

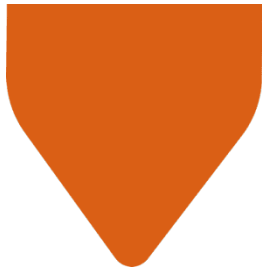
Interreg



Sudoe

ADDITool

European Regional Development Fund



D 2.1. RELATÓRIO SOBRE MATERIAL PARA MAM

DATA: 22/02/2023

www.additool.eu

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO.....	3
2. OBJETIVOS.....	3
3. DESCRIÇÃO.....	3
4. RESULTADOS.....	3
Piloto FR1-LAUAK.....	4
Piloto PT1-MOLDETIPO.....	17
Piloto SP1-MEUPE/INESPASA.....	32
Piloto FR2-SOMOCAP.....	45
Piloto PT2-VIDRIMOLDE.....	71
5. CONCLUSÕES.....	77
6. REFERÊNCIAS.....	77

1. INTRODUÇÃO

O Pacote de Trabalho 2 (WP2) do projeto ADDITool intitulado «Transferência de tecnologia MAM para o sector de ferramentas» propôs-se desenvolver e fabricar cinco pilotos para transferir tecnologias de fabrico aditivo (AM) para PME do sector de ferramentas no SUDOE.

Este relatório inclui a descrição do fabrico e caracterização das matérias-primas, testes de fabrico 3D, pós-processamento e caracterizações obtidas na Atividade 2.1: Materiais para o fabrico aditivo metálico, e Atividade 2.2: *Fabrico, pós-processamento e caracterização de demonstradores.*

2. OBJETIVOS

O principal objetivo deste entregável foi recolher os resultados da caracterização dos diferentes materiais utilizados nos cinco pilotos.

3. DESCRIÇÃO

Tabela 1. Tipo de caracterização realizada pelos parceiros em cada piloto

PILOTOS	Material inicial	CARACTERIZAÇÃO					
		Micro-estrutura	Mecânica	Condutividade Térmica	Condutividade Elétrica	Dilatometria e DTA	Tomografia
FR1 LAUAK	CEIT	ENIT & LOR-TEK	ENIT & LOR-TEK				
PT1 MOLDE TIPO	CEIT					ENIT	
SP1 MEUPE/INESPASA		CEIT & ENIT		CEIT	ENIT		
FR2 SOMOCAP	ENIT & LORTEK	CEIT & ENIT	LORTEK & ENIT			ENIT	FADA-CATEC & UPV/EHU
PT2 VIDRIMOLDE	CEIT						

4. RESULTADOS

A caracterização será baseada, para cada piloto, na caracterização da matéria-prima, propriedades micro-estruturais, químicas e mecânicas dos materiais após o fabrico aditivo e também após o pós-processamento (tratamentos térmicos). Além disso, as propriedades de condutividade térmica e elétrica serão analisadas para o piloto SP1 MEUPE/INESPASA e os testes não destrutivos (NDT) serão realizados por tomografia computadorizada em vários pilotos.

Piloto FR1-LAUAK

Caracterização do material de partida

O material original, 40CMD8, não é soldável. Por conseguinte, foi selecionado um material com propriedades mecânicas semelhantes e que está disponível tanto em pó como em arame.

Tabela 2. Especificações do material original e o selecionado neste trabalho.

	Designation	Re (Mpa)	Rm (Mpa)	AS (%)
Original	40CMD8 (40CrMnMoS8-6)	850	1000	11
Proposal	EN4334 (15CrMnMoV5-4-9-3) // AIR 9117 : 15CDV6	930	1080 - 1280	10

Um lote de 10 kg de pó 15CDV6 (AIR 9117) foi atomizado a gás na instalação piloto de atomização da CEIT. O pó foi peneirado para obter a gama de tamanho de pó necessária para o processo LMD, +44-106 μm com um tamanho médio de 73 μm , Tabela 3. O pó é esférico com grande esfericidade (perto de um) e quantidade muito baixa de satélites, tornando-o adequado para tecnologias de fabrico aditivo, Figura 1 e Figura 2.

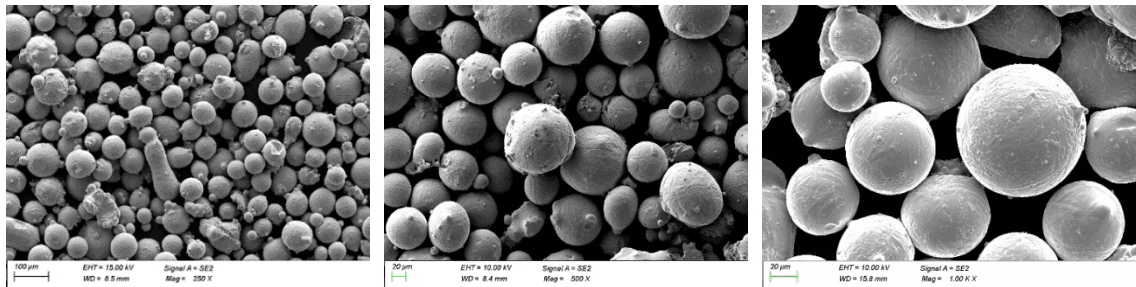


Figura 1 Imagens FEG-SEM do pó 15CDV6 atomizado

Tabela 3. Distribuição de tamanho de partícula e esfericidade do pó 15CV6

Dv(10) (μm)	49.00	S (10)	0.74
Dv(50) (μm)	73.31	S (50)	0.84
Dv(90) (μm)	107.68	S (90)	0.93

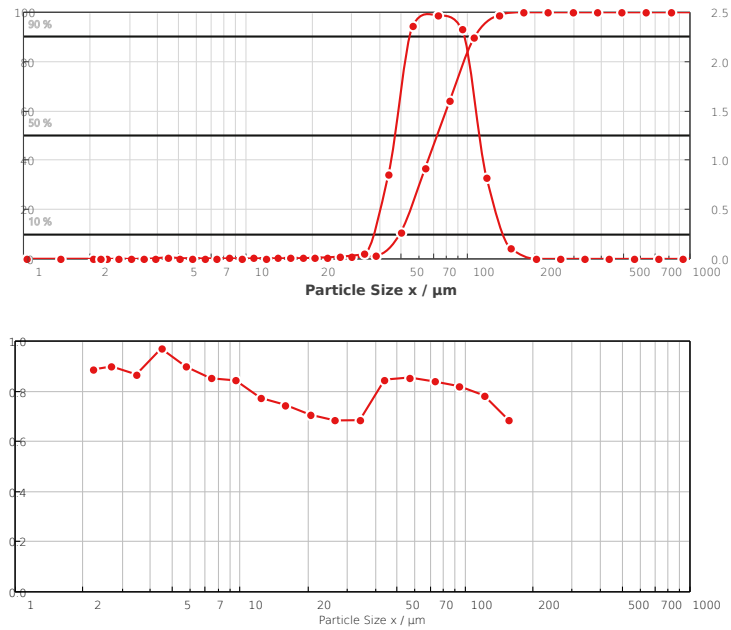


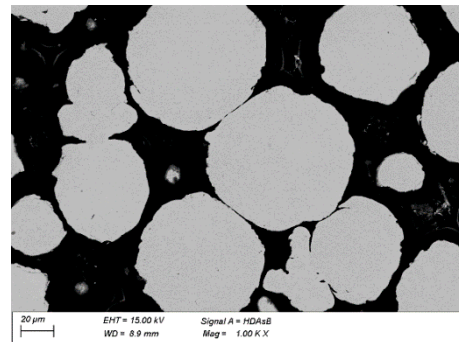
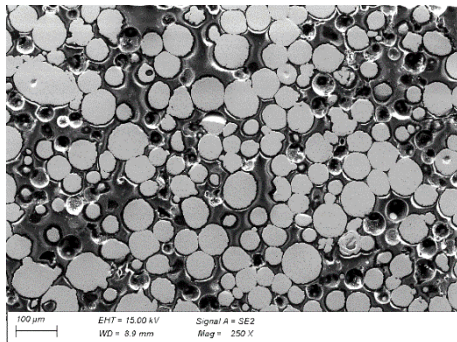
Figura 2. Distribuição do tamanho de partícula (em cima) e fator de forma (em baixo) em função do tamanho de partícula do pó 15CDV6.

As propriedades físicas deste pó, fluidez e densidade, também se encontravam dentro das gamas esperadas, Tabela 3.

Tabela 2. Propriedades físicas do pó 15CDV6.

Fluidez (s/50g)	Densidade Aparente (g/cm ³)	Densidade Compactada (g/cm ³)	Picnometria (g/cm ³)
0.33	4,31	4,54	7,68

Foram analisadas imagens transversais do pó (Figura 3). Não estavam presentes poros internos e as partículas foram enriquecidas com Si, V, Mo e Mn.



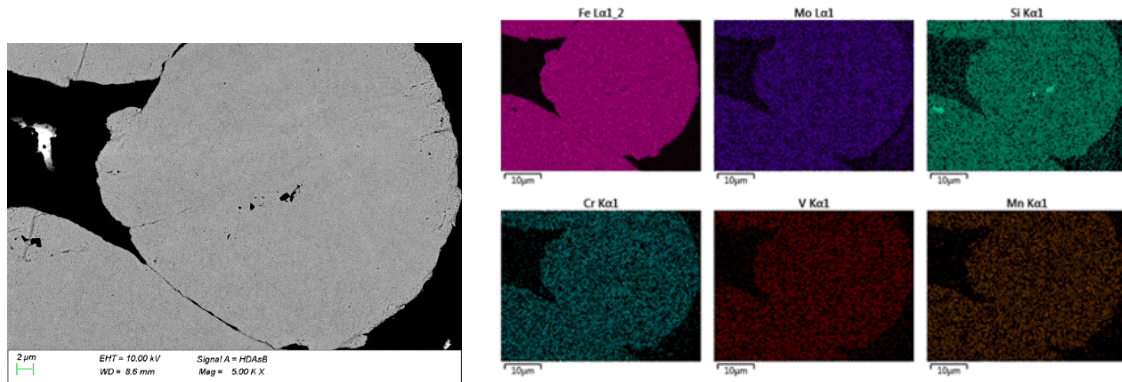


Figura 3. Imagens FEG-SEM e análise EDS do pó 15CDV6.

A composição química do pó medida por ICP e o conteúdo intersticial por LECO estão listados na Tabela 4.

Tabela 3. Composição química do pó 15CDV6.

Element	Mn	Si	Cr	Mo	V	P	C	O	S	N	Fe
(%wt.)	1.01	0.150	1.57	0.94	0.287	N.D.	0,122	0,0126	0,0049	0,0014	95.8
Min-Max	0.8-1.1	Max. 0,2	1,25-1,50	0,80-1,00	0,20-0,30	Max. 0,02	0,12-0,15	-	Max.0.0015	-	-

Caracterização Micro-estrutural

Material processado com DED Laser-fio (LMD-W)

Foram estudados o estado metalúrgico e as propriedades mecânicas de quatro paredes construídas por LMD-W (Figura 4).

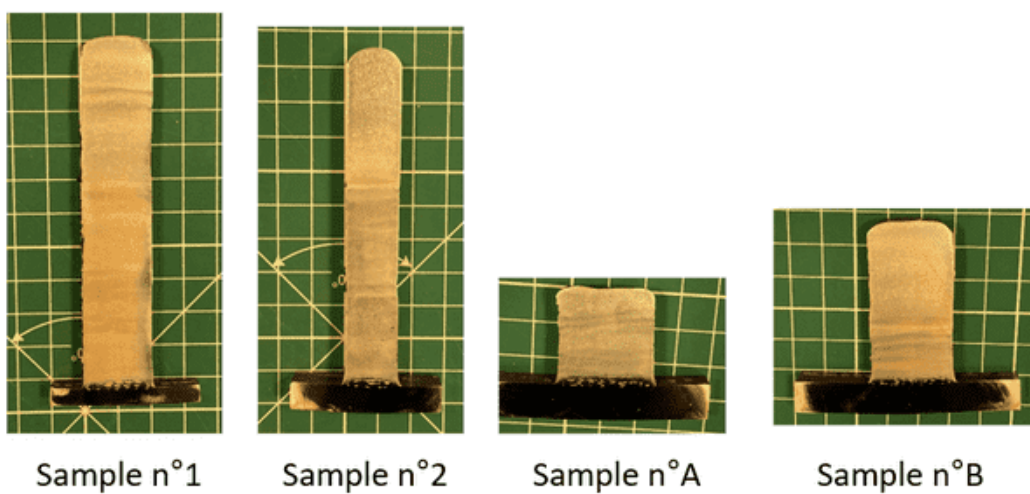


Figura 4. Secções metalográficas das diferentes paredes de WLAM 15CrMoV6.

A composição das paredes foi determinada por espectrometria de centelha UV. Foram analisadas várias zonas na altura das paredes (Figura 5). Os resultados das análises são apresentados na Tabela 5. A composição das paredes é homogénea; correspondendo bem com um aço de baixa liga padrão 15CrMoV6.

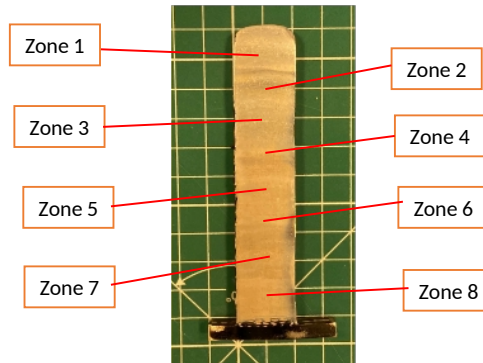


Figura 5. Localização de diferentes zonas de análise (amostra 1).

Tabela 4. Composição de diferentes áreas medidas por espectrometria de faíscas UV.

	Fe	CC	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V
Zone 1	95,92	0,127	0,162	0,85	0,006	-	1,4	0,92	0,187	0,246
Zone 2	95,99	0,12	0,148	0,85	0,006	-	1,397	0,91	0,182	0,237
Zone 3	95,94	0,127	0,149	0,85	0,006	-	1,401	0,92	0,183	0,24
Zone 4	95,99	0,131	0,147	0,85	0,006	-	1,394	0,91	0,185	0,24
Zone 5	95,99	0,113	0,15	0,85	0,006	-	1,403	0,91	0,188	0,243
Zone 6	95,97	0,121	0,148	0,84	0,005	-	1,398	0,91	0,185	0,241
Zone 7	95,99	0,123	0,142	0,837	0,006	-	1,404	0,89	0,187	0,238
Zone 8	95,95	0,127	0,149	0,85	0,0061	-	1,426	0,9	0,205	0,241
316L	Bal.	<0,03	<0,75	<2	<0,045	<0,03	16-18	2-3	10-14	
15CrMoV6		0.12- 0.18	0.2	0.8-1	<0.02	<0.015	0.25- 1.5	0.8-1		0.2-0.3

A micro-estrutura das paredes foi analisada por microscopia ótica de acordo com a sua direção de fabrico. As figuras 6 e 7 mostram os diferentes foto-micrografias obtidos para a amostra 1. Não foram observados defeitos no material (porosidade, fissuras). A estrutura fina corresponde a martensite ou mesmo bainite. Não foi observada qualquer evolução da micro-estrutura ao longo da direção de fabrico.

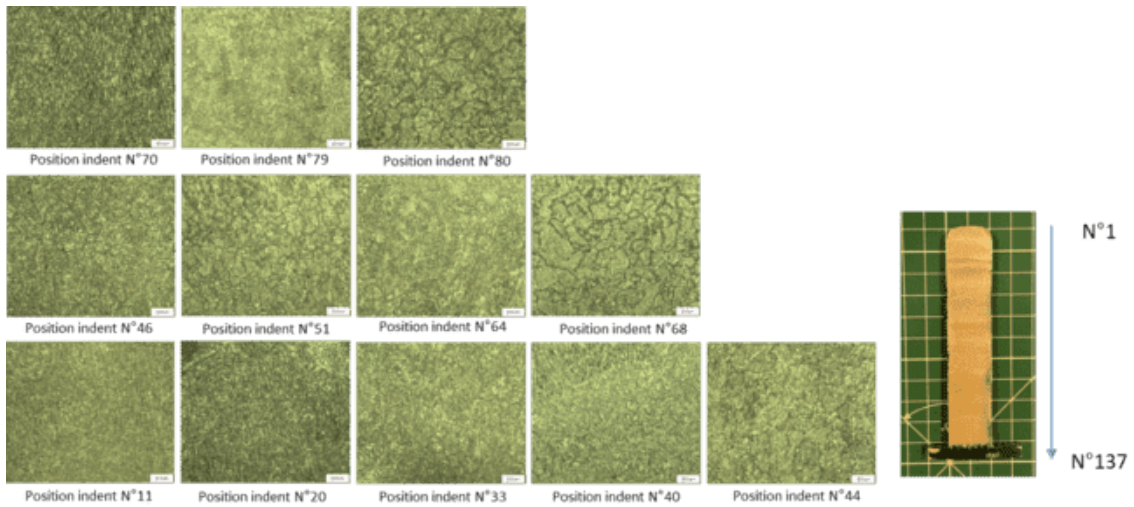


Figura 6. Imagens de microscopia ótica mostrando a micro-estrutura na parte superior da parede 1

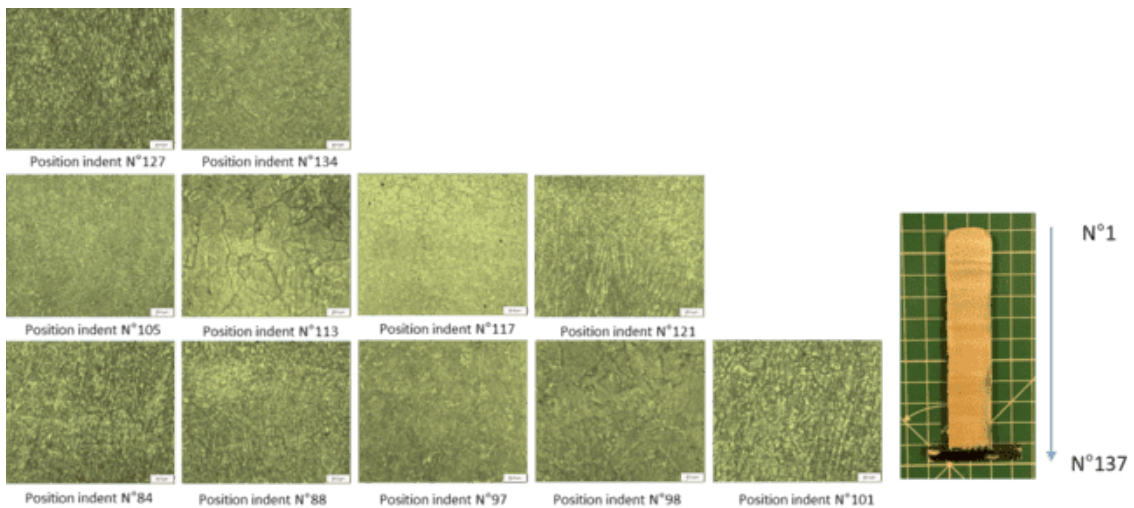


Figura 7. Imagens de microscopia ótica mostrando a micro-estrutura na parte superior da parede 1

A micro-estrutura na interface entre a parede de aço de baixa liga 15CrMoV6 e o substrato de aço inoxidável 316L é mostrada na figura 8. Zonas de diferentes contrastes, depois de atacarem as amostras com Nital, formam esta zona, como corroborado pelas foto-micrografias da figura 8.

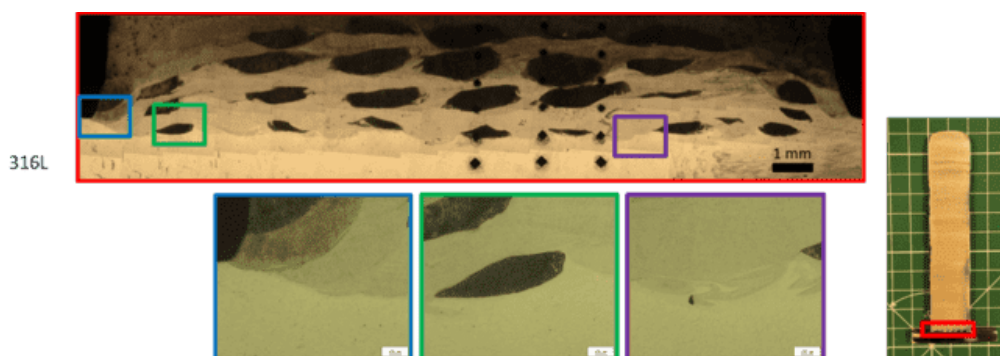


Figura 8. Foto micrograficas óticas da interface entre a parede (15CrMoV6) e o substrato (316L).

Estas zonas correspondem a áreas com diferentes composições químicas (Figura 9 e Figura 10). As zonas escuras e claras correspondem a regiões com composições de aço 15CrMoV6 e aço inoxidável 316L, respetivamente.

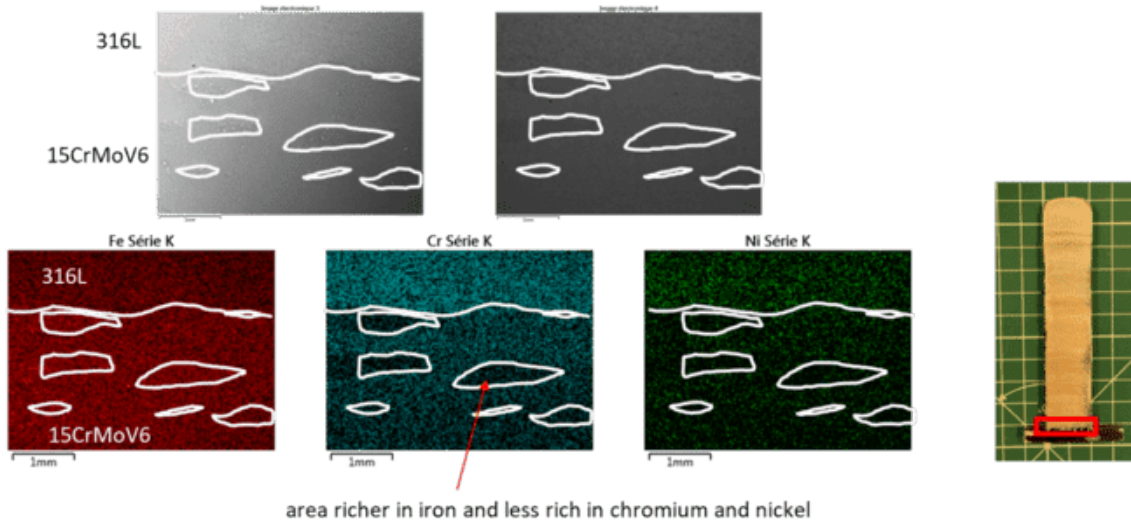


Figura 9. Mapas EDS de zonas interfaciais entre parede e substrato.

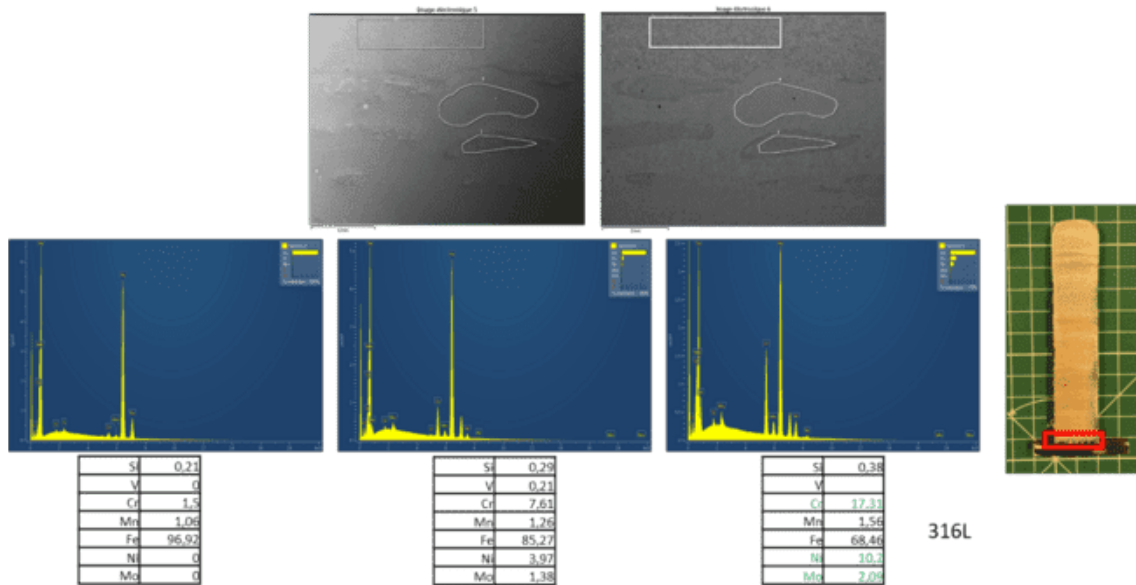


Figura 10. Análise EDS de áreas interfaciais entre parede e substrato.

Material Processado com DED arco - fio (WAAM)

A geometria e a resistência dos cordões de soldadura WAAM foram examinadas para selecionar os melhores parâmetros de processamento (Figura 11). Para este efeito, as secções transversais dos cordões de soldadura foram analisadas sob o microscópio ótico. O cordão de soldadura selecionado tinha uma espessura de 7,08 mm e uma altura de 2,5 mm.

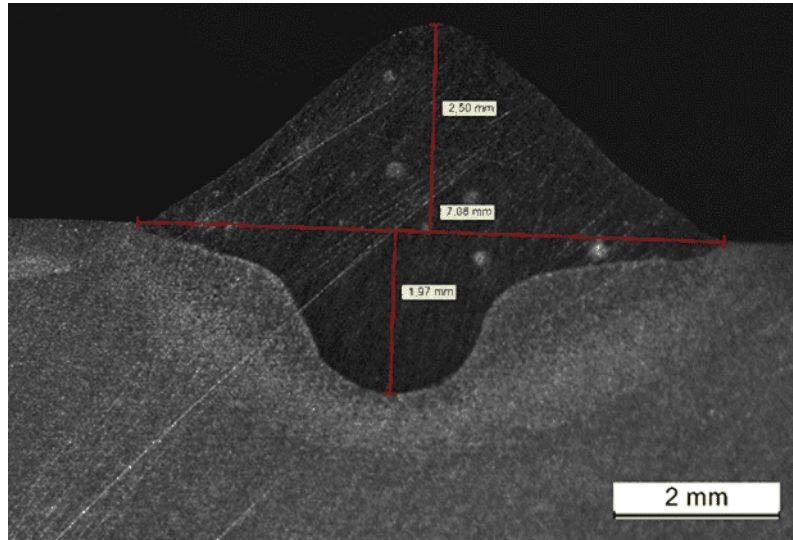


Figura 11. Imagem do cordão de soldadura depositado.

Além disso, as secções transversais de pequenas peças foram também analisadas para seleccionar as melhores estratégias de crescimento em altura. Foram analisadas paredes formadas por dois cordões de soldadura sobrepostos e estratégias circulares.

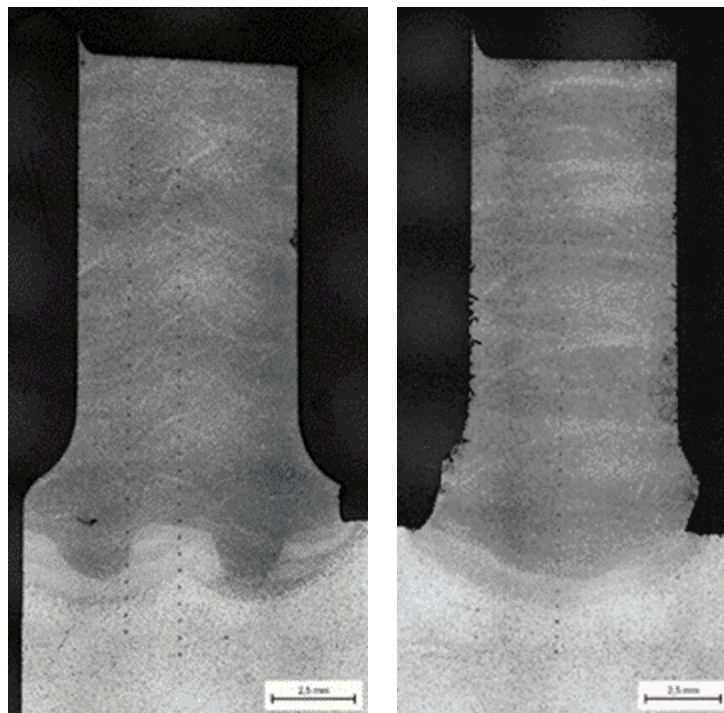


Figura 12. Secção transversal da parede e a sua micro-estrutura. Esquerda: duas costuras de soldadura sobrepostas. Direita: cordão de soldadura individual utilizando círculos..

Como se pode ver na Figura 13, foi encontrada uma micro-estrutura quase homogénea sem grãos colunares com ambas as estratégias. Contudo, as zonas afetadas pelo calor (HAZ) com os dois cordões de soldadura sobrepostos mostram formas mais complexas do que a estratégia circular com apenas um cordão de soldadura por camada.

Em ampliações maiores, a micro-estrutura esperada foi encontrada para ambas as estratégias, consistindo em grãos pequenos, equiaxiais e com orientação não preferencial.

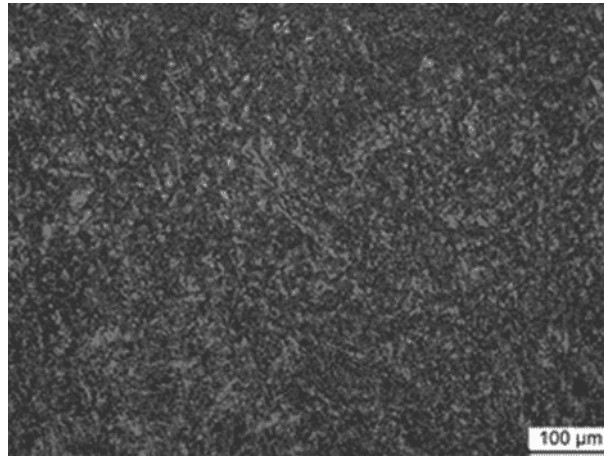


Figura 13. Ampliação adicional da micro-estrutura do material depositado composto por pequenos grãos equiaxiais, sem orientação preferencial.

Caracterização mecânica

Material processado com DED-LASER - fio (LMD-W)

Mais de 100 medições de dureza Vickers HV10 foram efetuadas sobre a altura da parede. Variando entre 300 e 350 HV10. Estes valores correspondem a uma estrutura bainítica ou a uma estrutura martensítica revenida. Não foi observada qualquer evolução da dureza com a altura da amostra. As medições de dureza com cargas inferiores foram efetuadas na interface, Figura 14 e Figura 15. É observável um gradiente de dureza entre a parede e o substrato. Este gradiente é também observável entre o 15CrMoV6 e as zonas ricas em aço inoxidável 316L.

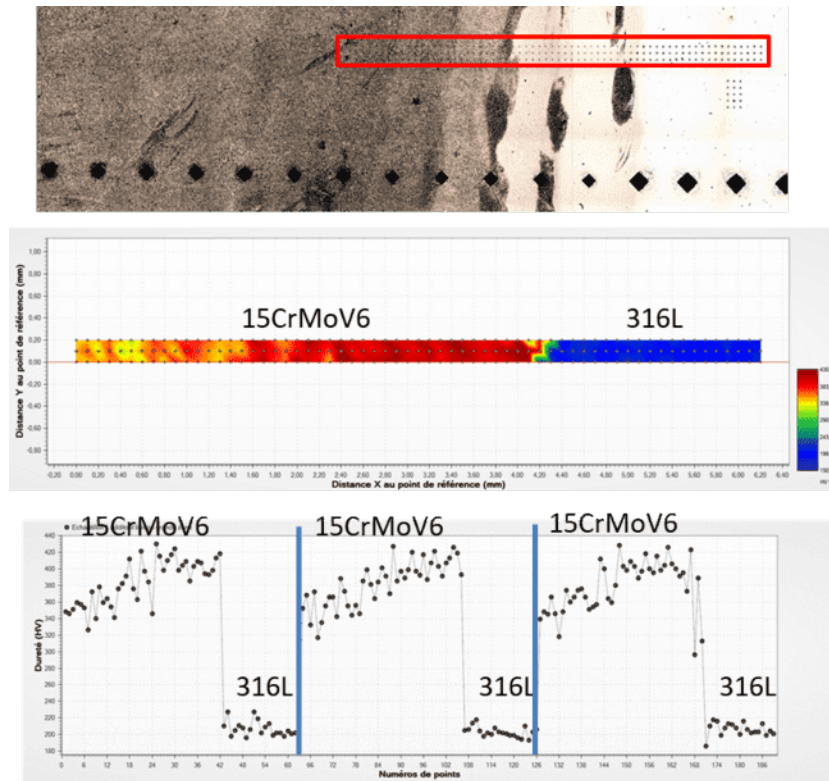


Figura 14. Evolução da dureza na la interface parede/substrato.

