UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

FILIPPE CORRÊA PINTO

Avaliação da estabilidade microestrutural do aço inoxidável austenítico 316L
processado por fusão seletiva a *laser*

Lorena

2020

FILIPPE CORRÊA PINTO

Avaliação da estabilidade microestrutural do aço inoxidável austenítico 316L
processado por fusão seletiva a *laser*

Tese apresentada à Escola de Engenharia de
Lorena da Universidade de São Paulo para a
obtenção do título de Doutor em Ciências do
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de
Materiais na Área de Concentração de Materiais
Convencionais e Avançados

Orientador: Prof. Dr. Hugo R. Z. Sandim

Versão Corrigida

Lorena

2020

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Pinto, Filipe Corrêa

Avaliação da estabilidade microestrutural do aço inoxidável austenítico 316L processado por fusão seletiva a laser / Filipe Corrêa Pinto; orientador Hugo Ricardo Zschommler Sandim - Versão Corrigida. - Lorena, 2020.
122 p.

Tese (Doutorado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo.
2020

1. Manufatura aditiva. 2. Fusão seletiva a laser (fsl). 3. Aisi 316l. 4. Textura. 5. Nucleação e recristalização. I. Título. II. Sandim, Hugo Ricardo Zschommler, orient.

*Dedico este trabalho à minha esposa Nathalia e aos meus
filhos Lucas e Gabriel por todo apoio, incentivo e compreensão.*

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim pela orientação, apoio e pelo grande aprendizado ao longo de toda a minha formação;

À minha esposa Nathalia por todo apoio, incentivo, companheirismo e compreensão durante toda esta jornada;

Aos meus filhos Lucas e Gabriel que com toda inocência me incentivam e inspiram todos os dias;

Aos meus pais Celso e Natalina por tudo que fizeram por mim ao longo da minha vida e pela compreensão durante minha ausência;

Às minhas irmãs e sobrinhos pelo apoio e compreensão durante a minha ausência;

Aos meus sogros Jardim e Kika e todos familiares por todo apoio, incentivo e suporte;

Ao Dr. Jorge Vicente da Silva e ao Eng. Paulo Inforçatti (CTI Renato Archer, Campinas - Brasil) pela manufatura e fornecimento das peças estudadas nesta Tese;

À FAPESP pelo apoio financeiro ao projeto (Processo FAPESP 2017/02485-2);

Ao Prof. Dr. Raúl E. Bolmaro (Instituto de Física de Rosário, Rosário – Argentina) pela colaboração com as medidas de EBSD;

Ao Prof. Dr.-Ing. Dierk Raabe (Max-Planck- Institut für Eisenforschung, Düsseldorf – Alemanha) pelas medidas de EBSD, DRX e nanoindentação;

À Aperam South America (Timóteo – MG) pelas medidas de composição química;

Ao amigo Isnaldi pelo grande apoio e suporte durante o desenvolvimento desta Tese

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais (PPGEM) da EEL-USP por todo o auxílio e aprendizado;

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET-RJ) pelo incentivo à minha capacitação;

À empresa *Maxion Wheels*, em especial à Engenharia Avançada – Carlos Eduardo Lopes pela oportunidade e incentivo à minha capacitação;

A todos que, mesmo não sendo citados, de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

*“The secret of genius is to carry the spirit of the child into old age, which means never
losing your enthusiasm!”*

(O segredo da genialidade é conservar o espírito de criança até à velhice, o que significa
nunca perder o entusiasmo).

Aldous Huxley

RESUMO

PINTO, F. C. **Avaliação da estabilidade microestrutural do aço inoxidável austenítico 316L processado por fusão seletiva a *laser***. 2019. 122 p. Tese (Doutorado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2020.

A fusão seletiva a *laser* (FSL) desperta grande interesse industrial devido ao seu potencial de construção de peças a partir de modelos em três dimensões produzidos em computador sem a necessidade de ferramentais e usinagem. Além disso, esta técnica possibilita a fabricação de peças com geometrias complexas que não poderiam ser manufaturadas por processos convencionais. Nesta Tese de Doutorado foi investigada a estabilidade microestrutural do aço inoxidável austenítico 316L fabricado por FSL. Os materiais processados por esta técnica possuem microestruturas únicas que variam de acordo com as condições de processo e diferem completamente das obtidas nos processos de fabricação convencionais. O material foi caracterizado na condição como fabricado e após recozimento. A caracterização microestrutural das amostras foi realizada utilizando-se microdureza Vickers, microscopia ótica, eletrônica de varredura e difração de elétrons retroespalhados. O material como fabricado possui uma fina dispersão de partículas nanométricas de rodonita (MnSiO_3) e uma estrutura celular refinada com tamanho de cerca 380 nm. Após o recozimento a 1150°C, foi possível acompanhar a evolução da recristalização. A nucleação começa na região central da poça de fusão, região que possui a maior quantidade de energia armazenada, e avança para as demais regiões até o término da recristalização. A força motriz para esta transformação no estado sólido é a energia elástica armazenada na forma de células de discordâncias responsáveis pelas tensões residuais desenvolvidas no material. As discordâncias estão, em sua maioria, armazenadas nas células com uma densidade de cerca de $1,5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$. O recozimento em 1200 e 1300°C por 1 h promove o crescimento normal de grão. As partículas nanométricas de óxido engrossam à medida que a frente de recristalização avança. Ao término da recristalização, a textura do material enfraquece ainda mais, tornando-se aleatória.

Palavras-chave: Manufatura aditiva. Fusão seletiva a *laser* (FSL). AISI 316L. textura. Nucleação e recristalização.

ABSTRACT

PINTO, F. C. **Evaluation of the microstructural stability of 316L austenitic stainless steel manufactured by selective laser melting.** 2019. 122 p. Thesis (Doctoral of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2020.

Selective laser melting (SLM) has gained industrial interest in recent years due to its potential for building parts from 3-D models produced in computer without the need of tooling and machining. In addition, this technique enables the fabrication of parts with complex geometries that could not be manufactured by conventional manufacturing processes. In this Thesis, the microstructural stability of 316L austenitic stainless steel manufactured by SLM has been investigated. The materials processed by this additive manufacturing technique display unique microstructures which vary according to processing conditions and differ completely from those obtained in conventional manufacturing processes. The material was characterized in the as-built condition and after annealing. The microstructural characterization was performed using Vickers microhardness testing, nanoindentation, optical microscopy, scanning electron microscopy and electron backscatter diffraction. The material in the as-built condition has a fine dispersion of rodnite (MnSiO_3) nanoparticles with sizes in the range of tens of nm and a refined cellular structure with sizes of about 380 nm. Upon isothermal annealing at 1150°C, it was possible to follow the evolution of static recrystallization. Nucleation starts in the center of the melting pool, which has higher stored elastic energy, and evolves to the neighboring regions among the tracks until full recrystallization. The driving force for such solid-state reaction is the elastic energy stored as dislocation cells, responsible for the residual stresses that build up in the material. Dislocations are most stored at solidification cells with a density of about $1.5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$. The nanosized oxide particles coarsen as the recrystallization front moves. Annealing at 1200 and 1300°C for 1 hour promotes normal grain growth. Texture weakens as recrystallization proceeds and becomes random for longer annealing times.

Keywords: Additive manufacturing. Selective *laser* melting. AISI 316L. Texture. Nucleation and recrystallization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Vendas globais de produtos (preto) e serviços (cinza) de manufatura aditiva entre os anos de 1993 e 2018. Valores em milhões de dólares.	25
Figura 2 - Comparativo de custos entre a manufatura tradicional e a manufatura aditiva.....	27
Figura 3 - Exemplos de aplicação da manufatura aditiva (a) Novo tênis Adidas <i>Futurecraft</i> produzido por MA. (b) Peças de reposição produzidas em alumínio pela Mercedes-Benz. (c) Suporte do Airbus A350 produzido por LBM com a geometria otimizada, 30% de redução do peso em relação à peça produzida de forma convencional. (d) Implantes de Ti para o crânio e pélvis.	28
Figura 4 - Categorias dos processos de MA de acordo com a norma ISO/ASTM.	31
Figura 5 - Diagrama esquemático do funcionamento do processo de: (a) fotopolimerização em cuba, (b) extrusão de material, (c) jateamento de material, (d) jateamento de aglutinante, (e) deposição direta de energia, (f) laminação de placas.	37
Figura 6 - Sistema de coordenadas SD, TD e BD, para diferentes seções transversais.....	38
Figura 7 – Principais estratégias de varreduras utilizadas nos processos de PBF: (a) unidirecional longa, (b) bidirecional longa, (c) bidirecional longa com ângulo entre camadas de 90°, (d) em ilhas e (e) em ilhas com deslocamento de 1 mm entre camadas.	38
Figura 8 – Modos de transferência de calor nos processos de manufatura aditiva.	39
Figura 9 – Perfil de temperatura simulado obtido por meio de modelos numéricos nas seguintes condições: (a) $P = 400 \text{ W}$ e $V=0,4 \text{ m/min}$, (b) $P = 600 \text{ W}$ e $V=0,4 \text{ m/min}$, (c) $P = 400 \text{ W}$ e $V = 0,2 \text{ m/min}$ e (d) $P = 600 \text{ W}$ e $V = 0,6 \text{ m/min}$	40
Figura 10 – Variação na geometria da poça de fusão em várias condições de potência de <i>laser</i> e velocidade de varredura. Os valores obtidos de largura e profundidade da poça de fusão foram simulados nas condições de: (a) 120 W-1000 mm/s, (b) 120 W-750 mm/s, (c) 150 W-1000 mm/s, (d) 150 W-750 mm/s, respectivamente.....	41
Figura 11 – (a) Comparação entre os valores de temperatura ao longo do perfil de varredura do feixe de <i>laser</i> por elementos finitos e medidos experimentalmente no plano xy. (b) Simulação da distribuição de temperatura ao longo da direção xy...	42
Figura 12 - Histórico térmico no topo da primeira camada após a deposição de 19 camadas em sequência. Comparação do modelo com os dados experimentais..	43
Figura 13 - Porosidade versus densidade de energia do <i>laser</i> para peças produzidas por FSL. As medições foram realizadas via MO na amostra nas direções paralela (lateral) e perpendicular (topo) à direção de varredura.	46
Figura 14 - Imagens de microscopia ótica mostrando a variação da porosidade de acordo com o aporte de energia.	46
Figura 15 - Imagens de MEV mostrando as características de <i>balling</i> sob diferentes velocidades de varredura (a) 50 mm/s; (b) 400 mm/s; (c) 600 mm/s; 800 mm/s. .	48

Figura 16 - Peças de aço de alta resistência produzidas com as seguintes temperaturas de pré-aquecimento (a) 90°C, (b) 150°C e (c) 200°C.	49
Figura 17 - Delaminação proveniente da refusão insuficiente (falta de penetração) do substrato.	49
Figura 18 - Mecanismo de gradiente de temperatura induzindo tensões residuais na peça.	51
Figura 19 - Imagens da superfície do material processado por FSL com ângulo entre camadas (a) 0° (b) 90°.	52
Figura 20 - Imagens de microscopia eletrônica para o aço AISI 316L fabricado por FSL.	52
Figura 21 – Diagrama esquemático mostrando a migração da interface sólido-líquido durante a solidificação para (a) modo condução, (b) modo keyhole.	53
Figura 22 – Visualização 3D da microestrutura de uma amostra de aço AISI316L. Visualização esquemática da poça de fusão estão apresentadas nas IPF's dos planos: b) TD-BD, c) SD-TD e d) SD-BD.	54
Figura 23 – IPF de uma superliga a base de níquel (IN718) mostrando o controle local de orientação dos grãos.	55
Figura 24 - Análise de EBSD de um corpo de prova triplo de superliga à base de níquel (IN738LC) construído variando-se as estratégias de varredura A, C e B na condição como fabricado. (a) Figuras de polo inversa, (b) OIM, (c) Figuras de polo.	56
Figura 25 - Micrografia da seção lateral do aço AISI 316L produzido por FSL. As setas pretas mostram porosidades geradas pela falta de fusão entre camadas. .	57
Figura 26 – Relação entre a dureza e o tamanho de grão para o aço AISI 316L fabricado por FSL na condição como fabricado (triângulo preto), tratado termicamente (quadrado azul) e o aço 316L forjado disponível comercialmente (vermelho).	59
Figura 27 - Alívio de tensões por meio de recozimento a vácuo de uma peça de ferro produzida por FSL.	61
Figura 28 - Esquema de construção dos corpos-de-prova de Inconel 939 (a) horizontal, (b) vertical e figuras de polo inversas das amostras nas condições: como construída (c) 0° (d) 90° e recozida por 4 h a 1160°C (e) 0° (f) 90°.	62
Figura 29 – (a). Diagrama esquemático mostrando as condições de construção das peças por FSL. BD representa a direção de construção e SD1 e SD2 representam as direções de varredura; (b) Cilindro na condição como fabricado do aço AISI 316L produzido por FSL.	64
Figura 30 – Micrografias em MEV do pó do aço AISI 316L utilizado na fabricação das peças. Vista geral e detalhe da morfologia e rugosidade superficial da amostra.	70
Figura 31 - Difratograma de raios X do aço AISI 316L utilizado na fabricação das peças. Os triângulos representam os picos de austenita enquanto os círculos representam os picos de ferrita na amostra.	70
Figura 32 - Micrografias da superfície polida do material na condição como fabricada mostrando a presença de poros (a) Vista de topo, (b) vista lateral. As	

regiões circuladas em vermelho mostram poros formados devido à falta de fusão entre camadas.	71
Figura 33 - Distribuição do tamanho de poros na peça do aço inoxidável AISI 316L fabricado por FSL.....	72
Figura 34 – Representação esquemática da microestrutura do cilindro manufaturado por FSL do aço AISI 316L na condição como fabricado. Micrografia obtida via MO (ataque eletrolítico com ácido oxálico).	73
Figura 35 - Micrografias obtidas por MO do aço AISI 316L produzido por FSL das seguintes regiões: (a) e (b) vista de topo (SD1 x SD2), (c) e (d) vista lateral (SD1 x BD). A região indicada pelo círculo branco mostra a formação de uma estrutura celular. A seta azul está evidenciando uma região com crescimento epitaxial dos grãos. As amostras foram atacadas eletroliticamente com ácido oxálico.	74
Figura 36 – Micrografia do aço AISI 316L na condição como fabricada, obtida por meio da técnica de ECCI (<i>electron channeling contrast imaging</i>) mostrando: (a) visão geral da microestrutura do tipo de tabuleiro de xadrez evidenciada na vista SD1xSD2 e (b) vista ampliada evidenciando as trilhas de varredura formadas não centro da poça de fusão, indicadas pela seta azul e o encontro entre duas poças de fusão, indicadas pela linha tracejada laranja.....	76
Figura 37 - Micrografia do aço AISI 316L na condição como fabricada, obtida por meio da técnica de ECCI mostrando: (a) visão geral da microestrutura do tipo “escama de peixe” na vista SD1 x BD e (b) vista de ampliada evidenciando as trilhas de varredura formadas no centro da poça de fusão, indicadas pela seta azul e o encontro entre duas poças de fusão, indicadas pela linha tracejada laranja.	76
Figura 38 – Diagrama esquemático da microestrutura resultante do processo de L-PBF utilizando durante a construção da peça com rotação de 90° entre camadas.	77
Figura 39 – Microestrutura do aço AISI 316L na condição como fabricado, observada por meio da técnica de ECCI evidenciando a formação da estrutura celular nas regiões: (a) vista geral de topo, (b) vista de topo ampliada evidenciando a morfologia hexagonal no sentido perpendicular das células (linhas tracejadas brancas), (c) vista lateral e (d) vista lateral ampliada evidenciando a morfologia de fibras no sentido longitudinal das células (linhas tracejadas brancas).	78
Figura 40 - Microestrutura do aço AISI 316L produzido por FSL na condição como fabricado, observado com o auxílio da técnica de ECCI (<i>electron channeling contrast imaging</i>). As setas brancas indicam as nanopartículas evidenciadas. ...	79
Figura 41 - Simulações termodinâmicas em Thermo-Calc® mostrando as frações de fases das condições em (a) equilíbrio, (b) metaestável e composição química em equilíbrio das fase (c) espinélio e (d) rodonita.....	80
Figura 42 - Cálculo termodinâmico utilizando o módulo Scheil. A seta vermelha indica a formação de rodonita nos últimos estágios de solidificação.	81
Figura 43 - Distribuição do tamanho de partícula do aço AISI 316L produzido por FSL na condição como fabricado.....	82
Figura 44 - Mapas de EBSD do aço AISI 316L produzido por FSL na condição como fabricado mostrando a vista de topo, onde: (a) Mostra as características de contorno	

de alto e baixo ângulo, linhas pretas e vermelhas, respectivamente, (b) Figura de polo inversa (IPF).	84
Figura 45 - Valores de nanoindentação para o aço AISI 316L produzido por FSL na condição como fabricado. (a) gráfico de contorno, (b) mapa de IPF da região analisada. As linhas tracejadas correlacionam a localização das trilhas nas duas imagens.	84
Figura 46 - Difrátogramas de raios X utilizando radiação de Mo-K α das amostras de aço AISI 316L produzido por FSL. Inferior pó (preto), superior, peça na condição como fabricada.	85
Figura 47 - Evolução microestrutural do aço AISI 316L fabricado por FSL recozido na temperatura de 1150°C por (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 60 min, (d) 240 min e (e) 2880 min. Imagens obtidas via MO.	87
Figura 48 - Figura de polo inversa do aço AISI 316L mostrando o estágio inicial de recristalização das amostras recozidas isotermicamente por (a) 5 min, (b) 15 min, (c) 60 min, (d) 240 min and (e) 2880 min.	88
Figura 49 – Mapas de GOS (<i>Grain Orientation Spread</i>) do aço AISI 316L mostrando a evolução da recristalização nas amostras recozidas por: (a) como fabricada, (b) 5 min, (c) 15 min e (d) 60 min. As regiões brancas apresentam GOS < 1°.	90
Figura 50 – Curva de amolecimento e da evolução da fração recristalizada do aço AISI 316L produzido por FSL e recozido em 1150°C por diversos tempos.	91
Figura 51 - Gráfico JMAK da cinética de recristalização primária do aço AISI 316L processado por FSL e recozido em 1150°C por diversos tempos.	92
Figura 52 - Difrátogramas de raios X das amostras nas condições como fabricada e recozidas isotermicamente por 15, 30, 60, 240 e 960 min com os picos indexados.	93
Figura 53 – Evolução da fração dos contornos de alto ângulo, baixo ângulo e do tipo CSL $\Sigma 3$, após o recozimento isotérmico por diversos tempos.	94
Figura 54 – Dados de difração obtidos para o aço 316L na condição como fabricado (quadrados pretos). O refinamento Rietveld correspondente ao difratograma calculado e está representado pela linha vermelha.	96
Figura 55 – Evolução da densidade de discordâncias no aço AISI 316L produzido por FSL na condição como fabricado e após recozimento isotérmico.	97
Figura 56 – Figuras de polo calculadas a partir dos mapas de EBSD nas condições como fabricada e recozidas isotermicamente a 1150°C por 5, 15, 60 e 2880 min. As barras de escala estão mostradas à direita das PF para cada condição.	98
Figura 57 - Curva de amolecimento para o aço inoxidável austenítico 316L produzido por FSL, recozido por 1 h em diversas temperaturas e resfriado em água.	99
Figura 58 - Microestrutura do aço AISI 316L fabricado por FSL na condição recozida em 500°C por 1 h, observado com o auxílio da técnica de ECCI (<i>electron channeling contrast imaging</i>). As setas verdes indicam as nanopartículas na forma de bastonetes e as setas laranjas indicam as nanopartículas de rodonita.	100
Figura 59 - Mapas de EDS das nanopartículas presentes no aço AISI 316L na condição recozida 48 h em 1150°C. (a) partícula esférica de rodonita nos estágios	

iniciais de transformação e (b) partícula de rodonita em estágio avançado de transformação em espinélio.	102
Figura 60 - Evolução microestrutural do aço AISI 316L fabricado por FSL recozido nas temperaturas (a) 300°C (b) 800°C (c) 900°C (d) 1000°C (e) 1100°C (f) 1200°C por 1 h. Imagens obtidas via MEV.	104
Figura 61 - Mapas de IPF das amostras recozidas por 1 h em (a) 1200°C e (b) 1300°C. Vista de topo (SD1xSD2).	105
Figura 62 - Curva de amolecimento para o aço AISI 316L produzido por FSL, recozido por 4 h em várias temperaturas e resfriados em água. A curva vermelha mostra a curva da vista lateral e a preta a vista de topo.	106
Figura 63 - Evolução microestrutural do aço AISI 316L fabricado por FSL recozido nas temperaturas de (a) 950°C (b) 1050°C (c) 1150°C por 4 h. Imagens obtidas via MEV (elétrons retroespalhados).....	107
Figura 64 – Evolução do tamanho das nanopartículas de rodonita em amostras recozidas isotermicamente em 1150°C mostrando: (a) tamanho médio das partículas, (b) distância média entre partículas.....	109
Figura 65 - Microestrutura do aço AISI 316L na condição recozida em 1150°C, observada por meio da técnica de ECCI, evidenciando a evolução do crescimento das nanopartículas de rodonita nas condições recozidas por: (a) 5 min, (b) 15 min e (c) 60 min. As regiões recristalizadas estão indicadas pelas linhas tracejadas verdes. A evolução do crescimento de partícula em cada uma destas regiões está mostrada em (d).....	109

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Categorias de processo e materiais utilizados em manufatura aditiva.	31
Tabela 2 - Principais parâmetros que controlam o processo de FSL.	36
Tabela 3 – Sumário dos defeitos encontrados nos processos de PBF.....	44
Tabela 4 - Propriedades em tração do aço inoxidável 316L produzido por FSL, de acordo com a microestrutura gerada pelos diferentes processos de fabricação e pós-processamento.	58
Tabela 5 - Especificação de composição química da peça de aço inoxidável 316L (%-peso).	63
Tabela 6 - Parâmetros de processo utilizados para a produção das amostras. ...	64
Tabela 7 - Condições de temperaturas utilizadas nos tratamentos isócronos para as amostras recozidas por 1 e 4 horas.	65
Tabela 8 - Condições de tratamento isotérmico em 1150°C por diversos tempos variando entre 5 e 2880 min.	65
Tabela 9 -Parâmetros obtidos por meio do refinamento de Rietveld e modelo de Popa para o aço 316L fabricado por FSL após diversas condições de recozimento em 1150°C. O parâmetro GoF também está apresentado na tabela.....	95

