

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

AMANDA DA CUNHA LEMOS

**DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA DE
INCONEL 625 COM REFORÇO DE CARBETO DE NIÓBIO POR FUSÃO EM
LEITO DE PÓ A LASER**

Florianópolis
2023

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

AMANDA DA CUNHA LEMOS

**DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA DE
INCONEL 625 COM REFORÇO DE CARBETO DE NIÓBIO POR FUSÃO EM
LEITO DE PÓ A LASER**

Trabalho apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina como parte dos requisitos para a obtenção do título de Engenheira de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Márcio Celso Fredel

Florianópolis
2023

Lemos, Amanda da Cunha

Desenvolvimento de compósitos de matriz metálica de inonel 625 com reforço de carbeto de nióbio por fusão em leito de pó a laser / Amanda da Cunha Lemos ; orientador, Márcio Celso Fredel , 2023.

70 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Graduação em Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2023.

Inclui referências.

1. Engenharia de Materiais. 2. Fusão em leito de pó a laser. 3. Compósitos de matriz metálica . 4. Inonel 625. I. Fredel , Márcio Celso . II. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia de Materiais. III. Título.

AMANDA DA CUNHA LEMOS

**DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA DE
INCONEL 625 COM REFORÇO DE CARBETO DE NIÓBIO POR FUSÃO EM
LEITO DE PÓ A LASER**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para a obtenção do título de Engenheira de Materiais e aprovado em sua forma final pela Comissão examinadora e pelo Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 13 de julho de 2023

Prof. Dr. Cristiano Binder
Coordenador do Curso

Prof. Dr. Fernando Antônio Forcellini
Professor da Disciplina Trabalho de Conclusão de Curso

COMISSÃO EXAMINADORA:

Prof. Dr. Márcio Celso Fredel
Orientador
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Milton Pereira
Avaliador
Universidade Federal de Santa Catarina

M. Eng. André Bittencourt Cabral
Avaliador
Universidade Federal de Santa Catarina

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Universidade Federal de Santa Catarina por a oportunidade de formação acadêmica em uma instituição pública e de qualidade.

Ao meu orientador Prof. Dr. Márcio Celso Fredel por toda orientação e direcionamento ao longo do trabalho.

Ao Prof. Dr Milton Pereira por seus conhecimentos e auxílios principalmente na parte de processamento à laser.

Ao meu colega e amigo Guilherme Mazieiro Volpato por toda disponibilidade e paciência para sanar dúvidas desenvolvidas ao longo do trabalho.

Ao Núcleo de Pesquisas em Materiais Cerâmicos e Compósitos, ao Laboratório de Mecânica de Precisão e ao Laboratório de Materiais por a disponibilidade de equipamentos e infraestrutura.

À empresa Alkimat Ltda por sua atuação como colaboradora e facilitadora na confecção de amostras.

Aos colegas de laboratório a quem recorri diversas vezes para direcionamentos, tomadas de decisão e treinamentos.

À minha família, em especial meu pai e minha mãe por o constante incentivo ao longo de toda a jornada acadêmica e por sempre acreditarem em mim.

Às amigas feitas ao longo da graduação em Blumenau e Florianópolis, responsáveis por momentos de descontração e a todos aqueles que de algum forma tornaram esse período mais leve.

“O homem erudito é um descobridor de fatos que já existem - mas o homem sábio é um criador de valores que não existem e que ele faz existir.”

(Albert Einstein)

