade devido ao seu bom desempenho mecânico em temperaturas desde criogênica até 650 °C, além de ser aplicada em ambientes corrosivos e sob pressão. Assim, é utilizada em componentes de turbinas de motores de aeronaves e de gás para geração de energia, componentes de armazenamento de líquidos criogênicos (como oxigênio e hidrogênio), em plantas de usinas elétricas a carvão, indústria de petróleo e gás, marítima, nuclear e ímãs supercondutores (1,2,6).

Os tratamentos térmicos para esta superliga foram desenvolvidos para especializar sua microestrutura e acentuar suas propriedades mecânicas. Seu principal mecanismo de endurecimento é por meio da combinação de fases precipitadas coerentes de γ' e γ'' . Outro mecanismo de endurecimento é a formação de carbeto para dificultar o crescimento de grãos e o deslizamento de contornos quando aplicado sob fluência (1,2,6,26).

Outra característica que chama atenção para a IN718 é sua boa soldabilidade, tornando-a uma boa candidata para ser processada por meio de técnicas de MA. Também apresenta uma lenta cinética de reação para formação de precipitados, sendo menos propenso à formação de trincas durante a solidificação da impressão (27). Deste modo, no próximo tópico está descrito a composição química, formação de fases e microestrutura da IN718 para correlacionar com suas propriedades mecânicas finais.

3.1.1 Composição Química e Microestrutura

Como a IN718 foi desenvolvida para aplicações adversas (altas temperaturas, elevadas resistências mecânica e à corrosão), ela apresenta diversos elementos de

liga com concentrações elevadas, como nióbio e molibdênio. A composição química típica da IN718 pode ser vista a seguir na Tabela 1. Já a Tabela 2 relaciona os efeitos dos elementos de liga nas fases da IN718.

Tabela 1 - Composição química da IN718 (% em peso)

Ni	Cr	Fe	Nb	Mo
50,0 – 55,0	17,0 – 21,0	~18,0	4,80 – 5,50	2,80 – 3,00
Ti	Al	Co	C	
0,65 – 1,15	0,20 – 0,80	1,00	<0,08	

Fonte: Adaptado de Hosseini (28).

Tabela 2 - Efeitos de alguns elementos de liga na IN718

Efeito	Elemento de liga
Endurecimento da matriz por solução sólida	Cr, Fe, Mo
Formador fase γ'	Al, Ti
Endurecimento por solução sólida de γ'	Cr, Mo, Ti, Si, Nb
Formador fase γ''	Nb
Formação de Laves	Ti, Nb, Al, Si
Formação de óxido na superfície (Cr_2O_3 ou Al_2O_3)	Cr, Al
Formação de carbeto	
MC e M(C,N)	Ti, Mo, Nb
M_7C_3	Cr
M_6C	Mo

Fonte: Adaptado de DuPont (1).

Observando a Tabela 2, um elemento de liga pode proporcionar diferentes efeitos sobre a superliga. A adição dos elementos de liga pode alterar tanto a rede da matriz quanto a formação de precipitados, além de atuar como endurecedor por solução sólida na matriz e no precipitado. O cromo é um exemplo, que ao mesmo tempo que ele pode participar como um elemento de solução sólida da matriz, também pode ser um elemento de solução sólida de γ' , além de ser formador de carbeto e de óxido, aprimorando a resistência à corrosão da superliga (1,2,29).

A Tabela 3 mostra as principais fases encontradas na IN718. Devido a grande diferença de raio atômico do metal base (níquel) com o alumínio, o titânio e o nióbio, ocorre a precipitação na forma de γ' e γ'' e essas são as principais fases que promovem o endurecimento da superliga após o tratamento térmico de envelhecimento. Outra

característica importante dessas fases é sua alta coerência entre a interface matriz/precipitado, a qual ajuda na sua resistência mecânica (2,3,30).

Tabela 3 - Fases da Inconel 718, fórmula química, estrutura cristalina e grupo espacial

Fase	Fórmula Química	Estrutura Cristalina	Grupo Espacial
γ	Ni	CFC (A1)	Fm-3m; 225
γ'	$Ni_3(Al, Ti)$	CFC ($L1_2$)	Pm-3m; 221
γ''	Ni_3Nb	TCC ($D0_{22}$)	I4/mmm; 139
MC	$(Nb, Ti, Mo, Co)C$	CFC (B1)	Fm-3m; 225
M_6C	$(Ni, Mo, Co)_6C$	CFC ($E9_3$)	Fd-3m; 227
Laves	$(Ni, Fe, Cr)_2(Nb, Mo, Ti)$	Hexagonal (C14)	P6 ₃ /mmc; 194
δ	$Ni_3(Nb, Ti)$	Ortorrômbica ($D0_a$)	Pmmm; 59

Fonte: Adaptado de DuPont (1), Mankins (3) e Volpato (26).

Fase γ' : apresenta com estrutura CFC (Figura 1 (a)) com o alumínio ou titânio presentes nos vértices do cubo, enquanto o níquel está presente no centro das faces. Quando há cromo, cobalto ou ferro na composição, esses podem substituir o níquel, enquanto o nióbio pode substituir o alumínio e o titânio. A substituição desses elementos de liga pode contribuir significativamente no aumento da resistência mecânica (1). A reação de precipitação da fase γ' está a seguinte:

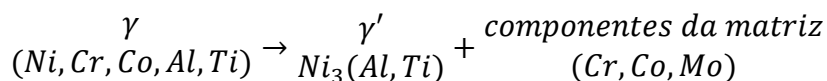
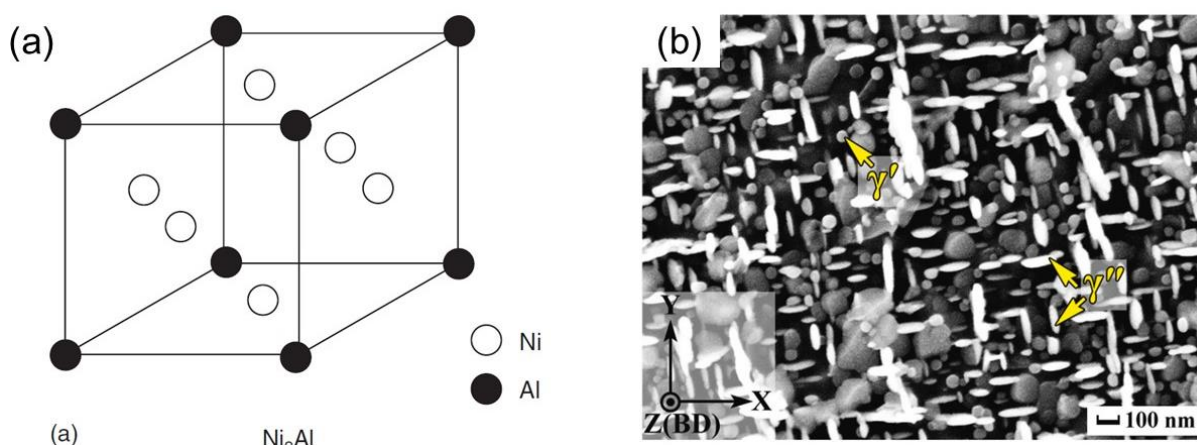


Figura 1 - (a) Representação esquemática da estrutura cristalina de γ' . b) Imagem alta resolução MEV de γ' de uma IN718 produzido por PBF e solubilizado a 1065 °C por 1,5 h, e duplo envelhecimento a 760 e 650 °C



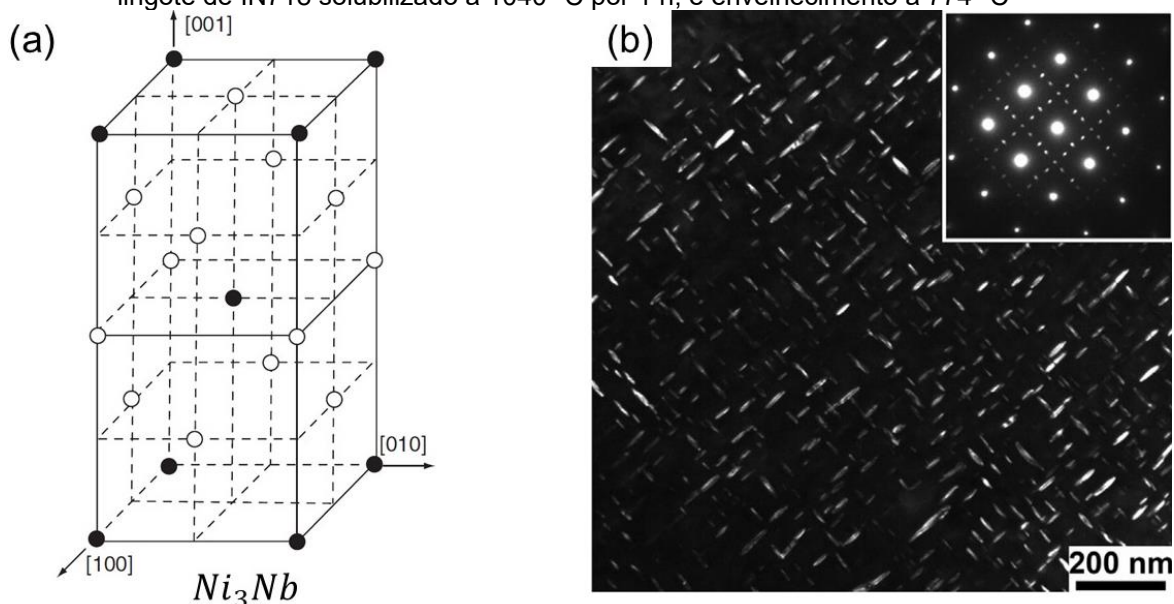
Fonte: Adaptado de Reed (2) e Shi (30).

Possui morfologia geralmente esférica, como mostrado na Figura 1 (b) de alta compatibilidade com a matriz, em torno de 1%. Mas sob longos tempos de envelhecimento, a fase pode perder a coerência da interface matriz/precipitado, adquirindo uma morfologia cúbica (1,2). Outra influência que esta alta coerência de interface provoca é que mesmo em altas taxas de resfriamento durante a solidificação em processos de soldagem e MA, é possível observar a formação da fase γ' (31).

Fase γ'' : é a principal fase endurecedora da IN718. Esta fase precipita de forma coerente, com uma lenta cinética de reação pela saturação de nióbio na matriz, quando comparada com a fase γ' (3,29). Pode-se observar sua estrutura cristalina na Figura 2. Ela apresenta uma estrutura TCC (Tetragonal de Corpo Centrado) e o titânio e o alumínio podem substituir o nióbio. Observa-se que o arranjo atômico de γ'' é parecido com a fase γ' , porém o parâmetro c é quase o dobro. Por isso essa fase é referenciada como γ'' (1,2).

Diferentemente da fase γ' , a γ'' apresenta uma morfologia de discos, como pode ser visto na Figura 2 (b) (2). Essa fase possui uma preferência de precipitação nos planos $\{100\}$ da matriz e sua morfologia de discos é fruto do crescimento ao longo das direções $[100]$ e $[010]$, enquanto que o crescimento ao longo da direção $[001]$ é limitado. Isso ocorre devido às incompatibilidades de rede ao longo das direções $[100]$ e $[010]$ serem menores que da direção $[001]$ (sendo para as direções $[100]$ e $[010]$ $\sim 0,56\%$, enquanto que a direção $[001]$ $\sim 3\%$) (32).

Figura 2 - (a) Representação esquemática da estrutura cristalina de γ'' . (b) Imagem MET de γ'' de um lingote de IN718 solubilizado a 1040 °C por 1 h, e envelhecimento a 774 °C



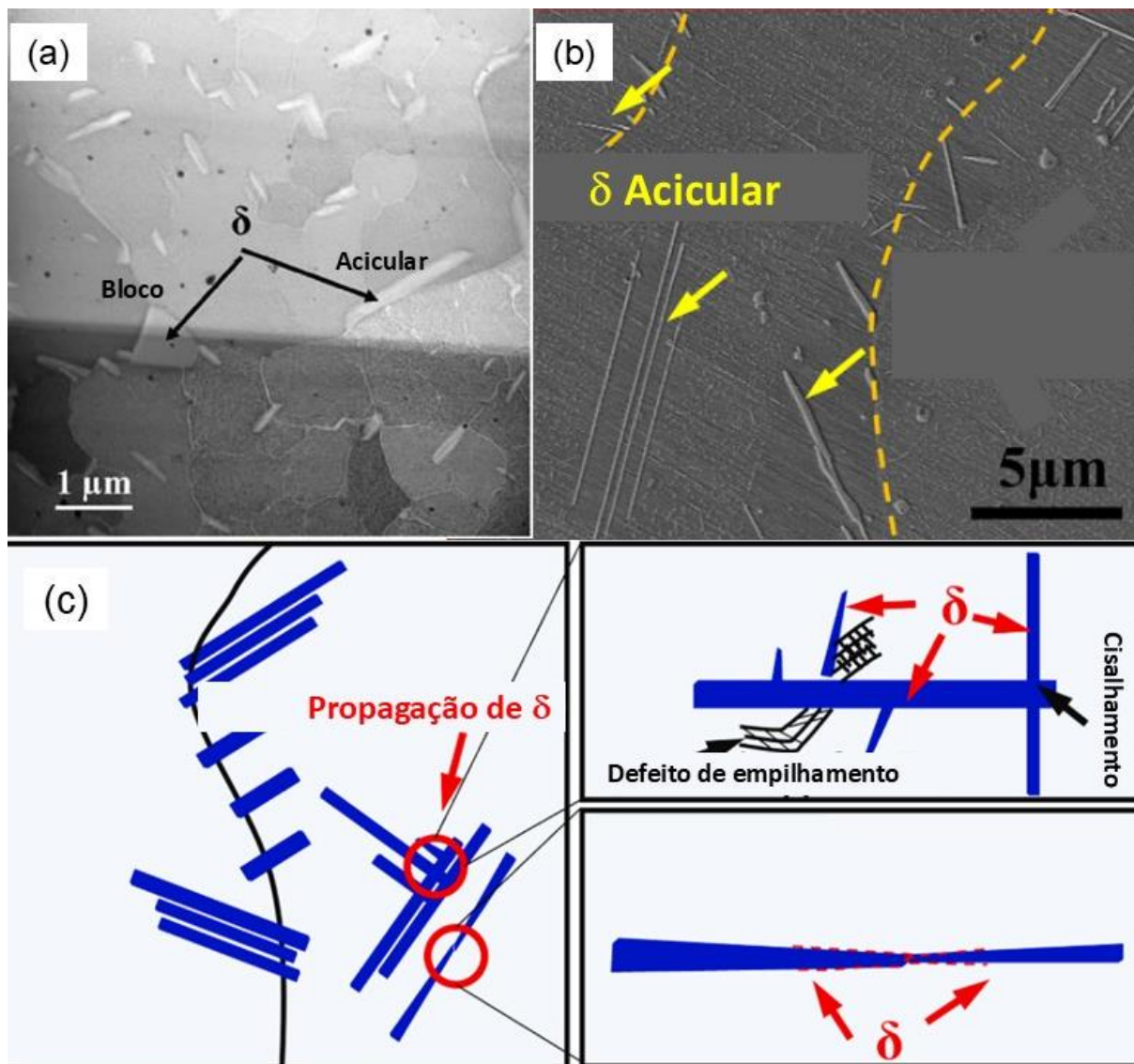
Fonte: Adaptado de Reed (2) e Zhang (33).

Entretanto, ao ser mantida por longos períodos de tempo em alta temperatura, pode ocorrer a transformação da fase γ'' para δ , com a mesma composição química (1,2).

Fase δ : é encontrada principalmente na forma acicular, mas pode ser encontrada com outras morfologias como em blocos, como pode ser visto nas Figura 3 (a) e (b). Como é formada a partir de γ'' devido ao envelhecimento excessivo ou quando exposto em altas temperaturas. Por isso, apresenta composição química semelhante à de γ'' , $\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Ti})$. A precipitação de δ ocorre pelo consumo de nióbio da matriz, da fase γ'' , ao longo dos contornos de grãos (2,28,34,35).

Nas Figura 3 (a) e (b) observa-se a precipitação da fase δ nos contornos de grãos, mas também pode precipitar em contornos de maclas (incoerentes e coerentes). Xi (2023) também observou que com maiores tempos de envelhecimento foi possível alterar a quantidade e o tamanho dos precipitados até uma estabilização de crescimento. Além disso, descobriu que a fase δ pode precipitar no interior do grão se o tratamento térmico for longo o suficiente. E devido a falhas de empilhamento, pontos de cisalhamento criados ou até mesmo extremidades dos precipitados δ iniciais, também podem ser locais de nucleação de novos precipitados δ (Figura 3 (c)) (35).

Figura 3 - Exemplos de morfologia em bloco e acicular da fase δ em (a) e (b). Em (c) representação de possíveis locais de nucleação da fase δ



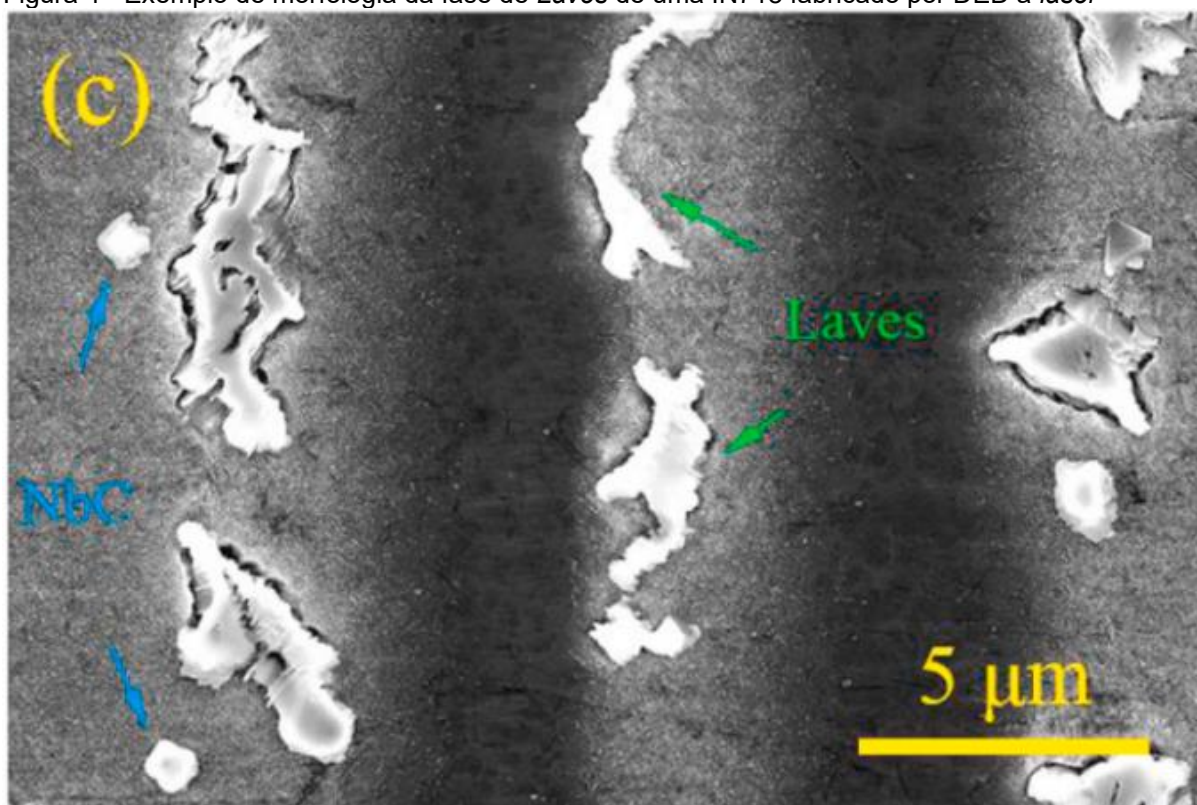
Fonte: Adaptado de (a) Zhou (27); (b) e (c) Xi (35).

O efeito da fase δ nas propriedades mecânicas é controverso uma vez que alguns autores a consideram uma fase indesejada por dois motivos principais: primeiro devido a sua natureza frágil e segundo a sua formação advém do consumo de elementos químicos da fase γ'' , diminuindo a quantidade de γ'' . Porém outros, como Xi (2023) e Volpato (2022), afirmam que ele pode melhorar a resistência da liga até uma determinada quantidade, já que dificulta o movimento das discordâncias e dos contornos de grãos (quando aplicados em altas temperaturas), portanto, aumentando a resistência do material (26,35).

Laves: apresenta estrutura hexagonal compacta. Apresenta a fórmula química $(\text{Ni, Fe, Cr, Co})_2(\text{Nb, Ti, Si, Mo})$ (36). Mas os elementos níquel, cromo, ferro e

titânio não participam tão fortemente na formação de *Laves*, apenas nióbio e carbono participam mais ativamente, sendo o carbono a principal força motriz para a precipitação de *Laves* (37). *Laves* possui uma estrutura cristalina complexa, com morfologia de estruturas irregulares, volumosas e frágeis que migram para regiões de contornos de grãos e interdendríticas em ligas fabricadas por MA. Sua morfologia pode ser vista na Figura 4 (1,3).

Figura 4 - Exemplo de morfologia da fase de *Laves* de uma IN718 fabricado por DED a laser



Fonte: Adaptado de Yu (38).

É uma fase indesejável pois diminui a resistência mecânica do material por meio do esgotamento de elementos de liga endurecedores, principalmente nióbio na matriz ao seu redor (1,36). A formação desta fase ocorre devido à forte segregação de elementos de liga que ocorre especialmente na MA devido às altas taxas de solidificação. É observado que a formação da fase *Laves* ocorre em três etapas: (1)

Primeiro estágio:	$L \rightarrow \gamma$
Segundo estágio ($\sim 1250\text{ }^{\circ}\text{C}$):	$L \rightarrow \gamma + \text{NbC}$
Terceiro estágio ($\sim 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$):	$L \rightarrow \gamma + \text{Laves}$

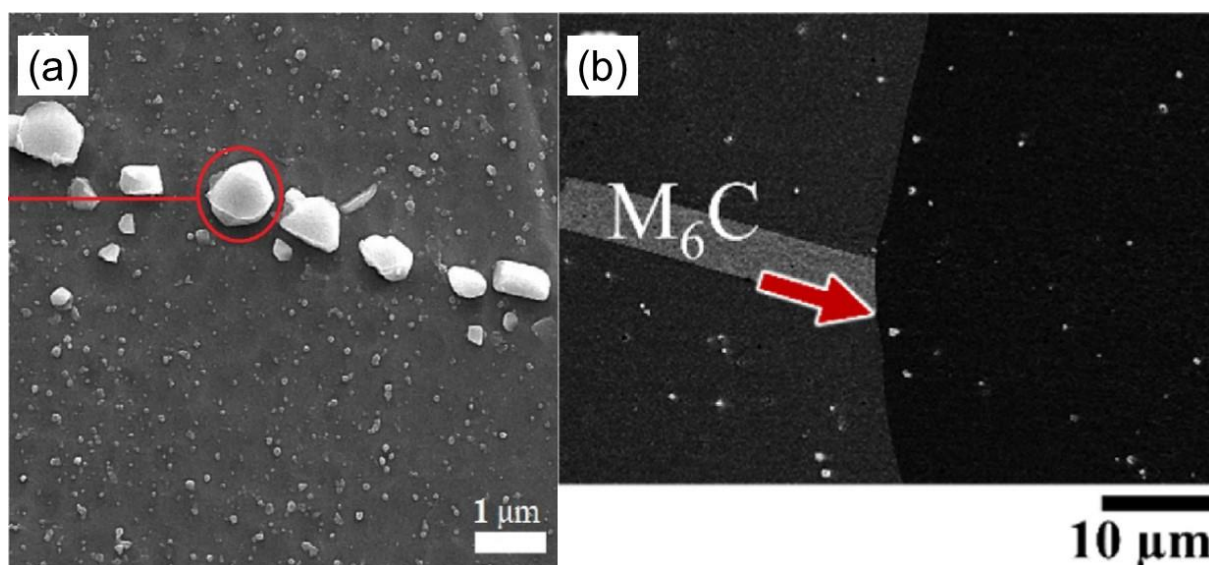
A formação do carbeto NbC está melhor descrita a seguir. Os principais elementos que são segregados para as regiões interdendríticas são aqueles com coeficiente de partição menor que 1. Ou seja, são elementos que tendem a segregar/difundir para o líquido durante a solidificação (no caso, são nióbio, titânio, molibdênio e alumínio). Deste modo, não é interessante a formação de *Laves* pois elementos para a formação das fases γ' e γ'' ficam retidos nessa fase (1,36).

Para evitar essa fase, ela pode ser dissolvida em tratamentos isotérmicos (39). Outro modo para suprimi-la é por meio da adição de carbono, uma vez que a formação de NbC ocorre antes da formação de *Laves* durante a solidificação. Enquanto que a adição de ferro pode promover maior formação de γ /*Laves*, já que o ferro afeta o potencial de segregação do nióbio (1).

Carbetos: O carbono participa ativamente na formação de carbetos na IN718. A formação de carbetos nos contornos de grãos ocorre preferencialmente com os elementos cromo, molibdênio, nióbio e titânio. Portanto, a presença de carbono pode prejudicar a atuação de mecanismos de endurecimento por solução sólida e precipitação que utilizam esses elementos mencionados (1,2). Mas para aplicação sob fluência é interessante a formação de carbetos, pois são estáveis e temperaturas elevadas e os mesmos dificultam o crescimento e deslizamento de contornos de grãos (26).

Os carbetos mais frequentes são: MC, M_6C , M_7C_3 e $M_{23}C_6$. A sua formação dependerá da concentração de carbono e da sua composição química. Será focado na formação dos carbetos MC e M_6C já que são os principais carbetos encontrados neste trabalho. Na Figura 5 a seguir há uma representação destes carbetos e é possível analisar que suas morfologias são semelhantes. Deste modo, é interessante realizar análise de EDS para identificá-los (1,3,11,39,40).

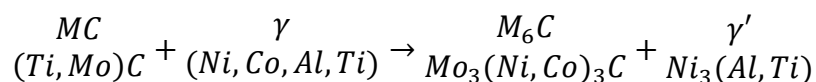
Figura 5 - (a) Morfologia de carbeto MC (NbC) de uma amostra de IN718 fabricada por LPBF e homogeneizada a 1150 °C por 2h. (b) Morfologia de um carbeto M₆C de uma amostra de IN718 produzido por DED homogeneizado a 1162 °C e envelhecido



Fonte: Adaptado de (a) Ghaemifar (40) e (b) Ahmad (11).

O carbeto MC normalmente encontra-se como um grande bloco com distribuição aleatória ao longo das regiões interdendrítica e nos contornos de grãos de solidificação. É substituído por Laves, M₆C e M₂₃C₆ durante processos em altas temperaturas. A sua formação ocorre no final da solidificação antes do início da reação eutética $L \rightarrow \gamma + \gamma'$, encontrado nas regiões interdendríticas. Pode haver formação de carbeto com alumínio, titânio e nióbio. Devido ao baixo valor de coeficiente de partição, o carbono irá segregar fortemente para o líquido junto com elementos formadores de γ' (Al, Ti). Ao cruzar a linha eutética, ocorrerá a formação tanto de γ quanto MC. E ao atingir o ponto eutético, ocorrerá a reação $L \rightarrow \gamma + MC + \gamma'$ (1,3,11,41).

Já o carbeto M₆C forma-se em temperaturas em torno de 1038 °C e sua reação de formação pode ser vista a seguir. Observa-se que temperaturas o carbeto MC pode reagir com a matriz e formar outros carbeto. M₆C é rico em molibdênio e possui uma estrutura cristalina complexa. Presente como blocos em contornos de grãos. Reduz a ductilidade (1,3,11,29,41).



3.1.2 Tratamento Térmico

O grande desafio para que o material tenha uma boa performance é conciliar a química da liga do metal, seu histórico de processamento e o tratamento térmico (3).

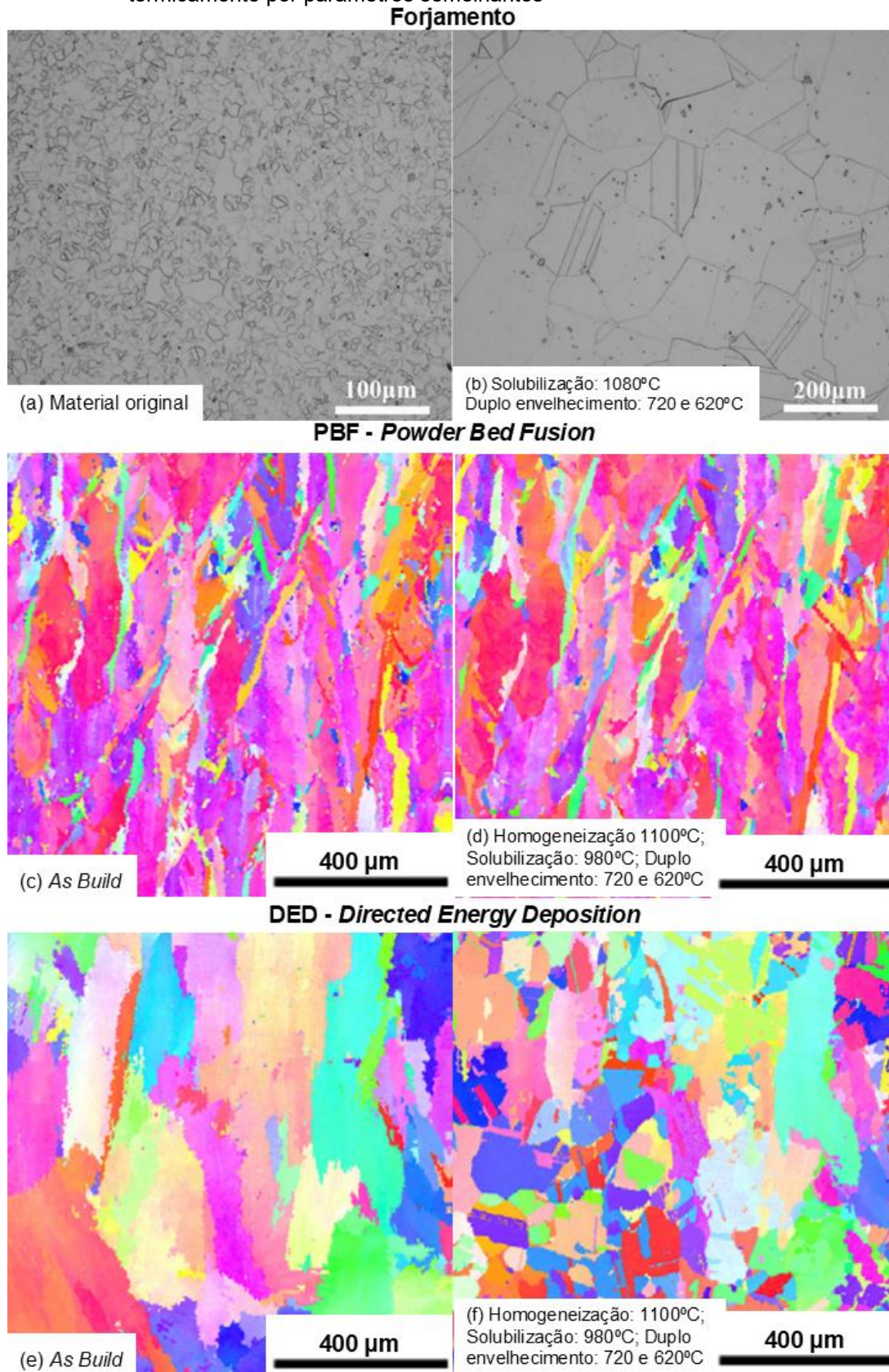
Como a IN718 é uma liga complexa cuja resistência mecânica advém da precipitação de fases coerentes e a fabricação por MA causa grande segregação de elementos de liga, vê-se a necessidade de ter uma microestrutura homogênea que é possível de ser alcançada por meio de tratamentos térmicos.

Apesar de apresentar mesma composição química, metais produzidos por MA apresentam morfologias diferentes de materiais fundidos e forjados, além de características microestruturais indesejadas. Assim, pode apresentar heterogeneidades entre camadas, gradientes de concentração e diferentes morfologias, textura, altas tensões residuais e anisotropia que podem afetar diretamente nas propriedades mecânicas (32,35).

Por mais que os tratamentos térmicos para a superliga IN718 estejam bem estabelecidos, ainda tem sido desenvolvido diversos estudos sobre este tema. E razão para isto pode ser visto na Figura 6 a seguir. Observa-se que as imagens (b), (d) e (f) passaram por tratamentos térmicos semelhantes e feitos da mesma superliga IN718, mas devido aos diferentes processos de fabricação, foram obtidas diferentes morfologias de grãos diferentes. O material forjado (Figuras 6 (a) e (b)) teve um crescimento dos grãos após o tratamento térmico. Já para o material produzido por LPBF (Figuras 6 (c) e (d)) praticamente não houve mudanças em sua microestrutura com o tratamento térmico. Entretanto, para amostra de DED (Figuras 6 (e) e (f)) houve mudanças significativas na microestrutura (42,43).

Para ligas metálicas produzidas por MA, se faz necessário tratamentos térmicos posteriores, pois devido aos fortes gradientes de temperatura e aos ciclos de aquecimento e resfriamento, a MA introduz muitas características microestruturais indesejadas, como falta de homogeneidade na composição química, textura e altas tensões residuais que podem afetar diretamente nas propriedades mecânicas. Sendo

Figura 6 - Microestruturas de IN718 fabricadas por técnicas diferentes e tratados termicamente por parâmetros semelhantes



Fonte: Adaptado de (a) e (b) Zhao (42); (c), (d), (e) e (f) Zhou (43).

assim, é interessante realizar tratamentos térmicos para evitar essas desvantagens. Além disso, a IN718 é conhecida por ser uma liga endurecida por precipitação, ou seja, ela precisa passar por um tratamento térmico de envelhecimento para aumentar sua resistência e evitar essas desvantagens citadas anteriormente (3,32).

O tratamento térmico de envelhecimento consiste na precipitação de uma segunda fase em uma matriz com a finalidade de aumentar a resistência mecânica do material (realizar o endurecimento ou fortalecimento da liga metálica). Há três etapas principais:

1. Solubilização: aquecer a liga até a região monofásica e mantê-la por tempo suficiente para dissolver quaisquer precipitados solúveis (13). Diversos autores trazem a nomenclatura homogeneização para esta etapa, mas para este trabalho será tratado como solubilização.
2. Têmpera: resfriar a liga monofásica muito rapidamente até a temperatura ambiente para que a formação de precipitados estáveis seja evitada, obtendo uma solução sólida supersaturada (13).
3. Envelhecimento: após solubilização, com os elementos de liga dissolvidos pela matriz, é necessário realizar a precipitação controlada de fases que irão endurecer o material. É um tratamento térmico mais longo e ocorre em temperaturas intermediárias (1).

Para a IN718, a recomendação para tratamentos térmicos (tanto pelo fabricante quando pela norma AMS 5663) posteriores ao processo de MA é: (28,42,44)

Solubilização: 980°C – 1h – resfriamento ao ar

Duplo envelhecimento: 1ª etapa: 720 °C – 8h – resfriamento ao forno

2ª etapa: 620 °C – 8h – resfriamento ao ar

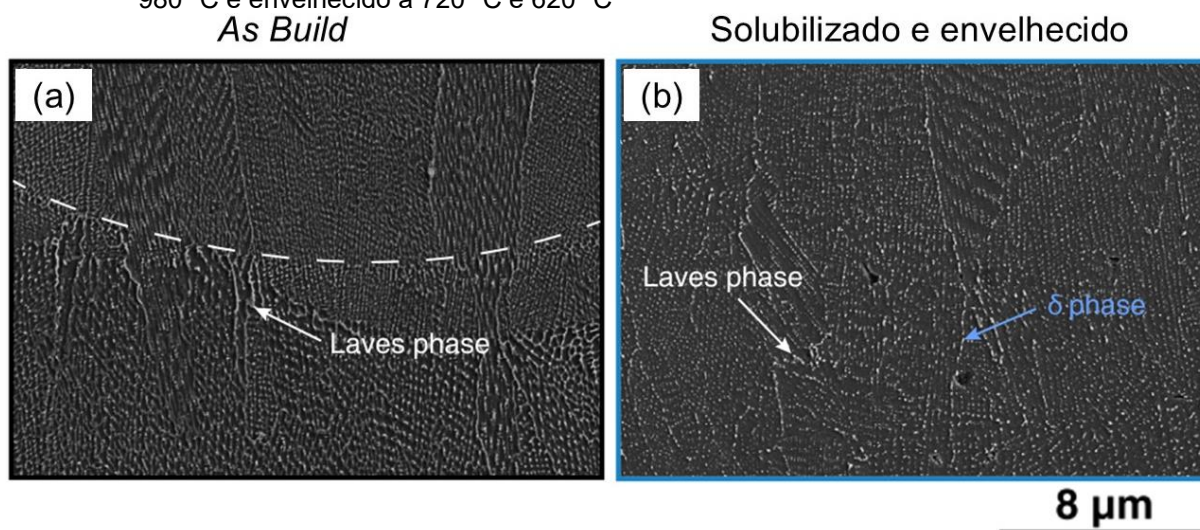
Um ponto interessante de se observar é que a temperatura de solubilização irá influenciar no crescimento dos grãos. Com altas temperaturas poderá até mesmo levar ao crescimento excessivo dos grãos, que como é previsto pela relação de Hall-Petch, esse crescimento pode prejudicar na resistência mecânica final (43).

Ao ser utilizada sem tratamento térmico, a microestrutura formada de *Laves* pode prejudicar o desempenho mecânico por ser uma fase frágil. Deste modo, o principal objetivo da solubilização para a IN718 produzida por LPBF é dissolver a fase de *Laves*, pois, como será visto no 3.2.2, devido à grande concentração de titânio, alumínio e nióbio que fica retido nesta fase por meio do processo de segregação durante a solidificação. E esses elementos são necessários estarem solubilizados

pela matriz para participar da reação de precipitação de γ' e γ'' durante o envelhecimento (3,28,39,45).

Uma microestrutura de uma IN718 produzida por LPBF pode ser vista nas Figura 7. Para a amostra *As Build* (AB – como construída), como da Figura 7 (a), há formação de subestruturas típicas da MA (que serão discutidas mais adiante no tópico 3.2.2) de longas cadeias de *Laves* com morfologia irregular (39,45). Já a amostra Figura 7 (b), foi solubilizada a 980 °C por 1 h e envelhecida a 720 °C por 8 h e 620 °C por 8 h. Com esse tratamento térmico, a solubilização foi capaz de dissolver a fase de *Laves* inicial e precipitou na forma de fase δ . Porém a temperatura de solubilização não foi suficiente para dissolver completamente a fase de *Laves*, ficando frações remanescentes devido à baixa difusividade do nióbio (32,43).

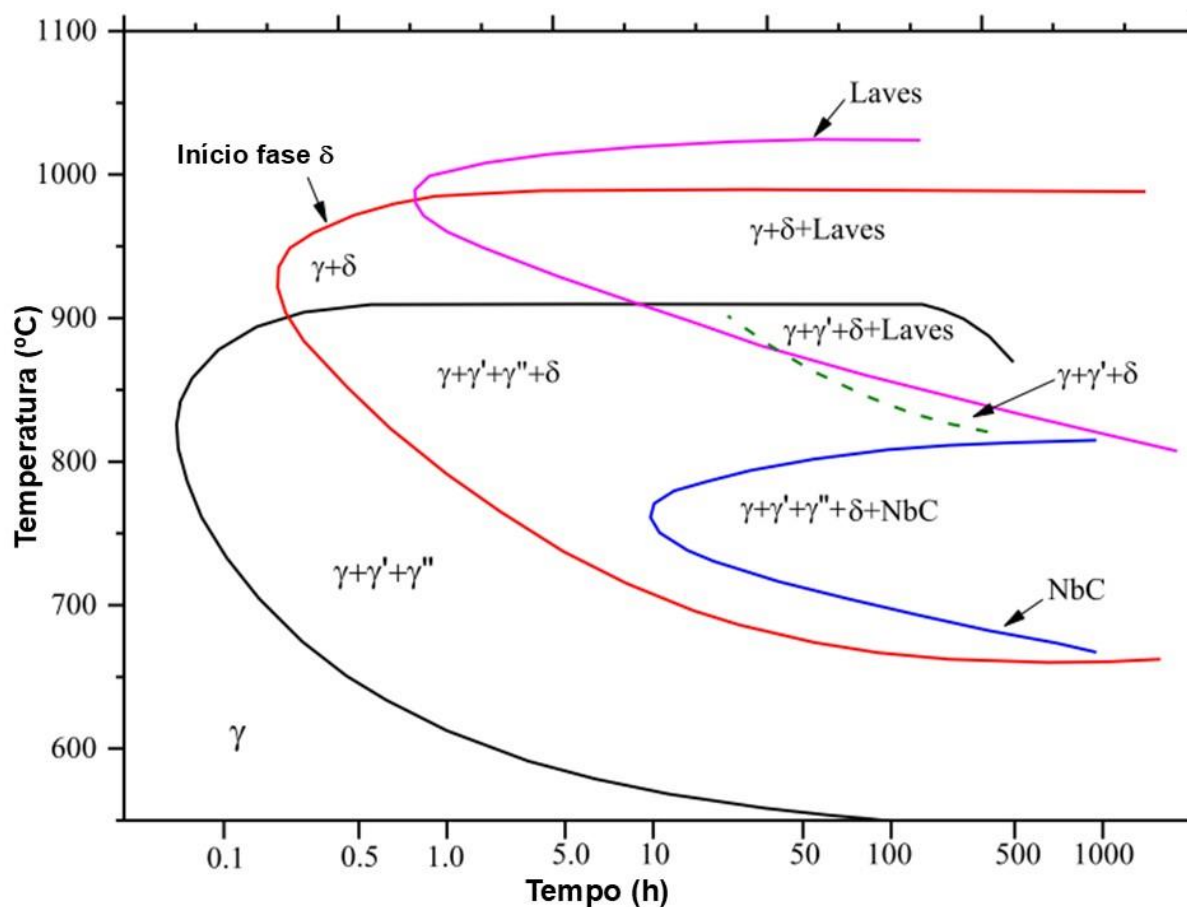
Figura 7 - Imagens de MEV das amostras de IN718 fabricado por LPBF: a) *As Build* e b) solubilizado a 980 °C e envelhecido a 720 °C e 620 °C



Fonte: Adaptado de Zhou (43).

Uma ferramenta importante para estudar as temperaturas de formação das fases é o diagrama TTT (Transformação-Tempo-Temperatura). O diagrama TTT da Figura 8 é um diagrama para soldas de IN718, o que pode ser adequado para prever algumas fases deste trabalho de MA das amostras AB. (46) Observando o diagrama, pode-se deduzir que o tempo para ocorrer a formação da fase de *Laves* seria necessário pelo menos uma hora. Entretanto, como a solidificação durante a MA ocorre em milésimos de segundos, há uma forte segregação dos elementos de liga que favorecem a formação de *Laves* (1).

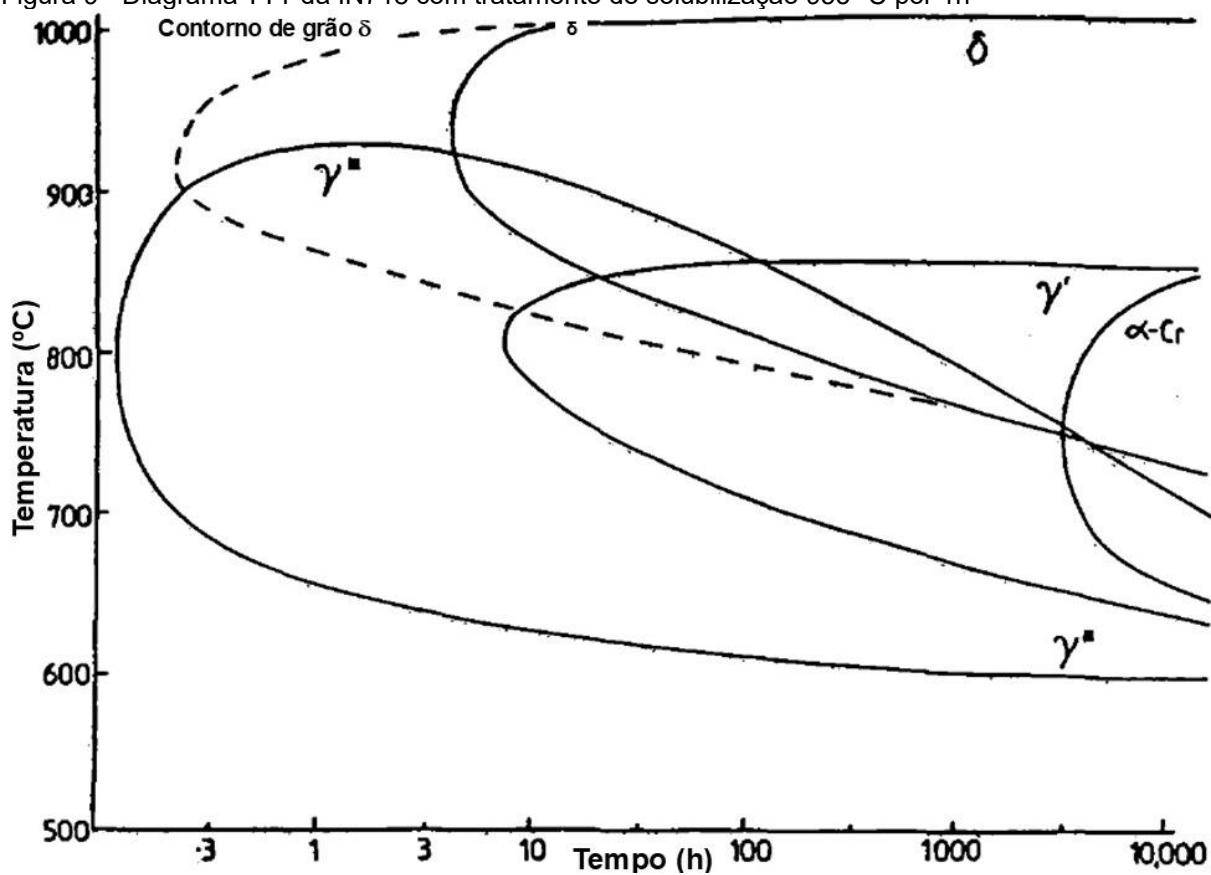
Figura 8 - Diagrama TTT para soldas em IN718



Fonte: Adaptado de Mostafa (46).

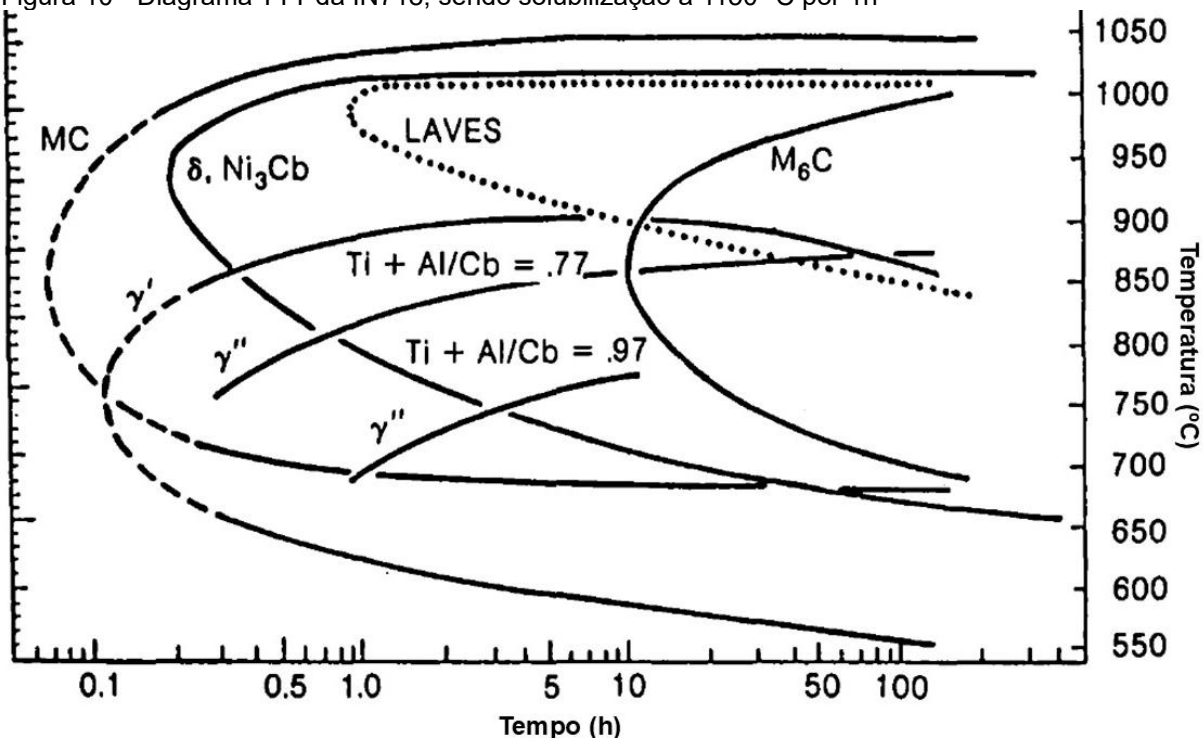
Com a solubilização a 955 °C (Figura 9), pode ocorrer a precipitação de δ nos contornos de grãos e não é previsto a precipitação da fase de *Laves*. Já em 1150 °C (Figura 10), ocorre a precipitação de carbeto tanto MC quanto M_6C , além da precipitação de *Laves*.

Figura 9 - Diagrama TTT da IN718 com tratamento de solubilização 955 °C por 1h



Fonte: Adaptado de Chandler (47).