LISTA DE SIGLAS

BD – Direção de construção (*Building Direction*);

CAD – Desenho assistido por computador (*Computer-Aided Design*);

DED - Deposição direta de energia (*Direct Energy Deposition*);

DfAM - Projeto para manufatura aditiva (*Design for Additive Manufacturing*);

DLP - Processamento de luz direta;

EBM – Fusão seletiva por feixe de elétrons (*Electron Beam Melting*);

EBSD - Difração de elétrons retroespalhados (*Electron Backscatter Diffraction*);

FDM - Modelagem de deposição fundida (*Fused Deposition Modelling*);

FSL – Fusão seletiva a *laser*;

HIP – Prensagem isostática a quente (*Hot Isostatic Pressing*);

HSS – Aço rápido (*High Speed Steel*);

IPF – Figura de polo inversa (*Inverse Pole Figure*);

LOM - Manufatura de objeto laminado (*Laminate Object Manufacture*);

MA – Manufatura aditiva;

MEV – Microscopia eletrônica de varredura;

MO – Microscopia ótica;

PBF - Fusão em leito de pó (*Powder Bed Fusion*);

SD – Direção de varredura (*Scanning Direction*);

SL – Estereolitografia (*Stereolithography*);

TGM - Mecanismo de gradiente de temperatura (*Temperature Gradient Mechanism*);

UV – Luz ultravioleta.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	21
2	REVISÃO DA LITERATURA	24
2.1	MANUFATURA ADITIVA	24
2.1.1	PROCESSOS DE MANUFATURA ADITIVA	30
2.1.2	CICLO TÉRMICO	38
2.1.3	DEFEITOS DE PROCESSO	43
2.1.4	MICROESTRUTURAS DAS PEÇAS PRODUZIDAS POR FSL	51
2.1.5	PROPRIEDADES MECÂNICAS	56
2.1.6	PÓS-PROCESSAMENTO DE MATERIAIS FABRICADOS POR PROCESSO DE PBF	60
3	MATERIAIS E MÉTODOS	63
3.1	MATERIAL	63
3.2	PROCESSAMENTO DAS AMOSTRAS	63
3.3	TRATAMENTOS TÉRMICOS PÓS-PROCESSAMENTO	65
3.4	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	66
3.4.1	CÁLCULO TERMODINÂMICO COMPUTACIONAL	66
3.4.2	MICROSCOPIA ÓTICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	66
3.4.3	MEDIDAS DE POROSIDADE	66
3.4.4	MICRODUREZA VICKERS	67
3.4.5	MEDIDAS DE NANOINDENTAÇÃO	67
3.4.6	MEDIDAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X	67
3.4.7	DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)	68
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	69
4.1	CARACTERIZAÇÃO DO PÓ UTILIZADO NA FABRICAÇÃO DAS PEÇAS	69
4.2	CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA NA CONDIÇÃO COMO FABRICADA	71
4.2.1	POROSIDADE	71
4.2.2	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL (MO E MEV)	72
4.3	AMOSTRAS RECOZIDAS	86
4.3.1	RECOZIMENTO ISOTÉRMICO	86
4.3.2	RECOZIMENTO ISÓCRONO	99
4.3.3.	ENGROSSAMENTO DE OSTWALD DAS PARTÍCULAS DE RODONITA EM 1150°C ..	108
5	CONCLUSÕES	110
	REFERÊNCIAS	112

1 INTRODUÇÃO

A Manufatura Aditiva (MA) é uma tecnologia inovadora em que as peças são produzidas camada por camada por meio da combinação da deposição de material e uma fonte de energia. Dentre as técnicas de MA, a fusão seletiva a *laser* (FSL) desperta grande interesse tanto industrial quanto acadêmico. Este interesse ocorre devido à possibilidade de construção de peças com geometrias complexas, controle mais refinado do processo de fabricação, além da redução do tempo e do custo para a fabricação de protótipos (1–3).

Neste processo uma fina camada de pó do material a ser fabricado é uniformemente depositada sobre a mesa do equipamento para que em seguida um feixe de *laser* de alta energia realize a fusão seletiva deste pó. Este processo é repetido inúmeras vezes até que a peça a ser construída adquira a sua forma final. A técnica possibilita a fabricação de peças dos mais diversos materiais. Estudos envolvendo aços, ligas de titânio, ligas de níquel e ligas de alumínio são os principais casos estudados e disponíveis na literatura (4–7).

Além destes benefícios, o emprego da FSL permite manipular a microestrutura dos materiais por meio da alteração de parâmetros específicos de processo. Dentre os principais parâmetros responsáveis diretos por alterações microestruturais, destacam-se a potência do feixe de *laser*, a altura de camada e o ângulo entre as camadas por meio da mudança da direção de varredura (1,8–10).

Os aços inoxidáveis austeníticos da classe 316L são extensivamente empregados na indústria graças à combinação de excelente resistência à corrosão aliada a uma boa resistência mecânica. Sua aplicação concentra-se principalmente nas indústrias química, nuclear e de óleo e gás (2,11).

Pelo fato desta técnica ser relativamente recente, ainda existe pouca informação disponível na literatura sobre o comportamento dos materiais produzidos por FSL. Os trabalhos existentes estão voltados principalmente para parâmetros de processo, porosidade, rugosidade superficial e comportamento mecânico. Poucos trabalhos envolvendo recristalização dos materiais fabricados por FSL estão disponíveis na literatura (12–26) e nenhum destes trabalhos estuda em maior profundidade o fenômeno da recristalização no aço inoxidável 316L, em particular a nucleação e a interação entre a frente de recristalização e as partículas (ancoramento de Zener-Smith).

O principal foco dos trabalhos citados acima é o efeito da recristalização na corrosão (13,15,24), nas propriedades mecânicas (23), na vida em fadiga (26) e o efeito das nanopartículas encontradas neste material após o recozimento (18), em especial quanto às propriedades mecânicas.

2 OBJETIVOS E JUSTIFICATIVA

A presente Tese de Doutorado avaliou a estabilidade microestrutural e o comportamento do aço inoxidável austenítico AISI 316L fabricado por FSL frente à recristalização após recozimentos isotérmicos e isócronos (pós-processamento). A previsão e a identificação das fases em equilíbrio foram realizadas, respectivamente, por meio de cálculos termodinâmicos utilizando o *software* Thermo-Calc® e a difração de raios X. A densidade de discordâncias no material foi estimada por meio do método modificado de Williamson-Hall, baseada no alargamento dos picos de difração.

A caracterização microestrutural avançada utilizou as técnicas de microscopia ótica e eletrônica de varredura, contraste de imagem por canalização de elétrons (ECCI), difração de elétrons retroespalhados e medidas de dureza Vickers. A evolução da recristalização foi acompanhada por meio da determinação da fração recristalizada via medidas de EBSD.

O uso da técnica de FSL para a manufatura de peças vem sendo reportado na literatura em diversos metais e ligas. O aço inoxidável AISI 316L é um dos mais utilizados em sua categoria, além de possuir aplicações industriais consolidadas. Dos aços inoxidáveis processados via FSL, esta classe é a mais estudada, sem dúvida. A ênfase dos trabalhos publicados quanto à microestrutura, em geral, recai sobre a caracterização de defeitos (trincas e poros), acabamento superficial (rugosidade) e sua relação com as propriedades mecânicas (fadiga, em especial) e à resistência à corrosão. O uso de tratamentos térmicos para alívio de tensões residuais também é bastante explorado. Estes aspectos são abordados de forma mais abrangente na *Revisão da Literatura*.

Há, entretanto, aspectos ainda pouco explorados e que foram abordados nesta Tese. Os aspectos originais desta Tese incluem a realização de um estudo detalhado sobre a estabilidade microestrutural deste aço. Este estudo engloba a

caracterização detalhada da microestrutura do aço na condição como-processado, identificação dos sítios de nucleação da recristalização primária no recozimento posterior ao processamento do aço e o acompanhamento das alterações na textura cristalográfica e na densidade de discordâncias. Foi possível, ainda, determinar a natureza das nanopartículas de óxido que se formam ainda no estado líquido e se encontram dispersas na matriz metálica e sua modificação estrutural (mudança de fase) ao longo do recozimento.

A justificativa para a realização deste trabalho tem duas vertentes principais. A primeira, de natureza aplicada, resulta no desenvolvimento de *know-how* e na formação de recursos humanos para o país, pois esta nova tecnologia, que forma um dos pilares da chamada *Indústria 4.0*, continuará a crescer, com crescimento anual superior a 30%. Além disso, existem estudos que relatam a existência de escassez de mão de obra qualificada nesta área. A segunda, de natureza acadêmica, busca entender as transformações microestruturais e seus mecanismos que ocorrem durante os tratamentos térmicos pós-processamento realizados em produtos manufaturados via fusão seletiva a *laser*.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Manufatura aditiva

As técnicas de manufatura aditiva (MA), também conhecidas como *impressão 3D*, formam um dos 9 pilares da denominada *Indústria 4.0*. Estas técnicas são fundamentais para o futuro da manufatura avançada dada a sua versatilidade de aplicações e a ampla gama de materiais que podem ser aplicados na construção de peças e produtos acabados. A eliminação das restrições existentes nos processos tradicionais de manufatura e a possibilidade de customização em massa fazem com que as técnicas de MA sejam chaves para a *Indústria 4.0* (27).

Embora esteja em grande evidência nos últimos anos tanto no meio acadêmico quanto na indústria, o primeiro sistema comercial de MA surgiu no ano de 1987. O SLA-1 lançado pela empresa 3D *Systems* produz peças pelo processo chamado de estereolitografia, que consiste em solidificar uma fina camada de um polímero sensível à luz ultravioleta utilizando *laser* como fonte de energia (28). Charles Hull recebeu no ano de 2016, pela invenção deste processo, o prêmio de “*Historic Mechanical Engineering Landmark*” oferecido pela ASME (*American Society of Mechanical Engineers*) (29).

Ao longo das últimas três décadas novas técnicas de MA foram desenvolvidas, possibilitando a aplicação em materiais metálicos, cerâmicos, poliméricos, além de materiais compósitos. A Figura 1 mostra a evolução global das receitas com as vendas de produtos e serviços na indústria de MA desde o ano de 1993. É importante ressaltar que, somente no ano de 2018 o crescimento total das receitas foi de 33,5%, atingindo \$9.795 bilhões de dólares (30). Nos últimos anos, principalmente após 2010, este crescimento vem sendo mais acentuado, e de acordo com Bourell (31), este efeito está relacionado a fatores como redução dos custos dos equipamentos, patentes expiradas, além da disponibilização de *softwares* com interfaces simples, amigáveis e a custos acessíveis.

Figura 1 – Vendas globais de produtos (preto) e serviços (cinza) de manufatura aditiva entre os anos de 1993 e 2018. Valores em milhões de dólares.

Fonte: Retirado de (30).

Os processos de manufatura aditiva são definidos pelas normas ISO/ASTM (32) como processos de junção de materiais para a construção de peças a partir de um modelo em três dimensões (3D), usualmente de camada à camada, de maneira oposta às manufaturas subtrativa e conformativa existentes. Embora cada processo de MA possua suas próprias características (tipo de material, fonte de energia, forma da matéria prima) é possível, de maneira geral, dividir o processo em 4 operações básicas conforme mostrado abaixo:

1. Modelo virtual 3D CAD (*computer aided design*) da peça a ser construída;
2. Divisão do modelo em inúmeras camadas de mesma espessura (fatiamento) por um *software* específico e *upload* deste arquivo no equipamento;
3. Construção da peça camada a camada;
4. Remoção dos suportes (quando necessário) e da peça acabada.

A seleção de materiais para os processos de MA é realizada de acordo com os requisitos de desempenho determinados em projeto de produto. Dentre os principais critérios estão a resistência mecânica, temperatura de trabalho do componente e resistência à degradação. Outro aspecto relacionado à seleção de processos está ligado à disponibilidade de equipamentos e viabilidade financeira da aplicação.

Dentre as inúmeras vantagens da MA em relação aos processos tradicionais de manufatura, destacam-se:

- 1) **Fabricação de peças com geometrias complexas:** A eliminação das restrições usuais nos processos tradicionais de manufatura possibilita a elaboração de um projeto focado somente na performance do produto. Este novo conceito de projeto é chamado de projeto para a manufatura aditiva (DfAM – *Design for Additive Manufacturing*) (33), onde ferramentas de otimização topológica ou *design* generativo são utilizadas para a obtenção de um produto de alta performance para determinada aplicação;
- 2) **Redução de custos com ferramentais:** Como na MA as peças são construídas camada a camada a partir de um modelo computacional, não é necessária a utilização de um ferramental específico. Isto possibilita a eliminação de custos com ferramentais que muitas vezes inviabiliza a fabricação de produtos com baixo volume de produção;
- 3) **Menor tempo de desenvolvimento (*shorter time-to-market*):** A possibilidade de fabricação de protótipos diretamente a partir de modelos 3D elimina a necessidade de grandes investimentos em ferramentais. Esta característica potencializa e acelera a cadeia de desenvolvimentos de produto que vai desde a invenção até a sua comercialização;
- 4) **Redução dos gastos com logística:** A possibilidade de criação de centros locais de manufatura perto dos mercados consumidores reduz consideravelmente os custos envolvidos nas operações logísticas
- 5) **Redução de resíduos de produção:** Como nos processos de MA as peças são produzidas nas dimensões finais (*net shape*) ou próximas às dimensões finais (*near-net-shape*) a geração de resíduos é mínima. De acordo com Murr et al. (34), se comparada à manufatura subtrativa a partir de um bloco monolítico, a redução em geração de resíduos chega próximo a 85%.
- 6) **Melhoria de sustentabilidade:** Os processos de MA eliminam diversas operações de movimentação das peças produzidas, reduzem a geração de resíduos durante a manufatura, possibilitam reduções de peso das peças fabricadas, além de outras vantagens. Este conjunto de melhorias, em comparação aos processos tradicionais, tornam este processo ambientalmente sustentável.

- 7) **Redução dos custos de produção:** Embora as técnicas de MA ainda não sejam competitivas em termos de custos de processo e de matéria prima, elas têm se tornado cada vez mais viáveis para determinadas aplicações. Um cenário favorável é encontrado para os produtos de baixo volume, como por exemplo no mercado de equipamentos especiais e peças de reposição. A Figura 2 mostra um diagrama com o comparativo entre os custos de fabricação da manufatura tradicional e a manufatura aditiva.

Figura 2 - Comparativo de custos entre a manufatura tradicional e a manufatura aditiva.

Fonte: Adaptado de (35).

A MA vem ganhando cada vez mais espaço em termos de aplicações industriais. Há uma década, este processo estava restrito basicamente na fabricação de protótipos e ferramentais. Hoje em dia está inserida num contexto de volumes de produção consideráveis. A Adidas, uma das maiores fabricantes de materiais esportivos do mundo, está desenvolvendo a produção de calçados que poderão ser personalizados conforme as necessidades do usuário. O planejamento da empresa para o ano de 2018 foi a venda de 100.000 pares do tênis Adidas *Futurecraft* mostrado na Figura 3 (a) (36).

No setor automotivo, onde os volumes/lotes de produção são extremamente altos já existem diversas iniciativas relacionadas à manufatura aditiva. Um dos exemplos de aplicação destas técnicas está na produção de peças de reposição (*spare parts*) pela Mercedes Benz. Estes tipos de produtos possuem pequena escala de produção e são dependentes da disponibilidade de tempo e ferramental. Isto faz com que os preços para a aquisição destas peças ainda sejam

extremamente elevados. Desta forma, a utilização de MA pode ser viabilizada por meio da redução de custos e pela diminuição dos prazos de fabricação, mesmo para pequenas quantidades. A Figura 3 (b) mostra as primeiras peças de reposição da Mercedes-Benz produzidas em alumínio por MA (37). No setor aeronáutico, a aplicação desta tecnologia na produção de peças de geometria complexa e otimizada em relação à redução de peso e propriedades mecânicas vem sendo bastante estudada. A viabilidade econômica do processo decorre da redução de peso e, por consequência, do consumo de combustíveis. A Figura 3 (c) mostra uma peça de Ti-6Al-4V produzida para a empresa Airbus produzida por MA. Esta peça tem um peso 30% menor do que as peças produzidas de forma convencional.

Os setores industriais citados acima são aqueles cujos volumes anuais produzidos são muito grandes. Outros setores de menor volume de produção anual, porém tão importantes quanto os citados acima, como a indústria nuclear e a biomédica vem investindo recursos para a viabilização da produção por manufatura aditiva de produtos e peças. A Figura 3 (d) mostra exemplos de aplicação desta técnica de produção para a produção de implantes produzidos em titânio e em polímeros biocompatíveis. Destaca-se, aqui, o trabalho pioneiro e de alta qualidade desenvolvido pelo Centro de Tecnologia da Informação (CTI) Renato Archer em Campinas-SP, um dos centros pioneiros nesta tecnologia no Brasil.

Figura 3 - Exemplos de aplicação da manufatura aditiva (a) Novo tênis Adidas *Futurecraft* produzido por MA. (b) Peças de reposição produzidas em alumínio pela Mercedes-Benz. (c) Suporte do Airbus A350 produzido por LBM com a geometria otimizada, 30% de redução do peso em relação à peça produzida de forma convencional. (d) Implantes de Ti para o crânio e pélvis.

Fonte: Retirado de (33,36–38).

De acordo com a AMFG (39), os 8 principais desafios para a MA são:

1. **Identificação de um estudo de negócios (*business case*):** Esta tarefa é desafiadora uma vez que as tecnologias disponíveis esbarram nos altos custos envolvidos na obtenção da tecnologia e nos insumos utilizados. De acordo com a AMFG (39), os ganhos a longo prazo incluem a redução dos custos com ferramental, possibilidade de fazer produtos com geometria complexa com custos competitivos e possibilidade de customização;
2. **Volumes de produção:** Para atender as necessidades para produzir produtos em série, os processos de MA precisam ser rápidos e escaláveis. Desta forma, a melhora dos ciclos de produção, automação de cada estágio do processo e a minimização do pós-processamento das peças são fundamentais para viabilizar a MA para grandes volumes de produção.
3. **Repetibilidade:** A necessidade de melhorias neste aspecto é fundamental para a garantia da qualidade das peças produzidas por MA. Os novos equipamentos já estão sendo desenvolvidos com sistemas de monitoramento de processo *in situ*, que além de assegurar a qualidade das peças, reduz custos com falhas de processo;
4. **Disponibilidade de matéria prima:** Embora determinados materiais já estejam em estágios avançados de desenvolvimento, como por exemplo, as superligas à base de níquel e as ligas de titânio, ainda existe um grande *gap* em relação à disponibilidade de materiais disponíveis no mercado. Além disso, segundo a AMFG (39), a certificação de novos materiais para os processos de MA também é uma tarefa que exige muitos investimentos;
5. **Segurança da informação:** Este quesito é um dos pilares da Indústria 4.0 e envolve dentre outros aspectos a proteção da propriedade intelectual da empresa. Com a manufatura avançada, muita informação fica disponível na rede e a empresa fica vulnerável ao roubo de informações por meio de ataques cibernéticos (*cyber attacks*);
6. **Padronização (*standardization*)** A ausência de normas claras e específicas ainda é um dos fatores que também limitam a aplicação das técnicas de MA. No ano de 2009 a ASTM fundou o comitê F42, relacionado às tecnologias de manufatura aditiva. No ano de 2011 a ASTM e a ISO assinaram um acordo de cooperação para dar mais velocidade ao processo de padronização (28).

7. **Mão de obra qualificada:** De acordo com um relatório publicado pela Deloitte (40), nove em cada dez fabricantes de equipamento possuem dificuldades na contratação de mão de obra especializada. De acordo com (39), as tecnologias avançadas de MA exigem um novo conjunto de habilidades. Na parte de projeto de produtos, é necessário mudar a forma de pensamento dos projetistas (*mindset*) para que o projeto seja realizado buscando a máxima performance de produto. Este novo conceito é chamado de projeto para a manufatura aditiva (DfAM – *Design for Additive Manufacturing*). Outras áreas de necessidade de mão de obra qualificada são: manutenção de equipamentos; manipulação de materiais e técnicas de pós-processamento.
8. **Adequação dos fluxos de produção:** Uma vez que a manufatura aditiva é fundamental para o estabelecimento das fabricas inteligentes (*smart factories*), é fundamental que toda a cadeia produtiva esteja interligada e automatizada desde o pedido de produto, processo produtivo e até mesmo a logística para a entrega do produto.

2.1.1 Processos de manufatura aditiva

Os processos de manufatura aditiva podem ser classificados de diversas maneiras, como por exemplo, pela natureza da fonte de energia ou tipo de material. De acordo com o comitê de manufatura aditiva F42 da norma ASTM (32), os processos de MA podem ser divididos em sete categorias conforme apresentado na Figura 4. Cada uma destas categorias pode trabalhar com uma ou mais classes de materiais, conforme apresentado na Tabela 1. A aplicabilidade de mais de uma classe de material depende de fatores como a fonte de energia empregada e também da forma que a matéria prima está disponível para a fabricação.

Existem outros tipos de classificação dos processos de MA, como por exemplo, por tipo de fonte de energia, tipo de material ou característica da matéria prima (líquida, sólida na forma de arames ou pós). Para fins de padronização, nesta Tese será considerada a classificação segundo a norma ISO/ASTM. Uma visão geral dos processos envolvidos em cada categoria será abordada nos tópicos seguintes deste trabalho.

Figura 4 - Categorias dos processos de MA de acordo com a norma ISO/ASTM.

Fonte: Adaptado de (41).

Tabela 1 - Categorias de processo e materiais utilizados em manufatura aditiva.

Materiais	Exemplos de materiais	Categorias de processo						
		Fotopolimerização em cuba	Jateamento de material	Jateamento de aglutinante	Fusão em leito de pó	Extrusão de material	Deposição direta de energia	Laminação de placas
Polímeros termorrígidos	Epóxis e acrilatos	X	X					
Polímeros termoplásticos	Poliamida, ABS, PPSF		X	X	X	X		X
Madeira	Papel							X
Metais	Aços, ligas de titânio, níquel, cobalto, cromo, ouro			X	X		X	X
Materiais cerâmicos industriais	Alumina, zircônia, silicone	X		X	X			X
Materiais cerâmicos estruturais	Cimentos, areia de fundição			X	X	X		

Fonte: Adaptado de (42).