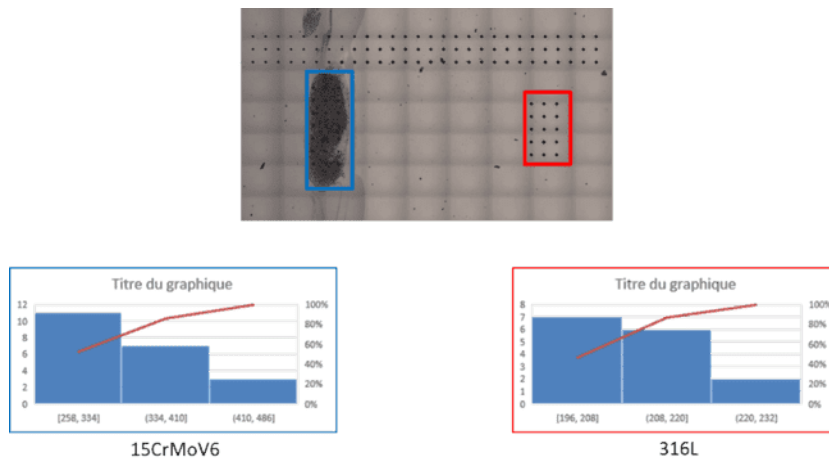


Figura 15. Valores de dureza de zonas com diferentes composições químicas na interface.

O comportamento mecânico do material da parede foi também determinado por ensaios de tração. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente a uma taxa de deslocamento imposta de 2 mm/min. As curvas de tração são mostradas na Figura 16.

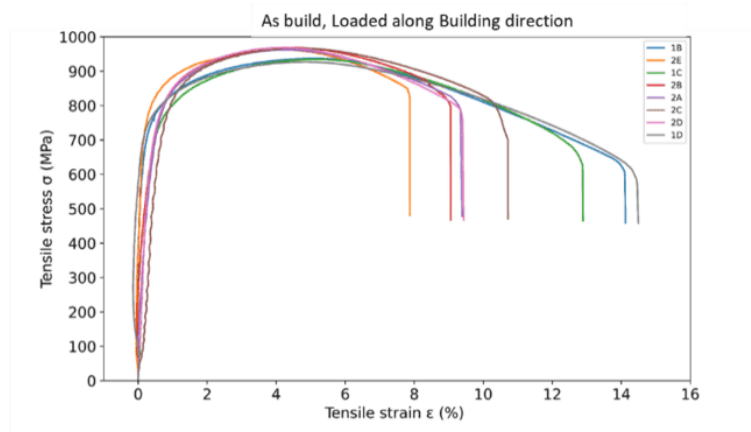


Figura 16. Curvas de tensão de amostras verticais retiradas de paredes construídas por LMD-W.

Os valores para a tensão de cedência (YS), tensão máxima (UTA) e alongamento (A) são dados na Tabela 6.

Tabela 5. Propriedades mecânicas das paredes de aço 15CrMoV6.

	YS	UTA	A%
Wall 1	747	936	13
Wall 2	782	966	9

Os campos de deformação dos provetes durante o ensaio de tração também foram medidos por correlação de imagem digital. A deformação máxima da amostra aparece numa zona de retomada da fabricação de paredes após uma paragem voluntária da fabricação (Figura 17).

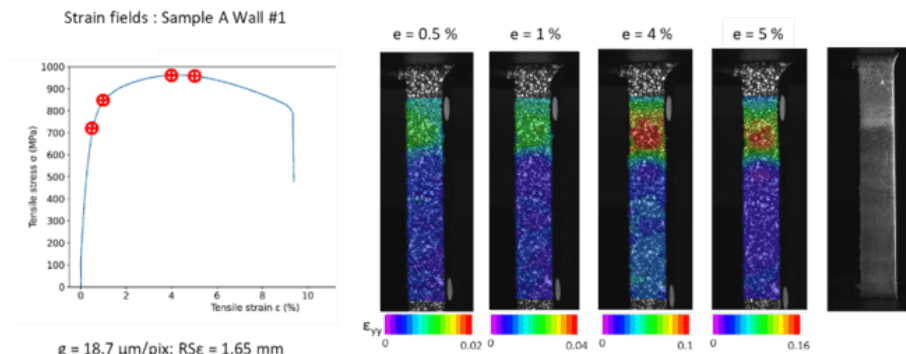


Figura 17. Campos de deformação determinados por correlação de imagens digitais.

As observações fractográficas das zonas fraturadas confirmam os elevados alongamentos na ruptura. Mostrando numerosas cúpulas, indicando comportamento dúctil, Figura 18.

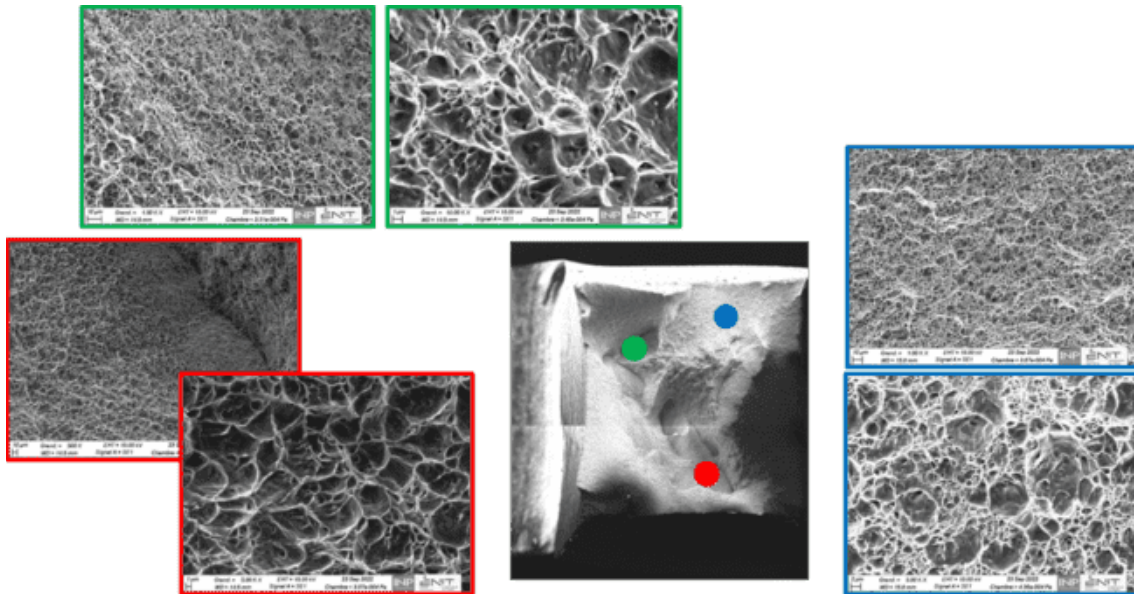
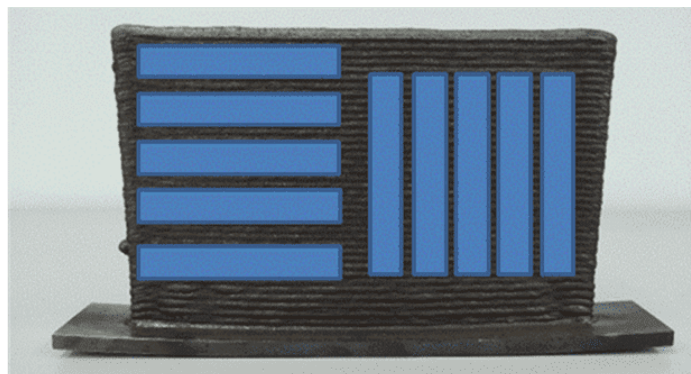


Figura 18. Observações fractográficas de provetes de tração após falha.

Material processado com DED arco-fio (WAAM)

Os provetes de tração foram extraídos das paredes em duas orientações de acordo com a ASTM E8.



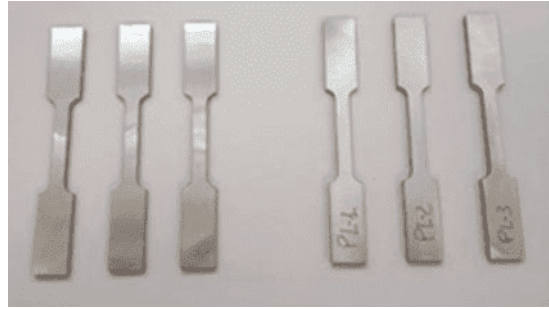


Figura 19. Posição e geometria dos provetes de tração ASTM E8 da parede fabricada por WAAM.

As propriedades mecânicas obtidas nos ensaios de tração à temperatura ambiente são apresentadas na Tabela 6.

Tabela 6. Propriedades de tração.

Orientação	Limite elástico (MPa)	UTS (MPa)	Elongação (%)
Vertical	777.8 ± 8.5	1005.8 ± 7,5	12.3 ± 2.4
Horizontal	774.4 ± 5.9	1031.8 ± 11.4	11.9 ± 3.7

Não foi detetada qualquer anisotropia entre as orientações. Em comparação com as especificações e o material original da peça fabricada com processos convencionais (40CMD8), os resultados obtidos foram muito próximos.

Em termos de microdureza, foi encontrada uma transição esperada entre a base metálica e a peça WAAM. A peça WAAM obteve uma dureza média de 330 HV1, que poderia ser melhorada através de um tratamento térmico adicional. As oscilações são devidas às diferenças entre camadas e costuras de soldadura – Figura 20.

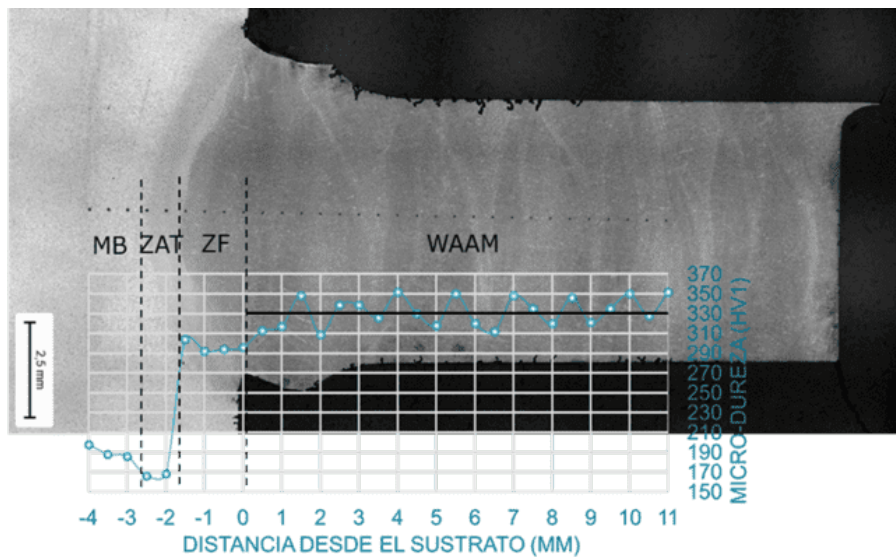


Figura 20. Imagem da parede com microdureza HV1 medida desde o substrato até à parede.

A evolução da dureza na interface substrato-parede foi confirmada por testes de baixa dureza de carga (Figura 21 e Figura 22).

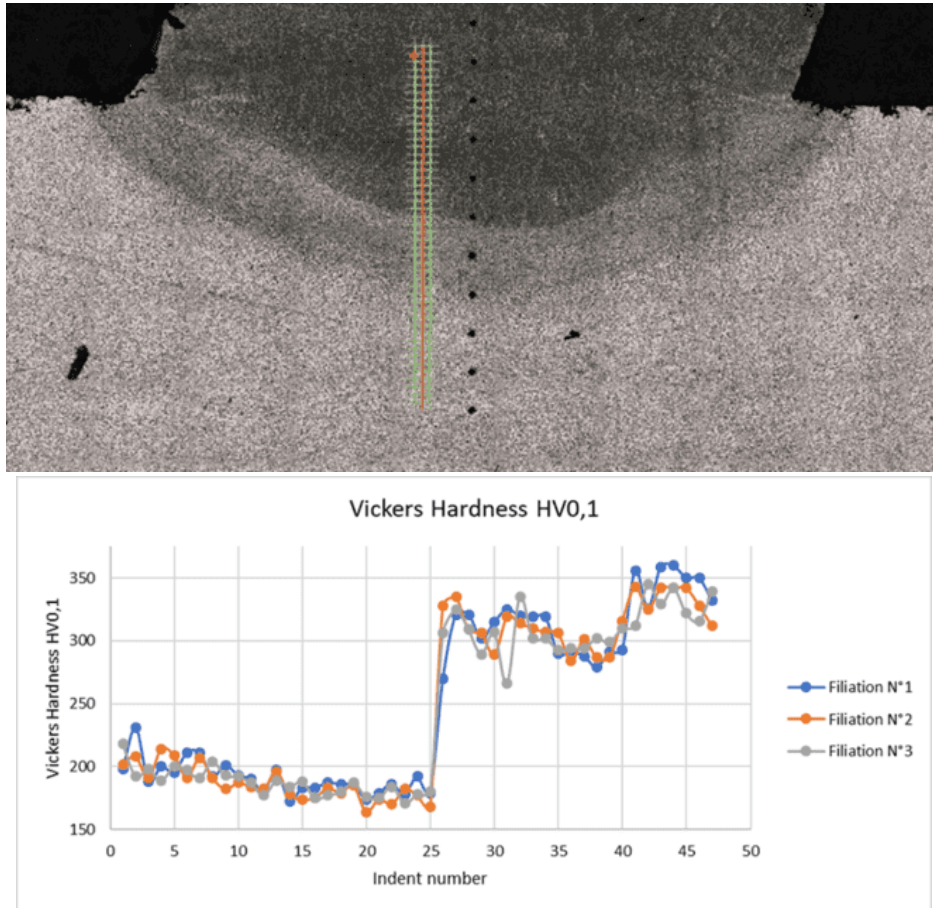
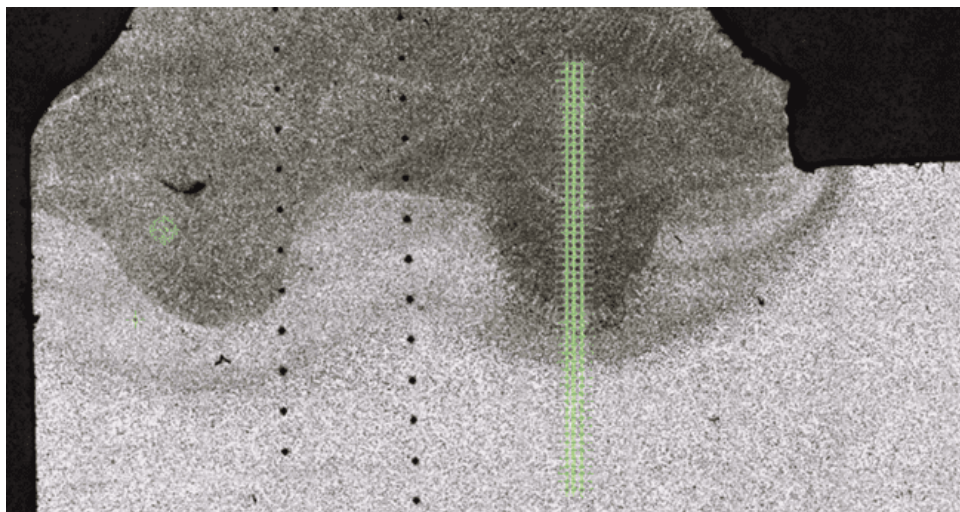


Figura 21. Imagem da parede com microdurezas HV1 medidas do substrato para a parede.



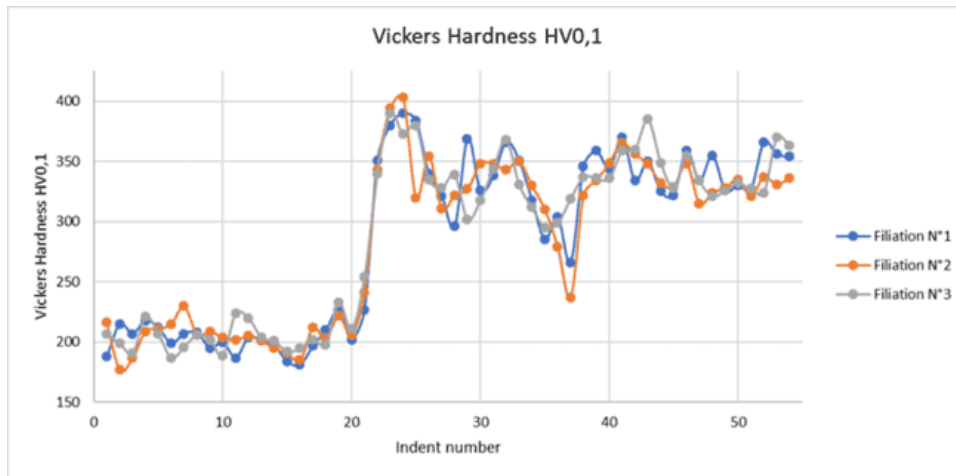


Figura 22. Evolução da microdureza na interface substrato-parede (dois cordões de soldadura sobrepostos)

Piloto PT1-MOLDETIPO

Caracterização do material de partida

As propriedades físicas e composição química do pó W360 com um tamanho de partícula de +20-45 μm são compiladas abaixo, Tabela 7 e Tabela 8.

Tabela 7. Propriedades físicas do pó W360

Taxa de fluxo (s/50g)	Densidade aparente (g/cm^3)	Densidade após compactação (g/cm^3)	Densidade do Pycnómetro (g/cm^3)
No Flow	3.78	4.43	7.74

Tabela 8. Composição química do pó W360.

Elementos (%wt.)	C	S	Mn	Cr	Mo	V	O	NN	C	S
	0,50	0,20	0,20	4,50	3,00	0,55	0.280	0.004	0.481	0.0007

Imagens de microscopia eletrônica (SEM) mostram um pó atomizado a gás típico com uma forma geralmente esférica e a presença de vários satélites e alguns salpicos, Figura 23.

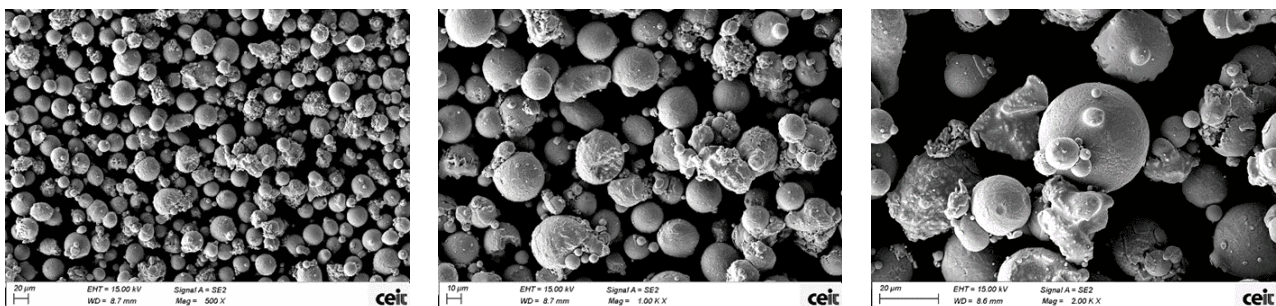


Figura 23. Imagens FEG-SEM do pó W360. Morfologia esférica mostrando alguns satélites.

Foram analisadas imagens de secção transversal de pó polido. Não existe porosidade interna e a análise do SDE mostra uma distribuição homogénea de S, V, Mo e Mn (Figura 24).

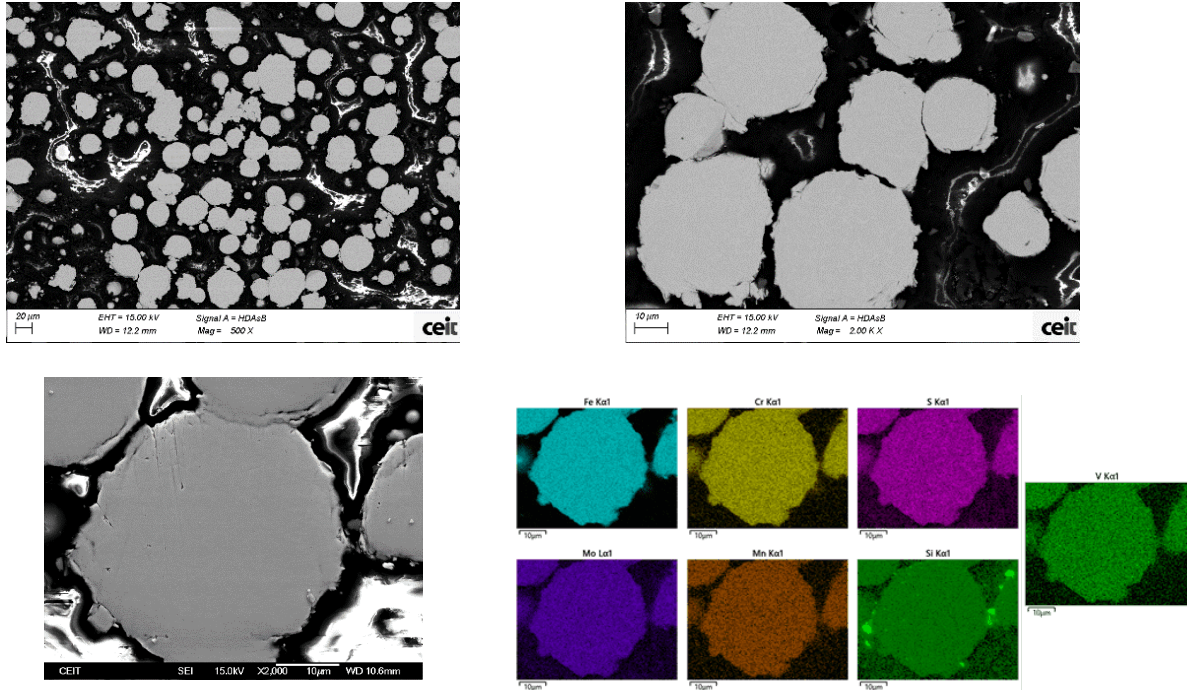
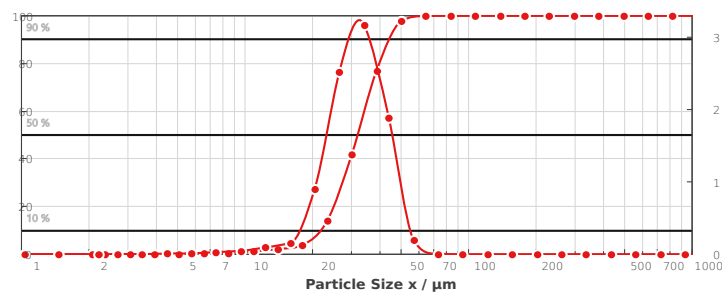


Figura 24. Imagens FEG SEM e análise EDS (abaixo) do pó W360.

A distribuição granulométrica e a esfericidade do pó foram medidas usando um Sympatec QPIC/L02 com Rodos e Vibri como módulos de dispersão e os resultados são compilados na Figura 25 e na Tabela 11. Pode-se afirmar que ambos satisfazem os requisitos para serem depositados pela tecnologia LPBF, com uma esfericidade próxima de um e com um tamanho médio de partícula de pó de 32 μm .

Tabela 9. Distribuição granulométrica e esfericidade do pó de W360.

Dv(10) (μm)	21.25	S (10)	0.66
Dv(50) (μm)	32.05	S (50)	0.81
Dv(90) (μm)	45.77	S (90)	0.90



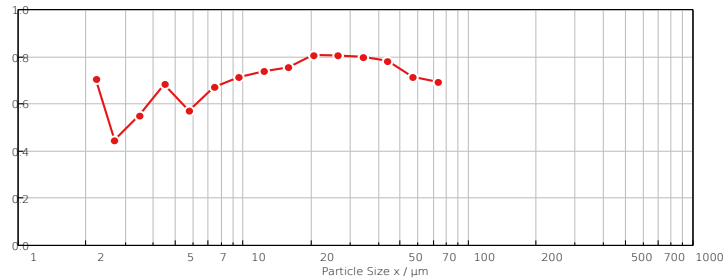


Figura 25. Distribuição granulométrica (superior) e fator de forma (inferior) em função do tamanho da partícula de pó W360.

Caracterização Micro-estrutural

Nesta parte, o primeiro defeito de produção será investigado por meio de rugosidade superficial e análise de defeitos internos, depois a macro e micro-estrutura serão analisadas.

Métodos

A rugosidade da superfície foi medida utilizando um microscópio numérico (Keyence) com modo de mapeamento 3D. Para caracterização da micro-estrutura e saúde do material, foram observadas secções transversais das amostras utilizando um microscópio ótico Olympus PMG3 e um microscópio eletrônico de varrimento ZEISS EVO HD15LS (SEM), juntamente com um sistema dispersivo de energia de raios X (EDX; Oxford). A preparação das amostras consistiu em várias etapas, começando com o polimento mecânico automático (Mecatech 334) e terminando com lixa SiC P4000. As etapas finais de polimento foram realizadas utilizando soluções diamantadas coloidais (3 µm, 1 µm) e soluções de polimento de óxido (OPS). O ataque químico com Nital (97 ml de etanol, 3 ml de ácido nítrico) revelou a micro-estrutura. A análise quantitativa da imagem foi realizada com o software de análise de imagem Fiji [1]. Os espectros de XRD foram registados utilizando equipamento Philips X'PERT, com radiação Cu-Kα com um comprimento de onda de 1,540598 Å e dispositivo sensível à posição (PSD) (aquisição a um ângulo circular de 8 °). As amostras foram digitalizadas de 20° a 90° com um tamanho de passo de 0,022° e 2000 s por passo.

Resultados: Composição

A composição da amostra construída foi medida com um espectrómetro OES de Centelha Foundry Master (Oxford). Foram feitas seis medições e o resultado é apresentado na Tabela 12. Exceto pela presença de tungstênio, a composição é consistente com a dada por Böhler para o pó.

Tabela 10. Composição do material (percentagem em peso).

(w%)	Fe	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	W
Pó (dados da Böhler)	Bal.	0.5	0.2	0.25	4.5	3	0.55	/
Bloco (dados da Böhler)	Bal.	0.5	0.2	0.25	4.5	3	0.6	/
Como fabricado LPBF (experimental)	91.05 ±0.02	0.459 ±0.004	0.181 ±0.003	0.207 ±0.002	4.42 ±0.02	2.83 ±0.01	0.582 ±0.002	0.128 ±0.004

Resultados: saúde do material

Rugosidade superficial

As amostras foram construídas com uma estratégia de movimentação em xadrez. A Figura 26 mostra um exemplo da medição da rugosidade numa ilha (camada superior). Os resultados dão uma média de $S_a = 17,4 \mu\text{m}$. Este valor está bem acima da escala da literatura e pode ser reduzido alterando a estratégia e otimizando os parâmetros do laser [2]-[6].

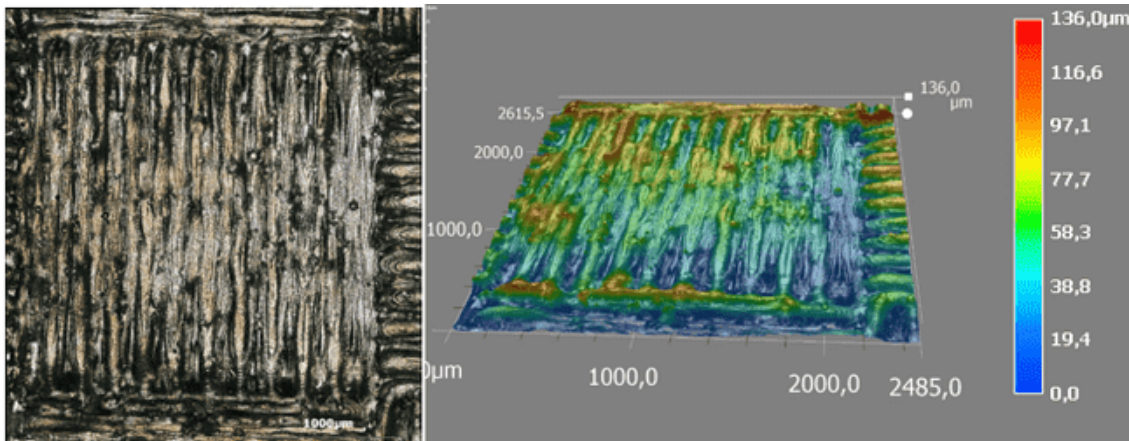


Figura 26. Micrografia de superfície (esquerda), análise de superfície 3D (direita).

Análise qualitativa de defeitos

Foram observadas superfícies polidas para investigar a saúde dos materiais. O resultado desta investigação é mostrado na Figura 27. Alguns poros são visíveis na parte central e outros estão alinhados nas direções de construção. Estes últimos podem ser explicados por uma estratégia de contorno [7][8]. Além disso, algumas micro-fendas são visíveis na zona superior, especialmente na última camada. Sabe-se que o aço para ferramentas, como AISI M2 e AISI M50, com uma composição próxima da de W360, é propenso à fissuração. Para evitar fissuras, o gradiente térmico é reduzido através do pré-aquecimento da placa de construção [9]-[11]. A fissuração observada na última camada pode dever-se ao historial térmico diferente em comparação com a área total. Devido ao efeito de upskin e contorno, os defeitos serão removidos por maquinagem; portanto, não se espera que sejam prejudiciais.

Foi também realizada uma análise quantitativa. Foram analisados cerca de $22 \mu\text{m}^2$ em cada plano e apenas foram considerados defeitos com um diâmetro equivalente superior a $0,7 \mu\text{m}$. Os resultados estatísticos estão resumidos na Tabela 11, demonstrando a excelente saúde do material. Defeitos agudos levam a uma concentração de tensão que favorece a iniciação de fissuras; portanto, os defeitos foram separados em circulares (circularidade $> 0,9$) e não circulares. A distribuição destes defeitos em relação ao tamanho é mostrada na Figura 28. 99 % dos defeitos circulares têm um diâmetro médio inferior a $15 \mu\text{m}$, enquanto apenas 80 % dos poros não circulares mostram este tamanho. Os defeitos não circulares são menos abundantes, mas têm um diâmetro equivalente maior.

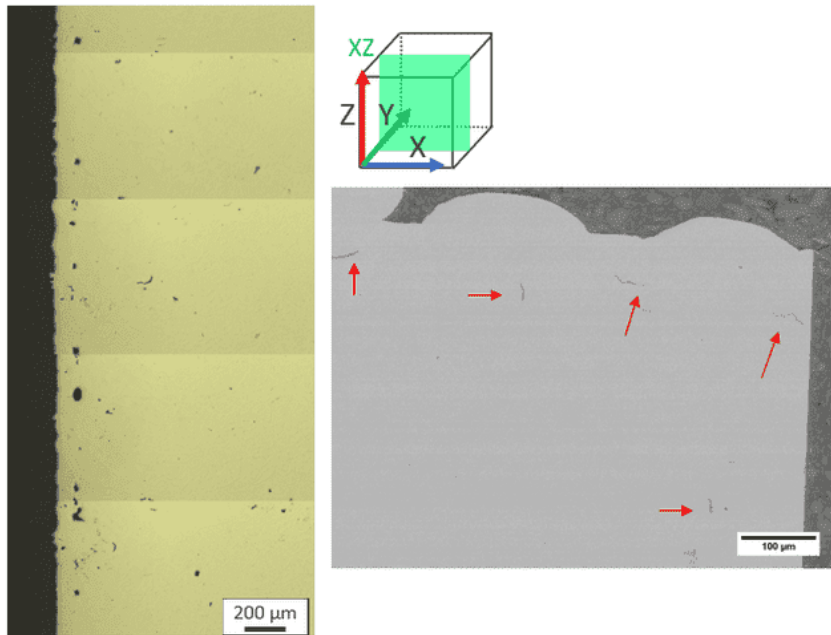


Figura 27. Micrografia ótica destacando poros (esquerda) Micrografia SEM da secção transversal da superfície superior. As setas vermelhas realçam as micro-fissuras.

Em conclusão, alguns defeitos LPBF clássicos são detetados. No entanto, a alta densidade e o pequeno diâmetro do defeito proporcionam uma excelente saúde do material, consistente com os resultados da literatura sobre LPBF.

Tabela 11. Análise estatística da população de defeitos.

Densidade Superficial Média	99.86 ± 0.06 %
Média dos diâmetros dos defeitos	5 ± 6 µm
Máximo dos diâmetros dos defeitos	76 µm
Número de defeitos circulares / não circulares	1092/647

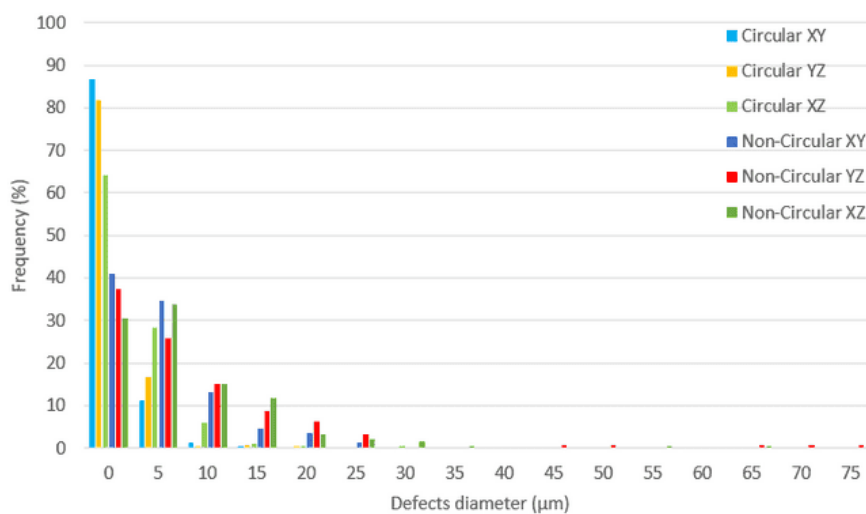


Figura 28. Distribuição dos defeitos de acordo com o seu tamanho.