Figura 10 - Diagrama TTT da IN718, sendo solubilização a 1150 °C por 1h

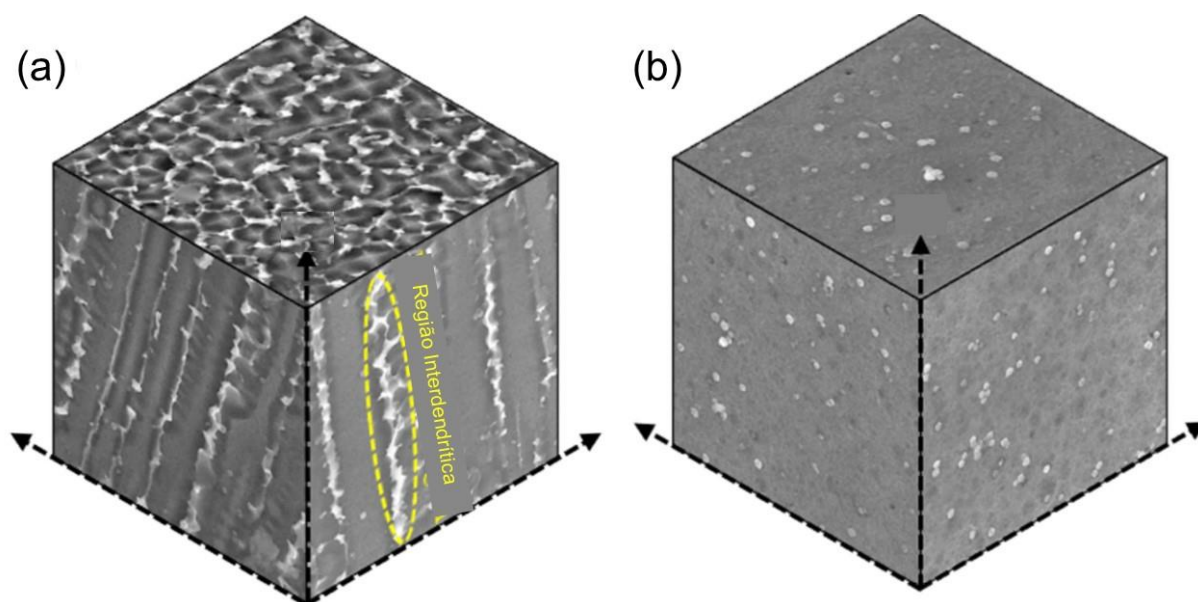


Fonte: Adaptado de Chandler (47).

Como a fase de *Laves* é estável em temperaturas mais elevadas, são necessárias maiores temperaturas para conseguir dissolvê-la (3). Estudos com temperatura de solubilização em temperaturas de 1065 °C (27,32) mostram que ainda não foram suficientes para dissolver a fase de *Laves*. Já temperaturas acima de 1100 °C tiveram melhores resultados para solubilização da microestrutura, recristalização completa e eliminação dos limites entre as camadas de deposição (28,32,39,43).

Singh *et al.* (2024) realizou simulações com o *software Thermo-Calc* da IN718, e observou que a temperatura de 1150 °C seria adequada para dissolver completamente *Laves*. E isto foi comprovado por meio da observação de micrografias de amostras de IN718, produzidas por LPBF e solubilizadas a 1150 °C, como pode ser visto nas Figura 11. Em (a) é possível observar longas cadeias de *Laves* nas regiões interdendríticas. Já em (b), após a solubilização a 1150 °C por 1 h, há apenas pontos brancos indicando carbeto dispersos pela matriz austenítica, portanto, essa temperatura foi adequada para dissolver a fase de *Laves*. (45)

Figura 11 - Micrografias obtidas por MEV de uma IN718 produzido por LPBF, sendo em (a) uma amostra AB e em (b) uma amostra solubilizada a 1150 °C



Fonte: Adaptado de Singh et al (45).

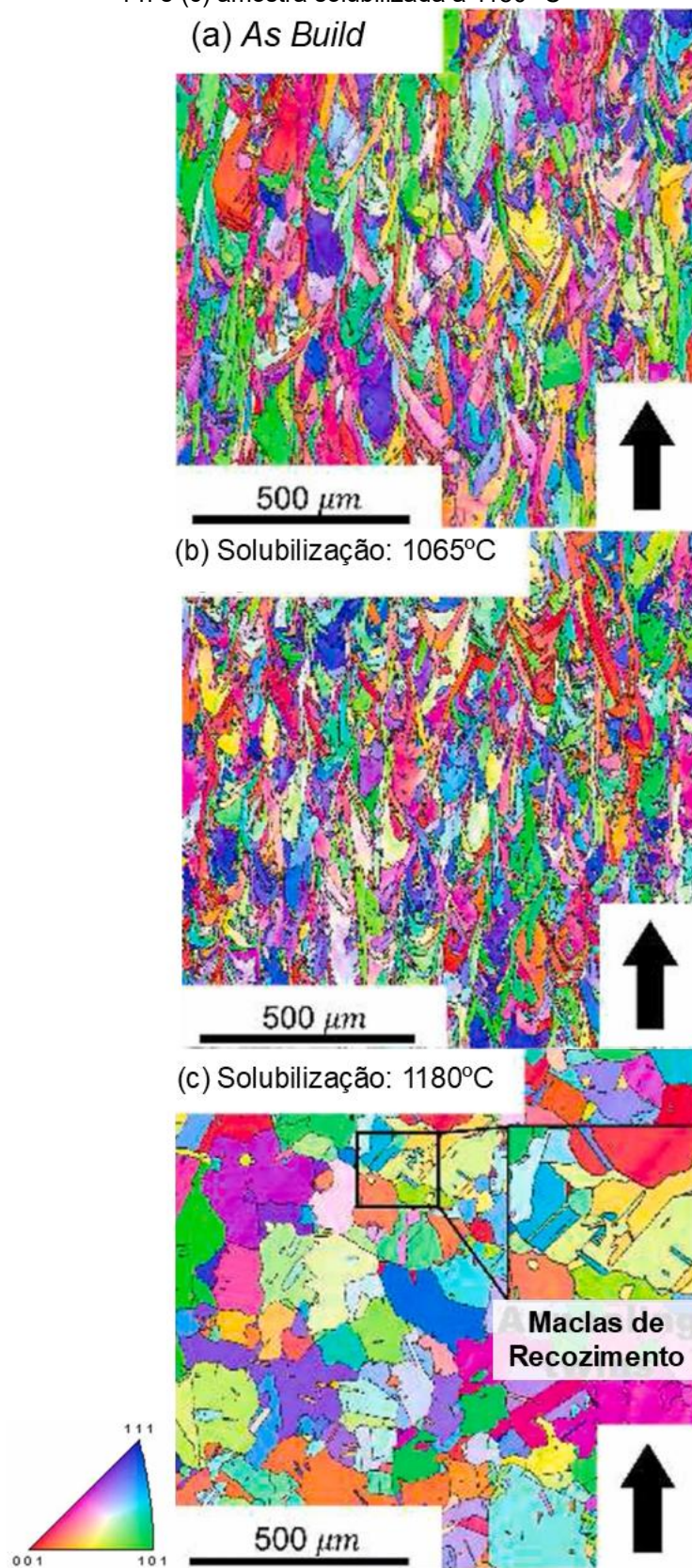
Outro fator que a temperatura de solubilização altera é a morfologia dos grãos. Zhao *et al* (2021) analisou em seu estudo amostras de IN718 produzidas por LPBF e tratadas termicamente com diferentes temperaturas de solubilização. A partir de mapas de EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*) conferiu a alteração da morfologia dos grãos colunares para grãos equiaxiais após o tratamento térmico. Isso pode ser

visto nas Figura 12 (a), (b) e (c). Observa-se que praticamente não houve alteração da morfologia dos grãos com a solubilização a 1065 °C, os grãos mantiveram-se muito semelhantes à amostra AB. Apenas com a temperatura de 1180 °C foi possível alterar a morfologia dos grãos. O autor afirma que nesta temperatura houve uma recristalização completa acompanhada de crescimento de grãos, além da formação de maclas de recozimento, desaparecendo a morfologia colunar (32,39,43,48).

A etapa de envelhecimento é necessária para que ocorra a precipitação de importantes fases de endurecimento (γ' e γ''). A temperatura e o tempo envelhecimento irão influenciar no tamanho e quantidade de precipitados γ' e γ'' . Menores temperaturas de envelhecimento levam a precipitados menores, mas será favorecido a nucleação, aumentando o montante de precipitados (39,49).

Pelas Figura 8, 9 e 10, pode-se observar que para a formação de γ' e γ'' são necessárias temperaturas intermediárias (~720 °C) sob longos períodos de tempo (mínimo de 4 h) para que os elementos se difundam pela matriz e reajam para precipitar em diferentes fases. Esses tempos longos são necessários por dois principais motivos: baixa difusividade na rede cristalina devido ao tamanho dos elementos de liga, como o nióbio; alta coerência da interface matriz/precipitado de γ' ou γ'' que leva a uma baixa energia superficial. Devido a essa baixa energia, a taxa de crescimento desses precipitados é lenta, sendo necessários grandes tempos de envelhecimento (1,3,32,39). Entretanto, deve-se atentar à precipitação de δ que pode ocorrer devido ao envelhecimento excessivo ou se mantido em temperaturas mais elevadas. Isso pode ser prejudicial ao desempenho mecânico já que para precipitar δ é retirado nióbio de γ'' , diminuindo a presença desta fase (27).

Figura 12 - Mapas de orientação cristalográfica de uma IN718 produzido por LPBF, sendo em (a) amostras *As Build*; (b) amostra solubilizada a 980 °C por 1 h e (c) amostra solubilizada a 1180 °C



Fonte: Adaptado de Zhao (32).

3.2 Manufatura Aditiva

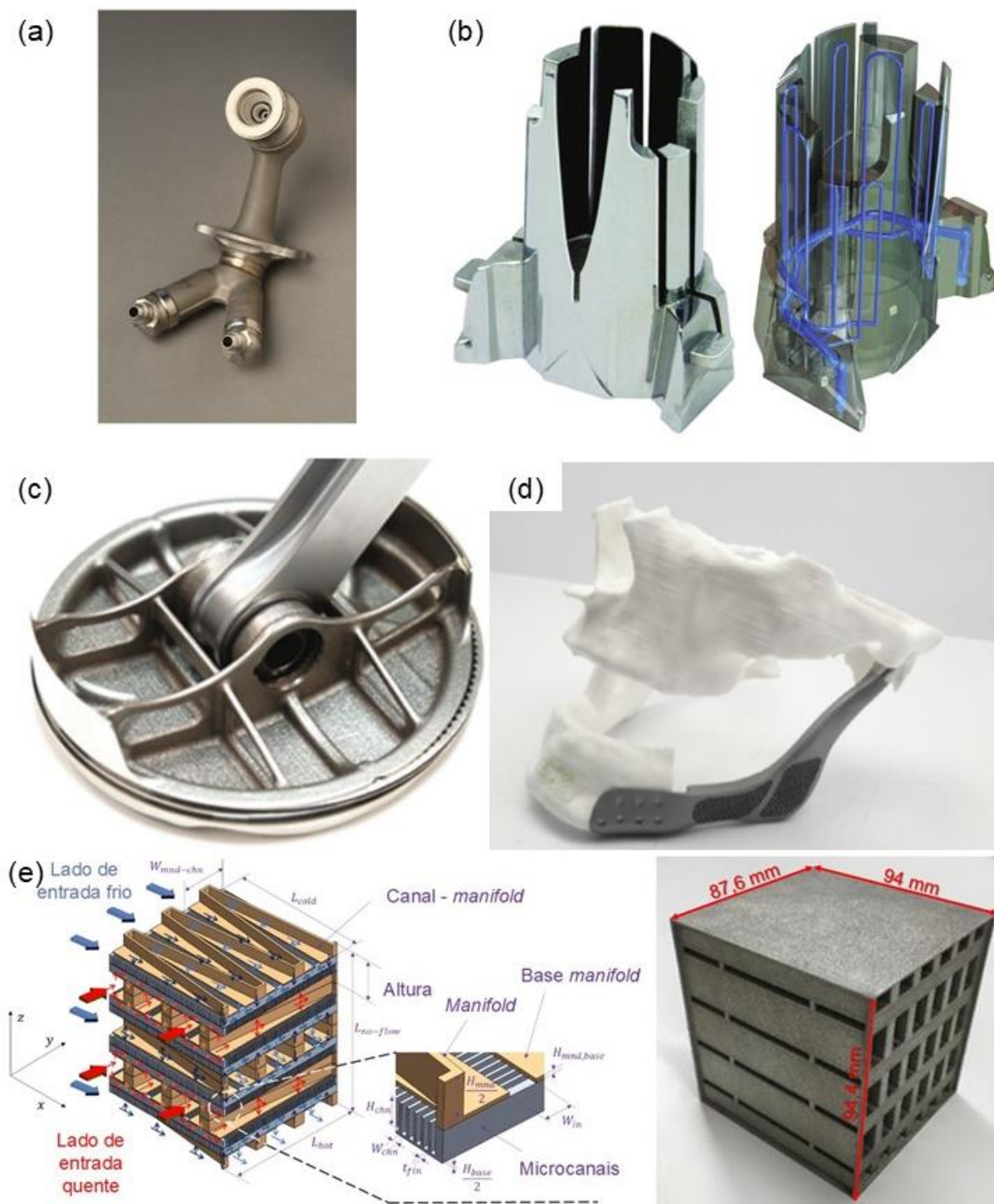
Um grande desenvolvimento da MA ocorreu na década de 1980. Embora a MA já tenha grandes avanços, sendo possível até mesmo ter um equipamento de MA em casa, ainda há muito a ser devolvido tanto na produção de máquinas quanto na adoção dessa tecnologia (19,50).

Popularmente conhecido como impressão 3D, o processo de MA de materiais metálicos é um processo de construção com diversos cordões de solda sobrepostos. A MA permitiu a criação de objetos complexos de forma livre em um computador e fabricá-los em um equipamento de MA. Com esta tecnologia, é possível o desenvolvimento de geometrias de peças originais, com formas fluídas, fugindo da restrição de design dos processos convencionais de manufatura subtrativa. Além disso, por meio dela foi possível acelerar diversas etapas de desenvolvimento do produto, como uma prototipagem mais rápida (26,50).

A Figura 13 traz diversos exemplos de aplicações originais. A Figura 13 (a) apresenta um bico de combustível feito de uma liga de cobalto-cromo que combina 18 componentes em uma única peça e oferece maior durabilidade e eficiência. A Figura 13 (b) retrata um molde com complexos canais de resfriamento que permitem acelerar processos de moldagem e melhorar a qualidade da peça final. Isso permite ao projetista uma liberdade de criação e otimização de funções térmicas e mecânicas em uma peça. A Figura 13 (c) é um pistão com um design que proporcionou a redução de peso da peça para carros da Fórmula 1 (50). A Figura 13 (d) mostra uma aplicação para a área da saúde, em que foi produzido um implante para substituir o tecido ósseo na área da mandíbula. A tecnologia MA tem sido muito utilizada em cirurgias maxilofaciais e craniofaciais devido a fraturas ou perda de tecido devido ao câncer. É interessante utilizar a MA na área da saúde devido a agilidade na produção personalizada e o controle de porosidade, que auxilia no crescimento ósseo (51).

Por fim, a Figura 13 (e) apresenta um trocador de calor produzido por PBF feito de IN718 que permitiu um coeficiente geral de transferência de calor quase seis vezes maior do que um trocador convencional, além de uma melhoria de 60% na densidade de transferência de calor gravimétrica e volumétrica. Esse aprimoramento só foi possível pela utilização da IN718, que por sua vez, só foi possível construí-lo devido à tecnologia de MA (21).

Figura 13 - Exemplos de peças feitas por manufatura aditiva na área metalúrgica. (a) Bico de combustível fabricado pela General Electric; (b) Inserto de molde; (c) Pistão automotivo; (d) Implante para ressecção mandibular; e (e) Trocador de calor



Fonte: Adaptado de (a), (b), (c) Milewski (50); (d) Nouri (51) e (e) Battaglia (21).

Outro exemplo de aplicação que trouxe resultados surpreendentes devido à microestrutura única da manufatura aditiva, é o aumento da resistência a tribocorrosão da IN718 produzida por PBF. Stachowiak (2023) mostrou que esse ganho de

resistência se deve a microestrutura de grão colunares finos com subestrutura dendrítica-celular, pois isso faz com que haja menos área superficial exposta às interações abrasivas (22).

Para que essas peças fluídas e de alta complexidade planejadas no imaginário se tornem realidade, é necessário passar por estágios como em uma linha de produção, que podem ser vistos na Figura 14.

Figura 14 - Etapas de fabricação por manufatura aditiva



Fonte: A autora.

Inicialmente é necessário realizar um trabalho conjunto para definir a matéria-prima, o método de impressão, o *design* da peça e os parâmetros de impressão. Há dois métodos que são considerados os principais de acordo com a ISO/ASTM 52900:21. Porém, devido ao desenvolvimento e registros de patentes dos fabricantes de equipamentos, há diversos equipamentos que são semelhantes e diferem quanto a fonte de energia, nome e acessórios. A Tabela 4 traz um resumo dos nomes mais comuns encontrados na literatura (50).

O método de DED consiste na deposição direta de pó ou fio no ponto focal que é direcionado por um caminho para construir a peça. Este ponto focal é criado por um *laser*, ou feixe de elétrons ou plasma e tem a função de fundir o metal, construindo camada a camada e a peça (50). Não será abordado mais profundamente sobre DED, pois o método utilizado para este estudo é PBF, como será descrito a seguir.

Tabela 4 - Nomenclaturas de técnicas de manufatura aditiva

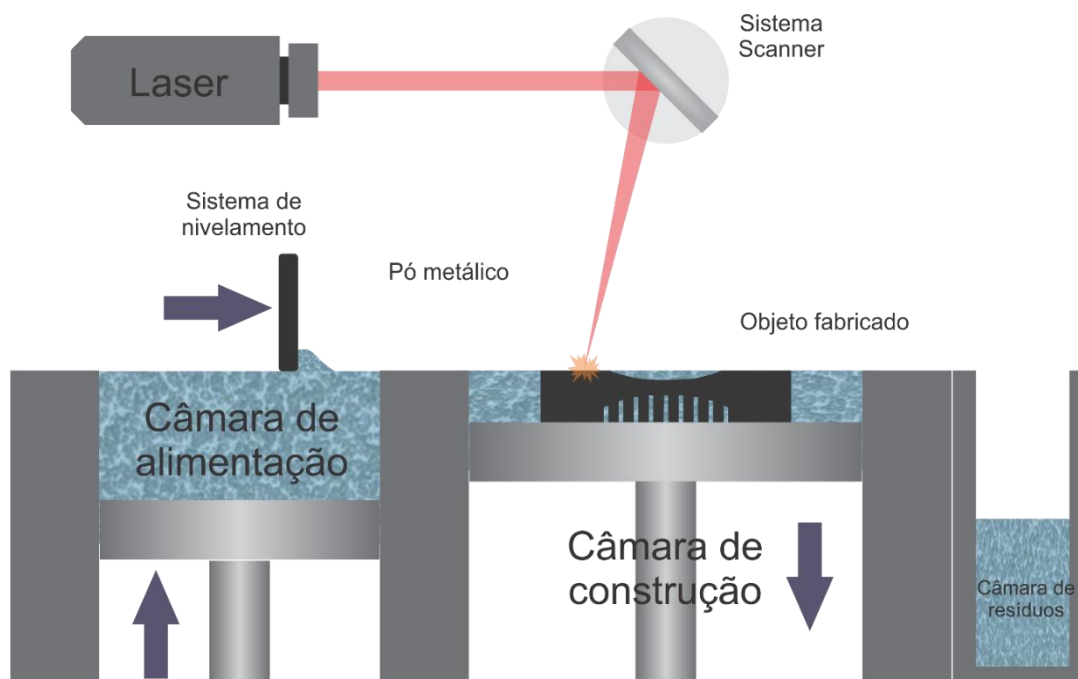
Abreviação	Nome comercial	Fabricante	Categoria ASTM
DMLS	Direct Metal Laser Sintering	EOS	L-PBF
SLM	Selective Laser Melting	SLM Solutions	L-PBF
DMP	Direct Metal Printing	3D Systems	L-PBF
LaserCUSING®	Laser Cusing	Concept Laser	L-PBF
EBM®	Electron Beam Melting	Arcam AB	EB-PBF
EBAM™	Electron Beam Additive Manufacturing	Sciaky Inc.	EB-DED
LENS®	LENS	Optmoec	L-DED
DMD®	Direct Metal Deposition	DM3D Technology LLC	L-DED

Fonte: Adaptado de Milewski (50).

3.2.1 Fusão a *Laser* em Leito de Pó

Neste tópico será explicado com maiores detalhes o funcionamento do PBF, mais especificamente LPBF. Por meio da Figura 15 é possível visualizar o funcionamento de um equipamento de LPBF. Basicamente, o LPBF é um processo cíclico em que uma fonte de *laser* funde regiões específicas de um leito de pó, e a cada camada construída uma nova camada de pó é sobreposta (26).

Figura 15 - Ilustração do funcionamento de L-PBF

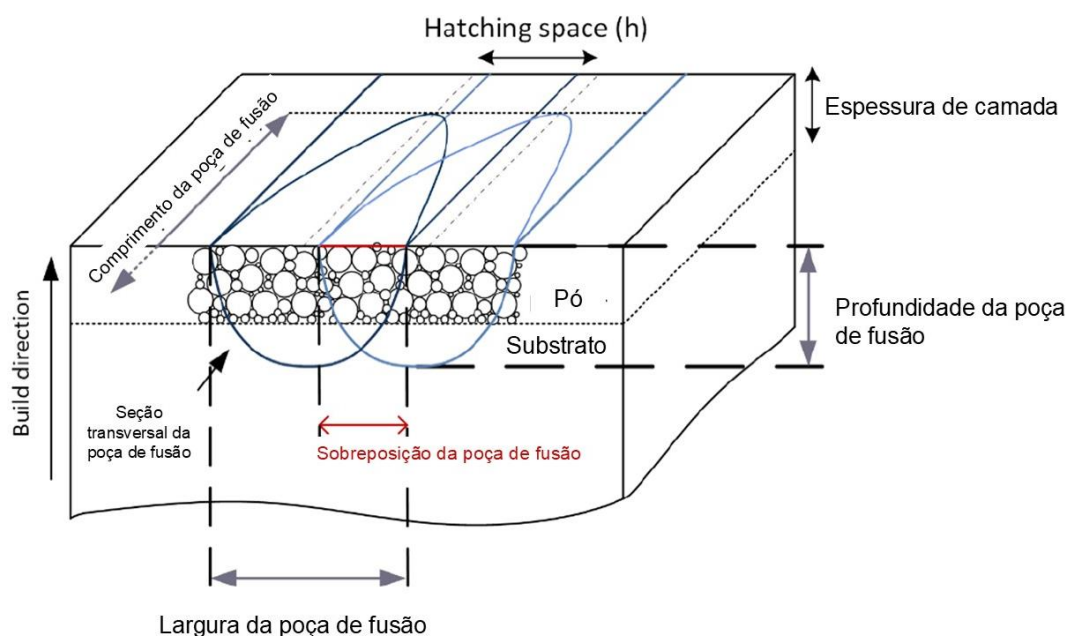


Fonte: Adaptado de Milewski (50).

Após realizada a programação para o caminho de varredura, o equipamento irá transladar a fonte de *laser* por um sistema de *scanner* ao longo do caminho prescrito, fundindo e consumindo o pó de enchimento e formando um caminho de poça de fusão. Esta poça de fusão formada é aquecida e resfriada muito rapidamente. Com o término da varredura do *laser*, a câmara de construção desce na espessura de camada, e a câmara de alimentação sobe para disponibilizar o pó metálico. Um sistema de nivelamento passa por este pó sobressalente, espalhando uma nova camada de pó na câmara de construção. Para garantir que toda a superfície da câmara de construção esteja preenchida, é disponibilizado uma camada maior de pó. Por fim, esse processo é repetido até a construção da última camada da peça projetada (50).

Para definir os parâmetros de impressão, é necessário olhar com mais atenção a interação entre feixe de *laser* e o substrato metálico, pois o feixe do *laser* precisa ter energia suficiente para fundir tanto o pó depositado quanto a camada abaixo para garantir um material final denso. Recomenda-se que o *laser* penetre pelo menos 3 camadas em profundidade. A Figura 16 traz novos termos para descrever parâmetros do processo que envolvem a interação *laser*/substrato (50).

Figura 16 - Seção transversal de um modelo de um caminho de varredura da técnica LPBF



Fonte: Adaptado de Letenneur (23).

Apesar de parecer simples, o processo apresenta fenômenos termofísicos altamente complexos, governados pela cinética e mecanismo termodinâmicos. O *laser* projeta energia por meio de fótons cuja energia é convertida em calor para o substrato.

Isso provoca fenômenos de transferência de calor heterogêneos, como radiação, convecção e condução de calor que interagem entre o pó depositado, o metal solidificado e o metal líquido da poça de fusão (50,52).

Além disso, a absorção de energia do *laser* é diferente para cada estado do material, a absorção do metal líquido geralmente é maior que no metal sólido. O metal vaporizado também absorve energia, e isso também pode afetar durante a fusão, impedindo com que o *laser* funda completamente o metal. Essas transições de absorção do feixe de *laser* em diferentes estados do material levam a instabilidade na poça de fusão, tamanho e velocidade do ponto focal, levando a perturbações no processo (50).

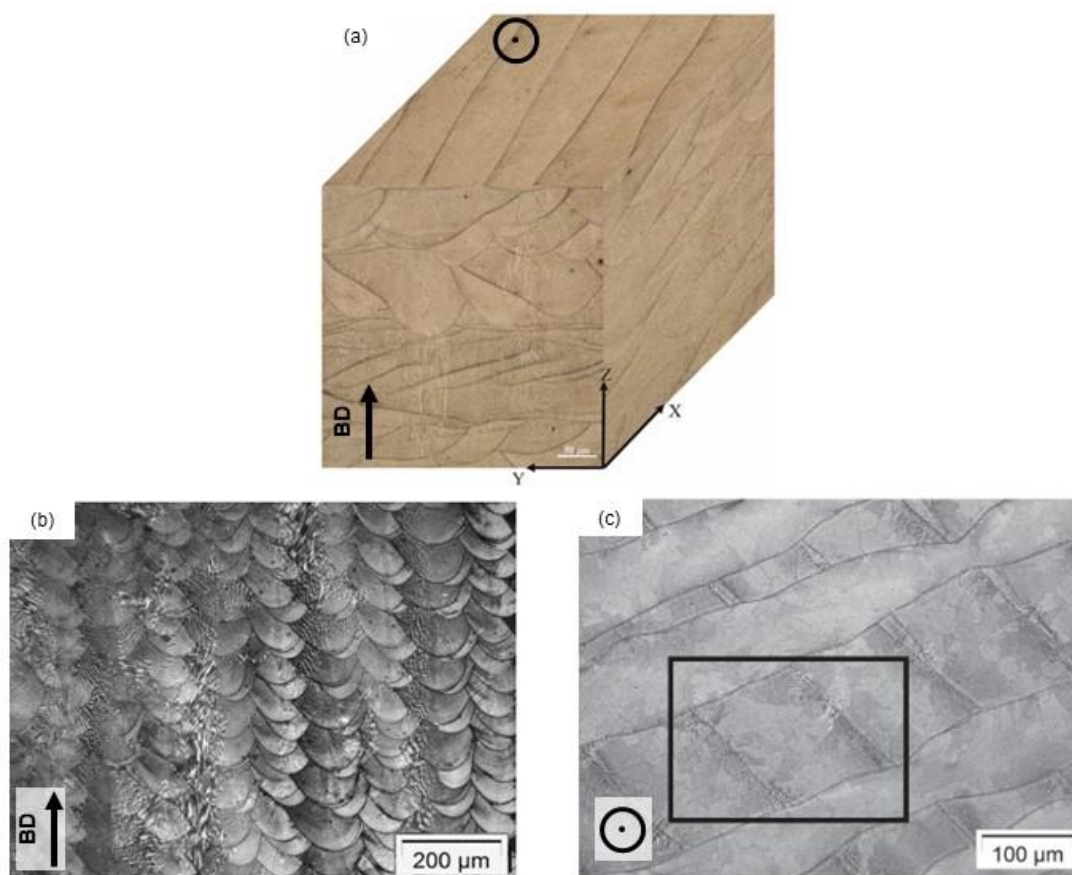
Por causa desses diversos fenômenos que ocorrem dentro da poça, há efeitos convectivos do metal fundido que tornam a MA um estudo complexo, uma vez que há fluxo do metal fundido dentro da poça e fluxo de metal vaporizado acima da poça que são extremamente dinâmicos e de difícil controle. Um fenômeno bem conhecido é a convecção de Marangoni, em que o metal líquido mais quente é impulsionado para região traseira mais fria, ele transporta material do centro para as bordas (52).

3.2.2 Solidificação e Microestrutura

A microestrutura característica formada pelos processos de MA está diretamente correlacionada com a solidificação da poça de fusão. E consequente, irá definir as propriedades macroscópicas finais do material impresso. Como será visto neste tópico, a microestrutura é definida pela morfologia e textura do grão. Gradiente de temperatura, taxa de solidificação e o sub-resfriamento são os principais fatores que influenciam na microestrutura final (52).

Para este trabalho, será adotado determinadas nomenclaturas e símbolos a fim de evitar confusão com o leitor. O material metálico obtido após processo de MA é nomeado como *As Build* (AB – como construído). Na Figura 17 há exemplos de como é uma microestrutura de amostras AB e nesses exemplos é possível observar que a microestrutura é diferente em cada plano da amostra. Os planos mais estudados são YZ e XY, sendo o YZ nomeado como BD (*Build Direction* – direção de construção) e XY vista em topo, com seus respectivos símbolos, que também podem ser vistos nas mesmas figuras.

Figura 17 - Exemplos de imagens obtidas por microscopia óptica de microestrutura encontrada em material fabricado por LPBF. (a) Visualização das vistas BD e topo com os respectivos símbolos; (b) micrografia da vista BD; e (c) micrografia vista em topo



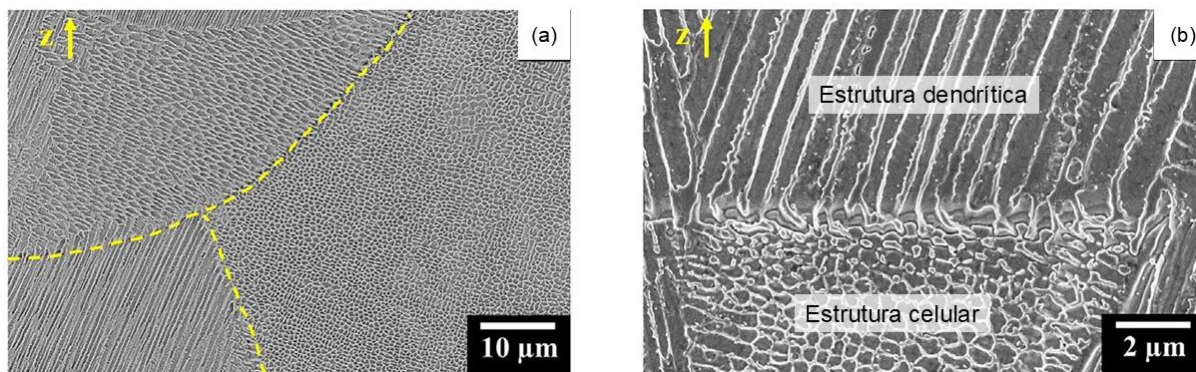
Fonte: Adaptado de (a) Zhang (53), (b) e (c) Nadammal (54).

As micrografias de amostras AB feitas por LPBF são bem características e há a formação de dois principais contornos: os contornos das poças de fusão e os contornos de grãos. Observando a vista BD (Figura 17 (b)), alguns autores a chamam de “escama de peixe” as poças de fusão formadas devido a sua sobreposição durante o processamento. Enquanto que na vista (Figura 17 (c)) em topo é possível ver o caminho feito pelo feixe de *laser* (50,53).

Com os maiores aumentos da microscopia eletrônica, como da Figura 18, é possível ver detalhes microestruturas formados devido a micros segregações interdendríticas e do processo de construção de camada após camada que altera a morfologia durante a construção. As altas taxas de solidificação podem obter microestruturas altamente refinadas e suprimir transformação de fases controladas por difusão (50,53,55). Nas regiões interdendríticas ficam acumulados elementos de liga segregados durante a solidificação. Assim, no encontro entre as frentes de

solidificação há segregação de elementos como o nióbio, levando a precipitação de fases nessas regiões, como carbeto e a fase de *Laves* (3,27,28,39,45).

Figura 18 - Imagem de MEV de microestruturas típicas de material metálico fabricado por LPBF. (a) destaque para divisões entre as poças de fusão. (b) Maior aumento para visualização das estruturas dendríticas e celulares

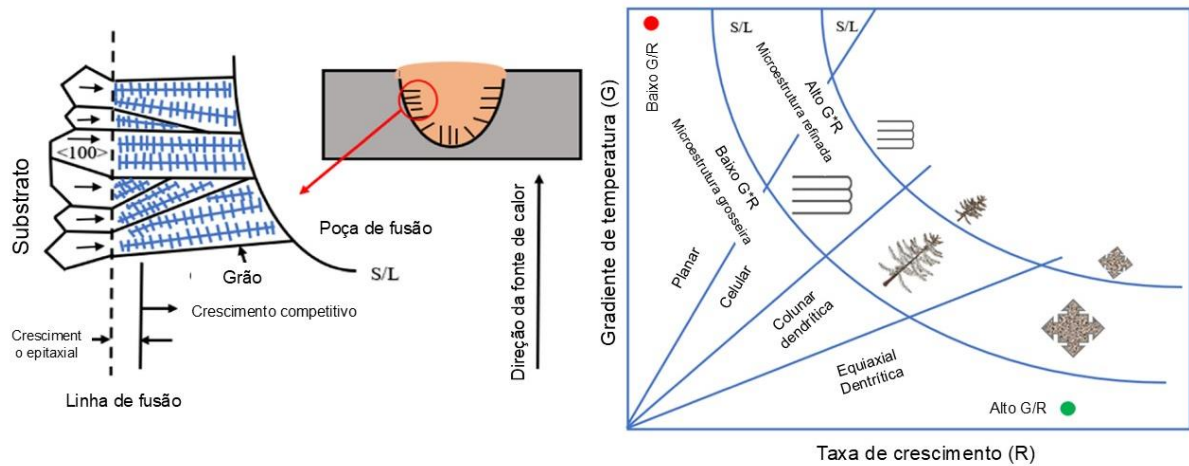


Fonte: Adaptado de Marchese (56).

A solidificação em processos de MA ocorre por nucleação heterogênea e crescimento epitaxial dos grãos, que favorece seu crescimento com direção $\langle 100 \rangle$. Grãos com outras orientações têm seu crescimento epitaxial inibido (36).

Pode-se dizer que a morfologia da solidificação é definida pela razão entre o gradiente de temperatura (G) e a taxa de solidificação (R), com pode ser visto na Figura 19. Maiores valores de G/R levam a uma frente de solidificação planar. Quanto a taxa de solidificação for alta o suficiente, a ponto de G/R ser baixo, ocorrerá a formação de dendritas (36,52). Também pode-se relacionar pelo produto de G e R para definir a escala da microestrutura final, quanto maior o valor de $G \cdot R$, refino maior microestrutural (52).

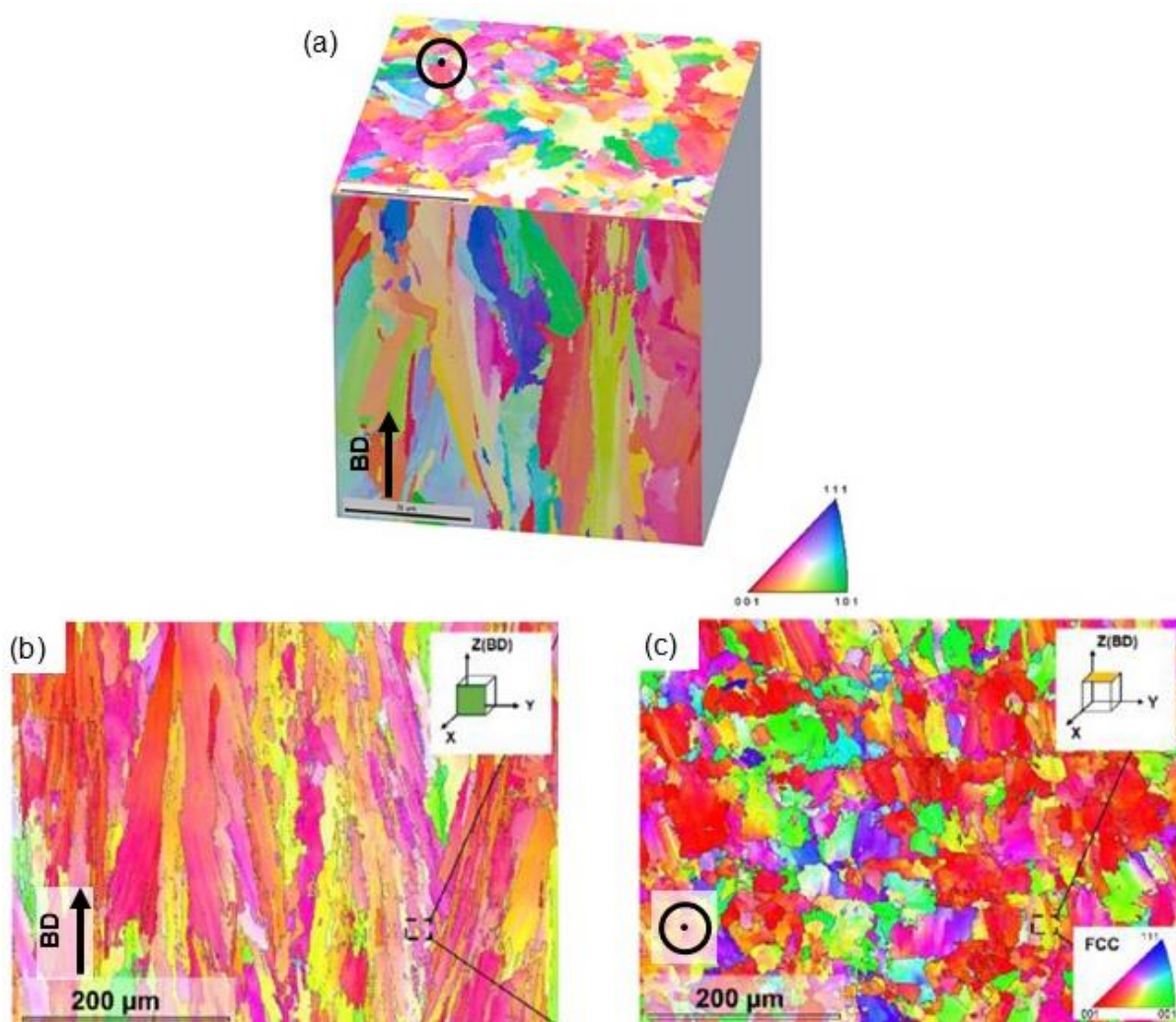
Figura 19 - Processo de solidificação e relação entre gradiente de temperatura e taxa de crescimento



Fonte: Adaptado de Narasimharaju (52).

O crescimento epitaxial é o responsável por promover o crescimento preferencial dos grãos colunares ao longo da direção $\langle 100 \rangle$. A cada camada de construção, o grão solidificado é refundido parcialmente, assim, a nova camada herda a orientação cristalográfica dos grãos já solidificados, construindo uma morfologia de grãos colunares, como mostrado nas Figura 20 (a) e (b). A direção preferencial de crescimento também se dá pelo baixo empacotamento atômico e pelo gradiente térmico (36,37,55). Já no plano de varredura (em topo), é visualizado uma estrutura equiaxial (Figura 20 (c)) (28). Isso causa propriedades mecânicas anisotrópicas com uma forte textura cristalográfica nas ligas produzidas por MA, que podem ser prejudiciais nas propriedades mecânicas da peça final. Por isso é interessante encontrar métodos para minimizar essa anisotropia, como otimização de parâmetros de processamento, refinamento de grãos e tratamentos térmicos (43).

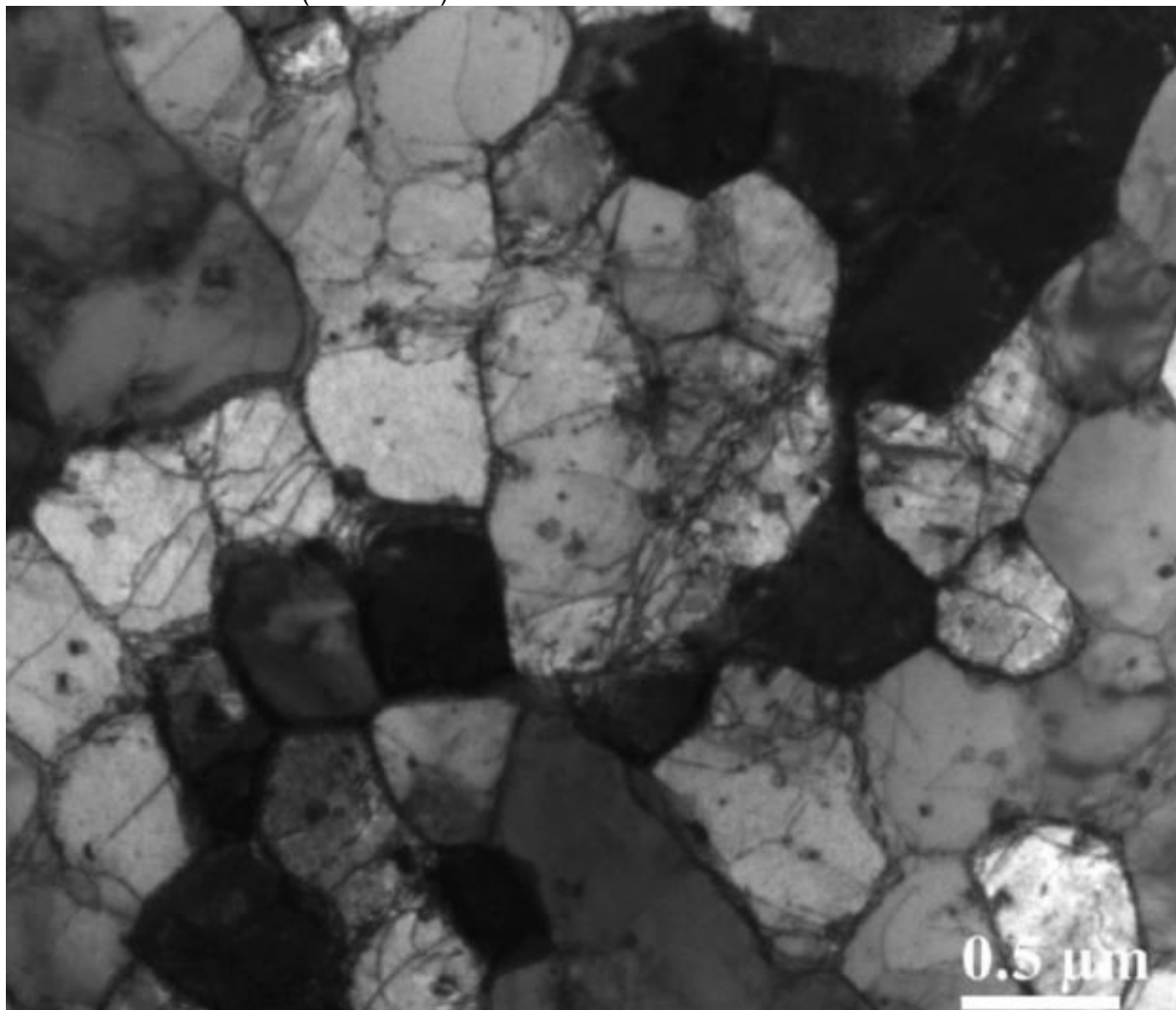
Figura 20 – Exemplos de imagens de orientação cristalográfica obtidas pela técnica de EBSD. (a) Visualização da vista BD e em topo da microestrutura de uma IN718 como construída; (b) vista da microestrutura apenas de BD; e (c) vista da microestrutura apenas em topo



Fonte: Adaptado de (a) Zhao (42), (b) e (c) Xu (57).

Outra característica observada na microestrutura, é a forte presença de discordâncias no interior das células e subgrãos, como pode ser visto na Figura 21. Para acomodar tensões internas geradas durante o processo, são nucleadas discordâncias para aliviar essas tensões. Essas discordâncias afetam significativamente no material, pois podem atuar tanto como barreiras à deformação plástica, quanto pontos de nucleação de precipitados (36,37,42).

Figura 21 - Imagem MET de IN718 fabricada por PBF. É possível visualizar grãos equiaxiais com discordâncias (linhas finas) em seu interior



Fonte: Adaptado de Zhao (42).

Apesar da clareza sobre a solidificação na MA, há fenômenos de alta complexidade que ocorrem dentro da poça de fusão como convecção de Marangoni. Isso torna o fluxo de metal líquido difícil de ser controlado, pode desestabilizar a frente de solidificação, o campo do gradiente térmico e a forma da poça de fusão. Essas desestabilizações levam à formação de defeitos na peça final, que pode sua vez, prejudicam as propriedades mecânicas. Entretanto, ao conseguir controlar o fluxo de metal e a solidificação para atingir um material 100% densificado, ou seja, um material sem defeitos, pode estar em conflito com as metas de acelerar as taxas de deposição, como será visto adiante (36,50).

3.2.3 Parâmetros do Processo

Um dos grandes desafios da MA é atingir uma alta qualidade e repetibilidade das peças fabricadas por meio da otimização dos parâmetros de impressão, uma vez que a relação entre os parâmetros não ocorre de maneira linear e há mais de 60 parâmetros de processamento para serem analisados. O objetivo da otimização é produzir peças metálicas densas, minimizar defeitos e rugosidade superficial, maximizar a taxa de construção e atingir propriedades mecânicas aceitáveis (23,50,55).

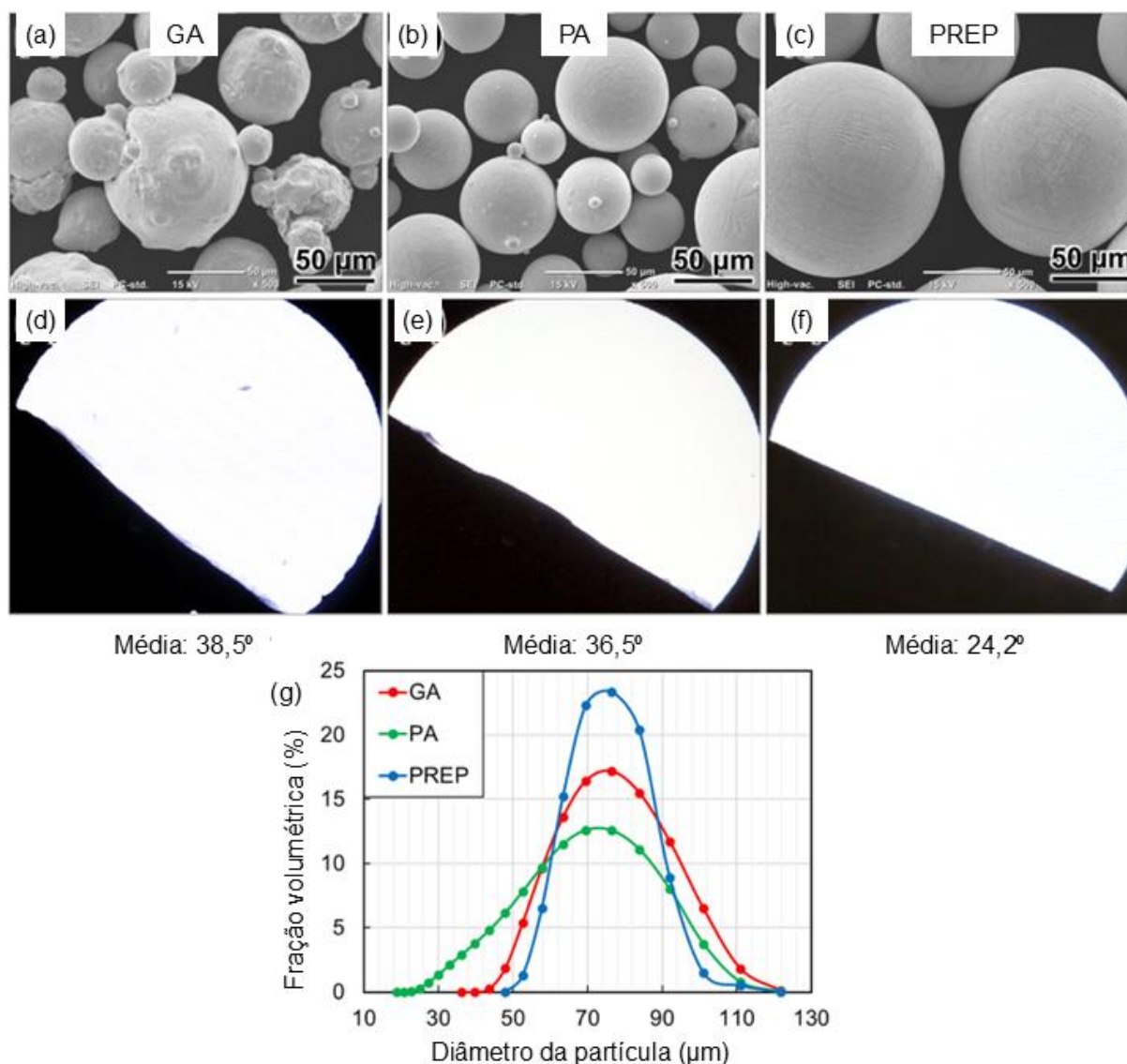
Dentre os diversos parâmetros de processamento, estão: matéria-prima, potência do *laser*, velocidade de varredura, estratégia de varredura (que engloba *hatch spacing*, caminho de varredura e rotação entre camadas), espessura e camada, Densidade de Energia Volumétrica (DEV), entre outros parâmetros. Para este trabalho haverá um maior destaque para matéria-prima, DEV, velocidade de varredura e *hatch spacing*, pois o pó deste trabalho foi reutilizado e foram variados a velocidade de varredura e o *hatch spacing* para entender sua influência sobre a densificação final da IN718.

Ao trabalhar com pós metálicos na MA, é interessante caracterizar sua morfologia, composição química e distribuição de tamanho de partículas, pois afetam significativamente na velocidade de recobrimento, densidade de camada, fluidez, e, consequentemente, na formação da poça de fusão (26,28,50). Diversos estudos são feitos para observar a interferência da morfologia e distribuição de tamanho de partículas sobre a densificação final do material impresso. São estudados pós metálicos obtidos a partir de diferentes processos de fabricação de pós quanto a reutilização de pós descartados no processo de MA (58-61).