RESUMO

O presente trabalho descreve a produção e caracterização de compósitos de Inconel 625 reforçados com carbeto de nióbio (NbC) via fusão em leito de pó a laser ou *laser powder bed fusion* (L-PBF). Discorre-se na revisão bibliográfica a respeito dos compósitos de matriz metálica, propriedades do Inconel 625 e do carbeto de nióbio, técnicas de manufatura aditiva com destaque para a fusão em leito de pó a laser, parâmetros de fabricação e defeitos oriundos do processo. Para a produção dos compósitos, o pó de carbeto de nióbio foi misturado com o pó de Inconel 625 na proporção de 10 wt%, com o auxílio de um moinho de bolas tipo gira jarros. Definiram-se parâmetros de processo para a fabricação de 25 cubos de Inconel 625/NbC via fusão em leito de pó a laser, variando-se a potência do laser e velocidade de varredura, enquanto os parâmetros espessura de camada, espaçamento entre linhas e diâmetro de feixe no foco mantiveram-se constantes. Após manufatura, os componentes foram encaminhados para a etapa de preparação metalográfica. O corte de amostras deu-se por meio de eletroerosão a fio, seguido por etapas de lixamento e polimento conforme procedimentos padrão de metalografia. Análises de densidade e porosidade desenvolveram-se através de imagens de microscópio ótico processadas em um programa para medição de porosidade, desenvolvido em Python com base no pacote OpenCV. Caracterizações microestruturais deram-se por meio de imagens obtidas via microscópio eletrônico de varredura e espectroscopia por energia dispersiva de raio X. Determinou-se ainda a microdureza dos compósitos para fins de caracterização mecânica. A escolha de valores adequados para parâmetros de potência do laser, velocidade de varredura e por consequência densidade de energia laser, mostrou-se importante para obtenção de componentes com densidade > 99% e taxas reduzidas de porosidade. A avaliação das amostras produzidas mostrou que a fusão em leito de pó a laser foi capaz de fabricar compósitos com partículas de reforço parcialmente dissolvidas na matriz metálica. Os resultados de microdureza foram superiores aos encontrados em componentes fabricados apenas de Inconel 625, embora constatados defeitos de processo como poros arredondados e irregulares e inclusões de carbeto de nióbio.

Palavras-chave: *fusão em leito de pó a laser; compósitos matriz metálica; Inconel 625.*

ABSTRACT

The present work describes the production and characterization of Inconel 625 composites reinforced with niobium carbide (NbC) manufactured by Laser Powder Bed Fusion. The literature review discusses metal matrix composites, properties of Inconel 625 and niobium carbide, additive manufacturing techniques with a focus on laser powder bed fusion, manufacturing parameters, and process related defects. For the composites production, niobium carbide powder was mixed with Inconel 625 powder in a proportion of 10 %wt. using a ball mill. Process parameters were defined for the manufacturing of 25 Inconel 625/NbC cubes via laser powder bed fusion, varying laser power and scanning speed, while layer thickness, hatch spacing, and laser spot size were maintained constant. After production, the components were prepared for metallographic analysis. Sample cutting was performed using wire electrical discharge machining, followed by grinding and polishing according to standard metallographic procedures. Density and porosity analyses were conducted using optical microscope images processed with a custom Python program based on the OpenCV package. Microstructural characterizations were performed using scanning electron microscopy images and energy-dispersive X-ray spectroscopy analysis. The microhardness of the composites was also determined for mechanical characterization purposes. The selection of appropriate laser power, scanning speed and thus laser energy density parameters proved to be crucial in achieving components with density >99% and reduced levels of porosity. The evaluation of the produced samples demonstrated that laser powder bed fusion was capable of producing composites with reinforcement particles partial dissolved in the metal matrix. Microhardness results were superior then the ones obtained for components manufactured only with Inconel 625, even though the presence of process defects such as circular and irregular pores and niobium carbide inclusions were identified .