Resultados: macro e micro-estrutura

A macro-estrutura das amostras foi observada com microscopia ótica (Figura 29). A poça de fusão pode ser facilmente distinguida. Esta macro-estrutura é tipicamente esperada para amostras LPBF. A ampliação da camada superior difere do núcleo da amostra. Esta diferença no ataque químico demonstra uma diferença na micro-estrutura ou composição da última camada. Nenhuma razão específica pode explicar uma composição diferente na última camada. Pelo contrário, a ausência de refusão e subsequente tratamento térmico causado pela construção da camada superior implica um historial térmico diferente desta camada, o que pode levar a uma micro-estrutura diferente.

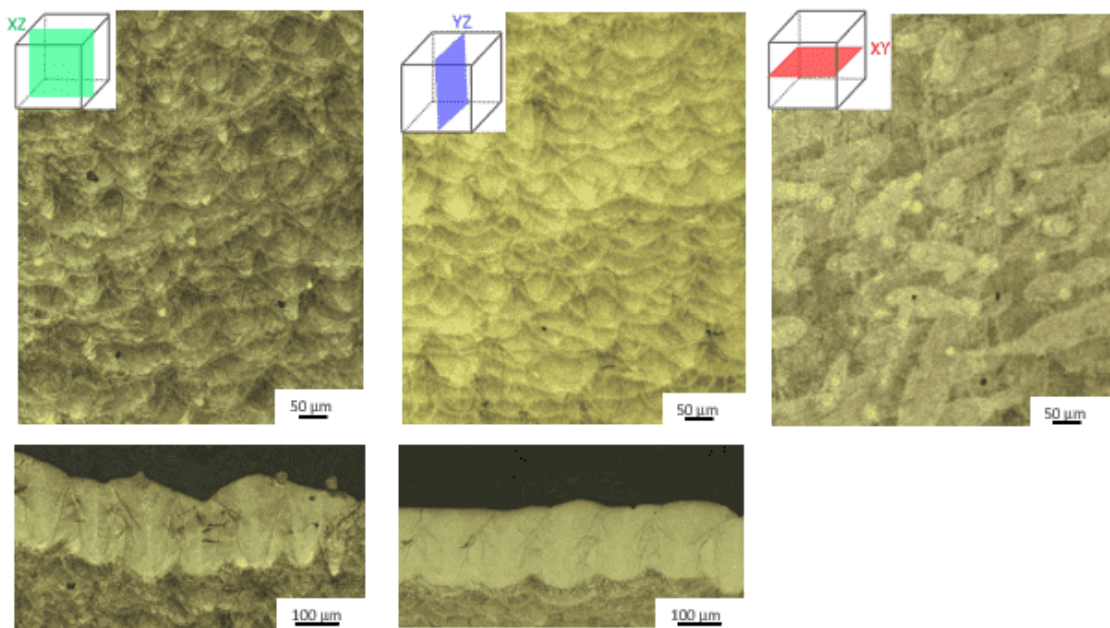


Figura 29. Amostras de macroestrutura com observações de poças de fusão. As imagens inferiores correspondem ao zoom na camada superior.

A partir desta última camada, as dimensões da poça de fusão foram medidas. Os resultados são apresentados na Tabela 14. As poças de fusão são isotrópicas, e a grande relação altura/largura atesta o modo “keyhole” [12] [13]. O modo “keyhole” deve-se à alta densidade de energia e pode levar à porosidade do nessa área [12] [13]. O modo de condução é geralmente considerado preferível; contudo, neste caso específico, notou-se uma boa saúde do material; por conseguinte, o modo “keyhole” não tem um impacto negativo na produção.

Tabela 12. Dimensões da poça de fusão.

	Plano XZ	Plano YZ
Altura da poça de fusão	190±20	186±15
Largura da poça de fusão	86±9	96±10
Altura da poça de fusão / (largura/2)	~4.4	~3.9

Com uma ampliação maior, a poça de fusão revela uma microestrutura celular. Esta microestrutura é típica para a maioria das amostras LPBF. No entanto, o aço martensítico LPBF pode exibir uma estrutura celular ou tipo agulha. A estrutura semelhante a uma agulha pode ser devida a um tratamento térmico in situ levando a um tamanho mais homogêneo [10], [14] Como mostrado na Figura 30, as células perto dos limites da poça de fusão ou perto da borda da amostra não são homogêneas em tamanho. Para uma determinada liga, o tamanho da célula está relacionado com as taxas de arrefecimento durante a solidificação. Esta diferença no tamanho da célula implica diferentes taxas de arrefecimento [15]. O tamanho médio da célula é de $0,7\pm 0,3 \mu\text{m}$, o que está de acordo com os valores mencionados na literatura para várias ligas. Estes pequenos tamanhos de células não nos permitem medir o gradiente de composição implícito na estrutura celular. Mas uma observação atenta dos núcleos celulares revelou características de agulha ou de fita, típicas das microestruturas martensíticas.

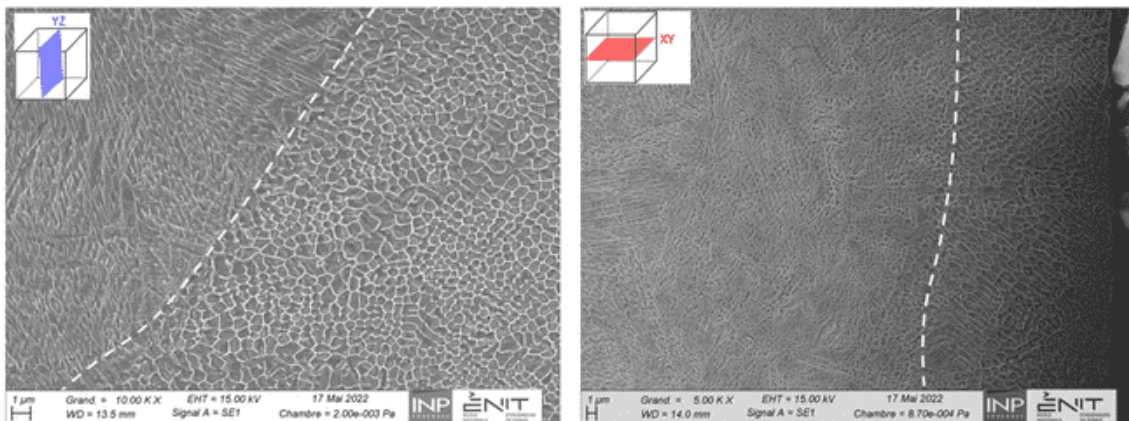


Figura 30. Micrografia SEM da microestrutura da célula. As linhas a traço interrompido correspondem a uma modificação da microestrutura no limite da poça de fusão (esquerda) ou na borda da amostra (efeito de contorno, direita).

A estrutura cristalográfica desta liga foi investigada por difração de raios X (XRD) (Figura 31). O W360 é um aço martensítico. Não foram detetados vestígios de austenite por esta técnica. A presença do duplo pico para o (110) plano sugere a presença de ferrite e fases de martensite. Um padrão semelhante foi observado para o AISI M50 construído (com uma composição próxima de W360) [11]. A fase de martensite TCC pode ser transformada in situ em ferrite FCC e carbonetos por calor gerado pela construção das camadas superiores. Outra hipótese é a segregação química nos bordos das células, que pode levar a uma estrutura cristalográfica diferente, indeterminada por agora.

Em conclusão, foi medida uma excelente saúde material e foi observada uma microestrutura de acordo com a literatura.

Caracterização Mecânica

Nesta secção, serão investigadas as propriedades mecânicas à temperatura ambiente e a altas temperaturas. Serão estudados a dureza, a resistência à tração e o comportamento ao impacto.

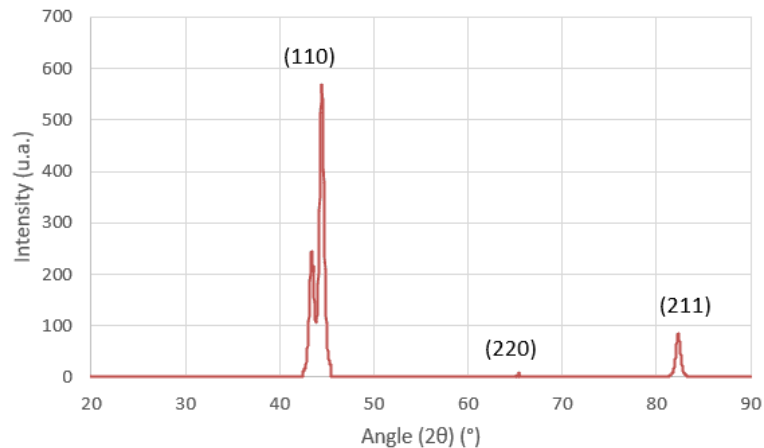


Figura 31. Espectro de XRD. A fase é indexada como BCC.

Métodos

As macro e microdurezas Vickers foram medidas usando um Zwick/Roell ZHV2.5 com uma carga de 10 kg (HV10) e 0,2 kg (HV0.2). Todos os testes foram realizados utilizando a norma EN ISO 6507-1. A dureza total da massa foi medida com 30 indentações (microdureza), enquanto 300 indentações foram registadas em cada plano para microdureza. Foram realizados ensaios de tração com uma máquina de tração electromecânica Instron 5892 com um modo de controlo de deslocamento transversal (2 mm/min levando a uma taxa de deformação de aproximadamente $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) numa amostra de "osso de cão" com um comprimento de referência de 35 mm e uma secção transversal de $5 \times 3 \text{ mm}^2$. Antes dos testes de tração, as amostras foram polidas com papel SiC P600 para remover a rugosidade excessiva e permitir uma medição fiável das secções transversais das amostras. A medição da deformação foi realizada com um extensómetro de vídeo digital. A tensão de rotura não é facilmente determinada, e a transição elastoplástica foi determinada utilizando uma tensão de prova de 0,2 %. O ensaio de impacto Charpy foi realizado em amostras conforme construídas, com 2,5 x 10 mm de entalhes em V, utilizando um Zwick HIT 50P com um pêndulo de 50 joule.

Resultados: Dureza

Foram realizadas diferentes medições de dureza, como mostra a Tabela 13. Foi realizada filiação e não foi notada qualquer variação na borda ou largura da amostra. Foi medido um elevado valor de dureza macro. Contudo, este valor, conforme fabricado, é ligeiramente inferior ao esperado após tratamento térmico (590-630 HV) do fornecedor do pó [16]. Foi medida uma baixa anisotropia entre os planos vertical e horizontal, indicando um comportamento mecânico isotrópico macroscópico. Um efeito de upskin explica o valor mais elevado medido na primeira camada. Esta primeira camada não foi refundida nem endurecida por recarga térmica. O fornecedor sugere que o tratamento térmico pode melhorar o valor global da dureza.

Tabela 13. Valores de dureza.

	Plano XY	Plano XZ	Plano YZ
Macro-dureza	550±30 HV ₁₀		
Micro-dureza	678±41 HV _{0.2}	648±31 HV _{0.2}	644±47 HV _{0.2}
Camada superior	819 ± 54 HV _{0.2}		

Resultados: Ensaios de tracção

As propriedades mecânicas em tração foram investigadas à temperatura ambiente em provetes fabricados diretamente. A direção da construção tem um forte impacto na superfície da amostra, como mostra a figura 32. Os provetes construídos horizontalmente mostram uma rugosidade superficial que não é isotrópica: a pele inferior é mais áspera que a superior. Foram registadas curvas de tensão-deformação (cf. figura 32), que mostraram uma ductilidade muito baixa. As propriedades foram extraídas das curvas e são mostradas na Tabela 14. Em contraste com a dureza, onde foi registada baixa anisotropia, as propriedades de tracção são anisotrópicas e inferiores para os provetes construídos horizontalmente. A elevada rugosidade da superfície destes últimos pode influenciar as propriedades. Mesmo que a tensão de cedência e a tensão de rutura (UTS) sejam elevadas, são ligeiramente inferiores aos dados pela Böhler [16]. Contudo, são mencionados valores de referência para amostras tratadas termicamente; por conseguinte, considerando as propriedades no estado original (conforme construído), espera-se que as amostras LPBF alcancem as propriedades desejadas após o tratamento térmico.

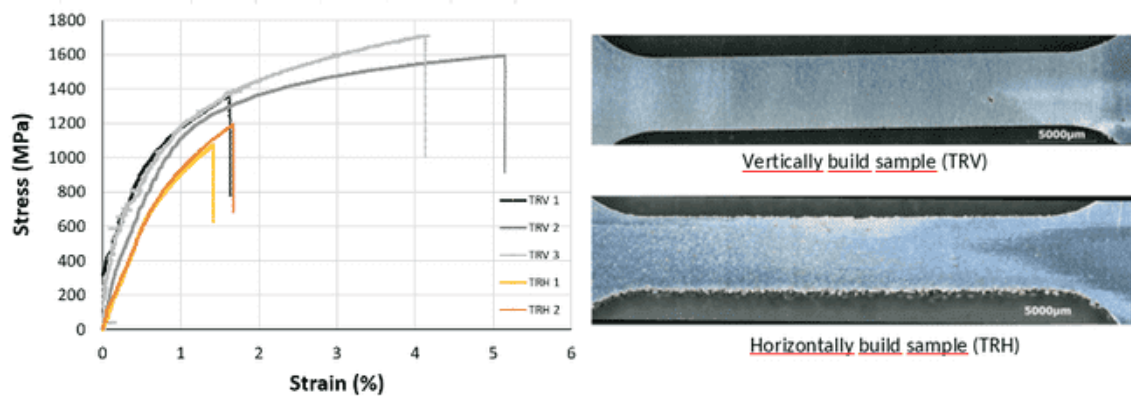


Figura 32. Curvas tensão-deformação de provetes construídos vertical e horizontalmente (esquerda), imagem de amostras de ensaio de tração (direita).

Tabela 14. Propriedades mecânicas de provetes conforme construídos, extraídas das curvas da Figura 8. Refere-se uma comparação das propriedades mecânicas alcançáveis da amostra de LPBF tratada termicamente prometida por Böhler [16].

	YS _{0.2} exp (MPa)	YS Böhler (MPa)	UTS exp (MPa)	UTS Böhler (MPa)	A% exp	A% Böhler
Vertical	1189 ± 52	1500-	1552± 52	1970-	2.4±1.6 %	6.6-8.1%

		1670		2010	
Horizontal	940 ±61		1140±61		1.5±1.7 %

Alguns dos ensaios de tração foram realizados a 300 °C em peças orientadas verticalmente após o fabrico aditivo, sem polimento, maquinagem ou tratamento térmico. Os resultados mostram uma boa reprodutibilidade, com Tensão de cedência $Y_S = 1235 \pm 54$ MPa, Tensão de rotura $U_{TS} = 1665 \pm 2$ MPa e extensão $A \% = 2.4 \pm 0.9$ %. Estes resultados mostram que as propriedades mecânicas obtidas à temperatura ambiente são também mantidas a 300 °C.

Resultados: Resistência ao impacto medida por Charpy.

As propriedades de impacto foram medidas à temperatura ambiente utilizando o teste de impacto Charpy. De forma similar às propriedades de tração, as amostras horizontais mostram também valores Charpy mais baixos - Tabela 15. É essencial notar que estes devem respeitar perfeitamente as dimensões teóricas (foi detetada alguma imprecisão geométrica). As amostras verticais quase atingiram as propriedades teóricas. Por conseguinte, espera-se que as propriedades requeridas sejam atingidas após tratamentos térmicos. As imagens SEM após a rotura (Figura 33) revelaram um comportamento frágil e que a superfície da fratura parece ser influenciada pelos limites do banho de fusão.

Tabela 15. Valores de resiliência de amostras conforme construídas. Inclui-se uma comparação da resiliência alcançável da amostra de LPB tratada prometida pela Böhler [16].

	Amostras Verticais	Amostras Horizontais	HT Böhler [1]
Geometria do provete	ASTM entalhe V reduzido 2.5 x 10 mm		ASTM entalhe V 10 x 10 mm
Resiliência (J/mm²)	9.52 ± 1.08 J/cm ²	7.79 ± 1.06 J/cm ²	10-17 J/cm ²

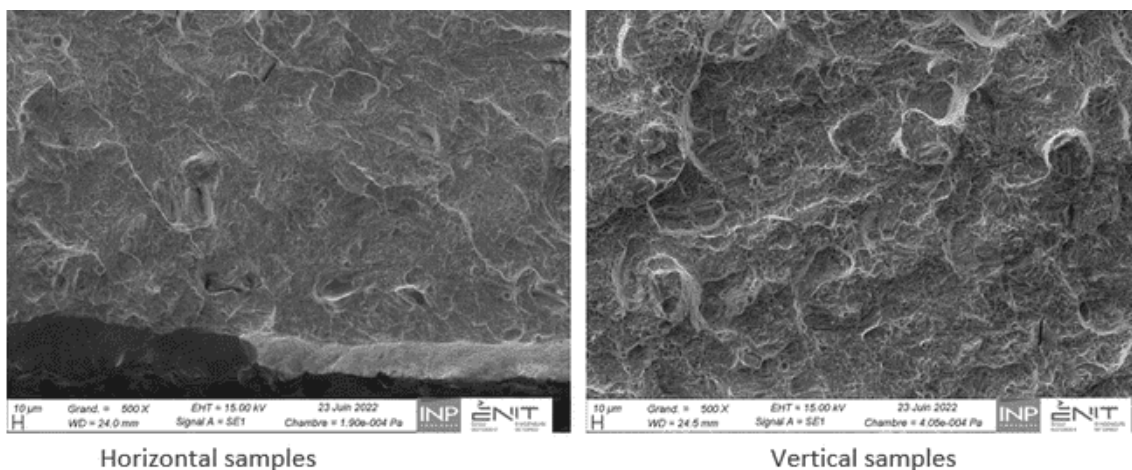


Figura 33. Imagens SEM da superfície da fractura após rotura.

Estudo de tratamentos térmicos

Nesta secção, a influência do processo de produção nos tratamentos térmicos será investigada por meio de análise térmica diferencial e dilatométrica. A curva CCT será obtida e comparada com a curva dada pela Böhler para o W360 convencional.

Métodos

As transformações de fase foram estudadas para investigar a influência da microestrutura inicial (LBPF) em comparação com o material convencional no tratamento térmico. Foi elaborado um diagrama de transformação de arrefecimento contínuo por dilatométrica. Estas experiências foram realizadas numa máquina DIL L78 Q (Linseis) em cilindros de 4 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento. Antes da medição, a atmosfera do forno foi levada duas vezes sob vácuo para 2×10^{-2} mbar e depois enchida com argon. A temperatura foi controlada utilizando um termopar do tipo K soldado na amostra. A rampa de aquecimento foi definida a $15 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, e as amostras foram homogeneizadas a $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 30 min, depois arrefecidas a diferentes taxas de arrefecimento (de $0,7$ a $360 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$). Além disso, foram realizadas medições de análise térmica diferencial (DTA) com a mesma taxa de aquecimento e arrefecimento ($5 \text{ }^\circ\text{C}$ e $15 \text{ }^\circ\text{C}$, mantendo $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 30 min) sob uma taxa de fluxo de argon de $40 \text{ ml}/\text{min}$ em amostras de cerca de 80 mg.

Resultados: Dilatometria

Durante a medição da dilatométrica, é registada a variação do comprimento (curva azul). Um exemplo do resultado (segmento de aquecimento) é mostrado na Figura 34. A transformação de fase aparece como uma ondulação na curva, enquanto as alterações excessivas correspondem à alteração da inclinação. Para as detetar, a derivada (curva laranja) pode ser utilizada. Ao aquecer a fase de martensite, $\eta\text{-Fe}_2\text{C}$ os carbonetos podem aparecer entre 100 e $200 \text{ }^\circ\text{C}$, $\epsilon\text{-Fe}_2\text{C}$ pode aparecer apenas até $250 \text{ }^\circ\text{C}$ e depois juntamente com $\theta\text{-Fe}_3\text{C}$ (cementite), e acima de $450 \text{ }^\circ\text{C}$ persiste apenas $\theta\text{-Fe}_3\text{C}$. A precipitação a temperaturas mais elevadas corresponde aos carbonetos não ferrosos [17]-[20]. A temperatura Curie também pode ser medida por dilatométrica [21]. Estas transformações são também detetadas na medição (Figura 34).

Durante os segmentos de arrefecimento, foram observadas várias transformações de fase, dependendo das taxas de arrefecimento. As curvas com transformações de fase e micrografias associadas são mostradas na Figura 35.

A partir destas curvas é desenhado o diagrama CCT modificado e comparado com o fornecido por Böhler para materiais convencionais (Figura 36). Cada dureza associada a cada taxa de arrefecimento foi medida e comparada com os dados de Böhler (para o material forjado convencional) na Tabela 16.

A fase de austenitização das amostras LPBF foi realizada na condição indicada pelo diagrama CCT de Böhler. As amostras de LPBF mostram um deslocamento de transformação de fase para a esquerda (taxas de arrefecimento mais elevadas) em comparação com o material

convencional. Isto pode ser explicado pela homogeneização na etapa não adaptada para amostras LPBF (estrutura celular) e/ou pela ligeira diferença na composição. As amostras martensíticas têm uma dureza mais baixa do que as amostras convencionais. Para outras taxas de arrefecimento a dureza é também mais baixa, mas a diferença pode provir do rácio de fases presentes.

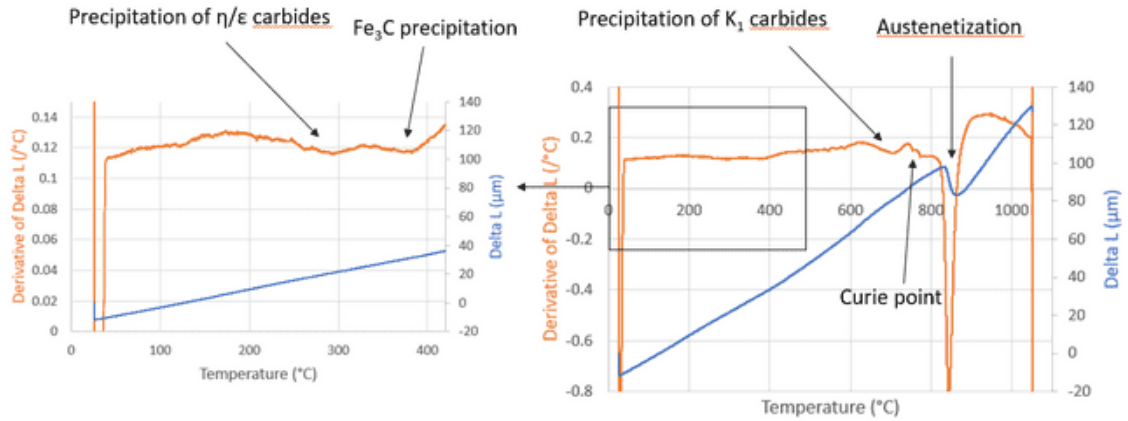


Figura 34. Exemplo de análise da curva de dilatométrica no segmento de aquecimento.

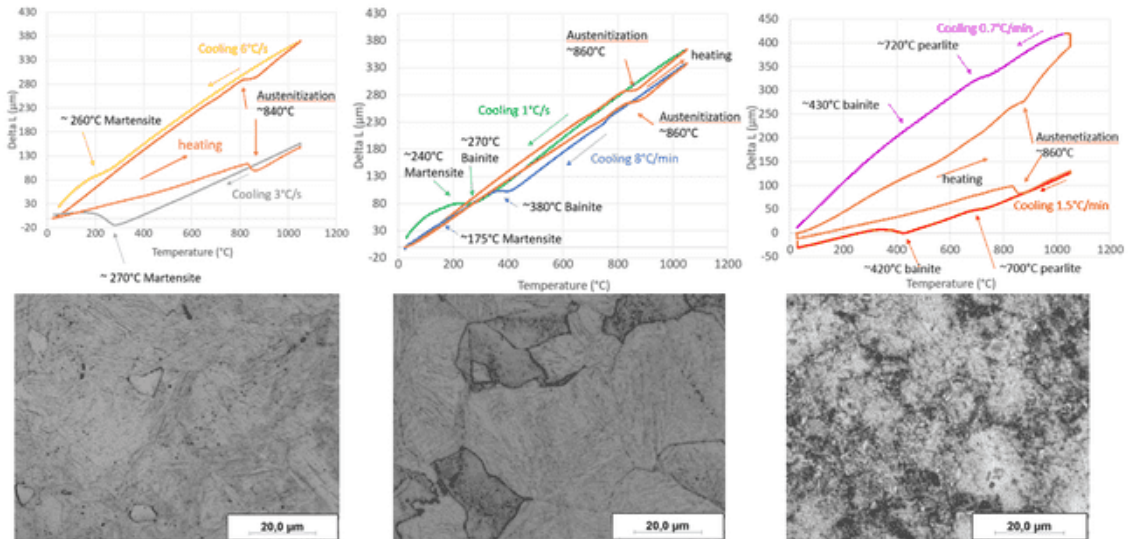


Figura 35. Curvas de dilatométrica para diferentes taxas de arrefecimento e os seus micrografos associados.

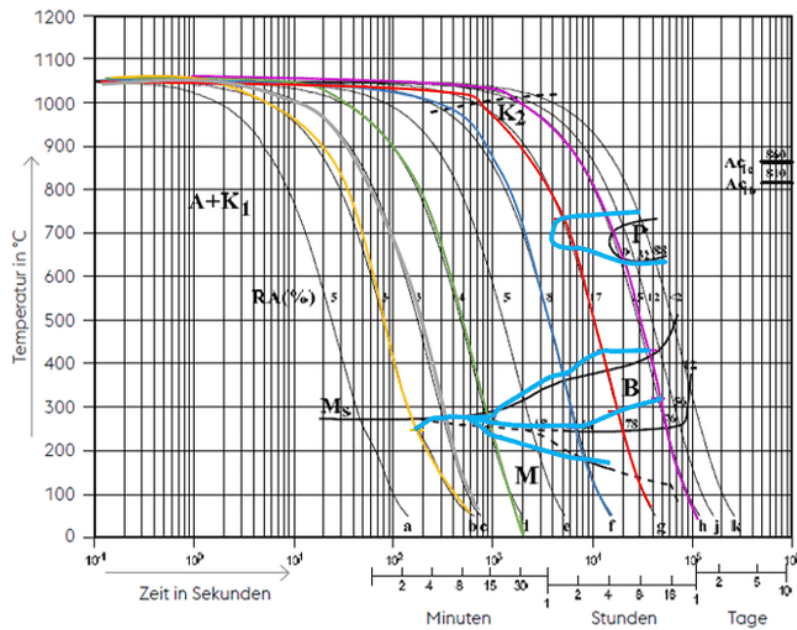


Figura 36. Diagrama CCT. Linhas pretas: dados Böhler [22], linhas coloridas: medições experimentais.

Tabela 16. Valores de dureza para diferentes taxas de arrefecimento.

	Dureza (HV5) Experimental	Dureza (HV10) dados da Böhler [2]
360°C/min (6°C/s)	703 ± 16 HV	750 HV
180°C/min (3°C/s)	676 ± 4 HV	750 HV
60°C/min (1°C/s)	645 ± 24 HV	740 HV
8°C/min	492 ± 12 HV	580 HV
1.5°C/min	348 ± 20 HV	500 HV
0.67°C/min	212 ± 8 HV	450 HV

Resultados: Análise térmica diferencial (DTA)

A partir da diferença de temperatura entre uma amostra e a referência (ar), o DTA pode calcular o fluxo de calor durante o aquecimento e o arrefecimento. Foram registadas várias transformações de fase, como descrito na Figura 37.

Resultados: Comparação entre os dois métodos

Foram comparadas transformações de fase medidas por DTA e dilatometria (15 °C/min) durante o aquecimento. Métodos semelhantes foram aplicados para o arrefecimento com DTA (5 e 15 °C/min) e a dilatometria (8 °C/min). Os resultados são apresentados na Tabela 19 e comparados com os teóricos da literatura [17]-[20] para aquecimento e o diagrama CCT para arrefecimento [22]. Ainda que as mesmas transformações sejam detetadas para ambos os métodos, a dilatometria deteta a temperatura de transformação do arrefecimento de forma mais precisa. Considerando a temperatura de transformação da fase de aquecimento, as curvas DTA mostram algum ruído para baixa temperatura (abaixo de 250 °C), o que corresponde a problemas em seguir a temperatura alvo. Para temperaturas mais elevadas, o

desvio padrão é menor do que o da dilatométrica. Por conseguinte, a DTA parece ser mais precisa aqui. Em conclusão, ambos os métodos são consistentes com os valores um do outro e com os valores de referência.

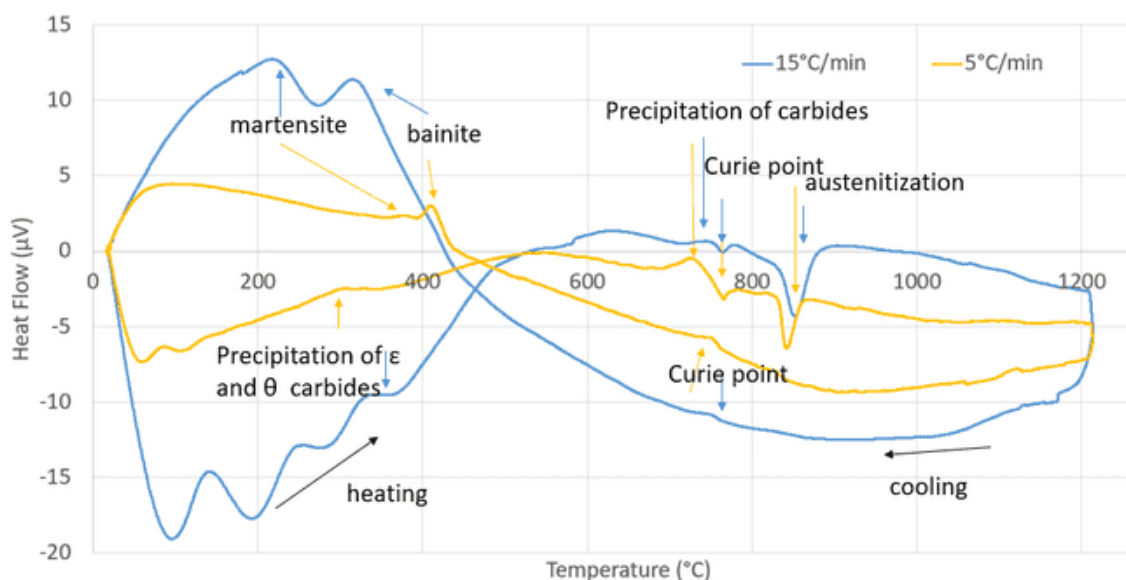


Figura 37. Curvas DTA para duas taxas diferentes de aquecimento/arrefecimento

Tabela 17. Comparação das transformações de fase medidas por DTA e dilatométrica com referências (bibliografia para aquecimento, diagrama CCT para arrefecimento).

Transformação	DTA	Dilatometria	Referências
Precipitação de carbonetos η/ϵ (aquecimento)	noise	282±17°C	100-250°C
Decomposição de austenite residual (aquecimento)	/	/	~280°C
Precipitação de carbonetos θ (Fe_3C) (aquecimento)	313±17°C	419±53°C	250-450°C
Precipitação de carbonetos K_1 (aquecimento)	729±1°C	704±6°C	?
Ponto Curie (aquecimento)	766±2°C	760±11°C	~750-760°C
Austenitização (aquecimento)	842±9°C	846±7°C	835±25°C
Ponto Curie(arrefecimento)	756±4°C	758°C	~750-760°C
Perlite (arrefecimento)	/	/	X
Bainite (arrefecimento)	400±35°C	382	~370°C
Martensite (arrefecimento)	325±86°C	175	180°C

Conclusões e perspetiva

O W360 foi fabricado utilizando o método LPBF e provetes conforme fabricados foram analisados. Mediu-se a excelente saúde do material com densidade muito elevada (>99,8 %). Alguns defeitos, tais como fissuras e poros, estão relacionados com a estratégia de contorno e efeito de upskin e serão removidos durante a maquinação da peça final. Foi observada uma microestrutura celular com células muito finas (cerca de 0,7 μm). Esta microestrutura submicrónica deverá ser investigada por TEM no futuro para obter mais detalhes, especificamente sobre a segregação de elementos. Quanto às propriedades mecânicas provetes conforme fabricados, as propriedades de tração e impacto já são elevadas. Não estão a atingir as expectativas de peças maquinadas e tratadas termicamente, mas são muito promissoras. No futuro, as propriedades mecânicas das amostras tratadas termicamente devem ser investigadas. Finalmente, as possibilidades de tratamento térmico por DTA e dilatométrie foram exploradas. Foi estabelecido um diagrama CCT modificado e os domínios de transformação parecem ter sido deslocados para uma taxa de arrefecimento mais elevada. Portanto, o tratamento térmico padrão (para materiais convencionais) parece inadequado para materiais LPBF. E especificamente, no futuro estudo deve ser feito um enfoque na etapa de homogeneização: a microestrutura celular inicial pode precisar de uma temperatura mais elevada ou de uma etapa mais longa para desaparecer.