2.1.1.1 Fotopolimerização em cuba (*vat photopolymerization*)

Neste processo a consolidação camada a camada da peça ocorre por meio da cura (solidificação) seletiva de uma resina fotossensível quando em contato com a fonte de energia, que pode ser *laser* ou luz ultravioleta (UV) (43). A Figura 5 (a) apresenta o princípio de funcionamento desta técnica. A peça é construída sobre uma plataforma imersa em uma cuba preenchida com a resina fotossensível. A resina é curada seletivamente pela fonte de energia formando o desenho projetado da camada. Após esta etapa, a plataforma se movimenta ao longo do eixo -Z. Por fim, um rolete nivelador passa sobre a camada recém curada para acertar as imperfeições e assegurar a qualidade com a continuidade do processo. É importante salientar que a magnitude de movimentação da plataforma é de acordo com a espessura de camada definida no início do processo.

Os principais processos incluídos nesta categoria são estereolitografia (SL) e o processamento de luz direta (30,44). Uma das principais características dos processos de fotopolimerização é a alta resolução de impressão das peças e o bom acabamento superficial após a fabricação. Isto habilita aplicações como na indústria joalheira, aplicações dentárias e médicas (41).

2.1.1.2 Extrusão de material (*material extrusion*)

Este processo de MA é de longe o mais amplamente utilizado e conhecido. Seu surgimento ocorreu no início da década de 90 e se tornou amplamente popular em meados dos anos de 2000 com o sistema de código aberto (*open-source*) RepRap lançado pela Universidade de Bath na Inglaterra. A fabricação deste sistema foi um marco para a MA, uma vez que, possibilitou a fabricação de equipamentos de baixo custo, com preços a partir de \$750 dólares (28).

A principal técnica que representa este grupo é a de modelagem por fusão e deposição (FDM – *fused deposition modeling*). Neste processo um polímero termoplástico na forma de filamentos é extrudado por meio de um bocal aquecido que deposita este material seletivamente sobre a mesa do equipamento, conforme mostrado na Figura 5 (b). O sistema pode ter uma ou mais cabeças de impressão de forma que seja possível a impressão de diferentes materiais, como por exemplo, a utilização de materiais solúveis em água para a construção dos suportes (5).

As principais vantagens desta técnica são o baixo custo dos equipamentos e da matéria prima. Pela sua versatilidade, este processo se adequa em diversos setores da indústria para a fabricação de protótipos poliméricos e peças customizadas. Uma das grandes limitações está na baixa resistência mecânica, anisotropia e também na limitada precisão dimensional das peças (5,45).

2.1.1.3 Jateamento de material (*material jetting*)

De maneira similar a uma impressora a jato de tinta, este processo possui cabeçotes de impressão que depositam seletivamente uma resina termofixa para formar a camada a ser construída, conforme mostrado na Figura 5 (c). O material depositado permanecerá líquido até entrar em contato com uma fonte de luz UV. As principais vantagens deste processo estão na qualidade do acabamento superficial, possibilidade de imprimir peças coloridas e boa uniformidade nas propriedades mecânicas das peças produzidas. Embora esta técnica possua uma ampla gama de materiais disponíveis, o elevado custo de produção a inviabiliza para algumas aplicações.

2.1.1.4 Jateamento de aglutinante (*binder jetting*)

Este processo, apresentado na Figura 5 (d), também possui características similares ao de uma impressora a jato de tinta. Porém, ao invés de depositar tinta para a construção das peças, o cabeçote de impressão deposita seletivamente um líquido aglutinante sobre um leito de pó do material a ser utilizado na construção da peça. Em geral, o leito de pó é formado por partículas com diâmetros distribuídos entre 15 e 45 μm (46). A necessidade de pós-processamento é o principal fator que distingue este processo em relação aos demais que utilizam leito de pó. A peça recém-fabricada (peça verde) necessita ser submetida a um processo de sinterização para adquirir as propriedades mecânicas finais. Em diversos casos, utiliza-se prensagem hidrostática a quente, que além de sinterizar a peça, com o auxílio da pressão, aumenta a densificação por meio da eliminação de defeitos (poros). Este processo é bastante versátil, uma vez que é capaz de fabricar peças utilizando materiais cerâmicos, metálicos e poliméricos.

2.1.1.5 Deposição direta de energia (*direct energy deposition*)

As fontes de energia para a fusão e deposição de material nestes processos são as mesmas atualmente usadas para a soldagem de materiais, *laser*, feixe de elétrons e arco elétrico. O material a ser depositado pode estar na forma de arames, conforme mostrado na Figura 5 (e) ou na forma de pós lançados por meio de um bocal, que ao entrar em contato com o feixe de energia se fundem e solidificam para formar a camada desejada. Em termos de custos, os processos que utilizam arames como matéria prima são mais competitivos. Por outro lado, estes processos exigem operações de pós-processamento para o ajuste dimensional, redução da rugosidade e alívio de tensões. Já os processos que utilizam pó, possuem uma boa densificação e relativo melhor acabamento superficial, porém, a taxa de deposição é muito menor e a fonte de energia é muito mais complexa e de alto custo. Dos processos que representam esta categoria, os mais importantes são o LENS (*laser engineered net shaping*) e o EBAM (*electron beam additive manufacturing*) que diferem entre si quanto à fonte de energia utilizada. As principais vantagens destes processos estão na possibilidade de fabricação de peças de grandes dimensões e da utilização para o reparo de peças. Por outro lado, o acabamento superficial e a precisão dimensional da peça são limitados, sendo necessário, para a maioria das aplicações operações de pós-processamento como usinagem e tratamentos para o alívio de tensões.

2.1.1.6 Laminação de placas (*sheet lamination*)

Esta categoria também é conhecida como manufatura de objetos laminados. Os processos que pertencem a esta categoria utilizam como matéria-prima placas que podem ser provenientes de todas as classes de materiais, inclusive materiais compósitos. A Figura 5 (f) mostra o diagrama esquemático onde é possível verificar que a principal diferença está na forma de construção das camadas, que neste caso, são chapas cortadas por sistemas mecânicos ou a *laser*. Após o corte, estas camadas são empilhadas para então serem submetidas aos processos de consolidação. A união das camadas, depende da característica da matéria prima utilizada, podendo ser desde sistemas ultrassônicos até adesivos especiais, todos necessitando de esforços mecânicos de compressão na superfície da peça.

2.1.1.7 Fusão em leito de pó (*powder bed fusion*)

Os processos de fusão em leito de pó (PBF) utilizam uma fonte de alta energia para fundir seletivamente a camada de pó metálico. Estes processos são divididos em duas técnicas principais de acordo com a característica da fonte de energia. A primeira é a fusão seletiva a *laser* (FSL) que utiliza um feixe de *laser* de elevada potência e a segunda é o processo de fusão seletiva por feixe de elétrons (EBM).

Nestes processos, uma camada de pó metálico é depositada sobre uma mesa retrátil no equipamento. A fonte de energia funde seletivamente a camada de pó metálico de acordo com o projeto. Logo após, a mesa é movimentada para baixo e a próxima camada de pó é depositada para a posterior fusão seletiva. Este processo de varredura seguida do recuo da mesa retrátil é realizado inúmeras vezes até que todas as camadas da peça sejam preenchidas. A Figura 5 (g) apresenta um diagrama esquemático do funcionamento da técnica de FSL. Ambos os processos são muito semelhantes, sendo a principal diferença que o processo de EBM ocorre sob vácuo, o que possibilita a sua aplicação na manufatura de peças em materiais reativos, como por exemplo ligas de titânio e metais refratários. Já a FSL trabalha, em geral, em atmosferas inertes de nitrogênio ou argônio, possibilitando maior produtividade, porém limita a utilização de materiais reativos. Em termos de tamanho de partículas, os processos de PBF trabalham, em geral, com pós apresentando distribuições entre 15-45 μm para o FSL e entre 44-105 μm para EBM (46). A diferença no tamanho de partículas é atribuída, principalmente, à maior densidade de potência do processo de EBM que possibilita trabalhar com camadas mais espessas.

O desenvolvimento deste processo ocorreu entre os anos de 1996 e 1998 nas empresas Fockele & Schwarze GmbH, Trumpf GmbH e no Fraunhofer Institut for *Laser Technology*, sendo introduzido no mercado no ano de 1999 para a fabricação de peças de aço (28). Hoje em dia, este processo é um dos mais utilizados na manufatura de peças metálicas devido ao bom desempenho, razoável acabamento superficial e bom custo-benefício do equipamento. Seu desenvolvimento ocorreu principalmente pela necessidade de obtenção de peças com alta densidade e, por consequência, propriedades mecânicas dos materiais próximas às obtidas nos processos convencionais de fabricação.

Embora a tecnologia de FSL proporcione inúmeras vantagens em relação aos processos tradicionais, o volume de descontinuidades no interior das peças e o tempo de fabricação para grandes lotes, ainda são as suas principais limitações em termos de aplicação (47).

De acordo com Pupo et al. (48), este processo possui mais de 130 variáveis, podendo ser um número ainda maior dependendo do fabricante do equipamento. A Tabela 2 apresenta os 10 parâmetros de maior influência na qualidade final das peças, como por exemplo propriedades mecânicas, defeitos, microestrutura e acabamento superficial. Para facilitar a visualização, estes parâmetros foram subdivididos em 3 categorias, matéria prima, fonte de energia (*laser*) e processo.

Tabela 2 - Principais parâmetros que controlam o processo de FSL.

Matéria-Prima	Laser	Processo
Composição química	Potência da fonte	Distância entre as linhas (<i>hatch distance</i>)
Tamanho de partículas	Diâmetro do feixe	Distância entre os pontos (<i>point distance</i>)
Formato das partículas	Velocidade do feixe (<i>scan speed</i>)	Espessura das camadas (<i>layer thickness</i>)
-	-	Ângulo de orientação entre camadas

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 6 apresenta um diagrama esquemático das principais variáveis de processo. As setas indicam o movimento do *laser* e α o ângulo de rotação da direção de varredura entre as camadas consecutivas n e $n+1$. Além do ângulo de rotação, a estratégia de varredura é de extrema importância para as características finais das peças. A Figura 7, extraída de Thijs et al. (49), mostra as principais estratégias de varredura utilizadas nos processos de FSL. Cada estratégia possui uma característica específica, em termos de microestrutura resultante, acabamento superficial e principalmente em termos de nível de tensões residuais.

Figura 5 - Diagrama esquemático do funcionamento do processo de: (a) fotopolimerização em cuba, (b) extrusão de material, (c) jateamento de material, (d) jateamento de aglutinante, (e) deposição direta de energia, (f) laminação de placas.

Fonte: Adaptado de (50).

Figura 6 - Sistema de coordenadas SD, TD e BD, para diferentes seções transversais.

Fonte: Adaptado de (9).

Figura 7 – Principais estratégias de varreduras utilizadas nos processos de PBF: (a) unidirecional longa, (b) bidirecional longa, (c) bidirecional longa com ângulo entre camadas de 90°, (d) em ilhas e (e) em ilhas com deslocamento de 1 mm entre camadas.

Fonte: Adaptado de (49).

2.1.2 Ciclo térmico

A maioria dos processos de manufatura aditiva para a fabricação de peças metálicas necessitam de uma fonte de energia para consolidar a união entre camadas da peça que está sendo construída. As principais fontes de energia disponíveis para este processo são: *laser* (fibra e CO₂), feixe de elétrons e a arco com eletrodo consumível (GMA, *gas metal arc*) ou não consumível como o (GTA, *gas tungsten arc* ou PA, *plasma arc*) (51). Em termos de potência, as principais fontes utilizadas variam entre 50 W e 60 kW para as fontes de *laser* de baixa

potência e de feixe de elétrons, respectivamente. A escolha do tipo de fonte depende do tipo de material a ser utilizado, da técnica, das necessidades de acabamento superficial, características metalúrgicas das peças, além dos custos de fabricação.

Quando a energia é aplicada sobre a matéria prima, um determinado volume de material é submetido a um complexo ciclo térmico de fusão/solidificação em fração de segundo (38,52). Os ciclos térmicos nos processos de FSL possuem elevada complexidade, envolvendo mecanismos de troca de calor por condução, convecção e radiação, conforme mostrado na Figura 8.

Figura 8 – Modos de transferência de calor nos processos de manufatura aditiva.

Fonte: Adaptado de (53).

Os perfis de temperatura XZ (BD x SD1) mostrados na Figura 9 (a-d) foram obtidos a partir de modelos numéricos para uma fonte de energia a *laser*. Além das altas temperaturas alcançadas durante o processo, é possível verificar o efeito da variação da potência do feixe *laser* e da velocidade de varredura. Para uma mesma potência, Figuras 9 (a) e (c), o aumento da velocidade resulta na diminuição da temperatura máxima obtida. Isto ocorre devido ao menor tempo de contato (menor absorção de energia) entre o feixe de *laser* e o pó. Já para uma mesma velocidade de varredura, Figuras 9 (b) e (d), a temperatura máxima é obtida para o maior valor potência, uma vez que ocorre o aumento na densidade de potência.

Figura 9 – Perfil de temperatura simulado obtido por meio de modelos numéricos nas seguintes condições: (a) $P = 400 \text{ W}$ e $V=0,4 \text{ m/min}$, (b) $P = 600 \text{ W}$ e $V=0,4 \text{ m/min}$, (c) $P = 400 \text{ W}$ e $V = 0,2 \text{ m/min}$ e (d) $P = 600 \text{ W}$ e $V = 0,6 \text{ m/min}$.

Fonte: Adaptado de (53).

A Figura 10 mostra os resultados de simulação obtidos por Ansari et al. (54), para a vista YZ da poça de fusão (BD x SD2). Nestas simulações foram utilizados diferentes valores de potência de *laser* e velocidades de varredura. Os resultados foram comparados com resultados práticos e, segundo o mesmo autor, mostraram boa correlação. Com o aumento da velocidade ou diminuição da potência do feixe de *laser*, ocorre uma redução da dimensão da poça de fusão. De maneira similar, com a redução da velocidade ou com o aumento da potência do feixe ocorrerá um aumento nas dimensões da poça de fusão. Há uma relação direta entre as variáveis potência do feixe e velocidade de varredura. Esta correlação pode ser expressa em aporte de calor linear (*linear heat input* - LHI) expresso em $\text{J} \cdot \text{mm}^{-1}$ ou em densidade de energia (*energy density* - ED) expresso em $\text{J} \cdot \text{mm}^{-3}$, conforme as Equações (1) e (2). Além de correlacionar estas duas variáveis, estas equações representam de maneira significativa a probabilidade de formação de defeitos nas peças fabricadas por FSL. De acordo com Cherry et al. (55), existe uma condição ótima de processo que minimiza a formação de defeitos (porosidade), como será abordado nos próximos tópicos. As variáveis apresentadas na equação são: potência do *laser* (P), velocidade de varredura, espessura de camada (d) e *hatch spacing*, (v) que é a distância entre os centros de das poças de fusão de dois cordões vizinhos.

$$LHI = \frac{P}{v} \quad (1) \quad (56)$$

$$ED = \frac{P}{vhd} \quad (2) \quad (57,58)$$

Figura 10 – Variação na geometria da poça de fusão em várias condições de potência de *laser* e velocidade de varredura. Os valores obtidos de largura e profundidade da poça de fusão foram simulados nas condições de: (a) 120 W-1000 mm/s, (b) 120 W-750 mm/s, (c) 150 W-1000 mm/s, (d) 150 W-750 mm/s, respectivamente.

Fonte: Adaptado de (54).

O estudo do comportamento térmico do material durante o processo de FSL é essencial, porém, devido às velocidades de aquecimento e resfriamento serem extremamente altas, medidas experimentais locais da temperatura são complexas e possuem diversas limitações. Desta forma, nos últimos anos, inúmeros modelos computacionais para simular este comportamento térmico em função dos parâmetros de processo foram desenvolvidos, visando uma maior compreensão dos resultados obtidos (53,54,59–61). A Figura 11 mostra um estudo realizado por Ansari et al. (54) para o Ti6Al4V produzido por FSL. Os resultados apresentados pelo autor indicam uma boa correlação entre os valores experimentais e o modelo matemático. É evidente a necessidade de alguns ajustes no modelo, em especial no campo de solidificação do material, porém, nas demais regiões ocorre uma boa

convergência dos resultados práticos e teóricos, principalmente na região próxima à temperatura de pico, conforme destacado na figura.

Figura 11 – (a) Comparação entre os valores de temperatura ao longo do perfil de varredura do feixe de *laser* por elementos finitos e medidos experimentalmente no plano xy. (b) Simulação da distribuição de temperatura ao longo da direção xy.

Fonte: Adaptado de (54).

O ciclo térmico dos processos de MA para materiais metálicos envolve um rápido aquecimento do material acima de sua temperatura de fusão, seguida pela solidificação rápida do material fundido. Este ciclo resultará na formação de uma camada n . Para que ocorra a união da camada $n+1$, é necessário que ocorra a fusão parcial da camada n . Em seguida o material continuará sendo submetido a ciclos de aquecimento e resfriamento na formação das camadas posteriores. A Figura 12, extraída de (59), mostra uma simulação do histórico térmico associado ao processo LENS, porém que também em termos de comportamento representa bem os ciclos dos processos de PBF. Nesta imagem, é possível observar os inúmeros ciclos de aquecimento e resfriamento aos quais a peça é submetida durante o processo de manufatura. É importante ressaltar, que devido à dificuldade na aquisição de dados experimentais mencionada no parágrafo anterior, verifica-se nesta imagem que os pontos experimentais divergem um pouco da simulação. Os resultados destes inúmeros ciclos térmicos nas peças produzida por processos de PBF e DMD são elevadas tensões residuais, microestruturas complexas e metaestáveis.

Figura 12 - Histórico térmico no topo da primeira camada após a deposição de 19 camadas em sequência. Comparação do modelo com os dados experimentais.

Fonte: Adaptado de (62).

2.1.3 Defeitos de processo

As peças produzidas por MA, em especial nos processos PBF, possuem diversas características atrativas do ponto de vista de inovação em geometria, possibilidades de redução de massa e propriedades. Porém, um dos grandes desafios para esta técnica está no desenvolvimento de processos que assegurem a qualidade e a repetibilidade do processo produtivo. O aumento da robustez do processo está diretamente relacionado à minimização ou eliminação dos defeitos originados durante a manufatura. Desta forma, a otimização dos numerosos parâmetros de equipamentos se torna fundamental, pois uma escolha inadequada de combinações pode levar à formação de diversos defeitos na peça produzida.

A Tabela 3 apresenta um sumário dos principais defeitos encontrados nos processos de PBF. Dentre os principais defeitos que podem ser originados durante o processo, é possível destacar a porosidade (47,63,64), as tensões residuais (65,66), delaminação, trincas e aglomerados (*balling*) (67,68). Outros tipos de defeitos também podem ser identificados nos processos, porém em menor escala, por este motivo não serão abordados neste trabalho. Estudos vêm sendo desenvolvidos pelos fabricantes de equipamentos com o intuito de monitorar e analisar em tempo real os processos (69). Estas ferramentas possibilitam um melhor entendimento das variáveis de processo, possibilitando a aplicação de sistemas de Inteligência artificial para a tomada de decisão em tempo real, de

acordo com o tipo de defeito gerado ou a autocorreção do sistema de forma e evitar que a falha aconteça.

A *General Electric*, em sua divisão de manufatura aditiva, está aplicando os conceitos de aprendizado de máquinas (*Machine Learning*) para a detecção de defeitos *in situ*. De acordo com o especialista (69), a utilização desta ferramenta dará olhos ao processo de impressão 3D. Os principais sistemas de monitoramento utilizados atualmente envolvem câmeras de alta velocidade de captura e fotodiodos para o controle da temperatura da poça de fusão (70). Nos próximos subitens serão discutidos os principais tipos de defeito e as principais causas geradoras de descontinuidades nas peças produzidas por FSL.

Tabela 3 – Sumário dos defeitos encontrados nos processos de PBF.

Defeito	Exemplo	Descrição	Tamanho típico
Poros (esféricos)		Poros aprisionados internamente no volume de material	~10 µm EBM e 5 a 20 µm FSL
Poros (alongados)		Poros gerados, principalmente, pela falta de fusão entre camadas nos processos de MA	50 a 500 µm
Aglomerados superficiais (<i>balling</i>)		O material fundido não “molha” a superfície da camada, ao invés disso, cria grandes partículas esféricas na superfície da peça	Dependente das características da peça
Pós não fundidos		A poça de fusão varia em tamanho gerando regiões não fundidas	Aglomerados de partículas: 100 a 150 µm
Trincas e delaminação		Trincas podem estar dentro do componente ou de forma mais comum, uma fissura entre o substrato e a peça é evidenciada	Quando a tensão residual supera o limite de escoamento.

Fonte: Adaptado de (70).

2.1.3.1 Porosidade

Embora o processo de FSL seja capaz de produzir peças com densidades relativas maiores que 99%, a presença de porosidade residual ainda é uma barreira que dificulta determinadas aplicações. Este é o principal e talvez o mais crítico em termos de aplicação para a maioria dos processos de MA. Isto ocorre porque o nível e a distribuição dos poros em uma peça produzida por esta técnica podem afetar de maneira significativa suas propriedades mecânicas. Nas peças fabricadas por MA, este tipo de defeito geralmente se apresenta em dois formatos, esféricos e irregulares. De acordo com (55), a quantidade de poros presentes numa peça, mesmo que residual, está ligada ao aporte de energia no processo (Figura 13). Uma elevada quantidade de energia imposta no processo aumentará a probabilidade de formação de poros com formato esféricos (58). A principal causa deste defeito é a vaporização de alguns elementos químicos presentes no material, que com as altíssimas velocidades de solidificação, podem ficar aprisionados na forma de gases no interior da peça. Por outro lado, um baixo aporte de energia poderá resultar em regiões parcialmente fundidas, gerando com isso, poros com morfologia irregular (38,55). Em termos de propriedades mecânicas este último é o mais prejudicial, uma vez que estes poros ficam alinhados somente em uma direção, que é paralela à varredura do *laser*. Este alinhamento dos poros causa uma grande anisotropia nas propriedades de tração e também diminui consideravelmente a vida em fadiga das peças. A Figura 14, extraída de (55), mostra a variação da porosidade, em termos de morfologia e quantidade de defeitos em função da densidade de energia, mostrada na equação (2).

Nos últimos anos, inúmeros trabalhos vêm sendo desenvolvidos com o intuito de reduzir e até mesmo eliminar a porosidade residual das peças produzidas por FSL. Uma das formas encontradas para a redução da porosidade residual foi proposta por Yasa e Kruth (71), com a adição de um processo de refusão (*remelting*) da camada previamente construída pelo feixe de *laser*. Desta forma, cada camada da peça é varrida pelo feixe de *laser* duas vezes. Neste caso foi possível uma grande redução da porosidade residual, passando de valores de 0,77% para 0,046% para uma amostra do aço AISI 316L. A grande barreira para a utilização deste método está na perda de produtividade pela repetição da varredura do feixe.