A fluidez do pó irá interferir durante a alimentação do sistema, para garantir uma camada de pó homogênea, ou seja, o pó não se aglomere em algumas regiões e se ausenta em outras. Assim, incrustações podem afetar a fluidez do pó durante o processamento. Zhao *et al* (2021) analisou a influência da morfologia e distribuição de partículas sobre a fluidez de pós produzidos por métodos diferentes. Cada método de processamento levou a uma morfologia diferente, como pode ser visto na Figura 22 (a) a (c). A atomização a gás e a plasma são técnicas que apresentam impactos entre as partículas durante o processo, por isso apresentam partículas com incrustações e deformações. Enquanto que no processo de eletrodo rotativo a plasma apresenta

partículas esféricas sem incrustações. Consequentemente, esses defeitos afetam a fluidez do pó, como pode ser visto nas Figura 22 (d) a (f) (58,59).

Figura 22 - Pós metálicos de IN718 fabricadas por diferentes métodos. (a) e (d) atomização a gás (GA); (b) e (e) atomização a plasma (PA); (c) e (f) eletrodo rotativo a plasma (PREP). Em (a) a (c) são imagens obtidas por MEV e (d) a (f) são imagens obtidas a partir do ensaio de análise de fluxo de pó, com a respectiva média do ângulo de avalanche. (g) Gráfico de distribuição de diâmetro de partículas dos três diferentes pós



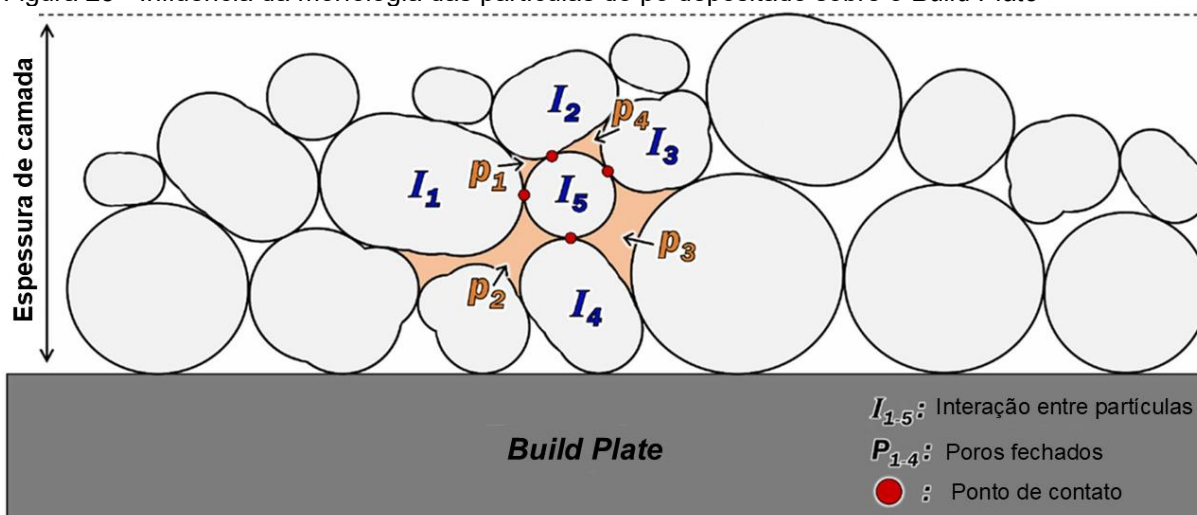
Fonte: Adaptado de Zhao *et al* (58).

Estas imagens foram obtidas por meio de uma análise do comportamento do fluxo do pó, o qual o pó é depositado dentro de um tambor rotativo e é medido o ângulo de avalanche, ou seja, o ângulo em que o fluxo de pó sofre um colapso. Maiores ângulos indicam uma menor fluidez. As incrustações levaram um maior atrito entre as partículas que prejudicou a sua fluidez e estabilidade. Elas também favorecem a maior área superficial para criar filmes de óxidos, o que prejudica a formação da poça de

fusão. Deste modo, partículas mais esféricas apresentam melhor fluidez do pó pois há uma menor probabilidade de interferência mecânica entre incrustação e partículas (58,59).

A morfologia do pó também irá afetar a deposição do mesmo sobre o leito de pó durante processos de PBF. Observando a Figura 23, há formação de vazios internos devido aos contatos entre as partículas. Partículas de pó com incrustações promovem um aumento do tamanho desses vazios, ou seja, leva a uma menor compactação do pó. E assim, como foi demonstrado por Yim *et al* (2023), partículas esféricas levam a maiores compactações do pó, ajudando no aumento da densidade final da peça (28,50,59).

Figura 23 - Influência da morfologia das partículas do pó depositado sobre o *Build Plate*



Fonte: Adaptado de Yim *et al* (59).

O tamanho médio das partículas influencia na fluidez (Figura 22 (g)), maiores tamanhos favorecem a fluidez do pó. Enquanto que distribuições mais estreitas também podem favorecer a fluidez do pó. Assim, é necessário verificar sua distribuição granulométrica para que haja uma distribuição equilibrada de partículas grandes e pequenas (28,50,58).

A caracterização do pó é ainda mais vital quando há reutilização do pó metálico. A reutilização é uma das principais atrações da tecnologia MA para torná-la mais sustentável e economicamente viável, evitando o descarte de pó a cada impressão. Porém, por muitas vezes não é aconselhável para materiais de engenharia de alto desempenho devido a contaminantes que podem entrar durante o processo. Por isso, deve ser avaliado o potencial de reutilização do pó, avaliando a composição química, diâmetro médio das partículas, mudança na fluidez e adição de respingos solidificados e partículas sinterizadas (26,50,60,61).

Apesar de ser preocupante a reutilização do pó, Paccou (2021) demonstrou em seu estudo comparativo entre um pó novo de IN718 com um pó reutilizado 50 vezes, que a reutilização do pó é plausível (com os devidos cuidados de manuseio). Os autores observaram que houve mudanças insignificantes nas propriedades mecânicas finais, densidade e morfologia do metal impresso. As mudanças mais visíveis foram o aumento do oxigênio na composição química (devido à maior exposição à atmosfera) e aumento da fluidez (devido ao aumento do tamanho médio das partículas e inclusão de respingos) (60). Resultados similares foram encontrados por Gruber (2021), concluindo que as propriedades da IN718 dificilmente mudam a cada ciclo de impressão (61).

Após compreender as características do pó utilizado durante o processamento de MA, é necessário entender as influências entre os parâmetros de fabricação. DEV (Densidade de Energia Volumétrica) é um parâmetro interessante de se analisar pois ele representa a quantidade de energia fornecida pelo *laser* por unidade de volume de pó metálico depositado. É calculado pela seguinte equação (26):

$$DEV = \frac{P}{v \times h \times e} \left[\frac{J}{mm^3} \right] \quad (1)$$

Sendo:

P: potência do *laser*;

v: velocidade de varredura do *laser*;

h: *hatch spacing*; e

e: espessura de camada.

Assim, DEV é um parâmetro combinado criado para avaliar conjuntamente os efeitos dos parâmetros individuais e pode ser um indicativo da energia necessária para ter uma máxima densificação final do material (26,28). A Figura 24 indica alguns efeitos pela alteração de DEV. Valores elevados tendem a melhorar a densificação do material. No entanto, esse efeito ocorre apenas dentro de faixas específicas de processamento, em valores intermediários. Altas densidades de energia podem resultar em formação de porosidade, e baixas densidades podem ser insuficiente para fundir o leito de pó (26).

Para este trabalho, a potência do *laser* e a espessura de camada foram fixadas durante a impressão da IN718. Portanto, serão estudadas as influências entre

velocidade de varredura do *laser* e *hatch spacing* sobre a densificação final da IN718 e seus defeitos criados.

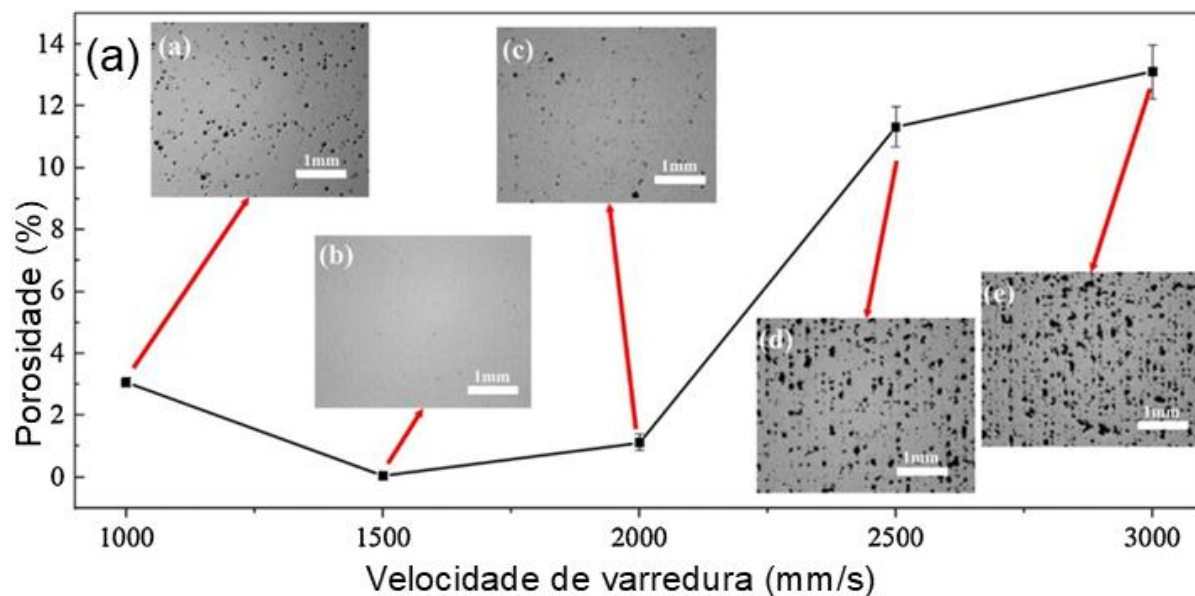
Figura 24 - Influência do valor de DEV nas características do material metálico impresso

	Baixos valores	Valores otimizados	Altos valores
Microestrutura	• Grãos equiaxiais • <i>Lack of fusion</i> • Baixa textura • Menor segregação	• Densificação	• Grãos colunares • Grande poça de fusão • Forte textura • <i>Key hole</i>
Comportamento mecânico	• Coeficiente de fricção • Desgaste	• Tensão de escoamento • Resistência a tração • Dureza • Vida em fadiga	• Trincas
Outras propriedades	• Rugosidade		• Resistência a oxidação • Tensão residual

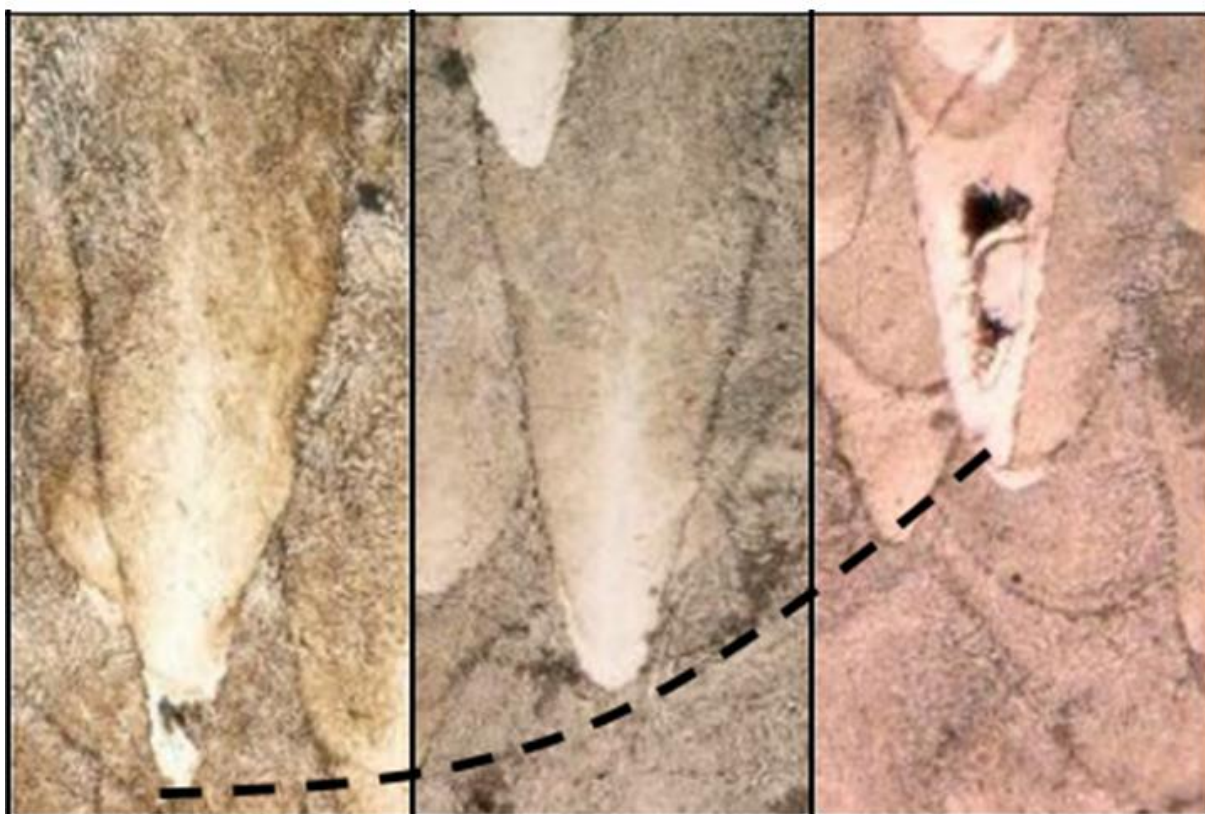
Fonte: Adaptado de Hosseini (4) e Volpato (12).

A velocidade de varredura do feixe de *laser* é um parâmetro crítico para definir a taxa de construção. Baixas velocidades levam a uma taxa de construção menor, ou seja, o processo de manufatura torna-se mais lento. Pode-se aumentar a velocidade para aumentar a taxa de construção, mas altas velocidades, como pode ser visto na Figura 25 (a), resultam em altas porosidades pela falta de energia por unidade de tempo para fundir completamente o material, criando porosidades conhecidas como *lack of fusion* (que será vista no próximo tópico) (26,50,62,63).

Figura 25 - Relação entre velocidade de varredura e (a) porosidade e (b) profundidade da poça de fusão



(b) 700 mm/s 1000 mm/s 1300 mm/s



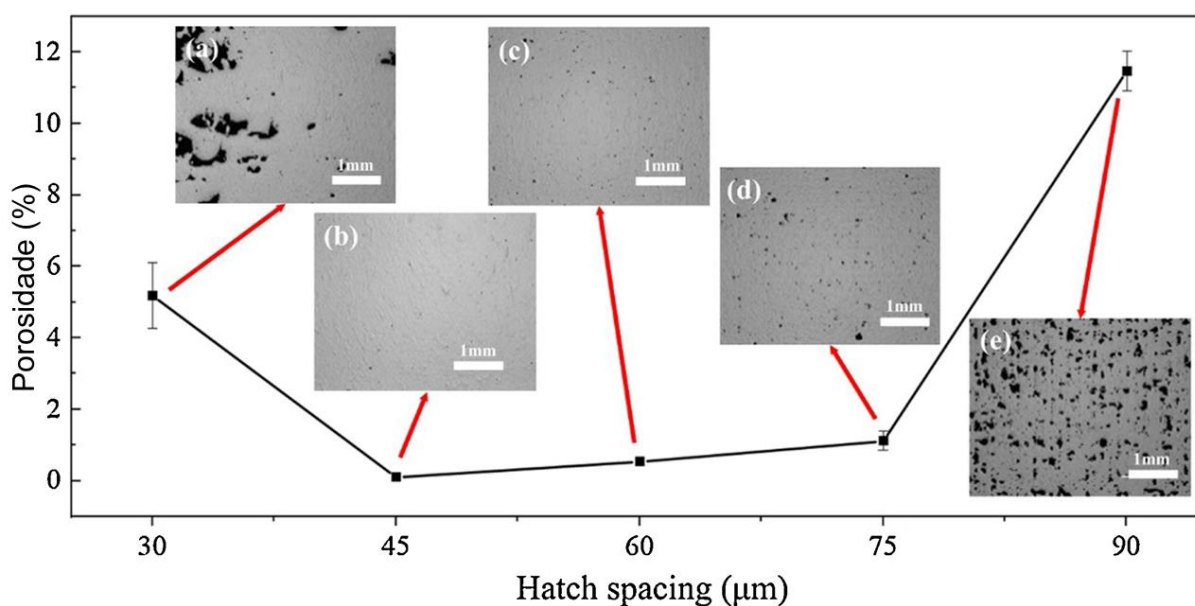
Fonte: Adaptado de: (a) Guo *et al* (63) e (b) Sunay *et al* (62).

Apesar de menores velocidades pode-se reduzir esse defeito, é necessário otimizar a velocidade de varredura. Também mostrado pela Figura 25 (a), velocidades muito baixas podem levar a porosidades devido à uma maior quantidade de energia por unidade de tempo que leva à uma instabilidade da poça de fusão, além de gerar

uma poça de fusão mais profunda (Figura 25 (b)), formando uma porosidade conhecida como *keyhole* (26,50,62,63).

O *hatch spacing* determina a distância entre os caminhos de varredura (Figura 16). Baixos valores resultam em uma área de sobreposição dos caminhos de varredura, assim também há sobreposição da energia do *laser* que ajudam a fundir completamente o material depositado, contribuindo com a densificação do material. Distâncias maiores podem não fundir completamente, há uma falta de contato entre as regiões fundidas. Entretanto, como pode ser visto na Figura 26, também existe a necessidade de otimizar o valor de *hatch spacing*, pois valores muito baixos, devido à maior quantidade de energia imposta, também podem gerar muitos defeitos (24,26,50,63,64).

Figura 26 - Relação entre porosidade e *hatch spacing*



Fonte: Adaptado de: Guo *et al* (63).

3.2.4 Defeitos Associados à Manufatura Aditiva

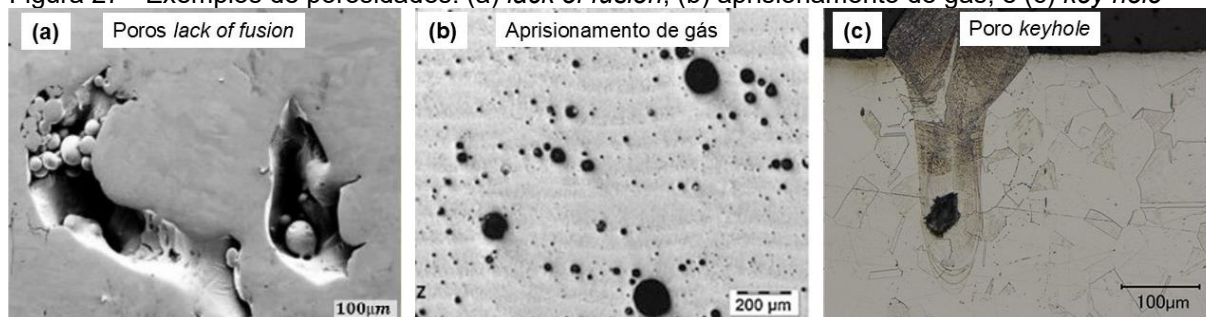
Apesar da MA ter várias vantagens frente aos processos convencionais, desde *design* de peças (tópico 3.2) até mesmo vantagens mecânicas (tópico 3.3), a presença de defeitos devido ao processo de fabricação é inevitável, sendo até mesmo alvo de diversos estudos. Deste modo, é necessário realizar o estudo dos tipos de defeitos para entender a sua causa, para enfim, minimizá-los. Os defeitos da MA estão intrinsecamente relacionados à escolha dos parâmetros de impressão, por isso será

retomado alguns conceitos já explicados para descrever a origem de determinado defeito. Dentre vários defeitos, pode-se citar as inclusões, segregação e vaporização de elementos de liga, porosidade (que é subdividido em *keyhole*, gás aprisionado e *lack of fusion*), rugosidade superficial, *balling*, formação de trincas e delaminação. Portanto, estudando a relação de causa e efeito dos parâmetros com a microestrutura e defeitos, é possível obter uma peça impressa com alta densidade.

A porosidade é o principal defeito de fabricação por MA estudado neste trabalho, por isso haverá um maior aprofundamento do mesmo. Trata-se de um vazio no material impresso e a sua presença prejudica o seu desempenho, como diminuição de propriedades mecânicas (vida útil de fadiga, ductilidade, resistência ao impacto, fluência e resistência). A presença de porosidade é causada principalmente pela dinâmica da poça de fusão (55). A absorção de energia do *laser* é diferente para cada estado do material, a absorção do metal líquido geralmente é maior que no metal sólido. O metal vaporizado também absorve energia, e isso também pode afetar durante a fusão, impedindo com que o *laser* funda completamente o metal. Essas transições de absorção do feixe de *laser* em diferentes estados do material levam à instabilidade na poça de fusão, tamanho e velocidade do ponto focal, levando a perturbações no processo (50).

Normalmente são observadas porosidades de *lack of fusion*, aprisionamento de gás e *keyhole*. Suas morfologias podem ser vistas na Figura 27 e a causa para estas porosidades são diferentes.

Figura 27 - Exemplos de porosidades: (a) *lack of fusion*; (b) aprisionamento de gás; e (c) *key hole*



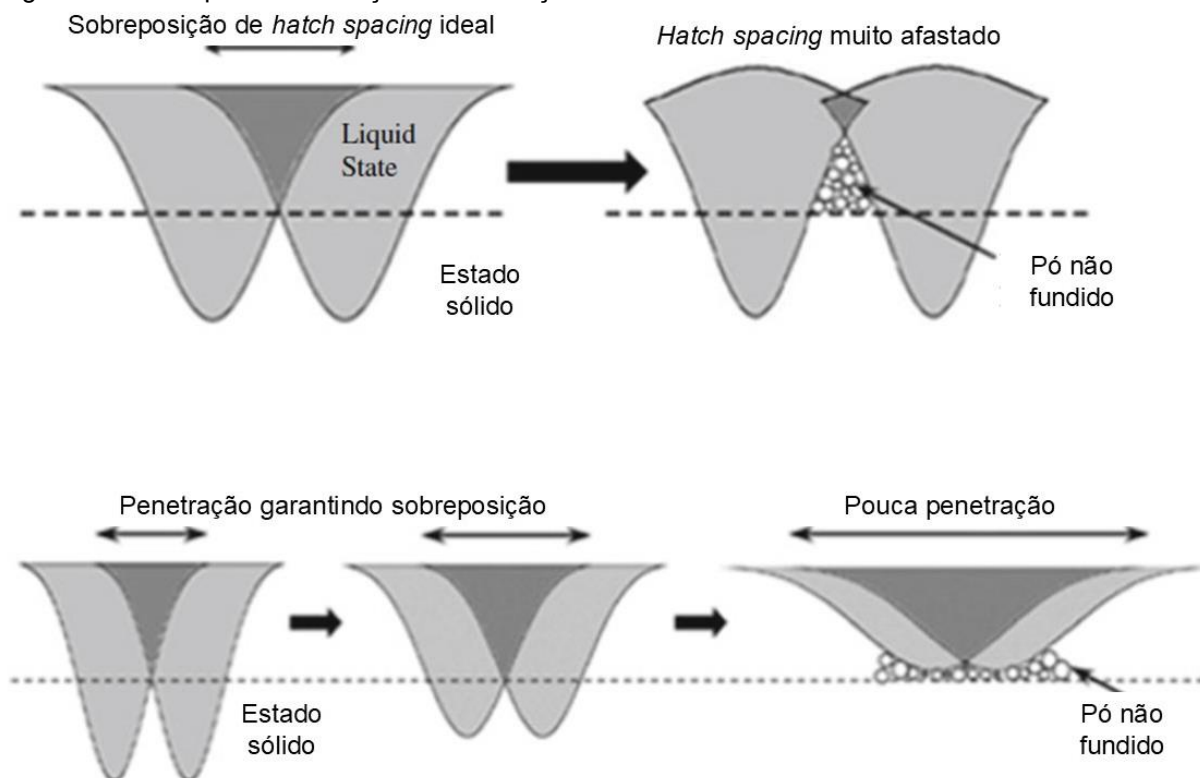
Fonte: Adaptado de: Periane (65), (b) Milewski (50) e (c) King (66).

A porosidade por *lack of fusion* normalmente aparece como poros de formato irregular. Ocorre quando não há a fusão completa do pó pela falta de energia suficiente do feixe de *laser* ou pela presença de camada de óxido que impede a fusão do material. Problemas no equipamento que levam à diminuição da densidade de energia

do *laser* (desalinhamento do componente óptico ou falta de limpeza devido a vapores metálicos) também podem contribuir para a sua formação (28,50).

Além de problemas com o *laser*, essa falta de fusão pode ser decorrente a uma penetração rasa do *laser* durante a fusão, ou um *hatch spacing* muito grande, assim as poças de fusão não ficam sobrepostas ou ficam parcialmente fundidas, como pode ser visto na Figura 28 (50). Deste modo, *lack of fusion* está mais dependente do tamanho da poça de fusão e da estratégia de varredura (55).

Figura 28 - Exemplos de ilustrações de formação de *lack of fusion*



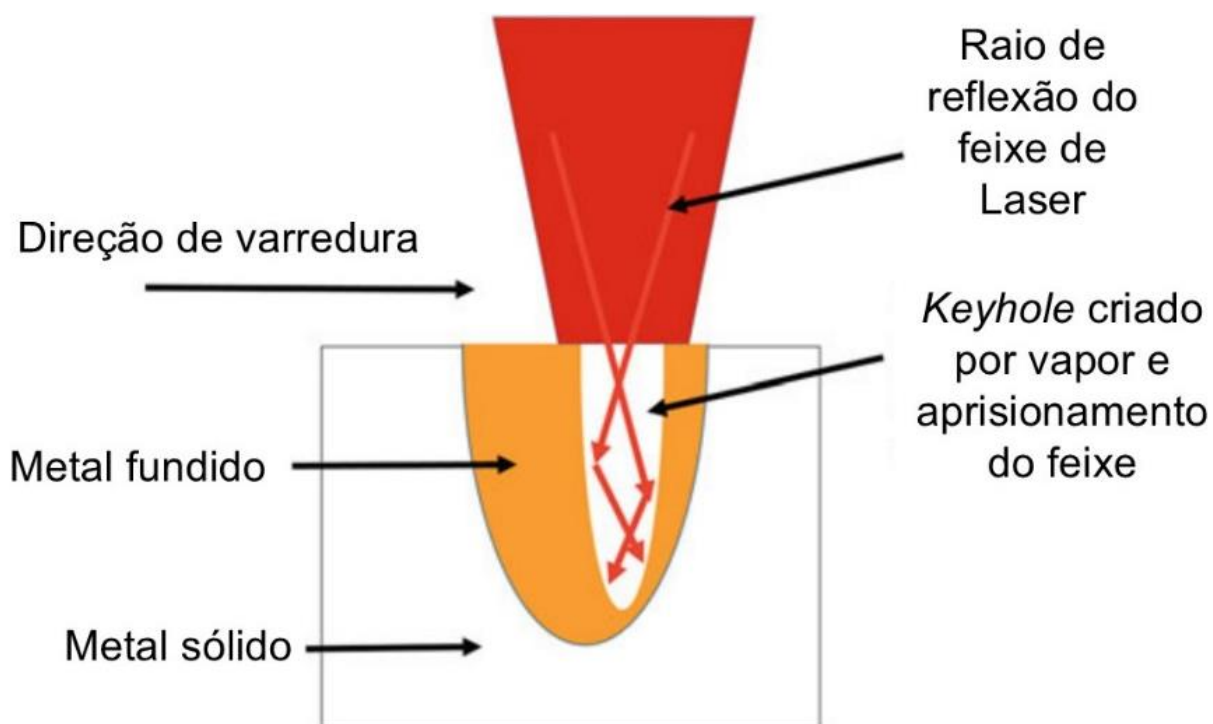
Fonte: Adaptado de Milewski (50).

Os defeitos esféricos (Figura 27(b)) são resultado de gases aprisionados. Esses gases, como o hidrogênio, aprisionados dentro da poça de fusão, evoluem na forma de bolhas após o resfriamento e solidificação. A presença de bolhas de gás pode ser resultado de umidade ou contaminação da atmosfera inerte, ou do próprio processo de fabricação do pó metálico (28,50).

Por fim, a formação do *keyhole* se dá pelo excesso de potência do *laser*, acompanhado com a velocidade de varredura e a interação do *laser* com o leito de pó. A Figura 29 mostra uma representação da formação de um *keyhole*. O excesso de energia irá promover uma maior penetração no substrato metálico formando uma poça muito estreita. Simultaneamente, ocorrerá a vaporização do metal dentro da poça de

fusão, formando uma cavidade de vapor. Essa cavidade está em volta de metal líquido, e devido à gravidade e à tensão superficial o líquido tenderá a fechar o capilar, formando um vazio quando o metal se solidificar (50,55,63).

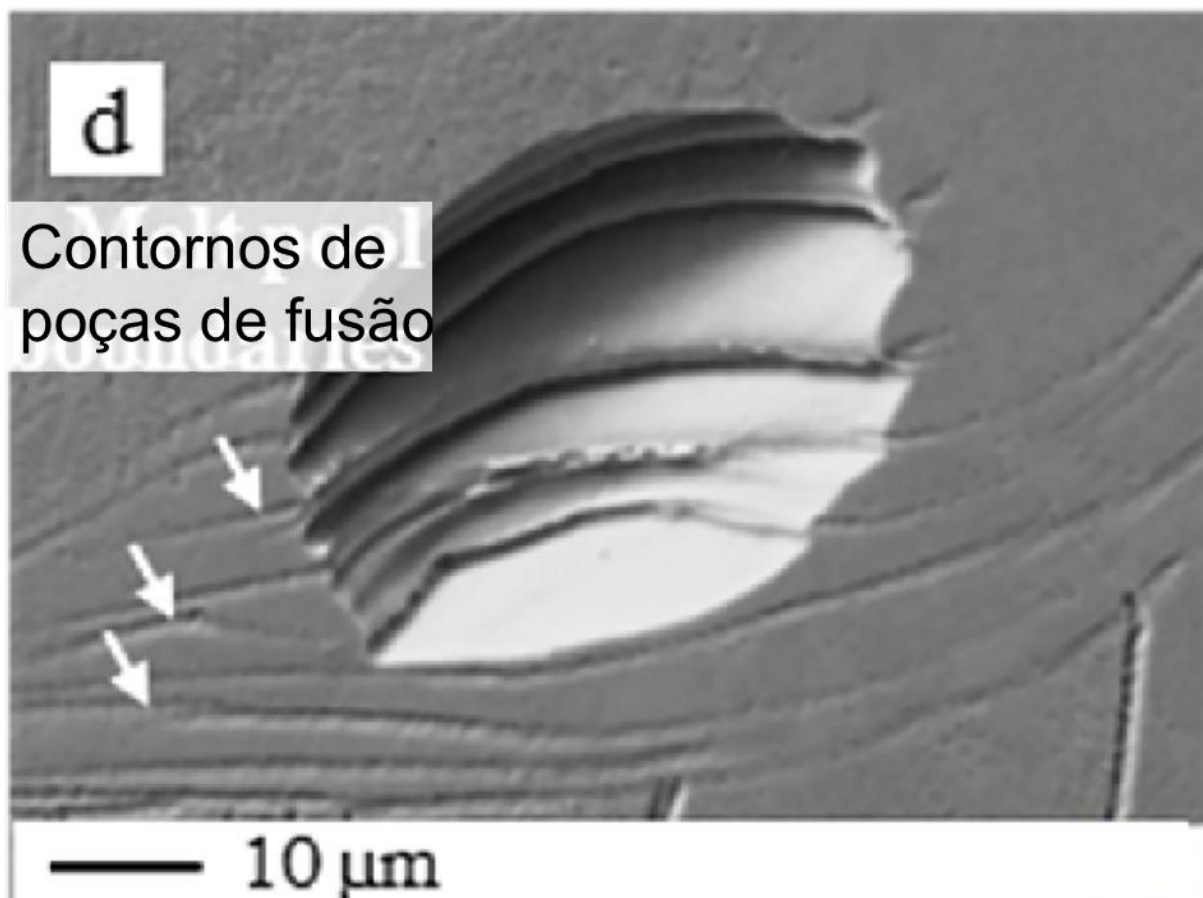
Figura 29 - Representação da formação de *keyhole* devido a maior incidência do feixe de *laser* sobre um substrato metálico. Essa maior incidência pode provocar a instabilidade da poça de fusão bem como a vaporização do metal, gerando uma cavidade de vapor



Fonte: Adaptado de Milewski (50).

Uma característica interessante dos poros é a morfologia da sua superfície que é observável em alguns poros. Na sua superfície é possível ver as camadas solidificadas devido à sobreposição da construção do material, que estão associadas aos limites das poças de fusão, como pode ser visto na Figura 30 (52).

Figura 30 - Visualização detalhada de um poro de um metal fabricada por MA com ênfase nos contornos de poças de fusão



Fonte: Narasimharaju (52).

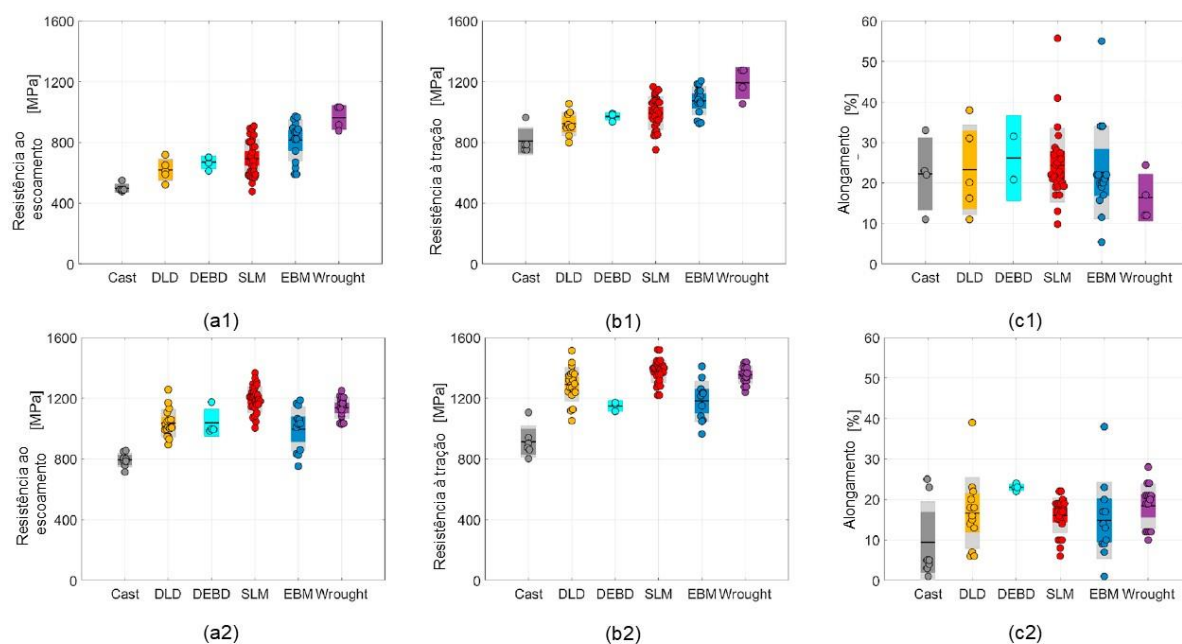
3.3 Propriedades Mecânicas da Inconel 718

As superligas, como Inconel, são conhecidas pela alta resistência mecânica em temperaturas elevadas devido à interação discordância-precipitado das fases γ' e γ'' , as quais dificultam o movimento das discordâncias. Ao encontrar um desses precipitados durante o deslizamento, a discordância cisalha um precipitado, criando uma nova interface e isso leva a um aumento da energia do sistema. Este fenômeno será explicado com maiores detalhes a seguir (1,2,35,42).

Uma grande preocupação de materiais fabricados por MA é sua resistência mecânica, já que é um processo que pode produzir muitos defeitos no material, e assim prejudicando sua resistência. É visto que a diferença de comportamento mecânico entre as ligas metálicas produzidas por MA e por forjamento ou fundição se deve às diferenças microestruturais iniciais formadas pelos modos diferentes de

solidificação. (26,67) A Figura 31 traz um compilado de resultados mostrando a maior performance da IN718 produzida por MA. A textura cristalográfica que é criada durante o processo de MA pode levar o material a ter um comportamento mecânico anisotrópico combinado com a estrutura de grãos colunares. Para aplicações que não estão sob fluência, essas características podem prejudicar a resistência mecânica (26,28). Entretanto, diversos estudos relatam que materiais produzidos por MA podem apresentar maior resistência mecânica, quando tratados termicamente de forma adequada para garantir uma alta densificação, mas a ductilidade pode ser comprometida (26,28,67).

Figura 31 - Comparação das propriedades mecânicas da IN718 com diferentes métodos de fabricação: *cast* – fundido, DLD – disposição direta a *laser*, DEBD – deposição direta por feixe de elétrons, SLM – fusão seletiva a *laser*, EBM – fusão por feixe de elétrons e *wrought* – forjamento. Sendo (a1), (b1) e (c1) antes de tratamento térmico e (a2), (b2) e (c2) após tratamento térmico



Cast: fundido. DLD: Direct Laser Deposition. DEBD: Direct Electron Beam Deposition. SLM: Selective Laser Melting. EBM: Electron Beam Melting. Wrought: forjado

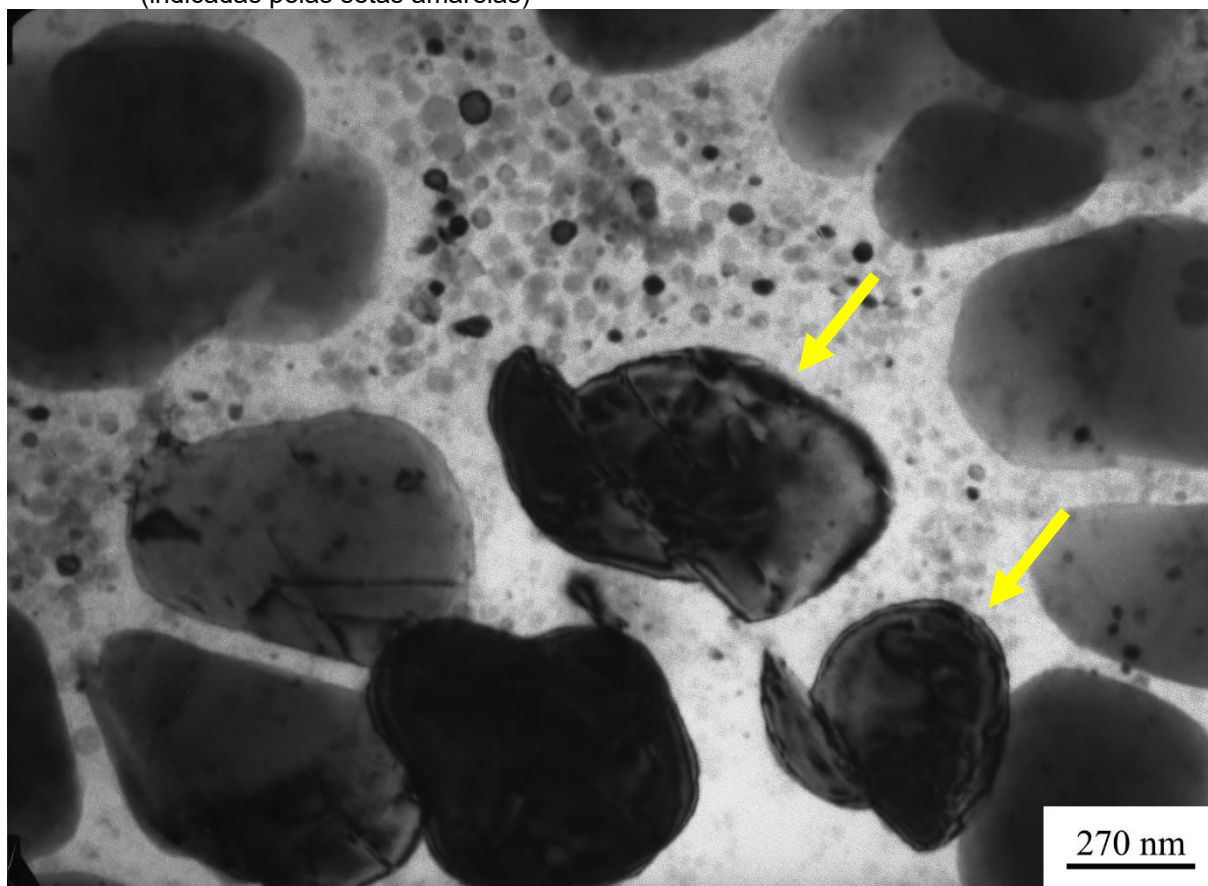
Fonte: Adaptado de Hosseini (28).

Outra característica interessante de ligas produzidas por MA são os contornos de grãos serrilhados que conseguem promover uma maior restrição de movimento de discordâncias e de contornos de grãos, isso permite um melhor desempenho sob fluência. Portanto, as ligas produzidas por MA podem ser mais resistentes que as ligas forjadas (42).

Independentemente do método de fabricação, o principal fator para contribuir com as excelentes propriedades mecânicas da IN718 são as interações que ocorrem

entre as discordâncias e os precipitados nanométricos γ' e γ'' durante a deformação plástica. Uma das principais interações ocorre pela passagem de uma discordância em γ' que cria um defeito conhecido por *anti-phase boundary* (APB – contorno de anti-fase) (1,2,68). A passagem da discordância cria um plano de ligações incorretas e para minimizar isso é necessário que outra discordância acompanhe este movimento. Esse fenômeno é possível de ser observado, como nas partículas indicadas na Figura 32 que foram cisalhadas após a passagem de discordâncias pela matriz (2,18,69).

Figura 32 - Partículas γ' de uma superliga à base de níquel cisalhadas pela passagem de discordância (indicadas pelas setas amarelas)



Fonte: Adaptado de Bhadeshia (70)

Na matriz γ , a deformação por deslizamento de discordâncias ocorre no sistema $a/2\langle 110 \rangle \{111\}$. Já em γ' , o deslizamento ocorre em $a\langle 100 \rangle \{111\}$ (mas em baixas temperaturas, foi observado uma preferência no sistema $a\langle 110 \rangle \{111\}$). Deste modo, uma única discordância $a/2\langle 110 \rangle \{111\}$ em γ não pode entrar em γ' sem que uma falha APB seja formada (2,18,69).

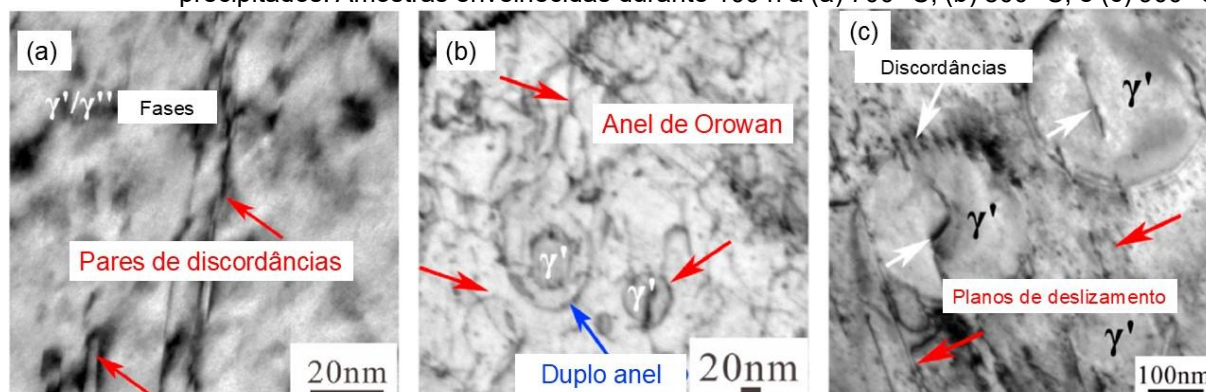
A energia associada ao APB representa uma barreira ao movimento das discordâncias, contribuindo para aumento da sua resistência, já que a deformação da

partícula γ' produz áreas de distorção da rede elástica na matriz γ vizinha. Portanto, essa energia representa uma barreira ao movimento de discordâncias que pode superar outros mecanismos, como energia de defeito de empilhamento (EDE), energia interfacial e mecanismo de Orowan (1,2,68).

Apesar da fase γ' ser mais estável, são os precipitados coerentes de γ'' que promovem a maior resistência da IN718, já que apresenta uma estrutura cristalina mais complexa. Durante a deformação, há intensas interações entre discordâncias e entre ambos os precipitados (68). Enquanto que o comportamento de deformação é controlado por APB em γ' , para γ'' podem ser criados outros tipos de falhas de empilhamentos mais complexos, como SISF (*superlattice intrinsic stacking fault*), SESF (*superlattice extrinsic stacking fault*) e micromaclas (71).

Com a passagem da discordância, as partículas estão ancoradas e irão promover diferentes interações em função do tamanho da partícula e do espaçamento (2, 72). Essas interações podem ser vistas nas imagens da Figura 33, as quais foram feitas por Zhou (2022) em seu estudo sobre a influência de precipitados sobre os mecanismos de deformação plástica sob tração. Com o envelhecimento a 700 °C, formam-se precipitados pequenos (≈ 30 nm) com espaçamento reduzido, o que favorece o cisalhamento por pares de discordâncias acopladas. A 800 °C, os precipitados crescem (≈ 95 nm) e aumentam o espaçamento, levando à formação de anéis de Orowan e endurecimento do material, além de falhas de empilhamento. Já a 900 °C, os precipitados γ' alcançam 193 nm e γ'' transforma-se em fase δ . O cisalhamento volta a dominar como mecanismo de deformação, com evidência de falhas de empilhamento e planos de deslizamento visíveis na microestrutura (72,73).

Figura 33 - Imagens microscopia de transmissão mostrando interação entre discordâncias e precipitados. Amostras envelhecidas durante 100 h a (a) 700 °C; (b) 800 °C; e (c) 900 °C



Fonte: Adaptado de Zhou (71).

Em vista disso, a deformação plástica em temperatura ambiente há grande acúmulo e geração de discordâncias que interagem intensamente com os precipitados que elevam a resistência da IN718. Em temperaturas elevadas, outros mecanismos são acionados termicamente, por exemplo, travas de Kear-Wilsdorf. A energia térmica disponível provoca deslizamento cruzado discordâncias para outros planos menos compactos, para desviar dos precipitados. Esse é um importante mecanismo que leva ao comportamento anômalo do aumento do limite de escoamento em função do aumento da temperatura de deformação (2,18). No próximo tópico será abordado estudos sobre o comportamento plástico em temperaturas criogênicas a fim de iniciar uma discussão sobre os mecanismos atuantes nessa condição.

3.3.1 Deformação Criogênica

O termo criogênico se refere a temperaturas abaixo de 150 K (-123 °C). Uma grande demanda de pesquisa de propriedades mecânicas em baixas temperaturas é para combustível líquido de foguetes, que normalmente são armazenados em baixas temperaturas. Além de armazenamento de gases liquefeitos, aplicações aeroespaciais e máquinas supercondutoras são exemplos de áreas na engenharia que exigem o uso de materiais em temperaturas muito baixas (15,74).

Uma antiga preocupação que existia é a temperatura de transição dúctil-frágil de materiais metálicos. Todavia, apenas metais com estrutura CCC apresentam transição dúctil-frágil, ou seja, enquanto que em temperatura ambiente sua fratura ocorre de modo dúctil, em baixas temperaturas ele irá falhar de modo frágil, apresentando pouco ou nenhuma deformação plástica. Metais CFC não apresentam essa transição de comportamento dúctil-frágil e se tornaram atrativos para aplicações em temperaturas criogênicas (13-15).

Esse interesse em ligas CFC em temperatura criogênica não é somente pela estabilidade do comportamento dúctil em uma ampla faixa de temperaturas, mas também têm sido utilizados os fenômenos evoluções microestruturais que ocorrem nessa condição para obter microestruturas ultrafinas por meio de processamento de deformação plástica severa em temperatura criogênica (12,17).

Outra característica interessante em algumas ligas CFC em temperatura criogênica é a capacidade de aumentar a resistência mecânica e, em alguns casos, um aumento simultâneo da ductilidade. Isso se deve principalmente pela supressão

de mecanismos de deformação termicamente ativados, como deslizamento cruzado de discordâncias, difusão e escalagem de discordâncias (12,15,16,74).

Com a baixa energia térmica disponível para a movimentação de discordâncias, o material pode ter uma mudança de deformação por maclação ou, no caso de aços austeníticos, transformação martensítica. Essa mudança de evolução microestrutural está muito relacionada com a EDE da liga e ao modo de distribuição e mobilidade das discordâncias (16,17,74).