Piloto SP1-MEUPE/INSPASA

Durante o desenvolvimento deste piloto, foram estudadas 2 ligas de alumínio diferentes: AlSi10Mg e Scalmalloy® (Al-Mg-Mn-Sc-Zr).

Caracterização de matérias-primas

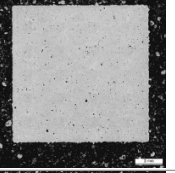
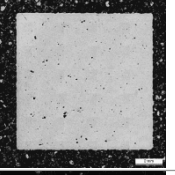
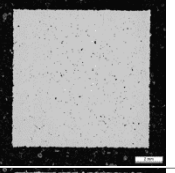
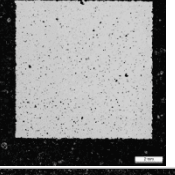
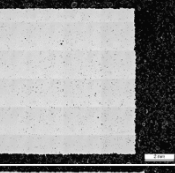
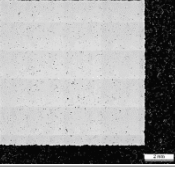
A caracterização das matérias-primas (pó) não foi considerada neste piloto, pois o principal objectivo era caracterizar as propriedades elétricas e térmicas de ambos os materiais (AlSi10Mg e Scalmalloy®) uma vez derretidos (sólidos). A informação fornecida pelo fornecedor do pó (fluidez, distribuição granulométrica...) foi considerada como uma linha de base. Scalmalloy® em pó foi fornecido pela TOYAL e AlSi10Mg pela LPW.

Caracterização microestrutural

Nesta parte, serão apresentadas análises de microestruturas de duas ligas de alumínio, AlSi10Mg e Scalmalloy, produzidas por LPBF.

Todas as amostras de AlSi10Mg mostraram baixo teor de porosidade (menos de 0,5 %). O mesmo resultado foi obtido para o primeiro DoE de Scalmalloy. No entanto, após realizar um segundo DoE com parâmetros de processo otimizados, o conteúdo de porosidade de Scalmalloy foi reduzido para valores próximos de 0,1 %. - Tabela 18.

Tabela 18. Fração de porosidade tanto em ligas AlSi10Mg como em ligas de Scalmalloy

	Material	Tratamento Térmico	Porosidade (%)	Dureza (HV 0.2)
	Al-Si10Mg	No	0.43	
	Al-Si10Mg	325 °C /4h	0.39	
	Scalmalloy DoE 1	No	0.34	
		325 °C /4h	0,56	
	Scalmalloy DoE 2	No	0.13	113
		325 °C /4h	0.10	173

Um estudo da microestrutura de cada material tal como fabricado foi levado a cabo após tratamento térmico. A estrutura dendrítica (celular) do AlSi10Mg tal como fabricado dissolve-se após o tratamento térmico e forma partículas equiaxiais, maiores com morfologia esférica, Figura 38. Esta alteração é geralmente causada pela formação de fases de Mg₂Si [23].

A liga Scalmalloy conforme fabricada mostra uma microestrutura muito fina e homogénea, Figura 39. Tem uma estrutura de grão super fina, incluindo grãos equiaxiais ultra-finos, bem como grãos colunares mais refinados em comparação com outras ligas de alumínio [24]. A Scalmalloy mostra uma estrutura de cristais de FCC como se vê no difractograma de raios X, Figura 40.

Após tratamento térmico, os precipitados enriquecidos com Mg, Sc e Zr formam nas bordas e no interior dos grãos, Figura 39 e Figura 40. Outros autores também encontraram precipitados Al₃Sc e Al₃Zr de tamanho nanométrico após tratamento térmico em Scalmalloy [24].

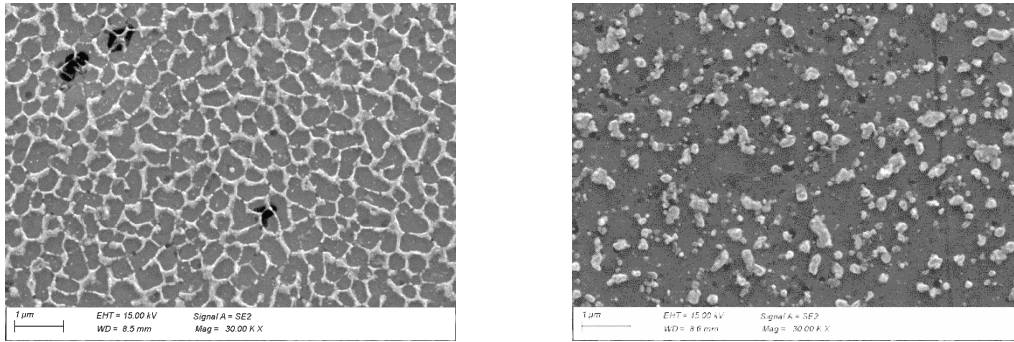


Figura 38. Microestruturas FEG-SEM do AlSi10Mg conforme fabricado (esquerda) e AlSi10Mg tratado termicamente (direita)

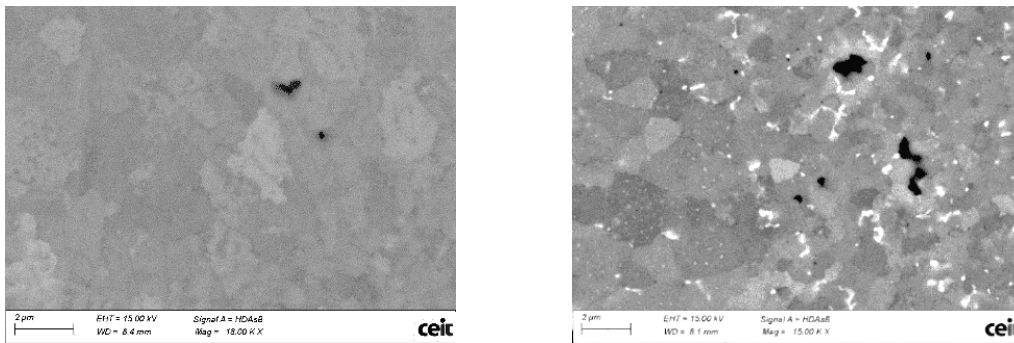


Figura 39. microestruturas FEG-SEM de Scalmalloy conforme fabricado (esquerda) e Scalmalloy tratado termicamente (direita)

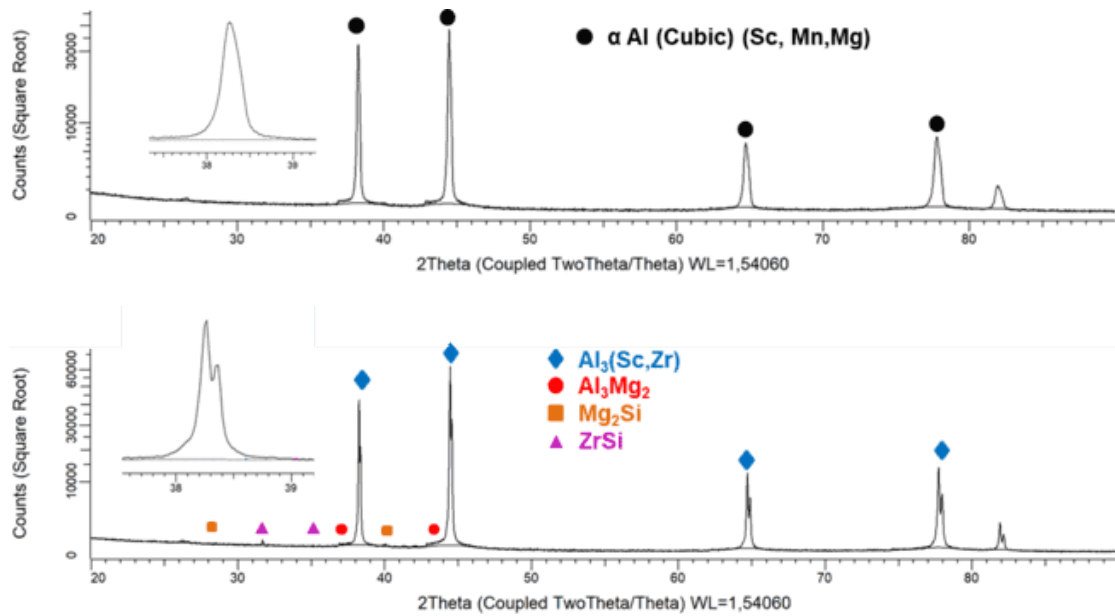


Figura 40. Difractograma de raios X de Scalmalloy conforme fabricado (superior) e tratado termicamente (inferior)

A estrutura metalúrgica é bimodal ou duplex, consistindo em regiões de grãos muito finos localizados nos bordos das zonas fundidas e das suas bases, Figura 41 e Figura 42. Esta estrutura bimodal é uma característica das ligas de alumínio cuja química foi modificada pela adição de elementos Sc ou Zr [25], [26], [35], [27]-[34]. Os grãos muito finos têm uma geometria bastante equiaxial e são de tamanho submicrométrico. Os grãos mais grosseiros são colunares. De facto, na secção XZ, são alongados no sentido da fabricação, e na secção XY, têm uma secção transversal equiaxial com um diâmetro da ordem de um micrómetro. Como os grãos são muito pequenos, a análise EBSD não permitiu uma indexação completa da estrutura, especialmente nas áreas onde os grãos são mais finos.

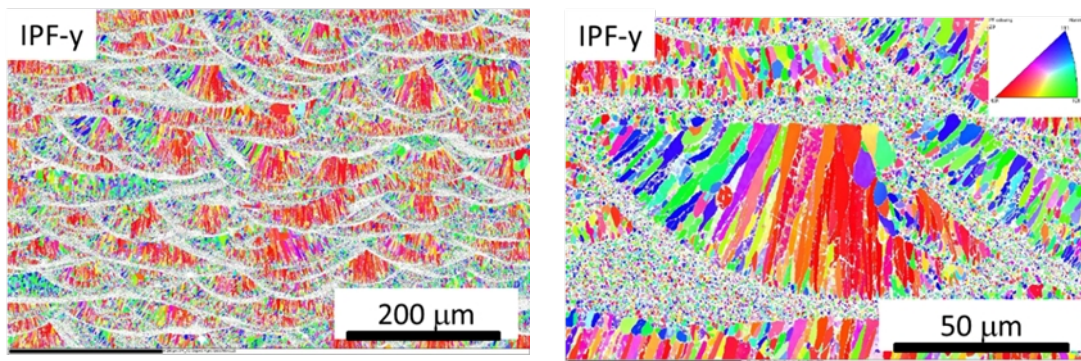


Figura 41. Análise EBSD do Scalmalloy fabricado por LPBF e não tratado.

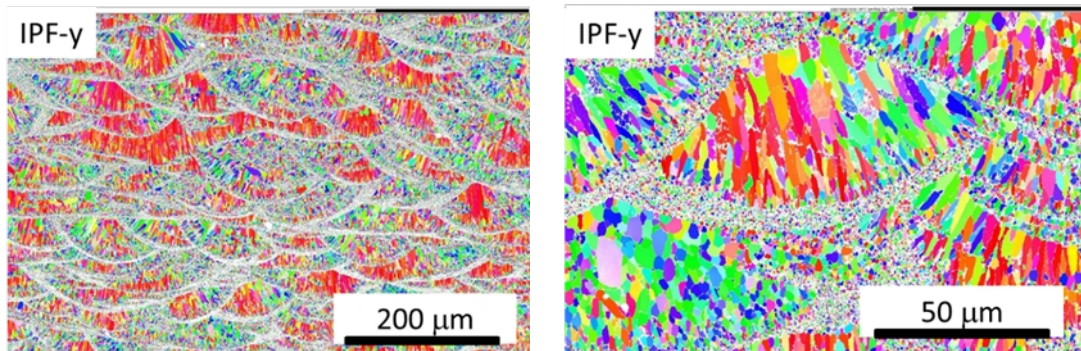


Figura 42. Análise EBSD de Scalmalloy fabricado por LPBF e tratado termicamente.

Caracterização mecânica

Foram realizados testes de microdureza (HV0.1) em ligas AlSi10Mg e Scalmalloy tratadas e não tratadas -Figura 43. No estado não tratado, a liga AlSi10Mg tem uma dureza mais elevada em parte devido à sua rede celular. No estado não tratado, o material processado tem uma excelente estrutura celular constituída por células de alumínio rodeadas por um eutético rico em silício. A solução sólida é supersaturada com Si. Contudo, após tratamento térmico, o Scalmalloy é muito mais duro, devido à formação do precipitado de endurecimento.

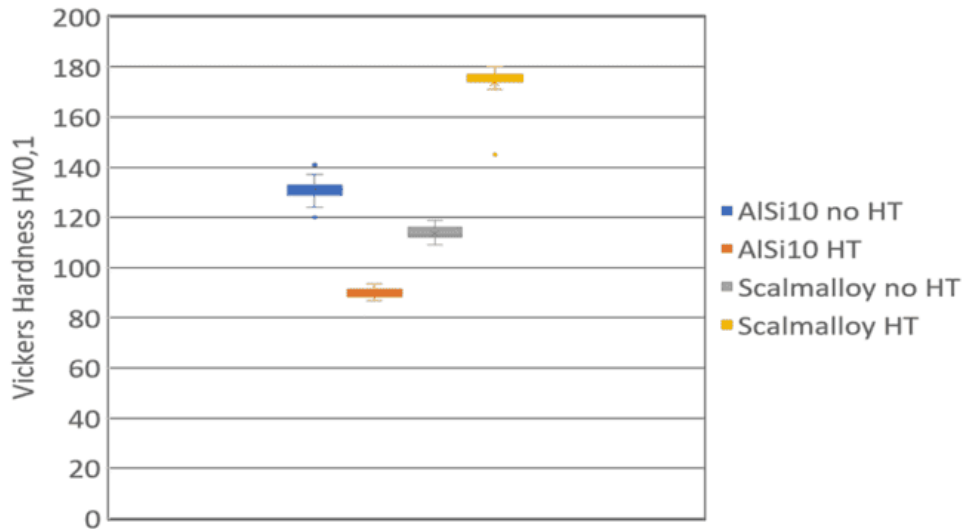


Figura 43. Valores médios de dureza obtidos para AISi10Mg e Scalmalloy.

Análise de condutividade elétrica e térmica

➤ Condutividade elétrica

O método de ensaio foi adaptado da seguinte norma IEC 468 (1974) "Método para medir a resistividade de materiais metálicos". As medições foram efetuadas a uma temperatura de $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, $50 \pm 10\%$ HR. O método de medição é o método dos 4 fios – Figura 44.

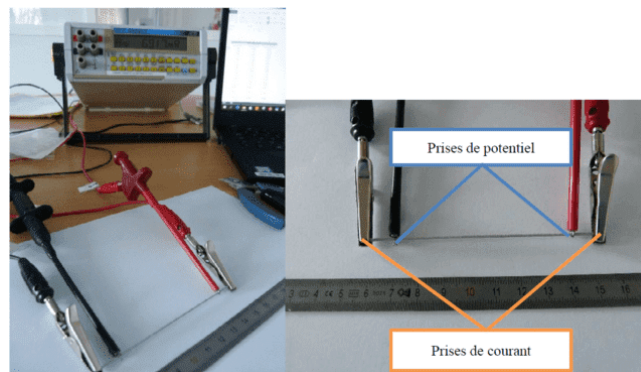


Figura 44. Medição da resistividade do provete pelo método dos 4 fios.

O diâmetro das amostras foi medido em 12 pontos ao longo do seu comprimento para calcular a sua secção transversal média. No entanto, devido à rugosidade do material e ao método de medição, os valores medidos correspondem a uma medição do diâmetro "pico a pico". Como resultado, a secção transversal das amostras é, sem dúvida, sobrestimada. Esta sobrestimação da secção transversal conduzirá matematicamente a uma sobrestimação da resistividade e a uma subestimação da condutividade.

Os diâmetros dos diferentes provetes foram medidos. A Tabela 19 apresenta os resultados das amostras tratadas termicamente com AISi10Mg.

Tabela 19. Diâmetros das amostras AISi10Mg tratadas termicamente.

Número da medição	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
1	1.086	1.096	1.08
2	1.13	1.102	1.126
3	1.065	1.162	1.165
4	1.127	1.143	1.122
5	1.079	1.11	1.121
6	1.157	1.135	1.187
7	1.168	1.109	1.127
8	1.094	1.164	1.105
9	1.109	1.08	1.127
10	1.194	1.174	1.113
11	1.104	1.104	1.162
12	1.048	1.038	1.119
Média (mm)	1.11	1.12	1.13
Mediana (mm)	1.11	1.11	1.12
Desvio Padrão	0.04	0.04	0.03

A resistividade eléctrica de cada amostra é medida pelo método dos 4 fios. Uma corrente fixa (1A) é passada através da amostra, e a diferença potencial gerada é medida entre dois pontos da amostra, longe das tomadas de corrente. A medição é feita com um microohmímetro AOIP OM 21. O equipamento de medição calcula automaticamente a resistividade.

A corrente é aplicada em modo alternado: a direção da corrente é alternada e o valor medido é a resistência média para as duas direções do fluxo de corrente. Isto torna possível evitar correntes errantes (correntes termoeléctricas, etc.). A corrente é enviada em modo pulsado para limitar o aquecimento da peça de ensaio. A distância entre as duas pinças é medida com uma régua.

$$\rho = R \times \frac{S}{l}$$

ρ : resistividade [$\Omega \cdot m$]

R: Resistência [Ω]

S: área da secção da peça [m^2].

l: comprimento de referência[m].

Os resultados das medições da resistividade eléctrica pelo método dos 4 fios nas quatro referências materiais são apresentados na Tabela 22 abaixo. A condutividade eléctrica dos materiais é apresentada na Tabela 20.

Tabela 20. Comprimento de referência entre os eléctrodos e valores de resistência medidos

	Amostra	Comprimento de referência (entre pinças) (mm)	Resistência medida(mΩ)
Amostra AlSi10Mg tratada termicamente	1	85.5	4.805
	2	79	4.420
	3	78	4.301
Amostra AlSi10Mg	1	80	5.99
	2	74.5	5.659
	3	74	5.620
Amostra Scalmalloy tratada termicamente	1	78	7.423
	2	71.5	6.917
	3	71.5	6.866
Amostra Scalmalloy	1	78	9.27
	2	71.5	8.47
	3	71	8.402

Tabela 21. Valores de resistividade e condutividade da liga AlSi10Mg e Scalmalloy

	Amostra	Resistividade (Ohm.m)	Condutividade (S.cm ⁻¹)
Amostra AlSi10Mg tratada termicamente	1	5,47.10 ⁻⁸	1,83.10 ⁵
	2	5,49.10 ⁻⁸	1,82.10 ⁵
	3	5,53.10 ⁻⁸	1,81.10 ⁵
	média	5,5.10⁻⁸	1,82.10⁵
Amostra AlSi10Mg	1	7,13.10 ⁻⁸	1,40.10 ⁵
	2	7,37.10 ⁻⁸	1,36.10 ⁵
	3	7,24.10 ⁻⁸	1,38.10 ⁵
	média	7,3.10⁻⁸	1,38.10⁵
Amostra Scalmalloy tratada termicamente	1	9,73.10 ⁻⁸	1,03.10 ⁵
	2	1,00.10 ⁻⁸	1,00.10 ⁵
	3	9,87.10 ⁻⁸	1,01.10 ⁵
	média	9,9.10⁻⁸	1,01.10⁵
Amostra Scalmalloy	1	12,1.10 ⁻⁸	0,83.10 ⁵
	2	12,1.10 ⁻⁸	0,83.10 ⁵

	3	$12,1 \cdot 10^{-8}$	$0,83 \cdot 10^5$
	média	$12,1 \cdot 10^{-8}$	$0,83 \cdot 10^5$

Conductividade Térmica

As análises de condutividade térmica de AlSi10Mg e Scalmalloy realizadas entre a temperatura ambiente e 200 °C são mostradas na figura 45. A condutividade de ambas as ligas de alumínio aumenta após tratamento térmico. No caso do AlSi10Mg a condutividade (K) é constante mas o K de Scalmalloy aumenta linearmente com a temperatura. A solidificação rápida em processos AM produz uma estrutura celular de tamanho nanométrico e uma malha supersaturada que proporciona uma difusividade térmica e condutividade térmica muito baixas, mas quando tratada termicamente uma grande quantidade de características microestruturais (i.e. precipitados ricos em Sc e Zr) reduzem as propriedades de transferência de calor das amostras produzidas em AM. [36]. Comparando ambas as ligas de alumínio, pode-se observar que AlSi10Mg tem maior condutividade do que Scalmalloy e isto tem sido relacionado com a microestrutura mais homogênea de AlSi10Mg devido a um menor número de elementos de liga.

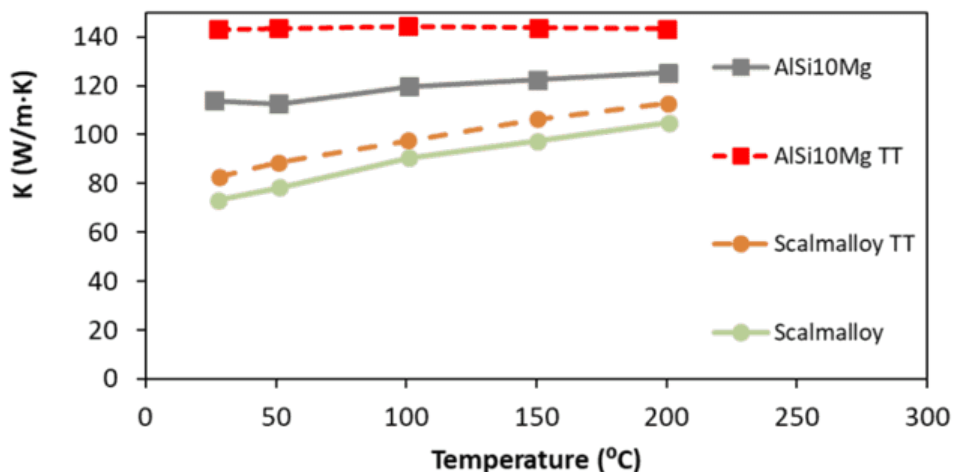


Figura 45. Condutividade térmica para AlSi10Mg e Scalmalloy tal como fabricados e tratados termicamente (TT).

O efeito da orientação de fabrico sobre as propriedades térmicas é analisado. A figura 46 mostra que a condutividade é isotrópica, pois permanece constante independentemente da direção de construção (Z ou XY).

Finalmente, o efeito da porosidade sobre o material foi analisado, Figura 47. Amostras com menor porosidade (DoE2) mostram maior condutividade devido a centros de dispersão mais baixos e, portanto, maior transferência de calor.

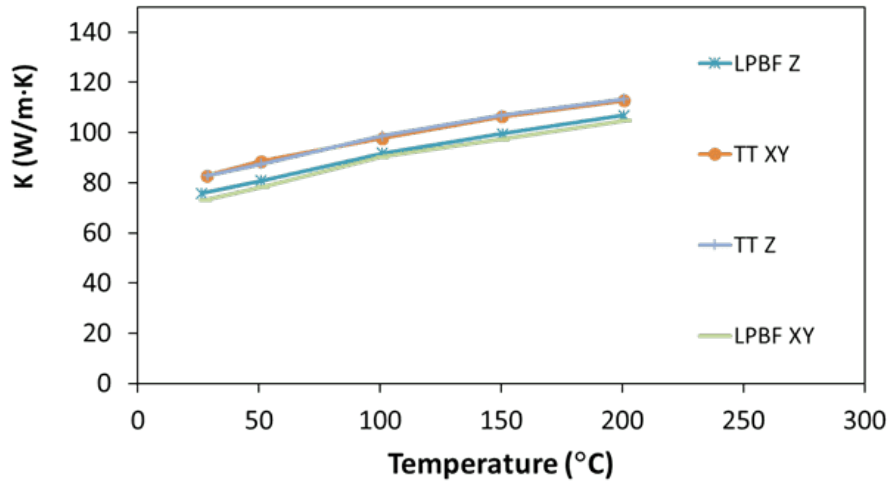


Figura 46. Condutividade térmica de materiais conforme fabricados e tratados termicamente nas duas orientações de fabrico, direção de construção (Z) e perpendicular à direção de construção (XY).

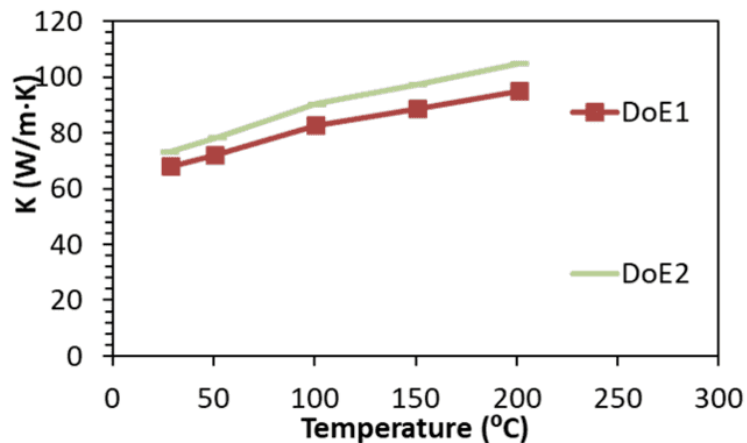


Figura 47. Resultados da condutividade térmica para amostras de Scalmalloy de dois lotes, DoE 1 com alta porosidade e DoE 2 com baixa porosidade.

Caracterização mecânica

Várias fabricações de LPBF foram realizadas a fim de obter provetes suficientes para caracterizar mecanicamente ambos os materiais (Figura 48). Para analisar a influência da rugosidade da superfície, foram considerados provetes maquinados e conforme fabricados. Os provetes também foram considerados para estudar a influência de um tratamento térmico.

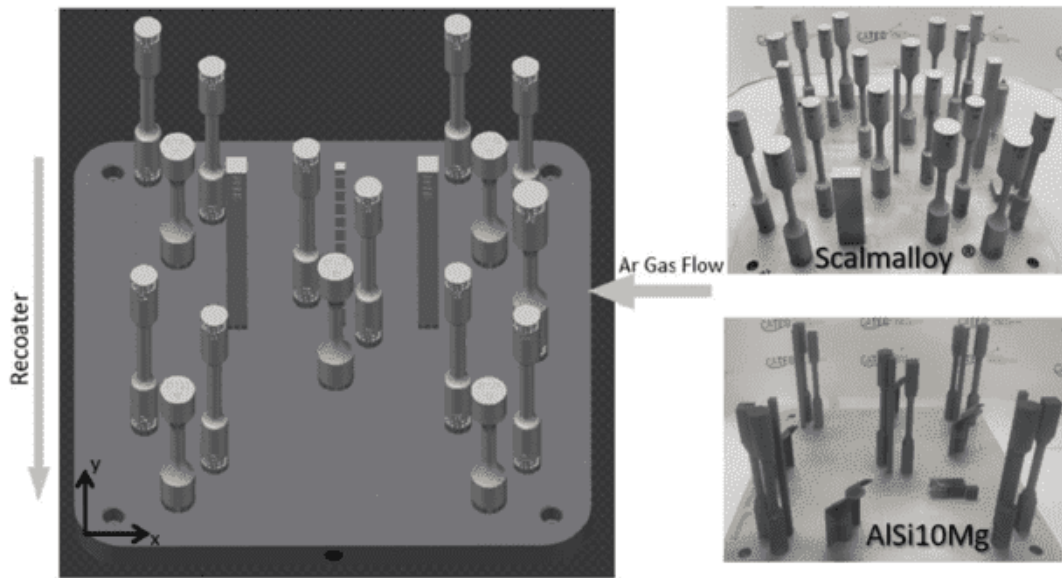


Figura 48 (Esquerda) Vista esquemática dos provetes genéricos de tração e fadiga, (superior direita) imagem de Scalmalloy® e (inferior direita) trabalho de construção AISi10Mg.

A Figura 49 mostra os resultados dos ensaios mecânicos realizado com os provetes AISi10Mg. Finalmente, foram analisadas 20 amostras diferentes: Conforme fabricado com Tratamento Térmico (x5), Conforme fabricado sem Tratamento Térmico(x5), Maquinado com tratamento Térmico (x5) e Maquinado sem tratamento Térmico(x5). Pode-se ver abaixo que o tratamento térmico aumenta o alongamento, mas reduz a resistência. Com respeito ao estado da superfície, os provetes maquinados produzem um ligeiro aumento das propriedades quando comparados com as amostras decapadas com jato de areia.

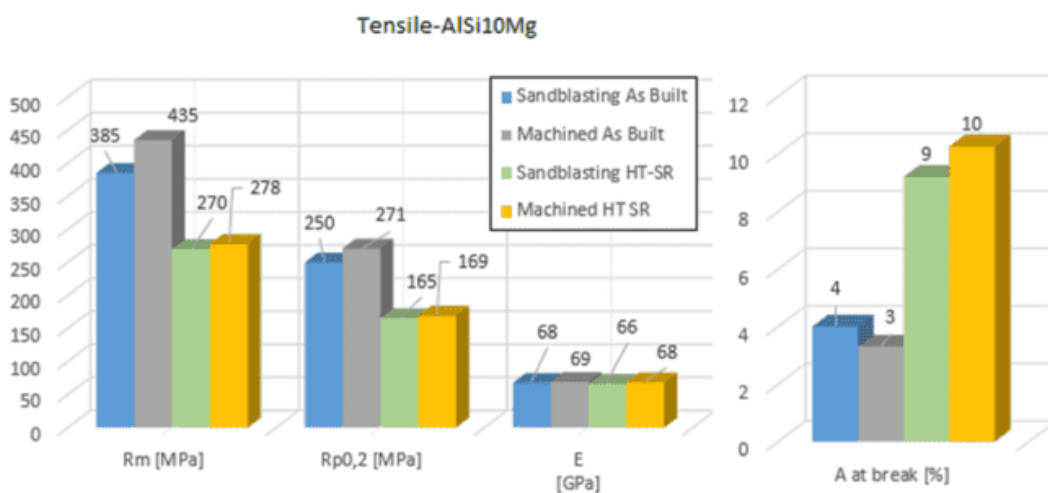


Figura 49. Propriedades mecânicas do AISi10Mg com e sem tratamento térmico.

Em relação ao Scalmalloy® (Figura 50) apenas foram testados provetes tratadas termicamente, uma vez que estudos preliminares mostraram melhores resultados em termos de dureza

quando este material é tratado termicamente. Em seguida, pode-se observar, quando se comparam ambas as condições de superfície (jacto de areia e maquinagem), que a rugosidade tem uma ligeira influência nas propriedades, diminuindo-as.

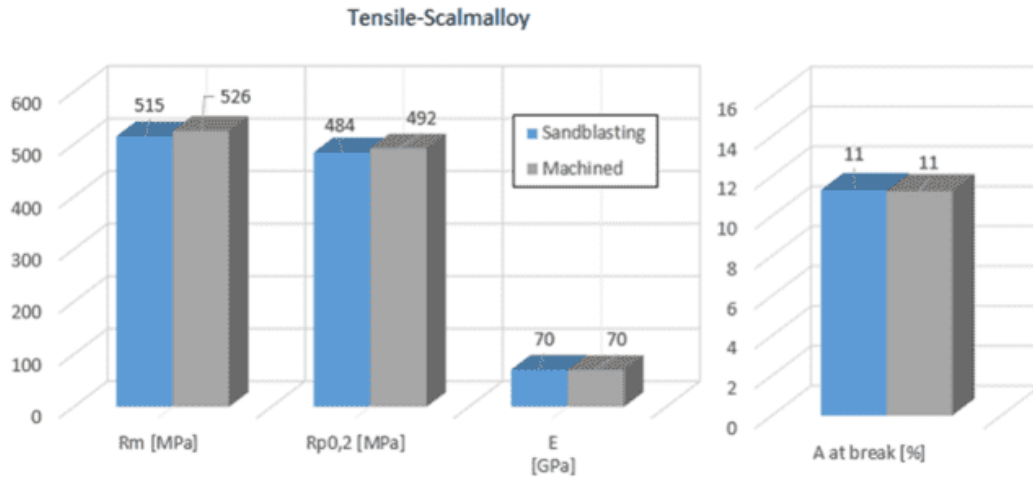


Figura 50. Propriedades mecânicas do Scalmalloy® com tratamento térmico.

Além disso, foi analisado o comportamento de fadiga de Scalmalloy. A Figura 51 mostra a curva de fadiga destes materiais, considerando amostras decapadas com jato de areia e maquinadas. Não se observam grandes diferenças entre as duas condições de superfície e a dispersão nos resultados é baixa, excluindo os resultados obtidos para 220 MPa.