Keywords: *Laser powder bed fusion; metal matrix composites; Inconel 625.*

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura cristalina da fase γ'' - Ni ₃ Nb. Fonte: (DUPONT; LIPPOLD; KISER, 2009).....	19
Figura 2 - Etapas do processo genérico de manufatura aditiva. Fonte: (GIBSON et al. 2010).....	22
Figura 3 - Funcionamento do processo L-PBF. (i) o laser funde áreas selecionadas ao longo do leito de pó. (ii) o mesmo processo é repetido para todas as camadas subsequentes. (iii) o pó não fundido é removido e o componente final revelado. Fonte: (YAP et al., 2015).....	24
Figura 4 - Parâmetros do processo L-PBF: potência do laser, velocidade de varredura, espaçamento entre linhas e espessura de camada. Fonte: (YAP et al., 2015).	26
Figura 5 - Morfologia macro da poça de fusão do tipo keyhole (a) e condução (b). Fonte: (YU et al.2019).....	28
Figura 6 - Tipos de estratégias de varredura. A, unidirecional, B, bidirecional, C, bidirecional com rotação de 90° entre camadas, D, tabuleiro de xadrez ou ilha. Fonte: Adaptado de (YU et al. 2019).....	29
Figura 7 - Micrografias de amostras de Inconel 625 processadas via L-PBF, indicando a presença de poros de formato arredondado e irregular. Fonte: (BENOIT et al. 2021). .	31
Figura 8 - Micrografias de microscópio eletrônico de varredura, dos pós utilizados no processo: Pó de Inconel 625 (a); Pó de carbeto de nióbio (b). Backscattered contrast. Fonte: A autora.	32
Figura 9 - Moinho de bolas do tipo gira jarros. Fonte: A autora.	32
Figura 10 - Micrografia de microscópio eletrônico de varredura da mistura de pós IN625/NbC. Backscattered contrast. Fonte: A autora.	33
Figura 11 - Impressora 3D Laser Funde 200. Fonte: (ALKIMAT, 2022).....	33
Figura 12 - Processo de fabricação das amostras via fusão em leito de pó a laser. Fonte: A autora.	35
Figura 13 - Máquina de corte eletroerosão a fio: fio de molibdênio (a) e disposição de amostras para corte (b). Fonte: A autora.	36
Figura 14 - Amostras obtidas via L-PBF. Fonte: A autora.....	37
Figura 15 - Imagens de microscópio ótico com magnificação de 2 mm exibindo a porosidade das amostras fabricadas com diferentes parâmetros de potência do laser e velocidade de varredura, com valores correspondentes de densidade (%) escritos abaixo das imagens individuais. Fonte: A autora.....	38
Figura 16 - Densidade das amostras obtidas a partir de diferentes densidades de energia laser. Fonte: A autora.....	40
Figura 17 - Efeito da velocidade de varredura e da potência do laser no nível de porosidade das amostras. Fonte: A autora.	41
Figura 18 - Diâmetro médio de poros em função da densidade de energia laser. Fonte: A autora.	42
Figura 19 - Área média de poros em função da densidade de energia laser. Fonte: A autora.	42
Figura 20 - Relação da esfericidade percentual média de poros com o diâmetro médio de poros. Fonte: A autora.	45
Figura 21 - Análise gráfica da amostra A4: área de poros (a); frequência de poros (b); porosidade acumulada (c). Fonte: A autora.	45
Figura 22 - Análise gráfica da amostra A2. Fonte: A autora.	46