Outras alternativas estão no controle e no estabelecimento de parâmetros de processos mais robustos. Dentre os principais parâmetros estudados até o momento, destacam-se na geração de porosidades na peça a velocidade varredura, potência do feixe de energia, o espaçamento entre as linhas de varredura (*hatch spacing*), a altura de camada, a morfologia, a granulometria das partículas e a distribuição do pó sobre o leito do equipamento (38,47,72).

Figura 13 - Porosidade versus densidade de energia do *laser* para peças produzidas por FSL. As medições foram realizadas via MO na amostra nas direções paralela (lateral) e perpendicular (topo) à direção de varredura.

Fonte: Adaptado de (55).

Figura 14 - Imagens de microscopia ótica mostrando a variação da porosidade de acordo com o aporte de energia.

Fonte: Retirado de (55).

2.1.3.2 *Balling*

Este defeito é típico de processos de FSL e de acordo com Kruth et al. (67), ocorre quando o material fundido não molha corretamente a superfície da camada imediatamente inferior, devido a desvios na sua tensão superficial. Neste caso, o material fundido tende a aumentar o ângulo de contato em relação à superfície da camada, formando este tipo de defeito. As peças produzidas com este tipo de descontinuidade apresentam grande queda de qualidade devido à deposição irregular das camadas. Podendo ocasionar um aumento da rugosidade superficial e a redução da densidade (aumento da quantidade de poros) nas peças (73). Como resultado, a produção de peças na dimensão final (*net shape*) em alguns casos é inviabilizada. Além disso, pode ocorrer um aumento significativo da probabilidade de nucleação de trincas por fadiga no material (74).

De acordo com Li et al. (75), existem duas principais causas para a ocorrência de *balling* durante o processo de FSL, ambas estão diretamente ligadas à estabilidade da poça de fusão. A primeira ocorre quando se utiliza uma baixa potência de *laser* que promove o engrossamento das partículas do pó que ficam dispostas sobre as superfícies das camadas. Já a segunda forma ocorre quando se utiliza uma alta velocidade de varredura, que combinada ou não, com uma elevada potência do feixe, resulta na geração de uma grande quantidade de respingos a partir da poça de fusão. A Figura 15 mostra as características do efeito *balling* na superfície de uma peça após a manufatura. Neste exemplo, foram utilizadas na produção das peças diferentes velocidades de varredura do feixe de *laser* e os demais parâmetros foram mantidos constantes (75). Pesquisando as melhores janelas de processo para a eliminação/redução deste tipo de defeito, Kruth et al. (67) determinou experimentalmente as condições ideais de processos que utilizam como fonte de energia de *laser* tanto para modo contínuo quanto para o modo pulsado. Este estudo foi realizado de forma experimental e teve como princípio a tentativa e erro. Com os métodos mais sofisticados de monitoramento de processo, como os desenvolvidos pela GE (69), é possível alcançar excelentes resultados, uma vez que este tipo de defeito é mais simples de se monitorar pois encontra-se na superfície da peça que está sendo produzida.

Figura 15 - Imagens de MEV mostrando as características de *balling* no aço AISI 316L sob diferentes velocidades de varredura (a) 50 mm/s; (b) 400 mm/s; (c) 600 mm/s; 800 mm/s.

Fonte: Retirado de (75)

2.1.3.3 Delaminação

Delaminação é a separação completa ou incompleta das camadas adjacentes nos materiais produzidos por MA. Esta separação pode ocorrer devido à fusão incompleta ou à refusão insuficiente (falta de penetração) da camada imediatamente anterior. De acordo com Collins et al. (76), existem diversas causas para este tipo de defeito, como a expansão e contração térmicas sofrida pela peça durante a manufatura, baixa densidade de potência do feixe e também a formação inesperada de uma camada de óxidos na superfície da camada. Este tipo de descontinuidade é danoso para as propriedades mecânicas da peça. Pois, ao contrário dos defeitos de falta de fusão local, que podem ser eliminados por meio de pós-processamento, na delaminação a peça deverá ser inutilizada na maioria dos casos. Isto ocorre, uma vez que os efeitos são macroscópicos e não podem ser reparados (22). De acordo com Gu et al. (77), a delaminação é um processo mediado pela tensão residual e materiais frágeis são mais susceptíveis à formação deste defeito.

Uma das formas de minimização deste defeito foi proposta por Kempen et al. (78) que é o pré-aquecimento da mesa/substrato. Neste estudo, mostrado na Figura 16 (a-c), peças de um aço rápido (HSS) foram produzidas utilizando diferentes temperaturas de pré-aquecimento da mesa/substrato, 90°C, 150°C e 200°C. Após a construção das peças, foi evidenciado que com o aumento da temperatura, as trincas por delaminação foram reduzidas ou eliminadas. Outra alternativa para a minimização desta descontinuidade ocorre pela minimização das tensões residuais na peça por meio da alteração de estratégia de varredura. A Figura 17 mostra outro exemplo da formação de delaminação em uma liga Ti6Al4V que é a fusão insuficiente entre camadas. Neste caso, possíveis alternativas para solucionar este tipo de problema seria o aumento da potência do feixe de *laser* ou a redução da velocidade de varredura.

Figura 16 - Peças de aço de alta resistência produzidas com as seguintes temperaturas de pré-aquecimento (a) 90°C, (b) 150°C e (c) 200°C.

Fonte: Retirado de (78).

Figura 17 - Delaminação proveniente da refusão insuficiente (falta de penetração) de uma peça de Ti-6Al-4V produzida por sinterização seletiva a *laser*.

Fonte: Retirado de (79).

2.1.3.4 Tensões residuais

Os processos de FSL são caracterizados por apresentarem um grande gradiente térmico proveniente da fonte de calor concentrada e uma baixa condutividade térmica. Estas características influenciam diretamente a microestrutura da peça e promovem o surgimento de tensões residuais (76). A magnitude e a forma do campo de tensões gerado depende principalmente das variáveis de processo, propriedades térmicas do material, geometria da peça e dos mecanismos de transferência de calor envolvidos (77).

Quando a magnitude das tensões internas supera o limite de escoamento do material, empenamento ou deformação plástica podem ocorrer na peça. Caso estas tensões superem o limite de resistência, trincas ou outros defeitos poderão ocorrer, podendo inutilizar ou gerar a necessidade de retrabalho na peça. De acordo com Merrellis e Kruth (80), dois mecanismos distintos são responsáveis por introduzir tensões residuais nas peças produzidas por FSL. O primeiro, é o mecanismo de gradiente de temperatura (TGM) e está mostrado na Figura 18. Este mecanismo é resultado dos gradientes térmicos elevados que ocorrem ao redor do feixe de *laser*. Devido ao rápido aquecimento da superfície e à baixa condutividade térmica local, um gradiente de temperatura acentuado se desenvolve. Neste caso, tensões elásticas compressivas são induzidas com a expansão da superfície aquecida pelo *laser* e a falta de grau de liberdade para acomodar estas tensões impostas. Por outro lado, quando a peça possui algum grau de liberdade, ocorrerá o empenamento ou a deformação. Já o segundo mecanismo está relacionado com a contração da poça de fusão ao se solidificar. Quando ocorre a solidificação da massa fundida, ocorre uma contração térmica desta região, induzindo tensões elásticas que, da mesma forma que na TGM, quando restritas induzem tensões trativas na camada recém-produzida e tensões compressivas na camada inferior

Pelo fato de impactar negativamente as propriedades mecânicas e interferir na dimensão final das peças produzidas por FSL, inúmeras técnicas vêm sendo desenvolvidas com o objetivo de reduzir o nível de tensões residuais ao final do processo de fabricação. De acordo com Wu et al. (81), devido às limitações na potência do feixe de *laser* disponíveis, muitos trabalhos foram desenvolvidos estudando os efeitos dos padrões de varredura na magnitude das tensões residuais. Técnicas de varredura como, linhas curtas, em ilhas, varredura alternada

e ângulos alternados entre camadas vêm apresentando resultados positivos em termos de redução do nível de tensões residuais (65,71,81,82).

Figura 18 - Mecanismo de gradiente de temperatura induzindo tensões residuais na peça.

Fonte: adaptado de (80).

2.1.4 Microestruturas das peças produzidas por FSL

As peças produzidas pelo processo de FSL são submetidas a uma série de ciclos térmicos alternados durante o processamento conforme mostrado no item 2.1.2. Esta característica promove nas peças, na condição como fabricado, a formação de micro e macroestruturas completamente diferentes das obtidas nos processos convencionais de fabricação. A sequência de formação destas microestruturas ocorre pela fusão de uma pequena quantidade de material depositado sobre um substrato. O calor desta pequena massa fundida é extraído de maneira direcional para o substrato, criando um gradiente de temperatura local nessa região. As taxas de resfriamento nas quais o material é submetido são bastante altas, chegando a valores de 10^6 K/s (83). Além dos fatores citados acima, esta região do material é refundida durante a deposição da camada seguinte de material.

De acordo com Wang et al. (83), durante a solidificação, diferentes tipos de solidificação ocorrem em diferentes regiões da poça de fusão. Isto acontece devido aos diferentes gradientes e diferentes fluxos de calor. Na parte inferior, a solidificação se desenvolve primeiramente por crescimento planar seguido pelo crescimento celular-dendrítico. Na região central, o modo de solidificação é somente dendrítico. Por fim, no topo da poça de fusão ocorre a mudança da orientação em direção à máxima extração de calor, que é ao longo da direção de varredura do feixe de *laser*.

As microestruturas dos materiais processados por PBF apresentam morfologias características que variam de acordo com parâmetros operacionais. A Figura 19 apresenta as microestruturas obtidas por Thijs et al. (9) trabalhando com tântalo processado por FSL. A diferença de morfologia observada está relacionada somente com a alteração do ângulo de varredura entre camadas. Saeidi et al. (2), trabalhando com o aço 316L, obteve microestruturas heterogêneas e anisotrópicas conforme pode ser observado na Figura 20 (a-b). Estas heterogeneidades foram atribuídas à grande velocidade do feixe de *laser*, que resulta em grande gradiente de temperatura e diferentes taxas de solidificação ao longo da zona fundida. Para maiores ampliações é possível observar estrutura colunar no interior de cada grão individual. De acordo com o autor, as taxas de resfriamento foram suficientemente altas para evitar a formação de dendritas, formando assim uma estrutura colunar.

Figura 19 - Imagens da superfície de uma peça de Ta processado por FSL com ângulo entre camadas (a) 0° (b) 90°.

Fonte: Retirado de [5].

Figura 20 - Imagens de microscopia eletrônica para o aço AISI 316L processado por FSL.

Fonte: Retirado de [2].

Durante a solidificação do material existem algumas orientações preferenciais nas quais uma fração dos grãos cresce com maior facilidade e, por consequência, mais rapidamente do que nas demais. Esta diferença, aliada às condições de processo, pode resultar no desenvolvimento de uma textura cristalográfica pronunciada. Nos processos de PBF a textura cristalográfica é influenciada de maneira significativa pelos parâmetros de processo. A formação de textura cristalográfica nos materiais, quando processados por FSL, foi estudada para a liga Ti-6Al-4V (84), o aço 316L (1,85,86), superligas à base de níquel (10,14,25,87), tântalo (9), ligas AlSi10Mg (49,88) e CoCrMo (89).

A Figura 21, extraída de Sun et al. (90), mostra um diagrama esquemático da migração da interface sólido-líquido de acordo com o modo da poça de fusão, condução ou *keyhole*. No primeiro modo, Figura 27 (a), é possível observar que a curvatura da poça de fusão diminui com o avanço da solidificação, terminando paralela à direção de construção (BD). Neste modo, segundo o autor (90), a parte inferior da poça de fusão se torna plana e a interface sólido-líquido migra para a direção BD, desenvolvendo células colunares orientadas em $\langle 001 \rangle$ no centro do poça de fusão. Já para o modo *keyhole*, devido às condições de maior densidade de energia, a mudança de direção citada acima não ocorre, indicando que a migração lateral é predominante para este caso, como mostrado na Figura 27 (b).

Figura 21 – Diagrama esquemático mostrando a migração da interface sólido-líquido durante a solidificação para (a) modo condução, (b) modo *keyhole*.

Fonte: Adaptado de (90).

A Figura 22 (a) mostra em figuras de polo inversa (IPF, *Inverse Pole Figure*) a visualização em 3 dimensões da microestrutura de um aço 316L fabricado por FSL (86). Por esta imagem, é possível verificar que cada plano apresentado possui uma característica bem distinta. A forma da poça de fusão foi deduzida para cada um dos três planos e está apresentada nas Figuras 22 (b-d), resultados similares em termos de morfologia da poça de fusão foram observados por Zhou et al. (89). Além disso, pela vista frontal, Figura 22 (b), é possível identificar na poça de fusão indícios de crescimento epitaxial e a formação de grãos colunares no centro. Já para a vista superior, (Figura 22 (c)), observa-se uma distribuição bimodal de tamanho de grão, onde o centro da poça de fusão possui grãos refinados e o as laterais são compostas por grãos grosseiros.

Figura 22 – Visualização 3D da microestrutura de uma amostra de aço AISI316L processado por FSL. Visualização esquemática da poça de fusão estão apresentadas nas IPF's dos planos: b) TD-BD, c) SD-TD e d) SD-BD.

Fonte: Retirado de (86).

Dehoff et al. (10) mostraram que a partir do controle adequado de parâmetros do processo de EBM é possível manipular o gradiente térmico e a estabilidade líquido/sólido, e desta forma controlar localmente a orientação dos grãos. Neste trabalho, foram “impressas” na microestrutura de uma superliga IN718 as letras DOE (abreviatura do patrocinador do projeto *Department of Energy*). A Figura 23 mostra a figura de polo inversa deste trabalho, onde é possível observar que as letras são uma região do material com orientação aleatória numa matriz com grãos orientados. Os principais parâmetros utilizados para a obtenção deste resultado foi a potência do feixe, velocidade de varredura e tipo de estratégia de varredura (contínua ou pontos).

Figura 23 – IPF de uma superliga à base de níquel (IN718) mostrando o controle local de orientação dos grãos.

Fonte: Adaptado de (10).

Geiger, Kunze e Etter (14) mostraram a influência da estratégia de varredura entre camadas na textura da superliga à base de níquel IN738LC. Neste trabalho foram utilizadas três estratégias de varredura diferentes (A, B e C), esquematizadas no canto direito da Figura 24. Nas três condições de varredura, é possível observar o alinhamento predominante dos cristais com a direção $\langle 001 \rangle$ paralela à direção de construção. Neste caso, é possível observar também que para as condições A e B estão giradas uma em relação à outra, em cerca de 45° . Já para o material da condição C (rotação de 67° entre as camadas), foi observada uma textura de fibra com um forte alinhamento em $\langle 001 \rangle$ paralelo à direção de construção e uma distribuição uniforme de $\langle 100 \rangle$ e $\langle 110 \rangle$ no plano de varredura.

Figura 24 - Análise de EBSD de um corpo de prova tripo de superliga à base de níquel (IN738LC) construído variando-se as estratégias de varredura A, C e B na condição como fabricado. (a) Figuras de polo inversa, (b) OIM, (c) Figuras de polo.

Fonte: Adaptado de (14).

2.1.5 Propriedades mecânicas

A evolução dos processos de MA nos últimos anos possibilitou a obtenção de peças metálicas com densidades superiores a 99,5% e com propriedades mecânicas próximas às dos materiais produzidos por métodos convencionais de manufatura. Diante disso, estudos das propriedades mecânicas dos materiais produzidos por esta técnica estão ganhando grande atenção na indústria e no cenário acadêmico.

Conforme apresentado nos tópicos anteriores, as peças produzidas por FSL podem apresentar uma certa quantidade de defeitos volumétricos (porosidade, delaminação e rugosidade superficial) que podem ou não, afetar o comportamento do material quando em serviço. Outra particularidade deste processo é que as peças possuem tensões residuais provenientes da alta densidade de energia aliada às altas taxas de solidificação. Estes dois fatores, juntamente com a natureza da microestrutura, impactam diretamente no comportamento mecânico das peças (11,91). Existem diversos aspectos que devem ser estudados em relação ao comportamento mecânico das peças produzidas por FSL. Fatores tais como orientação da peça em relação à direção de construção, morfologia e distribuição dos defeitos, acabamento superficial, pós-processamento, tensões residuais,

características microestruturais e textura estão entre os principais. Uma das características mais marcantes do processo de FSL está na diferença de propriedades entre a direção de construção e a direção de varredura. O efeito da direção de construção influencia diretamente nas propriedades de tração para diversos materiais tais como aço inoxidável austenítico 316L (11,92–94), a liga Ti-6Al-4V (6,38) e ligas de alumínio (12).

Casati, Lemke e Vedani (11) mostraram esta diferença de propriedades para o aço inoxidável 316L. Neste estudo, corpos-de-prova construídos horizontalmente (paralelos à SD) apresentaram melhores resultados de resistência à tração e ductilidade do que os corpos-de-prova construídos na vertical (perpendicular à SD). Esta anisotropia foi atribuída a diversos fatores microestruturais tais como defeitos e orientação preferencial. De acordo com o autor, a incidência de defeitos é maior na região entre camadas, resultando em piores propriedades quando a solicitação mecânica é perpendicular às camadas. A Figura 25 mostra a incidência de defeitos na região entre camadas. As setas pretas indicam poros e regiões com delaminação que contribuem para a redução das propriedades do material quando a solicitação for no sentido vertical (seta vermelha) em relação à solicitação na direção horizontal (seta azul).

Figura 25 - Micrografia da seção lateral do aço AISI 316L produzido por FSL. As setas pretas mostram porosidades geradas pela falta de fusão entre camadas.

Fonte: Adaptado de (11).

Embora possa existir anisotropia das propriedades de acordo com as direções de processamento, em geral os limites de resistência, escoamento e a ductilidade das peças atendem aos requisitos estabelecidos pelas normas de engenharia internacionais (38). A Tabela 4 mostra os resultados obtidos em alguns trabalhos disponíveis sobre o aço inoxidável 316L. É importante destacar que nos trabalhos em questão, o nível de porosidade é menor que 0,1%.

Tabela 4 - Propriedades em tração do aço inoxidável 316L produzido por FSL, de acordo com a microestrutura gerada pelos diferentes processos de fabricação e pós-processamento.

Processo	Condição	Microestrutura	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)	Alongamento (%)
BF*	Recozido	Austenítica	170	485	40
FSL	Como fabricado	Austenítica	590 ± 17	705 ± 15	44 ± 7
FSL	Recozido (1050°C/1 h)	Austenítica	375 ± 11	635 ± 17	51 ± 3
FSL	Como fabricado	Austenítica	462	565	53,7
FSL	Como fabricado	Não informada	444 ± 27	567 ± 19	8 ± 3
LENS	Como fabricado	91%Austenita 9% Ferrita	410 ± 5	640 ± 20	36 ± 4
LENS	TT (1150°C/2 h)	Austenítica	340 ± 15	610 ± 5	42,5 ± 0,5

* - BF - Bruta de fusão, TT – Tratado termicamente

Fonte: Adaptado de (38).

A Figura 26 mostra uma comparação entre o aço AISI 316L manufaturado por FSL e por forjamento nas condições como fabricado e tratado termicamente. De acordo com Yan et al. (18), construindo uma relação de Hall-Petch, para este caso observa-se três comportamentos distintos nos valores de dureza. Segundo o autor, o maior valor de dureza observado na amostra de FSL como fabricada, pode ser atribuído à elevada densidade de discordâncias na forma de estruturas celulares, similares às apresentadas na Figura 20 (2). Após o tratamento térmico, ocorre a recombinação destas discordâncias diminuindo os valores de dureza. Após o recozimento, os valores de dureza continuam significativamente maiores do que os evidenciados no material forjado. Esta diferença é atribuída ao mecanismo de endurecimento de Orowan causado pela fina dispersão de óxidos na matriz. Conforme as partículas vão engrossando com o andamento do recozimento, os valores de dureza diminuem.

Figura 26 – Relação entre a dureza e o tamanho de grão para o aço AISI 316L fabricado por FSL na condição como fabricado (triângulo preto), tratado termicamente (quadrado azul) e o aço 316L forjado disponível comercialmente (vermelho).

Fonte: Adaptado de (18).

A vida em fadiga dos materiais está diretamente ligada aos defeitos comumente encontrados nas peças produzidas por FSL, tais como porosidades, tensões residuais, orientação de construção e rugosidade superficial (22,93,95). Estes defeitos são concentradores de tensão que podem reduzir de forma acentuadas a vida em fadiga das peças, uma vez que as trincas de fadiga nucleiam e crescem nestes locais. Uma das formas de reduzir a porosidade e aliviar tensões residuais dos materiais é a realização de prensagem isostática a quente (HIP – *hot isostatic pressing*). De acordo com Frazier (96), a utilização desta técnica melhora os resultados de fadiga, uma vez que este processo reduz a porosidade e alivia as tensões do material. Uma outra alternativa para a melhoria dos resultados seria a utilização do processo de refusão das camadas, pois este processo reduz a porosidade e as regiões com falta de fusão entre as camadas (97).

Outro fator que afeta de maneira significativa as propriedades dos materiais, e no caso dos materiais processados por FSL se torna ainda mais acentuado, é a rugosidade superficial. Uma comparação entre a vida em fadiga de uma peça de Ti-6Al-4V fabricada por FSL com e sem usinagem foi realizada por Edwards e Ramulu (98). Neste estudo os resultados de fadiga foram muito superiores para a peça usinada. Resultados semelhantes foram encontrados por Riemer et al. (74).

trabalhando com o aço inoxidável 316L que também avaliou a influência do alívio de tensões nas propriedades de fadiga via tratamento térmico ou por HIP. Neste trabalho (74), evidenciou-se que após o tratamento as propriedades do material foram as mesmas ou superaram às dos materiais produzidos por métodos convencionais.

2.1.6 Pós-processamento de materiais fabricados por processo de PBF

Em alguns casos, após a produção das peças por FSL é necessário a realização de tratamentos térmicos para promover a redução de tensões residuais, melhorar as propriedades mecânicas, reduzir a quantidade de poros e trincas no interior das peças (22). A utilização de prensagem isostática a quente (HIP) é amplamente utilizada para o aumento da densificação das peças e redução da probabilidade de formação de trincas por delaminação (99,100). Por outro lado, o tratamento térmico convencional pode ser utilizado para a redução das tensões residuais, homogeneização da microestrutura e envelhecimento. (8,19,101,102). Nos próximos tópicos, serão apresentadas duas condições de tratamento. A primeira é o alívio de tensões e a segunda é o tratamento de recristalização do material.