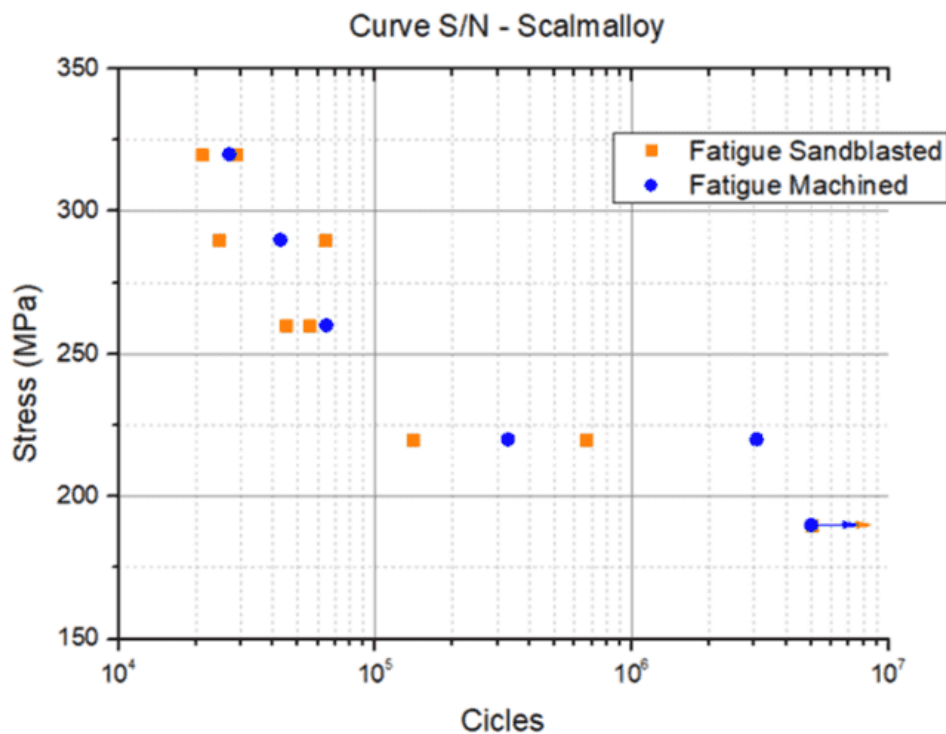


Figura 51. Curva de fadiga Scalmalloy® com tratamento térmico (após maquinagem e após decapagem com jato de areia).

Simulação térmica e ensaio experimental em provetes

A UPV/EHU em conjunto com a FADA CATEC realizaram as simulações térmicas da geometria proposta. Para assegurar a validade dos resultados, como passo inicial, o comportamento térmico e a capacidade de dissipação de calor das diferentes geometrias foram avaliados experimentalmente e os resultados foram utilizados para definir o coeficiente convectivo das diferentes superfícies – Figura 52.

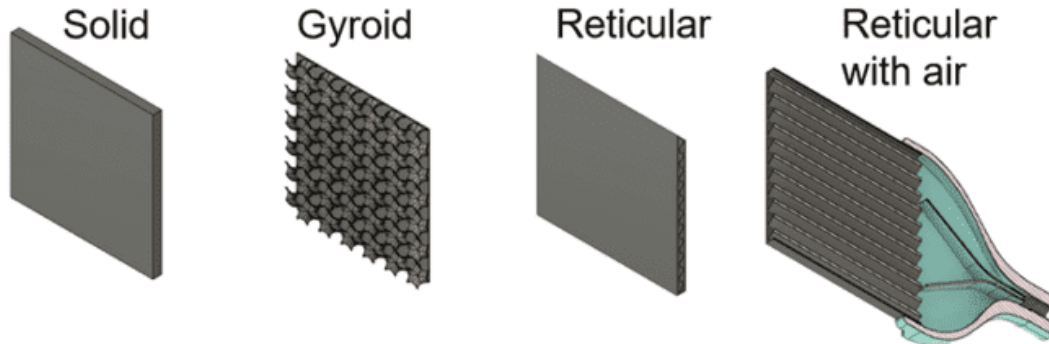


Figura 52. Vistas 3D das geometrias estudadas.

Como mostra a Figura 53, a temperatura de cada componente é medida com uma câmara térmica. O componente é aquecido pela parte de trás por radiação de uma lâmpada e mede-se o tempo necessário para atingir uma temperatura de 85 °C, bem como o seu subsequente arrefecimento.

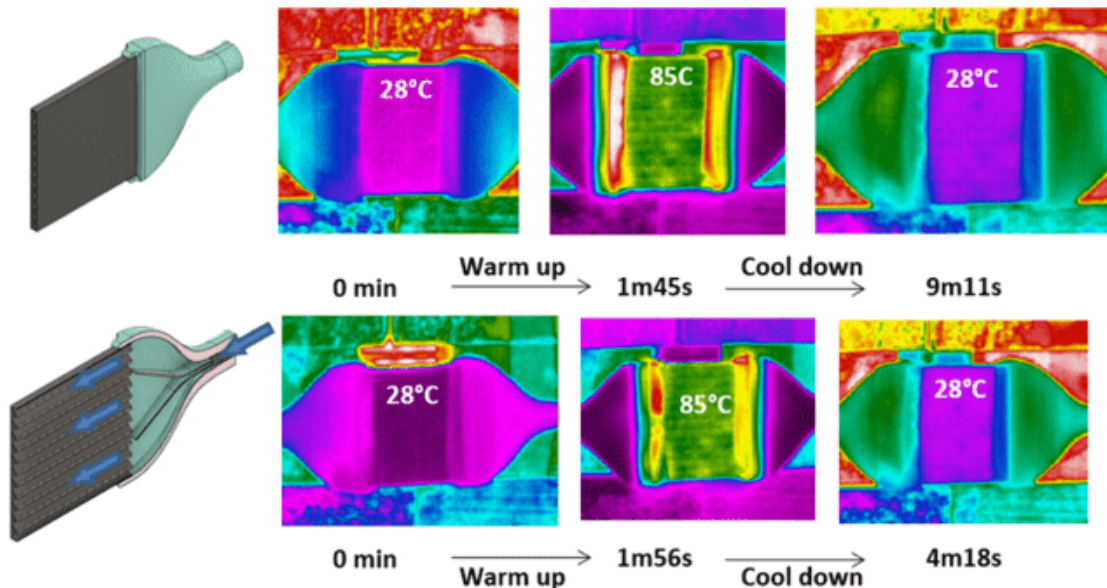


Figura 53. Campos térmicos experimentais durante o ciclo de aquecimento/arrefecimento.

As simulações são executadas utilizando o software Ansys Workbench 2021-R2 e o módulo térmico transitório é utilizado em todos os casos. O calor introduzido através da radiação da lâmpada é definido como uma entrada constante para todas as situações (3200 W/m^2) e o coeficiente de convecção para a dissipação de calor é determinado com base em testes experimentais. Os coeficientes de convecção obtidos são resumidos na Figura 54 e a comparação entre resultados simulados e experimentais é mostrada na Figura 55.

Situation	Convection coefficient [$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\text{K}^{-1}$]
External natural	10
External Gyroid	4
Internal natural	1
Internal Forced	100

Figura 54. Coeficientes de convecção utilizado nas simulações.

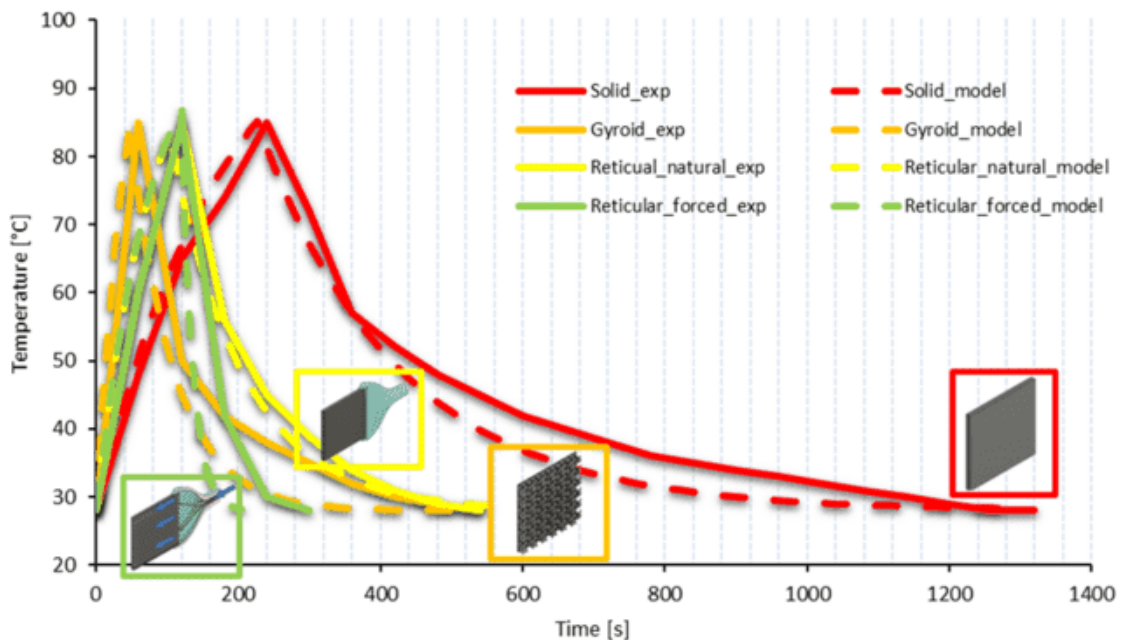


Figura 55. Comparação entre o comportamento experimental e de simulação dos componentes.

Conclusão e perspetivas

- O Scalmalloy® parece ser uma melhor abordagem para a funcionalidade deste piloto, uma vez que tem melhores propriedades mecânicas, mas também, tendo uma menor condutividade térmica, o calor produzido pelos motores dentro da caixa tem mais dificuldade em alcançar a superfície e queimar o operador.
- De entre os materiais, o AlSi10Mg tem maior condutividade térmica e eléctrica. Além disso, no caso da condutividade térmica, a presença de porosidade reduz a transferência de calor.
- Os testes nos provetes mostraram uma boa correspondência entre a simulação térmica e os testes experimentais. Este procedimento será avaliado e tido em conta aquando do redesenho da carcaça final AM. Será realizada uma análise térmica simulada para validar o procedimento.

Piloto FR2-SOMOCAP

Caracterização do material de partida

Primeiro, foram analisados filamentos de polímero - metal.

Métodos

As amostras de filamentos fornecidas pelos fabricantes foram sujeitas ao mesmo procedimento de polimento que as amostras sinterizadas. No entanto, devido ao pequeno tamanho das partículas de pó metálico nos filamentos, uma etapa adicional de polimento com uma solução coloidal contendo 0,25 µm de partículas de sílica (OPS) foi adicionada ao processo. As 12 imagens óticas das amostras de filamentos foram obtidas aleatoriamente utilizando um microscópio ótico Olympus PMG3 com ampliação x20 e capturadas utilizando o software Archimed. Estas imagens foram então processadas com um software de processamento de imagem de código livre chamado ImageJ [1] para determinar o tamanho e a relação de superfície das partículas de metal que se ligam ao polímero. As imagens capturadas compreendem uma área total analisada de 1,55 mm², e apenas partículas de metal com um diâmetro mínimo de 0,2 µm foram consideradas durante o processamento da imagem.

Resultados

Os pós metálicos dos filamentos de 17-4 PH e H13 eram esféricos, com uma circularidade média de $0,79 \pm 0,26$. O filamento de 17-4 PH tinha partículas de metal relativamente menores, com um diâmetro médio de 3,6 µm em comparação com o filamento H13, que era de cerca de 4,6 µm. Os pós metálicos podem ser vistos na Figura 56 e na Figura 57 como partículas cinzentas, enquanto a matriz polimérica pode ser vista em preto. É essencial abordar a interpretação dos resultados da dimensão das partículas metálicas com cautela, uma vez que a técnica de preparação da secção metalográfica pode não representar totalmente a forma da partícula. Esta limitação pode dificultar a capacidade de realizar uma análise completa da carga de metal. Embora a remoção da matriz por desaglomeração química ou térmica pudesse ser

benéfica, não era viável realizar este procedimento com segurança utilizando o equipamento de laboratório disponível.

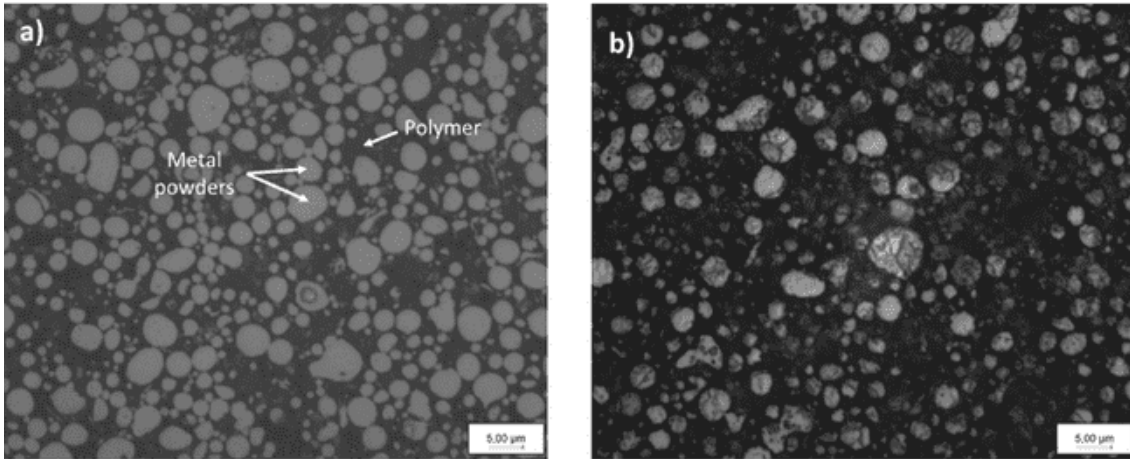


Figura 56. Micrografias ópticas do filamento metal-polímero de 17-4 PH a) antes da gravura química b) após a gravura revelando a microestrutura.

Além disso, a relação metal-polímero em pó era mais elevada nos filamentos H13 ($46,2 \pm 0,7$ %) do que nos filamentos 17-4 PH ($41,2 \pm 0,7$ %). Como tanto as chapas de aço 17-4 PH como H13 são aços martensíticos, as partículas de metal nas amostras de filamentos exibiram uma microestrutura similar à da martensite após o ataque químico, que é apresentada na Figura 56 e na Figura 57.

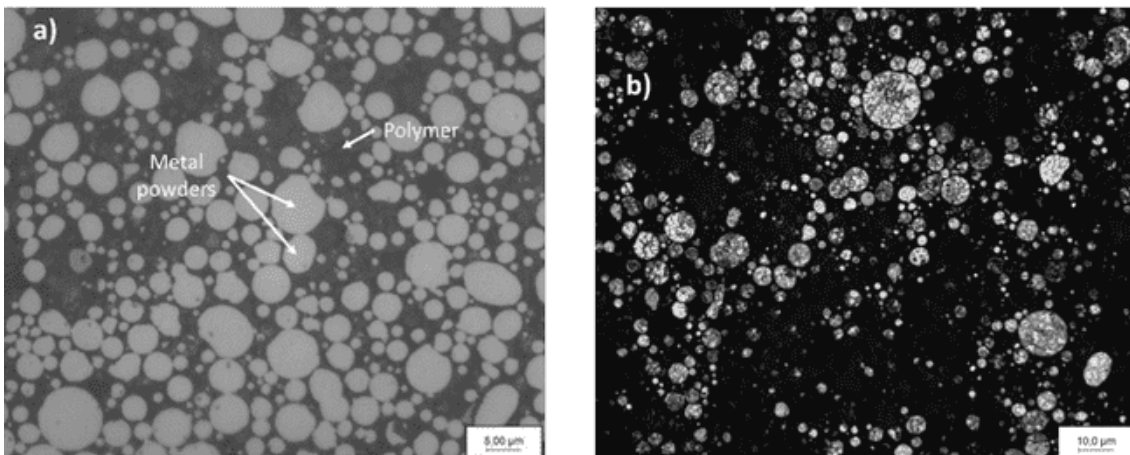


Figura 57. Micrografias ópticas do filamento metal-polímero H13 a) antes do ataque químico b) após a ataque químico, revelando a microestrutura.

Saúde do Material

Métodos

A preparação da amostra envolveu a montagem a frio numa resina e uma série de lixas abrasivas utilizando papéis de carboneto de silício (SiC) de 800 a 4000 grit, diminuindo a rugosidade. Seguiu-se o polimento com uma solução de 3 e 1 µm de partículas de diamante e

limpeza ultra-sónica durante pelo menos 10 minutos. Após estas etapas, as amostras foram atacadas quimicamente expondo-as às soluções Kalling's N° 2 ou Nital 3 % durante cerca de 30 segundos para revelar a sua microestrutura. O reagente Kalling n.º 2 é uma solução de cloreto de cobre (CuCl_2), ácido clorídrico (HCl) e etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) que é utilizada especialmente para aços rápidos e aços inoxidáveis (17-4 PH, neste caso). Em contraste, o Nital 3 % é uma solução de ácido nítrico (HNO_3 , 68 % puro) diluído em etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) compatível com H13, que é menos rico em crómio. As amostras sinterizadas foram também processadas de forma semelhante utilizando um microscópio ótico e um software de processamento de imagem, como mencionado acima. No entanto, desta vez o foco foi a determinação do conteúdo de porosidade e tamanho dos poros, em vez da densidade do metal. As imagens óticas capturadas com ampliação x20 foram convertidas em escala de cinzento (sendo 0-255 a intensidade do branco para o preto). A porosidade foi definida como um limiar de intensidade de 40-125. Durante o processamento das imagens para medições de porosidade, os poros que eram inferiores a $1 \mu\text{m}^2$ em área esférica não foram considerados na análise; eram demasiado pequenos para serem adequadamente detetados, e os poros deste tamanho tão pequeno têm um impacto negligenciável nas propriedades mecânicas.

Resultados

A análise superficial de amostras de aço sinterizado 17-4 PH e H13 revelou a presença de várias cavidades, como mostra a Figura 58, e camadas de deposição não preenchidas. Os problemas de porosidade e deposição, tal como aqui observados, são típicos dos processos de fabrico aditivo para extrusão de metais. É provável que seja devido à subextrusão do material, o que significa que a extrusora não fornece filamento suficiente ao processo de fabrico ou que os parâmetros do processo de fabrico são inadequados [37].

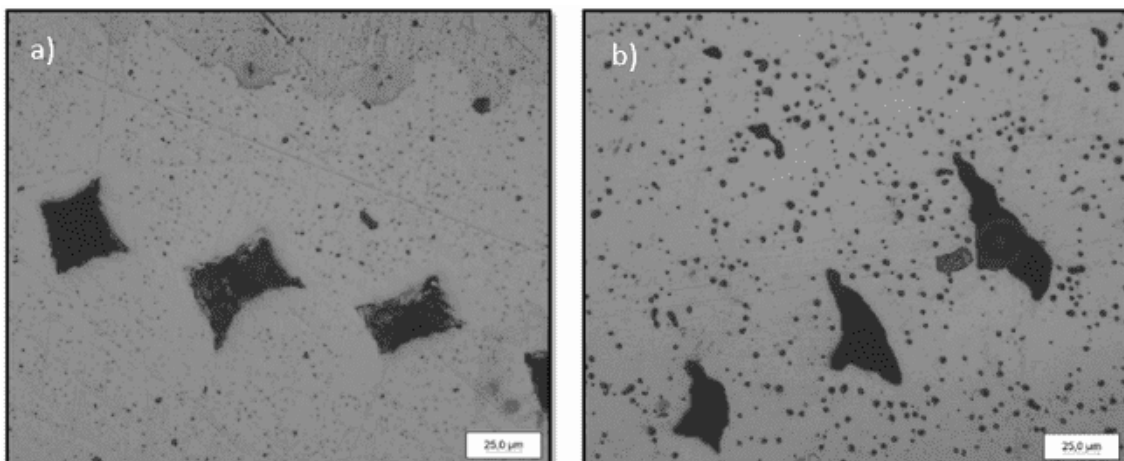


Figura 58. Imagens óticas mostrando porosidade e cavidades em a) 17-4 PH e b) H13 no plano XY.

Nas amostras de 17-4 PH, a porosidade era principalmente dominada por pequenos poros medindo cerca de $3 \mu\text{m}$ de diâmetro. Uma percentagem significativa (aproximadamente 85 %) dos poros tinha menos de $20 \mu\text{m}$ de tamanho, como se vê na figura 59. Além disso, verificou-se que a maioria dos poros tinha uma forma tipicamente esférica com uma circularidade média

de 0,85. A análise foi realizada em 6,5% e 12% de superfície das secções disponíveis de 40 e 13 mm².

Nas amostras de H13, os poros com um diâmetro de 2-4 µm foram os mais predominantes, com cerca de 97% dos poros menores que 12 µm, como mostra a figura 59. Estes poros tinham uma forma circular, com uma circularidade média de 0,86. Os poros com uma circularidade entre 0,2 e 0,6 podiam ser relacionados com cavidades, uma vez que também foram considerados na análise da porosidade. Se estas cavidades não tivessem sido consideradas, a percentagem de porosidade e circularidade teria sido melhorada. Um resumo dos resultados pode ser encontrado na Tabela 22. Comparando estes resultados com a referência, pode deduzir-se que as percentagens de porosidade encontradas neste estudo são semelhantes às relatadas em [38], onde a porosidade relativa de 4,08-6,48 % na face XY e 2,22-3,07 % na face XZ na amostra 17-4 PH e em [37], onde uma porosidade relativa de 6 % foi encontrada em 17-4 PH e 5 % em H13 na face XY.

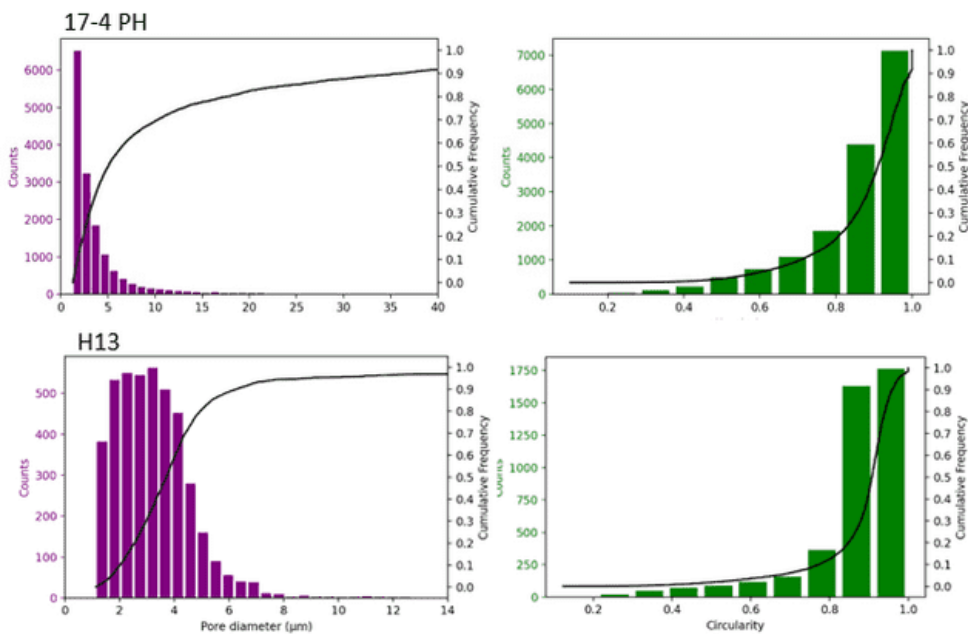


Figura 59. Distribuição do tamanho dos poros e distribuição circular das amostras sinterizadas.

Tabela 22. Resumo dos resultados de porosidade para ambas as amostras de aço.

Samples	17-4 PH		H13	
	XY plane	XZ plane	XY plane	XZ plane
Property	Value	Value	Value	Value
Diameter of pores	3.2 µm	2.3 µm	4.2 µm	3.7 µm
Circularity	0.85 ± 0.14	0.86 ± 0.14	0.86 ± 0.13	0.85 ± 0.14
Porosity	4.8 % ± 2.1	2.1 % ± 0.8	5.6 % ± 2	4.5 % ± 1.5

Caracterização Microestrutural

O CEIT e a ENIT realizaram a caracterização de amostras H13 e 17-4PH fabricadas por Fused Filament Fabrication (FFF). A 17-4PH foi fabricada com equipamento Markforged FFF, enquanto as amostras H13 foram fabricadas com dois equipamentos diferentes: máquina de software livre Lynxter com filamento NANOE e equipamento Markforged.

Métodos

A análise da difracção de raios X foi realizada utilizando uma máquina Philips X'PERT, utilizando radiação Cu-K α com um comprimento de onda de 1,540598 Å. As amostras foram digitalizadas a uma tensão de 40 kV e uma corrente de 50 mA, usando um feixe de 0,5 mm de diâmetro, num intervalo de 30° a 125° com um dispositivo sensível à posição curva (PSD) cobrindo um arco circular de 8° com uma dimensão de passo de 0,012° e 30,05 s por passo. Além disso, uma amostra de H13 foi digitalizada entre 43° e 46° com uma dimensão de degrau de 0,01° e 1000 s por degrau para uma análise mais detalhada do pico nesse intervalo. A identificação das fases foi determinada através da análise dos espectros de XRD utilizando o software X'pert High Score e a base de dados JCPDS, que incluía potenciais fases como ferrite, martensite e austenite de aço.

As amostras foram preparadas como explicado na secção de saúde material. A microestrutura das amostras sinterizadas e tratadas termicamente foi examinada utilizando um microscópio ótico Olympus PMG3. A análise adicional das amostras sinterizadas foi realizada utilizando um microscópio electrónico de varrimento ZEISS EVO10HD15 (SEM) equipado com uma pistola LaB6. O SEM tinha um detetor de electrões secundários (SE) e de electrões retro-refletidos (BSE). Um espectrómetro dispersivo de energia (EDS) Oxford Instruments X-MaxN 50 XMX1003 foi utilizado para realçar a concentração de elementos de liga em áreas micro-segmentadas e determinar a sua composição. Uma voltagem de aceleração de 15 kV e uma distância de trabalho de 10 mm foram utilizadas durante esta análise SEM.

Resultados

17-4PH: Peças feitas em Markforged

A figura 60 mostra a microestrutura do aço 17-4PH à temperatura ambiente. A microestrutura é composta por poros e placas de martensite empilhados em feixes de diferentes tamanhos. A possibilidade da presença de uma pequena quantidade de austenite retida não pode ser excluída, embora não seja visível nas imagens óticas. Também é possível que se tenha formado ferrite delta durante as altas temperaturas de sinterização do aço inoxidável 17-4PH. Os diagramas ferro-carbono do aço indicam que os baixos teores de carbono podem aumentar a formação de ferrite delta. Estudos preliminares [39] mostraram que ao sinterizar aço 17-4PH acima de 1220 °C, a ferrite delta contínua forma-se nas juntas de grãos. Após o ataque químico, observam-se círculos negros maiores do que os poros mostrados na secção anterior. Não foi possível confirmar por microscopia ótica se estes círculos são precipitados, dissolvidos devido ao ataque, ou porosidade. Em resumo, a microestrutura do aço 17-4PH está mais

próxima da microestrutura de 17-4PH forjado descrita por Sabooni et al [40] do que da microestrutura conforme fabricada relatada por Yeon et al [41]. Foram realizadas análises por microscopia electrónica (SEM) e difracção de raios X (XRD) para tentar compreender melhor os diferentes componentes da microestrutura. A análise SEM confirma que os pontos negros são poros e que a composição é padrão 17-4PH.

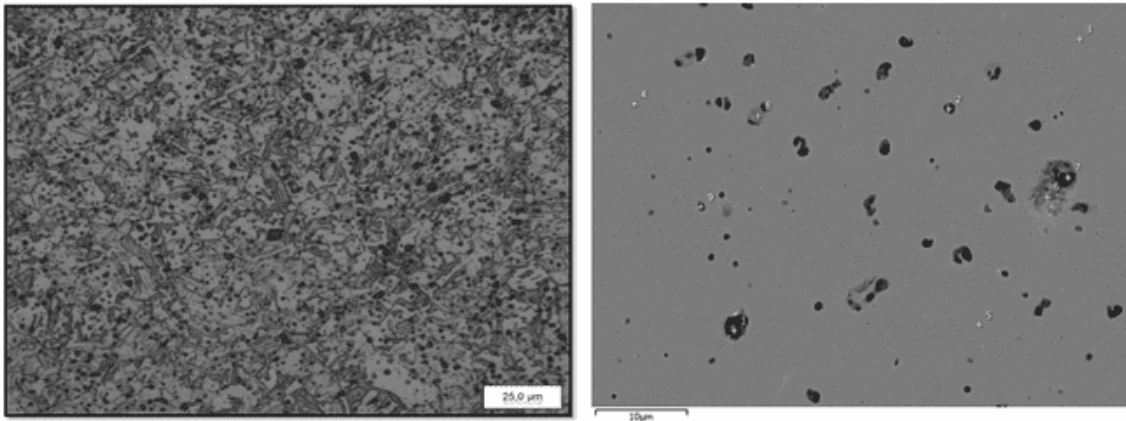


Figura 60. Micrográficos ópticos após gravura (esquerda) e imagens SEM (direita) de aço inoxidável de 17-4 PH sinterizado.

A análise da fase da amostra foi realizada através de XRD, e os espectros recolhidos para 17-4 PH são mostrados na Figura 61. Ao contrário do LPBF [42], a comparação destes espectros com o ficheiro de difracção em pó JCPDS (PDF) revelou que quaisquer fases de austenite retidas ou carbonetos não foram detetadas nas amostras sinterizadas. Devido à baixa quantidade de carbono nestas ligas, a martensite BCT mostra uma distorção mínima da malha. Como resultado, não é possível diferenciar entre ferrite BCC e martensite BCT apenas por XRD. Neste caso, aplica-se a convenção-padrão para os aços, onde ambas as fases são consideradas como tendo a estrutura BCC e, portanto, indicadas pela fase α (representando a fase de ferrite e martensite de α/δ).

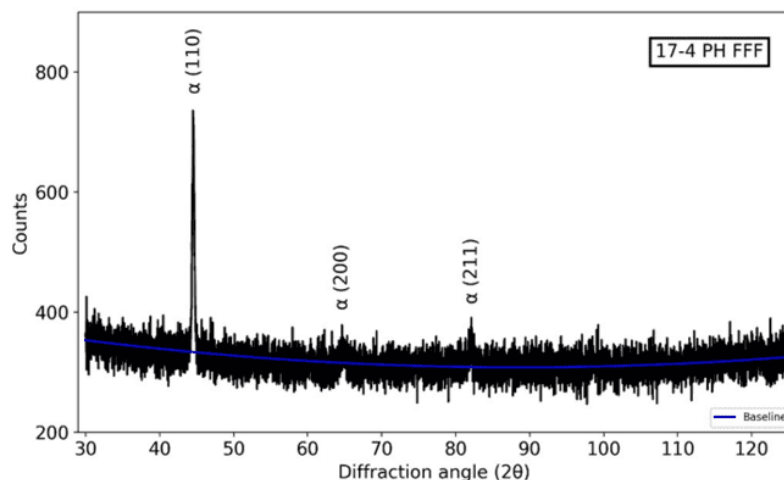


Figura 61. Espectros XRD de amostra de aço inoxidável sinterizado 17-4 PH

No espectro XRD de 17-4 PH, o pico (110) num ângulo 2θ de aproximadamente $44,51^\circ$ tem uma intensidade mais elevada do que outros picos de estrutura bcc a $64,63^\circ$ e $82,13^\circ$. Dado que a 17-4 PH é um aço inoxidável martensítico endurecido por precipitação, é provável que a amostra seja composta de múltiplas fases, sendo a martensite a fase dominante e potencialmente alguma ferrite. No entanto, as posições dos picos experimentais não correspondem perfeitamente aos picos teóricos devido à presença de diferentes quantidades de carbono e elementos de liga na amostra, em comparação com a referência. Ainda assim, estão mais próximos dos picos característicos da martensite do que da ferrite (Tabela 23). Além disso, a intensidade relativa dos picos (200) e (211) mostra uma tendência semelhante aos picos de espectros XRD de amostras de 17-4 PH termicamente desaglomeradas relatadas por Schroeder et al [43]. Os dois picos restantes (220) a $99,26^\circ$ e (310) a $117,07^\circ$ foram difíceis de distinguir do ruído criado pelo difractómetro. O padrão de difracção é geralmente consistente com o padrão de difracção normalizado, indicando que provavelmente não há orientação ou textura preferida na amostra ao longo de qualquer um dos planos de difracção. Em conclusão, a microestrutura é martensítica e está em harmonia com a literatura.

Tabela 23. Os ângulos de difracção para cada pico em ambos os aços e os dados de referência para as fases 1 e 2 do aço correspondem respetivamente aos dados de referência [43] e à norma JCPDS no. 00-006-0696..