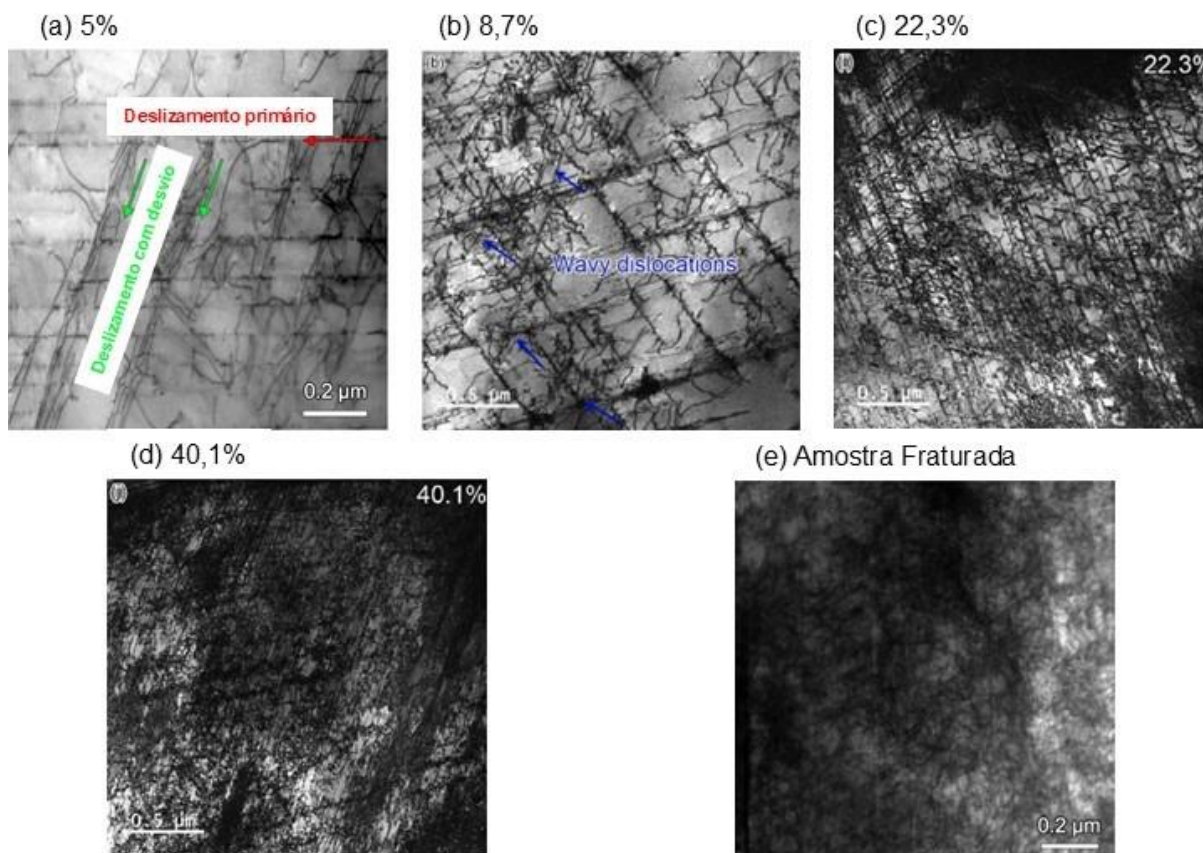
O mecanismo de deformação que irá atuar na liga metálica é influenciado pela tensão aplicada, temperatura e EDE, que por sua vez, é influenciada pela composição química. A EDE dos materiais metálicos é um parâmetro intrínseco para previsão da evolução microestrutural e subdivisão dos grãos deformados. Ligas de alta EDE, apresentam um menor espaçamento entre as discordâncias parciais e a sua disposição pela microestrutura é mais heterogênea (conhecido como arranjo celular de discordâncias). Já as ligas com baixa EDE, são ligas que apresentam maior espaçamento entre as discordâncias parciais, sua distribuição é mais homogênea pela microestrutura (arranjo planar de discordâncias) (75-77).

Enquanto que metais de alta EDE suas discordâncias parciais mais próximas apresentam maior mobilidade e facilidade de deslizamento, para metais de baixa EDE (com as discordâncias parciais mais afastadas) sua mobilidade é mais comprometida e é favorecido a deformação por maclação mecânica. A maclação mecânica é um mecanismo concorrente ao deslizamento de discordâncias, pois ocorre quando o deslizamento é dificultado. E quando a maclação também satura, as bandas de cisalhamento atuam para altos graus de deformação até a fratura (16,76,77).

A contabilização da EDE das superligas a base de níquel é difícil devido à complexa composição química dessas ligas (75). Mas há um consenso de que a adição de elementos de liga diminui a EDE do níquel, encontrando valores de -35,47 a -59,49 mJ/m², indicando que a presença da falha é mais estável do que a estrutura cristalina perfeita (76).

Para as superligas a base de níquel há competição entre deslizamento de discordâncias e maclação. A deformação plástica em temperatura ambiente ocorre predominantemente por deslizamento de discordâncias (SLIP – *dislocation slip*). A seguinte explicação da evolução microestrutural acompanhada pela Figura 34 (79-81).

Figura 34 – Imagens de microscopia de transmissão revelando a evolução microestrutural de uma superliga de níquel com deformações em temperatura ambiente



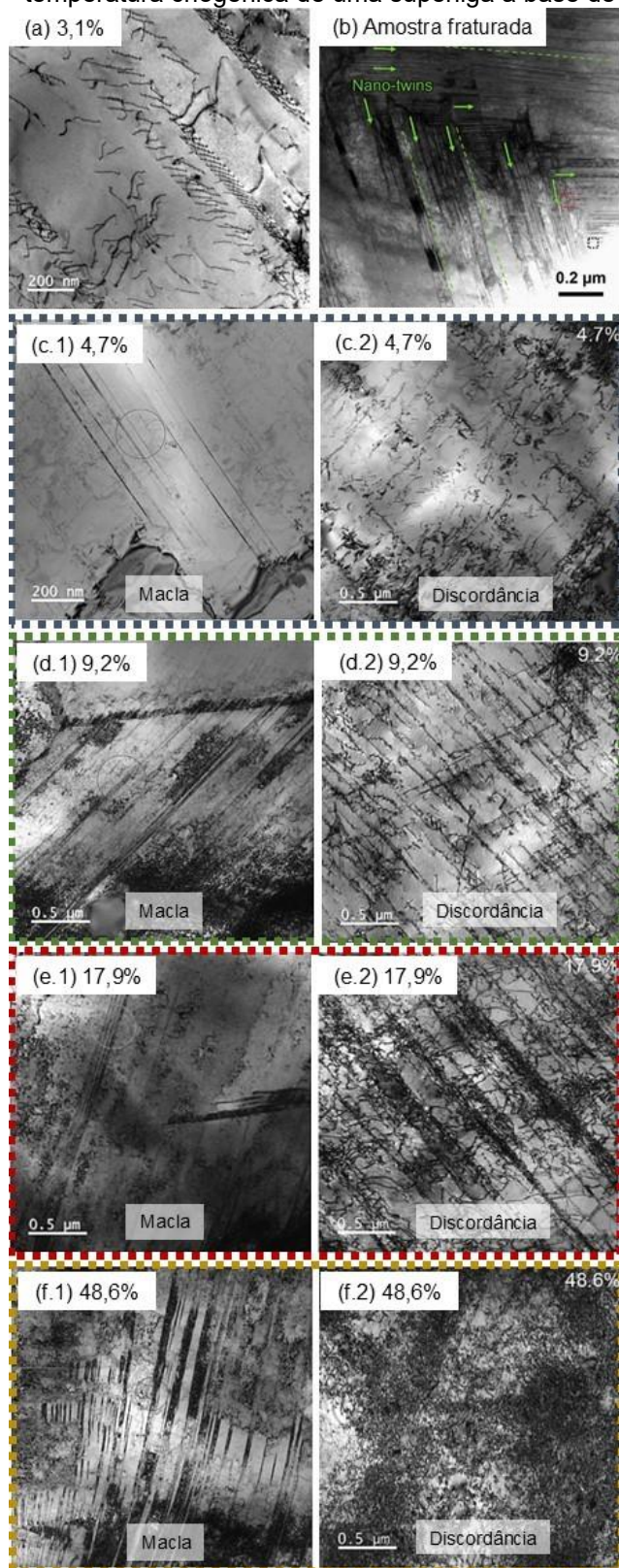
Fonte: Adaptado de Wang (79) e Ding (81).

No início da deformação (5%), com o deslizamento planar de discordâncias leva aos emaranhados de discordâncias e se desenvolvem em estruturas celulares (8,7% de deformação). Essas estruturas evoluem para paredes de discordâncias e com o grande acúmulo das mesmas, além de aumentar a interação entre elas (22% - 40,1% de deformação). Ao final de deformação, para acomodar as altas tensões, há pouca formação de maclas, apenas uma alta densidade de discordâncias, elas se multiplicam e se acumulam, formando paredes de discordâncias, tornando suas interações cada vez mais complexas. Portanto, seu endurecimento se dá principalmente pelas interações entre as discordâncias (endurecimento clássico de Taylor) (79-81).

Já acompanhando a evolução microestrutural da Figura 35, em temperaturas criogênicas, a deformação plástica é mais complexa. Devido a supressão de mecanismos de deformação termicamente ativados combinado com a baixa EDE das superligas de níquel, há um favorecimento para deformação por maclação (TWIP – *twinning-induced plasticity*) para acomodar a deformação da rede cristalina.

Entretanto, no início da deformação plástica (3,1%), não é encontrado maclas, então ainda está presente apenas SLIP. Com a contínua deformação, a formação de maclas só ocorre ao atingir a tensão necessária para ativar a sua formação (ao atingir 4,7%). É observado tanto SLIP quanto TWIP na deformação plástica em temperatura criogênica. Pelas imagens de microscopia de transmissão da Figura 35 é possível observar a presença das maclas, na ordem de nanômetros, em conjunto com a evolução das discordâncias. E quanto mais intensa a deformação maior a quantidade volumétrica de maclas de deformação, como foi observado com as deformações 9,2 a 48,6%. E devido à supressão da recuperação dinâmica das discordâncias, há um aumento do armazenamento de discordâncias que diminui seu deslizamento (79-81).

Figura 35 - Imagens de MET mostrando a evolução microestrutural em temperatura criogênica de uma superliga à base de níquel

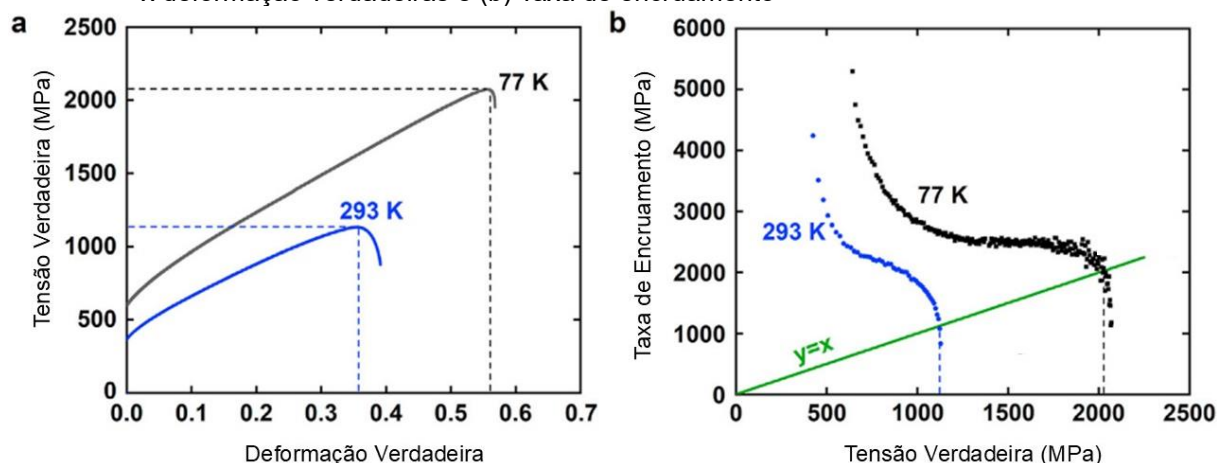


Fonte: Adaptado de: Wang (79) e Ding (81).

Ainda sobre ligas monofásicas, Ding (2021) e Wang (2023) constatarem um aumento simultâneo de resistência mecânica e ductilidade com a diminuição da

temperatura, como pode ser visto no gráfico da Figura 36 (a). Isso ocorreu devido ao efeito combinado de SLIP e TWIN, em que a formação de maclas promoveu um refinamento microestrutural, e por efeito Hall-Petch, restringiu ainda mais o movimento das discordâncias. E com a maior densidade de nanomaclas de deformação, foi adiada para tensões mais altas a instabilidade da redução de área da seção transversal do corpo de prova, aumentando o alongamento final com uma menor redução de área. Por fim, também foi constatado uma menor redução de área e um maior encruamento do material (79,81).

Figura 36 - Comparação de propriedades sob tração mecânicas em temperatura ambiente (293 K) e temperatura criogênica (77 K) de uma superliga a base de níquel, sendo (a) Curvas tensão x deformação verdadeiras e (b) Taxa de encruamento



Fonte: Adaptado de Ding (81).

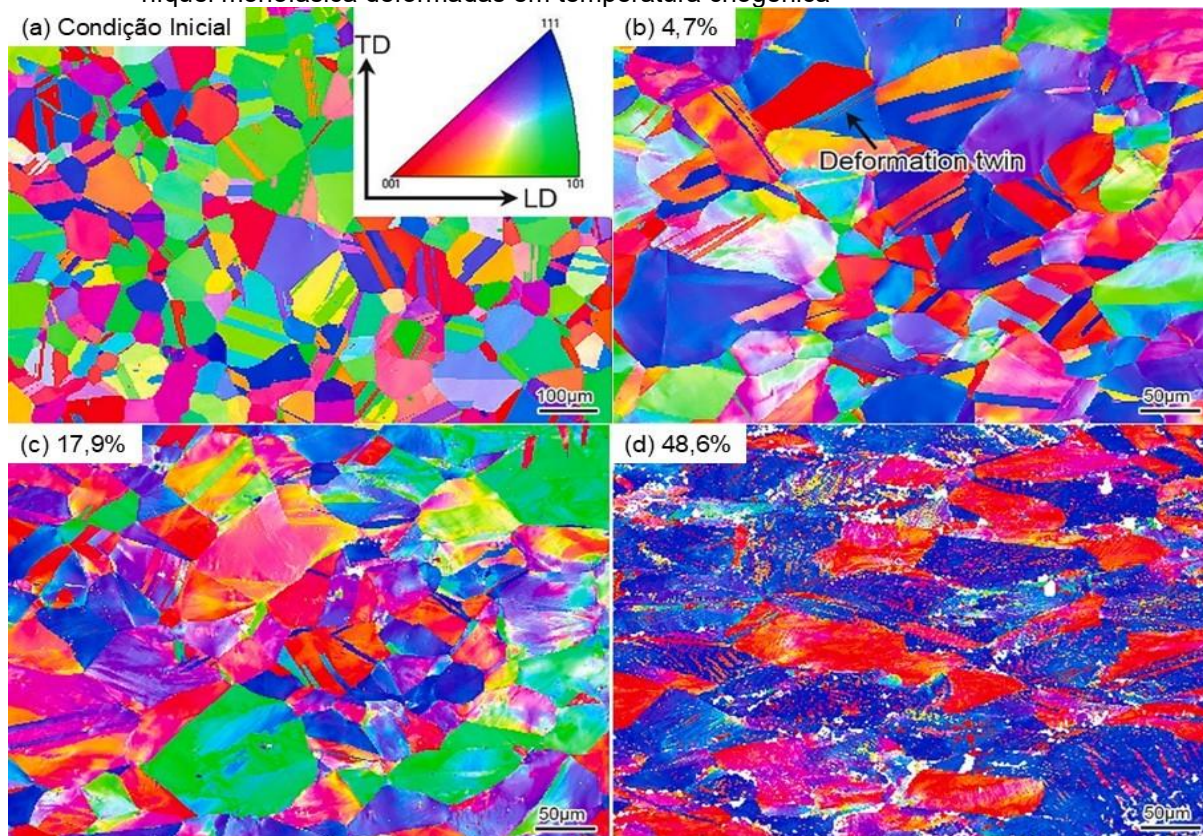
Como os contornos de maclas atuam como barreiras ao movimento de discordâncias, as discordâncias são acumuladas e empilhadas. Tanto esse acúmulo quanto a recuperação dinâmica restrita das discordâncias levam a uma maior encruamento sem comprometer a redução da área da seção transversal e aumentando a ductilidade (79-81).

Paras as curvas de taxas de encruamento (Figura 36 (b)), em ambas as temperaturas apresentam tendências semelhantes. Com o início da deformação, a taxa de encruamento caiu rapidamente, e isso prosseguiu com o aumento da tensão de deformação até atingir uma taxa constante. E ao final da deformação a taxa voltou a diminuir até a ruptura (81). Acredita-se que a menor taxa de encruamento em temperatura ambiente seja devido a menor formação de maclas e aniquilação de discordâncias devido a ativação térmica (79,80).

Além da formação de maclas, foi observado no trabalho de Wang (2023) uma tendência de mudança de orientação durante a deformação. Como pode ser visto nas

imagens da Figura 37. Os grãos com direção $\langle 101 \rangle$ diminuíram com a deformação, predominando grãos com orientações $\langle 001 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$, indicando uma preferência de deformação para estas orientações (79).

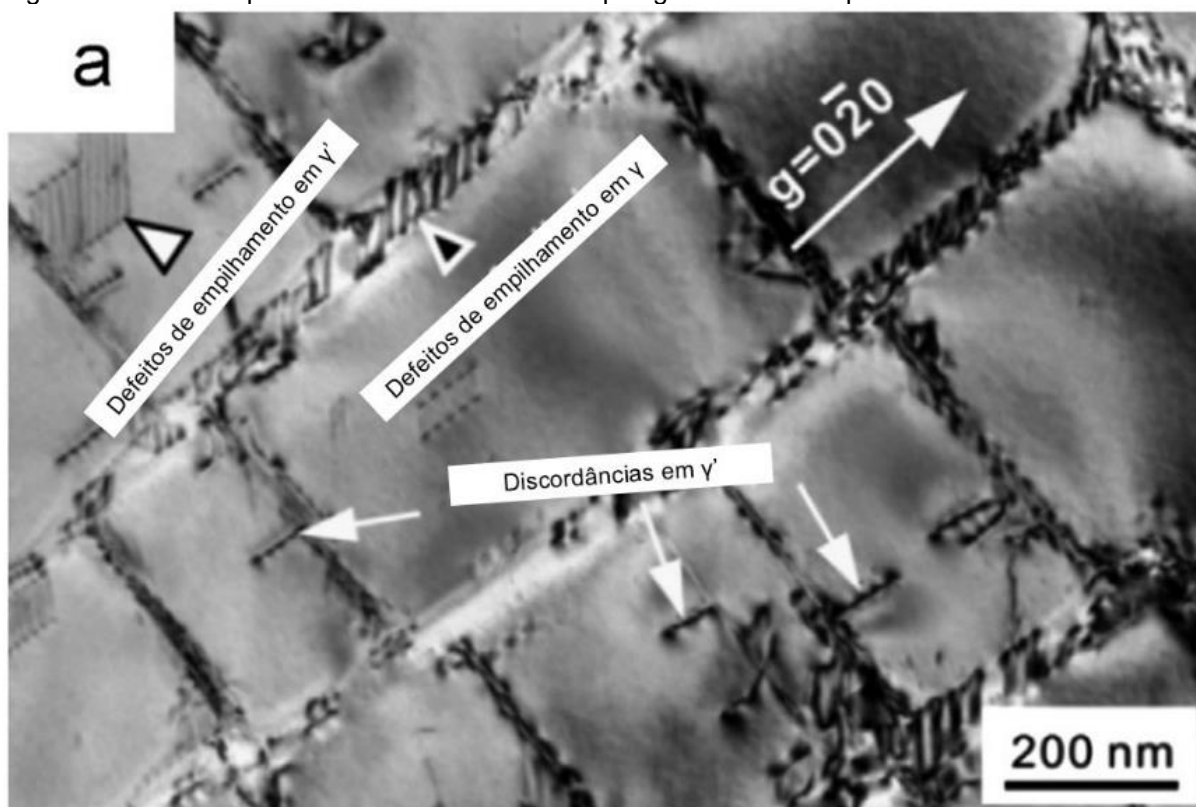
Figura 37 - Mapas de EBSD indicando a orientação cristalográfica de amostras de uma superliga de níquel monofásica deformadas em temperatura criogênica



Fonte: Adaptado de Wang (78).

Já os estudos de superligas à base de níquel endurecidos por precipitação (como a IN718), relataram efeitos diferentes devido à presença das partículas de segunda fase. Wang (2014) estudou uma superliga à base de níquel (12Co; 4Cr; 1Mo; 6W; 5,4Re; 3Ru; 6Al; 8,4Ta e níquel balanceado) após tratamento de envelhecimento, formando uma microestrutura com matriz austenítica e precipitados γ' . A Figura 38 mostra a microestrutura da liga após deformação em temperatura ambiente. Houve a formação de diversas discordâncias e falhas de empilhamento na matriz ao redor dos precipitados γ' , na interface e dentro do precipitado. Os sistemas de deslizamento e planos de falhas de empilhamento em cada parte dessa microestrutura se formaram de modos diferentes, criando dificuldades para um defeito passar para outra microestrutura (82).

Figura 38 - Microscopia de transmissão de uma superliga à base de níquel envelhecida

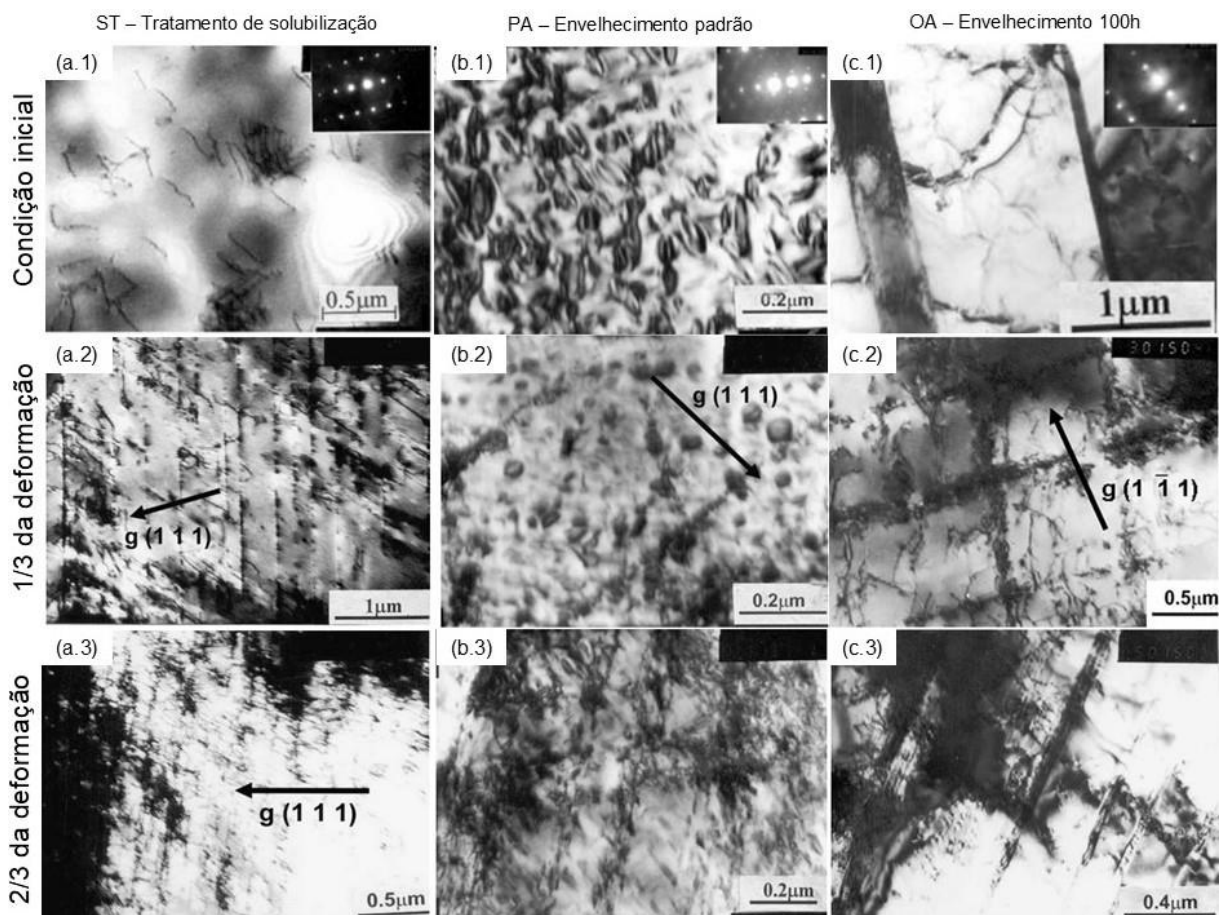


Fonte: Adaptado de Wang (82).

A liga IN718 envelhecida apresenta um comportamento de deslizamento planar de discordâncias e cisalhamento dos precipitados. Praveen (2008) estudaram a evolução microestrutural da IN718 com diferentes tratamentos térmicos: ST – amostra apenas solubilizada, PA – amostra solubilizada e envelhecimento padrão, OA – amostra solubilizada e envelhecimento excedido em 1h e OA100 – amostra solubilizada e envelhecimento de 100h (83).

Nas imagens de transmissão da Figura 39, observa-se que, nas suas condições iniciais, a amostra ST apresenta algumas discordâncias isoladas, PA e OA há uma distribuição uniforme de precipitados $\gamma' + \gamma''$, e OA100 apresentou precipitados δ . Com a deformação inicial em temperatura ambiente, em todas as condições há o deslizamento das discordâncias, formando bandas de escorregamento paralelas entre si. E na condição PA, também é observado o cisalhamento dos precipitados. Com pequena deformação, ainda não há deslizamento cruzado de discordâncias devido à baixa EDE do material (83).

Figura 39 - Micrografias de transmissão relevando a evolução microestrutural da IN718

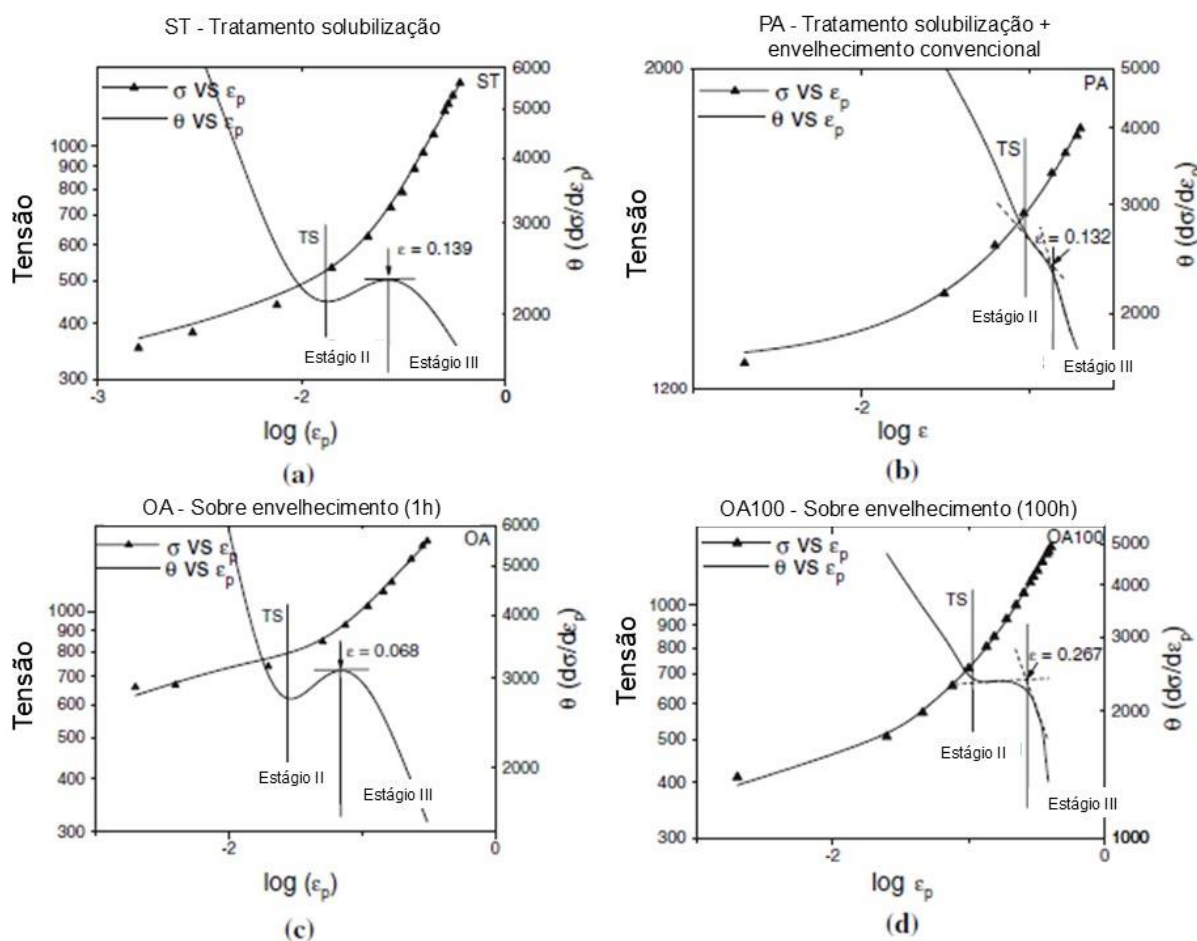


Fonte: Adaptado de Praveen (83).

Com a maior deformação há ativação de outros sistemas para acomodar a tensão na rede e que levou a um espessamento das bandas de deformação. Outro ponto interessante nas amostras OA100, como há maior distância entre os precipitados, há discordâncias na matriz entre os precipitados, o que não foi claramente observado na amostra PA (a qual possui maior volume de precipitados e menor espaçamento entre eles) (83).

Outra discussão levantada pelo autor é o encruamento promovido pelo material observando os gráficos de Crussard–Jaoul (CJ). Pelos gráficos da Figura 40, pode-se observar que há três regiões distintas para todas as condições, indicando os três estágios de encruamento: estágio I a porção inicial do estágio transiente, em que a taxa de encruamento cai rapidamente; estágio II a taxa aumenta gradualmente com a deformação até um máximo; e estágio III em que a taxa diminui devido ao início da recuperação dinâmica (83).

Figura 40 - Curvas de taxa de encruamento em função da deformação



Fonte: Adaptado de Praveen (83).

No geral, a taxa de encruamento diminui com o aumento de deformação. No entanto, podem ocorrer desvios desse comportamento, como foi o caso das amostras com tratamentos térmicos diferentes, que devido a sua microestrutura, levaram a comportamentos de encruamento diferentes. Inicialmente, a deformação ocorre com relativa facilidade, pois as discordâncias podem percorrer longas distâncias livres de barreiras. Essa distância livre é menor para PA, e aumenta com OA, OA100 e ST (83).

O estágio II é acionado em uma taxa crítica de tensão. Neste ponto, há maior dificuldade para o deslizamento, assim é ativado outros sistemas de deslizamento, atuando deslizamentos cruzados e múltiplos, elevando a taxa de encruamento. Isso leva à formação de estruturas, como emaranhados, paredes e células. Entretanto, isso não é observado em PA, o qual há apenas uma mudança de inclinação na curva. Aparentemente, os precipitados não contribuem para a evolução das bandas de deslizamento e fenômenos de encruamento (83). É observado apenas o cisalhamento

das partículas finas ou formação de anéis de Orowan em torno de partículas mais grosseiras (73,83).

Por fim, no estágio III, a taxa de encruamento volta a cair com a deformação devido aos processos de recuperação, sendo deslizamento cruzado em baixas temperaturas e escalagem de discordâncias em altas temperaturas. Este é um estágio em que uma quantidade suficiente de deformação plástica é acumulada, o que causa aumento localizado de tensão, ativação de deslizamento cruzado e deslizamento múltiplo (83).

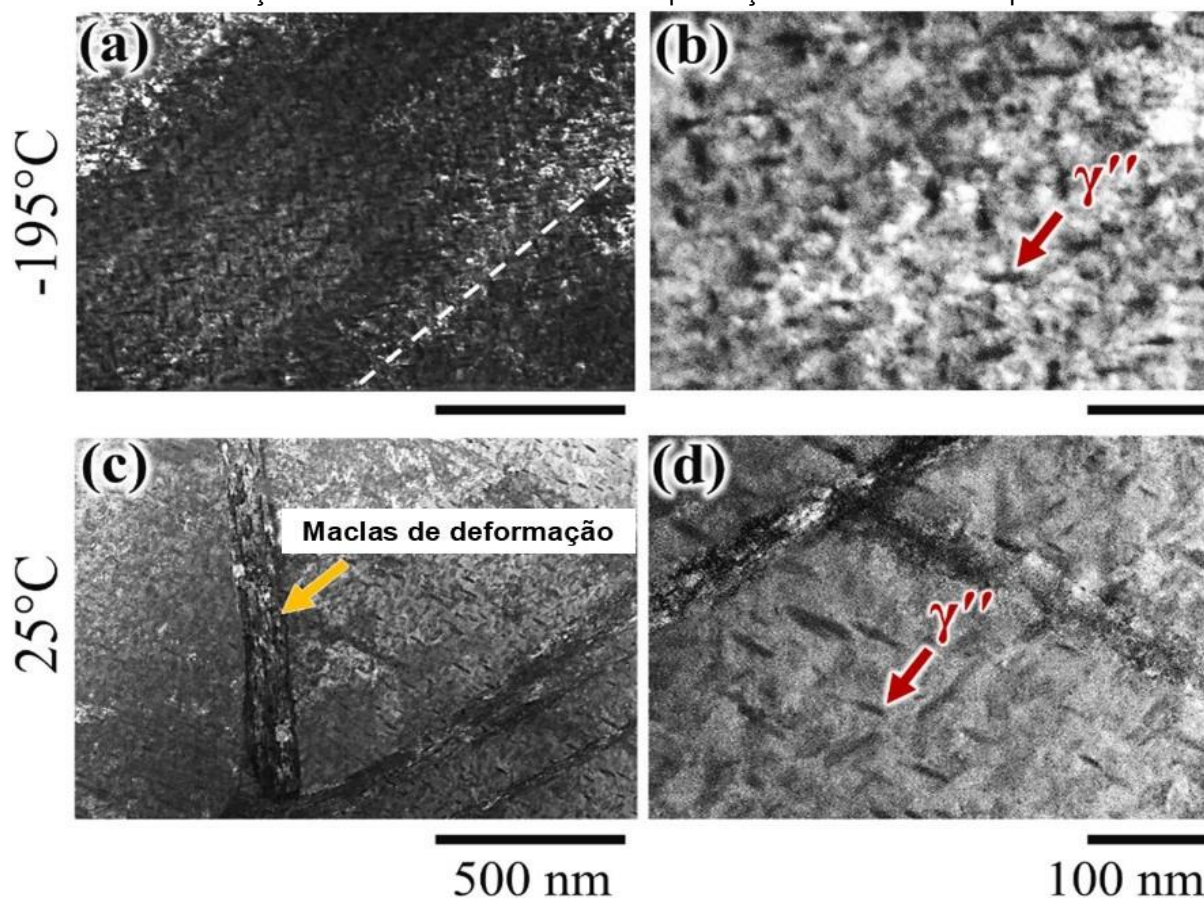
É importante também ressaltar que a MA pode influenciar no encruamento do material. Lami (2023) documentou que o menor expoente de encruamento da IN718 feita por MA foi maior que a mesma feita por forjamento. A liga forjada apresentou um expoente maior, indicando uma deformação mais uniforme devido a microestrutura aleatória, isotrópica e mais refinada, induzindo maior endurecimento de acordo com a relação de Hall-Petch. A distribuição fina e uniforme dos grãos foi a causa de uma deformação mais homogênea e isotrópica. O autor acredita que a maior contribuição para a deformação localizada e menor expoente de encruamento da amostra fabricada por MA seja aos grãos colunares e microestrutura mais grosseira. A grande presença de discordâncias da solidificação também influencia no encruamento do material. Enquanto que a aniquilação de discordâncias devido à recuperação dinâmica deve ser alta devido à alta densidade de discordância inicial, explicando o baixo endurecimento no lado MA. A deformação localizada tende a se desenvolver em grãos grandes com pequenos fatores Taylor (ou seja, grãos com maiores atividades de deslizamento). A baixa taxa de encruamento na condição MA acelerou a localização da deformação, aumentando a sua não homogeneidade plástica (84).

Ainda há poucos estudos que relacionam o encruamento da liga IN718 envelhecida com a deformação criogênica ou que expliquem de modo totalmente satisfatório como ocorre a deformação nestas condições. Mas há estudos que tentam explicar a mudança de mecanismo e como os precipitados interagem com os defeitos gerados. Ahmad (2022) realizou um estudo comparativo de temperaturas criogênica e ambiente. A Figura 41 são imagens de microscopia de transmissão de amostras retiradas a 200 μm da superfície de fratura. O autor concluiu que a amostra deformada em temperatura criogênica teve uma deformação por maclas na escala nanométrica, devido a padrões em linhas, mas sem muitos detalhes dessa microestrutura. O autor também acredita que os precipitados foram cisalhados pelas maclas, devido a uma

morfologia tortuosa obtida. Já em temperatura ambiente, também houve deformação por maclação, mas com muito menos intensidade, por isso, acredita-se que os precipitados foram cisalhados pelas discordâncias. A formação de uma alta densidade de maclas em escala nanométrica durante a deformação criogênica atuou como uma barreira extra ao movimento das discordâncias, o que possivelmente contribuiu para o aumento da resistência mecânica em relação aos ensaios realizados em temperatura ambiente (11).

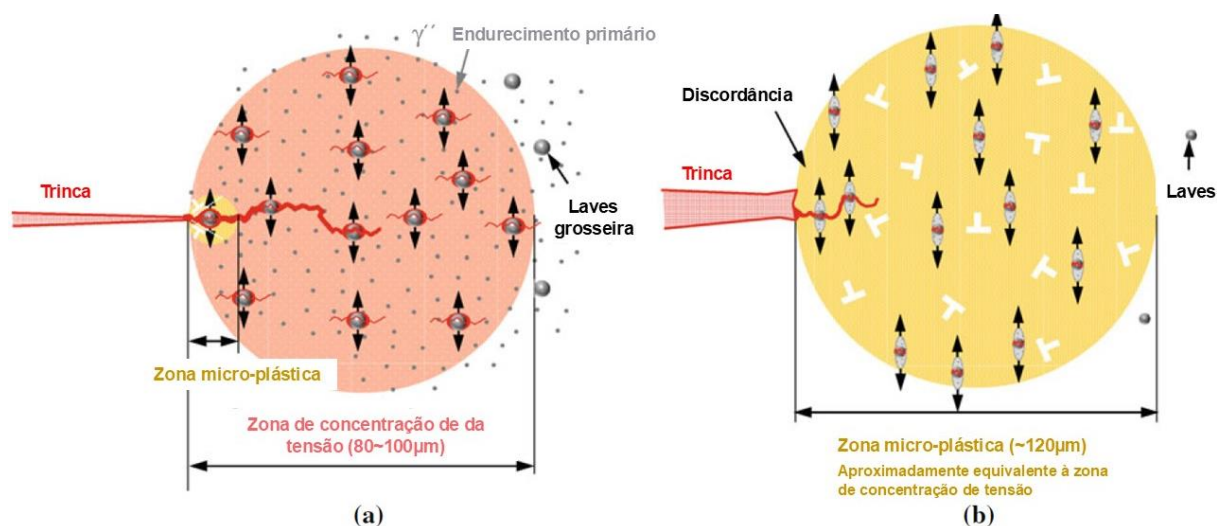
Bae (2014) também estudou as propriedades da IN718 em temperatura criogênica sob tração e impacto, comparando amostras apenas e solubilizadas e envelhecidas. Como era de se esperar, as amostras envelhecidas tiveram um melhor desempenho mecânico no ensaio de tração, mas com a ductilidade comprometida. Já para o ensaio de impacto, houve uma maior absorção de energia para as amostras sem envelhecimento. A partir da superfície de fratura após o ensaio de impacto, foi observado microtrincas numa área até 45 μm de profundidade para amostras envelhecidas, enquanto que as amostras não envelhecidas as microtrincas se formaram até 60 μm de profundidade. Ou seja, com a precipitação de $\gamma' + \gamma''$, a resistência à fratura diminuiu. A explicação para tal fenômeno pode ser vista pela Figura 42 a seguir proposta pelo próprio autor (9).

Figura 41 - Imagens de microscopia de transmissão de amostras de IN718 após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento deformadas por tração em diferentes temperaturas



Fonte: Adaptado de Ahmad (11).

Figura 42 - Ilustração do mecanismo de fratura em temperatura criogênica do ensaio de impacto. Sendo (a) amostra envelhecida e (b) amostra apenas solubilizada



Fonte: Adaptado de Bae (9).

Após o envelhecimento, há uma menor densidade de discordâncias presentes, mas com grande presença de $\gamma' + \gamma''$. Como já abordado, a presença de $\gamma' + \gamma''$ dificulta a movimentação das discordâncias, enquanto que para amostra sem

precipitação de $\gamma' + \gamma''$ há uma maior densidade de discordâncias com maior mobilidade e caminho livre. Portanto, para a amostra envelhecida, reflete-se uma zona microplástica frente a trinca menor que para a amostra apenas solubilizada, causando um aumento significativo na resistência da matriz. Além da precipitação de $\gamma' + \gamma''$, também pode haver a precipitação de δ que pode ajudar a retardar a propagação da trinca (9). Deste modo, observa-se que a presença dos precipitados impede o livre avanço das discordâncias pela matriz da liga, o que acaba prejudicando seu alongamento final e reduzindo a ductilidade.

3.4 Síntese

A revisão da literatura apresentada explora de forma profunda as características, fases e tratamentos térmicos da superliga IN718, fabricado por MA, com foco na técnica LPBF, e por fim, foi levantado estudos e evidências do comportamento mecânico em temperaturas criogênicas.

A IN718 é uma superliga à base de níquel conhecida por sua elevada resistência mecânica e à corrosão em altas temperaturas. As principais fases de endurecimento são γ' e γ'' . Mas também são formadas outras fases como δ , *Laves* e carbetos (MC, M_6C).

A técnica de LPBF permitiu a fabricação de peças com design complexos e está revolucionando com novas aplicações, as quais não seriam possíveis pelos processos convencionais. Por mais que existem diversos estudos paramétricos correlacionando os parâmetros do processo de LPBF, é ainda interessante realizar essa análise, pois cada equipamento de MA apresenta suas peculiaridades que levam a resultados diferentes. Além disso, a utilização de pó reciclado é um agravante, pois pode prejudicar a microestrutura final da peça, além de ser necessário adaptar o processo para parâmetros diferentes. A boa otimização desses parâmetros pode levar a uma peça com baixa porosidade e defeitos mais homogêneos.

Para uma liga fabricada por MA, sua microestrutura de “escama de peixes” é característica, além da formação de grãos colunares e uma textura com direção $\langle 001 \rangle$. A respeito dos precipitados, há apenas a formação inicial de *Laves*. Assim é necessário realizar tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento duplo para promover a precipitação de γ' e γ'' . Apesar da temperatura de solubilização de

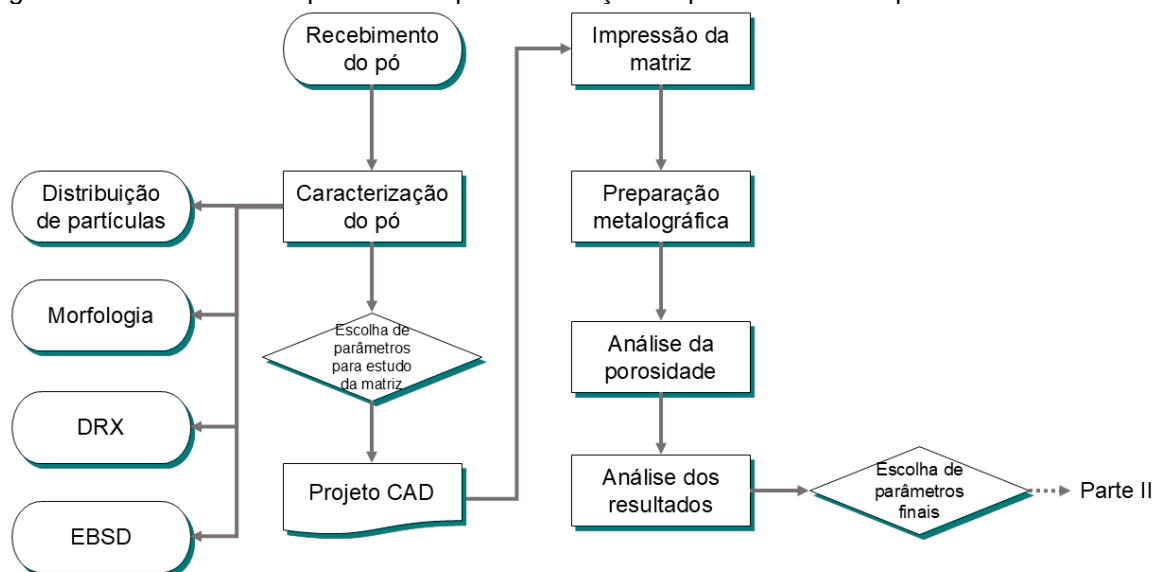
980 °C ser bem aceito por diversos autores, ela ainda não é suficiente para perder os traços de morfologia anisotrópica. Apenas temperaturas de solubilização acima de 1100 °C é possível modificar a morfologia dos grãos colunares na direção $\langle 001 \rangle$.

A IN718 fabricada por MA apresenta uma resistência mecânica considerável devido aos contornos de grãos irregulares. Com tratamentos térmicos adequados essa resistência pode ser aumentada. A IN718 ainda apresenta poucas aplicações em temperaturas criogênicas, mas pode ser um material promissor devido a sua estrutura CFC. Mas ainda há lacunas a respeito do funcionamento dos mecanismos de deformação plástica em temperatura criogênica e como os precipitados interagem com as discordâncias e maclas nessa temperatura. Portanto, este trabalho buscou encontrar evidências para conseguir preencher essas lacunas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

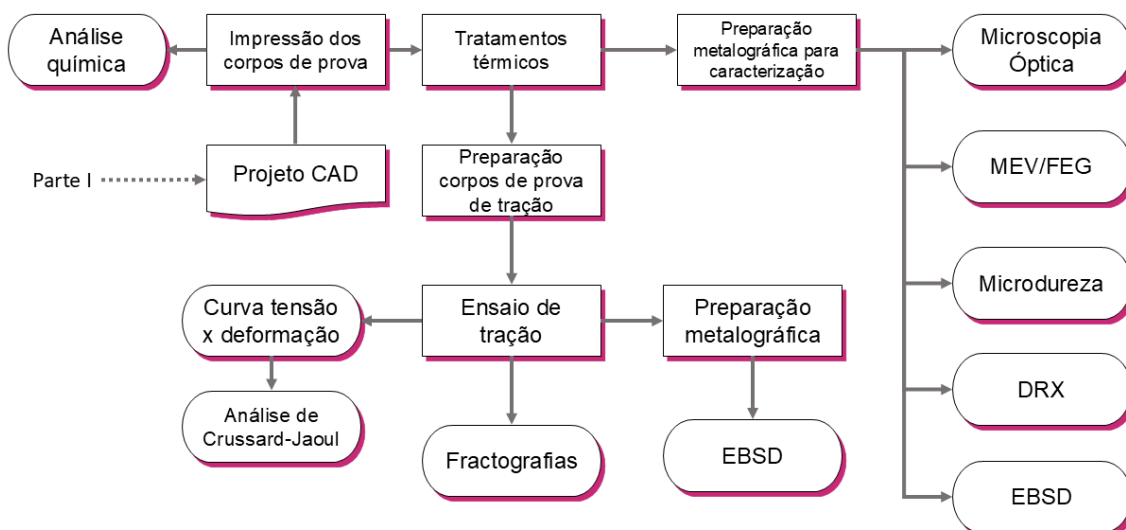
O estudo desta dissertação pode ser separado em 2 partes: parte I – otimização de parâmetros de impressão; e parte II – estudo de deformação da IN718 em temperatura ambiente ($\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$) e criogênica ($\sim 197\text{ }^{\circ}\text{C}$). As etapas desses estudos podem ser visualizadas nas Figura 43 e Figura 44 a seguir.

Figura 43 - Parte I: Estudo paramétrico para otimização de parâmetros de impressão



Fonte: A autora.

Figura 44 - Parte II: Estudo da deformação da Inconel 718 em temperatura ambiente e criogênica



Fonte: A autora.

A parte I deste trabalho consiste em estudar a otimização de parâmetros de impressão, iniciando pela caracterização do pó recebido, seguido pela escolha dos parâmetros fixos e variáveis de impressão, desenho do projeto CAD para as amostras iniciais a serem analisadas, impressão da matriz, preparação metalográfica das amostras para a análise da porosidade, análise dos resultados e, por fim, a escolha

final dos parâmetros para impressão dos corpos de prova de tração. O detalhamento destas etapas está descrito nos tópicos 4.1, 4.2 e 4.3.

A partir da escolha dos parâmetros, foi elaborado outro projeto CAD para impressão dos corpos de prova para ensaio de tração, realização de tratamentos térmicos, preparação metalográfica para observar os tratamentos térmicos, obtendo resultados de microscopia eletrônica e óptica, mapas de EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*) e DRX (Difração de raios x), e após a realização do ensaio de tração, foram analisados dados da curva tensão x deformação, fractografias e mapas de EBSD. A descrição destas etapas está nos tópicos 4.4, 4.5, 4.6 e 4.7.

4.1 Caracterização do Pó Metálico

O pó foi disponibilizado pela Sandvick trata-se de Inconel 718 produzido por atomização de gás inerte. Sua composição química está disposta na Tabela 6 do tópico 4.4. Este mesmo pó foi utilizado em trabalhos anteriores de manufatura aditiva, por isso, vê-se a necessidade de realizar caracterizações iniciais do pó reutilizado, como analisar a distribuição de tamanhos e morfologia das partículas, e por fim a realização de DRX.

- Distribuição de partículas: A análise de distribuição de tamanho de partículas foi realizada no equipamento *Bettersizer 2600* pelo método *laser*, equipamento do Complexo de Laboratórios Multiusuários da UEPG (C-LabMu). Para a análise foi necessário de em torno de 5 g do pó IN718. A distribuição das partículas é importante para decidir a espessura de camada a ser utilizada para o processo de impressão.
- Morfologia: A morfologia das partículas foi analisada por meio da obtenção de imagens de microscopia eletrônica utilizando o equipamento MEV/FEG *Tescan/Mira3* do C-LabMu. Uma pequena quantidade do pó foi fixado em um suporte com auxílio de uma fita condutora. A análise dessas imagens é importante para comparar com as do fabricante, já que se trata de um pó reutilizado.
- DRX: a técnica de difração de raios x foi utilizada para identificar as fases do pó metálico e comparar com o material após o processo de impressão. Para isto, foi disponibilizado uma pequena quantidade de pó e foi realizado a análise no equipamento *Rigaku/ Ulima IV* do C-LabMu, com varredura

contínua, fonte de cobre, energia 30 kV/10 mA, passo 0,02°, tempo de 30 s e intervalo de análise de 42 ° a 52 °.