2.1.6.1 Alívio de tensões

O tratamento para o alívio de tensões é um dos métodos de pós-processamento mais utilizados nos materiais fabricados por PBF. Este processo pode ser realizado antes ou após a remoção da peça do substrato (99). No primeiro caso o principal objetivo é a redução das tensões residuais das peças levando em consideração os requisitos de performance, como por exemplo, o aumento da vida em fadiga, ou perda de dimensional das peças (98,103). No segundo caso, além dos benefícios citados acima, o objetivo é a eliminação/redução de empenamentos e distorções nas peças.

O principal mecanismo atuante no tratamento para o alívio de tensões é a recuperação estática. Neste caso, com a ativação térmica proporcionada pela elevação da temperatura da peça favorecerá a difusão dos átomos das regiões com altos níveis de tensão para regiões com níveis mais baixos. As temperaturas de

tratamento variam de acordo com as características do material processado e devem ser altas o suficiente para que permitam a difusão atômica. Porém o tempo de permanência deve ser o menor possível para evitar a ocorrência de recristalização e crescimento de grão (22,104). A Figura 27 mostra a redução do nível de tensões residuais para uma peça de ferro manufaturada por FSL.

Figura 27 - Alívio de tensões por meio de recozimento à vácuo de uma peça de ferro produzida por FSL.

Fonte: Adaptado de (105).

2.1.6.2 Recristalização

O potencial termodinâmico para a recristalização é a energia armazenada na forma de defeitos cristalinos, principalmente as discordâncias, que se acumulam, por exemplo, após processos de deformação plástica (106). Porém, as peças metálicas fabricadas por MA não são submetidas a nenhum tipo de deformação plástica durante o processo de fabricação. Entretanto, em trabalhos envolvendo o tratamento térmico de peças produzidas por MA, evidenciou-se a ocorrência de recristalização (12–26). Nestes casos, a força motriz para a ocorrência da recristalização foi atribuída às tensões residuais acumuladas, devido aos elevados gradientes de temperatura durante os inúmeros ciclos alternados de aquecimento e resfriamento (21,105,107,108).

As Figuras 28 (a-f), extraídas de (21), mostram a evolução da microestrutura de dois corpos-de-prova de uma superliga à base de níquel (Inconel 939) produzidos por FSL. Neste trabalho os corpos-de-prova foram construídos em duas

posições, um na horizontal (0° em relação à SD) e o outro na vertical (90° em relação à SD), Figuras 28 (a) e (b), respectivamente. Nas condições como fabricado, Figuras 28 (c) e (d), é possível observar uma microestrutura composta por grãos colunares alongados no sentido da direção de construção. As Figuras 28 (e) e (f) mostram a microestrutura das peças após o recozimento a 1160°C por 4h. Pelas IPFs, é possível observar que ocorreram alterações microestruturais que foram atribuídas à recristalização estática (21). Outra observação interessante está no tamanho de grão final das duas condições após o recozimento. O tamanho de grão da amostra construída na horizontal foi aproximadamente o dobro da amostra na vertical, Figuras 28 (e) e (f), respectivamente. Como ambas as amostras foram tratadas nas mesmas condições de temperatura e tempo, esta diferença no tamanho de grão foi atribuída às altas tensões residuais presentes na condição vertical.

Figura 28 - Esquema de construção dos corpos-de-prova de Inconel 939 (a) horizontal, (b) vertical e figuras de polo inversas das amostras nas condições: como construída (c) 0° (d) 90° e recozida por 4 h a 1160°C (e) 0° (f) 90° .

Fonte: Adaptado de (21).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Material

O material utilizado nesta Tese é o aço inoxidável austenítico 316L (CL 20, na denominação do fabricante) produzido pela empresa *Concept Laser*. A distribuição de tamanho de partícula do pó metálico utilizado na construção das peças varia entre 5 e 42 μm , com um diâmetro médio de 26 μm . A composição química completa do material na condição como fabricado é mostrada na Tabela 5. A análise química foi gentilmente realizada pela empresa APERAM S.A., tradicional fabricante de aços inoxidáveis no país. A análise dos intersticiais gasosos (O e N) foi realizada no CCDM em São Carlos-SP. Os valores equivalentes da % mássica de Cr_{eq} e Ni_{eq} são de 20,23% e 11,29%, respectivamente e foram calculados de acordo com Plaut et al. [109].

Tabela 5 - Especificação de composição química da peça de aço inoxidável 316L (%-peso).

C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	N
0,023	16,58	10,07	2,09	1,30	0,50	0,09
O	V	W	Nb	Cu	Co	S
0,07	0,072	0,059	0,019	0,31	0,18	0,04

Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2 Processamento das amostras

As amostras foram produzidas na forma de cilindros ($\phi 15 \times 50 \text{ mm}^3$) utilizando o equipamento de fusão seletiva a *laser Mlab Cusing R*, instalado no Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer (CTI) em Campinas-SP. A peças foram produzidas utilizando a estratégia de varredura em ilhas onde estas estruturas são divididas em pequenos quadrados de dimensão $5 \times 5 \text{ mm}^2$. Foi utilizada uma estrutura de suporte do tipo “*pin*” (109) para a fixação da peça na placa. A Tabela 6 apresenta os principais parâmetros de processo utilizados na construção das peças deste trabalho. As Figuras 29 (a) e (b) mostram um diagrama esquemático da sequência de fabricação e uma imagem de um cilindro produzido por FSL na condição como fabricado.

Tabela 6 - Parâmetros de processo utilizados para a produção das amostras.

Parâmetros de processo	
Tipo de <i>laser</i>	Fibra
Altura de camada	30 μm
Tipo de varredura	Varredura em ilhas (<i>Laser CUSING</i>)
Tamanho das ilhas	5 x 5 mm
Ângulo de varredura na camada	45°
Ângulo de varredura entre camadas	90°
Potência do <i>Laser</i>	90W
Velocidade de varredura	1500 mm/s
Atmosfera	N ₂ (g)

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 29 – (a). Diagrama esquemático mostrando as condições de construção das peças por FSL. BD representa a direção de construção e SD1 e SD2 representam as direções de varredura; (b) Cilindro na condição como fabricado do aço AISI 316L produzido por FSL.

(a)

(b)

Fonte: Elaborado pelo autor.

3.3 Tratamentos térmicos pós-processamento

Os cilindros produzidos foram cortados em discos de $\phi 15$ mm x 4 mm com uma cortadeira de baixa velocidade ISOMET 1000 da Buehler, encapsulados em vácuo em tubo de quartzo e submetidos a tratamentos isotérmicos em 1150 °C com duração variando entre 5 e 2880 min. A temperatura de tratamento térmico foi escolhida com base em simulação termodinâmica de modo a garantir a máxima temperatura sem a formação de ferrita. Também foram realizados tratamentos isócronos com duração de 1 e 4 h em temperaturas variando entre 300 e 1300°C. As Tabelas 7 e 8 mostram as condições de tratamento utilizadas nas condições isotérmica e isócronas.

Tabela 7 - Condições de temperaturas utilizadas nos tratamentos isócronos para as amostras recozidas por 1 e 4 h.

Temperatura (°C)	Tempo (h)	
	1	4
300	x	-
400	x	-
500	x	-
600	x	-
700	x	-
800	x	-
900	x	-
950	-	X
1000	x	X
1050	-	X
1100	x	-
1150	x	X
1200	x	-
1300	x	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 8 - Condições de tratamento isotérmico em 1150°C por diversos tempos variando entre 5 e 2880 min.

Temperatura	Tempo
1150°C	5 min
	15 min
	30 min
	60 min
	240 min (4 h)
	960 min (16 h)
	2880 min (48 h)

Fonte: Elaborado pelo autor.

3.4 Caracterização microestrutural

3.4.1 Cálculo termodinâmico computacional

Para a previsão do campo de estabilidade de fases em função da temperatura, foram realizados cálculos termodinâmicos computacionais utilizando o *software* Thermo-Calc®, utilizando a base de dados para aços e ligas ferrosas TCFE7. Simulações de solidificação nas condições de equilíbrio e fora de equilíbrio foram realizadas utilizando o módulo Scheil. Os cálculos foram realizados utilizando a composição química apresentada na Tabela 5.

3.4.2 Microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura

As amostras foram preparadas utilizando metalografia convencional, lixamento (lixa 800, 1200, 2400 e 4000) e polimento com suspensão de sílica coloidal OP-U (Struers). As amostras foram submetidas a ataque eletrolítico utilizando uma solução aquosa contendo 10% de ácido oxálico. A tensão e o tempo utilizados foram de 5 V e 90 s, respectivamente. A aquisição das imagens foi realizada no microscópio ótico Leica DM-IRM e no eletrônico de varredura LEO 1450-VP, ambos instalados no DEMAR-EEL-USP. A amostra como fabricada foi analisada utilizando um microscópio eletrônico de varredura Zeiss Merlin utilizando a técnica ECCI (*Electron Channeling Contrast Imaging*), instalado no MPIE Düsseldorf, Alemanha.

3.4.3 Medidas de porosidade

As medidas de porosidade foram realizadas com o auxílio do *software Image J* a partir de imagens da superfície das amostras polidas nos planos paralelos à direção BD e paralelo à SD. A área analisada para cada amostra foi de aproximadamente 150 mm². Nesta análise, utilizando a função *threshold*, as imagens foram binarizadas e convertidas em preto e branco, realçando os poros em preto sobre uma matriz branca. Em seguida, pela proporção de *pixels* pretos e brancos presentes na imagem, é possível calcular a fração de poros presente na superfície do material.

3.4.4 Microdureza Vickers

Foram realizadas medidas de microdureza Vickers em amostras de todas as condições, na região central de um plano paralelo à direção de varredura (SD). Também foram realizadas medidas em um plano paralelo à direção de construção (BD) nas amostras tratadas por 4 h. Foram realizadas 20 medidas por amostra utilizando uma carga de 200 gf durante 30 s. As medidas foram feitas de acordo com a norma ASTM E384 11e1 e o equipamento utilizando foi um microdurômetro analógico Micromet 2004 da Buehler, instalado no DEMAR-EEL- USP.

3.4.5 Medidas de nanoindentação

Medidas de nanoindentação foram realizadas com o objetivo de caracterizar as diferentes regiões da amostra na condição como fabricada. Para a realização dos testes, a amostra foi preparada utilizando metalografia convencional. As análises foram realizadas com um nanoindentador Hysitron modelo TriboIndenter, instalado no MPIE Düsseldorf. Foi utilizado um transdutor e scanner SN5-138-64 e um indentador Berkovich Tip TI 39-01. O carregamento utilizado foi constante de carga 1500 μN .

3.4.6 Medidas de difração de raios X

Foram realizadas medidas de difração de raios X do pó e das amostras nas condições como fabricada e recozidas. A superfície analisada foi a paralela à direção SD após preparação metalográfica convencional. As medidas de difração de raios X foram feitas em um equipamento da Panalytical, modelo Empyrean com radiação Mo-K α , instalado no DEMAR-EEL- USP. Foi utilizado um intervalo angular de 17-70°, passo angular de 0,006° e tempo de contagem de 75 s. Para a determinação da quantidade de ferrita delta no pó, os picos de difração foram analisados pelo *software* da Panalytical *High-ScorePlus*®.

Foram realizadas, também, medidas de DRX na amostra como fabricada e nas amostras recozidas isotermicamente em 1150°C (5-60 min). As medidas foram realizadas utilizando um difratômetro Seifert modelo ID3003 com radiação de Co-

$K\alpha$ e operado a 40 kV e 30 mA, instalado no MPIE Düsseldorf. Todas as amostras foram medidas em um intervalo angular 2θ de 30 a 120° , passo angular de 0.03° e tempo de contagem de 10 s para cada ângulo. A quantificação das fases foi realizada pelo método de refinamento Rietveld utilizando o *software* MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) (110,111). O modelo de Popa foi utilizado para avaliar a evolução efetiva do tamanho de cristalito (D_{eff}) e microdeformação acumulada $\langle \varepsilon_{hh}^2 \rangle^{1/2}$ para a austenita (112). O método de Popa foi implementado no MAUD e a confiabilidade dos refinamentos foi estabelecida pelo bom ajuste do parâmetro (GoF), que deve convergir para a unidade (113,114). A densidade de discordâncias (ρ) foi estimada de acordo com o procedimento reportado por Williamson and Smallman (115), de acordo com a Equação (3):

$$\rho = \left(\frac{3 \cdot K \cdot \langle \varepsilon_{hh}^2 \rangle}{D_{eff}^2 \cdot b^2} \right)^{1/2} \quad (1)$$

onde $K = 16.6$ para a austenita (CFC) [34]; b é a magnitude do vetor de Burgers, que é equivalente a $a/\sqrt{2}$ ao longo da direção $\langle 110 \rangle$ na estrutura CFC (onde “a” é o parâmetro de rede). D_{eff} e $\langle \varepsilon_{hh}^2 \rangle^{1/2}$ são, respectivamente, o tamanho efetivo de cristalito e a microdeformação acumulada obtidos por meio do modelo de Popa.

3.4.7 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

Amostras nas condições como fabricada e recozidas foram embutidas em resina fenólica condutora PoliFast (Buehler), preparadas metalograficamente e analisadas por EBSD. Parte da caracterização foi realizada por meio de um microscópio eletrônico de varredura FEG-SEM JEOL JSM-6500F instalado no MPIE Düsseldorf. Outra parte dos mapeamentos foi realizada utilizando um microscópio eletrônico de varredura FEG-SEM Quanta 200 acoplado a um sistema da Pegasus (TSL-OIM), instalado no IFIR – Rosário, Argentina. Para cada mapeamento, utilizou-se um *step size* igual a 40 nm. Os resultados apresentados nesta Tese foram gerados por meio do *software* OIM 7.1 da TSL. Para o processo de limpeza dos mapeamentos foram utilizados os modos *Confidence Index* (CI) e *Grain Dilation*. Os pontos dos mapeamentos com CI abaixo de 0,1 foram removidos dos mapeamentos. Para o modo de *Grain Dilation*, um ângulo de tolerância de grão igual a 5° foi utilizado bem como um tamanho mínimo de grão igual a 10 *pixels*.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização do pó utilizado na fabricação das peças

A Figura 30 mostra micrografias em MEV do pó utilizado na fabricação das peças por FSL. Nestas imagens é possível evidenciar uma grande variedade de tamanho de partículas, forma e rugosidade superficial. Em termos gerais, as partículas maiores possuem uma superfície típica de pós fabricados por atomização a gás. As diferenças observadas na morfologia e na rugosidade das partículas pode ser atribuída ao número de reutilizações aos quais este material foi submetido. A reutilização de pós nos processos de fusão em leito de pó é realizada para reduzir os custos de matéria prima. De acordo com a norma ASTM F3184 (116), nos processos de fabricação por FSL a reutilização do pó é permitida por um número ilimitado de vezes, desde que a qualidade da peça seja garantida. Existem diversos estudos avaliando a degradação do pó após diversas reutilizações (117–121), porém, a partir dos resultados encontrados até o momento, não é possível a definição de um padrão para a reutilização dos pós.

Foram realizadas análises por meio de difração de raios X do pó utilizado na manufatura das peças. A partir do difratograma apresentado na Figura 31 é possível evidenciar a presença de duas fases no pó precursor, austenita (γ) e ferrita delta (δ). Por meio de análises pelo método de Rietveld, a fração volumétrica de ferrita encontrada foi de aproximadamente 0,06 (6%). Uma quantidade similar de ferrita (δ) foi reportada por Heiden et al. (120), porém após 30 reutilizações. Desta forma, a presença de ferrita delta no material precursor é atribuída à quantidade de reutilizações às quais o material foi submetido (15 reutilizações no presente estudo). A presença de pequenas quantidades de ferrita delta no pó precursor também foi reportada por (47,120,122).

Figura 30 – Micrografias em MEV do pó do aço AISI 316L utilizado na fabricação das peças. Vista geral e detalhe da morfologia e rugosidade superficial da amostra.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 31 - Difratoograma de raios X do aço AISI 316L utilizado na fabricação das peças. Os triângulos representam os picos de austenita enquanto os círculos representam os picos de ferrita na amostra.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 Caracterização da amostra na condição como fabricada

4.2.1 Porosidade

Para avaliar a integridade das peças estudadas neste trabalho, foram realizadas medidas de densificação utilizando microscopia ótica e análise de imagens. As medidas foram realizadas nas amostras estudadas antes do recozimento. Foram analisadas cerca de 380 imagens utilizando o *software Image J* para a determinação dos valores de porosidade da amostra.

As Figuras 32 (a) e (b) apresentam imagens representativas das duas regiões analisadas, superfície paralela à direção de varredura (topo) e paralela à direção de construção (lateral). Podem ser observadas nestas imagens duas características principais: a primeira são poros esféricos de pequenos diâmetros, originados devido ao aprisionamento de gases durante o processo de construção da peça (38,58,95). A segunda, são poros de geometria irregular provenientes principalmente da falta de fusão entre as camadas (95). A Figura 32 (b) mostra este tipo de defeito nas regiões destacadas em vermelho. Os valores encontrados de porosidade para as amostras de topo e lateral foram $0,29\% \pm 0,21$ e $0,27\% \pm 0,15$, respectivamente. Em geral os poros apresentam diâmetro médio de $4,8 \mu\text{m}$ e a distribuição de porosidade nas amostras está apresentada na Figura 33.

Figura 32 - Micrografias da superfície polida do material na condição como fabricada mostrando a presença de poros (a) Vista de topo, (b) vista lateral. As regiões circuladas em vermelho mostram poros formados devido à falta de fusão entre camadas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 33 - Distribuição do tamanho de poros na peça do aço inoxidável AISI 316L fabricado por FSL.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2.2 Caracterização microestrutural (MO e MEV)

A microestrutura na condição como fabricado do aço AISI 316L manufaturado por FSL é mostrada na Figura 34. Nesta imagem, estão representadas duas vistas da microestrutura do cilindro, vista de topo (SD1xSD2) e vista lateral (SD1xBD). Como o ângulo de varredura entre camadas é de 90° as vistas laterais SD1xBD e SD2xBD são iguais, não sendo necessária sua representação. Em termos de macroestrutura, a vista de topo possui uma estrutura cruzada (*cross hatch*), e por ser formada a partir da variação de 90° do ângulo de varredura entre camadas do feixe de *laser*, é chamada por alguns autores tabuleiro de xadrez (*chessboard*) (8,87,123). Já na vista lateral, é possível verificar a formação de inúmeras poças de fusão, alinhadas em camadas, que conferem a ela um aspecto de “escamas de peixe” (*fish scales*) (64,76).

As Figuras 35 (a-d), também obtidas por microscopia ótica, mostram em maior ampliação e clareza as trilhas de solidificação do processo de FSL. Também é possível observar que muitos grãos estão radialmente orientados com as poças de fusão, conforme indicado pela seta azul na Figura 35 (c). Isto é um indicativo da ocorrência de crescimento epitaxial dos novos grãos a partir das regiões que foram

refundidas e cresceram em direção do máximo gradiente de temperatura (90). Já a Figura 35 (a) mostra a vista superior, paralela à SD, onde é possível evidenciar as trilhas formadas pela varredura do feixe de *laser*. Neste caso, o padrão de varredura utilizado foi cruzado, onde a cada camada a varredura do feixe de *laser* gira 90°. As microestruturas citadas acima são consideradas por alguns autores como macroestruturas formadas em condição de solidificação fora de equilíbrio (2,124,125).

As dimensões aproximadas das poças de fusão são de aproximadamente 90 μm de largura por 60 μm de profundidade conforme mostrado na Figura 35 (d). Estas dimensões são diretamente dependentes de parâmetros de processo tais como, velocidade do feixe de *laser*, potência do *laser*, diâmetro do feixe e distância entre linhas de varredura.

Figura 34 – Representação esquemática da microestrutura do cilindro manufactured por FSL do aço AISI 316L na condição como fabricado. Micrografia obtida via MO (ataque eletrolítico com ácido oxálico).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 35 - Micrografias obtidas por MO do aço AISI 316L produzido por FSL das seguintes regiões: (a) e (b) vista de topo (SD1 x SD2), (c) e (d) vista lateral (SD1 x BD). A região indicada pelo círculo branco mostra a formação de uma estrutura celular. A seta azul está evidenciando uma região com crescimento epitaxial dos grãos. As amostras foram atacadas eletroliticamente com ácido oxálico.

Fonte: Elaborado pelo autor.

As Figuras 36 e 37 mostram imagens obtidas via MEV das vistas de topo e lateral da peça, respectivamente. A partir da vista de topo mostrada na Figura 36, assim como na MO, é possível evidenciar uma microestrutura do tipo de tabuleiro de xadrez (*chessboard*) obtida por meio de um padrão de varredura cruzado (ângulo de 90° entre camadas). Também é possível verificar uma microestrutura com regiões muito bem definidas e uma distribuição bimodal de tamanho de grão, conforme mostrado na Figura 36 (b). A região com grãos mais refinados, que neste trabalho é chamada de “trilha”, é formada especificamente na região central da poça de fusão, conforme indicado pela seta azul. Enquanto a região de grãos mais grosseiros, aqui denominados “bolsões”, são formadas pelas extremidades ou encontro de duas poças de fusão, conforme indicado pela linha tracejada laranja.

Este padrão de microestrutura se repete ao longo de toda a vista de topo da amostra, é possível afirmar que ela é característica deste tipo de processo de fabricação. A partir da micrografia da vista lateral mostrada na Figura 37, é possível verificar um outro padrão de repetição que é paralelo à direção de construção (SD1xBD). Por estas imagens, não fica claro o padrão do tipo de “escama de peixe” como apresentado anteriormente por MO, devido às características da técnica utilizada. A Figura 37 (b) mostra, sob maior ampliação, a vista lateral e o centro das poças de fusão indicado pela seta azul. Por esta imagem é possível observar a presença de grãos alongados no sentido de BD que, em alguns casos, ultrapassam várias camadas do material depositado. Como citado anteriormente, a penetração do feixe de *laser* foi aproximadamente de 60 μm e a espessura de camada de 30 μm . É possível afirmar que ocorreu a fusão total/parcial da camada imediatamente inferior ou do substrato com a passagem do *laser*. Esta característica potencializa o crescimento epitaxial dos grãos no sentido de construção da peça (90).