Samples					Phase reference						
17-4 PH			H13		Martensite ¹		Ferrite ²		Austenite ¹		
hkl	2θ	I (%)	2θ	I (%)	2θ	I_a (%)	2θ	I_a (%)	hkl	2θ	I_r (%)
110	44.51	100.0	44.63	100.0	44.652	100	44.674	100	111	43.695	100
200	64.63	14.3	64.97	61.0	64.817	11.6	65.023	20	200	50.794	42.5
211	82.13	17.1	82.22	9.3	82.095	17.4	82.335	30	220	74.739	17.8
220	99.26	-	98.75	8.0	98.711	4.5	98.949	10	311	90.629	16.6
310	117.07	-	116.44	6.7	115.83	6.2	116.39	12	222	95.98	4.6

H13: Peças fabricadas com Markforged

A microestrutura do aço H13 à temperatura ambiente é ilustrada na figura 62. Mostra uma combinação de poros e fronteiras de grãos de austenite anterior. As placas de martensite que deveriam estar presentes na matriz não puderam ser observadas, levando à perceção de que a microestrutura é composta principalmente de fases ferríticas/perlíticas. As fronteiras dos grãos pareciam ter zonas de segregação com elevadas concentrações de metais de liga. Por conseguinte, a Microscopia Electrónica de Varrimento (SEM) foi realizada para melhor compreender os componentes microestruturais. A composição determinada por espectros de raios X dispersivos de energia sugere que é semelhante à composição padrão ASTM A681 de H13.

Finalmente, para confirmar a composição das zonas de segregação nos limites dos grãos, foi realizada uma análise linear nestas áreas, como mostra a figura 63. Os resultados indicam que estas zonas são ricas em carbono, crómio, molibdénio e vanádio, com concentrações mais elevadas do que as típicas na matriz.

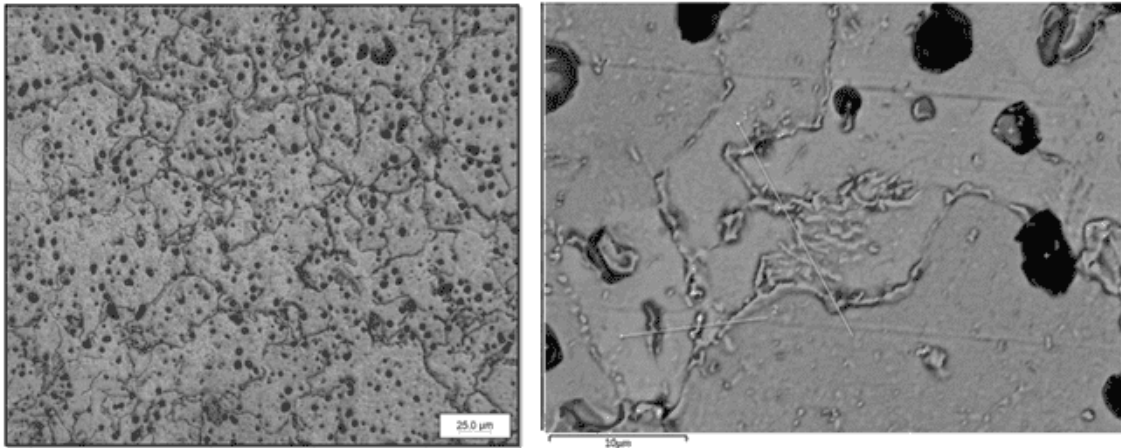


Figura 62. Micrografia óptica (esquerda) e imagem SEM (direita) de aço sinterizado H13 PH após ataque químico.

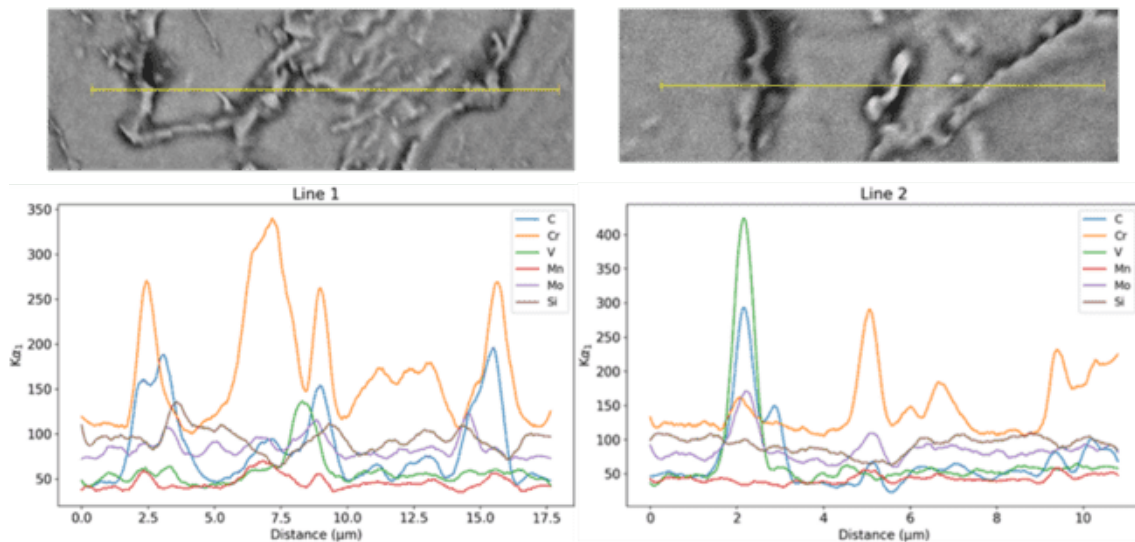


Figura 63. Vista ampliada de ambas as linhas e da sua distribuição de composição.

Em relação à análise de XRD, de forma semelhante ao 17-4 PH, apenas os picos de BCC são observados nos espectros de H13 XRD (mostrados na Figura 64), e também não foi detetada austenite residual. O primeiro pico (110) a $44,63^\circ$ tem a intensidade mais forte. Contudo, o segundo pico (200) a $64,97^\circ$ também tem uma intensidade notável em comparação com o padrão de difracção H13 [44]. Isto sugere que a textura pode estar presente na (200) direção, mas é necessária mais análise EBSD para confirmar isto. Os outros dois picos (211) a $82,22^\circ$ e (220) a $98,75^\circ$ têm uma intensidade mínima, e o último pico (310) é difícil de distinguir do ruído de fundo. O valor de dureza da amostra de H13 sinterizada foi significativamente inferior ao valor esperado fornecido pela folha de dados [45], levantando preocupações sobre as fases ferríticas nas amostras sinterizadas.

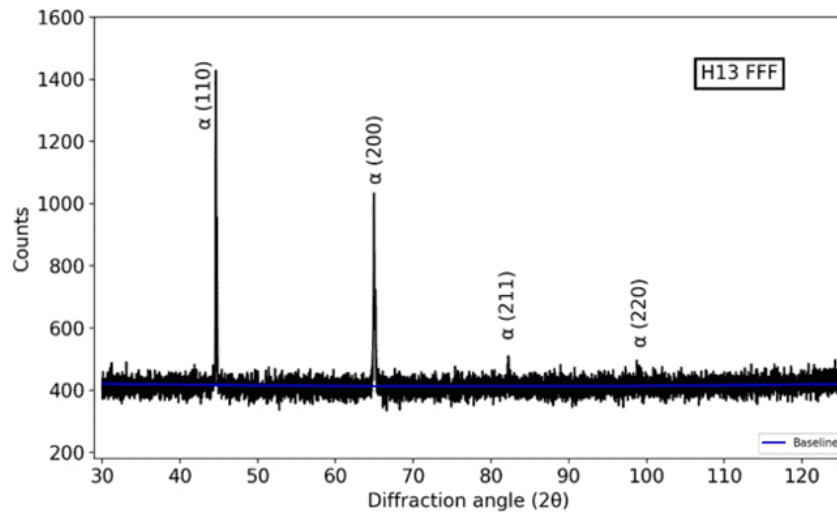


Figura 64. Espectros XRD de uma amostra de H13 sinterizada (plano XY).

Comparação (Markforged vs Filamento Nanoe) e resumo da caracterização

As Tabelas 24 e 25 mostram os valores de densidade e dureza obtidos para H13 e 17-4PH após diferentes temperaturas de sinterização e tratamentos HIP. Em todos os casos, a densidade e a dureza aumentaram após tratamento HIP a 1150 °C e 150 MPa.

Tabela 24. Valores de densidade e dureza para o aço H13.

Tecnologia FFF	Heat treatment	Densidade (%DT)	Dureza (HV1)	Dureza (HRC _(conversão))
Markforged	Tal como recebido (sinterizado nas condições da Markforged)	92	169	6
	HIP 1150 °C/1h	96	645	58
Lynxter + filamento Nanoe	HT 1400 °C / 2h	85	725	62
	HT 1350 °C / 2h	81	510	50
	HT 1400 °C / 2h + HIP 1150 °C/1h	97	817	65
	HT 1350 °C / 2h + HIP 1150 °C/1h	93	701	61

Duas temperaturas de sinterização (1350 e 1400 °C) foram utilizadas para densificar a liga H13 feita com o filamento Nanoe. A sinterização a 1400 °C resultou numa maior densificação e numa microestrutura diferente, com a presença de canais líquidos, como mostra a figura 58. Os canais de líquido aparecem porque a temperatura está próxima da fase líquida supersólido [46]. Além disso, as amostras sinterizadas a uma temperatura mais elevada apresentam dureza mais elevada, devido à formação de uma estrutura lamelar no interior dos grãos.

Tabela 25. Valores de densidade e dureza para o aço 17-4PH.

Technology	Heat treatment	Density (%DT)	Hardness (HV1)	Hardness (HRC (conversion))
Markforged	As received	94	368	38
	HIP 1150 °C/1h	98	392	41

O tratamento HIP é capaz de fechar a maior parte da porosidade (apenas a porosidade aberta no contorno não pôde ser fechada) e por isso a densidade das amostras aumentou (Figura 65, Figura 66 e Figura 67).

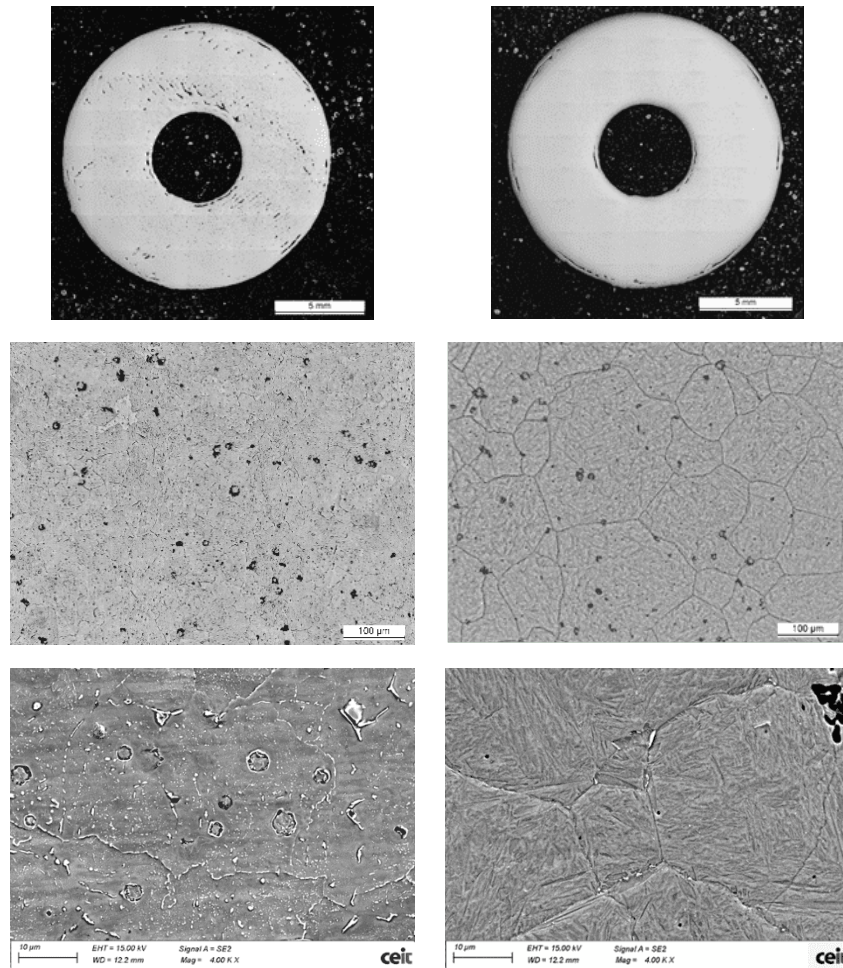


Figura 65. Imagens ópticas e FEG-SEM de Markforged H13 como fabricadas (esquerda) e após HIP (direita).

Além disso, após HIP, a microestrutura muda formando uma estrutura lamelar em aço H13 levando a um aumento significativo da dureza (Figura 66 e Figura 67).

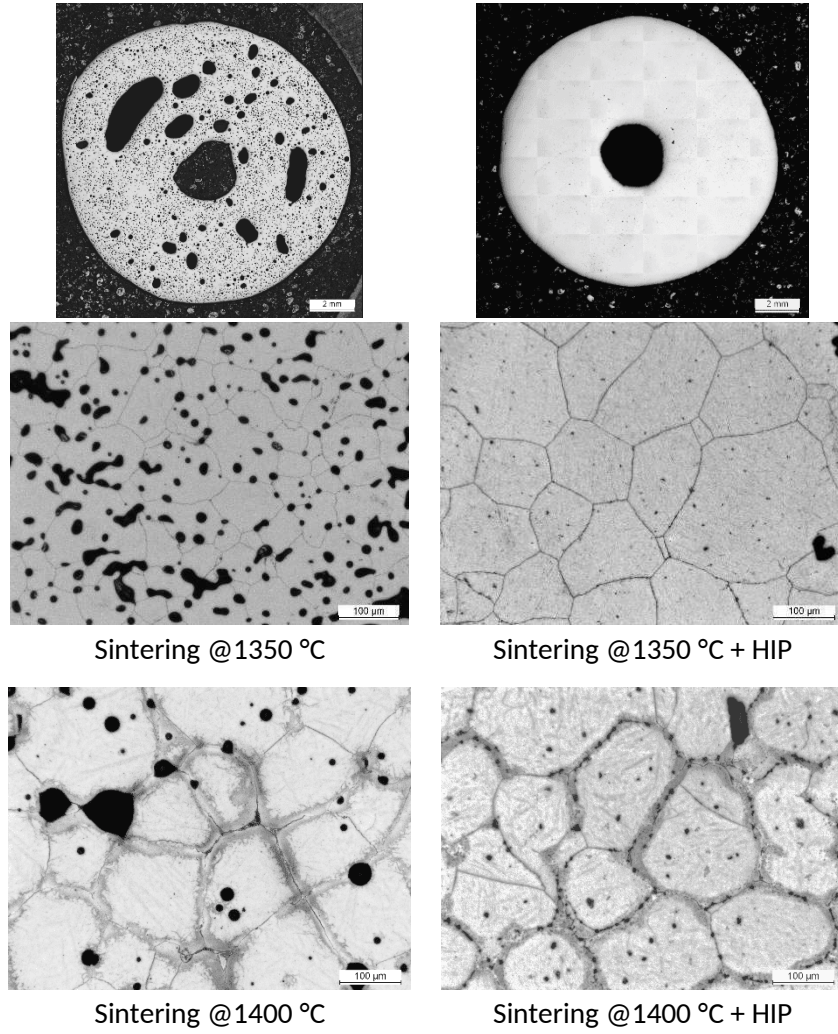
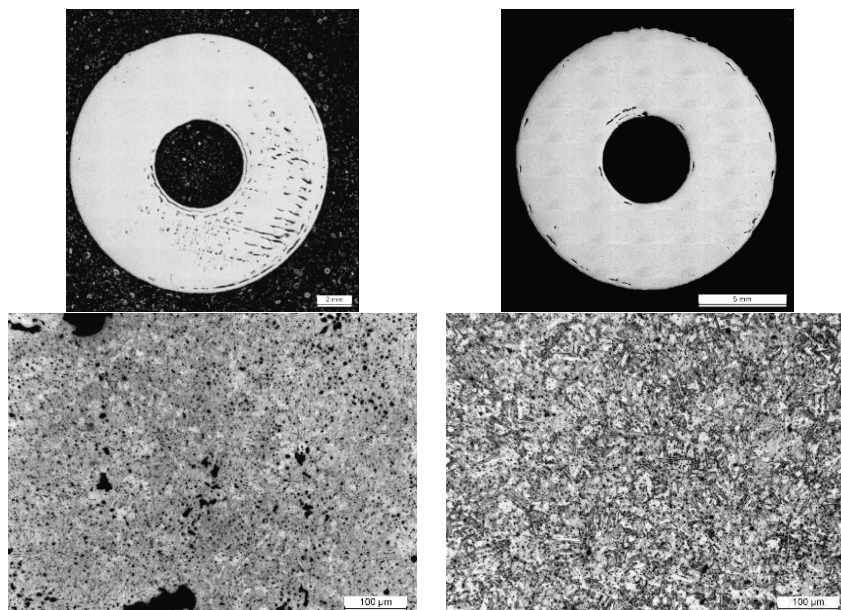


Figura 66. Imagens óticas de H13 FFF-Nanoe após a sinterização (esquerda) e após HIP (direita).



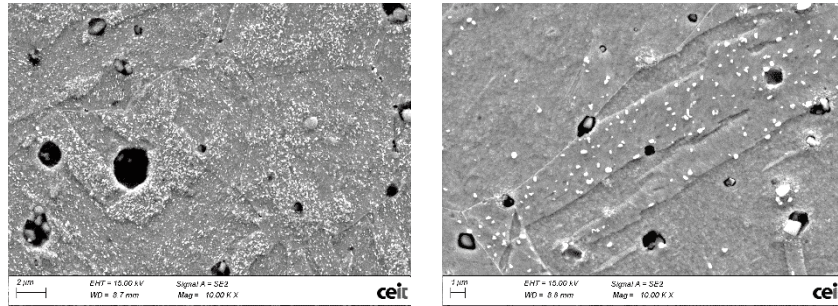


Figura 67. Imagens óticas e FEG-SEM de Markforged 17-4PH forjado (esquerda) e após HIP (direita).

As microestruturas mostram menos precipitação após tratamentos HIP em ambos os materiais. Isto pode estar relacionado com a maior taxa de arrefecimento utilizada no ciclo HIP em comparação com a menor taxa de arrefecimento do tratamento de sinterização. As figuras 68 e 69 mostram as análises EDS das diferentes ligas após a sinterização e após o tratamento HIP. Por um lado, o aço H13 mostrou precipitações de fronteiras de grão enriquecidas em V, Mo, Cr e Mn. Por outro lado, o 17-4PH tinha precipitados Cu ao longo da microestrutura e Cr e Nb precipitados nas fronteiras de grão.

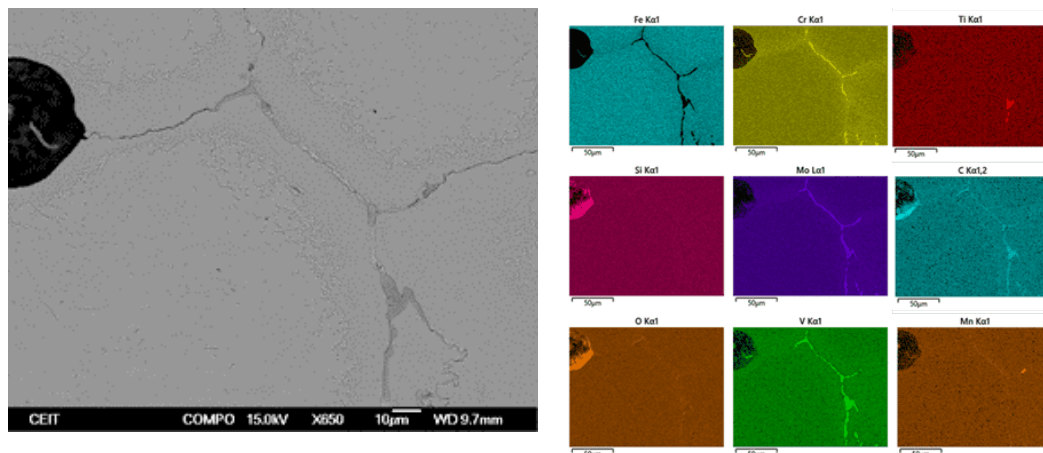


Figura 68. Análise EDS de H13 FFF após tratamento de sinterização.

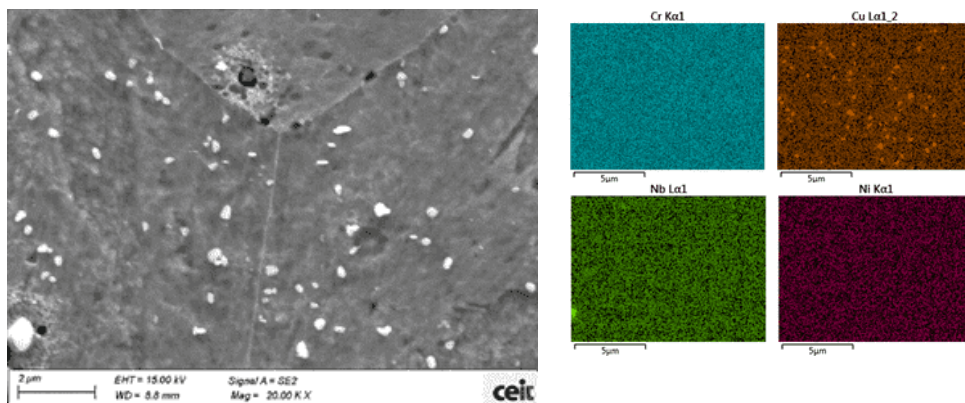


Figura 69. Análise EDS de 17-4PH após tratamento HIP.

Caracterização mecânica

Métodos

O teste de dureza macro foi realizado utilizando o método Vickers com uma carga de 1 kg (HV1) e cinco kg (HV5) num Zwick/Roell ZHV2.5, de acordo com a norma ISO 6507-1 e foram feitos pelo menos cinco indentações na secção central da amostra. Os resultados de macrodureza podem ser afetados pela porosidade das amostras FFF, pelo que os testes de microdureza foram também realizados utilizando um Zwick/Roell Durascan 70 com uma carga de 100 g (HV0.1) para obter uma compreensão mais detalhada da dureza da amostra.

Os perfis de microdureza escolhidos podem ser vistos na Figura 70 como linhas a traço interrompido. Em cada perfil, foram feitos 100 indentações com uma distância de 77 μm entre eles na amostra 17-4 PH e 87 μm entre eles na amostra H13. Isto significa que as indentações foram feitas mais juntas na amostra 17-4 PH do que no H13, o que se deve provavelmente à diferença de dureza dos dois materiais e a distância entre as duas indentações foi fixada como mais de três vezes o valor da diagonal das indentações. O software TestXpert fornecido pela Zwick/Roell foi utilizado para as medições da dureza. Mais uma vez, o durómetro Zwick/Roell ZHV2.5 foi utilizado para determinar a dureza Vickers de amostras tratadas termicamente no plano XY, com uma carga de um kg (HV1) de acordo com a norma ISO 6507-1. Foram feitas 25 indentações na parte central de cada amostra no plano XY, e a distância entre cada entalhe foi de 300 μm .

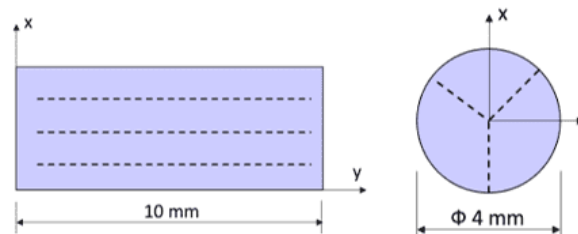


Figura 70. Esquema do teste de microdureza.

Resultados

Peças fabricadas com Markforged

Os resultados do teste de macrodureza no plano XZ (valor médio 331 ± 12 HV1) mostraram valores de dureza mais elevados do que no plano XY (valor médio 318 ± 4 HV1). Contudo, os valores de HV5 na amostra de 17-4 PH mostraram uma tendência oposta, sendo o valor médio mais elevado no plano XY (324 ± 4 HV5) do que no plano XZ (306 ± 30 HV5). As amostras H13 tinham valores médios de dureza de 164 ± 3 HV5 na superfície XY e 163 ± 1 HV5 na superfície XZ. Globalmente, os resultados não forneceram uma conclusão clara sobre a anisotropia mecânica causada pelo processo de fabrico. Por conseguinte, foram necessárias verificações adicionais através de testes e análises de microdureza para confirmar esta observação.

Contudo, vale a pena notar que os valores de macrodureza para as amostras de 17-4 PH e H13 foram consistentes nos planos XY e XZ, indicando um menor grau de anisotropia nesta amostra.

Os resultados da microdureza das amostras de 17-4 PH estão ilustrados na Figura 63. Como esperado, os valores de dureza Vickers HV0.1 nas superfícies XY e XZ mostraram uma dureza homogênea em toda a amostra (valor médio de 348 ± 17 HV0.1 na face XY e 344 ± 13 HV0.1 na face XZ) com exceção de algumas indentações que podem ter apresentado poros. A diferença entre os valores de dureza em cada superfície é insignificante, indicando que as amostras sinterizadas de 17-4 PH têm um grau muito baixo de anisotropia ou quase dureza isotrópica, embora tenha sido observada uma ligeira anisotropia na porosidade. A dureza macro é frequentemente utilizada para avaliar a resistência global ao desgaste do material. Em contraste, a microdureza é utilizada para avaliar a dureza de regiões ou fases micro-estruturais específicas ou para examinar gradientes de propriedades ao nível da mesoescala.

A figura 71 mostra as variações de microdureza na direção de construção (plano XY) e na direção radial (plano XZ) da amostra sinterizada de H13 FFF. Os resultados indicam que a microdureza da amostra é constante e uniformemente distribuída tanto na direção de construção (plano XY) como na direção radial (plano XZ), com valores médios semelhantes de 177 HV0.1 e 176 HV0.1 respetivamente, e desvios padrão relativamente pequenos de 11 e 12 respetivamente. Os resultados fornecidos na literatura [37] para componentes de aço sinterizado 17-4 PH mostram um valor de 34 HRC, aproximadamente equivalente a 320 HV, e um valor de dureza para componentes de aço sinterizado H13 de 37 HRC, que é quase igual a 351 HV. Os autores envolvidos apresentaram o valor como uma média e, por conseguinte, deveria estar disponível mais informação sobre as variações do valor em diferentes direções. O valor de referência fornecido pelo fornecedor é 30 HRC (~285 HV) para 17-4 PH sinterizados [47] e 40 HRC (~388 HV) para H13 sinterizados [45]. É evidente que tanto os valores de macro como de microdureza das amostras de aço sinterizado H13 são significativamente inferiores aos dados de referência [37] e ao valor do fornecedor [45]. Esta discrepância pode ser atribuída a vários fatores, tais como as condições de sinterização, a composição do pó utilizado ou a taxa de arrefecimento da amostra. Por outro lado, os valores de macro e microdureza das amostras de 17-4 PH são superiores ao valor do fornecedor [45] em ambos os planos e superiores aos dados de referência [37] no plano XY. Uma vez que os diagramas CCT de 17-4 PH convencionais [48] e H13 [49] indicam que a dureza de 17-4 PH é menos afetada pela taxa de arrefecimento do que a de H13, é provável que a discrepância nos resultados se deva a um processo de sinterização inadequado, e não à taxa de arrefecimento.

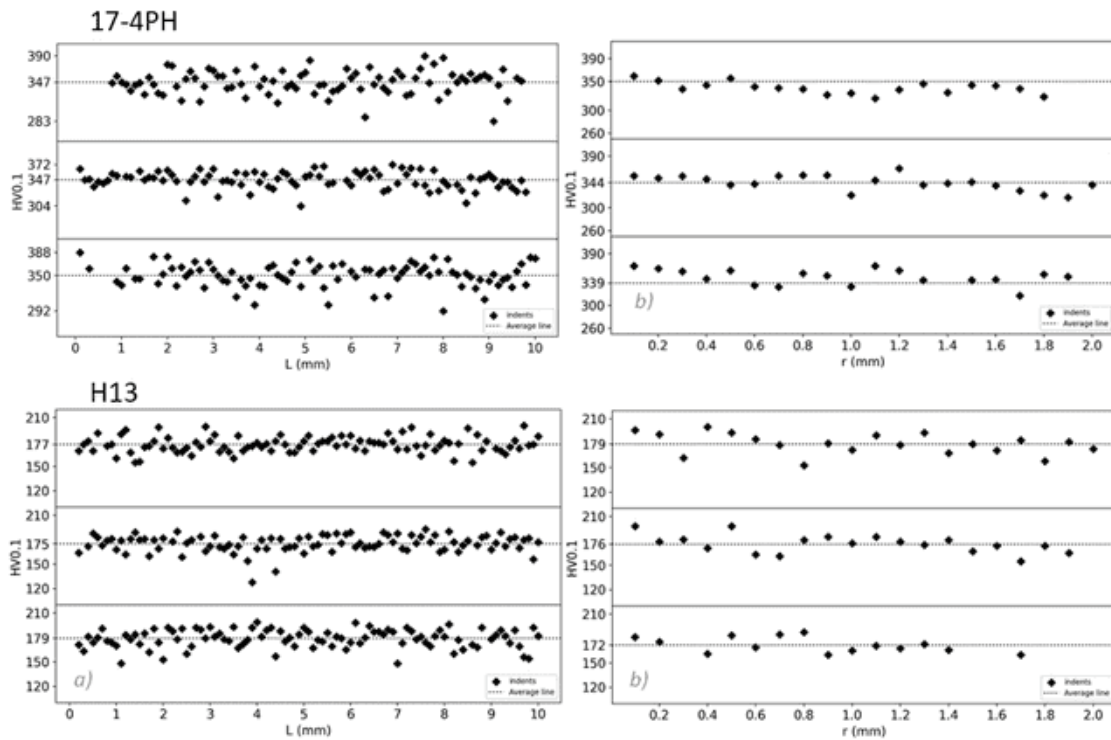


Figura 71. Perfis de microdureza de amostras de 17-4 PH (superior) e H13 (inferior) sinterizados em (a) superfície XY e (b) superfície XZ.

Peças fabricadas com filamento de Nanoe

Os resultados da dureza Vickers (1Kg) para amostras H13 fabricadas com filamento de Nanoe são resumidos na tabela abaixo:

Ciclo térmico	HV10
Sinterizado a 1400 °C	725 ± 52
Sinterizado a 1350 °C	510 ± 72
Sinterizado a 1400 °C + HIP	817 ± 14
Sinterizado a 1350 °C + HIP	-

As amostras sinterizadas a 1400 °C mostram uma dureza mais elevada do que as amostras sinterizadas a 1350 °C. Isto pode estar relacionado com a maior densidade alcançada nas amostras (85 % vs. 81 % de densidade) e devido ao menor número de defeitos microestruturais nas amostras sinterizadas a 1400 °C. Após o HIP, a maioria dos poros foram fechados, a densidade aumentou para 97% e o grão cresceu. A dureza das amostras HIP aumentou apesar do crescimento do grão, mas isto esteve relacionado com a formação da estrutura lamelar devido à rápida taxa de arrefecimento dentro da amostra HIP.

Estudo de tratamento térmico

Métodos

Foram utilizadas amostras cilíndricas de superfície paralela com um diâmetro de $4 \pm 0,1$ mm e um comprimento de $10 \pm 0,3$ mm para estudar as transformações de fase. Estas amostras foram colocadas num dilatómetro de arrefecimento rápido Linseis DIL L78 Q. Antes da medição, a atmosfera do forno foi levada duas vezes sob vácuo para 2×10^{-2} mbar e depois enchida com argón. As expansões das amostras foram medidas com hastes de Alumina (Al_2O_3) e Quartzo sob vácuo ou em atmosfera de Árgon (Ar), a temperatura foi controlada com um termopar tipo K soldado à superfície da amostra. A temperatura da solução para amostras de 17-4 PH foi decidida a partir de literatura e análise DTA. Foi fixada em 1100 °C e o tempo de retenção foi fixado em 30 min, de acordo com pesquisa anterior de Rowolt et al. [48], e para amostras H13, foi fixada em 1040 °C e o tempo de retenção foi fixado em 30 min, de acordo com pesquisa de Deirmina et al. [50]. As transformações de fase foram analisadas por aquecimento contínuo a 10 K/min (ou 0,167 K/s) e arrefecimento a diferentes velocidades. Para detetar temperaturas de transformação de fase ou eventos de precipitação, os dados da dilatométrica foram diferenciados por temperatura, conforme recomendado em [50]. O software Linseis Evolution criou diagramas de transformação de arrefecimento contínuo (CCT) para ambas as ligas. As temperaturas de transformação foram também determinadas utilizando Análise Térmica Diferencial (DTA) com um instrumento Setsys Evolution. Foi utilizado um cadinho de alumina de 4 mm de diâmetro, e carregado com diferentes amostras cortadas a partir das amostras cilíndricas, variando entre 40 e 70 mg. Foram estudadas transformações de 20 a 1100 °C (em amostras de 17-4 PH) e de 20 a 1040 °C (em amostras de H13) por aquecimento e arrefecimento contínuos a diferentes velocidades sob um fluxo de 40 ml/min de argón para evitar a oxidação. A linha de base foi obtida realizando um segundo scan em condições semelhantes, mas sem uma amostra. Ao subtrair os sinais, é possível identificar qualquer transformação de fase ou fenómeno de precipitação durante o aquecimento, bem como qualquer transformação martensítica durante o arrefecimento.