Figura 23 - Análise gráfica da amostra A1. Fonte: A autora.	47
Figura 24 - Micrografias de MEV da Amostra 1 após ataque químico com reagente Nital 10s (a), Kalling no. 2 durante 10s (b), 40s (c) e 60s (d). Backscattered contrast. Fonte: A autora.	48
Figura 25 - Micrografias de MEV da Amostra 4 após ataque químico com reagente Kalling no. 2 durante 10 s (a) e 60 s (b). Fonte: A autora.	49
Figura 26 - Micrografias de MEV das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c) com delimitações de poros e regiões de concentração de NbC. Backscattered contrast. Fonte: A autora.	50
Figura 27 - Micrografias de MEV com aumento de 100x das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c) com delimitação de poros e defeitos irregulares presentes nos compósitos de matriz metálica. Backscattered contrast. Fonte: A autora.	51
Figura 28 - Micrografias de MEV com aumento de 200x das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c) com delimitação de regiões e partículas de pó não fundidas. Backscattered contrast. Fonte: A autora.	52
Figura 29 - Desenho esquemático do processo L-PBF demonstrando a formação de defeitos para valores baixos (a) e altos (b) de espaçamento entre linha. Fonte: (SHI et al., 2016).	53
Figura 30 - Exemplo da interação entre o reforço cerâmico e a matriz metálica, com delimitação de áreas para análise (a), espectro de elementos (b) e tabela de resultados (c) de EDS. Fonte: A autora.	55
Figura 31 - Delimitação de áreas para a análise de EDS das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c). Fonte: A autora.	56
Figura 32 - Espectros de EDS para análise de composição química das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c) Fonte: A autora.	56
Figura 33 - Microdureza Vickers das amostras A1-A25 fabricadas via L-PBF em função da densidade de energia laser. Fonte: A autora.	59
Figura 34 - Microdureza Vickers das amostras A1, A2 e A4 fabricadas via L-PBF em função da densidade de energia laser. Fonte: A autora.	59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química da liga de Inconel 625, onde bal. significa balance composition ou composição de balanço. Fonte: Elaborado a partir de (REED, 2006). .	18
Tabela 2 - Propriedades físicas do Inconel 625. Fonte: Elaborado a partir de (BRANDES; BROOK, 2013).	18
Tabela 3 - Propriedades do carbetto de nióbio. Fonte: Elaborado a partir de (PIERSON, 1996).	20
Tabela 4 - Classificação dos processos de manufatura aditiva segundo a ASTM. Fonte: Elaborado a partir de (GAO et al., 2015).	23
Tabela 5 - Composição química da liga de Inconel 625 utilizada nas amostras, onde bal. significa balance composition ou composição de balanço. Fonte: Elaborado a partir de (SILVA et al., 2020).	31
Tabela 6 - Parâmetros de potência do laser, velocidade de varredura e densidade de energia laser utilizados para fabricação de amostras de Inconel 625/ NbC. Fonte: A autora.	34
Tabela 7 - Medidas de diâmetro e área de poros. Fonte: A autora.	43
Tabela 8 - Quantificação de elementos químicos presentes nas amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c) por meio da análise de EDS. Fonte: A autora.	57
Tabela 9 - Microdureza Vickers de amostras de IN625 e IN625/NbC fabricadas em diferentes condições Fonte: A autora.	60

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
CAD	Computer Aided Design
CAM	Computer Aided Manufacturing
CERMAT	Núcleo de Pesquisas em Materiais Cerâmicos e Compósitos
CNC	Computer Numerical Controlled
DZ	Deposition zone
EDM	Electrical Discharge Machining
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy
HAZ	Heat affected zone
HV	Dureza Vickers
IFSC	Instituto Federal de Santa Catarina
L-PBF	Laser Powder Bed Fusion
LABMAT	Laboratório de Materiais
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation
LMP	Laboratório de Mecânica de Precisão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MMC	Metal Matrix Composite
RZ	Re-melting zone
STL	Standard Triangle Language

LISTA DE SÍMBOLOS

d	Espessura de camada
h	Espaçamento entre linhas
P	Potência do laser
v	Velocidade de varredura
γ	Fase gamma prime
γ	Fase gamma double prime
δ	Fase delta
η	Densidade de energia laser
μm	Micrometros

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
2. OBJETIVOS	16
2.1. Objetivo geral	16
2.2. Objetivos específicos	16
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
3.1. Compósitos de matriz metálica.....	16
3.2. Inconel 625	17
3.3. Carbetos de nióbio.....	20
3.4. Manufatura Aditiva.....	21
3.5. Fusão em leito de pó a laser.....	24
3.6. Parâmetros do processo L-PBF	25
3.6.1. Potência do laser e velocidade de varredura.....	26
3.6.2. Espessura de camada	27
3.6.3. Espaçamento entre linhas	27
3.6.4. Densidade de energia laser	27
3.6.5. Estratégia de varredura	29
3.7. Defeitos oriundos do processo de fusão em leito de pó a laser	30
3.7.1. Poros	30
4. MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1. Materiais utilizados.....	31
4.2. Mistura e homogeneização de pós	32
4.3. Sistema de fusão em leito de pó a laser	33
4.4. Preparação de amostras	35
4.5. Análise de densidade, caracterização microestrutural e mecânica	36
5. RESULTADOS	37
5.1. Comportamento de densificação e porosidade	37
5.1.1. Análise de diâmetro, área e esfericidade de poros.....	41
5.2. Caracterização microestrutural	47
5.2.1. Ataque químico.....	47
5.2.2. Microestrutura e composição química.....	49
5.3. Caracterização mecânica	58
5.3.1. Ensaio de microdureza.....	58
6. CONCLUSÃO	61
6.1. Sugestões de trabalhos futuros	62
7. REFERÊNCIAS	63
APÊNDICE A	66
APÊNDICE B	67

1. INTRODUÇÃO

As superligas à base de níquel, como o Inconel 625, demonstram-se como materiais adequados para aplicações majoritariamente aeroespaciais, devido necessidade de resistência a altas temperaturas. No entanto, considerando todos os materiais envolvidos na produção de sistemas aeroespaciais, as superligas à base de níquel possuem uma densidade alta, induzindo a falhas por fluência em materiais associados (BOYCE, 2002).