Correlacionando as duas vistas, topo e lateral, é possível comprovar que a região de grãos refinados nas duas vistas é formada pelo centro da poça de fusão. A região de grãos equiaxiais na vista superior é uma mistura de grãos equiaxiais e grãos colunares cortados perpendicularmente ao seu eixo. A distância aproximada de 90 μm , auxilia na comprovação desta hipótese. Esta afirmação está de acordo com o evidenciado por Andreau et al. (86).

A Figura 38 apresenta um diagrama esquemático mostrando como ocorreu a formação das microestruturas na região de topo e lateral da amostra fabricada por FSL. Por esta imagem é possível entender de forma mais simples que a formação da microestrutura do tipo tabuleiro de xadrez na superfície de topo da amostra ocorreu pela sobreposição de camadas giradas 90° entre si. Além disso, também é possível verificar a distribuição bimodal de tamanho de grão, conforme detalhe mostrado na vista de topo. Já pelo detalhe da vista lateral, é possível visualizar a formação da microestrutura do tipo “escamas de peixe” formada pelo alinhamento de diversas poças de fusão na mesma camada e em camadas subsequentes. Pelo detalhe da vista lateral apresentado nesta imagem, nota-se a formação de uma região de grão equiaxiais no centro da poça de fusão e a região de grãos colunares partindo das fronteiras em direção ao centro da poça. A formação destas microestruturas também está de acordo com o apresentado por Andreau et al. (86) e Zhou et al. (89)

Figura 36 – Micrografia do aço AISI 316L na condição como fabricada, obtida por meio da técnica de ECCI (*electron channeling contrast imaging*) mostrando: (a) visão geral da microestrutura do tipo de tabuleiro de xadrez evidenciada na vista SD1xSD2 e (b) vista ampliada evidenciando as trilhas de varredura formadas no centro da poça de fusão, indicadas pela seta azul e o encontro entre duas poças de fusão, indicadas pela linha tracejada laranja.

Fonte: Elaborado pelo ator.

Figura 37 - Micrografia do aço AISI 316L na condição como fabricada, obtida por meio da técnica de ECCI mostrando: (a) visão geral da microestrutura do tipo “escama de peixe” na vista SD1 x BD e (b) vista de ampliada evidenciando as trilhas de varredura formadas no centro da poça de fusão, indicadas pela seta azul e o encontro entre duas poças de fusão, indicadas pela linha tracejada laranja.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 38 – Diagrama esquemático da microestrutura resultante do processo de L-PBF utilizando durante a construção da peça com rotação de 90° entre camadas.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Uma fina estrutura celular é evidenciada tanto na superfície de topo quanto na superfície lateral, conforme indicado pelos círculos brancos nas Figuras 35 (b) e (d). Esta subestrutura possui a morfologia próxima a de um hexágono na direção transversal e alongada no sentido da célula, conforme mostrado nas regiões ampliadas nas Figuras 39 (b) e (d), respectivamente. A formação destas subestruturas foi evidenciada em diversos trabalhos envolvendo este aço produzido por processos PBF que utilizam tanto *laser* (2,47,55,83) quanto feixe de elétrons (124,126).

A formação da estrutura celular é favorecida pelas altas taxas de resfriamento, da ordem de 10^6 K.s^{-1} (60), e pelo alto gradiente de temperatura 10^6 K.m^{-1} (11) às quais o material é submetido durante a sua manufatura. Estrutura semelhante também é evidenciada na soldagem do aço 316L soldado a *laser*, porém, devido às menores taxas de resfriamento e menor gradiente térmico, estas estruturas possuem tamanhos muito maiores do que a evidenciada no material produzido por FSL (127).

O tamanho das células foi determinado por meio de análise de imagens utilizando 15 imagens de ECCI e o valor encontrado foi de 383 ± 40 nm. No estudo realizado por Scipioni et al. (128) este tamanho de célula encontrado corresponde a uma taxa de resfriamento de aproximadamente $6,0 \times 10^6 \text{ K.s}^{-1}$. Em um comparativo com os valores obtidos para o tamanho de célula, o valor encontrado é próximo aos valores encontrados no mesmo material produzido por FSL (101) e aproximadamente a metade do material produzido por EBM, de acordo com Zhong et al. (125). De acordo com diversos autores (2,18,23,47,55,83), a estrutura celular é a principal responsável pela boa resistência mecânica (23), em comparação ao material forjado disponível comercialmente do aço AISI 316L fabricados por FSL. A Figura 26, apresentada anteriormente, mostra o efeito das discordâncias presentes nas paredes das células na relação de Hall-Petch.

Figura 39 – Microestrutura do aço AISI 316L na condição como fabricado, observada por meio da técnica de ECCI evidenciando a formação da estrutura celular nas regiões: (a) vista geral de topo, (b) vista de topo ampliada evidenciando a morfologia hexagonal no sentido perpendicular das células (linhas tracejadas brancas), (c) vista lateral e (d) vista lateral ampliada evidenciando a morfologia de fibras no sentido longitudinal das células (linhas tracejadas brancas).

Fonte: Elaborado pelo autor.

As setas brancas na Figura 40 evidenciam a presença de inúmeras partículas nanométricas no material. Pelo cálculo termodinâmico para a condição de equilíbrio mostrada na Figura 41 (a), foi prevista a formação da fase espinélio (MnCr_2O_4) ainda no estado líquido. Nos trabalhos realizados por Saeidi et al. (2), Sun et al. (47) e Zhong et al. (125) foi evidenciada a presença de uma quantidade significativa de silício na composição química destes nanoprecipitados. Além disso, em trabalho recente, Yan (18) mostrou que as nanopartículas são compostas principalmente por O, Si e Mn, indicando que as partículas não são do tipo espinélio. De acordo com o mesmo autor, a formação de rodonita (MnSiO_3) foi evidenciada pela composição química e confirmada pelo cálculo termodinâmico admitindo uma condição metaestável. Para efeito de comparação, neste trabalho, também foi calculado o diagrama metaestável considerando a fase espinélio como “dormente”, mostrado na Figura 41 (b). O resultado foi similar ao encontrado por Yan et al. (18) com a fase rodonita se formando ainda no estado líquido e permanecendo estável no estado sólido até temperaturas mais baixas. As composições químicas do espinélio e da rodonita estão apresentadas nas Figuras 41 (c) e (d), respectivamente.

Figura 40 - Microestrutura do aço AISI 316L produzido por FSL (BD x SD1) na condição como fabricado, observado com o auxílio da técnica de ECCI (*electron channeling contrast imaging*). As setas brancas indicam as nanopartículas evidenciadas.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 41 - Simulações termodinâmicas em Thermo-Calc® mostrando as frações de fases das condições em (a) equilíbrio, (b) metaestável e composição química em equilíbrio das fase (c) espinélio e (d) rodonita.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Cálculos realizados utilizando o módulo Scheil (Figura 42) foram realizados para identificar a sequência de solidificação do material nas condições de equilíbrio e fora de equilíbrio. As linhas cheias e tracejadas representam as condições de solidificação em equilíbrio e fora de equilíbrio, respectivamente. Como pode ser observado na imagem, no último estágio de solidificação foi evidenciada a formação de rodonita, conforme indicado pela seta vermelha. Esta condição é um indicativo da ocorrência da formação de rodonita durante a solidificação e devido às altas taxas de resfriamento dos processos de FSL, esta fase ficou congelada numa condição metaestável na peça como fabricada.

Figura 42 - Cálculo termodinâmico utilizando o módulo Scheil. A seta vermelha indica a formação de rodonita nos últimos estágios de solidificação.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 43 mostra a distribuição de tamanho destas nanopartículas com diâmetro médio de 37 ± 19 nm e fração volumétrica de $0.25\% \pm 0.11$. A fração volumétrica evidenciada é bastante próxima ao valor de 0.40% calculado utilizando o Thermo-Calc®. O trabalho de Chao et al. (129), também utilizando o aço AISI 316L e condições semelhantes de processo, evidenciou um tamanho de partícula similar. Estas partículas são responsáveis pelo segundo mecanismo de aumento de resistência proposto por Yan et al. (18). Este mecanismo de endurecimento é o de Orowan, promovido por uma fina dispersão de óxidos incoerentes na matriz e que se encontra representado na Figura 26, admitindo-se que não haja coerência entre as partículas e a matriz.

Figura 43 - Distribuição do tamanho de partícula do aço AISI 316L produzido por FSL na condição como fabricado.

Fonte: Elaborado pelo autor.

As Figuras 44 (a-c) mostram o mapeamento de EBSD, a figura de polo inversa (IPF) e os mapas de orientação de KAM (*kernel average misorientation*) da vista de topo da amostra como fabricada. Nos mapas, os contornos de alto ângulo (diferença de orientação $> 15^\circ$) e baixo ângulo (diferença de orientação $< 15^\circ$) estão marcados em preto e vermelho, respectivamente. Nos mapeamentos de EBSD para esta condição, somente a austenita foi detectada. Assim como apresentado anteriormente, é possível distinguir com maior clareza a distribuição bimodal de grãos, onde a região das trilhas possui um tamanho médio de grão de $15\ \mu\text{m}$ e os bolsões, que possuem grãos mais grosseiros apresentam tamanho médio de $50\ \mu\text{m}$. Nestes bolsões, além do maior tamanho médio de grão, pelo fato desta região estar restrita entre as trilhas de varredura, sua morfologia em grande parte fica próxima a de um quadrado. Estes valores encontrados são similares aos obtidos por Pham, Dovggy e Hooper (130) trabalhando com o mesmo material e parâmetros de processo similares aos utilizados nesta Tese.

Carter et al. (131), em estudo realizado com uma superliga à base de níquel, também observou microestruturas com características semelhantes, apresentando região de grãos refinados e grãos grosseiros. Porém, neste trabalho, esta

característica foi atribuída ao padrão de varredura escolhido onde foi utilizada uma defasagem de 1 mm (desalinhamento) entre as camadas (mostrado na Figura 7(e)). Como na produção do aço 316L utilizado neste trabalho não foi utilizada esta defasagem, a diferença na morfologia e tamanhos de grãos nas duas regiões são atribuídas às diferentes condições de resfriamento e solidificação.

Os mapas de KAM mostram a diferença de orientação de um *pixel* com relação a um número determinado de vizinhos. A utilização deste parâmetro é útil para estimar a energia armazenada no material. Como critério de construção dos mapas foi utilizado o número de 3 vizinhos e uma diferença máxima de orientação de 5°. Na Figura 44 (c) é possível distinguir as regiões pertencentes às trilhas e aos bolsões. Isto se torna evidente pelo fato de as trilhas estocarem uma maior quantidade de energia, se comparada à energia armazenada nos bolsões. As regiões azuis apresentam menor quantidade de defeitos (discordâncias), enquanto que as cores mais quentes indicam maiores valores de desorientação local.

Medidas de nanoindentação foram realizadas no material como fabricado para auxiliar na caracterização microestrutural do material. As Figura 45 (a e b) apresentam um mapa de contorno com os valores de dureza e a IPF da região analisada. As regiões tracejadas nestas imagens identificam as trilhas (centro da poça de fusão). Embora seja possível observar uma tendência de esta região possuir valores de dureza maiores do que os seus vizinhos imediatos, este comportamento não é tão evidente quanto no mapa de KAM apresentado na Figura 44 (c). Esta diferença ocorre, principalmente, devido à anisotropia do material. Neste caso, as propriedades de variam de acordo com a direção do cristal amostrado em relação à aplicação da carga (132,133).

Figura 44 - Mapas de EBSD do aço AISI 316L produzido por FSL na condição como fabricado mostrando a vista de topo, onde: (a) Mostra as características de contorno de alto e baixo ângulo, linhas pretas e vermelhas, respectivamente, (b) Figura de polo inversa (IPF), (c) Mapa de orientação de KAM.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 45 - Valores de nanoindentação para o aço AISI 316L produzido por FSL na condição como fabricado. (a) gráfico de contorno, (b) mapa de IPF da região analisada. As linhas tracejadas correlacionam a localização das trilhas nas duas imagens.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Também foram realizadas análises de DRX nas peças como fabricadas. Pelo difratograma mostrado na Figura 46, não foi evidenciada a presença de ferrita delta nesta condição. Para fins de comparação também está apresentado nesta imagem o difratograma do pó, onde verifica-se a presença de picos de ferrita delta. Uma vez que esta fase não foi identificada na peça, é possível inferir que o tempo de resfriamento foi suficiente para que toda a ferrita formada nos estágios iniciais de solidificação se transformasse em austenita, conforme mostrado pela simulação Scheil (Figura 42). Sun et al. (47) reportaram a presença de ferrita delta no pó precursor e na peça produzida por FSL do aço 316L. Por outro lado, outros trabalhos reportaram que após a manufatura de peças utilizando um pó completamente austenítico, não foi evidenciada a presença de ferrita delta (2,134,135).

Figura 46 - Difratogramas de raios X utilizando radiação de Mo-K α das amostras de aço AISI 316L produzido por FSL. Inferior pó (preto), superior, peça na condição como fabricada.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3 Amostras recozidas

4.3.1 Recozimento isotérmico

Amostras do aço AISI 316L na condição como fabricada foram recozidas em 1150°C por diversos tempos. Esta temperatura foi escolhida com o auxílio do cálculo termodinâmico apresentado na Figura 41(a), onde se determinou uma janela de temperatura onde exista 100% de austenita, com a menor possibilidade da existência de outras fases precipitadas. As micrografias obtidas via microscopia ótica da Figura 47 (a-e) mostram a evolução microestrutural do material recozido em 1150°C por 15, 30, 60, 240 e 2880 min, respectivamente. Nas amostras recozidas por 15 e 30 min é possível evidenciar a recristalização em estágios iniciais com os novos grãos nucleando principalmente na região das trilhas. Já para a amostra recozida por 60 min, a recristalização encontra-se em um estágio mais avançado, dificultando a diferenciação entre bolsões e trilhas. Para tempos maiores (240 e 2880 min), a amostra está praticamente 100% recristalizada, não sendo mais possível evidenciar de maneira simples, por esta técnica, qualquer correlação com a microestrutura na condição de partida.

A Figura 48 (a-e) mostra os mapas de IPF das amostras recozidas isotermicamente a 1150°C pelos tempos de 5, 15 60, 240 e 2880 min. Pelas imagens, assim como nas de MO, não é possível evidenciar grandes diferenças entre as amostras recozidas por 5 e 15 min, uma vez que ambas se encontram nos estágios iniciais de recristalização, conservando as principais características da microestrutura como fabricada. O padrão de tabuleiro de xadrez foi quase que totalmente substituído por grãos equiaxiais em tempos superiores a 60 min e uma maior quantidade de maclas de recozimento podem ser evidenciadas na microestrutura. Por fim, para as amostras recozidas por 240 e 2880 min a recristalização encontra-se em estágios avançados e é possível evidenciar uma grande quantidade de maclas de recozimento, além do crescimento normal de grão.

Figura 47 - Evolução microestrutural do aço AISI 316L fabricado por FSL no plano BD x SD1 recozido na temperatura de 1150°C por (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 60 min, (d) 240 min e (e) 2880 min. Imagens obtidas via MO.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 48 - Figura de polo inversa do aço AISI 316L mostrando o estágio inicial de recristalização das amostras recozidas isotermicamente por (a) 5 min, (b) 15 min, (c) 60 min, (d) 240 min and (e) 2880 min.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Uma análise mais detalhada da evolução da recristalização pode ser realizada com o auxílio dos mapas de espalhamento de orientação dos grãos (GOS – *Grain Orientation Spread*), mostrados na Figura 49 (a-d). Este parâmetro é muito utilizado no estudo da recristalização, uma vez que por meio da desorientação média de um *pixel* em relação ao seu vizinho, ou em relação a todos os *pixels* do grão, pode-se distinguir regiões recristalizadas e não recristalizadas. Como recurso para evidenciar os núcleos e evolução da recristalização, foi utilizado o critério de $GOS < 1^\circ$ para determinar as regiões recristalizadas na amostra (regiões brancas).

Na condição como fabricada é possível verificar com clareza a existência e a posição dos núcleos de recristalização. Estes núcleos são regiões livres de defeitos circundados por um contorno de alto ângulo. Para a amostra recozida por 5 min é possível verificar que a fração recristalizada ainda é pequena, uma vez que a quantidade de núcleos pouco se alterou. Embora estejam distribuídos de maneira aleatória, é possível observar uma tendência de concentração na região das trilhas para as duas condições (como fabricada e recozida por 5 min). Esta característica pode ser atribuída ao menor tamanho de grão desta região que estatisticamente favorece a existência de um maior número de núcleos. Neste sentido pode-se afirmar que a nucleação ocorre principalmente na região das trilhas e em especial próximo aos vértices formados pelo cruzamento das trilhas devido à rotação de 90° entre camadas. Pelas regiões mostrados na cor branca das regiões ampliadas das amostras recozidas por 5 e 15 min é possível verificar com clareza este comportamento. Os núcleos de recristalização estão nas regiões de maior energia armazenada conforme evidenciado no mapa de KAM material como fabricado (Figura 45(c)). Com o aumento do tempo de recozimento, a recristalização avança preferencialmente pelas trilhas para então avançar em direção aos bolsões, como mostrado nas Figuras 49 (c) e (d). Também é possível observar na condição recozida por 60 min a presença de uma região com características da peça como fabricada. Esta condição pode ser atribuída às diferenças de energia armazenada e concorrência entre os processos de recristalização e recuperação, uma vez que a força motriz é a energia elástica armazenada na forma de discordâncias.

Figura 49 – Mapas de GOS (*Grain Orientation Spread*) do aço AISI 316L mostrando a evolução da recristalização nas amostras recozidas por: (a) como fabricada, (b) 5 min, (c) 15 min e (d) 60 min. As regiões brancas apresentam GOS < 1°.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A curva de amolecimento e a evolução da fração recristalizada do material fabricado por FSL recozido isotermicamente são mostradas na Figura 50. Os resultados mostram um ligeiro amolecimento para tempos de recozimento menores que 60 min. Para tempos maiores, o amolecimento é muito mais pronunciado, indicando que o material está recristalizado ou estágios finais de transformação para 240 min de recozimento. De acordo com o modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) (136), que é utilizado para a modelagem analítica da cinética de recristalização, a fração volumétrica dos grãos recristalizados (X_v) pode ser descrita pela Equação (4), onde B é uma constante e n é o expoente de Avrami que depende do tipo de material, da dimensionalidade do sistema e de como ocorre a nucleação da recristalização (saturação de sítios ou taxa de nucleação constante).

Figura 50 – Curva de amolecimento e da evolução da fração recristalizada do aço AISI 316L produzido por FSL e recozido em 1150°C por diversos tempos.

Fonte: Elaborado pelo autor.

$$X_v = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (4)$$

Para linearizar esta equação aplica duas vezes logarítimo na Equação (4), obtendo-se à Equação (5).

$$\ln\left(\ln\frac{1}{1-X_v}\right) = n \ln t + \ln B \quad (5)$$

A partir desta etapa, o gráfico da dependência de $\ln\left(\ln\frac{1}{1-X_v}\right)$ em relação ao $\ln t$ com os valores reais de recristalização foram plotados, conforme mostrado na Figura 51. Por regressão linear os valores de n e b obtidos foram de 0,99 e -5,33, respectivamente. Em uma condição onde os sítios de nucleação estão aleatoriamente distribuídos (havendo saturação de sítios) e os grãos crescem em três dimensões, o coeficiente de Avrami é igual a 3 (136). De acordo com Humphreys e Hatherly (136), baixos valores de n podem estar relacionados à nucleação não aleatória na recristalização e à presença de forças de arraste (partículas), além da ocorrência de recuperação estática. Desta forma, pode-se

atribuir o baixo valor do coeficiente de Avrami encontrado à localização preferencial dos sítios de nucleação no material produzido por FSL e ao arraste imposto pela nanopartículas de óxidos. Neste material, a maior quantidade de energia elástica armazenada (discordâncias) encontra-se na região das trilhas, conforme mostrado anteriormente.

Para estas condições de recozimento, não foi possível observar a formação de ferrita delta. Este comportamento já era esperado, uma vez que os cálculos termodinâmicos mostram que esta fase se forma em temperaturas próximas a 1250°C. A ausência desta fase também foi confirmada por meio de DRX nas amostras recozidas por 15, 30, 240 e 960 min. Pelos difratogramas apresentados na Figura 52, não foi possível encontrar nenhum pico referente à ferrita delta. Este comportamento difere do observado por Saeidi (101), que em recozimentos realizados em 1100°C, reportou a presença desta fase na microestrutura.

Figura 51 - Gráfico JMAK da cinética de recristalização primária do aço AISI316L processado por FSL e recozido em 1150°C por diversos tempos.

Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 52 - Difratogramas de raios X das amostras nas condições como fabricada e recozidas isotermicamente por 15, 30, 60, 240 e 960 min com os picos indexados.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A evolução dos contornos de alto e de baixo ângulo e do tipo $\Sigma 3$ está mostrada na Figura 53. É importante ressaltar que contornos do tipo $\Sigma 3$ também possuem caráter de alto ângulo (60°). Durante a recristalização observa-se uma diminuição na fração de contornos de baixo ângulo e um aumento na fração dos contornos de alto ângulo. Embora a fração de maclas de recozimento encontrada nas amostras recristalizadas seja relativamente alta, uma variação significativa deste tipo de contorno não foi observada nos recozimentos realizados entre 240 e 2880 min. A fração de contornos $\Sigma 3$ obtidos após o recozimento é significativamente menor do que a reportada por Michiuchi et al. (137) num trabalho com ênfase na *Engenharia de Contorno de Grão*. Os autores reportam cerca de 79% de maclas para uma amostra do aço 316L submetida a uma deformação de 5% e recozimento em 1023°C por 30 min. Na amostra estudada nesta Tese, os valores deste tipo de contorno estagnaram em torno de 49%.

Figura 53 – Evolução da fração dos contornos de alto ângulo, baixo ângulo e do tipo CSL $\Sigma 3$, após o recozimento isotérmico por diversos tempos.

Fonte: Elaborado pelo autor.

O comportamento da recristalização do material também foi avaliado por meio de DRX. A Figura 54 mostra o difratograma da condição como fabricada da amostra que foi refinada utilizando o *software* MAUD. Nesta imagem, os dados experimentais e os calculados são representados pelos quadrados brancos e pela linha branca, respectivamente. Os valores de parâmetros de rede obtidos pelo refinamento de Rietveld, assim como o tamanho de cristalito e microdeformação acumulada, são sumarizados na Tabela 9. O parâmetro GoF para cada difratograma também é mostrado nesta tabela e mostra grande confiabilidade dos refinamentos. Ocorre um leve aumento no parâmetro de rede da austenita após 5 min de recozimento em 1150°C, como consequência do alívio de tensões. Para recozimentos mais longos, o parâmetro de rede permanece o mesmo, com exceção da amostra recozida por 60 min. Para esta amostra, o parâmetro de rede assume um valor similar ao observado em aço na condição como fabricado.