- EBSD: para análise de mapas de EBSD, uma pequena quantidade do pó foi embutida com baquelite condutora. Então foi realizado processos convencionais de preparação metalográfica, lixando e finalizando com o polimento com sílica coloidal 0,25 µm. Foi utilizado o MEV-FEG *Tescan Mira3* com um detector *Nordlys Nano* da *Oxford Instruments*, ambos equipamentos do C-LabMu. Após a obtenção dos dados, foram gerados mapas de orientação cristalográfica.

4.2 Impressão da Matriz

O equipamento utilizado para impressão das amostras foi o *OmniSint-160®*, presente no Senai Santo Amaro. Com fonte do *laser* é de *Ytterbium Fiber Laser Wavelength* 1090 nm, com diâmetro focal do *laser* de 140-160 µm. A máquina de manufatura aditiva *OmniSint-160®* utilizada para este trabalho pode ser vista em Figura 45 .

Figura 45 - Máquina de manufatura aditiva OmniSint-160®

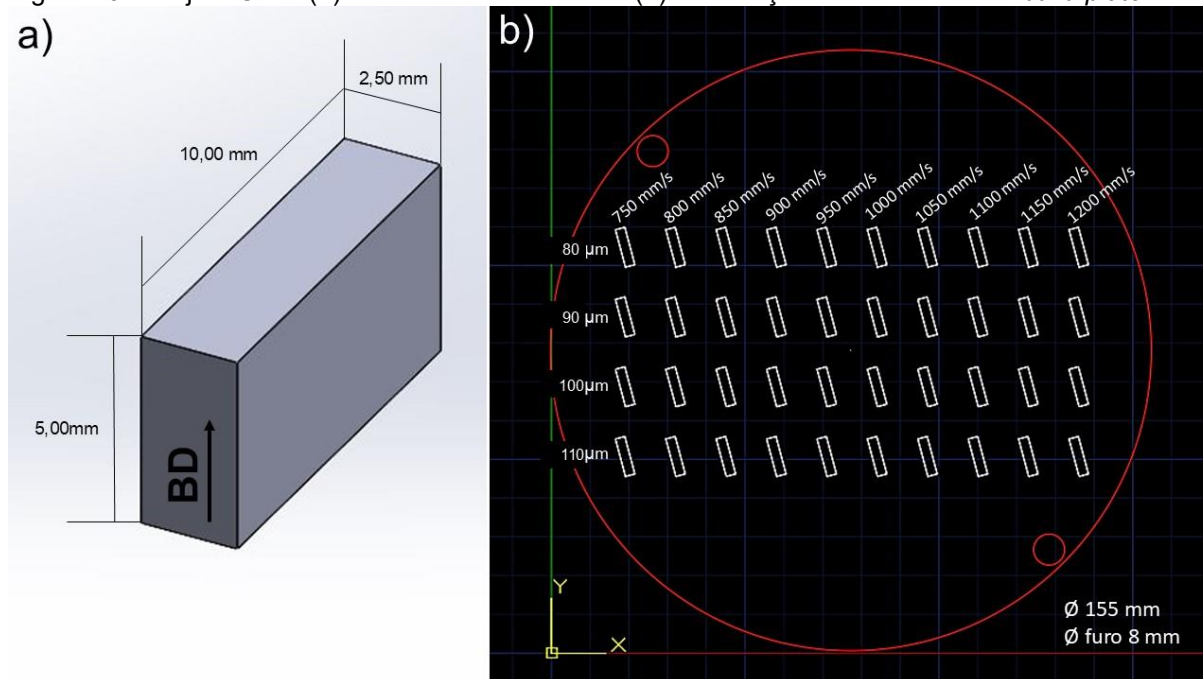


Fonte: A autora.

A partir de estudos prévios, análise da literatura (23,24,64,84-86) e reuniões com especialistas em manufatura aditiva, ficou definido realizar o estudo da variação do *hatch spacing* e velocidade de varredura, fixando a potência do *laser* (217 W – conforme sugerido pelo operador do equipamento), espessura de camada de 40 µm, e rotação entre as camadas de 67°. A geometria do corpo de prova está definida logo

abaixo na Figura 46 (a). A geometria da amostra foi pensada para ter a dimensão próxima para os corpos de tração. Também na Figura 46 (b), há o projeto CAD do *build plate* exibindo a matriz dos parâmetros variados deste estudo.

Figura 46 - Projeto CAD: (a) dimensão de amostra e (b) distribuição das amostras no *build plate*



Fonte: A autora.

A Tabela 5 abaixo resume os parâmetros de impressão utilizados para esta primeira etapa do trabalho.

Tabela 5 - Parâmetros de impressão para matriz

Parâmetros fixos		Parâmetros variáveis	
Potência do laser	217 W	Hatch spacing (μm)	80 90 100 110
Espessura de camada	40 μm	Velocidade de varredura (mm/s)	750 800 850 900 950
Rotação entre camadas	67°		1000 1050 1100 1150 1200

Fonte: A autora.

4.3 Análise de Porosidade

A impressão das amostras foi feita uma única vez, apenas variando a velocidade de varredura e *hatch spacing* em cada amostra, que foram numeradas de 1 a 40, como pode ser visto na Figura 47. As amostras foram cortadas do *build plate* por corte a eletroerosão a fio, embutidas em baquelite e passado pelos procedimentos metalográficos, desde lixamento até polimento em sílica coloidal 0,25 μm. As amostras foram embutidas de tal maneira que permite visualizar a lateral do sentido de impressão (como pode ser visto na Figura 48), a fim de visualizar defeitos oriundos do

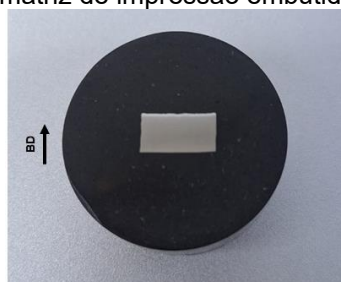
processo. As amostras foram visualizadas via microscópio óptico *Olympus BX51* do Departamento de Engenharia de Materiais da UEPG (DEMA) e realizadas as imagens da sua superfície de tal maneira que permitiria a visualização de toda a sua superfície (mas excluindo as bordas), totalizando 6 imagens por amostra.

Figura 47 - Matriz de estudo de parâmetros de impressão



Fonte: A autora.

Figura 48 - Exemplo de amostra da matriz de impressão embutida



Fonte: A autora.

As imagens foram tratadas utilizando o *software ImageJ* e por meio do mesmo foi computado a quantidade de porosidade. Todos os dados coletados estão na tabela do ANEXO A. A partir dessa tabela, foi analisada a porosidade superficial média e sua variância, e a observação qualitativa das micrografias ópticas. Deste modo, a amostra com menor porosidade e variância foi a escolhida para definir os parâmetros de *hatch spacing* e *speed scan* para os corpos de prova do ensaio de tração, que foram *hatch spacing* 80 μm e *speed scan* 1000 mm/s. A explicação para esta tomada de decisão está descrita no tópico 5.2.

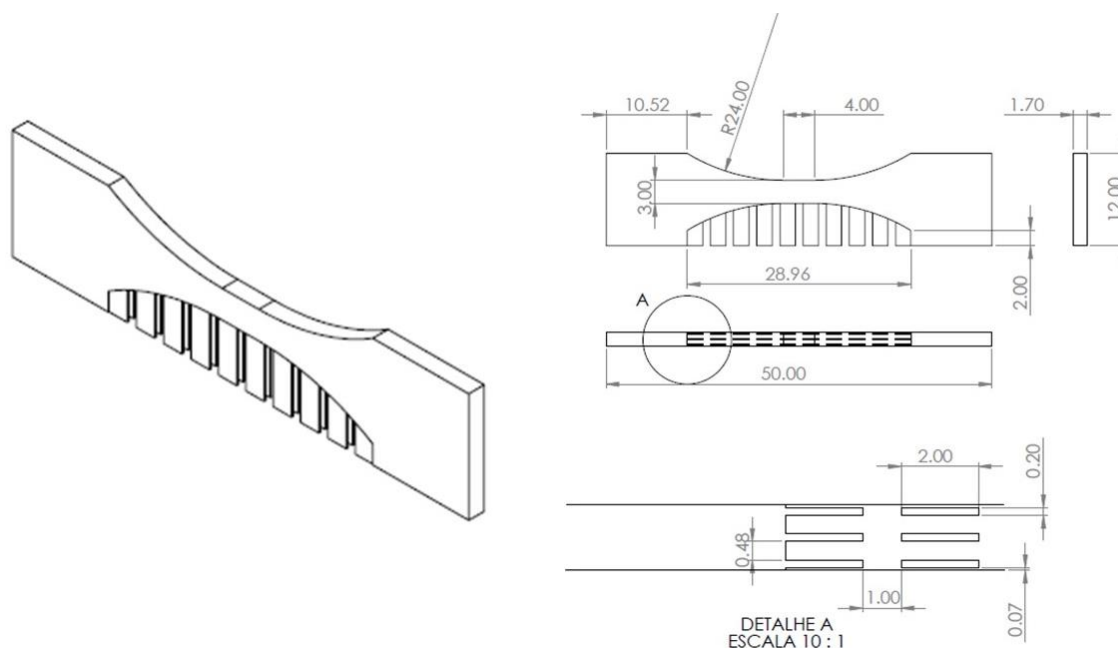
4.4 Impressão dos Corpos de Prova

Após o estudo para a seleção dos parâmetros ideais, foi definido estes parâmetros para a impressão dos corpos de prova de tração:

- Diâmetro focal do *laser*: 140-160 μm ;
- *Hatch spacing*: 80 μm ;
- Velocidade de varredura: 1000 mm/s;
- Potência do *laser*: 217 W;
- Espessura de camada: 40 μm ; e
- Angulação entre camadas: 67°.

A impressão foi realizada no mesmo equipamento *OmniSint-160®*, com fonte do *laser* é de *Ytterbium Fiber Laser Wavelength* 1090nm. O corpo de prova foi projetado a fim de concentrar as tensões no seu centro e é considerado um corpo de prova tamanho *sub-size*. Suas dimensões iniciais podem ser vistas na Figura 49. Ao longo do comprimento útil do corpo de prova, foram projetadas estruturas que atuam como suportes para durante a impressão para evitar o colapso da peça. Esses suportes foram retirados posteriormente para realizar o ensaio de tração. O *build plate* com as amostras impressas pode ser visto na Figura 50.

Figura 49 - Dimensões iniciais (em mm) do corpo de prova para impressão



Fonte: A autora.

Figura 50 - *Build plate* com corpos de prova impressos

Fonte: A autora.

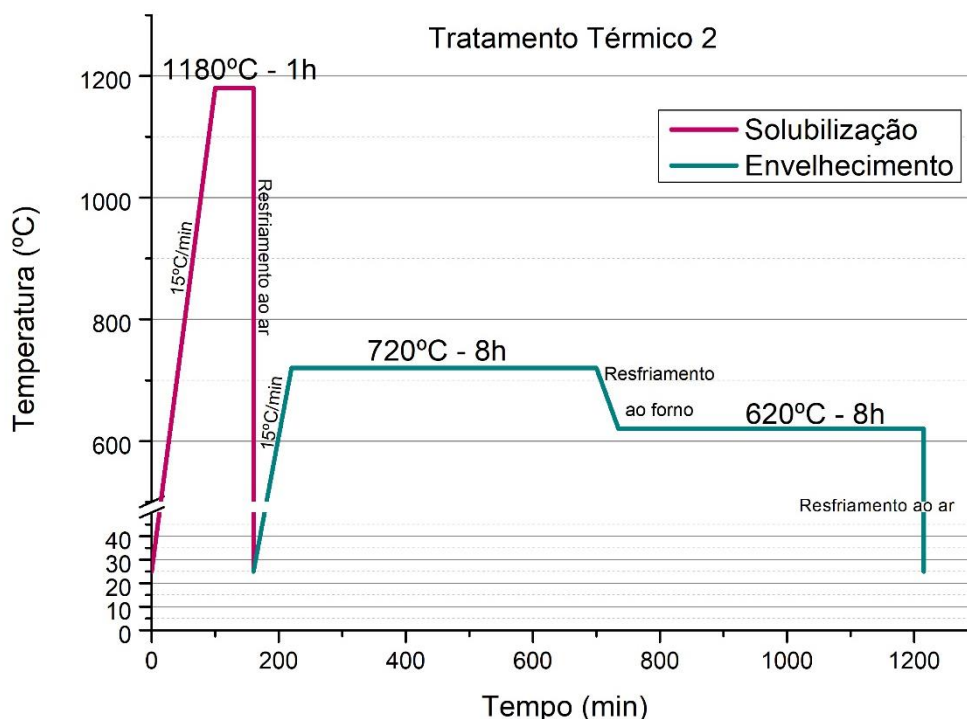
Foi realizada uma análise química do material impresso que pode ser visto na Tabela 6. A análise química foi realizada por meio de um espectrômetro de emissão óptica da marca AMETEK, modelo SPECTROMAX, localizado no Laboratório de Caracterização de Materiais, disponibilizado pelo DCM/DAT, no CNPEM. Comparando com a faixa de concentração do pó fornecido pelo fabricante, observa-se que não houve perda/evaporação de elementos químicos durante a fabricação dos corpos de prova.

Tabela 6 - Comparação entre concentração química do pó fornecido pelo fabricante e da análise química feito no material impresso

Elemento	Sandvik	Análise química
	Faixa de concentração (% - pó) ¹	Concentração (%) ²
Níquel	50,00 – 60,00	53,40
Cromo	10,00 – 25,00	17,48
Ferro	10,00 – 25,00	19,16
Nióbio	1,00 – 10,00	4,68
Molibdênio	1,00 – 10,00	3,06
Alumínio	0,10 – 1,00	0,53
Cobalto	Não informado	0,05
Titânio	Não informado	0,88
Carbono	Não informado	0,0497

Fonte: ¹ Dados fornecidos por Sandvik Additive Manufacturing© e ² a autora.

Figura 52 - Tratamento térmico 2



Fonte: A autora.

As amostras foram colocadas dentro do forno no início do patamar da solubilização, após 1 hora foram retiradas, resfriadas ao ar. E após a solubilização, foi realizado o envelhecimento do material. Taxa de envelhecimento 15 °C/min até 720 °C, 8 h em 720 °C. Resfriamento no forno a uma taxa de 3 °C/min até 620 °C. Permanência por 8 h em 620 °C e retiradas do forno para um resfriamento ao ar.

Para entender a evolução microestrutural do tratamento térmico, foi realizado a caracterização de amostras sem tratamento térmico, na sua forma como construída (*as build* – AB), amostras apenas solubilizadas em 980 °C e 1180 °C, e amostras solubilizadas em ambas essas temperaturas e envelhecidas. A Tabela 7 está descrita os nomes das amostras e seu histórico térmico. Entretanto, para o ensaio de tração, foram utilizadas amostras AB e solubilizadas e envelhecidas.

Tabela 7 - Nomenclatura de amostras após tratamento térmico

	Solubilização	Envelhecimento
AB	---	---
S980	980 °C	---
S980E	980 °C	720 °C – 8 h → 620 °C – 8 h
S1180	1180 °C	---
S1180E	1180 °C	720 °C – 8 h → 620 °C – 8 h

Fonte: A autora.

As amostras passaram por procedimentos de preparação metalográfica. Após as preparações, foram analisadas por meio de ensaio de dureza, DRX, micrografia óptica e eletrônica e técnicas de EBSD.

Para estudar a dureza das amostras tratadas termicamente, foi realizado medidas de dureza pelo método dureza Vickers, utilizando o equipamento *Shimadzu HMV-2* do DEMA. As amostras foram submetidas a uma carga de HV1 (9,807 N) durante 60 s em 9 pontos diferentes por toda a superfície da amostra.

Para estudar a microestrutura e as propriedades mecânicas correlacionando as fases formadas em cada tratamento térmico, foi realizada a técnica de difração de raios x. Após o preparo metalográfico, a amostra foi analisada no equipamento *Rigaku/Ulima IV* do C-LabMu, com varredura contínua, fonte de cobre, energia 30 kV/10 mA, passo 0,02°, tempo de 30 s e intervalo de análise de 42° a 52°.

Para analisar a evolução microestrutural, as amostras passaram por procedimentos de preparação metalográfica e foi realizado ataque químico para revelar microestrutura em sua superfície. Para este ataque, foi preparada uma solução de ácido oxálico 10 g diluído em 100 ml de água destilada. As amostras foram mergulhadas nesta solução em uma cuba de aço inoxidável e conectados a uma fonte de energia elétrica. A uma voltagem de 3 a 5 V, as amostras passaram por ataque eletrolítico durante 10 a 60 s, sob uma densidade de corrente de em torno de 69 mA/cm², em corrente contínua (45). Esse ataque pode ser visto na Figura 53. As micrografias foram realizadas pelos microscópios *Olympus BX51* e MEV-FEG *Tescan Mira3*.

Por fim, para as imagens geradas por EBSD, foi utilizado o microscópio MEV-FEG *Tescan Mira3* com um detector *Nordlys Nano* da *Oxford Instruments* e foram elaborados mapas de orientação cristalográfica para identificar a orientação da rede cristalina, além de mapas de contornos de baixo e alto ângulo para identificar

fenômenos de mudanças microestruturais, como a recristalização. Os valores de *step size* para cada mapa gerado estão indicados em cada imagem.

Figura 53 - Ataque eletrolítico

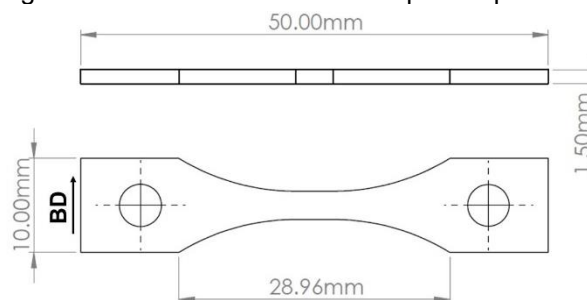


Fonte: A autora.

4.6 Ensaio de Tração

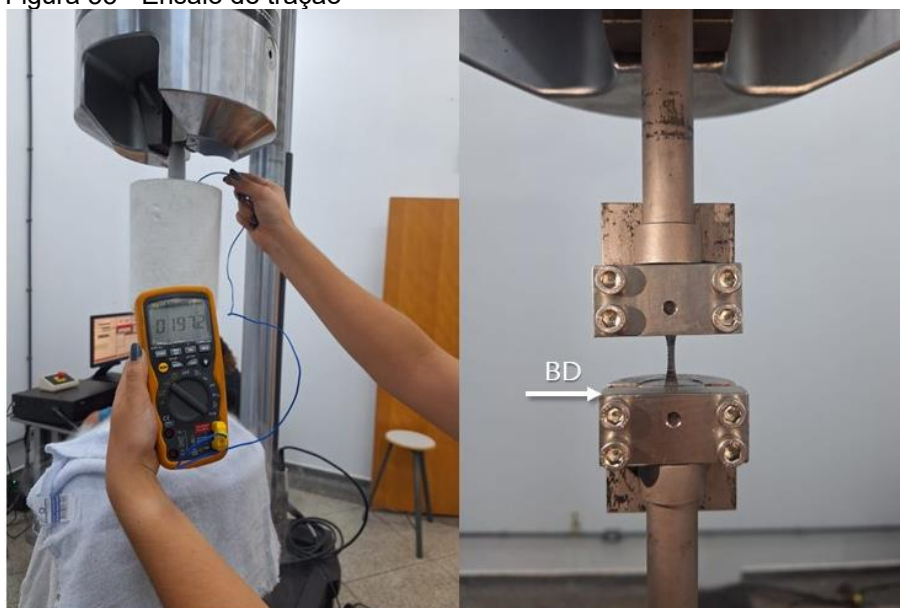
Após a devida retirada do suporte e preparação superficial dos corpos de prova de tração, eles apresentaram a dimensão final da Figura 54. O ensaio de tração ocorreu em temperatura ambiente (TA – em torno de 25 °C) e em temperatura criogênica (TC – em torno de -197 °C). Na Figura 55 há fotos dos aparatos utilizados durante os ensaios mecânicos para garantir que todo o ensaio tenha sido realizado em TC, bem como há a indicação da direção de construção do corpo de prova. Para o ensaio em temperatura criogênica foi desenvolvido um aparato para adaptar ao equipamento ao corpo de prova, além de um recipiente para alimentar nitrogênio líquido durante o ensaio. Durante todo o ensaio foram averiguadas a temperatura e a quantidade de nitrogênio líquido para garantir a temperatura criogênica ao longo de todo o teste.

Figura 54 - Dimensão final dos corpos de prova



Fonte: A autora.

Figura 55 - Ensaio de tração



Fonte: A autora.

A máquina para realizar o ensaio de tração foi a MTS 250 kN do C-LabMu. Todos os ensaios foram feitos sob uma taxa de 10^{-3} s^{-1} . Foram realizados testes em amostras com microestrutura diferentes, ou seja, com condições de tratamentos térmicos diferentes. A Tabela 8 a seguir mostra a nomenclatura das amostras ensaiadas e sob quais condições de temperatura. Vale ressaltar que as amostras passaram por tratamentos térmicos completos, ou seja, foram solubilizadas e envelhecidas.

Tabela 8 - Nomenclatura dos corpos de prova para ensaio de tração

Nomenclatura	Tratamento térmico	Temperatura do ensaio
AB-TA	Como construído	Ambiente
AB-TC	Como construído	Criogênica
S980E-TA	Tratamento térmico 1	Ambiente
S980E-TC	Tratamento térmico 1	Criogênica
S1180E-TA	Tratamento térmico 2	Ambiente
S1180E-TC	Tratamento térmico 2	Criogênica

Fonte: A autora.

Após o ensaio de tração, foram construídas curvas de tensão x deformação verdadeiros e curva da taxa de encruamento em função da deformação real. A equação para tensão de engenharia é (13):

$$\sigma_e = \frac{F}{A_0} \quad (2)$$

Sendo:

F força aplicada;

A_0 área da seção transversal.

Para a deformação de engenharia:

$$\varepsilon_e = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (3)$$

Sendo:

Δl variação de alongamento;

l_0 comprimento inicial.

Para a tensão verdadeira:

$$\sigma_v = \sigma_e \cdot (1 + \varepsilon_e) \quad (4)$$

E para a deformação verdadeira:

$$\varepsilon_v = \ln(1 + \varepsilon_e) \quad (5)$$

E para avaliar a deformação plástica deste trabalho, em temperatura ambiente e diferentes tratamentos térmicos, foi realizada a análise da taxa de encruamento pelo método de Crussard-Jaoul (CJ). Pelo método CJ é possível identificar os estágios de deformação pelas mudanças de inclinação da curva. Foi utilizado para este trabalho, baseado nos estudos de Castro (2024) (88) e Izumi (2024) (89), o método de CJ modificado, representado pela equação:

$$\ln\left(\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v}\right) = (1 - n) \ln \sigma_v - \ln Kn \quad (6)$$

Sendo:

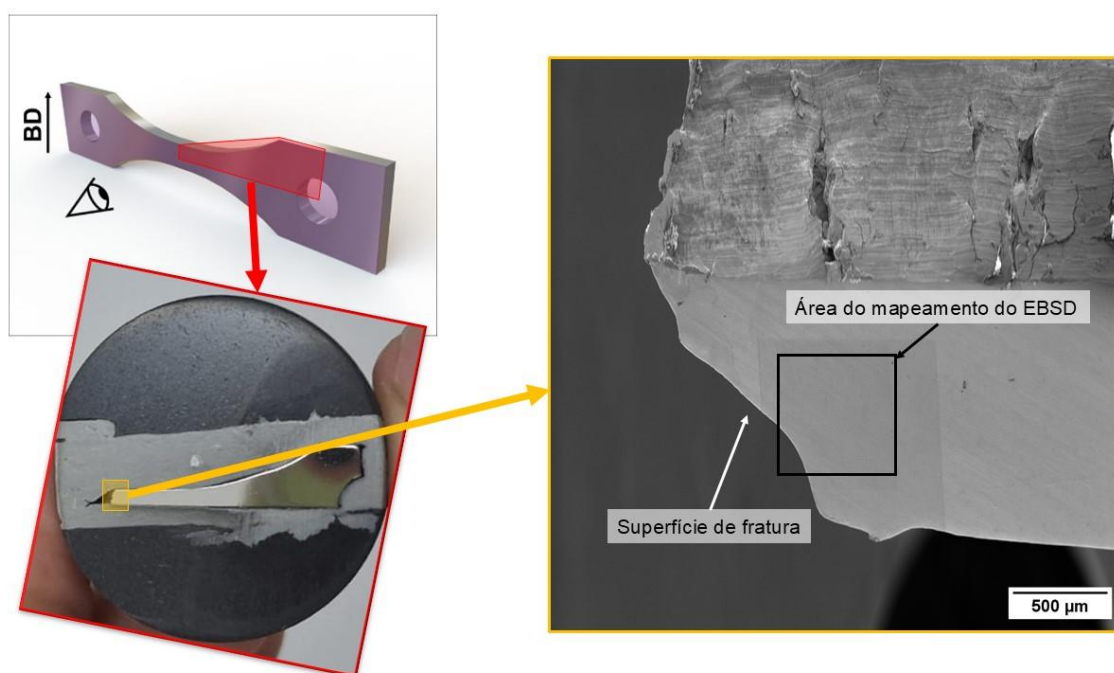
n expoente de encruamento;

K Constante.

Utilizando MEV/FEG *Tescan Mira3* do C-LabMu, foram analisadas as superfícies de fratura dos corpos de prova. E com o intuito de observar a evolução microestrutural durante a deformação, também foram realizadas análises de EBDS próximos a região da fratura da amostra, como está ilustrado na Figura 56, utilizando a construção de mapas de orientação, para observar tendências de textura, e de KAM (*Kernel Average Misorientation*) para observar desorientação microestrutural devido a deformação mecânica. Também foi utilizado o MEV-FEG *Tescan Mira3* com um detector *Nordlys Nano* da *Oxford Instruments* para adquirir os dados para a construção dos mapas de orientação cristalográfica e KAM.

A construção do mapa de KAM é interessante para analisar a deformação plástica por meio de indicar a possível presença das discordâncias. Enquanto que as discordâncias na rede cristalina prejudicam a qualidade de difração, é possível observá-las, já que sua presença leva a rotações locais na rede cristalina. O método KAM considera a desorientação de um pixel central em relação aos pixels vizinhos, feito uma média e atribuído ao pixel central. (90)

Figura 56 - Região selecionada para realizar a técnica de EBDS



Fonte: A autora.

Para as imagens geradas por EBSD, foram utilizados mapas de orientação cristalográfica para identificar a orientação de cada grão após a deformação e KAM. Os mapas de KAM são utilizados para estimar a desorientação dentro dos grãos, distorção da rede cristalina, tensões plásticas, densidade de discordâncias e nucleação de maclas (11). Os valores de *step size* para cada mapa gerado estão indicados em cada imagem. Porém, buscou manter valores próximos para ser possível realizar análises qualitativas.

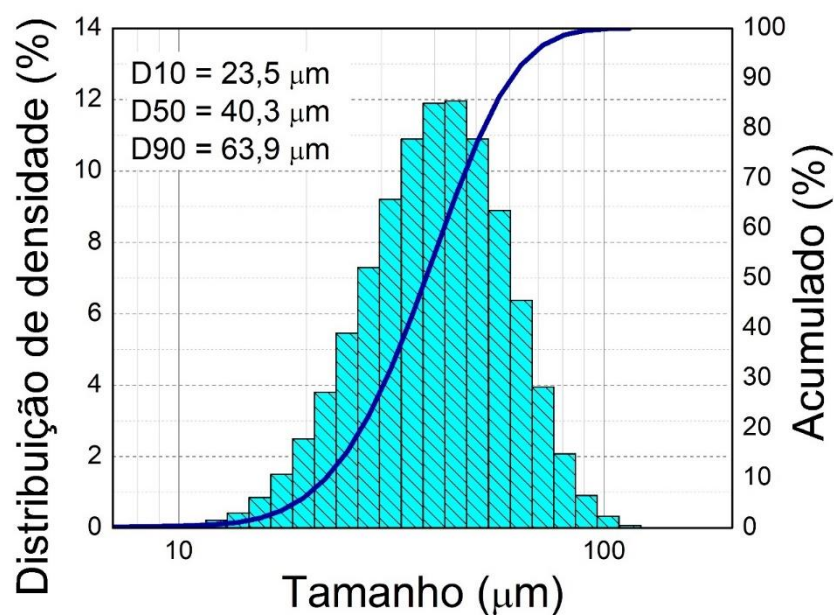
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Seguindo os fluxogramas das Figura 43 e 44 apresentado em 4 Materiais e Métodos, neste tópico está dividido em quatro subtópicos: 5.1 Análise das Partículas e 5.2 Análise da Matriz de Parâmetros os quais consistem na parte I, onde está discutido a escolha de parâmetros de impressão para realizar os estudo da parte II, que consistem nos tópicos 5.3 Tratamento Térmico e 5.4 Ensaio de Tração.

5.1 Análise das Partículas

Na Figura 57 pode-se observar a distribuição das partículas do pó utilizado em todos os processos de impressão. Observe que a distribuição das partículas é homogênea e simétrica, permitindo uma boa compactação das partículas do pó.

Figura 57 - Distribuição de diâmetro de partículas do pó IN718 utilizado neste estudo



Fonte: A autora.

A Tabela 9 traz os tamanhos efetivos de D10, D50 e D90 especificados pelo fabricante e encontrados pela análise de distribuição de partículas. É visível que os valores encontrados pela análise laboratorial foram maiores que o especificado pelo fabricante. Isso é esperado pois como é um pó já utilizado em outra impressão, é natural que partículas adquiram uma satélites devido a respingos do processo, aumentando o diâmetro médio. E para este trabalho, foi utilizado esse pó residual.

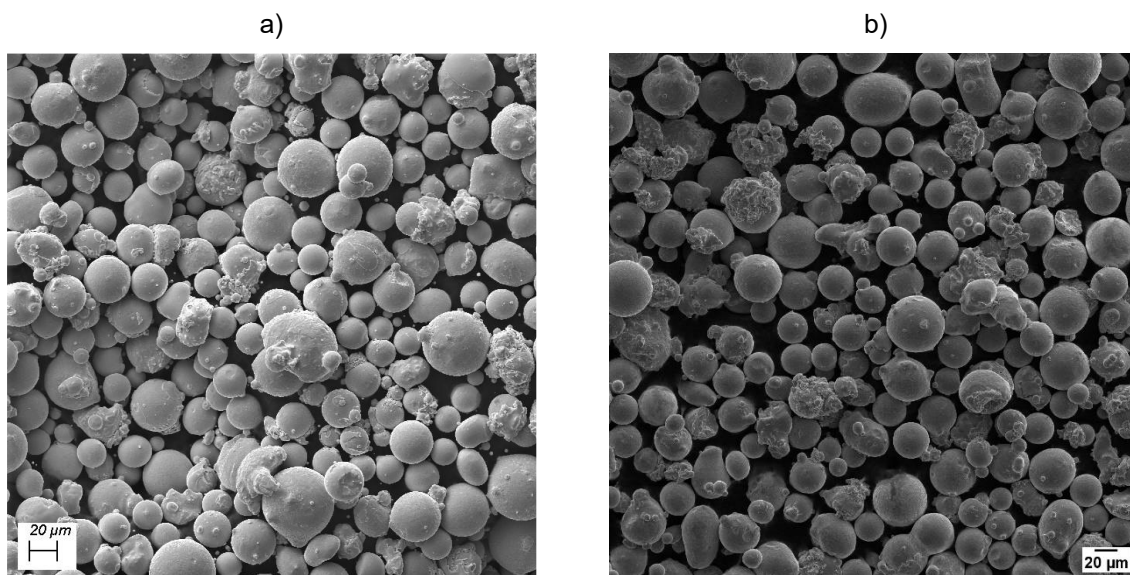
Tabela 9 - Comparação de valores de distribuição de diâmetro de partículas

	Sandvik	Análise laboratorial
D10 (μm)	21,8	23,5
D50 (μm)	34,7	40,3
D90 (μm)	54,4	63,9

Fonte: Sandvik (44) e a autora.

Observe, na Figura 58, que em a) pela imagem registrada pelo fornecedor há diversas partículas com incrustações. Desse modo, não necessariamente todas as partículas com incrustações do pó reutilizado foram originadas de impressões anteriores.

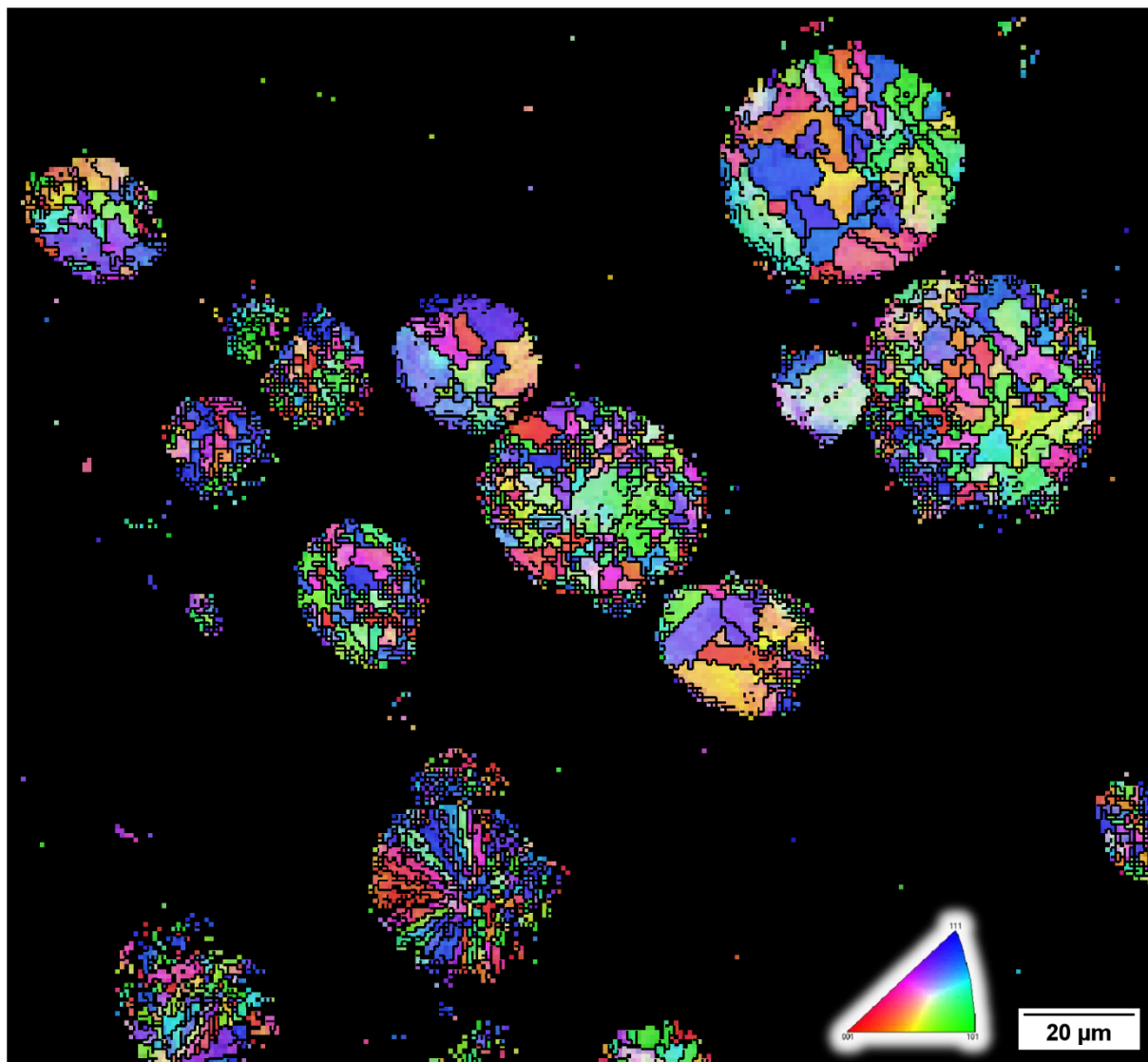
Figura 58 – MEV/FEG a) imagem fornecida pelo datasheet do fornecedor; e b) imagem do pó utilizado no trabalho



Fonte: Sandvik e a autora.

A Figura 59 se trata de um mapa EBSD indicando a orientação dos grãos. Observa-se que mesmo com partículas na escala de micrometro, as partículas são policristalinas.

Figura 59 - Mapa de orientação cristalográfica das partículas do pó de IN718 utilizado neste trabalho



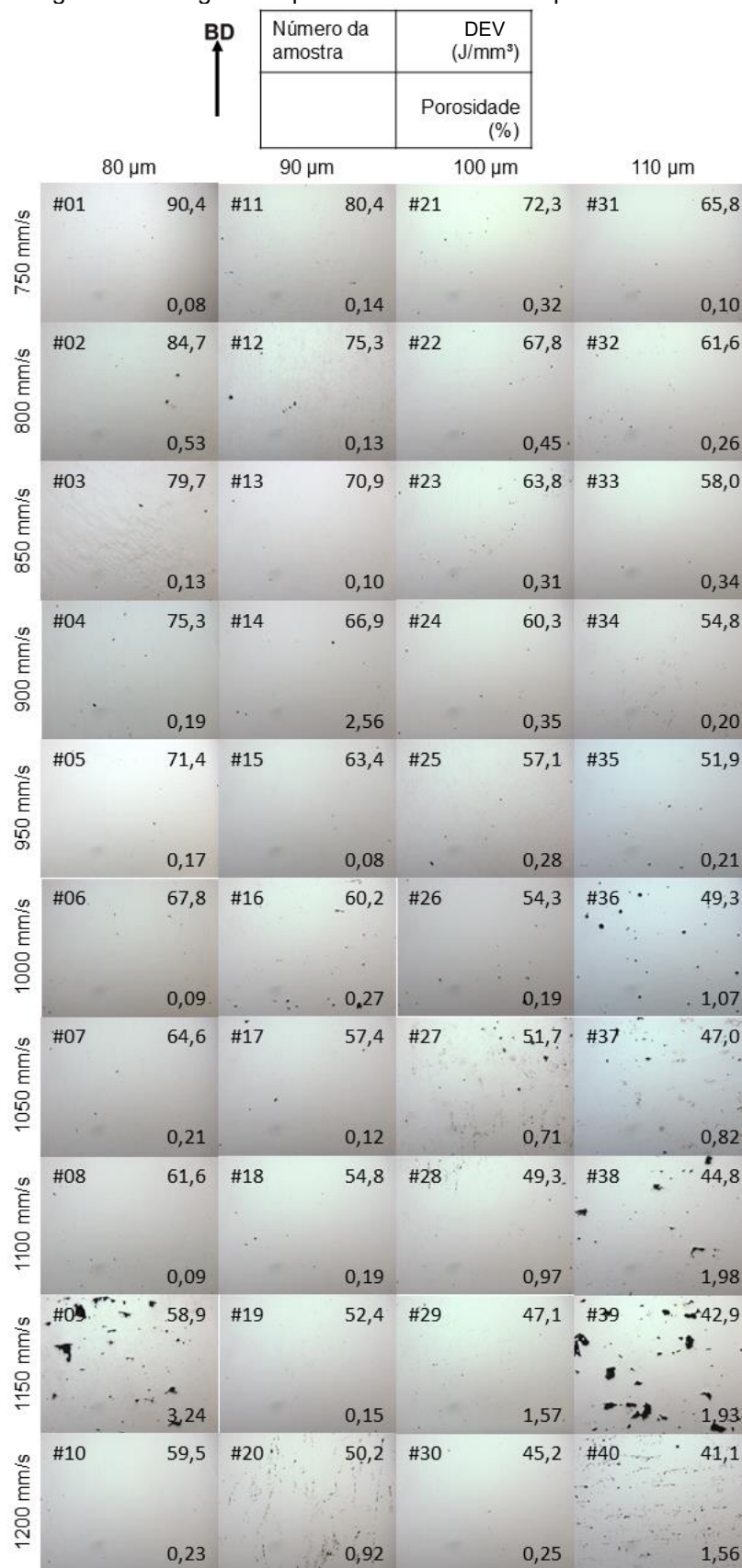
Fonte: A autora.

A fim de verificar as fases presentes no pó metálico, foi realizada uma análise de DRX que será tratado no tópico 5.3.2 (Figura 78).

5.2 Análise da Matriz de Parâmetros

Com as imagens computadorizadas, por meio do *software ImageJ* as imagens foram tratadas e computadas a quantidade de porosidade. O resultado desses dados pode ser visto no ANEXO A. Pela Figura 60 pode-se observar algumas das imagens obtidas para analisar a porosidade, e junto a elas estão os valores de DEV e porosidade de cada amostra impressa.

Figura 60 - Imagens da porosidade da matriz impressa



Fonte: A autora.

Analizando os dados coletados na tabela do ANEXO A, foram escolhidos os parâmetros de impressão para as amostras de tração. A decisão de escolha envolveu a porosidade superficial, a variância e a observação das micrografias ópticas.

As amostras com maior densificação atingiram valores de porosidade de 0,08%, enquanto que a menor densificação atingiu uma porosidade de 3,24%. Entretanto, como é possível ver nas matrizes da Figura 61, não existe uma correlação direta entre DEV e a porosidade final da amostra. Esperava-se que o aumento gradual de DEV levaria ao aumento gradual da densificação das amostras, porém alguns valores estão dispersos pela matriz.

Figura 61 - Análise da matriz por meio da visualização dos valores obtidos de (a) densidade de energia e (b) porosidade

(a) Densidade de energia (J/mm^3)

		Velocidade de varredura (mm/s)									
		750	800	850	900	950	1000	1050	1100	1150	1200
Hatch spacing (μm)	80	90,4	84,8	79,8	75,3	71,4	67,8	64,6	61,6	59	56,5
	90	80,4	75,3	70,9	67	63,4	60,3	57,4	54,8	52,4	50,2
	100	72,3	67,8	63,8	60,3	57,1	54,3	51,7	49,3	47,1	45,2
	110	65,8	61,6	58	54,8	51,9	49,3	47	44,8	42,9	41,1

(b) Porosidade ($\times 10^{-2} \%$)

		Velocidade de varredura (mm/s)									
		750	800	850	900	950	1000	1050	1100	1150	1200
Hatch spacing (μm)	80	0,08	0,53	0,13	0,19	0,17	0,09	0,22	0,10	3,24	0,23
	90	0,15	0,13	0,10	2,56	0,08	0,28	0,12	0,19	0,15	0,92
	100	0,32	0,45	0,31	0,36	0,28	0,19	0,71	0,97	1,57	0,25
	110	0,10	0,26	0,34	0,20	0,21	1,07	0,83	1,98	1,93	1,56

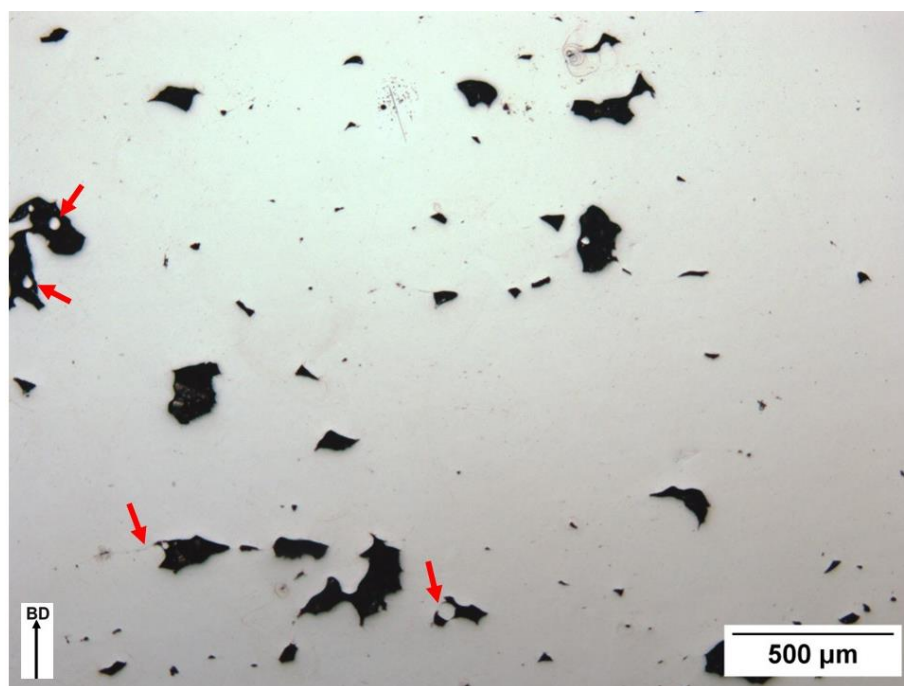
Fonte: A autora.

Acredita-se que devido a falta do fluxo de gás inerte dentro da câmara de impressão tenha sido o principal fator que prejudicou na dispersão desses dados. O fluxo de gás inerte auxilia tanto para evitar a oxidação do material quanto na retirada de respingos que podem contaminar o material que está sendo impresso, e com isso prejudica a fusão e solidificação das poças de fusão (26,50,52).

Foi possível encontrar dois tipos de porosidade, a *lack of fusion* e *key hole*. A amostra 39 apresentou uma porosidade elevada, com a formação de *lack of fusion* (Figura 62), isso significa que o pó não foi totalmente fundido durante o processo. Pela

seta na imagem, é possível ver partículas que não foram fundidas durante o processo, além da forma irregular das porosidades (que é outra característica do *lack of fusion*). É um resultado esperado, já que maiores velocidades de varredura levam a menores tempos de transmissão de calor para a amostra, faltando energia para fundir o material.

Figura 62 - Amostra 39. Imagem obtida por microscopia óptica

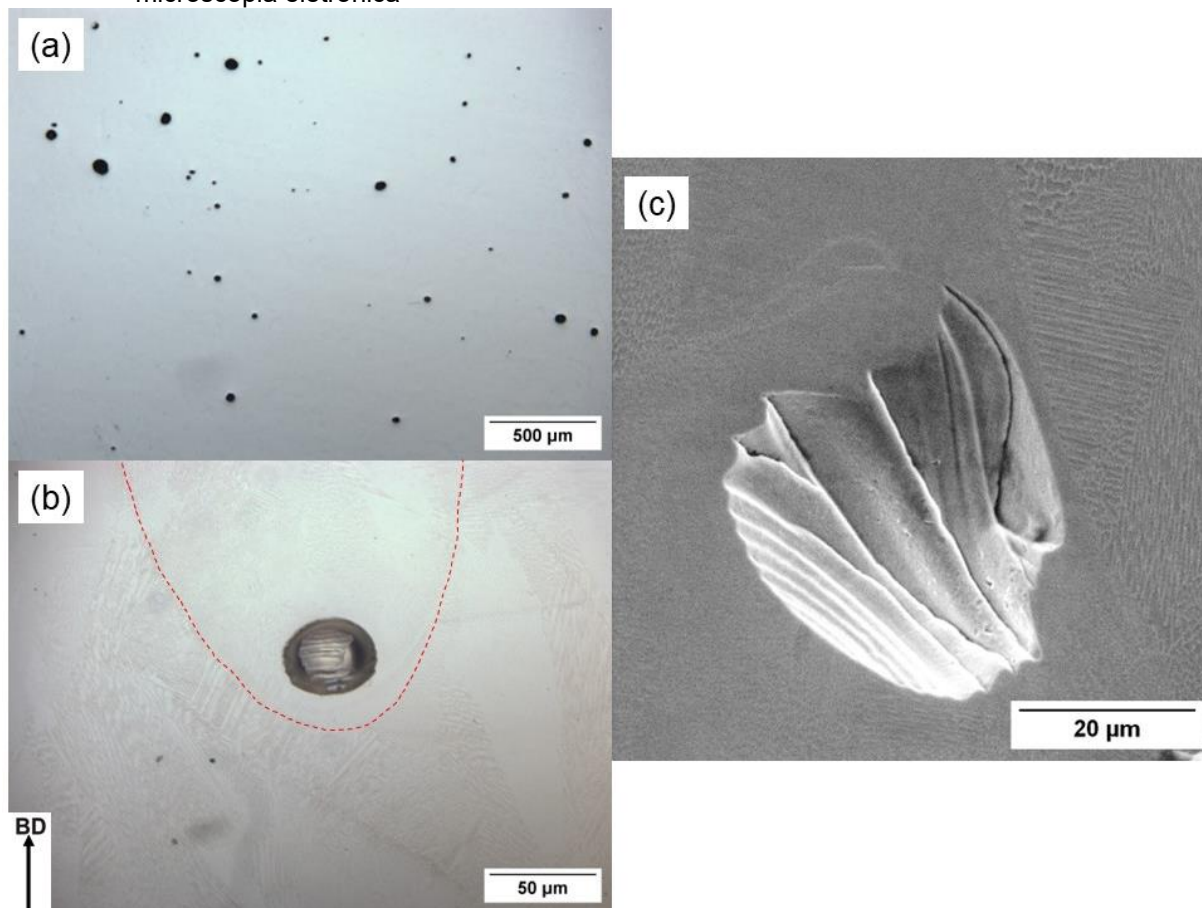


Fonte: a autora.

Já na Figura 63, observa-se a formação de *keyhole* da amostra 36. Observa-se que as porosidades são mais esféricas e, ao fazer o ataque químico, foi possível ver que essas porosidades estão no fundo da poça de fusão (delimitado em vermelho). Indicando que a energia transmitida foi grande o suficiente para vaporizar o metal e criar uma cavidade. Já este resultado não foi esperado, pois o valor de DEV não deveria ser grande o suficiente para causar um grande valor de porosidade.

Outro ponto interessante está na Figura 63 (c), que por meio de maiores aumentos é possível ver as camadas de construção da amostra durante o processo de MA. Essa imagem será importante para analisar as imagens de fractografias apresentadas mais adiante.

Figura 63 - Amostra 36. Imagens obtidas por microscopia óptica em (a) e (b). Em (c) imagem obtida por microscopia eletrônica



Fonte: A autora.

A partir do ANEXO A, foi extraída a Tabela 10 a seguir. Ela apresenta dados obtidos de algumas das amostras. Nessa tabela estão os dados da amostra com maior densidade de energia (amostra 1), a amostra com menor densidade de energia (amostra 40), amostras com baixíssima porosidade (amostras 1, 6, 8, 15 e 31) e por fim a amostra com maior porosidade (amostra 9).