Resultados

Peças fabricadas com Markforged

Análise de curvas

Os resultados da dilatométrica em aço 17-4PH são mostrados na Figura 72, que mostra a tensão dilatométrica (curva preta) e a tensão derivada (curva vermelha) à medida que o aço é aquecido da temperatura ambiente até 1100 °C. O primeiro pico de retração pode ser observado cerca de 500 °C, associado à precipitação de Cu, num estudo recente [48]. A transformação austenítica (de α' -martensite a γ -austenite) causa uma redução significativa no volume à medida que o aço é aquecido. A temperatura a que esta transformação austenítica começa (Ac_1) é de cerca de 678 °C, mas não é claro determinar com precisão o fim desta transformação (Ac_3). Ac_3 é normalmente o ponto em que a tensão de expansão volta à

linearidade próxima, que neste caso é de cerca de 728 °C. Contudo, ainda se observa um pequeno pico de contração não linear à volta de 980 °C, que estava relacionado com o fim da formação de austenite por Christien et al. em [51], que observaram a presença da fase de martensite a 930 °C no padrão de difracção de neutrões de aço in situ de 17-4 PH, indicando austenitização incompleta.

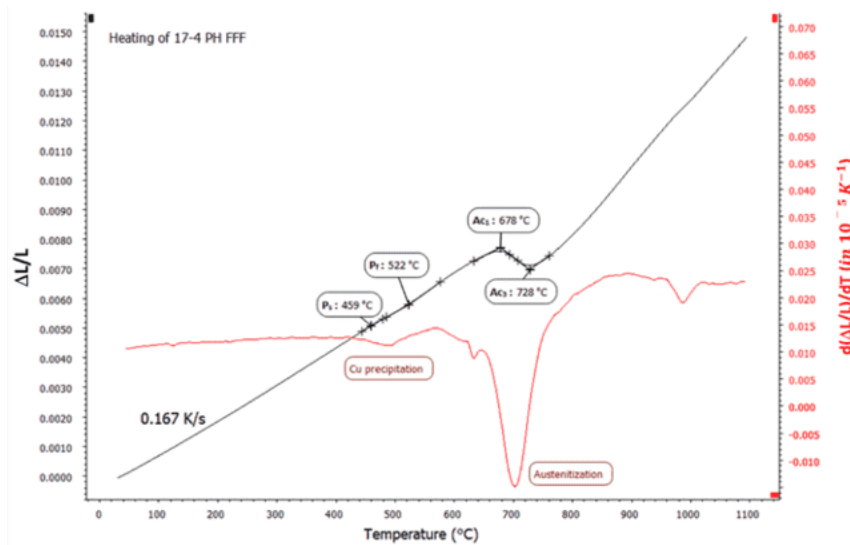


Figura 72. Tensão de expansão e curvas de tensão derivada durante o aquecimento sinterizado de amostras de 17-4 PH FFF.

Rowolt e outros autores envolvidos [48] realizaram o aquecimento gradual de amostras convencionais de 17-4 PH para diferentes temperaturas de recozimento de soluções que variavam entre 700 e 1100 °C. A ausência de um pico de precipitação de Cu na curva DSC de reaquecimento foi observada quando a amostra foi aquecida a uma temperatura de 800 °C, relacionando o fenómeno com a falta de dissolução. Pelo contrário, o aquecimento e a área máxima do pico de precipitação foram observados quando a amostra foi aquecida a uma temperatura de 1000 °C.

Portanto, o pico de retração de cerca de 980°C na curva de deformação da dilatação foi atribuído à dissolução final da fase rica em Cu-. Em [52], Kapoor e Batra também atribuíram este pico à segunda etapa de austenitização enquanto realizavam análises de dilatometria de aços martensíticos M350 e PH 13-8 Mo, mas estava ausente no caso do aço inoxidável 17-4 PH. Por conseguinte, a identificação deste pico continua a ser controversa.

A Figura 73 ilustra a deformação de expansão ocorrida de 1100 °C à temperatura ambiente durante o processo de arrefecimento. A expansão de volume provocada pela transformação martensítica é evidente. A temperatura de "início de martensítico", ou Ms, pode ser determinada com o método tangente a 170 °C. O método tangente determina a temperatura de transformação de fase nas curvas de dilatometria. O método tangente é baseado na observação de que a inclinação da curva de dilatometria muda com a temperatura de

transformação de fase. Foi observada uma alteração adicional na inclinação da curva de deformação da dilatometria em cerca de 100 °C, que se acredita ser a temperatura de "final de martensite" (Mf). Isto implica que a transformação martensítica está próxima da conclusão. No entanto, a precisão da temperatura Mf não pode ser confirmada neste estudo uma vez que a curva de deformação de expansão não regressa ao linear.

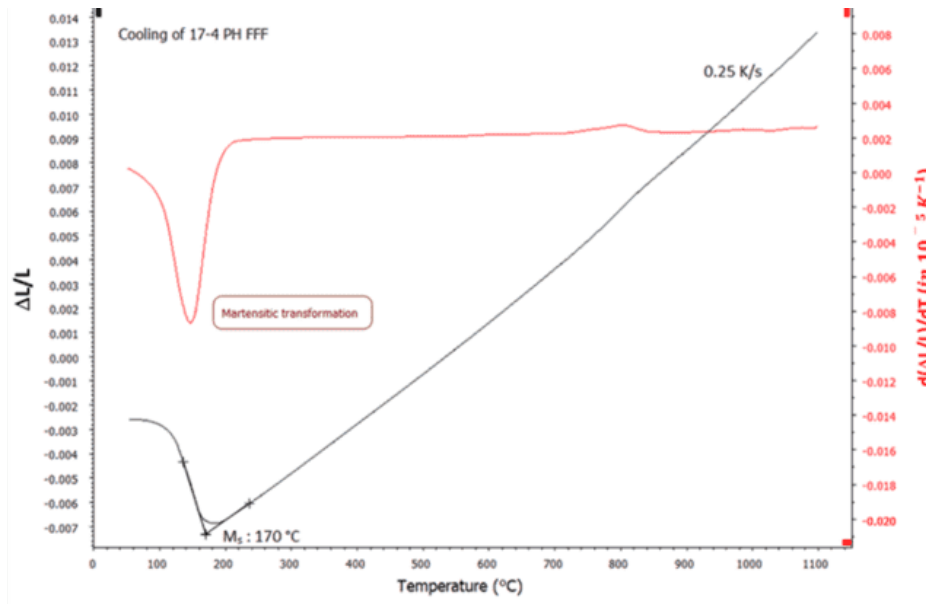


Figura 73. Curvas de tensão de expansão e de tensão derivada durante o arrefecimento de provetes sinterizados de 17-4 PH FFF.

A curva DTA enquanto se aquece a amostra sinterizada de 17-4 PH é mostrada na Figura 74. O evento exotérmico inicial observado na amostra de 17-4 PH ocorreu a uma temperatura de 484 °C. Pensa-se que este pico foi causado pela formação de carbonetos M₂₃C₆ ricos em Cr e precipitados ricos em Cu-, segundo Lashgari et al [53]. É consistente com os resultados obtidos pela análise da dilatometria explicada acima. O segundo evento térmico, um pico endotérmico, foi encontrado à volta de 642 °C, que pode ser atribuído tanto à transição Curie (ferromagnético -> transição paramagnética) como à austenitização. O pico exotérmico final observado à volta de 753 °C pode ser devido à precipitação de carbonetos NbC na matriz ou nos limites dos grãos [53]. No entanto, a temperatura precisa a que a transformação da ferrite em austenite (Ac1) começa foi difícil de determinar devido ao ruído no sinal DTA e ao fenómeno de multiplexação numa pequena amplitude térmica.

Foi realizada uma análise térmica semelhante na amostra H13. A curva de dilatometria do sinterizado H13 mostra um padrão de expansão linear durante o aquecimento da amostra até 700 °C, o que se alinha com a expansão térmica esperada. A derivada apoia esta tendência. Observa-se uma contração entre 700 e 750 °C que pode estar relacionada com a transição Curie, seguida de outra contração entre 845 °C (Ac1) e 887 °C (Ac3), que se deve à

transformação da ferrite em austenite (α - γ). Como já foi demonstrado, as transformações de fase de 17-4 PH foram medidas pelo método tangente durante o arrefecimento.

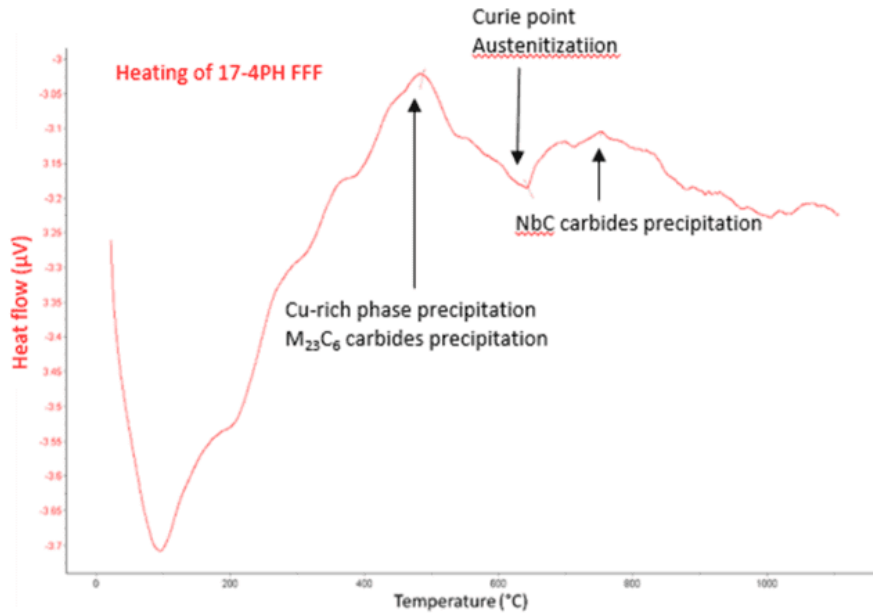


Figura 74. Sinal DTA da amostra de 17-4 PH FFF sinterizada enquanto aquecida.

Aplicação em diagramas CCT

As curvas de dilatométrica foram registadas e analisadas para várias taxas de arrefecimento. Independentemente da taxa de arrefecimento, as amostras de 17-4 PH revelaram a microestrutura martensítica, como ilustrado na Figura 75. Uma taxa de arrefecimento mais rápida (35 K/s) leva a uma microestrutura mais homogénea devido ao reduzido tempo de precipitação.

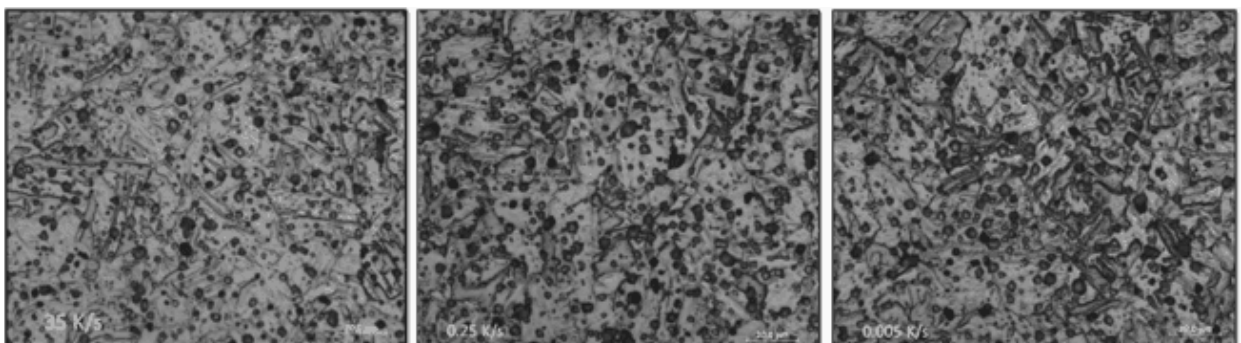


Figura 75. Microestrutura de amostras de 17-4 PH após tempera a diferentes taxas de arrefecimento 35 K/s, 0,25 K/s e 0,005 K/s.

Em contraste, o efeito da taxa de arrefecimento em H13 é significativo, como evidenciado na Figura 76. Apenas a temperatura da martensite é observada a altas taxas de arrefecimento,

enquanto que, a taxas de arrefecimento mais baixas, são visíveis transformações bainíticas e perlíticas. As três microestruturas, de acordo com a taxa de arrefecimento observada, são mostradas na Figura 69.

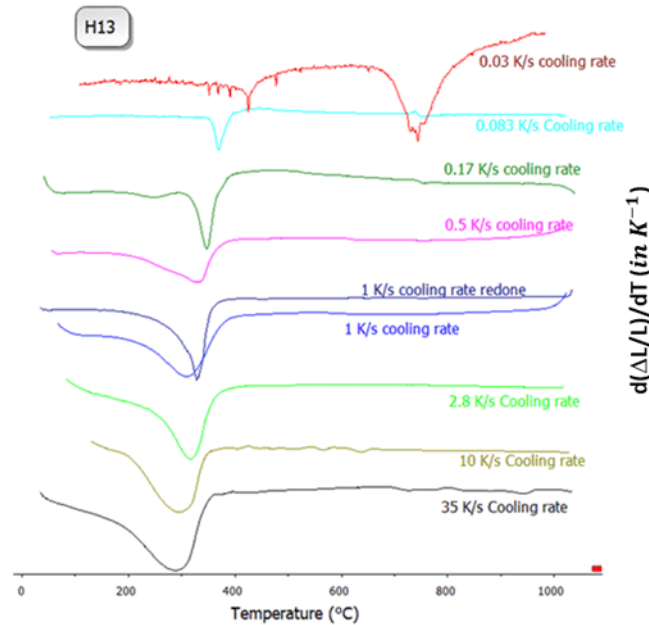


Figura 76. Influência da taxa de arrefecimento sobre as curvas de deformação derivadas.

À taxa de arrefecimento mais rápida de 35 K/s, formou-se uma microestrutura martensítica fina com limites de grãos austeníticos. À taxa de arrefecimento de 0,5 K/s, a formação de bainite e martensite foi observada com os seus picos sobrepostos a cerca de 350 °C na curva derivada. A taxa de arrefecimento mais lenta de 0,03 K/s resultou na formação de uma nova fase perlítica, como se vê na microestrutura da Figura 77. A taxa de arrefecimento tem um impacto sobre a dureza do aço. Taxas de arrefecimento mais rápidas levam a uma maior dureza devido à martensite. As amostras contendo bainite têm uma dureza inferior à da martensite, mas uma dureza superior à das amostras contendo perlite.

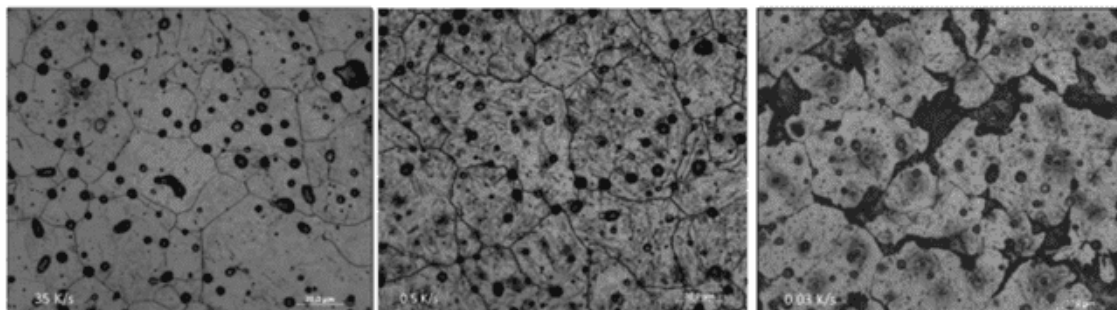


Figura 77. Microestrutura das amostras de H13 após têmpera a diferentes taxas de arrefecimento 35 K/s, 0,5 K/s e 0,03 K/s.

A relação estabelecida entre os valores médios de dureza (HV1) e as taxas de arrefecimento para as amostras de 17-4 PH e H13 são traçadas na Figura 78. A evolução da dureza para a 17-4 PH pode ser explicada pela precipitação de Cu [48]. Esta informação da microestrutura e os valores de dureza das amostras submetidas a têmpera são então incorporados no diagrama de transformação contínua de têmpera de ambas as chapas de aço mostradas na Figura 79. Estes diagramas CCT são consistentes com a literatura para materiais convencionais. Por conseguinte, o processo FFF tem um efeito fraco na microestrutura e transformação de fase, e o tratamento térmico padrão adequa-se a estes materiais.

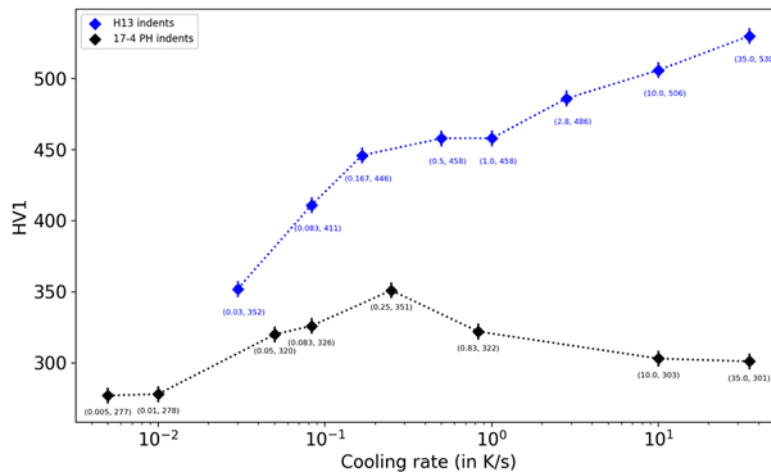


Figura 78. Dados de dureza vs velocidade de refrigeração para ambos os aços.

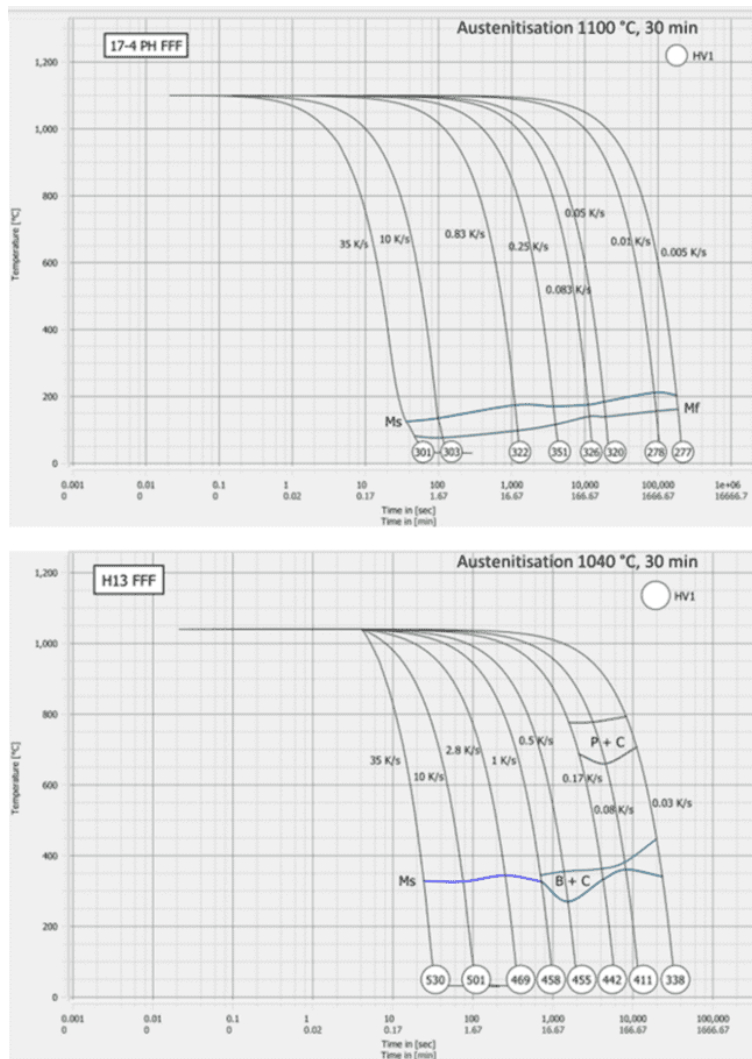


Figura 79. Diagrama do Transformador de Refrigeração Contínua 17-4 PH e H13 FFF.

Propriedades mecânicas em peças sinterizadas e após HIP fabricadas com Markforged Metal X.

Tabela 26. Propriedades mecânicas obtidas a partir do ensaio de tracção para cada material.

Material	R _{p0.2} (Mpa)		R _m (Mpa)		A200 (%)	
	Média	Desv. Padr.	Média	Desv. Padr.	Média	Desv. Padr.
H13	263	10,2	583	10,7	16,4	0,7
H13 HIP	1439	13,9	1896	98,4	2,4	1
17.4-PH	707	7,6	1065	9,1	4,8	0,1

Análise NDT

Todas as amostras foram medidas utilizando os seguintes parâmetros:

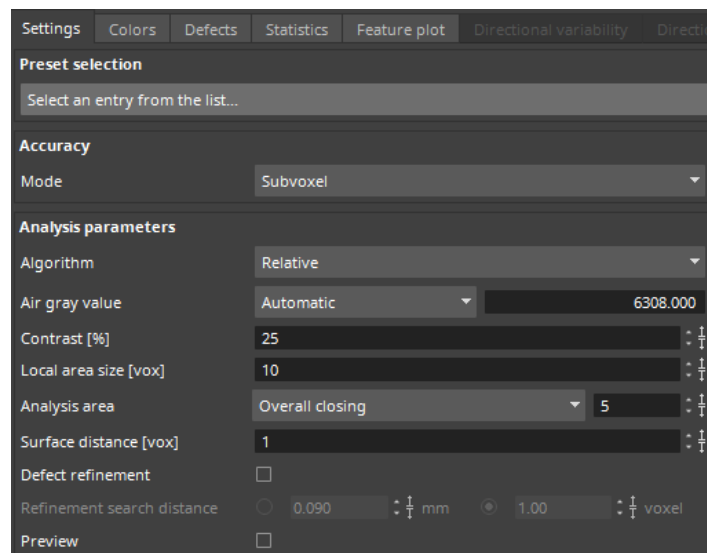
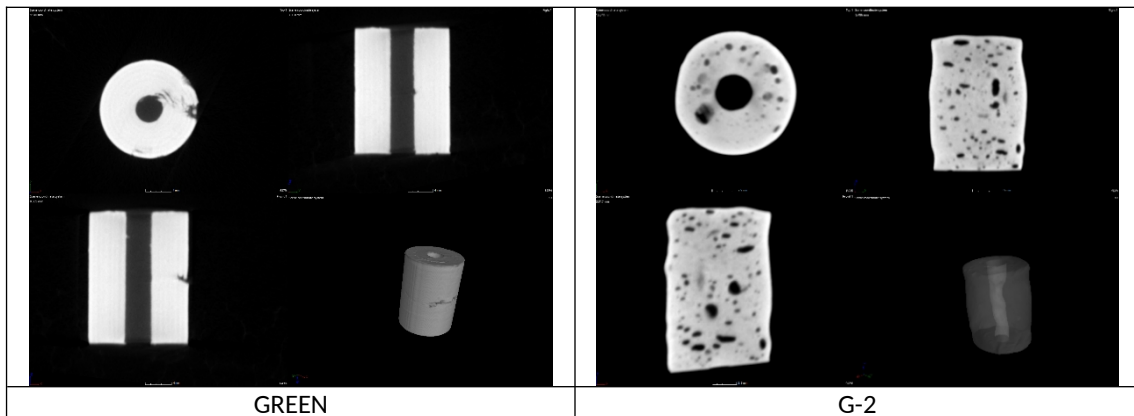


Figura 80. Parâmetros utilizados para as análises NDT.

Resultados:



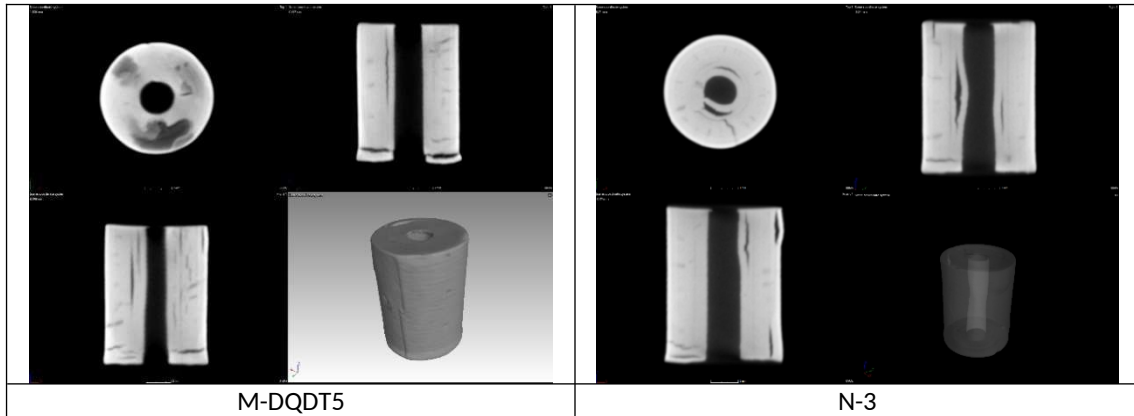


Figura 81. H13 Nanoe

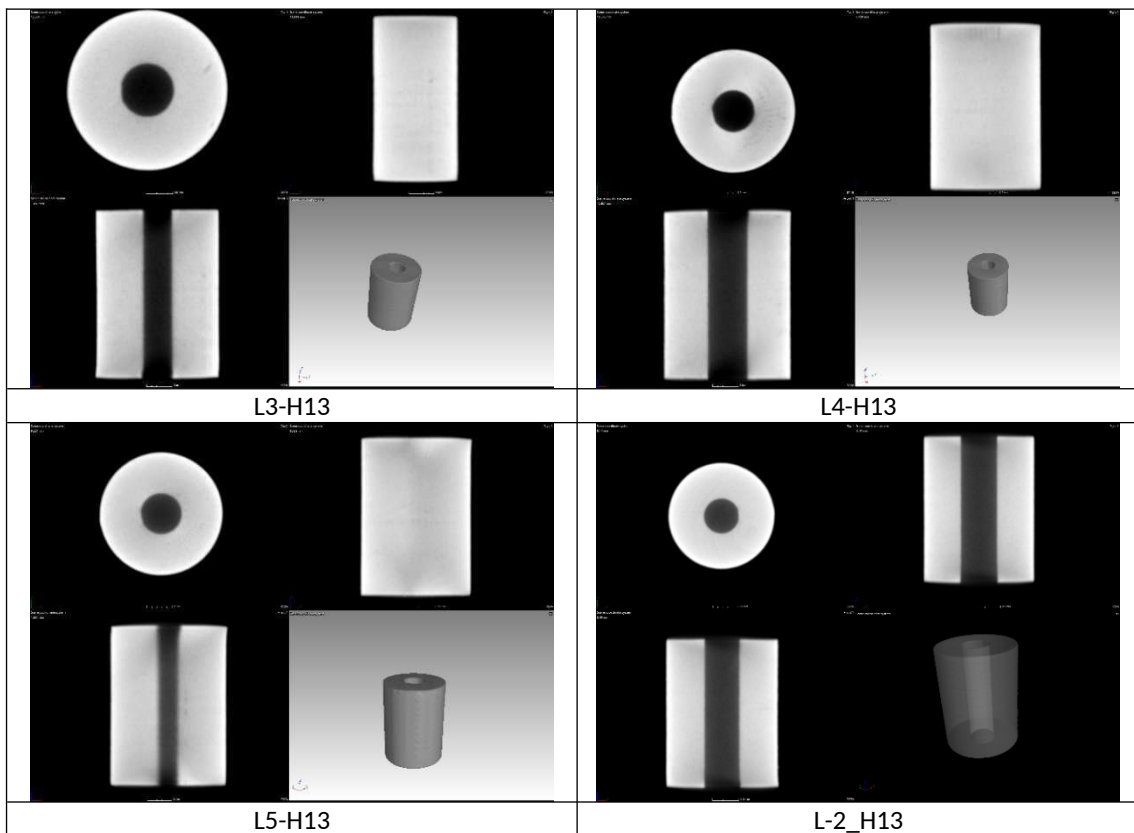


Figura 82. Markforged H13

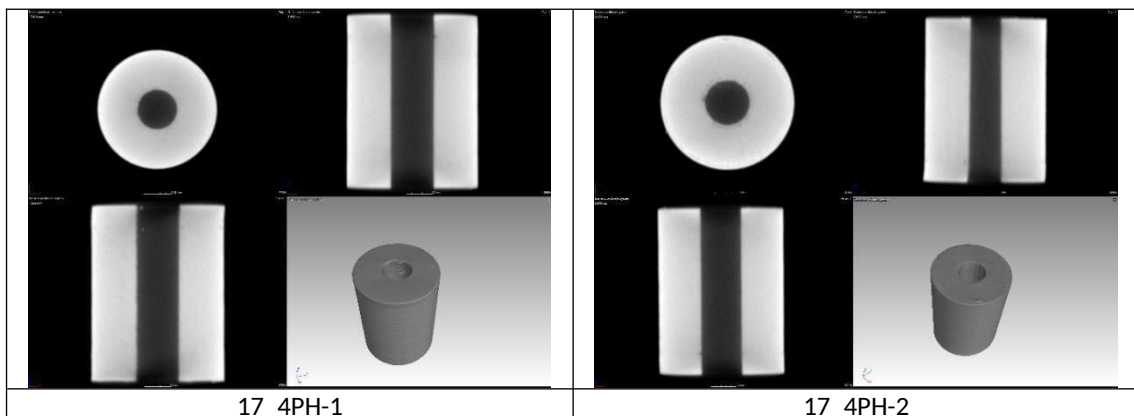


Figura 83. Markforged 17-4PH após HIP.

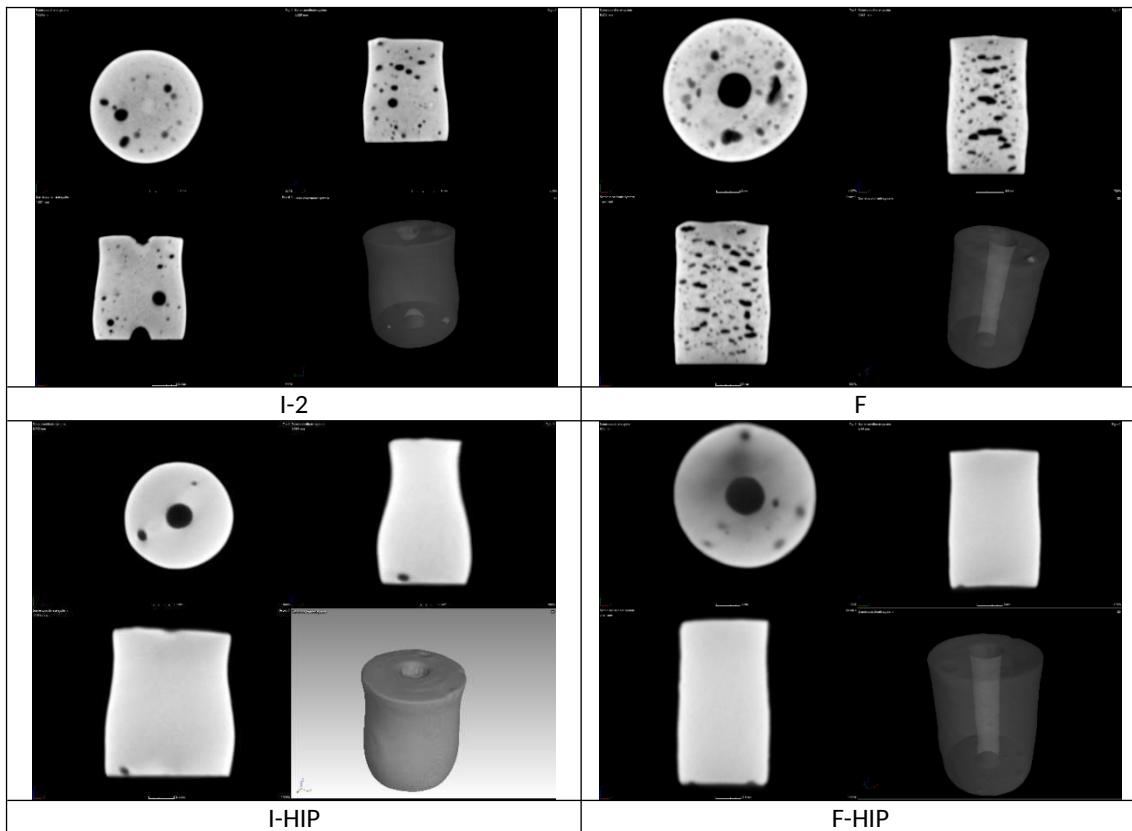


Figura 84. H13 Nanoe após HIP.