Modificações na população dos defeitos cristalográficos, causadas pela deformação ou recozimento, são espelhadas nos picos difratados. Durante o recozimento, o ordenamento de longo alcance dos cristais é restaurado e os domínios de difração coerentes (cristalitos) são esperados se tornarem maiores.

De forma similar, eliminação da distorção de curto alcance pode ser conseguida por meio da análise da microdeformação dos perfis difratados. Uma vez que tamanho do cristalito e a microdeformação interferem de maneira similar no alargamento dos picos e no estreitamento dos picos (*sharpening*), é necessária a separação destas duas contribuições. Para este propósito, neste trabalho foi adotado o modelo de Popa para análise destas variáveis. Este recurso permite a avaliação da evolução do tamanho de cristalito e da microdeformação durante o recozimento do aço 316L.

Pela Tabela 9, o tamanho de cristalito encontrado na condição como fabricada foi de 190 nm. Por estes resultados e considerando o tamanho de célula de aproximadamente 383 μm , é possível inferir que cada célula de discordância na condição como fabricada é subdividida em cerca de 2 domínios coerentes. Os valores de D_{eff} na austenita aumentam acima de 850 nm após 60 min de recozimento, que é uma clara evidência do reordenamento de longo alcance na austenita. Em relação aos valores de microdeformação, pequenas flutuações são observadas de maneira similar às aquelas apresentadas pelo parâmetro de rede. Este resultado sugere que o processo de FSL exerce um pequeno efeito no acúmulo de microdeformação, ao contrário do tamanho de cristalito.

Tabela 9 -Parâmetros obtidos por meio do refinamento de Rietveld e modelo de Popa para o aço 316L fabricado por FSL após diversas condições de recozimento em 1150°C. O parâmetro GoF também está apresentado na tabela.

Condição	Parâmetro de rede (nm)	$\langle D_{\text{eff}} \rangle$ (nm)	Microdef. $\langle 2hh \rangle^{1/2}$	ρ (m^{-2})	GoF
Como fabricado	0.35899	190	0.00100	1.5×10^{14}	1.38
5 min	0.35919	210	0.00111	1.5×10^{14}	1.31
15 min	0.35914	241	0.00078	9×10^{13}	1.32
60 min	0.35903	851	0.00104	3.4×10^{13}	1.36

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 54 – Dados de difração obtidos para o aço 316L na condição como fabricado (quadrados pretos). O refinamento Rietveld correspondente ao difratograma calculado e está representado pela linha vermelha.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 55 mostra a evolução da densidade de discordâncias obtida por meio da Eq. (1). O material na condição como fabricado possui uma densidade de discordâncias de aproximadamente $1,5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$. De fato, a literatura reporta que uma estimativa de densidade de discordâncias de $\rho \sim 4,0 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ pode ser assumida para os materiais fabricados por FSL com células de discordâncias de aproximadamente 400 nm (138).

Anteriormente foi mencionado que o tamanho médio de célula no material como fabricado é de $383 \pm 40 \text{ nm}$. Sendo assim, os resultados apresentam boa concordância com o reportado por Gorsse et al. (138). Pela Figura 54 é possível verificar que após 5 min de recozimento a densidade de discordâncias permaneceu praticamente inalterada. Este valor cai para $3,4 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ após 60 min de recozimento. Este efeito é uma clara evidência da ocorrência de recristalização no material durante o recozimento.

Figura 55 – Evolução da densidade de discordâncias no aço AISI 316L produzido por FSL na condição como fabricado e após recozimento isotérmico.

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 56 (a-d) mostra as figuras de polo contornadas (PF) calculadas a partir dos mapas de EBSD na condição como fabricada e recozida isotermicamente em 1150°C por 5, 15, 60 e 2880 min. A barra de escalas mostrada à direita de cada PF indica a intensidade de textura em termos de múltiplos de uma distribuição aleatória (m.r.d.) O material na condição como fabricado possui uma textura fraca (m.r.d = 2.292) com componentes de textura cubo e Goss. Com o avanço do recozimento por 5, 15 e 60 min, a textura que já era fraca, vai se enfraquecendo até se tornar aleatória. Esta mudança na textura do material pode ser atribuída à recristalização primária. A textura dos materiais fabricados por PBF pode ser manipulada (*tailored*), por meio do controle preciso de parâmetros de processo tais como, potência do feixe, estratégia de varredura ou mesmo a temperatura de aquecimento da mesa da máquina. De acordo com Niendorf (1), uma textura forte pode ser obtida para o aço 316L utilizando uma elevada potência no feixe de *laser*. Choo et al. (85) mostrou em seu trabalho que com a variação da potência do feixe de *laser* de 380 W para 260 W, o material que possuía uma forte textura (200) passou a apresentar textura aleatória. Neste sentido, a textura fraca evidenciada na condição como fabricada pode ser atribuída, além de outros fatores, à potência do feixe de *laser* e à estratégia de varredura utilizadas na manufatura das peças.

Figura 56 – Figuras de polo calculadas a partir dos mapas de EBSD nas condições como fabricada e recozidas isotermicamente a 1150°C por 5, 15, 60 e 2880 min. As barras de escala estão mostradas à direita das PF para cada condição.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.2 Recozimento isócrono

Amostras do material na condição como fabricado também foram recozidas em diversas temperaturas por uma hora, conforme apresentado na Tabela 7. Medidas de microdureza Vickers foram realizadas após cada tratamento e os valores obtidos estão apresentados nas curvas de amolecimento das Figuras 57.

A partir da curva de amolecimento das amostras recozidas por 1 h em diversas temperaturas é possível verificar a ocorrência de um ligeiro endurecimento entre as temperaturas de 300 e 500°C e em maior intensidade em 400°C, cerca de 8% de aumento. A partir da simulação termodinâmica mostrada na Figura 41 (a) é possível verificar que as principais fases que podem se formar no material neste intervalo de temperatura são $M_{23}C_6$, MnS, M_3P , σ e espinélio. É importante salientar que os resultados dos cálculos termodinâmicos apresentados são previsões da condição de equilíbrio termodinâmico não sendo considerada a cinética de transformações de fases do material. Desta forma, algumas das fases previstas podem não ser encontradas nesta condição, uma vez que o tempo de recozimento utilizado foi de 1 h.

Figura 57 - Curva de amolecimento para o aço AISI 316L produzido por FSL, recozido por 1 h em diversas temperaturas e resfriado em água.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Uma amostra recozida em 500°C por 1 h, em especial, foi analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura (modo ECCI). Uma das imagens obtidas é mostrada na Figura 58. Apesar do aumento utilizado, não é possível afirmar de forma inequívoca que os precipitados finos e alongados (bastonetes) sejam os responsáveis pelo endurecimento por precipitação.

De acordo com Padilha et al. (139), a precipitação da fase σ leva centenas e até milhares de horas para ocorrer. Por outro lado, segundo o mesmo autor, a precipitação do $M_{23}C_6$ ocorre com velocidade mais acentuada. Porém, de acordo com o diagrama de cinética de precipitação, o intervalo de 1 h não seria suficiente para permitir a sua formação (139). Chao et al. (129) mostrou que o MnS não é evidenciado na microestrutura do aço 316L produzido por FSL (140).

Figura 58 - Microestrutura do aço AISI 316L fabricado por FSL na condição recozida em 500°C por 1 h, observado com o auxílio da técnica de ECCI (*electron channeling contrast imaging*). As setas verdes indicam as nanopartículas na forma de bastonetes e as setas laranjas indicam as nanopartículas de rodonita.

Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com Yan et al. (18), o aço AISI 316L fabricado por FSL possui nanopartículas de rodonita, conforme discutido anteriormente neste trabalho. Após 1 h de recozimento em 1200°C, toda a rodonita se transforma em espinélio e a morfologia da partícula que antes era esférica tende a ficar mais facetada. Para verificar a ocorrência desta transformação, foi realizada análise de EDS em uma amostra do material processado via FSL por 48 h em 1150°C. A Figura 59 (a) e (b) apresenta o resultado do mapeamento. Pelas imagens é possível observar que a partícula esférica é composta principalmente por Mn, Si e O. Além disso, também é possível observar na Figura 59 (a) um enriquecimento de Cr em substituição ao Si na partícula, indicando a formação de espinélio, conforme previsto pelo cálculo para a condição de equilíbrio. Já na Figura 59 (b) é possível verificar que a partícula possui uma morfologia facetada e possui uma distribuição mais acentuada de Cr no seu interior, restando somente o núcleo como região pobre neste elemento. Este resultado também evidencia a transformação da rodonita em espinélio, porém num estágio mais avançado de recozimento.

Com o aumento da temperatura de recozimento, o material começa a amolecer de maneira monotônica até cerca de 1000°C. Nesta temperatura, a queda no valor de dureza é menor que 20%, se comparada à condição inicial. Somente a partir de 1000°C, nota-se uma queda mais acentuada nos valores de dureza, valores próximos a 170 HV-0,2, permanecendo quase inalterada com o aumento da temperatura.

As Figuras 60 (a-e) mostram imagens representativas da evolução microestrutural do material recozido por 1 h nas temperaturas de 300°C, 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C e 1200°C. As microestruturas do material recozido nas temperaturas variando de 300°C a 800°C, Figuras 60 (a) e (b), não apresentaram grandes variações. Nestas amostras, a microestrutura característica do processo de manufatura e a estrutura celular ainda estão presentes. Estes resultados são semelhantes aos obtidos por Saeidi et al. (101) que também verificou a presença desta estrutura em recozimentos até 800°C.

Figura 59 -Mapas de EDS das nanopartículas presentes no aço AISI 316L na condição recozida 48 h em 1150°C. (a) partícula esférica de rodonita nos estágios iniciais de transformação e (b) partícula de rodonita em estágio avançado de transformação em espinélio.

Fonte: Elaborado pelo autor.

As micrografias das amostras recozidas em 900°C e 1000°C são mostradas nas Figuras 60 (c) e (d), respectivamente. Nestas imagens é possível verificar que a microestrutura ainda apresenta características do processo de manufatura, porém já é possível observar a presença de uma pequena quantidade de grãos recristalizados (inferior a 1%) nas temperaturas 900°C e 1000°C. Também é possível evidenciar a presença de maclas de recozimento nestas condições de recozimento. A formação de maclas de recozimento é característica de ocorrência de recristalização e de crescimento de grão.

Na Figura 60 (e) é possível verificar com maior facilidade o avanço da recristalização no material. Nesta micrografia existem duas regiões bem distintas, regiões claramente recristalizadas e outras regiões com traços característicos do processo de FSL. A fração recristalizada da amostra nesta condição é de

aproximadamente 57%. Em 1200°C, Figura 60 (f), a fração recristalizada é próxima a 100%, não sendo mais possível identificar a presença das trilhas de varredura presente nas demais condições.

As Figuras 61 (a-b) mostram os mapas de orientação das amostras da vista de topo recozidas por 1 h nas temperaturas de 1200 e 1300°C. Por estes resultados é possível verificar que para ambas as condições o material encontra-se 100% recristalizado. Em ambas as condições, observa-se a formação de uma grande quantidade de maclas de recozimento, cerca de 49,4% e 49,7%, para as amostras recozidas em 1200 e 1300°C, respectivamente. Além disso, é possível observar que ocorreu um ligeiro crescimento normal de grão na amostra tratada em 1300°C. É importante mencionar que, para este mesmo tempo, na temperatura de 1150°C, a recristalização não se completou (Figura 49 (c)).

Este resultado confirma a importância da temperatura na cinética de recristalização. Nos trabalhos realizados por Kong et al. (141) e Yan et al. (18), também foi reportada a completa recristalização em amostras tratadas em 1200°C. Além disso, a quantidade de maclas de recozimento reportada por Kong et al. (141) é próxima à encontrada nesta Tese.

Figura 60 - Evolução microestrutural do aço AISI 316L fabricado por FSL recozido nas temperaturas (a) 300°C (b) 800°C (c) 900°C (d) 1000°C (e) 1100°C (f) 1200°C por 1 h. Imagens obtidas via MEV.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 61 - Mapas de IPF das amostras recozidas por 1 h em (a) 1200°C e (b) 1300°C. Vista de topo (SD1xSD2).

Fonte: Elaborado pelo autor.

A curva de amolecimento das amostras medidas nas vistas de topo e lateral, recozidas por 4 h, é mostrada na Figura 62. Primeiramente, é possível observar que o comportamento da dureza é muito semelhante à condição tratada por 1 h, apresentando valores muito próximos. Assim, como na condição tratada por 1 h, o amolecimento foi mais acentuado acima de 1000°C, sendo que nesta temperatura os valores encontrados foram bem próximos. Este comportamento é um indicativo de que até esta temperatura o amolecimento do material ocorreu principalmente devido à recuperação.

Na amostra recozida em 1050°C, é possível observar pela curva de amolecimento que os valores de dureza são intermediários e apresentam um grande valor do desvio-padrão, se comparado com as demais medidas. Este comportamento ocorreu pelo fato de nesta condição a amostra estar parcialmente recristalizada, ou seja, a amostra possui regiões recristalizadas (mais macias) e regiões somente recuperadas (mais duras). Já para as amostras recozidas em temperaturas mais elevadas, o valor da dureza se mantém praticamente constante, indicando que o processo de recristalização se encerrou ou encontra-se em estágios finais.

Figura 62 - Curva de amolecimento para o aço AISI 316L produzido por FSL, recozido por 4 h em várias temperaturas e resfriados em água. A curva vermelha mostra a curva da vista lateral e a preta a vista de topo.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Nos recozimentos isócronos com duração de 4 h, as micrografias obtidas são apresentadas na Figura 63 (a). Nestas imagens é possível observar um comportamento semelhante ao do material recozido por 1 h. Em 950°C existem alguns grãos recristalizados contendo maclas de recozimento, conforme indicado pela seta azul. A fração recristalizada da amostra nesta condição é menor que 1%. Na amostra recozida em 1000°C a fração recristalizada está em torno de 20% e as características da região de nucleação são as mesmas das condições anteriores. Por fim, na amostra recozida em 1150°C, a recristalização está próxima de 80%, restando apenas algumas pequenas regiões não recristalizadas.

Figura 63 - Evolução microestrutural do aço AISI 316L fabricado por FSL, plano BD x SD1, recozido nas temperaturas de (a) 950°C (b) 1050°C (c) 1150°C por 4 h. Imagens obtidas via MEV no modo elétrons retroespalhados.

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.3. Engrossamento de Ostwald das partículas de rodonita em 1150°C

Com os resultados obtidos nesta Tese é possível descrever a evolução da microestrutura do aço AISI 316L processado por FSL com o recozimento (pós-processamento). Na condição como fabricada, o material possui uma distribuição bimodal de tamanho de grão. Em escala nanométrica possui uma elevada quantidade de nanopartículas de rodonita (tamanho médio de 37 ± 19 nm), homogeneamente dispersas na matriz austenítica. Nota-se, também, a presença de uma estrutura celular contribuindo para uma elevada densidade de discordâncias, homogeneamente distribuídas na forma de células com cerca de 380 ± 40 nm de diâmetro.

Com o recozimento isotérmico em 1150°C, observa-se que as nanopartículas de rodonita dificultam a migração dos contornos de alto ângulo e, por consequência, atrasam a recristalização (força de ancoramento de Zener-Smith). À medida que a interface de recristalização avança, observa-se um rápido engrossamento das partículas de rodonita e também o aumento do espaçamento médio entre as partículas, diminuindo progressivamente a força de ancoramento, conforme mostrado nas Figura 64 (a) e (b).

A Figura 65 (a-c) mostra a evolução do crescimento das nanopartículas com a recristalização. Pela Figura 65 (a), observa-se que a recristalização está em estágio inicial e que neste estágio já se evidencia o engrossamento de Ostwald das partículas nos contornos associados aos núcleos de recristalização. O restante da matriz possui partículas finas, muito próximas às encontradas na condição como fabricado. Com o avanço da recristalização, 15 min de recozimento, Figura 65 (b), por exemplo, é possível observar que no interior e no contorno dos grãos recristalizados o tamanho da partícula é muito maior do que na região não recristalizada. Por fim, na amostra recozida por 1 h, Figura 65 (c), é possível observar um engrossamento ainda maior das partículas. A Figura 65 (d) mostra de forma consolidada a evolução do tamanho de partícula por região. Nesta imagem, é possível verificar a ocorrência do engrossamento de Ostwald das partículas nas três diferentes regiões, porém em maior intensidade nas regiões recristalizadas e nos contornos de alto ângulo. Esta diferença quanto ao engrossamento pode ser atribuída à maior difusividade na região dos contornos em relação ao interior dos grãos.

Figura 64 – Evolução do tamanho das nanopartículas de rodonita em amostras recozidas isotermicamente em 1150°C mostrando: (a) tamanho médio das partículas, (b) distância média entre partículas.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 65 - Microestrutura do aço AISI 316L na condição recozida em 1150°C, observada por meio da técnica de ECCI, evidenciando a evolução do crescimento das nanopartículas de rodonita nas condições recozidas por: (a) 5 min, (b) 15 min e (c) 60 min. As regiões recrystalizadas estão indicadas pelas linhas tracejadas verdes. A evolução do crescimento de partícula em cada uma destas regiões está mostrada em (d).

Fonte: Elaborado pelo autor.

5 CONCLUSÕES

A partir dos resultados do estudo da estabilidade microestrutural do aço inoxidável austenítico AISI 316L fabricado por fusão seletiva a *laser*, valendo-se de diversas técnicas de caracterização microestrutural e cálculos termodinâmicos para previsão das fases em equilíbrio, as seguintes conclusões podem ser apresentadas:

1) Condição “como fabricado”:

- Estrutura austenítica contendo uma pequena fração de rodonita (MnSiO_3) na forma de nanopartículas dispersas na matriz.
- A microestrutura das seções de topo (SD1 x SD2) e lateral (BD x SD1) são bastante diferentes das convencionais, a primeira apresenta a morfologia de um “tabuleiro de xadrez”. Enquanto a segunda apresenta a morfologia de “escamas de peixe”, delineada pelas inúmeras e sucessivas poças de fusão geradas na manufatura;
- A estrutura celular de solidificação uniformemente distribuída na matriz, com dimensões entre 0,3 e 0,5 μm , é responsável pelo endurecimento encontrado nas peças. A densidade de discordâncias no material é igual a $1,5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$;
- A região com maior energia elástica armazenada no material encontra-se nas trilhas, que é o centro da poça de fusão;
- A textura nos materiais fabricados por FSL é diretamente dependente dos parâmetros de processo. A textura do material evidenciada é fraca, ocorrida devido à baixa potência do feixe de *laser* e à estratégia de varredura utilizadas na manufatura.

2) Estado recozido (pós-processamento):

- A estrutura celular evolui para subgrãos devido à recuperação estática e pode ser evidenciada até cerca de 900°C. A recristalização acelera a partir de 1050°C e se completa em tempos superiores a 4 h em 1150°C.

- A nucleação da recristalização ocorre principalmente na intersecção das trilhas, avançando para as demais regiões das trilhas com maior energia elástica armazenada e depois em direção aos bolsões;
- A ocorrência de recristalização neste material é evidente. Atribui-se como força motriz para esta reação no estado sólido a energia elástica armazenada na forma de discordâncias, responsáveis pelas elevadas tensões residuais desenvolvidas durante sua produção;
- A força de ancoramento (Zener-Smith) devido às nanopartículas de rodonita (MnSiO_3) diminui progressivamente com o recozimento, uma vez que a interação entre a frente de recristalização (contorno móvel) e as partículas promove o engrossamento de Ostwald de forma acentuada. O tamanho médio de partícula da rodonita evolui de 37 nm para 170 nm após 1 h de recozimento em 1150°C;
- Em temperaturas de recozimento superiores a 1200°C, o crescimento normal de grão é o mecanismo de amolecimento predominante nas peças manufaturadas.
- A textura de recristalização encontrada nas peças processadas por fusão seletiva a *laser* investigadas nesta Tese é fraca (aleatória).

REFERÊNCIAS

- 1 NIENDORF, T. et al. Highly anisotropic steel processed by selective laser melting. **Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science**, v. 44, n. 4, p. 794–796, 2013.
- 2 SAEIDI, K. et al. Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting. **Materials Science and Engineering A**, v. 625, p. 221–229, 2015.
- 3 DAS, S.; BOURELL, D. L.; BABU, S. S. Metallic materials for 3D printing. **MRS Bulletin**, v. 41, n. 10, p. 729–741, 2016.
- 4 DEBROY, T. et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. **Progress in Materials Science**, v. 92, p. 112–224, 2018.
- 5 SINGH, S.; RAMAKRISHNA, S.; SINGH, R. Material issues in additive manufacturing: A review. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 25, p. 185–200, 2017.
- 6 ZHANG, Y. et al. Additive Manufacturing of Metallic Materials: A Review. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 27, n. 1, p. 1–13, 2017.
- 7 KÖRNER, C. Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting — a review. **International Materials Reviews**, v. 61, n. 5, p. 361–377, 2016.
- 8 VRANCKEN, B. et al. Heat treatment of Ti6Al4V produced by selective laser melting: Microstructure and mechanical properties. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 541, n. 0, p. 177–185, 2012.
- 9 THIJS, L. et al. Strong morphological and crystallographic texture and resulting yield strength anisotropy in selective laser melted tantalum. **Acta Materialia**, v. 61, n. 12, p. 4657–4668, 2013.
- 10 DEHOFF, R. R. et al. Site specific control of crystallographic grain orientation through electron beam additive manufacturing. **Materials Science and Technology**, v. 31, n. 8, p. 931–938, 2015.
- 11 CASATI, R.; LEMKE, J.; VEDANI, M. Microstructure and fracture behavior of 316L austenitic stainless steel produced by selective laser melting. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 32, n. 8, p. 738–744, 2016.
- 12 KEMPEN, K. et al. Mechanical properties of AlSi10Mg produced by selective laser melting. **Physics Procedia**, v. 39, p. 439–446, 2012.
- 13 GEENEN, K.; RÖTTGER, A.; THEISEN, W. Corrosion behavior of 316L austenitic steel processed by selective laser melting, hot-isostatic pressing, and casting. **Materials and Corrosion**, v. 68, n. 7, p. 764–775, 2017.
- 14 GEIGER, F.; KUNZE, K.; ETTER, T. Tailoring the texture of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) by specific scanning strategies. **Materials Science and Engineering A**, v. 661, p. 240–246, 2016.