Analizando a Tabela 10, a amostra com menor porosidade é a amostra 1. Portanto, é a amostra com maior densidade e menos defeitos. Porém, as amostras 6, 8, 15 e 31 também apresentam uma porosidade muito baixa e próximas, deste modo, foram considerados outros fatores para a escolha dos parâmetros de impressão.

Ao comparar a variância entre as amostras 1, 6, 8, 15 e 31, observa-se que as amostras 6 e 8 têm a menor variância. Ou seja, apesar de haver um pouco mais de porosidade, os poros estão dispersos de forma mais homogênea por toda a amostra.

Tabela 10 - Dados extraídos do ANEXO A

Amostra	Velocidade de varredura (mm/s)	<i>Hatch spacing</i> (mm)	DEV (J/mm³)	Densidade média (%)	Variância	Porosidade (%)
1	750	0,08	90,42	99,918	4,05E-07	0,0819897
6	1000	0,08	67,81	99,9073	9,18E-08	0,0926777
8	1100	0,08	61,65	99,9026	4,04E-08	0,0974163
9	1150	0,08	58,97	96,7592	0,000257	3,2407801
15	950	0,09	63,45	99,9168	2,56E-07	0,0832489
31	750	0,11	65,76	99,9001	2,09E-07	0,0999429
40	1200	0,11	41,09	98,4416	4,08E-05	01,5583721

Fonte: A autora.

Ao analisar as imagens das micrografias comparando as amostras (Figura 64), observa-se que os poros da amostra 6 são mais redondos que da amostra 8, indicando que os poros ocasionados na amostra 6 são decorrentes a aprisionamento de gás, enquanto que da amostra 8 é decorrente a falta de fusão completa do pó metálico.

Portanto, os parâmetros escolhidos para a impressão das amostras de tração são os parâmetros da amostra 6, velocidade de varredura de 1000 mm/s e *hatch spacing* de 0,08 mm. Um resumo dos parâmetros para a impressão dos corpos de prova está na Tabela 11.

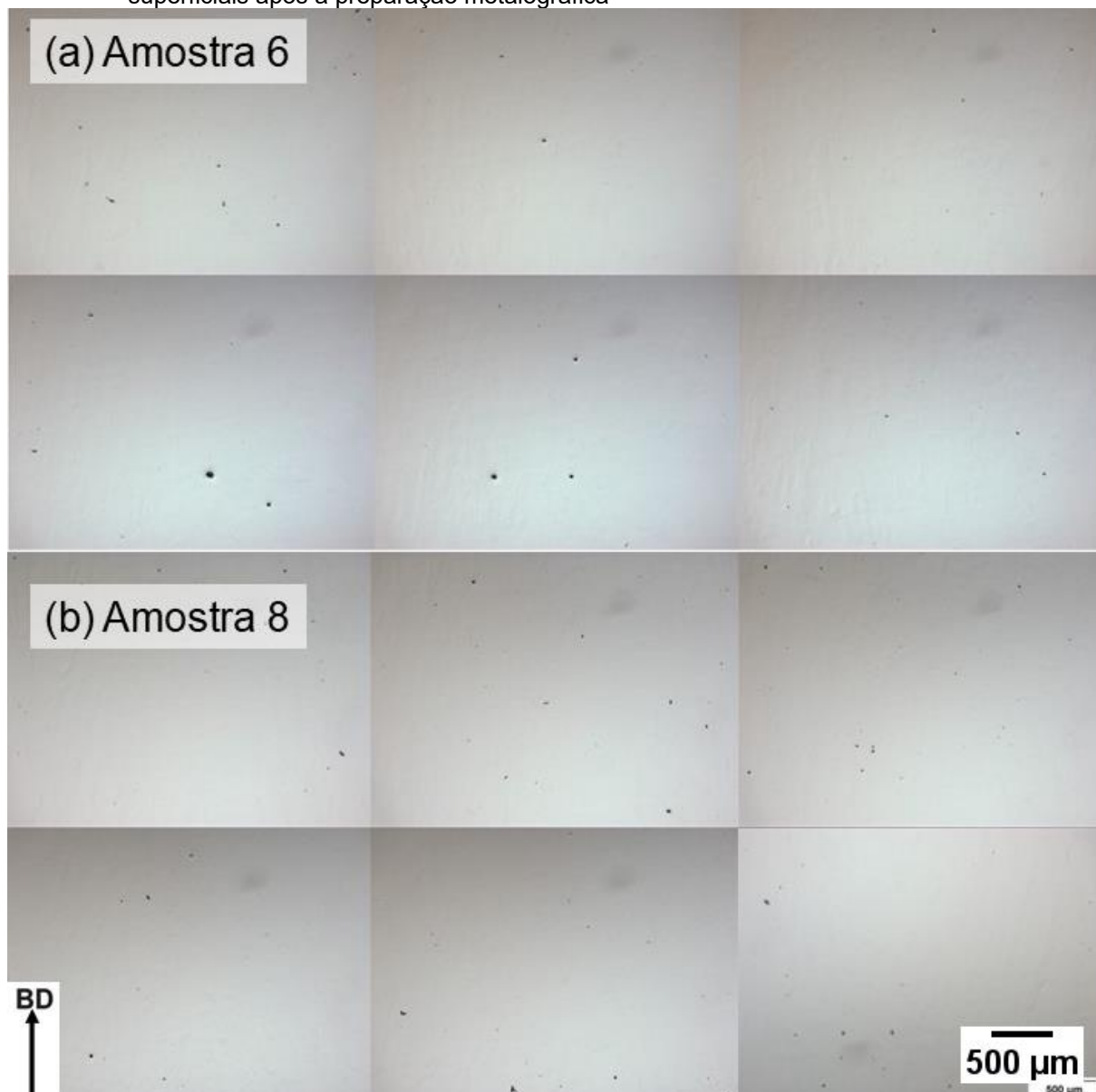
Tabela 11 - Parâmetros escolhidos para fabricação dos corpos de prova

Amostra	Velocidade de varredura	<i>Hatch spacing</i>	Potência do laser	Espessura de camada	Rotação entre camadas
6	1000 mm/s	80 µm	217W	40 µm	67°

Fonte: A autora.

Deste modo, esses foram os parâmetros escolhidos que levaram a um material com porosidade e morfologia dos poros mais adequada para fabricar os corpos de prova, garantindo um bom desempenho mecânico nos ensaios de tração em temperaturas ambiente e criogênica (parte II deste trabalho).

Figura 64 – Imagens obtidas por microscopia óptica da superfície das amostras (a) 6 e (b) 8 sem ataque químico. As imagens são de diferentes regiões de cada amostra e mostram os poros superficiais após a preparação metalográfica



Fonte: A autora.

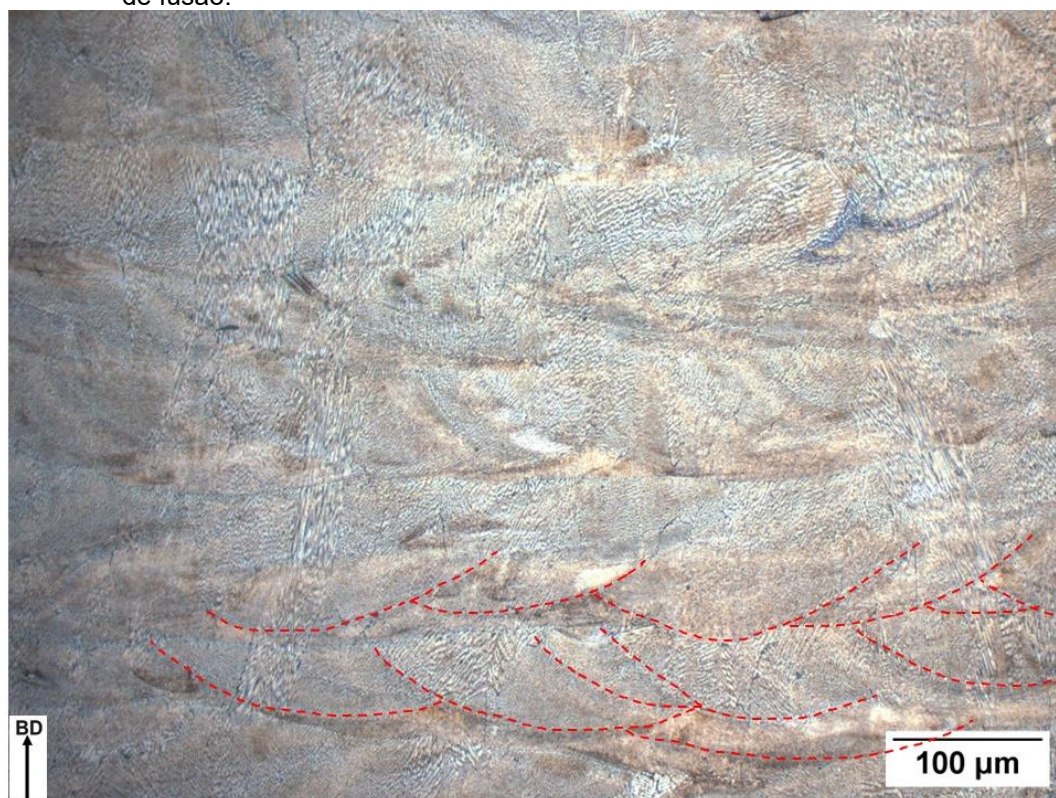
5.3 Tratamento Térmico

Após a impressão dos corpos de prova conforme os parâmetros da Tabela 11, os mesmos foram submetidos por tratamentos térmicos para melhorar suas propriedades mecânicas e minimizar a anisotropia. A seguir estão discutidos os resultados de microscopia óptica e eletrônica, microdureza, DRX e EBSD.

5.3.1 Microdureza e Microscopia

As Figura 65 e 66 são imagens obtidas das amostras AB. É possível ver as poças de fusão formadas devido ao processo, destacados em vermelho (Figura 65). Na Figura 66 é possível visualizar as estruturas celulares e dendríticas do processo rápido de solidificação. Com maiores aumentos (Figura 67), é possível ver a morfologia da fase de *Laves* formada (37).

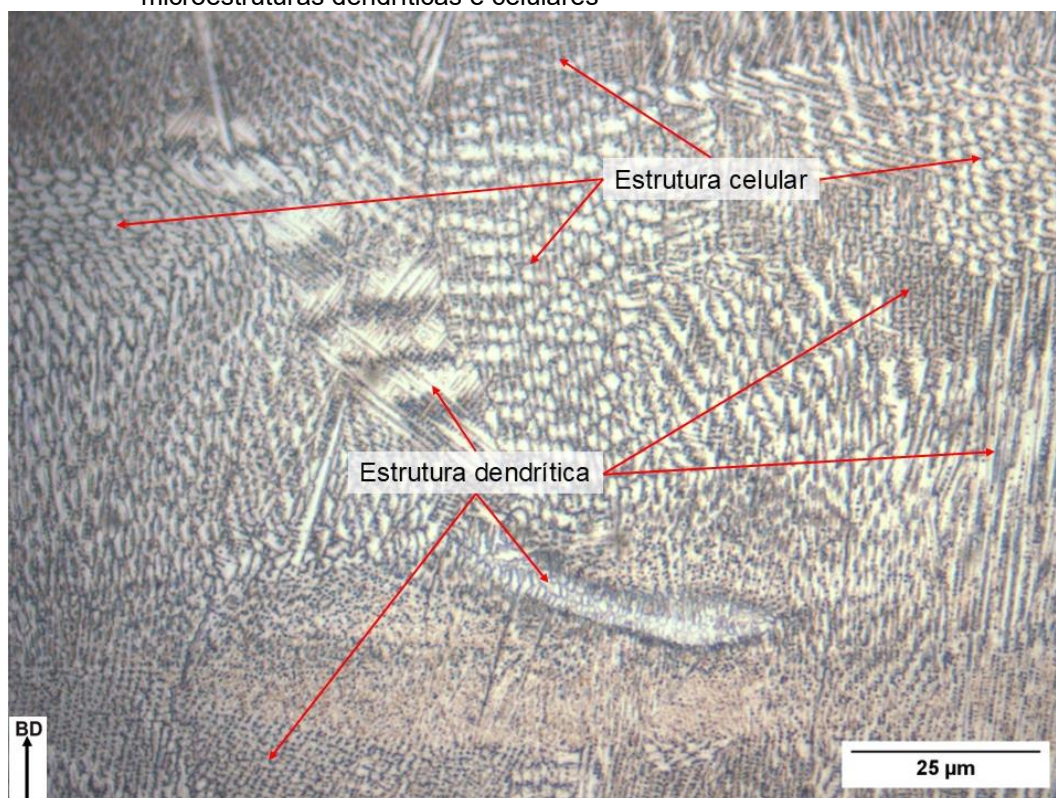
Figura 65 - Micrografia óptica de amostra AB, após ataque químico, com ênfase nas poças de fusão.



Fonte: A autora.

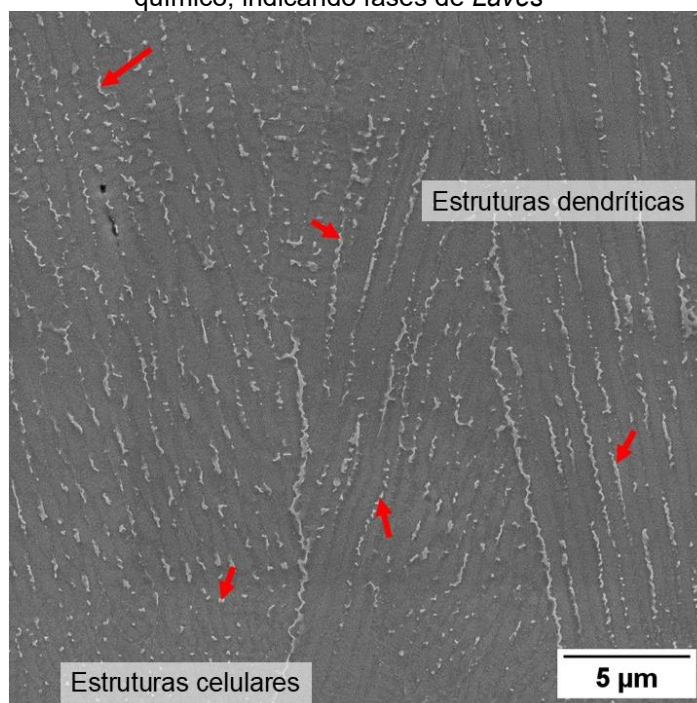
Apesar dos diagramas TTT (Figura 8, 9 e 10) indicarem a precipitação de diversas fases, a microestrutura de AB é caracterizada por uma solução sólida da matriz γ com estruturas interdendríticas de *Laves* (37). A fase de *Laves* é formada a partir da intensa microsegregação por causa da rápida solidificação, precipitando nos contornos interdendríticos. A fase de *Laves* está destacada na Figura 67 pelas setas vermelhas, indicando as estruturas com morfologias irregulares, muito semelhante à Figura 4 encontrada por Yu (2020). Houve formação de estruturas celulares e dendríticas, indicando que houve diferentes taxas e modos de solidificação durante a fabricação. Nessas imagens observa-se pouca formação de porosidade, levando a uma alta densificação do material.

Figura 66 - Micrografia óptica de amostra AB, com ataque químico, com ênfase nas microestruturas dendríticas e celulares



Fonte: A autora.

Figura 67 - Imagem MEV/FEG da amostra AB, com ataque químico, indicando fases de Laves



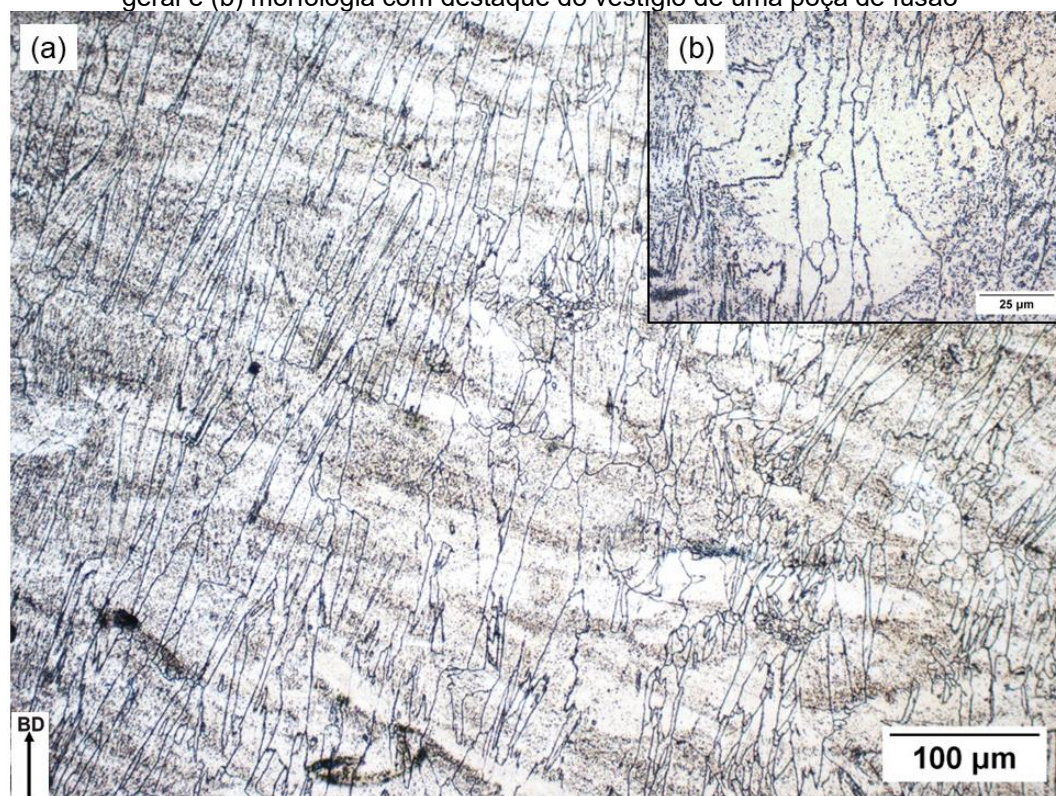
Fonte: A autora.

Nas Figura 68 e 69 são imagens de amostras que receberam tratamento térmico 1 (solubilização a 980 °C). Figura 68 mostra a microestrutura da amostra que passou apenas por solubilização a 980 °C. Comparando com as imagens do AB, o

tratamento conseguiu dissolver as fases de *Laves*, homogeneizando os elementos de liga da amostra. Esta temperatura também foi suficiente para transformar as estruturas celular e dendrítica, já que é possível visualizar os contornos de grãos.

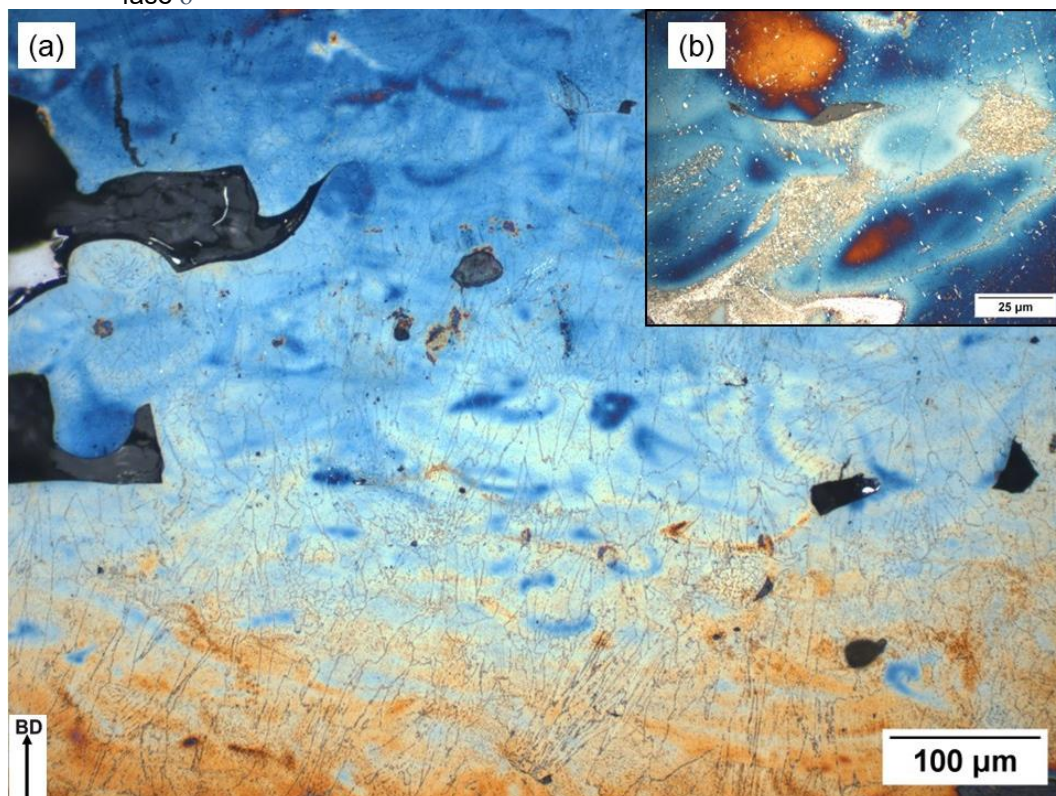
Já na Figura 69, cuja amostra foi solubilizada a 980 °C e envelhecida, é possível ver os precipitados da fase δ ao longo dos contornos de grão com morfologia acicular. Há regiões com maior concentração desses precipitados (Figura 69 (b)). Isso mostra que apesar da temperatura conseguir dissolver a fase de *Laves*, não houve tempo ou temperatura suficientes para que os elementos de liga difundam pela rede cristalina em regiões de maior concentração de elementos. Algo semelhante foi observado no trabalho de Singh *et al* (2024).

Figura 68 - Micrografias ópticas de amostra S980 após ataque químico. (a) microestrutura geral e (b) morfologia com destaque do vestígio de uma poça de fusão



Fonte: A autora.

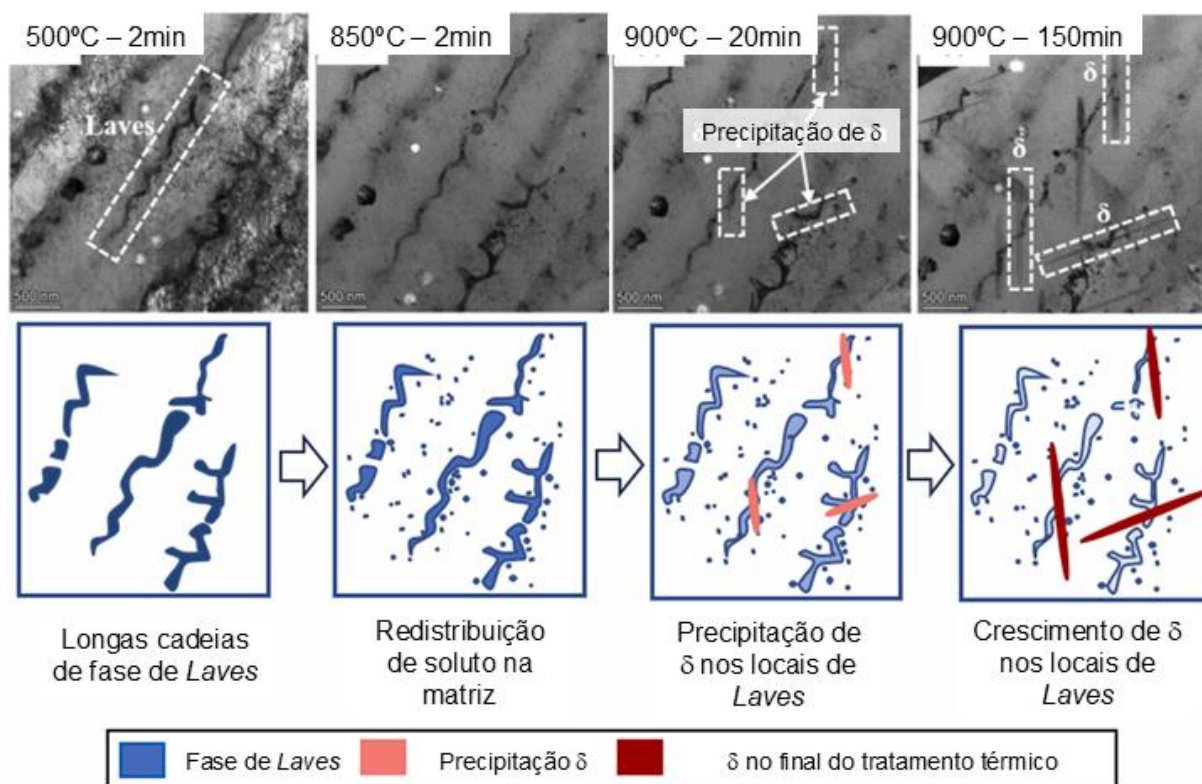
Figura 69 - Micrografia óptica de amostra S980E após ataque químico. (a) morfologia geral e (b) morfologia com destaque para estruturas brancas indicando presença de fase δ



Fonte: A autora.

A Figura 70 adaptada de seu trabalho, mostra a evolução microestrutural com a solubilização das longas cadeias de *Laves* e a precipitação de δ simultaneamente a uma temperatura de 900 °C. Com o aumento da temperatura (500-850 °C), *Laves* se decompõe nos locais interdendríticos, redistribuindo elementos de liga são distribuídos pela matriz. Porém é observado que o tamanho de *Laves* não diminui com o aumento excessivo da temperatura, sendo um indicativo de que há uma rejeição do soluto em direção a matriz. Por isso, a fase δ passa a precipitar nestas regiões. Deste modo, são necessárias maiores temperaturas para solubilizar completamente *Laves* e redistribuir os solutos mais uniformemente pela matriz (45).

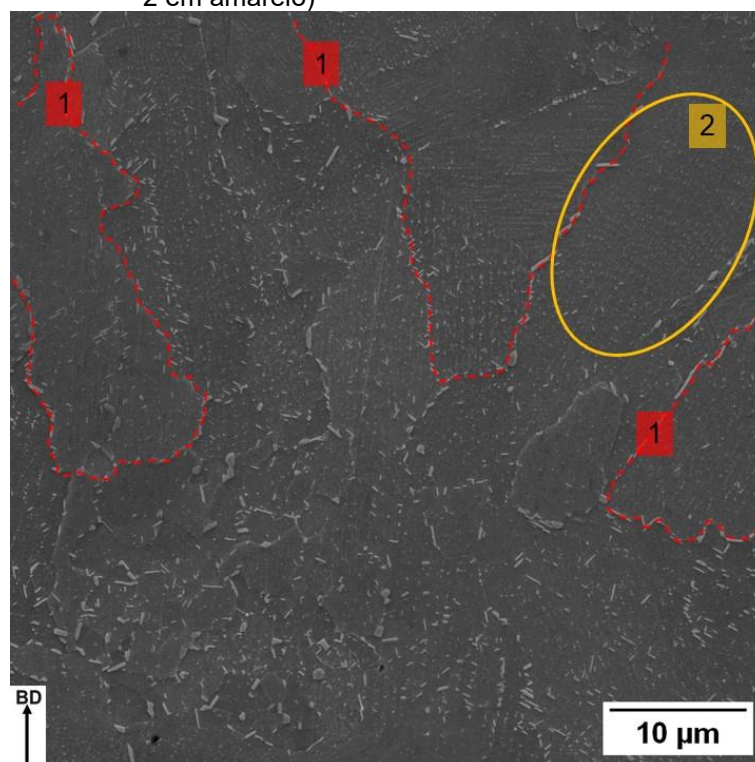
Figura 70 - Evolução microestrutural da IN718 sob elevadas temperaturas. Imagens obtidas por meio de MET *in-situ*. Foi observado a dissolução da fase de *Laves*, redistribuindo seus elementos de liga, para então promover a formação de precipitados δ



Fonte: Adaptado de Singh et al (45).

Já nas Figura 71 e 72, é possível ver as microestruturas do tratamento térmico 1 com maiores detalhes. Observa-se que em S980 (Figura 71) levou a uma morfologia dos contornos dos grãos mais irregulares (destacados em vermelho). Observa-se também que ainda há grãos (como a região 2 em amarelo) ainda com estruturas dendríticas e resquícios de fase de *Laves*.

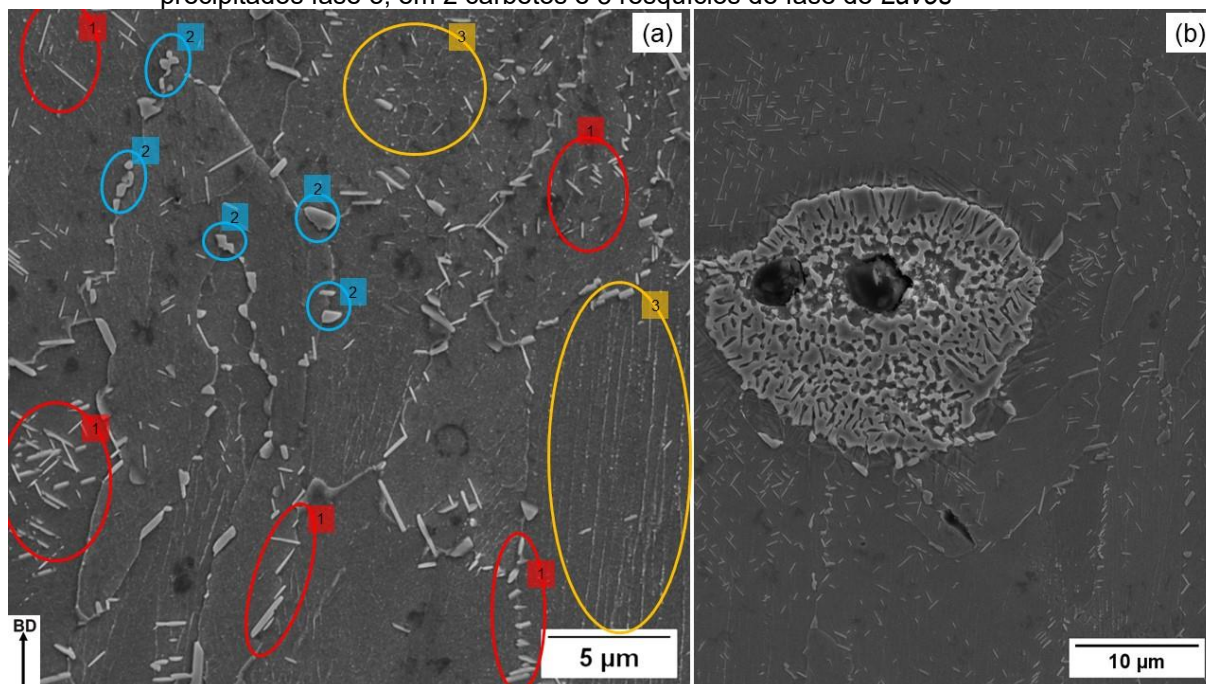
Figura 71 - Imagem de MEV/FEG da amostra S980 após ataque químico, com ênfase na morfologia dos grãos (região 1 em vermelho) e resquícios de fase de *Laves* (região 2 em amarelo)



Fonte: A autora.

Por fim, na Figura 72 (a), estão destacados nas regiões 1 a precipitação da fase δ , que se formaram tanto nas regiões dos contornos quanto no interior dos grãos com morfologia acicular. Nas regiões destacadas em 2 são carbeto com morfologia equiaxial. E nas regiões 3 observa-se estruturas celulares e dendríticas que não foram totalmente solubilizadas. Na Figura 72 (b) mostra uma microestrutura indicando solubilização ineficiente, além da presença de partículas indesejadas.

Figura 72 – Imagens MEV/FEG da amostra S980E, sendo (a) indicação de microestruturas e fases presentes e (b) foco em microestrutura não solubilizada. Nas regiões circulas em 1 são precipitados fase δ , em 2 carbeto e 3 resquícios de fase de Laves



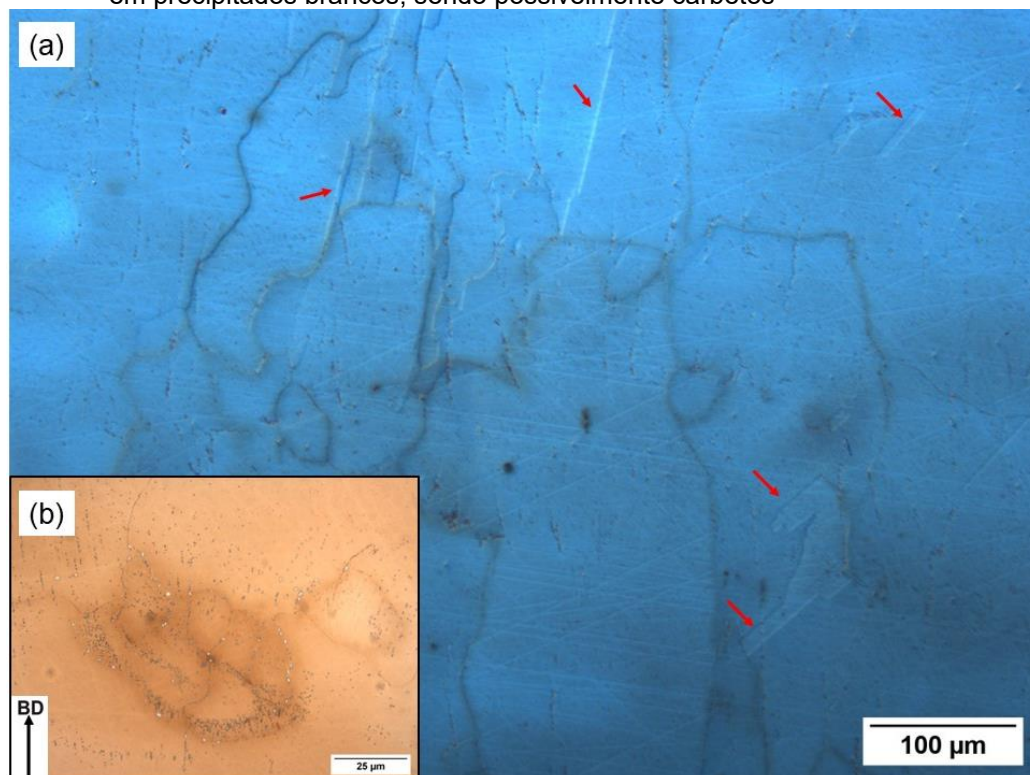
Fonte: A autora.

Analisando o tratamento térmico 2 (solubilização a 1180 °C) nas Figura 73 e 74, a maior temperatura levou ao crescimento dos grãos, perda da morfologia colunar, formação de maclas de recozimento, um maior crescimento dos precipitados nos contornos de grãos e a recristalização do material para aliviar as tensões residuais dos ciclos térmicos (32,48).

Pela Figura 75 é possível ver com maiores detalhes os carbeto precipitados nos contornos de grãos com a amostra apenas solubilizada (S1180), circulado em azul. Verificando os diagramas TTT da Figura 10, é de se esperar a presença de carbeto MC e M_6C .

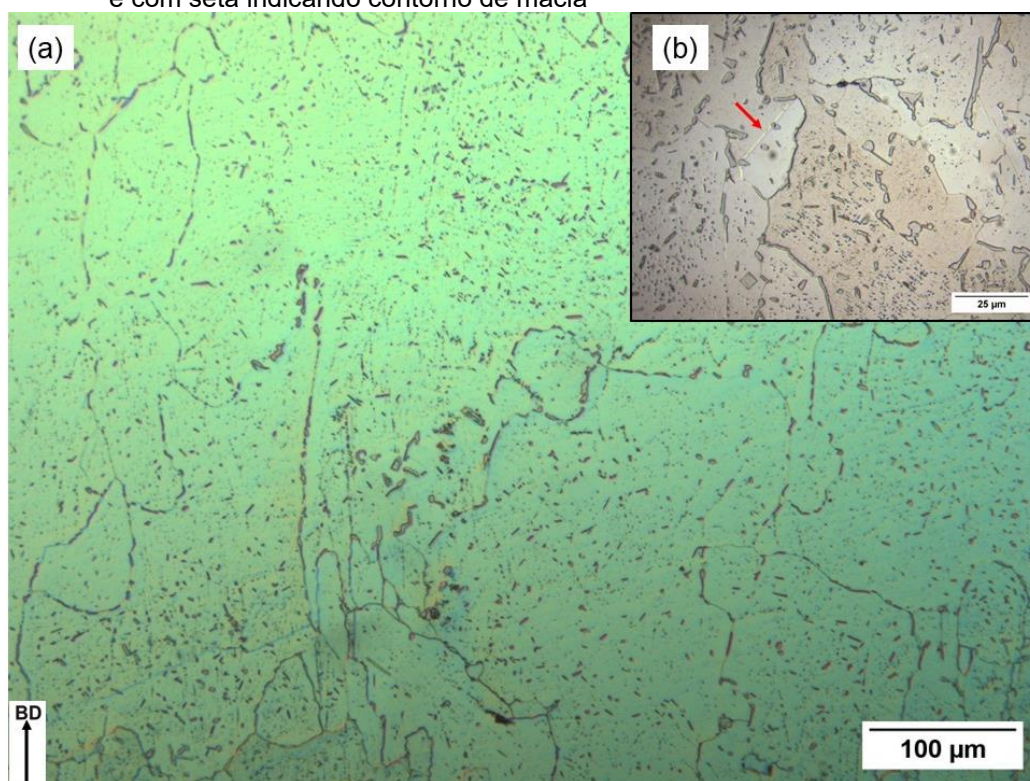
E na Figura 76 (a), além dos carbeto, que não são dissolvidos nestas temperaturas, observa-se que o envelhecimento levou a precipitação de fases tanto nos contornos de grãos quanto no seu interior. Na Figura 76 (b) estão destacados precipitados δ , com sua morfologia acicular, e nas regiões 2 estão destacados carbeto com morfologia equiaxial. Deste modo, a maior temperatura de solubilização conseguiu promover uma maior redistribuição dos elementos de liga pela matriz austenítica, evitando a precipitação localizada, como vista nas amostras S980 e S980E.

Figura 73 - Micrografia óptica de amostra S1180, após ataque químico. (a) microestrutura geral com setas indicando contornos de macla e (b) microestrutura com ênfase em precipitados brancos, sendo possivelmente carbeto



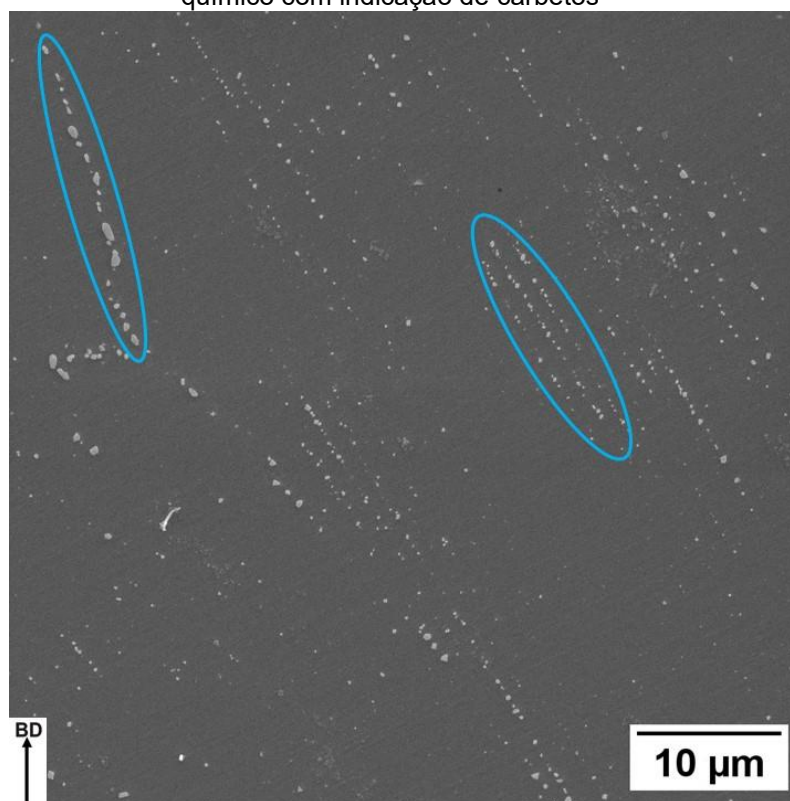
Fonte: A autora.

Figura 74 - Micrografia óptica de amostra S1180E, após ataque químico. (a) microestrutura geral e (b) microestrutura com ênfase em precipitados alongados e com seta indicando contorno de macla



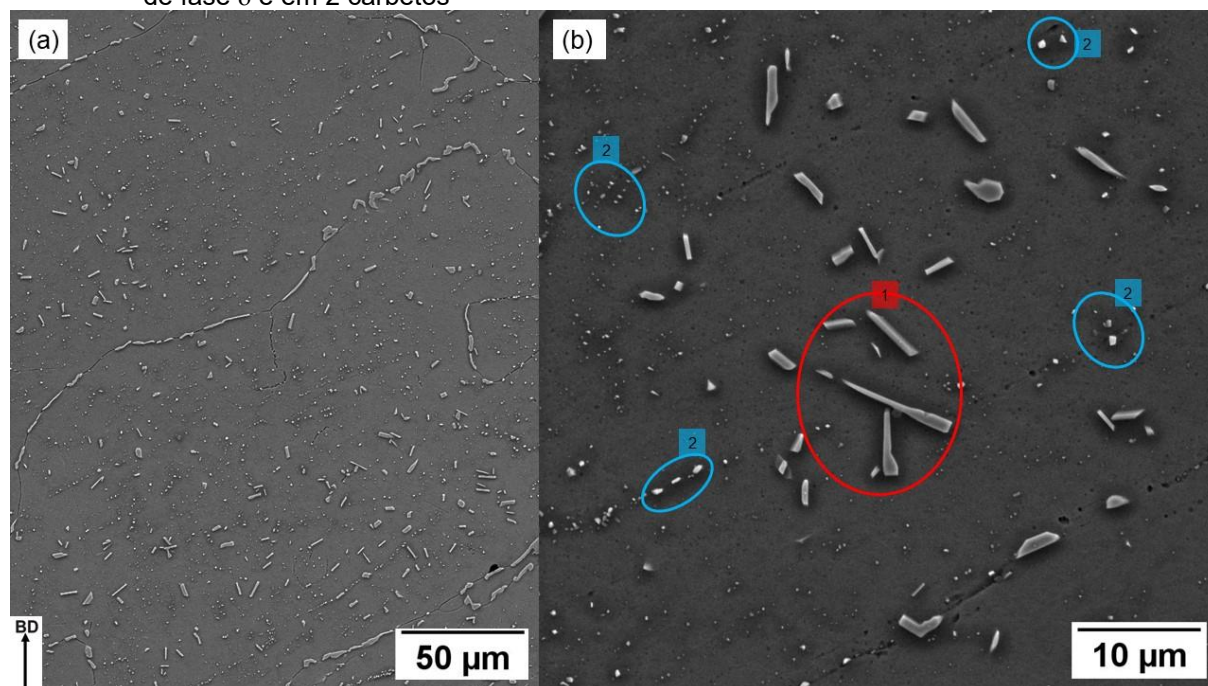
Fonte: A autora.

Figura 75 - Imagem MEV/FEG da amostra S1180 após ataque químico com indicação de carbeto



Fonte: A autora.

Figura 76 - Imagem de MEV/FEG da amostra S1180E, sendo em (a) microestrutura geral e (b) maior ampliação com indicação de fases presentes. As regiões destacadas são em 1 precipitados de fase δ e em 2 carbeto



Fonte: A autora.

As amostras foram submetidas por ensaio de dureza. O resultado pode ser visto na Tabela 12. E na Figura 77, pode-se comparar as microestruturas com os valores de dureza calculados.

Tabela 12 - Média e desvio padrão dos valores de dureza obtidos das amostras AB e tratadas termicamente a 980 °C e 1180 °C

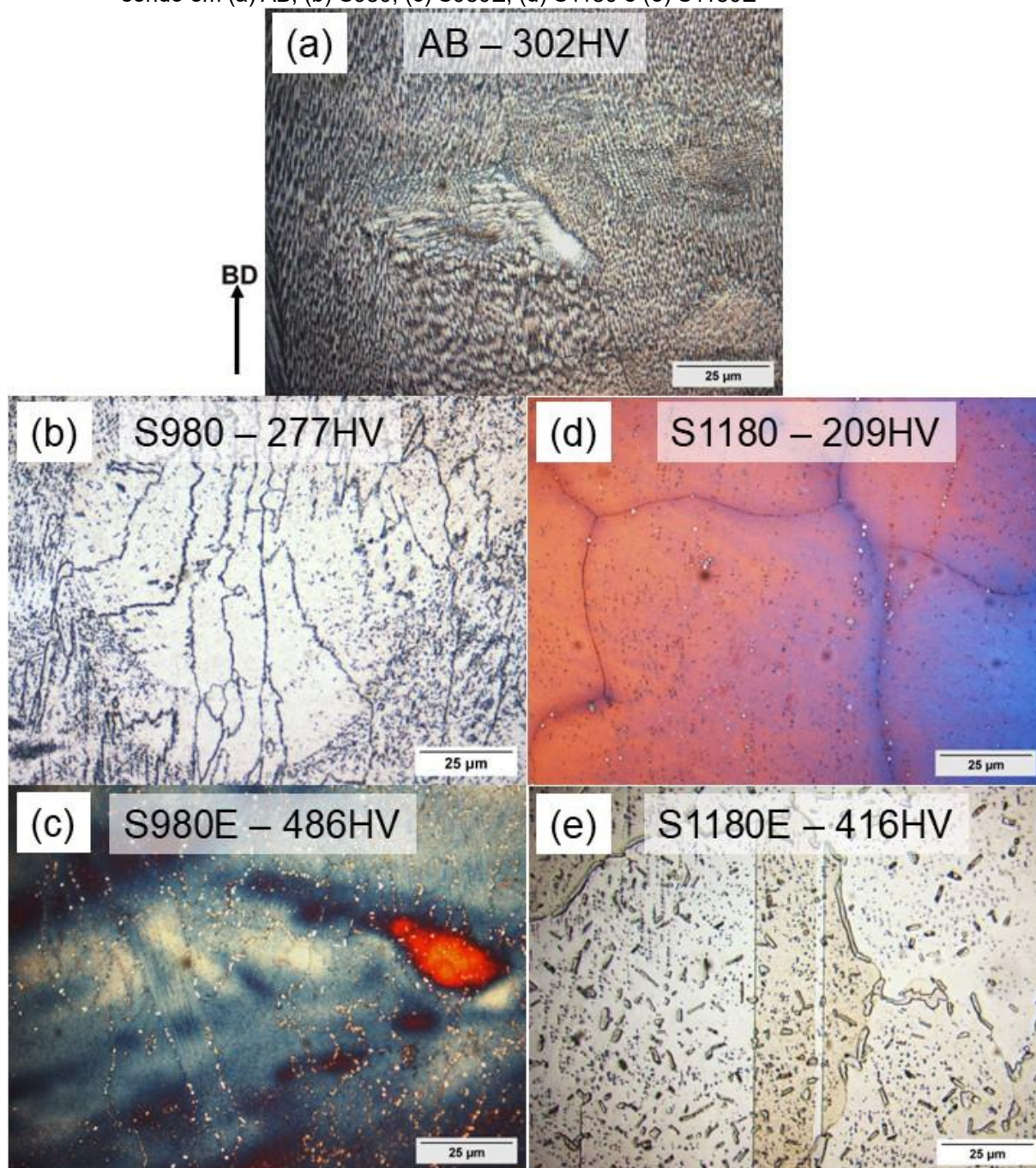
	Média (HV)	Desvio Padrão (HV)
AB	302	16,0
S980	277	04,7
S980E	486	11,6
S1180	209	10,7
S1180E	416	07,6

Fonte: A autora.

O valor encontrado de 302HV das amostras AB pode ser atribuído pela presença de fases de *Laves*, a microestrutura refinada e a presença de discordâncias de tensões acumuladas no processo de fabricação, como pode ser visto na Figura 77 (a). Observa-se que com tratamento térmico de solubilização houve uma redução da dureza de 8,3% para S980 e 30,8% para S1180 em relação a amostra AB, e isso se deve a dissolução da fase de *Laves* (Figuras 77 (b) e (c)) pela matriz e pela redução da densidade de discordâncias com o alívio da tensão residual (27,37,42).

E o menor valor para S1180 pode ser atribuído ao crescimento de grãos pronunciado, logo, o fortalecimento pela precipitação foi insuficiente para compensar a perda de resistência pelo crescimento dos grãos (39,43). Esse efeito de crescimento de grãos pode ser visto nas Figuras 77 (d) e (e). Já para as amostras envelhecidas, houve um aumento de 60,9% e 37,7%, o que pode ser correlacionado à formação de γ'' , formados a partir do nióbio “liberado” após a solubilização. O envelhecimento excessivo ou a exposição prolongada em altas temperaturas transforma γ'' em precipitados δ incoerentes e, portanto, reduz a resistência. Porém a precipitação de δ pode ser prejudicial ao desempenho mecânico (27,28).

Figura 77 - Micrografias ópticas após ataque químico correlacionadas com micro durezas obtidas, sendo em (a) AB, (b) S980, (c) S980E, (d) S1180 e (e) S1180E



Fonte: A autora.