Conclusão e perspectivas

Deste estudo podem extrair-se as seguintes conclusões:

- Os níveis de porosidade no estudo foram comparáveis aos valores previstos fornecidos pelas especificações dos fornecedores e pelas referências bibliográficas. Ambas as amostras de aço mostraram ligeira anisotropia de porosidade, com maior porosidade e poros maiores em H13 mas menos anisotropia em comparação com 17-4 PH;
- O filamento tinha uma relação metal-polímero incomum de 40-60 % em vez dos 60-40 % recomendados. Uma técnica de calcinação de matriz mais adequada poderia ser considerada para confirmar este resultado. Apesar deste desvio, a porosidade era comparável aos valores reportados na literatura, indicando que a relação metal-polímero inferior não teve um impacto negativo sobre o estado do material;
- Apesar da ligeira anisotropia na porosidade, a dureza era mínima ao longo e perpendicular à direção da construção. A microestrutura observada estava mais próxima de ligas forjadas do que de ligas processadas através de L-PBF, sugerindo que as propriedades mecânicas podem ser comparáveis às das ligas fabricadas

convencionalmente em vez das produzidas através de outros processos de fabrico aditivo envolvendo a fusão;

- Os diagramas CCT do estudo correspondem aos encontrados na literatura para materiais convencionais, sugerindo que o processo FFF tem um impacto limitado. Vale a pena mencionar que os valores de dureza são ligeiramente inferiores, o que poderia ser devido à saúde do material. H13, tal como recebido, mostrou uma dureza baixa, mas pode aumentar por um fator de 3 após um arrefecimento rápido.

As perspetivas críticas deste trabalho poderiam ser:

- Determinar as propriedades mecânicas dos materiais recebidos e tratados termicamente, concentrando-se em mais ensaios de tração para confirmar a ausência de anisotropia nas propriedades mecânicas;
- Estudar o processo de envelhecimento de 17-4 PH, uma vez que se trata de um aço de endurecimento por precipitação.

Piloto PT2-VIDRIMOLDE

Caracterização do material de partida

As propriedades físicas, elementos intersticiais e composição teórica do pó de aço inoxidável EOS CX® com tamanho de partícula entre +20-60 µm são dadas abaixo (Tabela 27, Tabela 28 e Tabela 29).

Tabela 27. Propriedades físicas do pó de aço inoxidável EOS CX®.

Taxa de fluxo (s/50g)	Densidade aparente (g/cm ³)	Densidade após compactação (g/cm ³)	Densidade do Pycnómetro (g/cm ³)
0.326	3.619	4.347	7.550

Tabela 28. Elementos intersticiais de pó de aço inoxidável EOS CX®.

O (%)	N (%)	C (%)	S (%)
0.0261	0.0075	0.0113	0.0030

Tabela 29. Composição teórica do pó de aço inoxidável EOS CX®.

Elementos (%wt.)	C	Cr	Ni	Mo	Al	Mn	Si
	0,05	11.00-13.00	8.40-11.00	1.10-1.30	1.20-2.00	0.40	0.40

Por um lado, na Figura 85, imagens de microscopia electrónica (SEM) mostram um pó atomizado a gás típico com uma forma geralmente esférica e a presença de vários satélites e alguns salpicos.

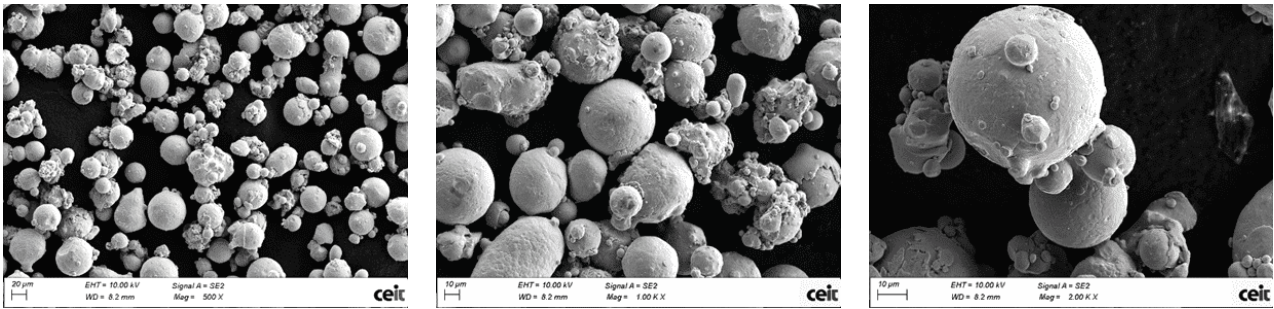


Figura 85. Imagens FEG-SEM do pó de aço inoxidável EOS CX®.

Por outro lado, foram analisadas imagens transversais de pó polido. A Figura 86 mostra que não existe porosidade interna. Além disso, as análises EDS mostram uma distribuição homogênea das zonas Cr, Ni, Mo, Al e Mn e enriquecidas em Si.

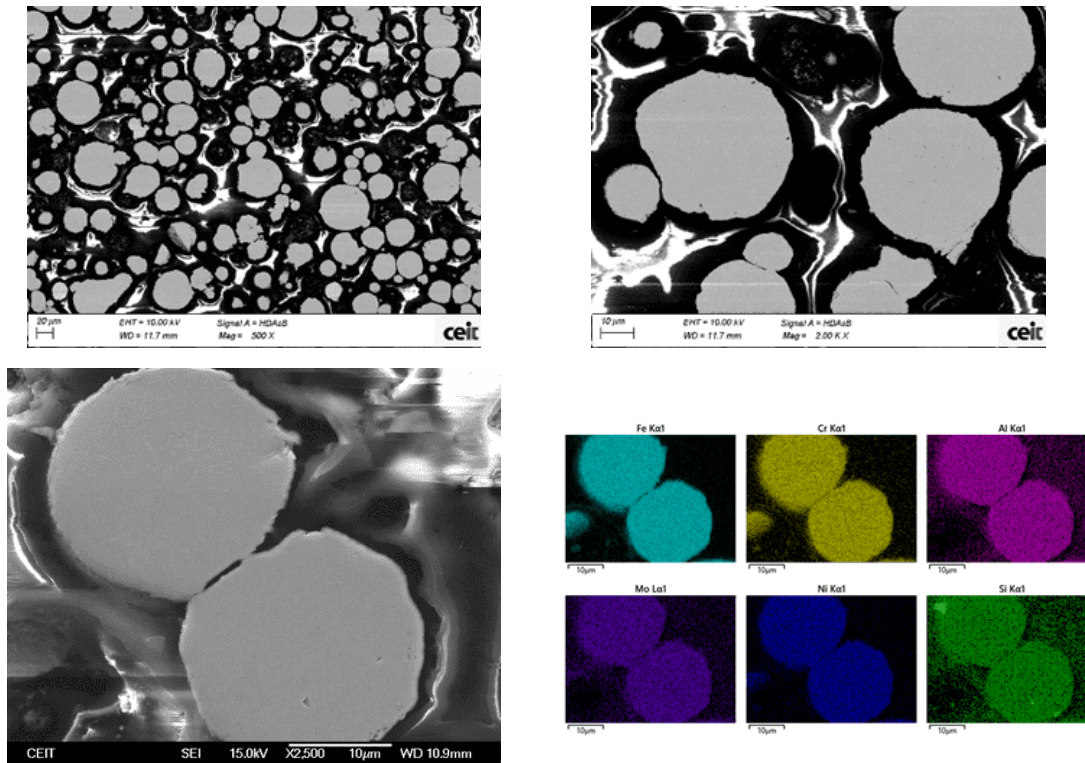


Figura 86. Imagens FEG-SEM e análise EDS (abaixo) de pó de aço inoxidável EOS CX®.

Finalmente, a distribuição granulométrica e a esfericidade do pó foram medidas usando um Sympatec QPIC/L02 com Rodos e Vibri como módulos de dispersão e os resultados são compilados na Tabela 30 e na Figura 87. Pode-se afirmar que ambos satisfazem os requisitos para serem depositados por LPBF (esfericidade próxima de um) com um tamanho médio de partícula de pó de 38 µm.

Tabela 30. Distribuição granulométrica e esfericidade do pó de aço inoxidável EOS CX®

Dv(10) (μm)	24.17	S (10)	0.80
Dv(50) (μm)	37.77	S (50)	0.86
Dv(90) (μm)	58.33	S (90)	0.94

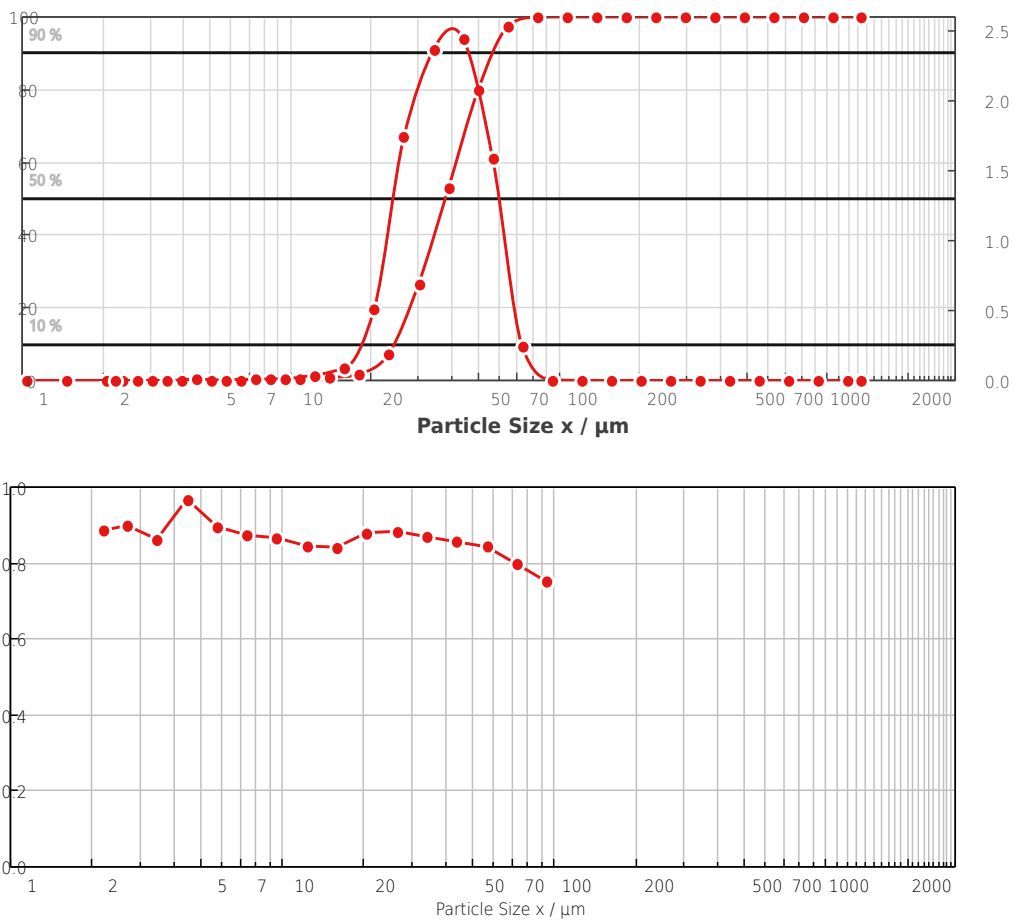


Figura 87. Distribuição do tamanho das partículas (acima) e fator de forma (abaixo) em função do tamanho de partícula do pó de aço inoxidável EOS CX®.

Caracterização Microestrutural

A hibridização do processo L-DED com o processo LPBF foi investigada. O objetivo deste trabalho é elucidar os seguintes parâmetros do processo:

- Espessura da camada sólida que cobre a estrutura de treliça interna. A investigação procurará reduzir este valor de espessura evitando ao mesmo tempo a criação de defeitos na estrutura interna;

- Parâmetros de fabricação para o processo L-DED, sendo a potência do laser (P), a taxa de alimentação (F) e o fluxo de pó (Q).

O estudo foi levado a cabo em duas etapas. Primeiro, foram realizados ensaios com cordões únicos combinando os conjuntos de parâmetros mencionados na Tabela 31 com substratos de diferentes espessuras: 6, 1 e 0,7 mm. Os cordões fabricados têm um comprimento de 25 mm e foram centradas na área de superfície de 15 mm x 32 mm.

Tabela 31. Parâmetros do plano de teste de cordão único.

N.	Test type	Parameter set	Substrate thickness (mm)
1	Single bead	Ref.	6
2	"	Reduced	6
3	"	Ref.	1
4	"	Reduced	1
5	"	Reduced	0.7

Em segundo lugar, foram realizados testes de camada utilizando os valores reduzidos dos parâmetros, em substratos de 2 e 1 mm de espessura - Tabela 32. Estas camadas consistem em 5 cordões sobrepostos, com uma distância de 1 mm entre eles. A fim de simular o efeito que uma maior área de deposição teria no processo de fabricação, é aplicado um tempo de arrefecimento de 5 segundos após cada cordão ter sido depositado.

Tabela 32. Parâmetros do plano de teste de camadas.

N.	Test type	Parameter set	Substrate thickness (mm)
6	Layer	Reduced	2
7	"	Reduced	1

RESULTADOS

Teste de cordão único

Foram observadas duas linhas que distinguem uma descontinuidade no substrato, seguindo a linha de diluição, Figura 88. Isto poderia indicar a formação de micro-fissuras no substrato.

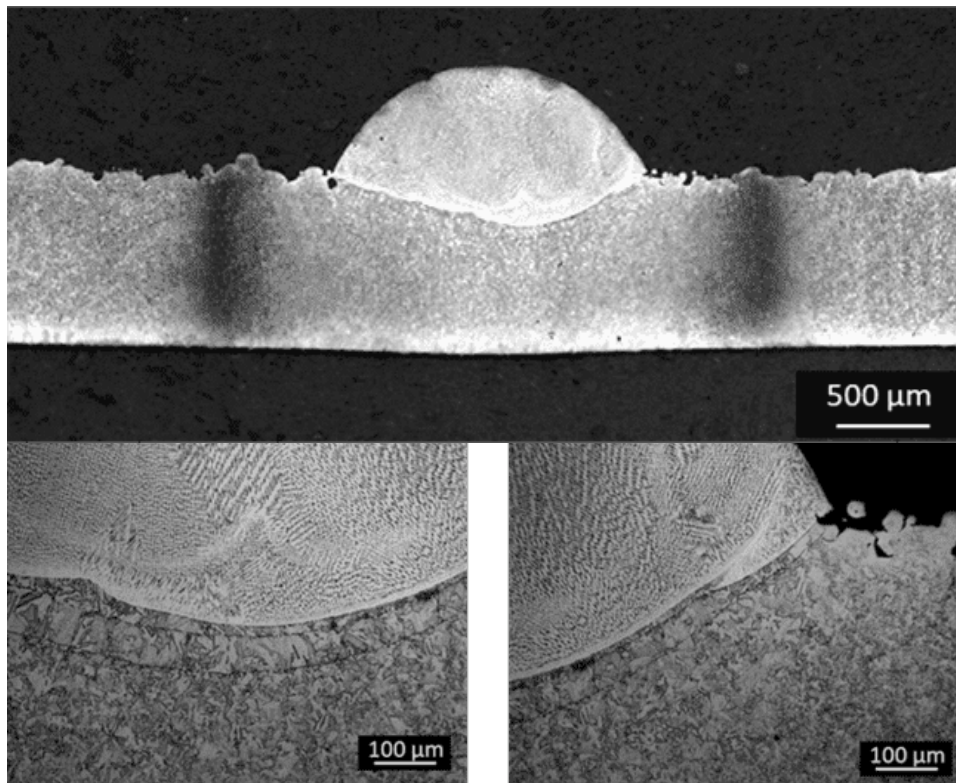


Figura 88. Secção transversal do teste de cordão n°4.

Tabela 33. Medições de HAZ dos testes de cordão único.

N.	Substrate thickness (mm)	HAZ Measurements (mm)
4	1	2.89
5	0.7	3.88

Teste de sobreposição (linha)

As secções transversais das camadas fabricadas numa superfície de 2 mm e 1 mm de espessura são montadas na Figura 89.

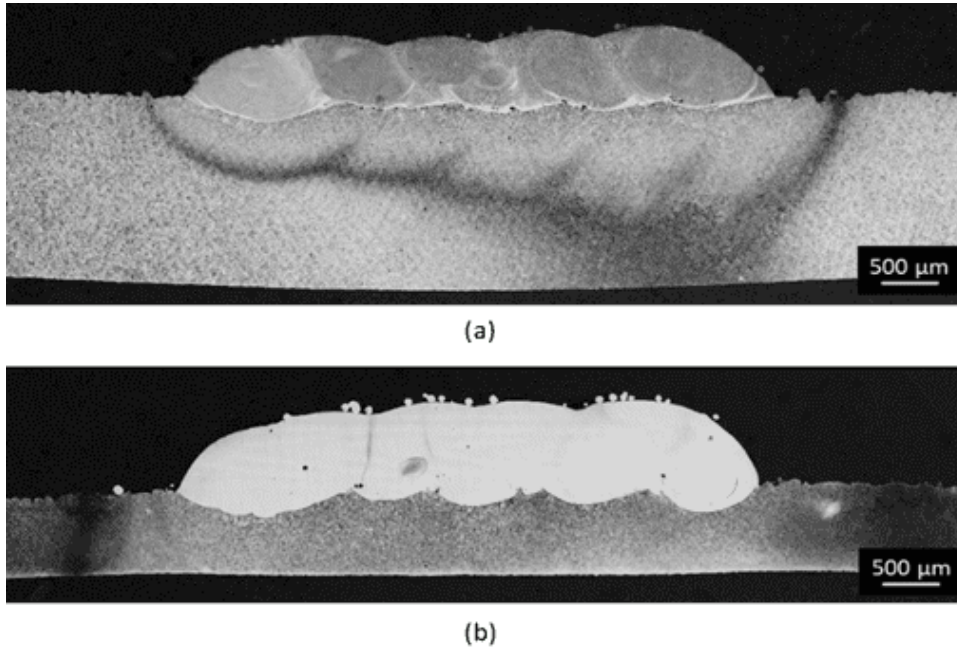


Figura 89. Secções transversais das camadas fabricadas: (a) n.6 e (b) n.7.

Os parâmetros ideais de processo para o processo L-DED num substrato PBF são mostrados na Tabela 34.

Tabela 34. Conjunto de referência dos parâmetros do processo L-DED.

	P (W)	F (mm/min)	Q (g/min)	P/F
Ref.	600	525	5.5	1.143
Reduced	500	525	5.5	0.952

A fabricação sobre uma espessura do substrato de apenas 1 mm é viável, mas com uma deformação significativa da peça, como mostra a Figura 90 abaixo.



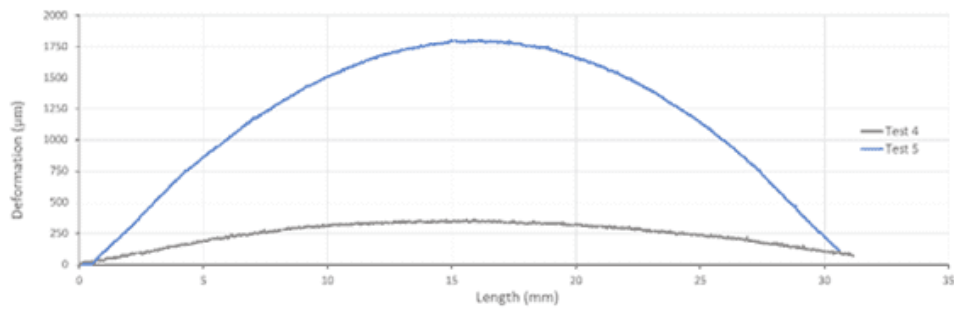


Figura 90. Medidas de deformação em provetes de teste n°4 e n°5.

Como conclusão do trabalho realizado para a Vidrimolde, foram definidos os parâmetros ideais de fabrico: potência laser (P) de 500 W, taxa de alimentação (F) de 525 mm/min e taxa de fluxo de pó (Q) de 5,5 g/min são os parâmetros ótimos para a deposição de material em substratos finos. Com estes parâmetros, substratos tão finos como 0,7 mm podem ser utilizados no fabrico de cordões individuais.

5. CONCLUSÕES

Os materiais utilizados nos cinco projetos-piloto foram caracterizados em termos de microestrutura, propriedades mecânicas e outras características relevantes. Em todos os casos, os materiais foram escolhidos de acordo com os requisitos de cada aplicação e, após o intenso trabalho de caracterização realizado no ADDITool, pode ser confirmado que todos os materiais cumpriram com sucesso os requisitos.

6. REFERÊNCIAS

- [1] J. Schindelin *et al.*, “Fiji: an open-source platform for biological-image analysis,” *Nat. Methods*, vol. 9, no. 7, pp. 676–682, Jul. 2012.
- [2] Mirko Sinico; Ann Witvrouw; Wim Dewulf, “Influence of the particle size distribution on surface quality of Maraging 300 parts produced by Laser Powder Bed Fusion.” Nantes, France, pp. 1–4, 2019.
- [3] J. P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, and B. Lauwers, “Selective laser melting of iron-based powder,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 149, no. 1–3, pp. 616–622, Jun. 2004.
- [4] J. Šafka, M. Ackermann, and L. Voleský, “Structural properties of H13 tool steel parts produced with use of selective laser melting technology,” *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 709, p. 012004, Apr. 2016.
- [5] G. Kasperovich, R. Becker, K. Artzt, P. Barriobero-Vila, G. Requena, and J. Haubrich, “The effect of build direction and geometric optimization in laser powder bed fusion of Inconel 718 structures with internal channels,” *Mater. Des.*, vol. 207, p. 109858, Sep. 2021.
- [6] L. Cao, J. Li, J. Hu, H. Liu, Y. Wu, and Q. Zhou, “Optimization of surface roughness and dimensional accuracy in LPBF additive manufacturing,” *Opt. Laser Technol.*, vol. 142, p. 107246, Oct. 2021.
- [7] A. du Plessis, “Effects of process parameters on porosity in laser powder bed fusion revealed by X-ray tomography,” *Addit. Manuf.*, vol. 30, p. 100871, Dec. 2019.
- [8] T. Reiber, J. Rüdeshiem, M. Weigold, E. Abele, J. Musekamp, and M. Oechsner, “Influence of contour scans on surface roughness and pore formation using Scalmalloy® manufactured by laser powder bed fusion (PBF-LB),” *Materwiss. Werksttech.*, vol. 52, no. 4, pp. 468–481, Apr. 2021.
- [9] K. Kempen, B. Vrancken, S. Buls, L. Thijs, J. Van Humbeeck, and J.-P. Kruth, “Selective Laser Melting of Crack-Free High Density M2 High Speed Steel Parts by Baseplate Preheating,” *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 136, no. 6, Dec. 2014.
- [10] J. Saewe, C. Gayer, A. Vogelpoth, and J. H. Schleifenbaum, “Feasibility Investigation for

- Laser Powder Bed Fusion of High-Speed Steel AISI M50 with Base Preheating System,” *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, vol. 164, no. 3, pp. 101–107, Mar. 2019.
- [11] S. Qin, S. Herzog, A. Kaletsch, and C. Broeckmann, “Effects of Pressure on Microstructure and Residual Stresses during Hot Isostatic Pressing Post Treatment of AISI M50 Produced by Laser Powder-Bed Fusion,” *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 4, p. 596, Apr. 2021.
- [12] M. Balbaa, S. Mekhiel, M. Elbestawi, and J. Mclsaac, “On selective laser melting of Inconel 718: Densification, surface roughness, and residual stresses,” *Mater. Des.*, vol. 193, p. 108818, Aug. 2020.
- [13] L. Scime and J. Beuth, “Melt pool geometry and morphology variability for the Inconel 718 alloy in a laser powder bed fusion additive manufacturing process,” *Addit. Manuf.*, vol. 29, p. 100830, Oct. 2019.
- [14] J. Kunz, J. Saewe, S. Herzog, A. Kaletsch, J. H. Schleifenbaum, and C. Broeckmann, “Mechanical Properties of High-Speed Steel AISI M50 Produced by Laser Powder Bed Fusion,” *steel Res. Int.*, vol. 91, no. 5, p. 1900562, May 2020.
- [15] T. DebRoy *et al.*, “Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 92, pp. 112–224, Mar. 2018.
- [16] BÖHLER, “W360 AMPO.” [Online]. Available: <https://www.bohler.fr/fr/products/w360-ampo-2/> (accessed February 23, 2023).
- [17] C. M. Fang, M. H. F. Sluiter, M. A. van Huis, C. K. Ande, and H. W. Zandbergen, “Origin of Predominance of Cementite among Iron Carbides in Steel at Elevated Temperature,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 105, no. 5, p. 055503, Jul. 2010.
- [18] F. Wang, D. Qian, L. Xie, Z. Dong, and X. Song, “Microstructure Evolution and Tempering Transformation Kinetics in a Secondary Hardened M50 Steel Subjected to Cold Ring Rolling,” *ISIJ Int.*, vol. 61, no. 1, pp. 361–371, Jan. 2021.
- [19] C. K. Ande and M. H. F. Sluiter, “First-Principles Calculations on Stabilization of Iron Carbides (Fe₃C, Fe₅C₂, and η-Fe₂C) in Steels by Common Alloying Elements,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 43, no. 11, pp. 4436–4444, Nov. 2012.
- [20] E. . Morra, P.V., Böttger, A.J. & Mittemeijer, “Decomposition of Iron-based Martensite. A kinetic analysis by means of differential scanning calorimetry and dilatometry,” *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 64, pp. 905–914, 2001.
- [21] A. Verma, M. Sundararaman, J. B. Singh, and S. A. Nalawade, “A new method for determining the Curie temperature using a dilatometer,” *Meas. Sci. Technol.*, vol. 21, no. 10, p. 105106, Oct. 2010.
- [22] V. B. E. -Co KG, “Hot Work Tool Steel. BÖHLER W360 ISOBLOC.”
- [23] P. Yang *et al.*, “Effect of thermal annealing on microstructure evolution and mechanical behavior of an additive manufactured AlSi10Mg part,” *J. Mater. Res.*, vol. 33, no. 12, pp. 1701–1712, Jun. 2018.
- [24] P. D. Nezhadfar, S. Thompson, A. Saharan, N. Phan, and N. Shamsaei, “Structural

- integrity of additively manufactured aluminum alloys: Effects of build orientation on microstructure, porosity, and fatigue behavior,” *Addit. Manuf.*, vol. 47, p. 102292, Nov. 2021.
- [25] M. Buttard *et al.*, “Multi-scale microstructural investigation of a new Al-Mn-Ni-Cu-Zr aluminium alloy processed by laser powder bed fusion,” *Materialia*, vol. 18, p. 101160, Aug. 2021.
- [26] J. R. Croteau *et al.*, “Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting,” *Acta Mater.*, vol. 153, pp. 35–44, Jul. 2018.
- [27] C. Galera-Rueda, M. L. Montero-Sistiaga, K. Vanmeensel, M. Godino-Martínez, J. Llorca, and M. T. Pérez-Prado, “Icosahedral quasicrystal-enhanced nucleation in Al alloys fabricated by selective laser melting,” *Addit. Manuf.*, vol. 44, p. 102053, Aug. 2021.
- [28] S. Griffiths, M. D. Rossell, J. Croteau, N. Q. Vo, D. C. Dunand, and C. Leinenbach, “Effect of laser rescanning on the grain microstructure of a selective laser melted Al-Mg-Zr alloy,” *Mater. Charact.*, vol. 143, pp. 34–42, Sep. 2018.
- [29] J. H. Martin, B. D. Yahata, J. M. Hundley, J. A. Mayer, T. A. Schaedler, and T. M. Pollock, “3D printing of high-strength aluminium alloys,” *Nature*, vol. 549, no. 7672, pp. 365–369, Sep. 2017.
- [30] R. Mertens, L. Baert, K. Vanmeensel, and B. Van Hooreweder, “Laser powder bed fusion of high strength aluminum,” *Mater. Des. Process. Commun.*, vol. 3, no. 5, Oct. 2021.
- [31] R. A. Michi *et al.*, “Microstructural evolution and strengthening mechanisms in a heat-treated additively manufactured Al-Cu-Mn-Zr alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 840, p. 142928, Apr. 2022.
- [32] A. B. Spierings *et al.*, “Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting,” *Mater. Des.*, vol. 115, pp. 52–63, Feb. 2017.
- [33] P. J. Spierings, A. B., Dawson, K., Voegtlin, M., & Palm, F., Uggowitzer, “Microstructure and mechanical properties of as-processed scandium-modified aluminum using selective laser melting,” *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 65, pp. 213–216, 2016.
- [34] K. V. Yang, Y. Shi, F. Palm, X. Wu, and P. Rometsch, “Columnar to equiaxed transition in Al-Mg(-Sc)-Zr alloys produced by selective laser melting,” *Scr. Mater.*, vol. 145, pp. 113–117, Mar. 2018.
- [35] H. Zhang, H. Zhu, X. Nie, J. Yin, Z. Hu, and X. Zeng, “Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy,” *Scr. Mater.*, vol. 134, pp. 6–10, Jun. 2017.
- [36] P. Yang, L. A. Deibler, D. R. Bradley, D. K. Stefan, and J. D. Carroll, “Microstructure evolution and thermal properties of an additively manufactured, solution treatable AlSi10Mg part,” *J. Mater. Res.*, vol. 33, no. 23, pp. 4040–4052, Dec. 2018.
- [37] J. Costa, E. Sequeiros, M. T. Vieira, and M. Vieira, “Additive Manufacturing,” *U.Porto J. Eng.*, vol. 7, no. 3, pp. 53–69, Apr. 2021.
- [38] T. C. Henry, M. A. Morales, D. P. Cole, C. M. Shumeyko, and J. C. Riddick, “Mechanical

- behavior of 17-4 PH stainless steel processed by atomic diffusion additive manufacturing,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 114, no. 7–8, pp. 2103–2114, Jun. 2021.
- [39] C. S. Y. Wu, R.M. German, D. Blaine, B. Marx, “Effects of residual carbon content on sintering shrinkage, microstructure and mechanical properties of injection molded 17-4 PH stainless steel,” *J. Mater. Sci.*, vol. 37, pp. 3573–3583, 2002.
- [40] S. Sabooni *et al.*, “Laser powder bed fusion of 17–4 PH stainless steel: A comparative study on the effect of heat treatment on the microstructure evolution and mechanical properties,” *Addit. Manuf.*, vol. 46, p. 102176, Oct. 2021.
- [41] S.-M. Yeon *et al.*, “Normalizing Effect of Heat Treatment Processing on 17-4 PH Stainless Steel Manufactured by Powder Bed Fusion,” *Metals (Basel)*, vol. 12, no. 5, p. 704, Apr. 2022.
- [42] L. Zai *et al.*, “Laser Powder Bed Fusion of Precipitation-Hardened Martensitic Stainless Steels: A Review,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 2, p. 255, Feb. 2020.
- [43] J. Schröder *et al.*, “On the influence of heat treatment on microstructure and mechanical behavior of laser powder bed fused Inconel 718,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 805, p. 140555, Feb. 2021.
- [44] M. Ozer, “Influence of heat treatments on microstructure and wear behavior of AISI H13 tool steel,” *Kov. Mater. Mater.*, vol. 60, no. 6, Nov. 2022.
- [45] “Markforged_H13_V1.1_fr.pdf.” 2023.
- [46] P. Nandwana, R. Kannan, and D. Siddel, “Microstructure evolution during binder jet additive manufacturing of H13 tool steel,” *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101534, Dec. 2020.
- [47] “17-4PH-v2-SS-Datasheet.pdf.” 2023.
- [48] C. Rowolt, B. Milkereit, A. Springer, C. Kreyenschulte, and O. Kessler, “Dissolution and precipitation of copper-rich phases during heating and cooling of precipitation-hardening steel X5CrNiCuNb16-4 (17-4 PH),” *J. Mater. Sci.*, vol. 55, no. 27, pp. 13244–13257, Sep. 2020.
- [49] “SITHERM 2344 Steel (Mat.No. 1.2344, DIN X40CrMoV51, AISI H13).” 2023.
- [50] F. Deirmina, N. Peghini, B. AlMangour, D. Grzesiak, and M. Pellizzari, “Heat treatment and properties of a hot work tool steel fabricated by additive manufacturing,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 753, pp. 109–121, Apr. 2019.
- [51] F. Christien, M. T. F. Telling, and K. S. Knight, “A comparison of dilatometry and in-situ neutron diffraction in tracking bulk phase transformations in a martensitic stainless steel,” *Mater. Charact.*, vol. 82, pp. 50–57, Aug. 2013.
- [52] R. Kapoor and I. S. Batra, “On the α' to γ transformation in maraging (grade 350), PH 13-8 Mo and 17-4 PH steels,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 371, no. 1–2, pp. 324–334, Apr. 2004.
- [53] H. R. Lashgari, C. Kong, E. Adabifiroozjaei, and S. Li, “Microstructure, post thermal treatment response, and tribological properties of 3D printed 17-4 PH stainless steel,”

Wear, vol. 456–457, p. 203367, Sep. 2020.

Interreg Sudoe ADDITOOL



EUROPEAN UNION

European Regional Development Fund

www.additool.eu