- 15 LOU, X. et al. On the stress corrosion crack growth behaviour in high temperature water of 316L stainless steel made by laser powder bed fusion additive manufacturing. **Corrosion Science**, v. 128, p. 140–153, 2017.
- 16 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.
- 17 GRAY, G. T. et al. Structure/property (constitutive and spallation response) of additively manufactured 316L stainless steel. **Acta Materialia**, v. 138, p. 140–149, 2017.
- 18 YAN, F. et al. Characterization of nano-scale oxides in austenitic stainless steel processed by powder bed fusion. **Scripta Materialia**, v. 155, p. 104–108, 2018.
- 19 CHLEBUS, E. et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting. **Materials Science and Engineering: A**, v. 639, p. 647–655, 2015.
- 20 VENTURA, A. P. et al. Mechanical Properties and Microstructural Characterization of Cu-4.3 Pct Sn Fabricated by Selective Laser Melting. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 48, n. 1, p. 1–10, 2016.
- 21 KANAGARAJAH, P. et al. Inconel 939 processed by selective laser melting: Effect of microstructure and temperature on the mechanical properties under static and cyclic loading. **Materials Science and Engineering A**, v. 588, p. 188–195, 2013.
- 22 SAMES, W. J. et al. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. **International Materials Reviews**, v. 61, n. 5, p. 315–360, 3 jul. 2016.
- 23 SHAMSUJJOHA, M. et al. High Strength and Ductility of Additively Manufactured 316L Stainless Steel Explained. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 49, n. 7, p. 3011–3027, 2018.
- 24 KONG, D. et al. Heat treatment effect on the microstructure and corrosion behavior of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting for proton exchange membrane fuel cells. **Electrochimica Acta**, v. 276, p. 293–303, 2018.
- 25 FANG, X. Y. et al. Characterization of texture and grain boundary character distributions of selective laser melted Inconel 625 alloy. **Materials Characterization**, v. 143, p. 182–190, 2018.
- 26 FERGANI, O. et al. Study of the effect of heat treatment on fatigue crack growth behaviour of 316L stainless steel produced by selective laser melting. **Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures**, v. 41, n. 5, p. 1102–1119, 2018.
- 27 DILBEROGLU, U. M. et al. The Role of Additive Manufacturing in the Era of Industry 4.0. **Procedia Manufacturing**, v. 11, p. 545–554, 2017.

- 28 WOHLERS, T.; GORNET, T. History of additive manufacturing. **Wohlers Report 2014 - 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry**, p. 1–34, 2014.
- 29 AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, A. **ASME Historic Mechanical Engineering Landmark**. Disponível em: <https://www.asme.org/wwwasmeorg/media/ResourceFiles/AboutASME/WhoWeAre/EngineeringHistory/Landmarks/261-Stereolithography.pdf>. Acesso em: 8 jun. 2019.
- 30 MAGAZINE, F. **Still tremendous untapped potential**. Disponível em: <https://fon-mag.de/highlight-stories/2019/wohlers-2019/?L=1>. Acesso em: 18 ago. 2018.
- 31 BOURELL, D. L. Perspectives on additive manufacturing. **Annu. Rev. Mater. Res.**, v. 46, p. 1–18, 2016.
- 32 ASTM 52900-15, I. Standard Terminology for Additive Manufacturing – General Principles – Terminology. **ASTM International**, p. 9, 2015.
- 33 THOMPSON, M. K. et al. Design for additive manufacturing: Trends, opportunities, considerations, and constraints. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, v. 65, n. 2, p. 737–760, 2016.
- 34 MURR, L. E. et al. Metal Fabrication by Additive Manufacturing Using Laser and Electron Beam Melting Technologies. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 28, n. 1, p. 1–14, 2012.
- 35 PINKERTON, A. J. Lasers in additive manufacturing. **Optics and Laser Technology**, v. 78, p. 25–32, 2016.
- 36 THOMASSON, E.; MICHALSKA, A. Adidas to mass-produce 3D-printed shoe with Silicon Valley start-up | **Reuters**. v. 11, p. 1–6, 2017.
- 37 METAL AM. First metal additively manufactured spare parts produced at Mercedes-Benz Trucks. **Metal Am**, 2017.
- 38 HERZOG, D. et al. Additive manufacturing of metals. **Acta Materialia**, v. 117, p. 371–392, 2016.
- 39 AMFG. **8 Challenges Additive Manufacturing Needs to Solve to Become Viable for Production**. Disponível em: <https://amfg.ai/2019/01/23/8-challenges-additive-manufacturing-needs-to-solve-to-become-viable-for-production>. Acesso em: 5 mar. 2019.
- 40 COYKENDALL, J. et al. **3D opportunity in aerospace and defense**. Disponível em: https://www2.deloitte.com/content/dam/insights/us/articles/additive-manufacturing-3d-opportunity-in-aerospace/DUP_706-3D-Opportunity-Aerospace-Defense_MASTER2.pdf. Acesso em: 02 fev. 2019.
- 41 REDWOOD, B. **Additive Manufacturing Technologies: An Overview**. Disponível em: <https://www.3dhubs.com/knowledge-base/additive-manufacturing-technologies-overview#introduction>. Acesso em: 23 maio. 2019.

- 42 ABNT NBR ISO 17296-2:2019. **Manufatura aditiva — Princípios gerais Parte 2: Visão geral de categorias de processo e de matéria-prima**. 1st. ed. Rio de Janeiro, p. 1-9, 2019.
- 43 BIKAS, H.; STAVROPOULOS, P.; CHRYSSOLOURIS, G. Additive manufacturing methods and modeling approaches: A critical review. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 83, n. 1–4, p. 389–405, 2016.
- 44 LEE, J.-Y.; AN, J.; CHUA, C. K. Fundamentals and applications of 3D printing for novel materials. **Applied Materials Today**, v. 7, p. 120–133, 2017.
- 45 VAROTSIS, A. B. **Introduction to FDM 3D printing**. Disponível em: <https://www.3dhubs.com/knowledge-base/introduction-fdm-3d-printing>. Acesso em: 10 jan. 2019.
- 46 TINGSKOG, T. An introduction to metal powders for AM: Manufacturing processes and properties. **Metal AM**, p. 111–119, 2018.
- 47 SUN, Z. et al. Selective laser melting of stainless steel 316L with low porosity and high build rates. **Materials and Design**, v. 104, p. 197–204, 2016.
- 48 PUPO, Y. et al. Scanning space analysis in Selective Laser Melting for CoCrMo powder. **Procedia Engineering**, v. 63, p. 370–378, 2013.
- 49 THIJS, L. et al. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder. **Acta Materialia**, v. 61, n. 5, p. 1809–1819, 2013.
- 50 SOLIDWORKS. **The 7 types of additive manufacturing**. Disponível em: https://files.solidworks.com/Infographic-7-types-Additive-manufacturing.pdf#_ga=2.95884764.1374252477.1560703780-bada0bb0-9056-11e9-aeca-1d8e56f39f55. Acesso em: 16 jun. 2019.
- 51 ASTM WK37654. Standard Guide for Directed Energy Deposition of Metals. **ASTM International**, p. 1–22, 2015.
- 52 KING, W. E. et al. Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges. **Applied Physics Reviews**, v. 2, n. 4, p. 041304, 2015.
- 53 MIRKOOHI, E. et al. Thermal Modeling of Temperature Distribution in Metal Additive Manufacturing Considering Effects of Build Layers, Latent Heat, and Temperature-Sensitivity of Material Properties. **Journal of Manufacturing and Materials Processing**, v. 2, n. 3, p. 63, 2018.
- 54 ANSARI, M. J.; NGUYEN, D. S.; PARK, H. S. Investigation of SLM process in terms of temperature distribution and melting pool size: Modeling and experimental approaches. **Materials**, v. 12, n. 8, 2019.
- 55 CHERRY, J. A. et al. Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 76, n. 5–8, p. 869–879, 2014.

- 56 KNAPP, G. L. et al. Building blocks for a digital twin of additive manufacturing. **Acta Materialia**, v. 135, p. 390–399, 2017.
- 57 ISLAM, M. et al. Temperature profile and imaging analysis of laser additive manufacturing of stainless steel. **Physics Procedia**, v. 41, p. 835–842, 2013.
- 58 THIJS, L. et al. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V. **Acta Materialia**, v. 58, n. 9, p. 3303–3312, 2010.
- 59 ZHENG, B. et al. Thermal behavior and microstructural evolution during laser deposition with laser-engineered net shaping: Part I. Numerical calculations. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 39, n. 9, p. 2228–2236, 2008.
- 60 LIU, Y.; ZHANG, J.; PANG, Z. Numerical and experimental investigation into the subsequent thermal cycling during selective laser melting of multi-layer 316L stainless steel. **Optics & Laser Technology**, v. 98, p. 23–32, 2018.
- 61 LI, Y.; GU, D. Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder. **Materials and Design**, v. 63, p. 856–867, 2014.
- 62 ZHENG, B. et al. Thermal behavior and microstructure evolution during laser deposition with laser-engineered net shaping: Part II. Experimental investigation and discussion. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 39, n. 9, p. 2237–2245, 2008.
- 63 MASKERY, I. et al. Quantification and characterisation of porosity in selectively laser melted Al-Si10-Mg using X-ray computed tomography. **Materials Characterization**, v. 111, p. 193–204, 2016.
- 64 YUSUF, S. et al. Investigation on porosity and microhardness of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting. **Metals**, v. 7, n. 2, p. 64, 2017.
- 65 PARRY, L.; ASHCROFT, I. A.; WILDMAN, R. D. Understanding the effect of laser scan strategy on residual stress in selective laser melting through thermo-mechanical simulation. **Additive Manufacturing**, v. 12, p. 1–15, 2016.
- 66 SHIOMI, M. et al. Residual stress within metallic model made by selective laser melting process. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, v. 53, n. 1, p. 195–198, 2004.
- 67 KRUTH, J. P. et al. Selective laser melting of iron-based powder. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 149, n. 1–3, p. 616–622, 2004.
- 68 TENG, C. et al. A review of defect modeling in laser material processing. **Additive Manufacturing**, v. 14, p. 137–147, 2017.
- 69 ALHART, T. **Machine Learning Will Give 3D Printers Eyes**. Disponível em: <https://www.ge.com/reports/laser-focus-machine-learning-will-give-3d-printers-eyes>. Acesso em: 8 fev. 2019.

- 70 EVERTON, S. K. et al. Review of in-situ process monitoring and in-situ metrology for metal additive manufacturing. **Materials and Design**, v. 95, p. 431–445, 2016.
- 71 YASA, E.; KRUTH, J. P. Microstructural investigation of selective laser melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting. **Procedia Engineering**, v. 19, p. 389–395, 2011.
- 72 CHATTERJEE, A. N. et al. An experimental design approach to selective laser sintering of low carbon steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 136, n. 1–3, p. 151–157, 2003.
- 73 GRASSO, M.; COLOSIMO, B. M. Process defects and *in situ* monitoring methods in metal powder bed fusion: a review. **Measurement Science and Technology**, v. 28, n. 4, p. 044005, 2017.
- 74 RIEMER, A. et al. On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 120, p. 15–25, 2014.
- 75 LI, R. et al. Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 59, n. 9–12, p. 1025–1035, 2012.
- 76 COLLINS, P. C. et al. Microstructural control of additively manufactured metallic materials. **Annu. Rev. Mater. Res.**, v. 46, p. 63–91, 2016.
- 77 GU, D. D. et al. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms. **International Materials Reviews**, v. 57, n. 3, p. 133–164, 2012.
- 78 KEMPEN, K. et al. Selective laser melting of crack-free high density M2 high speed steel parts by baseplate preheating. **Journal of Manufacturing Science and Engineering**, v. 136, n. 6, p. 061026, 2014.
- 79 DAS, S. Physical aspects of process control in selective laser sintering of metals. **Advanced Engineering Materials**, v. 5, n. 10, p. 701–711, 2003.
- 80 MERCELIS, P.; KRUTH, J. Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting. **Rapid Prototyping Journal**, v. 12, n. 5, p. 254–265, 2006.
- 81 WU, A. S. et al. An experimental investigation into additive manufacturing-induced residual stresses in 316L stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 45, n. 13, p. 6260–6270, 2014.
- 82 ZAEH, M. F.; BRANNER, G. Investigations on residual stresses and deformations in selective laser melting. **Production Engineering**, v. 4, n. 1, p. 35–45, 2010.
- 83 WANG, D. et al. Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts. **Materials & Design**, v. 100, p. 291–299, 2016.

- 84 SIMONELLI, M.; TSE, Y. Y.; TUCK, C. On the texture formation of selective laser melted Ti-6Al-4V. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 45, n. 6, p. 2863–2872, 2014.
- 85 CHOO, H. et al. Effect of laser power on defect, texture, and microstructure of a laser powder bed fusion processed 316L stainless steel. **Materials & Design**, v. 164, p. 107534, 2019.
- 86 ANDREAU, O. et al. Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 264, p. 21–31, 2019.
- 87 KUNZE, K. et al. Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM). **Materials Science and Engineering A**, v. 620, p. 213–222, 2014.
- 88 LIU, J.; TO, A. C. Quantitative texture prediction of epitaxial columnar grains in additive manufacturing using selective laser melting. **Additive Manufacturing**, v. 16, p. 58–64, 2017.
- 89 ZHOU, X. et al. Textures formed in a CoCrMo alloy by selective laser melting. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 631, p. 153–164, 2015.
- 90 SUN, S. H. et al. Excellent mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel with a unique crystallographic lamellar microstructure via selective laser melting. **Scripta Materialia**, v. 159, p. 89–93, 2019.
- 91 LEWANDOWSKI, J. J.; SEIFI, M. Metal additive manufacturing: A review of mechanical properties. **Annual Review of Materials Research**, v. 46, n. 1, p. 151–186, 2016.
- 92 SHIFENG, W. et al. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 214, n. 11, p. 2660–2667, 2014.
- 93 MOWER, T. M.; LONG, M. J. Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials. **Materials Science and Engineering A**, v. 651, p. 198–213, 2016.
- 94 DEEV, A. A.; KUZNETCOV, P. A.; PETROV, S. N. Anisotropy of mechanical properties and its correlation with the structure of the stainless steel 316L produced by the SLM method. **Physics Procedia**, v. 83, p. 789–796, 2016.
- 95 ZHANG, M. et al. Fatigue and fracture behaviour of laser powder bed fusion stainless steel 316L: Influence of processing parameters. **Materials Science and Engineering A**, v. 703, p. 251–261, 2017.
- 96 FRAZIER, W. E. Metal additive manufacturing: A review. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 23, n. 6, p. 1917–1928, 2014.
- 97 YASA, E.; KRUTH, J. P.; DECKERS, J. Manufacturing by combining Selective Laser Melting and Selective Laser Erosion/laser re-melting. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, v. 60, n. 1, p. 263–266, 2011.

- 98 EDWARDS, P.; RAMULU, M. Fatigue performance evaluation of selective laser melted Ti-6Al-4V. **Materials Science and Engineering A**, v. 598, p. 327–337, 2014.
- 99 KREITZBERG, A.; BRAILOVSKI, V.; TURENNE, S. Effect of heat treatment and hot isostatic pressing on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 alloy processed by laser powder bed fusion. **Materials Science and Engineering A**, v. 689, p. 1–10, 2017.
- 100 RÖTTGER, A. et al. Comparison of microstructure and mechanical properties of 316 L austenitic steel processed by selective laser melting with hot-isostatic pressed and cast material. **Materials Science and Engineering A**, v. 678, p. 365–376, 2016.
- 101 SAEIDI, K. et al. Transformation of austenite to duplex austenite-ferrite assembly in annealed stainless steel 316L consolidated by laser melting. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 633, p. 463–469, 2015.
- 102 MONTERO SISTIAGA, M. L. et al. Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 238, p. 437–445, 2016.
- 103 VASTOLA, G. et al. Controlling of residual stress in additive manufacturing of Ti6Al4V by finite element modeling. **Additive Manufacturing**, v. 12, p. 231–239, 2015.
- 104 BARTLETT, J. L.; LI, X. An overview of residual stresses in metal powder bed fusion. **Additive Manufacturing**, v. 27, p. 131–149, 2019.
- 105 SONG, B. et al. Vacuum heat treatment of iron parts produced by selective laser melting: Microstructure, residual stress and tensile behavior. **Materials and Design**, v. 54, p. 727–733, 2014.
- 106 DOHERTY, R. D. et al. Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science and Engineering: A**, v. 238, n. 2, p. 219–274, 1997.
- 107 LIU, F. et al. Microstructure and residual stress of laser rapid formed Inconel 718 nickel-base superalloy. **Optics and Laser Technology**, v. 43, n. 1, p. 208–213, 2011.
- 108 HENGSBACH, F. et al. Duplex stainless steel fabricated by selective laser melting - Microstructural and mechanical properties. **Materials & Design**, v. 133, p. 136–142, 2017.
- 109 GAN, M. X.; WONG, C. H. Practical support structures for selective laser melting. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 238, p. 474–484, 2016.
- 110 LUTTEROTTI, L.; SCARDI, P. Simultaneous structure and size-strain refinement by the Rietveld method. **Journal of Applied Crystallography**, v. 23, n. 4, p. 246–252, 1990.
- 111 LUTTEROTTI, L. **MAUD, version 2.038**. Disponível em: <http://www.ing.unitn.it/~luttero/maud>. Acesso em: 8 jul. 2019

- 112 POPA, N. C. The (hkl) Dependence of Diffraction-Line Broadening Caused by Strain and Size for all Laue Groups in Rietveld Refinement. **Journal of Applied Crystallography**, v. 31, n. 2, p. 176–180, 1998.
- 113 PRINCE, E. **The Rietveld Method**. Oxford, UK: Oxford University Press, 1993.
- 114 SAHU, P.; DE, M.; KAJIWARA, S. Microstructural characterization of stress-induced martensites evolved at low temperature in deformed powders of Fe–Mn–C alloys by the Rietveld method. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 346, n. 1–2, p. 158–169, 2002.
- 115 WILLIAMSON, G. K.; SMALLMAN, R. E. III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum. **Philosophical Magazine**, v. 1, n. 1, p. 34–46, 1956.
- 116 ASTM F3184 - 16 Standard Specification for Additive Manufacturing Stainless Steel Alloy (UNS S31603) with Powder Bed Fusion. **ASTM International**, v. i, p. 1–9, 2016.
- 117 WEI, C. et al. Microstructural and property evolution of Ti6Al4V powders with the number of usage in additive manufacturing by electron beam melting. **Materials Letters**, v. 221, p. 111–114, 2018.
- 118 SARTIN, B. et al. 316L powder reuse for metal additive manufacturing. In: ANNUAL INTERNATIONAL SOLID FREEFORM FABRICATION SYMPOSIUM, 28; 2017. p. 2430-2446, **Proceedings...**
- 119 ARDILA, L. C. et al. Effect of IN718 recycled powder reuse on properties of parts manufactured by means of Selective Laser Melting. **Physics Procedia**, v. 56, p. 99–107, 2014.
- 120 HEIDEN, M. J. et al. Evolution of 316L stainless steel feedstock due to laser powder bed fusion process. **Additive Manufacturing**, v. 25, p. 84–103, 2019.
- 121 TANG, H. P. et al. Effect of powder reuse times on additive manufacturing of Ti-6Al-4V by selective electron beam melting. **Jom**, v. 67, n. 3, p. 555–563, 2015.
- 122 LIU, Y. et al. Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder. **Materials and Design**, v. 87, p. 797–806, 2015.
- 123 YU, H. et al. Comparison on mechanical anisotropies of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy and 304 stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 695, p. 92–100, 2017.
- 124 RÄNNAR, L.-E. et al. Hierarchical structures of stainless steel 316L manufactured by Electron Beam Melting. **Additive Manufacturing**, v. 17, p. 106–112, 2017.
- 125 ZHONG, Y. et al. Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting. **Journal of Nuclear Materials**, v. 470, p. 170–178, 2016.

- 126 ZHONG, Y. et al. Additive manufacturing of ITER first wall panel parts by two approaches: Selective laser melting and electron beam melting. **Fusion Engineering and Design**, v. 116, p. 24–33, 2017.
- 127 KOU, S. **Welding Metallurgy**. 2nd. ed. New Jersey, USA: John Wiley & Sons, 2003.
- 128 SCIPIONI BERTOLI, U. et al. In-situ characterization of laser-powder interaction and cooling rates through high-speed imaging of powder bed fusion additive manufacturing. **Materials and Design**, v. 135, p. 385–396, 2017.
- 129 CHAO, Q. et al. On the enhanced corrosion resistance of a selective laser melted austenitic stainless steel. **Scripta Materialia**, v. 141, p. 94–98, 2017.
- 130 PHAM, M. S.; DOVGYY, B.; HOOPER, P. A. Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing. **Materials Science and Engineering A**, v. 704, p. 102–111, 2017.
- 131 CARTER, L. N. et al. The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 615, p. 338–347, 2014.
- 132 ROA, J. J. et al. Dependence of nanoindentation hardness with crystallographic orientation of austenite grains in metastable stainless steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 645, p. 188–195, 2015.
- 133 CHEN, S.; MIYAHARA, Y.; NOMOTO, A. Crystallographic orientation dependence of nanoindentation hardness in austenitic phase of stainless steel. **Philosophical Magazine Letters**, v. 98, n. 11, p. 473–485, 2018.
- 134 ZHONG, Y. et al. Additive manufacturing of 316L stainless steel by electron beam melting for nuclear fusion applications. **Journal of Nuclear Materials**, v. 486, p. 234–245, 2017.
- 135 LIVERANI, E. et al. Effect of selective laser melting (SLM) process parameters on microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 249, p. 255–263, 2017.
- 136 HUMPHREYS, F.J. HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. 2nd. ed. Pittsburgh, USA: Elsevier, 2004.
- 137 MICHIOUCHI, M. et al. Twin-induced grain boundary engineering for 316 austenitic stainless steel. **Acta Materialia**, v. 54, n. 19, p. 5179–5184, 2006.
- 138 GORSSE, S. et al. Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 18, n. 1, p. 584–610, 2017.
- 139 PADILHA, A. F. et al. Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600 oC up to 10 years. **Journal of Nuclear Materials**, v. 362, n. 1, p. 132–138, 2007.

140 ANDREATTA, F. et al. Corrosion behaviour of 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. **Materials and Corrosion**, v. 70, n. 9, p. 1633–1645, 2019.

141 KONG, D. et al. Mechanical properties and corrosion behavior of selective laser melted 316L stainless steel after different heat treatment processes. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 35, n. 7, p. 1499–1507, 2019.