5.3.2 DRX

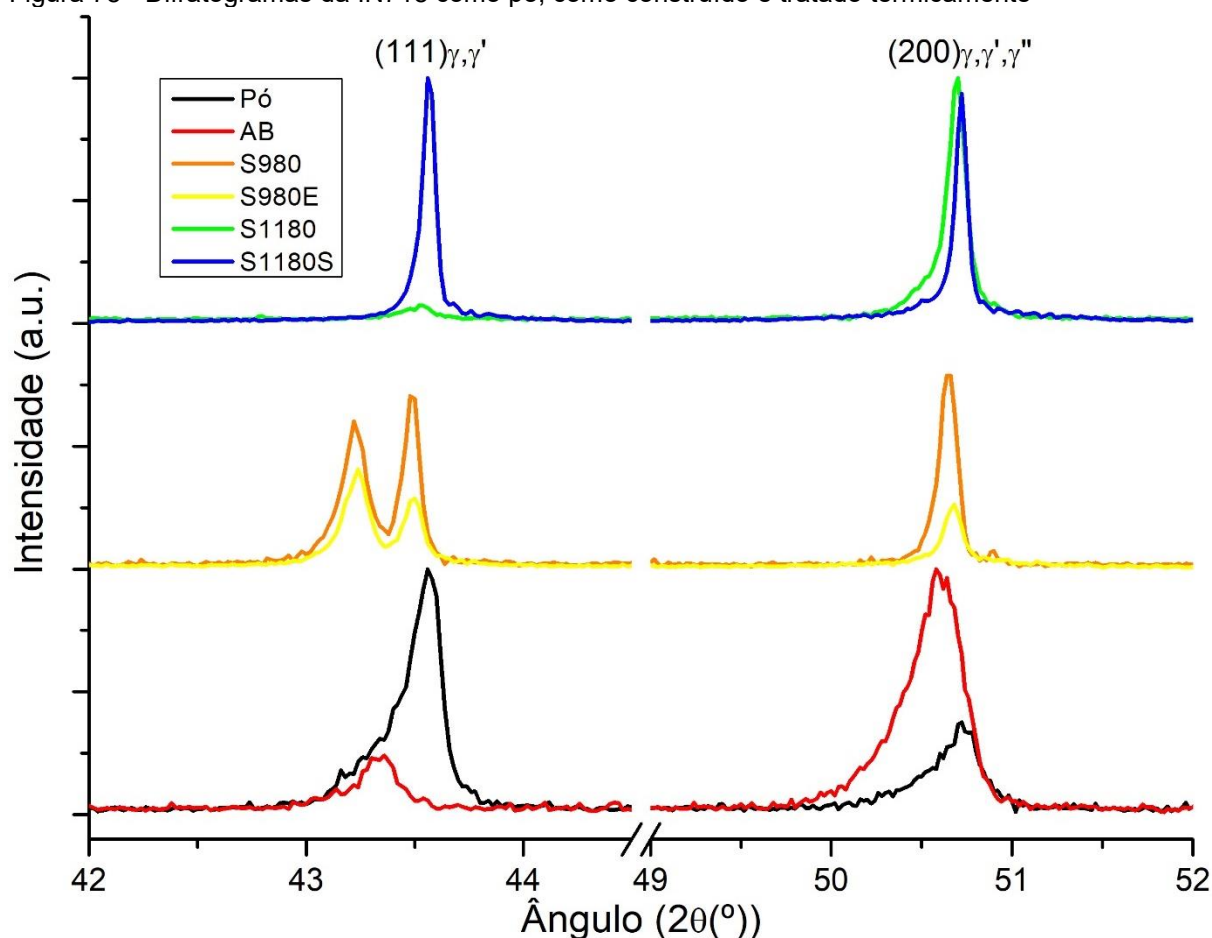
Os picos normalizados são predominantemente referentes a fase γ , γ' , γ'' , já que δ , *Laves* e carbeto estão em menor quantidade, sendo mais difíceis de serem detectados por meio de DRX além de terem picos que ficam sobrepostos (36,57,61). Mas isso não exclui a sua presença, já que foram encontradas as fases δ , *Laves* e carbeto por meio de MEV/FEG.

Observando os perfis das amostras de pó e AB (Figura 78), há uma notável mudança da intensidade dos picos (111) e (200), indicando que o processo de MA provocou mudanças microestruturais. O aumento do pico (200) da amostra AB indica que houve um crescimento preferencial neste plano, o que é condizente com a literatura, pois é a orientação preferencial ao longo da direção de construção.

Ao comparar os picos das amostras tratadas termicamente (S980, S980E e S1180E) com as amostra AB, há um aumento do pico (111) que pode ser atribuído a precipitação de γ'' , já que a posição de γ (111) é a mesma de γ' (112). Porém, é difícil confirmar esses efeitos, já que a quantidade em volume de precipitados é pequena, não sendo suficiente para ser detectada pela técnica DRX, e também outras fases podem influenciar na sobreposição de picos (37,46). O pico γ (200) também é resultado da sobreposição dos picos $\gamma'(200)$ e $\gamma''(200)$ (91).

Além da quantidade volumétrica das fases, outro fator que contribui para dificultar a identificação das fases é a sobreposição de picos devido aos parâmetros de rede similares. Os picos de γ' e γ'' são difíceis de serem diferenciados da matriz γ , pois são precipitados com alta coerência com a matriz (12). Um exemplo foi observado o trabalho de Zhou (2019) que encontrou picos para as fases γ e γ'' próximo 2θ de $50,5^\circ$ (27). Essa sobreposição também pode ocorrer para γ'' e δ em torno de $2\theta \approx 43^\circ$, como descreveu Nunes (2015) ao estudar a precipitação da fase δ . Ele observou que ambas as fases têm a mesma proporção de átomos de níquel para nióbio e a estrutura dos planos de maior densidade são muito semelhantes (sendo o plano (010) para δ e (112) para γ'') (92).

Figura 78 - Difrátogramas da IN718 como pó, como construído e tratado termicamente



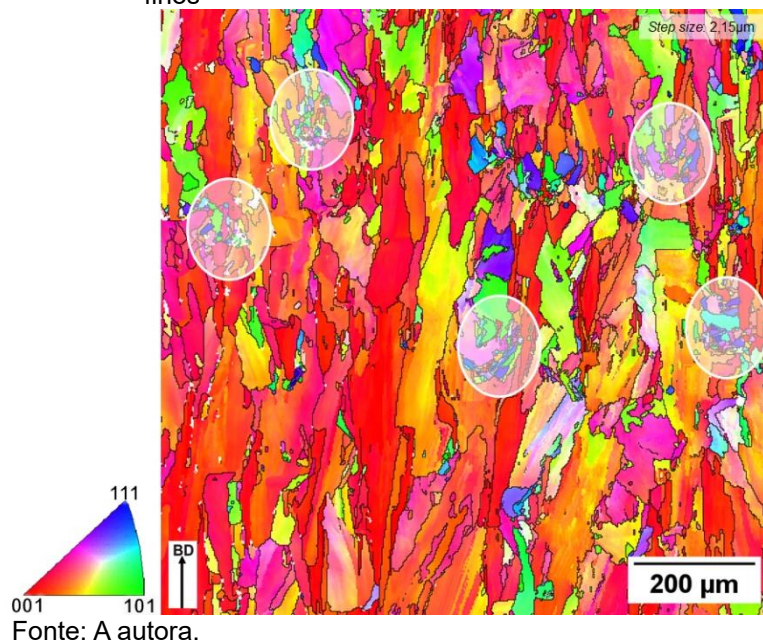
Fonte: A autora.

5.3.5 EBSD

As imagens a seguir são resultados de mapeamentos de EBSD de orientações cristalográficas de amostras após passar por tratamento térmicos. Por meio desses mapas é possível ver os grãos que não são possíveis de serem visualizados devido à forte segregação de elementos de liga (as “escama de peixes”) (27).

Na Figura 79 da amostra AB é possível observar os grãos colunares que são típicos dos processos de LPBF, além de grãos finos, que pode ser um indício de falta de fusão durante a fabricação. Observa-se também que o crescimento dos grãos não se propagou ao longo de toda a amostra, como é encontrado em alguns casos na literatura. Ou seja, é possível ver grãos menores equiaxiais (destacados em branco) e grãos colunares menores e maiores. A diferença de tamanhos de grãos colunares pode ser um indício de que a rotação de 67° teve um efeito quebra da anisotropia, mas não foi totalmente efetivo.

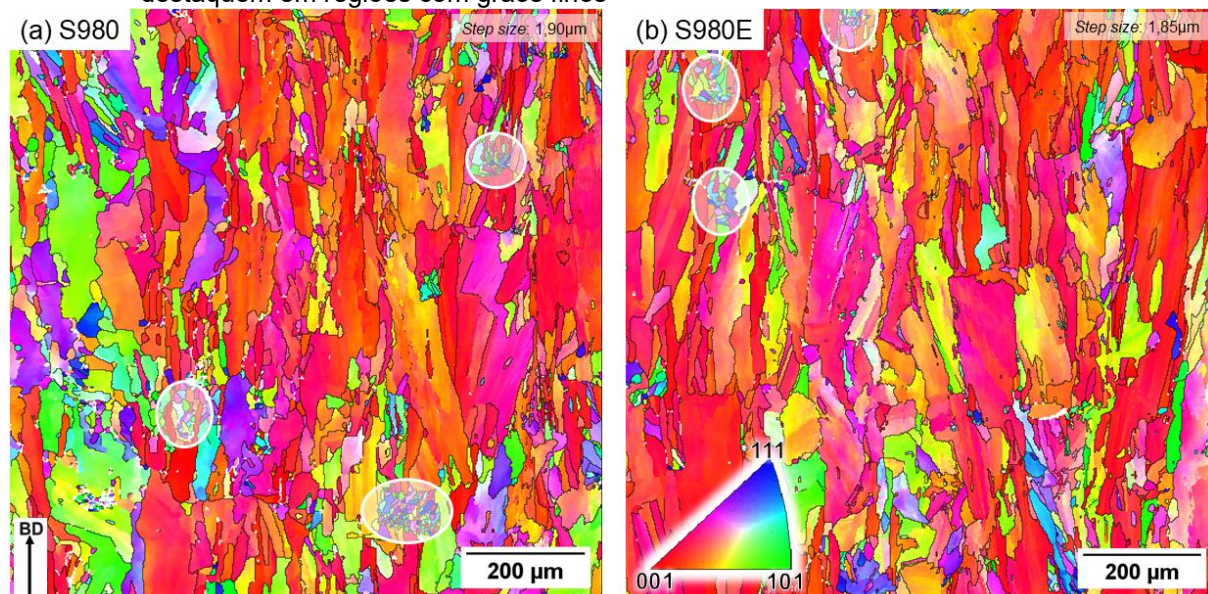
Figura 79 – Mapeamento de orientação cristalográfica da amostra AB com destaque em regiões com grãos finos



Já os mapas da Figura 80, das amostras S980 e S980E, praticamente não houve alteração na morfologia dos grãos. Mantém-se morfologia de grãos colunares com tamanhos similares e grãos mais refinados (regiões brancas em destaque). Também é possível ver uma direção preferencial de crescimento na amostra AB que se manteve após o tratamento térmico 1 (solubilização a 980 °C). Esta direção é $\langle 001 \rangle$, que é prevista na literatura (36). E ao comparar entre as amostras solubilizada e solubilizada + envelhecida, não houve alteração na morfologia dos grãos.

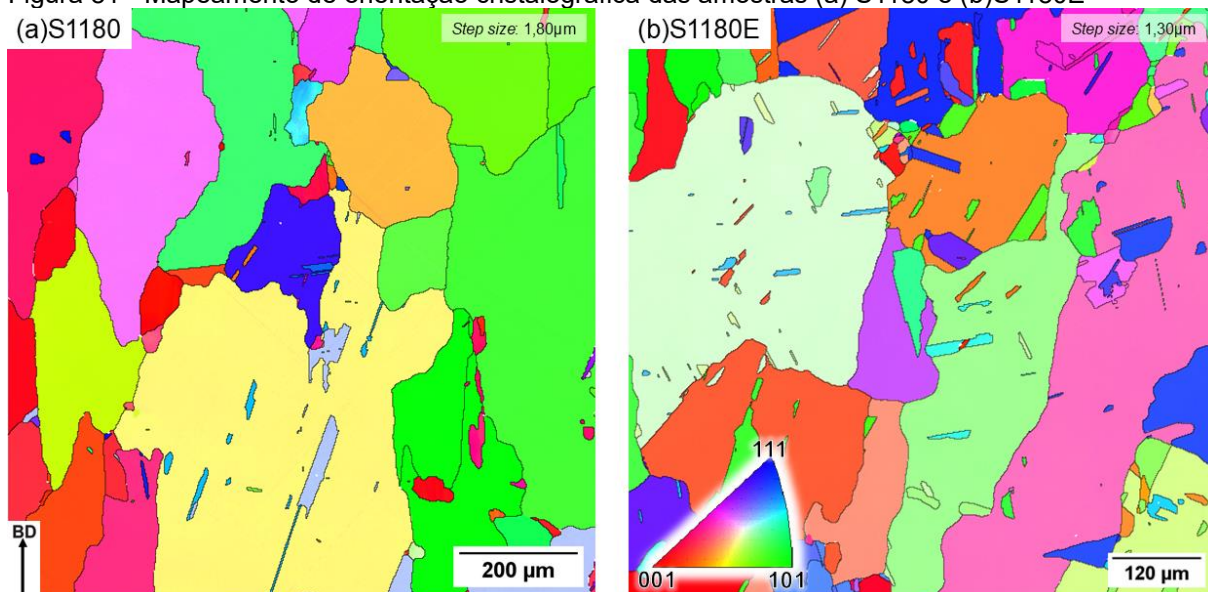
Como a temperatura de solubilização de 980 °C não foi suficiente para causar uma reorientação cristalográfica e recristalização dos grãos para perder a anisotropia. Assim, foi realizada a solubilização da 1180 °C, e o seu mapeamento de orientação cristalográfica é exibido na Figura 81. Pode-se observar que houve crescimento dos grãos, já que os grãos colunares se transformaram para grãos equiaxiais e perderam a orientação preferencial $\langle 001 \rangle$. Apesar da perda de anisotropia, o crescimento de grãos foi excessivo ao ponto de prejudicar no desempenho mecânico (como foi visto a perda de dureza no tópico 5.3.1 e será visto no tópico 5.4.1 a redução na resistência à tração).

Figura 80 - Mapeamento de orientação cristalográfica das amostras (a) S980 e (b) S980E com destaque em regiões com grãos finos



Fonte: A autora.

Figura 81 - Mapeamento de orientação cristalográfica das amostras (a) S1180 e (b) S1180E



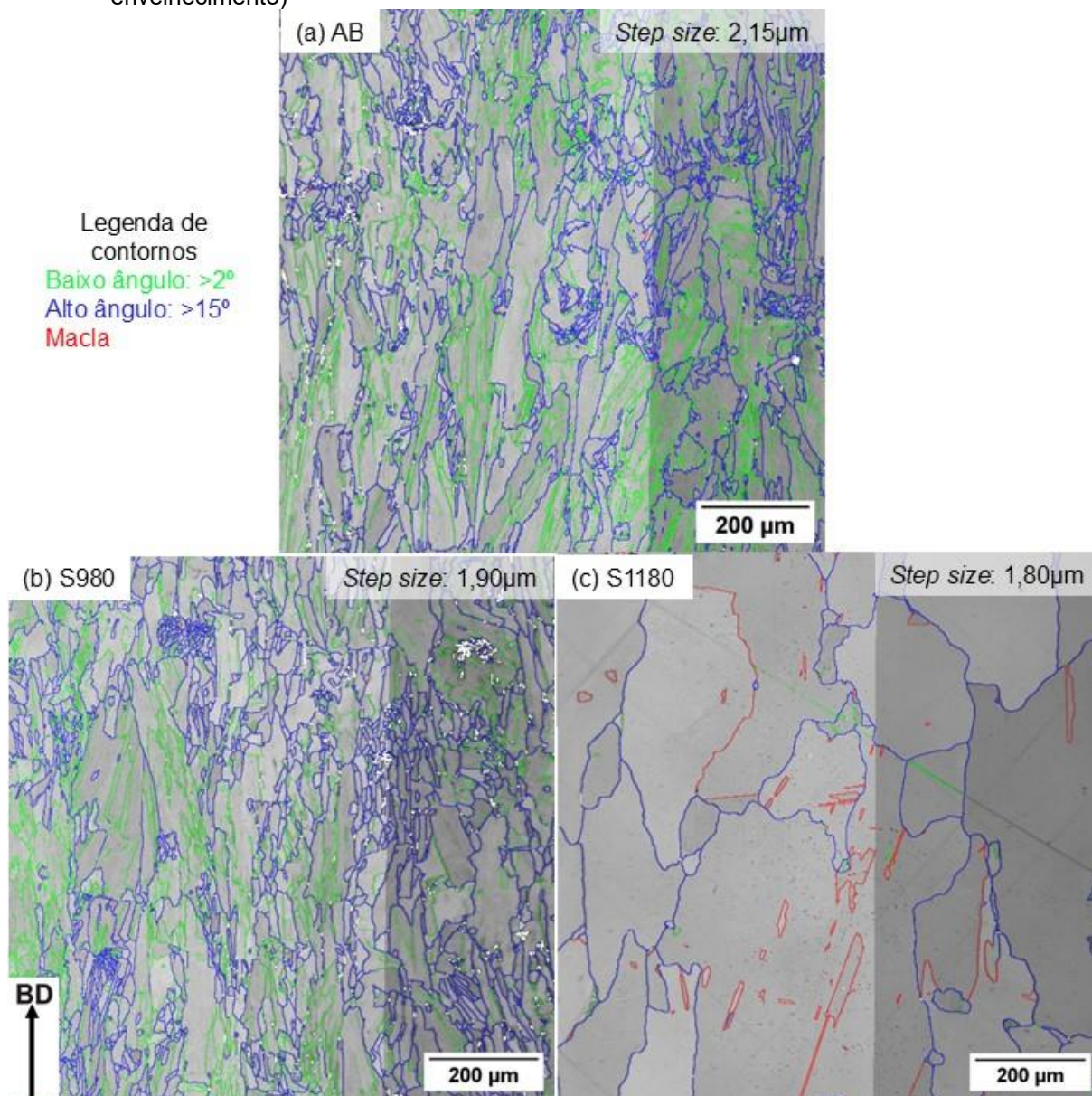
Fonte: A autora.

Foram construídos os mapas da Figura 82, indicando os contornos de baixo ângulo, alto ângulo e contornos de maclas. As amostras AB apresentam uma quantidade considerável de contornos de baixo ângulo dentro dos grãos colunares. Isso pode ser deduzido observando mais atentamente os grãos dos mapas de orientação cristalográfica, o qual há mudanças de orientação num mesmo grão, mesmo sem haver deformação. Isso ocorre devido aos ciclos térmicos da MA.

Com a solubilização a 980 °C, ainda há uma forte presença de contornos de baixo ângulo. Já com a solubilização a 1180 °C, há uma queda drástica dos contornos

de baixo ângulo, sendo mais presente contornos de alto ângulo e contornos de macla (93).

Figura 82 - Mapas de contornos de grãos das amostras sem deformação, sendo em (a) AB, (b) S980 (sem tratamento térmico de envelhecimento) e (c) S1180 (sem tratamento térmico de envelhecimento)



Fonte: A autora.

Junto com o crescimento de grãos, houve a formação de maclas para a amostra S1180. A formação de maclas de recozimento está associado a ligas em que a mobilidade de contornos de grãos para o crescimento ou recristalização é inibida pela presença de partículas finas, como foi relatado por Lillywhite (2000) em um estudo de recristalização de uma liga de alumínio. A presença dessas partículas promove uma tensão de *Zener-pinning*, que impedem o crescimento de grãos e tornam os contornos irregulares. Deste modo, os carbeto parecem atuar como pontos

de ancoragem que ao tentar impedir o crescimento de grãos, promovem a formação de maclas e proporcionam contornos irregulares (94).

5.4 Ensaio de Tração

Com o ensaio de tração, foi desdobrado diversas análises, como a construção da curva tensão x deformação, curva taxa de encruamento, fractografias da superfície de fratura e mapas de EBSD da ponta da trinca.

5.4.1 Curva Tensão x Deformação e Encruamento

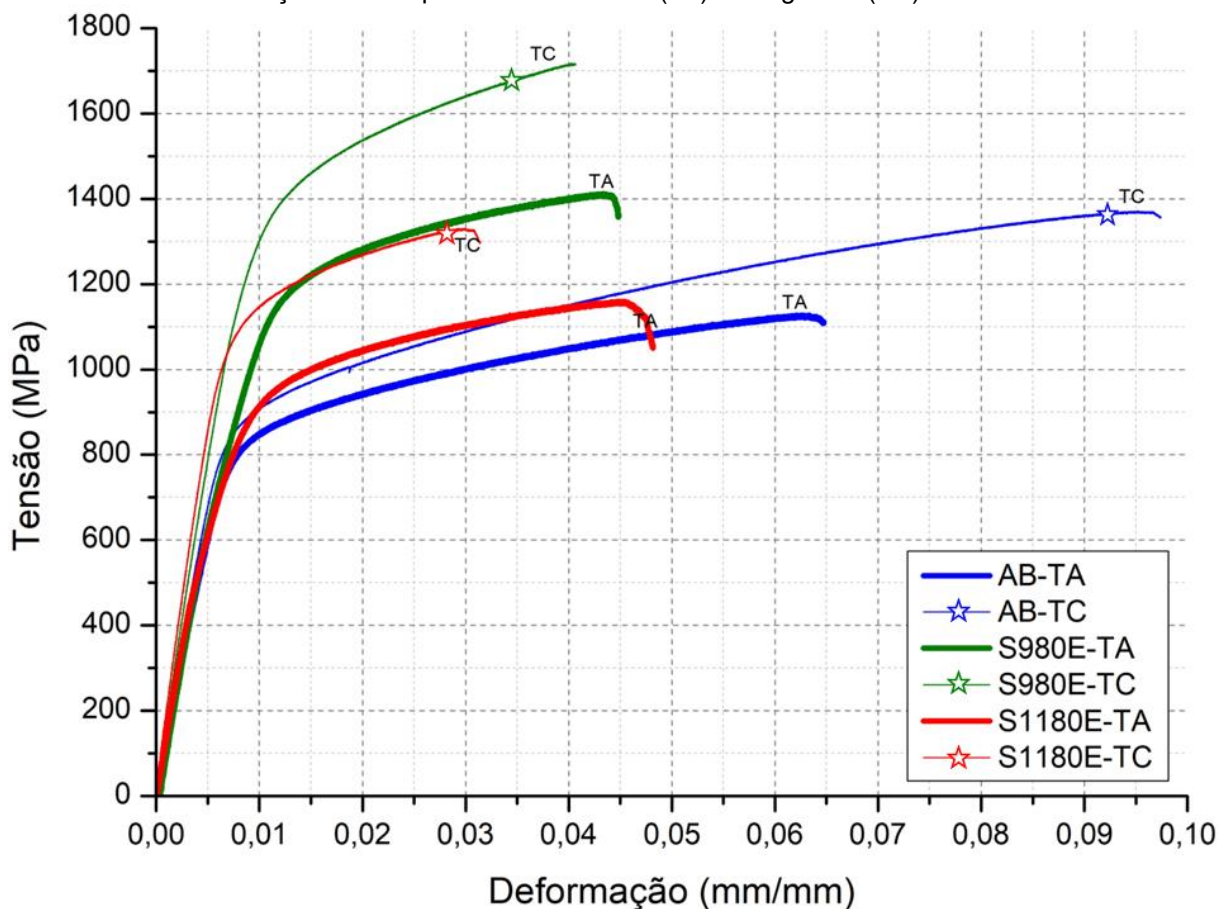
Observe a Figura 83 onde há as curvas tensão x deformação em temperatura ambiente (TA) e temperatura criogênica (TC), sendo em azul as curvas das amostras AB, em verde as amostras solubilizadas a 980 °C e envelhecidas (S980E), e em vermelho as amostras solubilizadas a 1180 °C e envelhecidas (S1180E). A partir do gráfico e fractografias da superfície de fratura, foi construída a Tabela 13 expondo os valores de tensão de escoamento, máxima resistência à tração, alongamento e redução de área.

Em ambas as temperaturas as amostras AB tiveram o menor desempenho mecânico, as amostras S1180E tiveram um desempenho intermediário, enquanto que S980E tiveram os maiores valores de tensão de escoamento e de ruptura, porém a ductilidade foi comprometida.

E em todas as amostras, houve aumento da resistência mecânica em TC. Pela baixa energia térmica disponível, há o desfavorecimento de mecanismos termicamente ativados, como deslizamento de discordância, e ativação de outros, como a maclação (que poderá ser observado em mapas de EBSD no tópico 5.4.3).

Comparando os tratamentos térmicos, como esperado pelas durezas obtidas (Tabela 12) o tratamento térmico 1 (S980E) tiveram os maiores valores de resistência mecânica. Enquanto que para o tratamento térmico 2 (S1180E) sua resistência não foi tão pronunciada devido principalmente pelo crescimento de grãos durante a solubilização.

Figura 83 - Curvas tensão x deformação verdadeiras das amostras AB, S980E e S1180, submetidas ao ensaio de tração sob temperaturas ambiente (TA) e criogênica (TC)



Fonte: A autora.

Tabela 13 - Valores de propriedades mecânicas obtidas pelo ensaio de tração

	Tensão de escoamento (MPa)	Máxima resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Redução de área (%)
AB-TA	721	1058	6,8	21,7
AB-TC	863	1371	9,8	33,2
S980E-TA	1050	1465	4,6	13,5
S980E-TC	1301	1717	4,2	17,2
S1180E-TA	913	1162	5,2	14,1
S1180E-TC	1090	1331	3,6	17,2

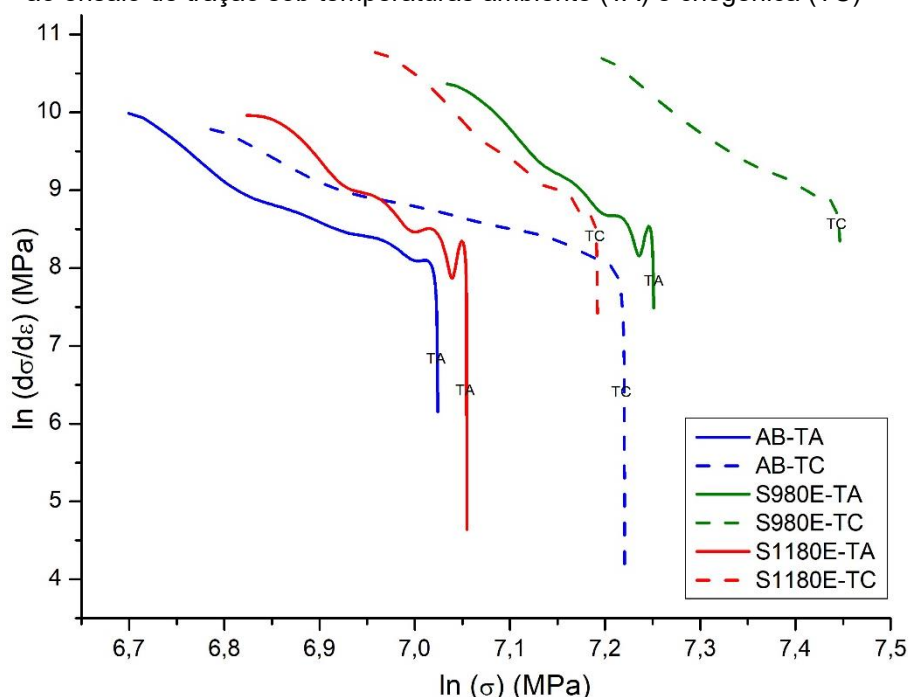
Fonte: A autora.

Os tratamentos térmicos também tiveram influência sobre a ductilidade da IN718. Enquanto que a amostra AB teve a ductilidade aumentada em temperatura criogênica, em ambos os tratamentos térmicos ela foi reduzida. Acredita-se que isso se deve pela presença dos precipitados γ' e γ'' que diminuem o caminho livre para as discordâncias deslizarem. E a formação de nanomacclas de deformação não consegue promover um aumento de ductilidade como é visto em ligas monofásicas.

Pelo gráfico da análise de CJ da Figura 84, é possível observar as mudanças de inclinação das curvas de encruamento ao longo da deformação. As amostras S980E e S1180E apresentaram comportamento similar em TA, com um grande pico no final da deformação. Logo apenas ao final houve a ativação de mecanismos de encruamento. E como o pico para amostra AB não foi tão pronunciado, acredita-se que os precipitados γ' e γ'' apresentaram alguma interferência na deformação e no encruamento final dos materiais tratados termicamente.

Em TC o comportamento de todas as condições foi muito similar, havendo pouca variação da inclinação das curvas. Indicando que não houve ativação de mecanismos de endurecimento por deformação. Deste modo, com a mudança de temperatura ambiente para criogênica houve mudanças de mecanismo de deformação. Em temperatura criogênica promoveu a supressão do deslizamento de discordâncias, alterando para mecanismo de deformação por maclas. E como trata-se de um material de baixa EDE e estudos anteriores encontraram evidências disso, é provável que tenha atuação do mecanismo de maclação.

Figura 84 - Gráfico de análise de Crussard-Jaoul das amostras AB, S980E e S1180, submetidas ao ensaio de tração sob temperaturas ambiente (TA) e criogênica (TC)



Fonte: A autora.

5.4.2 Fractografias

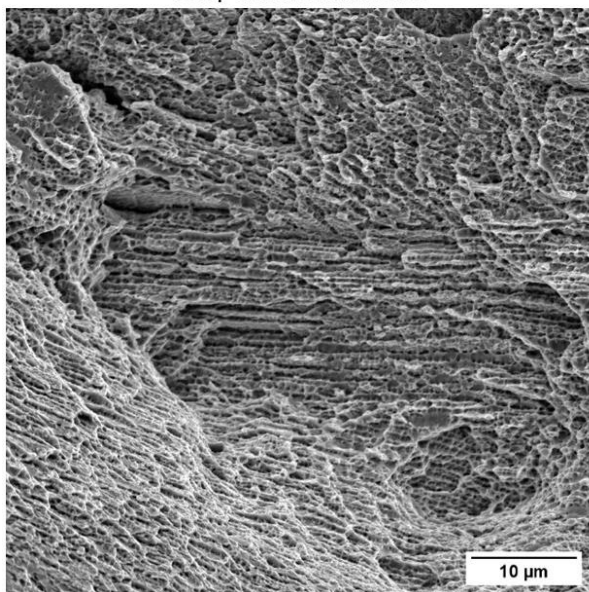
As imagens a seguir foram obtidas por meio de MEV/FEG, sendo as Figuras 86, 87 e 88, são imagens da região da superfície de fratura. Figura 85 traz fractografias

das amostras AB após o ensaio de tração. Para ambas as temperaturas, o mecanismo de fratura predominante é de uma fratura dúctil, uma vez que há total predomínio de microcavidades, ou *dimples*, em sua superfície. Um ponto interessante, que também foi registrado por Sanchez (2021), é o alinhamento dos *dimples* pela superfície, isso é reflexo das estruturas dendríticas e a construção camada a camada da MA (95).

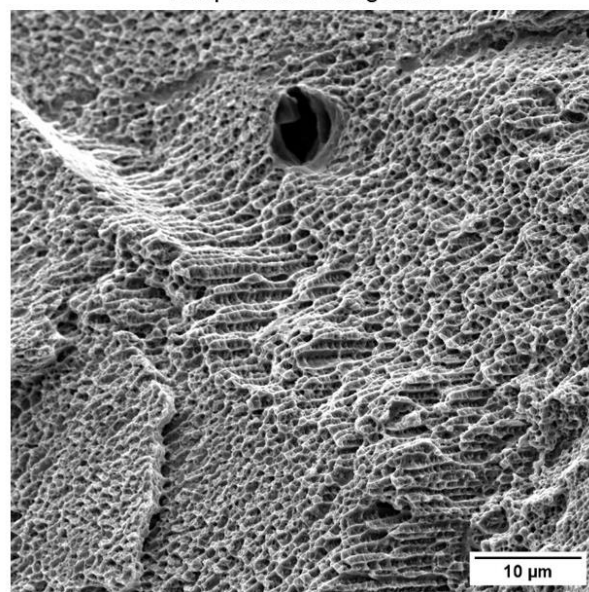
Figura 86 é a superfície de fratura das amostras S980E. Da mesma forma para as amostras AB, também teve o mesmo mecanismo de fratura dúctil, devido à grande presença de *dimples* na superfície de fratura. Observa-se que há regiões com e sem alinhamento dos *dimples*, o que pode ser reflexo do tratamento térmico de solubilização.

Por fim, as imagens da Figura 87 mostram as superfícies de fratura das amostras S1180E. Também há predomínio da fratura dúctil. Diferente das outras condições de tratamentos térmicos, alinhamento dos *dimples* não está presente, sendo outro indicativo da perda das microestruturas dendrítica devido à alta temperatura de solubilização.

Figura 85 - Fractografia da superfície de fratura das amostras AB
Temperatura Ambiente



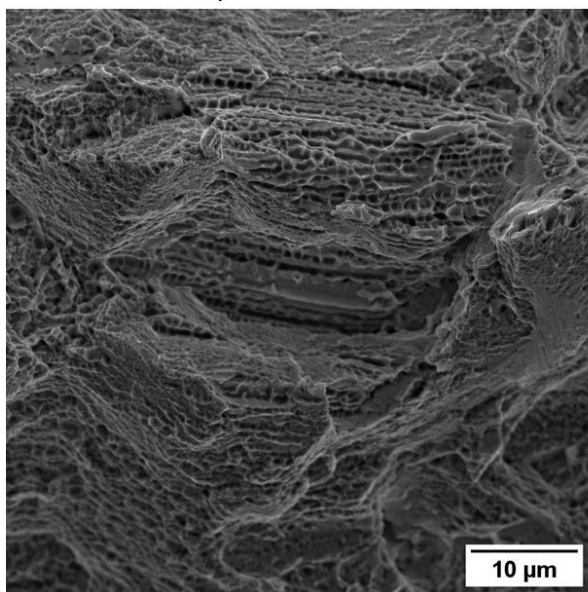
Temperatura Criogênica



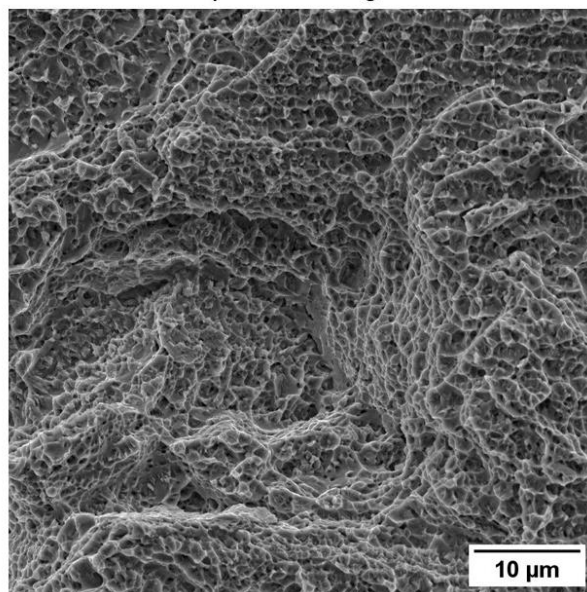
Fonte: A autora.

Figura 86 - Fractografia da superfície de fratura das amostras S980E

Temperatura Ambiente



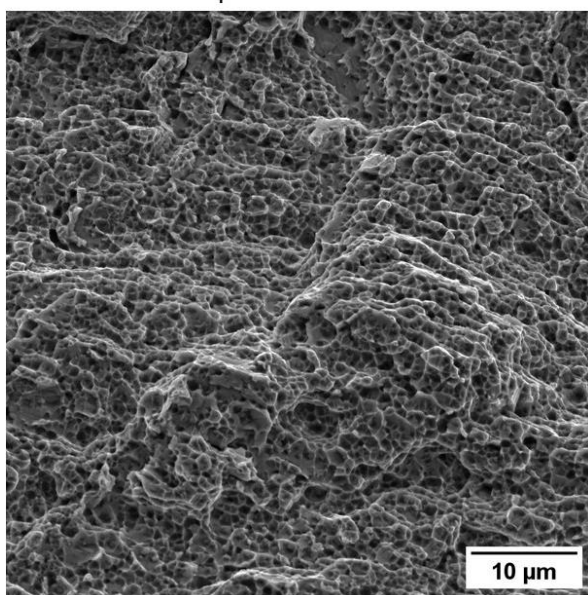
Temperatura Criogênica



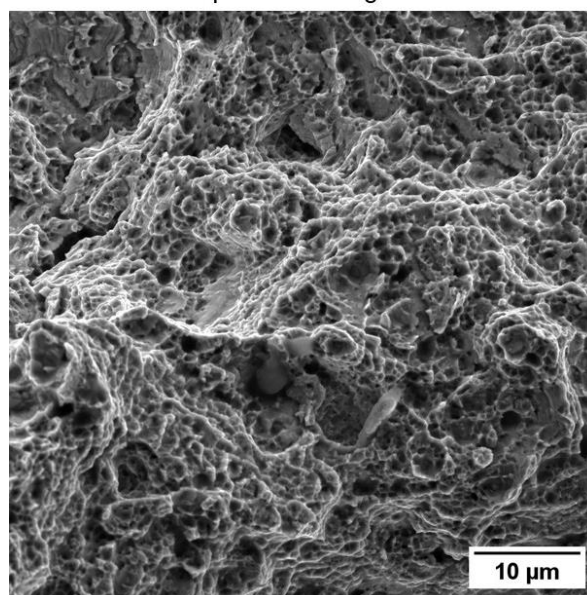
Fonte: A autora.

Figura 87 - Fractografia da superfície de fratura das amostras S1180E

Temperatura Ambiente



Temperatura Criogênica

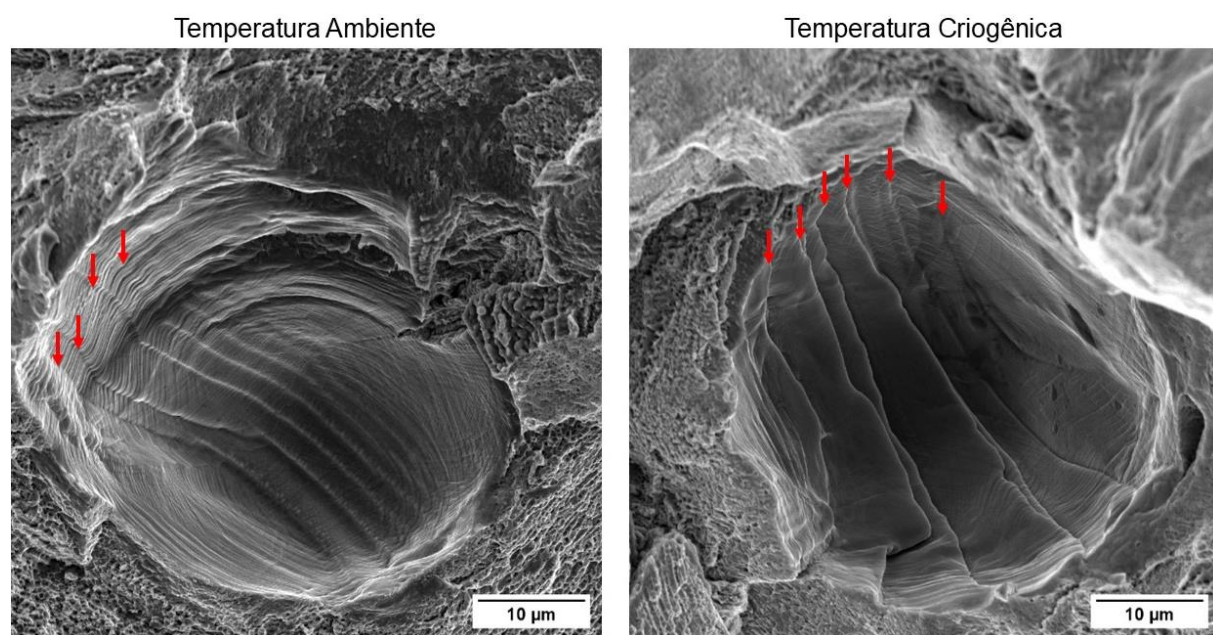


Fonte: a autora.

As imagens das Figuras 89, 90 e 91 também são da superfície de fratura das amostras AB, S980E e S1180E, mas com foco nos poros (oriundos do processo de fabricação). Na superfície dos poros é possível visualizar a sua transformação, que é diferente para cada uma das condições. Por meio das setas vermelhas da Figuras 89 e 90 fica evidente as camadas de construção do processo de LPBF. Entretanto, para temperatura criogênica, essas camadas estão mais evidentes, enquanto que para temperatura ambiente não devido a presença de outras linhas, possivelmente são degraus formados pela passagem de discordâncias. Enquanto que para as amostras

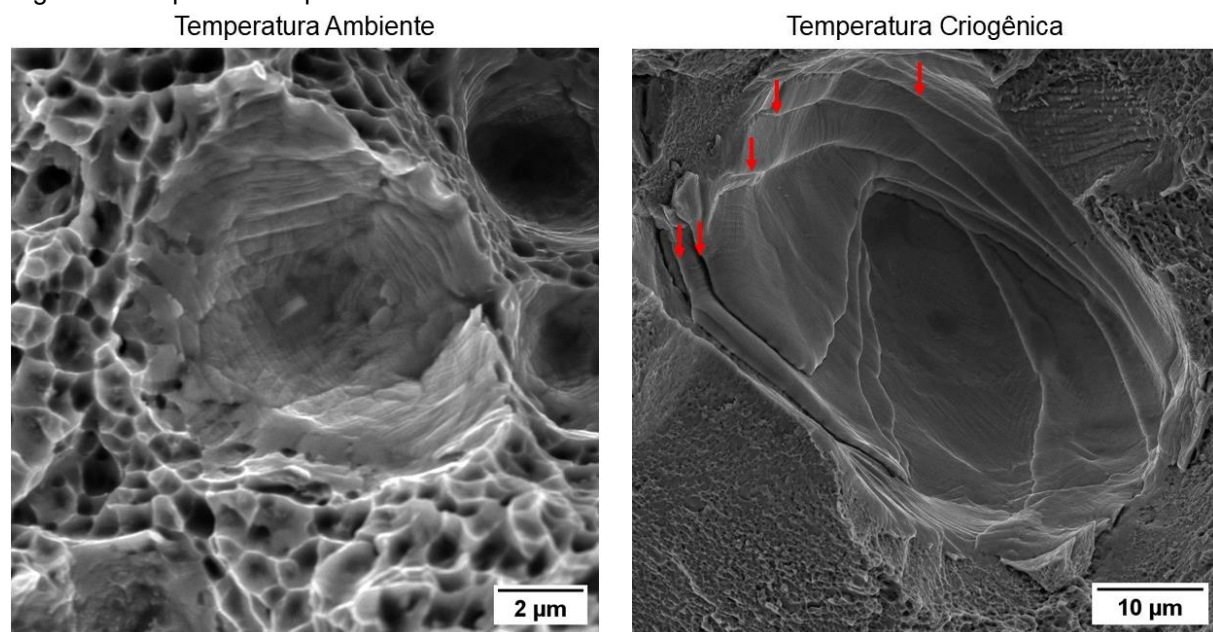
S1180E, como houve uma maior solubilização, essas camadas de construção estão visíveis.

Figura 88 - Superfície do poro das amostras AB



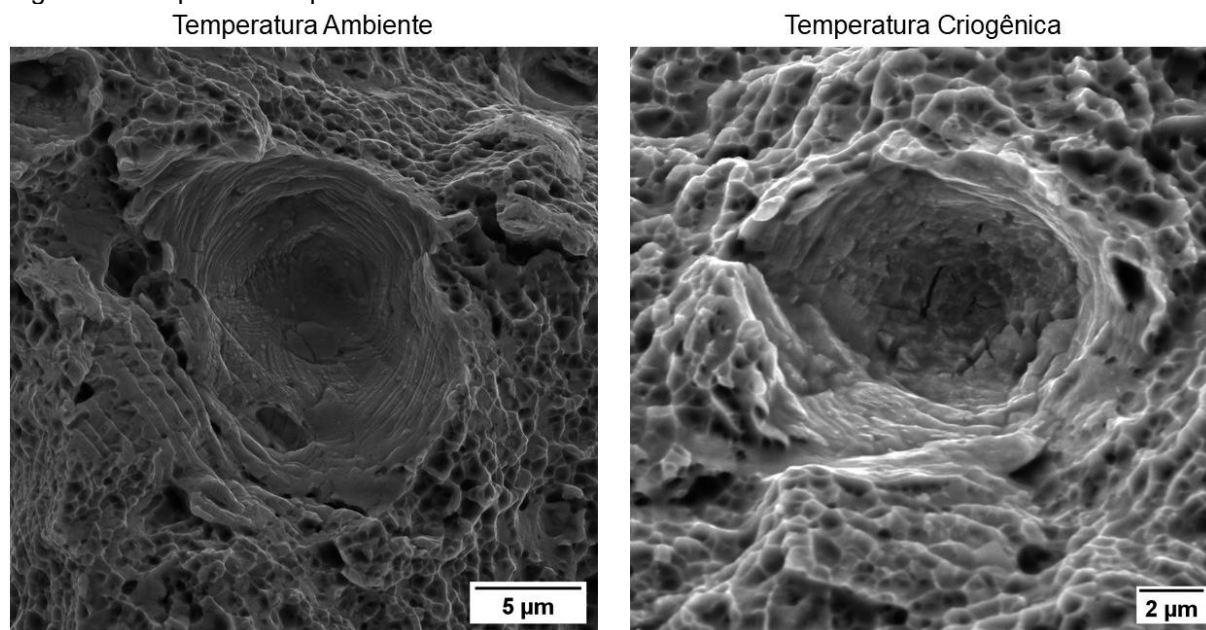
Fonte: A autora.

Figura 89 - Superfície do poro das amostras S980E



Fonte: A autora.

Figura 90 - Superfície do poro das amostras S1180E



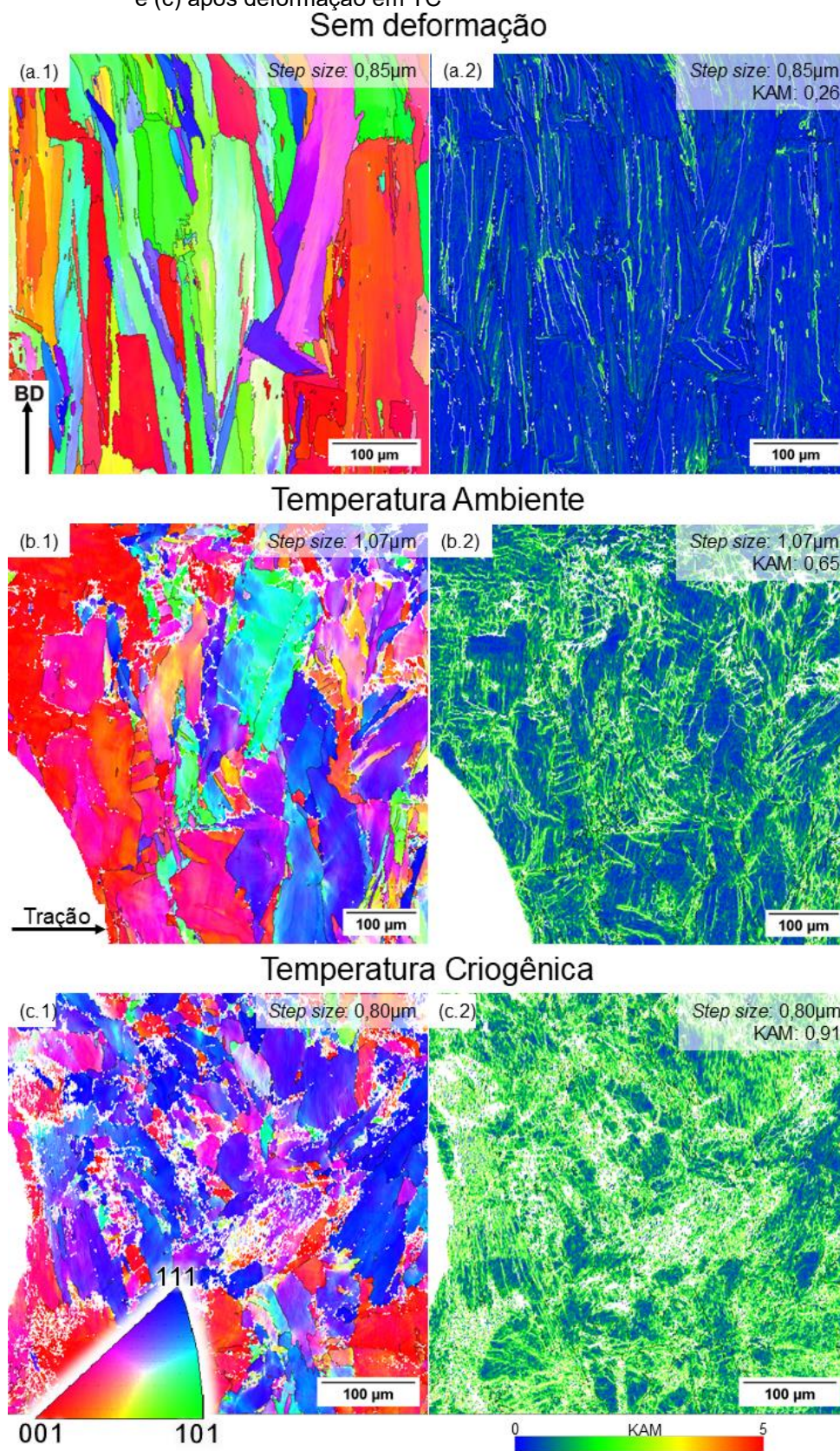
Fonte: A autora.

5.4.3 EBSD

Os mapas de EBSD elaborados deste tópico foram obtidos a partir dos corpos de prova fraturados após o ensaio de tração a fim de observar sua microestrutura deformada. Foram construídos mapas de orientação cristalográfica e KAM a fim de observar a mudança cristalográfica e o acúmulo de deformação.

As imagens da Figura 91 são amostras AB em sua condição inicial e após deformação mecânica em TA e TC. Para ambas as temperaturas, os grãos colunares (clássicos da MA) foram fragmentados e houve a formação de defeitos para acomodar as tensões impostas. Dentro de alguns grãos houve mudanças cristalográficas e, comparado ao mapa de KAM, houve um aumento da densidade de discordâncias que acompanha as mudanças de orientações. O valor médio de KAM aumentou de 0,26 para amostra não deformada, 0,65 após a deformação em TA e 0,91 em TC. Esses valores significam que houve um aumento da densidade de discordâncias para acomodar as tensões, e foi mais intenso em TC, até mesmo gerando regiões de altas deformações que não foram indexados dados.

Figura 91 - Imagens de orientação dos grãos e de KAM de amostras AB, sendo (a) microestrutura antes da deformação; (b) após deformação em TA; e (c) após deformação em TC

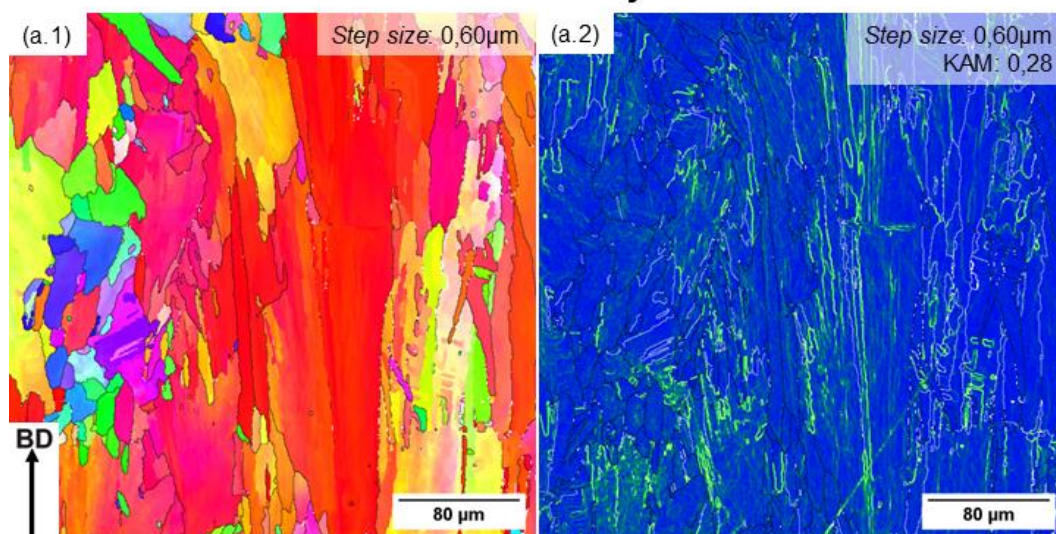


Fonte: A autora.

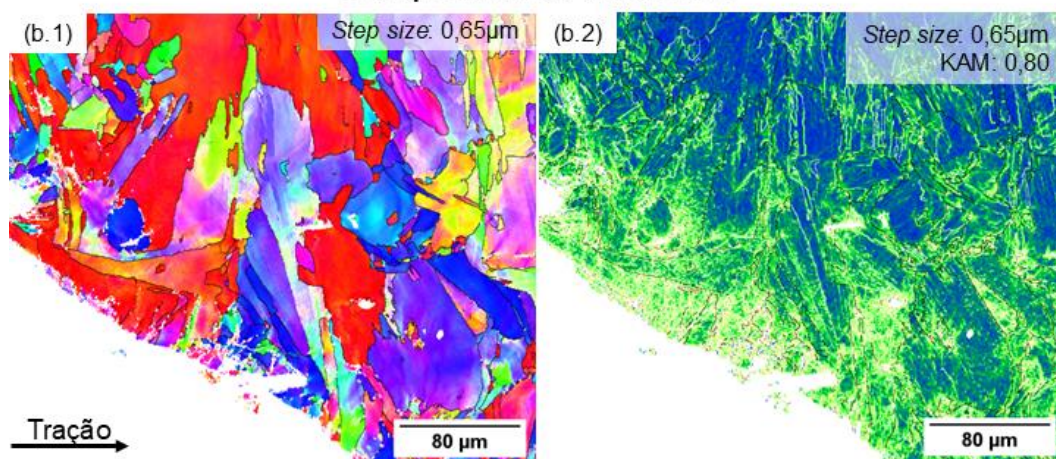
As amostras tratadas termicamente tiveram um comportamento de deformação plástica diferente, possivelmente devido aos precipitados γ' e γ'' . A Figura 92 traz mapas de EBSD de amostras com tratamento térmico 1, solubilizadas a 980 °C e envelhecidas (S980E). Após a deformação mecânica, também houve refino microestrutural para acomodar as tensões de deformação. Do mesmo modo para as amostras AB, os grãos perderam o aspecto colunar e há grãos com diferentes orientações dentro do mesmo. Entretanto, ao analisar o mapa de KAM, é visto que a densidade de discordâncias foi menor para a amostras deformada em TC. Enquanto que o valor médio de KAM subiu de 0,28 na condição inicial para 0,80 quando deformada em TA, em TC o valor foi de 0,65, indicando que não houve um acúmulo de discordâncias para acomodar as tensões durante a deformação.

Figura 92 - Imagens de orientação dos grãos e de KAM de amostras S980E, sendo (a) microestrutura antes da deformação; (b) após deformação em TA; e (c) após deformação em TC

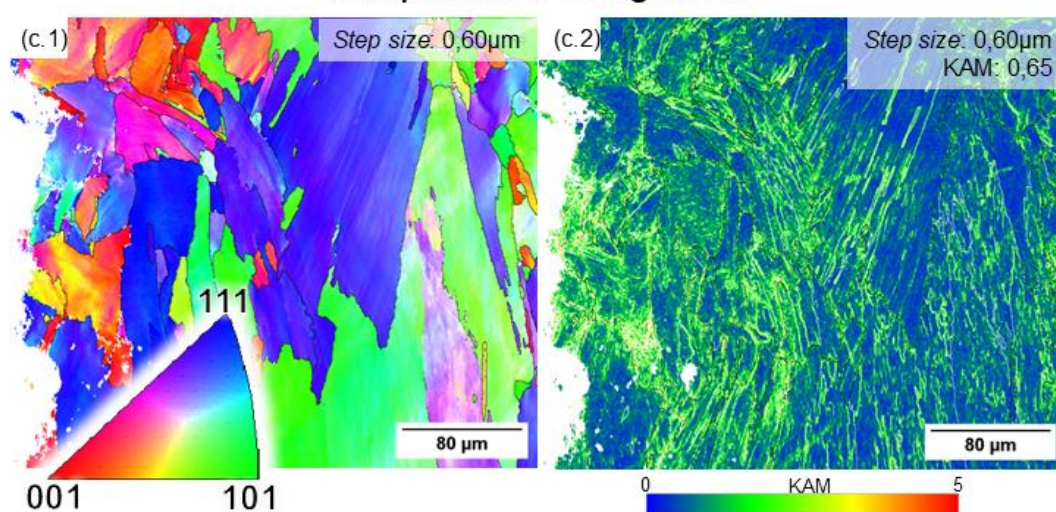
Sem deformação



Temperatura Ambiente



Temperatura Criogênica



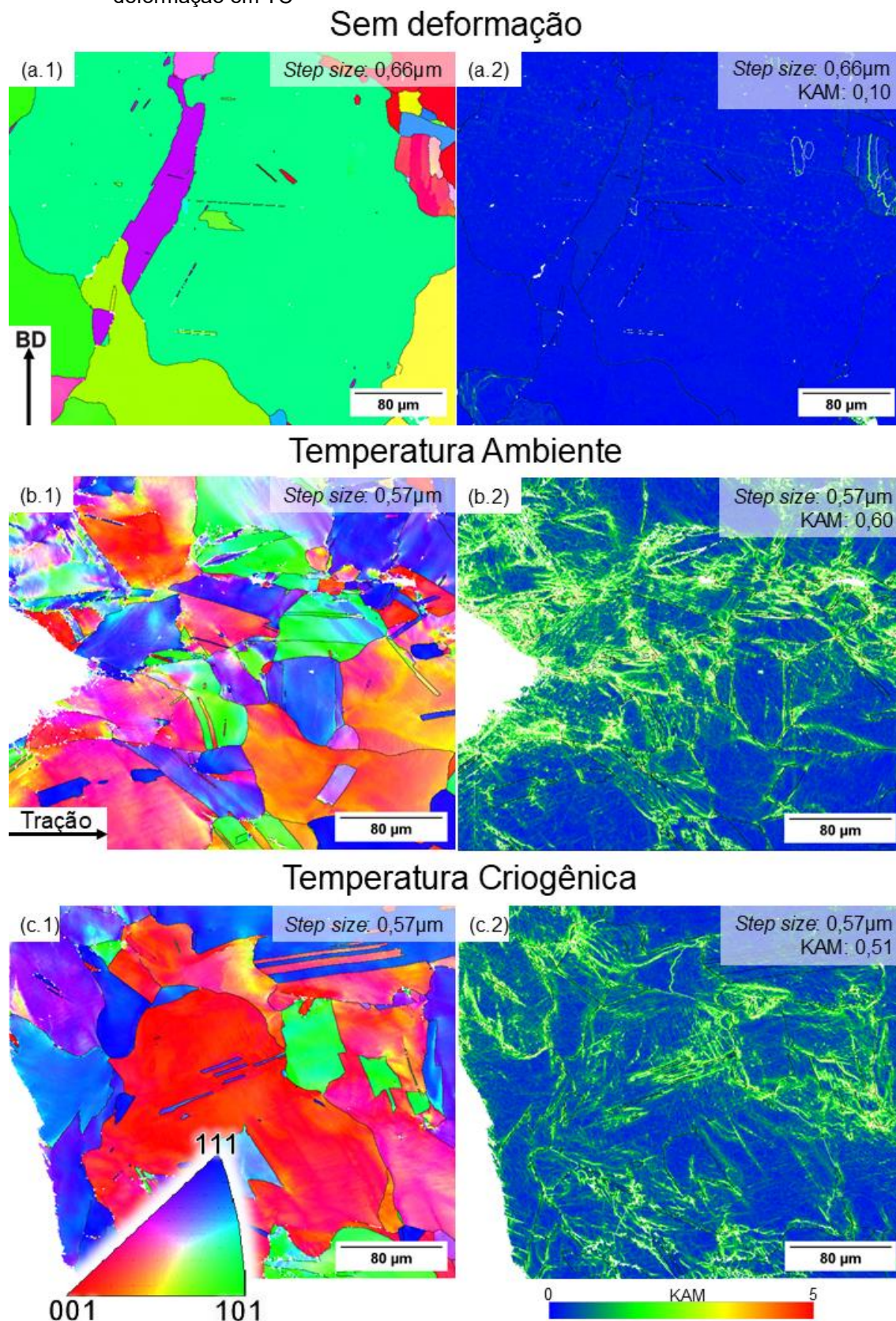
Fonte: A autora.

Este mesmo efeito foi observado para as amostras que passaram pelo tratamento térmico 2 (S1180E) e podem ser vistos na Figura 93. Na condição inicial das amostras S1180E, houve grande crescimento dos grãos devido à alta temperatura de solubilização e à formação de maclas de recozimento, como é visto em Figura 93 (a). Com a deformação do material, os grãos foram subdivididos, e ainda é possível ver que dentro dos grãos há mudanças de orientações cristalográficas e a formação de maclas de deformação. Em TC a subdivisão dos grãos foi menos intensa, e do mesmo modo que S980E, o valor médio de KAM menor para TC (0,51) que TA (0,60).

Esse efeito de uma menor densidade de discordâncias em amostras tratadas deformadas em TC está associado com a precipitação dos γ' e γ'' , como retratado por Bae (2014). (9) A presença dos precipitados reduz o caminho livre para as mesmas deslizarem pela rede cristalina, e como em TC os sistemas de deslizamento são reduzidos e mecanismos de deformação termicamente ativados são suprimidos, deste modo não é favorecido ao deslizamento de discordâncias.

A EDE também pode ser influência, já que em baixas temperaturas, metais de baixa EDE é favorecido a deformação por maclas. E a presença de precipitados (carbeto, γ' e γ'') também podem favorecer a deformação por maclação já que restringem o deslizamento de discordâncias.

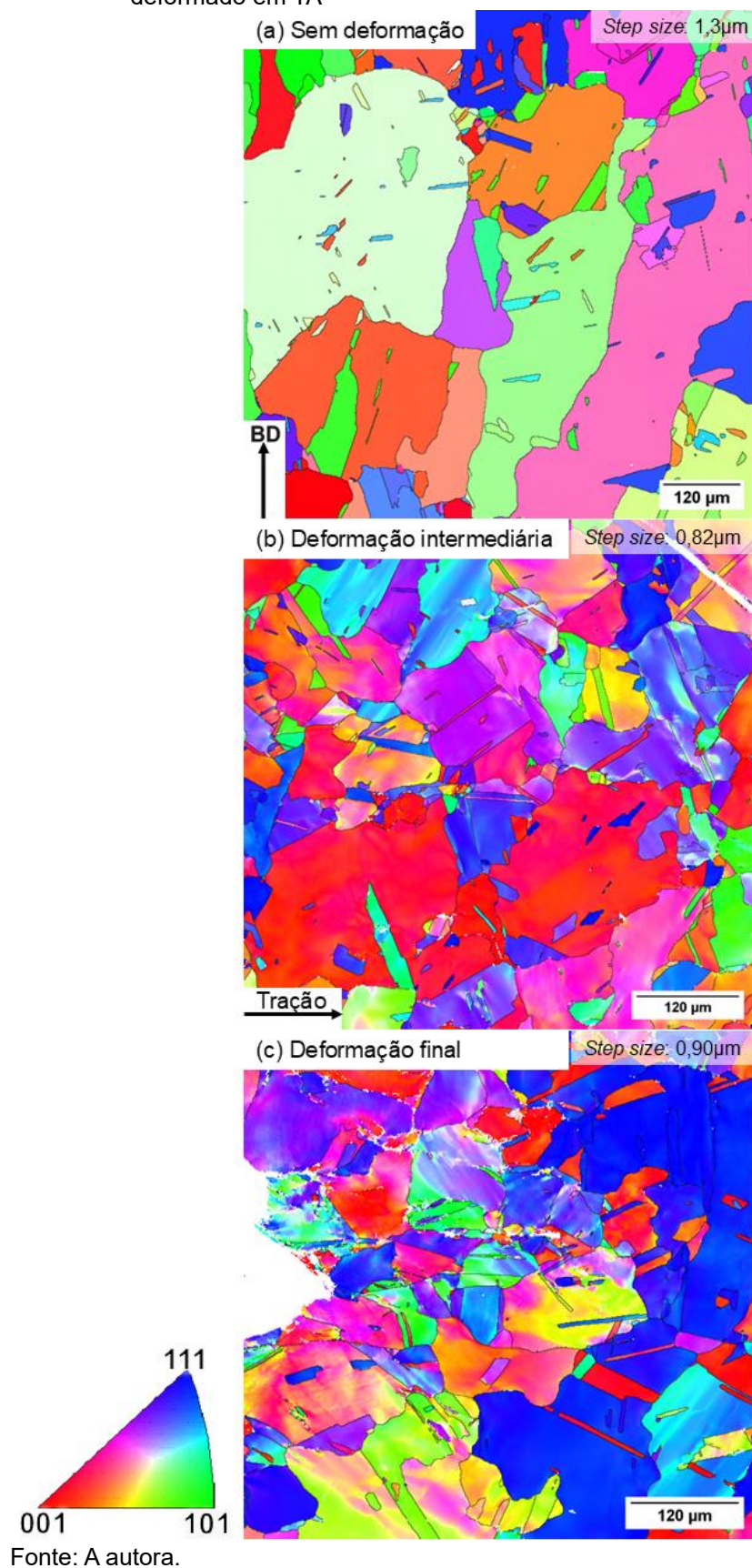
Figura 93 - Imagens de orientação dos grãos e de KAM de amostras S1180E, sendo (a) microestrutura antes da deformação; (b) após deformação em TA; e (c) após deformação em TC



Fonte: A autora.

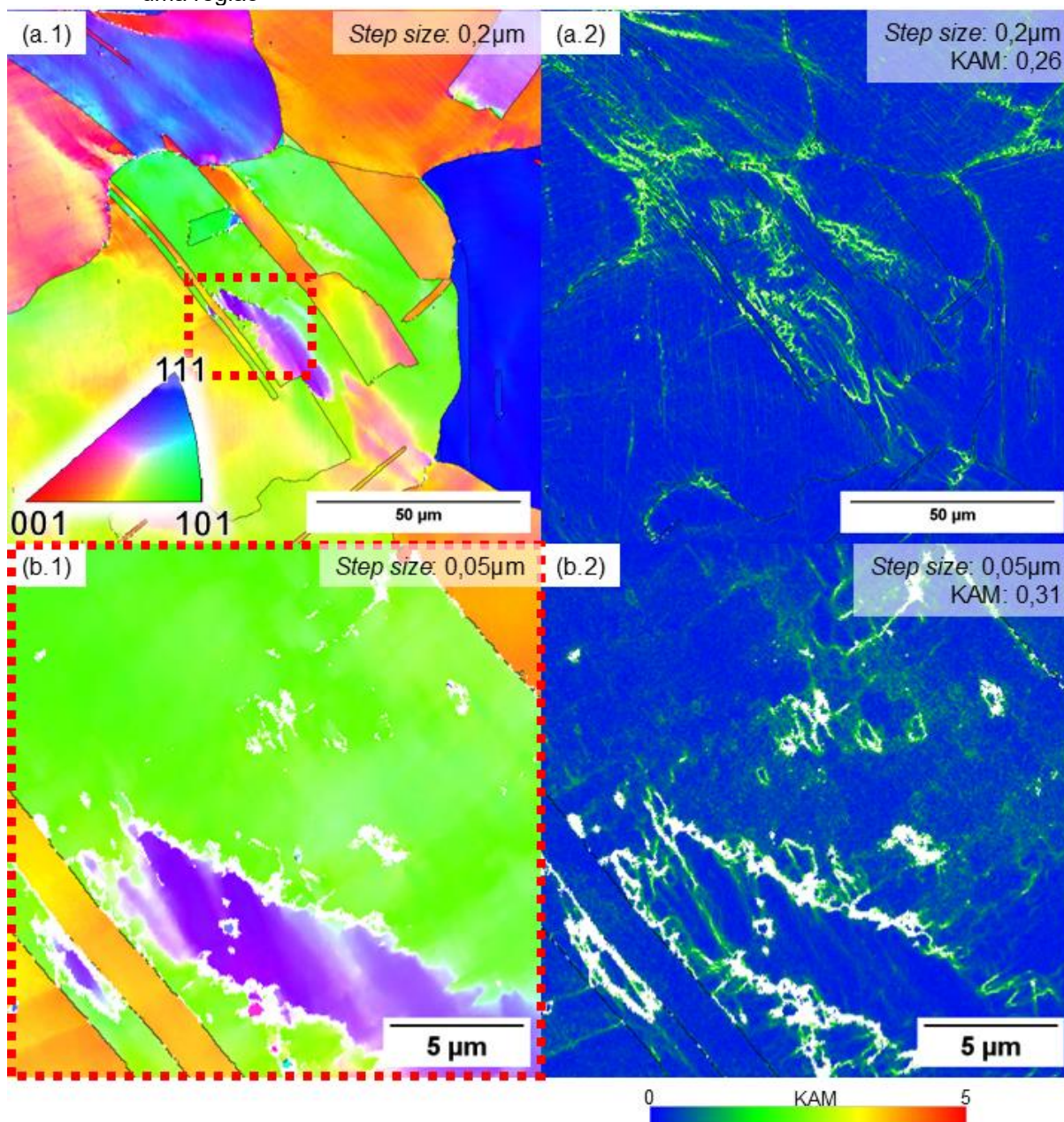
Nos mapas de orientação cristalográfica da Figura 94 é possível acompanhar a evolução microestrutural de um corpo de prova S1180E deformado em TA. Apesar de haver diversas maclas de recozimento no interior dos grãos, durante a deformação houve a formação de maclas que alcançam os contornos de grãos.

Figura 94 - Evolução microestrutural de um corpo de prova S1180E deformado em TA



Na Figura 95 está destacada uma região com um alto acúmulo de defeitos e precipitados não identificados que circundam uma região com orientação cristalográfica diferente ao seu redor. Esse acúmulo de precipitados cria uma espécie de estruturas que impedem a rede cristalina localizada de se deformar com a rede circundante.

Figura 95 - Detalhes microestrutural de um corpo de prova S1180E deformado em TA com ênfase em uma região



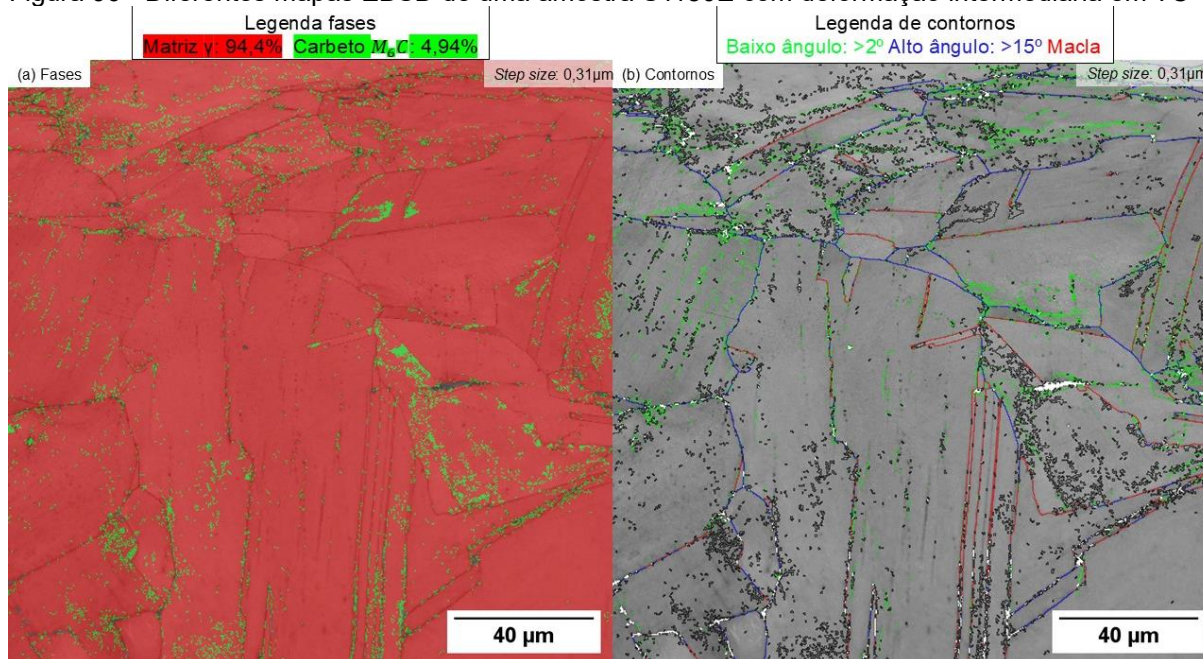
Fonte: A autora.

Para uma maior investigação dos precipitados não identificados, e devido às limitações de análises de DRX devido ao tamanho e quantidade de precipitados, foram encontrados carbeto M_6C conforme pode ser visto na Figura 96. Há diversos pontos

nos contornos e no interior dos grãos que correspondem com os carbeto encontrados nas imagens da Figura 75. É interessante destacar que os carbeto apresentaram um ordenamento linear. Essa linearidade pode ser fruto dos contornos interdendrítico que desapareceram com a solubilização. E comparando com o mapa de contornos de grãos (Figura 96 (b)), observe que há carbeto que acompanham contornos de baixo ângulo e maclas.

Por fim, outras fases que estão presentes na IN718 não foram possíveis de serem encontradas devido ao baixo volume, tamanho do precipitado e pela alta coerência que algumas fases (como γ' e γ'') apresentam com a matriz. Deste modo, são necessárias maiores análises para confirmar a presença de carbeto associados à deformação do material.

Figura 96 - Diferentes mapas EBSD de uma amostra S1180E com deformação intermediária em TC



Fonte: A autora.

6 CONCLUSÕES

1. O pó de IN718 descartado de processos anteriores de MA apresentou características morfológicas adequadas para ser reutilizado e uma nova impressão, o que resultou em altas densificações e baixas porosidades;
2. Foi encontrada uma combinação de parâmetros adequados para realizar a impressão dos corpos de prova. Entretanto, não foi possível estabelecer uma relação clara entre velocidade de varredura, *hatch spacing* e porosidade. Houve uma grande formação de defeitos em amostras que não eram previstas, indicando falhas de fabricação;
3. Os parâmetros encontrados para impressão dos corpos de prova foram: velocidade de varredura 1000 mm/s, *hatch spacing* 80 μm , potência do *laser* 40 μm , rotação entre camadas 67°. Com esses parâmetros foi possível obter uma porosidade de 0,09%;
4. O tratamento térmico de solubilização a 980 °C conseguiu quase completamente dissolver a fase de *Laves* e eliminando as estruturas dendríticas e celulares da solidificação. Porém, ainda permaneceu em regiões com alta concentração de elementos de liga, levando a uma microestrutura heterogênea de precipitados. Nesta temperatura os grãos mantiveram sua morfologia colunar;
5. Já o tratamento térmico a uma temperatura de solubilização a 1180 °C (S1180) promoveu uma maior dissolução da fase de *Laves* e redistribuição dos elementos de liga da fase de *Laves* pela matriz, além da perda das estruturas de solidificação. Esta maior temperatura promoveu o crescimento de grãos bem como a mudança da sua morfologia de grãos colunares para equiaxiais. Obteve-se uma morfologia mais homogênea de precipitados após o envelhecimento (S1180E). Nesta temperatura de solubilização favoreceu a precipitação de carbeto os quais foram encontrados alinhados devido às estruturas dendríticas de solidificação;
6. O valor de dureza encontrada na amostra AB foi 302 HV. Com os tratamentos térmicos de solidificação ela reduziu para 277 HV (S980) e 209 HV (S1180). A dureza foi aumentada com o envelhecimento, para S980E atingiu 486 HV e para S1180E atingiu 416 HV;

7. A respeito da direção cristalográfica, houve uma forte tendência de crescimento ao longo da direção $\langle 001 \rangle$, que se manteve com os tratamentos a 980 °C. Essa direção preferencial de crescimento dos grãos colunares foi perdida com os tratamentos a 1180 °C;
8. Comparando os valores obtidos no ensaio de tração, os limites de escoamento e resistência à tração foram aumentados em temperaturas criogênicas, sendo para AB um aumento de 19% para o limite de escoamento e 29% para a resistência à tração. Para S980 aumentou 24% e 17%, respectivamente. E para S1180 os aumentos foram de 19% e 15%. Apenas para amostra AB houve um aumento simultâneo da ductilidade (44%) junto a resistência mecânica. Os corpos de prova com os tratamentos S980E e S1180E tiveram sua ductilidade comprometida, com reduções de 9% e 30% respectivamente;
9. Apesar da ductilidade ser prejudicada em TC nos corpos de prova que passaram por tratamento térmico todas as amostras tiveram fratura de modo dúctil;
10. Quando comparadas as curvas da análise de CJ, é observado uma mudança de comportamento das curvas entre aquelas deformadas em TA e TC. Enquanto que as curvas em TA apresentaram diversas mudanças de inclinação, até mesmo formando picos que indicam ativação de mecanismos de encruamento, as curvas em TC apresentaram pequenas mudanças de inclinação, mas em constante queda. A presença de precipitados γ' e γ'' influenciaram na mudança de mecanismo de deformação e endurecimento da IN718 com a alteração da temperatura;
11. Pelos mapas de EBSD, é perceptível a mudança microestrutural que ocorreu na deformação em TC do corpo de prova AB, o qual apresentou grão refino de grãos, um maior acúmulo de discordâncias, uma tendência de deformação dos grãos para a direção $\langle 111 \rangle$ e um maior valor médio de KAM (0,80). Já para as amostras envelhecidas, a subdivisão dos grãos não foi tão severa e os valores de KAM foram menores que para as amostras deformadas em TA (0,65 para S980E e 0,51 para S1180E). Indicando que não houve acúmulo de discordâncias durante a deformação, o material passou a deformar por meio de maclação;
12. Por fim, é perceptível que com a mudança de temperatura de ambiente para criogênica houve mudanças de mecanismo de deformação, afinal houve

aumento da resistência mecânica, mudanças de comportamento das curvas de encruamento pela análise de CJ, mudanças de relevo na superfície dos poros em fractografias, presença de maclas de deformação em imagens de EBSD.

7 SUGESTÕES PARA ESTUDO FUTUROS

1. Estudar a recristalização da IN718 após ser fabricado por LPBF, devido às discordâncias geradas dos ciclos térmicos do processo de LPBF;
2. Estudar a evolução da textura cristalográfica de amostras deformadas plasticamente sob tração;
3. Realizar MET para visualizar a interação das discordâncias com os precipitados γ' e γ'' em temperatura criogênica.

REFERÊNCIAS

- [1] DUPONT, J. N.; LIPPOLD, J. C.; KISER, S. D. **Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys**. Nova Jersey, EUA: Wiley, 2009.
- [2] REED, R. C. **The Superalloys: Fundamentals and Applications**. Nova Iorque, EUA: Cambridge University Press, 2006.
- [3] MANKINS, W. L.; LAMB, S. Nickel and Nickel Alloys. In: **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. [s.l.] ASM International, 1992. p. 1362–1414.
- [4] DONACHIE, M. J.; DONACHIE, S. J. **Structure/Property Relationships**. 2. ed. Materials Park: ASM International, 2002. v. 36
- [5] GUDIVADA, G.; PANDEY, A. K. Recent developments in nickel-based superalloys for gas turbine applications: Review. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 963, n. June, p. 171128, 2023.
- [6] PATEL, S.; DEBARBADILLO, J.; CORYELL, S. Superalloy 718: Evolution of the alloy from high to low temperature application. In: **Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloy 718 & Derivatives: Energy, Aerospace, and Industrial Applications**. [s.l.] Springer Cham, 2018. p. 23–49.
- [7] BROOKS, J. W.; BRIDGES, P. J. Metallurgical Stability of Inconel Alloy 718. **Superalloys**, p. 33–42, 1988.
- [8] CAO, K. et al. Microstructure and mechanical properties of nickel-based wrought superalloys under thermal-mechanical coupling: A review with Inconel 718, 625 as main cases. **Progress in Natural Science: Materials International**, v. 35, n. 1, p. 65–82, 2025.
- [9] BAE, S. H. et al. Effect of post weld heat treatment on cryogenic mechanical properties of electron beam welded cast inconel 718. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 45, n. 2, p. 537–542, 2014.
- [10] TOBLER, R. L. Low temperature effects on the fracture behaviour of a nickel base superalloy. **Cryogenics**, v. 16, n. 11, p. 669–674, 1976.
- [11] AHMAD, N. et al. Revealing deformation mechanisms in additively manufactured Alloy 718: Cryogenic to elevated temperatures. **Materials Science and Engineering: A**, v. 849, n. June, p. 143528, 2022.
- [12] MAGALHÃES, D. C. C.; HUPALO, M. F.; CINTHO, O. M. Natural aging behavior of AA7050 Al alloy after cryogenic rolling. **Materials Science and Engineering: A**, v. 593, p. 1–7, 2014.
- [13] MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behavior of Materials**. Nova Iorque, EUA: Cambridge University Press, 2009.

- [14] ASKELAND, D. R.; FULAY, P. P.; WRIGHT, W. J. **The Science and Engineering of Materials**. 6. ed. Stamford: Cengage Learning, 2010.
- [15] WALSH, R. P. Tension and Temperatures Compression Testing at Low. In: **ASM Handbook v. 8: Mechanical testing and evaluation**. [s.l.] ASM International, 2004.
- [16] IZUMI, M. T. et al. In Situ X-Ray Diffraction Analysis of Face-Centered Cubic Metals Deformed at Room and Cryogenic Temperatures. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 28, n. 8, p. 4658–4666, 2019.
- [17] CRIVOI, M. R. et al. In situ analysis of cryogenic strain of AISI 316L stainless steel using synchrotron radiation. **Cryogenics**, v. 105, n. December 2019, p. 103020, 2020.
- [18] WESTBROOK, J. H. Superalloys (Ni-base) and Dislocations- An Introduction. In: **Dislocations in Solids**. [s.l.] Elsevier Science, 1996.
- [19] STOLOFF, N. S. Wrought and P/M Superalloys. **Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys**, p. 950–980, 1990.
- [20] ROY, S. et al. A brief review on machining of inconel 718. **Materials Today: Proceedings**, v. 5, n. 9, p. 18664–18673, 2018.
- [21] BATTAGLIA, F. et al. Experimental Characterization of an Additively Manufactured Inconel 718 Heat Exchanger for High-Temperature Applications. **Energies (Basel)**, v. 16, n. 10, p. 4156, 2023.
- [22] STACHOWIAK, A. et al. Comparison of tribocorrosion resistance of Inconel® 718 alloy manufactured by conventional method and laser powder bed fusion method. **Tribology international**, v. 182, p. 108368, 2023.
- [23] LETENNEUR, M.; KREITZBERG, 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, n. 1, 2019.
- [24] SHESHADRI, R. et al. Experimental investigation of selective laser melting parameters for higher surface quality and microhardness properties: taguchi and super ranking concept approaches. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 14, p. 2586–2600, 2021.
- [25] **Additive Manufacturing - General Principles - Terminology**. **ASTM International**, 2021. Disponível em: <<https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:69669:en%0Ahttps://www.iso.org/standard/69669.html%0Ahttps://www.astm.org/Standards/ISOASTM52900.htm>>
- [26] VOLPATO, G. M.; TETZLAFF, U.; FREDEL, M. C. A comprehensive literature review on laser powder bed fusion of Inconel superalloys. **Additive manufacturing**, v. 55, p. 102871, 2022.
- [27] ZHOU, L. et al. Microstructure, precipitates and mechanical properties of powder

- bed fused inconel 718 before and after heat treatment. **Journal of materials science & technology**, v. 35, n. 6, p. 1153–1164, 2019.
- [28] HOSSEINI, E.; POPOVICH, V. A. A review of mechanical properties of additively manufactured Inconel 718. **Additive manufacturing**, v. 30, p. 100877, 2019.
 - [29] KOU, S. **Welding Metallurgy**. 2. ed. Nova Jersey, EUA: John Wiley & Sons, 2003.
 - [30] SHI, J. J. et al. Effect of heat treatment on microstructure and small punch creep property of selective laser melted Inconel 718 alloy. **Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing**, v. 853, p. 143748, 2022.
 - [31] BABU, S. S. et al. Characterization of the microstructure evolution in a nickel base superalloy during continuous cooling conditions. **Acta Materialia**, v. 49, n. 20, p. 4149–4160, 2001.
 - [32] ZHAO, Y. et al. Impact of homogenization on microstructure-property relationships of Inconel 718 alloy prepared by laser powder bed fusion. **Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing**, v. 826, p. 141973, 2021.
 - [33] ZHANG, Z. et al. Hydrogen assisted crack initiation and propagation in a nickel-based superalloy. **Acta Materialia**, v. 113, p. 272–283, 2016.
 - [34] GUAN, H. et al. Precipitation of δ phase in Inconel 718 superalloy: The role of grain boundary and plastic deformation. **Materials Today Communications**, v. 36, n. June, p. 106582, 2023.
 - [35] XI, N. et al. Role of δ -phase on Mechanical Behaviors of Additive Manufactured Inconel 718: Detailed Microstructure Analysis and Crystal Plasticity Modelling. **International journal of plasticity**, v. 168, p. 103708, 2023.
 - [36] CALANDRI, M. et al. Texture and Microstructural Features at Different Length Scales in Inconel 718 Produced by Selective Laser Melting. **Materials**, v. 12, n. 8, p. 1293, 2019.
 - [37] VIKRAM, R. J.; SINGH, A.; SUWAS, S. Effect of heat treatment on the modification of microstructure of selective laser melted (SLM) IN718 and its consequences on mechanical behavior. **Journal of materials research**, v. 35, n. 15, p. 1949–1962, 2020.
 - [38] YU, X. et al. Influence of post-heat-treatment on the microstructure and fracture toughness properties of Inconel 718 fabricated with laser directed energy deposition additive manufacturing. **Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing**, v. 798, p. 140092, 2020.
 - [39] ZHAO, Y.; XIONG, W. Influence of Homogenization on Phase Transformations during Isothermal Aging of Inconel 718 Superalloys Fabricated by Additive Manufacturing and Suction Casting. **Materials**, v. 16, n. 14, p. 4968, 2023.

- [40] GHAEMIFAR, S.; MIRZADEH, H. Precipitation kinetics of niobium carbide (NbC) during homogenization heat treatment of additively manufactured inconel 718 superalloy. **Journal of materials research and technology**, v. 25, p. 1774–1781, 2023.
- [41] ERICKSON, G. L. Polycrystalline Cast Superalloys. In: **Properties and Selection: Irons Steels and High Performance Alloys**. [s.l.] ASM International, 1990. p. 2386–2424.
- [42] ZHAO, Y. et al. Comparative study on the microstructure evolution of selective laser melted and wrought IN718 superalloy during subsequent heat treatment process and its effect on mechanical properties. **Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing**, v. 791, p. 139735, 2020.
- [43] ZHOU, F. et al. Effects of post-heat treatment on anisotropic mechanical properties of laser additively manufactured IN718. **Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing**, v. 877, p. 145144, 2023.
- [44] SANDVIK. **Osprey ® Alloy 718-Am Viga Powder for Additive Manufacturing**. Disponível em <https://www.metalpowder.sandvik/siteassets/metal-powder/datasheets/osprey-alloy-718-am-viga.pdf>. Acesso em 02 jul. de 2025.
- [45] SINGH, V. K. et al. Dissolution of the Laves phase and δ -precipitate formation mechanism in additively manufactured Inconel 718 during post printing heat treatments. **Additive Manufacturing**, v. 81, n. August 2023, p. 104021, 2024.
- [46] MOSTAFA, A. et al. Structure, Texture and Phases in 3D Printed IN718 Alloy Subjected to Homogenization and HIP Treatments. **Metals (Basel)**, v. 7, n. 6, p. 196, 2017.
- [47] CHANDLER, H. **Heat Treater's Guide Practices and Procedures for ferrous Alloys**. Materials Park: ASM International, 1996.
- [48] GRUBER, K. et al. Mechanical properties of Inconel 718 additively manufactured by laser powder bed fusion after industrial high-temperature heat treatment. **Journal of manufacturing processes**, v. 73, p. 642–659, 2022.
- [49] ZHAO, R. et al. Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Properties of Inconel 718 Alloy Fabricated by Selective Laser Melting. **Journal of materials engineering and performance**, v. 31, n. 1, p. 353–364, 2022.
- [50] MILEWSKI, J. O. **Additive Manufacturing of Metals**. [s.l.] Springer, 2017.
- [51] NOURI, A. et al. Additive manufacturing of metallic and polymeric load-bearing biomaterials using laser powder bed fusion: A review. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 94, p. 196–215, 2021.
- [52] 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.
- [53] ZHANG, D. et al. Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser melting manufactured Inconel 718 superalloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 644, p. 32–40, 2015.
 - [54] NADAMMAL, N. et al. Critical role of scan strategies on the development of microstructure, texture, and residual stresses during laser powder bed fusion additive manufacturing. **Additive manufacturing**, v. 38, p. 101792, 2021.
 - [55] OLIVEIRA, J. P.; LALONDE, A. D.; MA, J. Processing parameters in laser powder bed fusion metal additive manufacturing. **Materials & design**, v. 193, n. C, p. 108762, 2020.
 - [56] MARCHESE, G. et al. Characterization and Comparison of Inconel 625 Processed by Selective Laser Melting and Laser Metal Deposition. **Advanced Engineering Materials**, v. 19, n. 3, p. 1–9, 2017.
 - [57] XU, L. et al. Dual precipitate simultaneous enhancement of tensile and fatigue strength in (FeCoNi)₈₆Al₇Ti₇ high-entropy alloy fabricated using selective laser melting. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 148, p. 90–104, 2023.
 - [58] ZHAO, Y. et al. Controlling factors determining flowability of powders for additive manufacturing: A combined experimental and simulation study. **Powder Technology**, v. 393, p. 482–493, 2021.
 - [59] YIM, S. et al. Effect of powder morphology on flowability and spreading behavior in powder bed fusion additive manufacturing process: A particle-scale modeling study. **Additive Manufacturing**, v. 72, n. January, p. 103612, 2023.
 - [60] PACCOU, E. et al. Investigations of powder reusing on microstructure and mechanical properties of Inconel 718 obtained by additive manufacturing. **Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing**, v. 828, p. 142113, 2021.
 - [61] GRUBER, K. et al. Evaluation of Inconel 718 Metallic Powder to Optimize the Reuse of Powder and to Improve the Performance and Sustainability of the Laser Powder Bed Fusion (LPBF) Process. **Materials**, v. 14, n. 6, p. 1538, 2021.
 - [62] SUNAY, N. et al. Effects of heat treatment on surface integrity and wear performance of Inconel 718 alloy fabricated by laser powder bed fusion process additive manufacturing under different laser power and scanning speed parameters. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**, v. 45, n. 8, 2023.
 - [63] GUO, C. et al. Effect of processing parameters on surface roughness, porosity and cracking of as-built IN738LC parts fabricated by laser powder bed fusion. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 285, n. June, p. 116788, 2020.

- [64] ROHITH, S. et al. Modelling and optimization of selective laser melting parameters using Taguchi and super ranking concept approaches. **International Journal on Interactive Design and Manufacturing**, v. 17, n. 5, p. 2415–2427, 2023.
- [65] PERIANE, S. et al. Influence of heat treatment on the fatigue resistance of Inconel 718 fabricated by selective laser melting (SLM). **Materials today : proceedings**, v. 46, p. 7860–7865, 2021.
- [66] KING, W. E. et al. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 214, n. 12, p. 2915–2925, 2014.
- [67] TROSCH, T. et al. Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Inconel 718 compared to forging and casting. **Materials letters**, v. 164, p. 428–431, 2016.
- [68] ZHANG, H. et al. Deformation Mechanism of L12- γ' Phase in Bimodal γ'' - γ' Precipitation Hardened Inconel 718 Superalloy. **Advanced Engineering Materials**, v. 20, n. 11, p. 10–13, 2018.
- [69] CHATURVEDI, M. C.; HAN, Y. F. Strengthening mechanisms in Inconel 718 superalloy. **Metal Science**, v. 17, n. 3, p. 145–149, 1983.
- [70] BHADESHIA, H. K. D. H. The Sheeting of γ' Precipitates in a Nickel-Based Superalloy. **University of Cambridge**. Disponível em: <<https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/2005/shear/shear.html>>. Acesso em 02 jul. de 2025.
- [71] LV, D. C. et al. Deformation mechanisms of D022 ordered intermetallic phase in superalloys. **Acta Materialia**, v. 118, p. 350–361, 2016.
- [72] ZHOU, S. et al. Microstructure-performance relationships in Ni-based superalloy with coprecipitation of γ' and γ'' phases. **Materials Science and Engineering: A**, v. 855, n. June, p. 143954, 2022.
- [73] DEL VALLE, J. A.; PICASSO, A. C.; ROMERO, R. Work-hardening in Inconel X-750: Study of Stage II. **Acta Materialia**, v. 46, n. 6, p. 1981–1988, 1998.
- [74] ASTM. **Behavior of Materials at Cryogenic Temperatures**. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 1966.
- [75] DODARAN, M. S. et al. A theoretical calculation of stacking fault energy of Ni alloys: The effects of temperature and composition. **Computational Materials Science**, v. 191, n. February, p. 110326, 2021.
- [76] PADILHA, A. F.; SICILIANO JR., F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. 3. ed. São Paulo, BR: ABM, 2005.
- [77] GONG, Y. L. et al. The influence of strain rate, deformation temperature and stacking fault energy on the mechanical properties of Cu alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 583, p. 199–204, 2013.

- [78] PATRA, P. et al. Influence of alloying elements on stacking fault energy in Ni and Ni-based alloy: A first-principles study. **Computational and Theoretical Chemistry**, v. 1240, n. May, p. 114815, 2024.
- [79] WANG, Y. Q. et al. Microstructure evolutions and deformation mechanisms of a Ni-based GH3536 Superalloy during loading at 293 K and 77 K. **Materials Characterization**, v. 206, n. PA, p. 113422, 2023.
- [80] TAI, C.-L. et al. Cryogenic strengthening of Fe₂₇Co₂₄Ni₂₃Cr₂₆ high-entropy alloys via hierarchical nanotwin-driven mechanism. **Materials Science and Engineering: A**, v. 897, n. December 2023, p. 146317, 2024.
- [81] DING, Q. et al. Nano-twin-induced exceptionally superior cryogenic mechanical properties of a Ni-based GH3536 (Hastelloy X) superalloy. **Materials Today Nano**, v. 14, p. 100110, 2021.
- [82] WANG, X. G. et al. Tensile behaviors and deformation mechanisms of a nickel-base single crystal superalloy at different temperatures. **Materials Science and Engineering: A**, v. 598, p. 154–161, 2014.
- [83] PRAVEEN, K. V. U.; SASTRY, G. V. S.; SINGH, V. Work-hardening behavior of the Ni-Fe based superalloy IN718. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 39, n. 1, p. 65–78, 2008.
- [84] AL-LAMI, J. et al. Plastic inhomogeneity and crack initiation in hybrid wrought - additively manufactured Inconel 718. **Materials characterization**, v. 199, p. 112815, 2023.
- [85] ANAM, M. A. et al. Effect of scan pattern on the microstructural evolution of inconel 625 during selective laser melting. SOLID FREEFORM FABRICATION SYMPOSIUM, 25, 2014, Austin. **Anais**. [...] Austin: The University of Texas in Austin, 2014. p. 363–376.
- [86] ARISOY, Y. M. et al. Influence of scan strategy and process parameters on microstructure and its optimization in additively manufactured nickel alloy 625 via laser powder bed fusion. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 90, n. 5–8, p. 1393–1417, 2017.
- [87] NABAVI, S. F.; DALIR, H.; FARSHIDIANFAR, A. A comprehensive review of recent advances in laser powder bed fusion characteristics modeling: metallurgical and defects. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 132, n. 5–6, p. 2233–2269, 2024.
- [88] CASTRO, M. **Estudo da influência da pré-deformação na fragilização por hidrogênio do aço uns s32750**. 2024. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2024.
- [89] IZUMI, M. T. **Estudo da fragilização por hidrogênio de aços inoxidáveis austeníticos**. 2024. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2024.

- [90] ENGLER, O.; ZAEFFERER, S.; RANDLE, V. **Introduction to texture analysis**. 3. ed. Boca Raton, EUA: CRC Press, 2024.
- [91] LI, X. et al. Effect of heat treatment on microstructure evolution of Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting. **Journal of alloys and compounds**, v. 764, p. 639–649, 2018.
- [92] NUNES, R. M. et al. Delta phase characterization in inconel 718 alloys through x-ray diffraction. **ISIJ International**, v. 55, n. 11, p. 2450–2454, 2015.
- [93] HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. 2. ed. Kidlington, Reino Unido: Elsevier, 2004.
- [94] LILLYWHITE, S. J.; PRANGNELL, P. B.; HUMPHREYS, F. J. Interactions between precipitation and recrystallisation in an Al-Mg-Si alloy. **Materials Science and Technology**, v. 16, n. 10, p. 1112–1120, 2000.
- [95] SANCHEZ, S. et al. The creep behaviour of nickel alloy 718 manufactured by laser powder bed fusion. **Materials and Design**, v. 204, p. 109647, 2021.

ANEXO A – ANÁLISE DE POROSIDADE DA MATRIZ

Amostra	Potência do laser (W)	Velocidade de varredura (mm/s)	Hatch spacing (mm)	Espessura de camada (mm)	Densidade de energia volumétrica (J/mm ³)	Densidade média (%)	Variância	Porosidade (%)
1	217	750	0,08	0,04	90,41666667	99,918	4,05E-07	0,0819897
2	217	800	0,08	0,04	84,765625	99,4655	3,13E-06	0,5344628
3	217	850	0,08	0,04	79,77941176	99,8707	4,81E-07	0,1292617
4	217	900	0,08	0,04	75,34722222	99,812	6,98E-07	0,1879721
5	217	950	0,08	0,04	71,38157895	99,8262	5,47E-07	0,1737504
6	217	1000	0,08	0,04	67,8125	99,9073	9,18E-08	0,0926777
7	217	1050	0,08	0,04	64,58333333	99,785	6,29E-07	0,215049
8	217	1100	0,08	0,04	61,64772727	99,9026	4,04E-08	0,0974163
9	217	1150	0,08	0,04	58,9673913	96,7592	0,000257	3,2407801
10	217	1200	0,08	0,04	56,51041667	99,7693	1,65E-06	0,2306889
11	217	750	0,09	0,04	80,37037037	99,8522	6,11E-07	0,1477898
12	217	800	0,09	0,04	75,34722222	99,8702	3,68E-07	0,1297603
13	217	850	0,09	0,04	70,91503268	99,8969	2,65E-07	0,1030659
14	217	900	0,09	0,04	66,97530864	97,44	1,3E-07	2,5599649
15	217	950	0,09	0,04	63,4502924	99,9168	2,56E-07	0,0832489
16	217	1000	0,09	0,04	60,27777778	99,7245	4,59E-06	0,2755368
17	217	1050	0,09	0,04	57,40740741	99,8774	2,83E-07	0,1226465
18	217	1100	0,09	0,04	54,7979798	99,8072	1,14E-06	0,1927966
19	217	1150	0,09	0,04	52,41545894	99,8483	6,11E-07	0,1516839
20	217	1200	0,09	0,04	50,23148148	99,0782	3,6E-05	0,921818
21	217	750	0,10	0,04	72,33333333	99,6796	8,67E-07	0,32035
22	217	800	0,10	0,04	67,8125	99,5502	2,07E-06	0,4497769
23	217	850	0,10	0,04	63,82352941	09,6909	1,35E-06	0,309099
24	217	900	0,10	0,04	60,27777778	09,6432	2,65E-06	0,3567764
25	217	950	0,10	0,04	57,10526316	99,721	5,78E-07	0,2789592
26	217	1000	0,10	0,04	54,25	99,8069	1,49E-06	0,1930882
27	217	1050	0,10	0,04	51,66666667	99,2891	1,62E-05	0,7108994
28	217	1100	0,10	0,04	49,31818182	99,0331	3,58E-05	0,9669207
29	217	1150	0,10	0,04	47,17391304	98,4323	3,33E-05	1,5676954
30	217	1200	0,10	0,04	45,20833333	99,7516	3,23E-07	0,2484341
31	217	750	0,11	0,04	65,75757576	99,9001	2,09E-07	0,0999429
32	217	800	0,11	0,04	61,64772727	99,7404	1,95E-06	0,2595672
33	217	850	0,11	0,04	58,02139037	99,6599	9E-07	0,3401476
34	217	900	0,11	0,04	54,7979798	99,7992	1,58E-07	0,2008298
35	217	950	0,11	0,04	51,9138756	99,7866	1,14E-06	0,2133667
36	217	1000	0,11	0,04	49,31818182	98,9316	7,09E-06	1,068363
37	217	1050	0,11	0,04	46,96969697	99,1741	2,34E-05	0,8259445
38	217	1100	0,11	0,04	44,83471074	98,0214	0,000127	1,9785684
39	217	1150	0,11	0,04	42,88537549	98,0693	0,000209	1,9306984
40	217	1200	0,11	0,04	41,09848485	98,4416	4,08E-05	1,5583721