A adição de um reforço cerâmico como uma segunda fase em uma matriz metálica apresenta-se como uma possibilidade para reduzir esses danos, minimizando a densidade do material e absorvendo parte da carga sofrida. O carbeto de nióbio é uma variedade favorável de partícula de reforço devido sua alta resistência e pesquisa limitada na literatura, considerando a baixa disponibilidade de nióbio em países estrangeiros.

Considera-se a fusão em leito de pó a laser uma das tecnologias avançadas de manufatura aditiva amplamente desenvolvida para construção de componentes, com alta densidade e redução de pós-processamento (YAP et al., 2015). Trabalhos anteriores abordam a técnica L-PBF como um método promissor para a produção de compósitos de matriz metálica, especialmente de geometria complexa, considerando sua ampla versatilidade, alta taxa de produção e precisão, a custos mais baixos. O conjunto de parâmetros utilizados no processo L-PBF influencia na formação de defeitos e na densidade de componentes, fazendo-se necessária a determinação de uma janela de processamento adequada (YU et al., 2019).

Nesse contexto, fabricaram-se compósitos de Inconel 625 reforçados com partículas de NbC (10% wt.) via L-PBF, variando-se os parâmetros de potência do laser e velocidade de varredura. Realizaram-se análises para determinar o comportamento de densificação das amostras, microestrutura, composição química e microdureza.

As amostras obtidas revelaram a presença das partículas de NbC na matriz de Inconel 625, caracterizando de fato um compósito de matriz metálica. Reportam-se amostras com densidade > 99% e taxas reduzidas de porosidade, fabricadas com baixa velocidade de varredura. Houve, além disso, influência do parâmetro de processo densidade de energia laser na densidade de amostras, diâmetro e área de poros. Relatou-se a presença de compósitos com microdureza superior a componentes fabricados apenas de Inconel 625, embora constatados defeitos de processo como poros arredondados e irregulares e partículas aglomeradas de carbeto de nióbio.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

Desenvolver compósitos de Inconel 625 com reforço de carbetos de nióbio fabricados via fusão em leito de pó a laser.

2.2. Objetivos específicos

- Determinar a composição de materiais e definir parâmetros de mistura e homogeneização.
- Definir parâmetros de processamento e investigar suas influências nos compósitos fabricados.
- Caracterizar os compósitos segundo comportamento de densificação, microestrutura, composição química e microdureza.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A presente revisão bibliográfica visa descrever a fundamentação teórica referente aos conteúdos englobados neste trabalho. Ao longo desse tópico serão expostas informações a respeito dos compósitos de matriz metálica e dos materiais utilizados como fase de matriz e reforço, o Inconel 625 e carbetos de nióbio respectivamente.

Em sequência faz-se um breve resumo acerca dos processos de manufatura aditiva, com destaque para a fusão em leito de pó a laser, seguido por detalhamento de parâmetros do processo como potência do laser, velocidade de varredura, espessura de camada, espaçamento entre linhas, densidade de energia laser e estratégia de varredura. Para finalizar, discorre-se sobre um dos defeitos oriundos da fusão em leito de pó a laser, a presença de poros.

3.1. Compósitos de matriz metálica

Materiais compósitos constituem uma classe de materiais com propriedades específicas e não usuais originadas da combinação de dois ou mais materiais diferentes. A maioria dos materiais compósitos são constituídos por uma fase contínua denominada matriz que envolve uma segunda fase dispersa (CALLISTER, 2016).

Os compósitos de matriz metálica ou *Metal Matrix Composites* (MMCs) são constituídos por uma matriz contínua de metal ou liga metálica com reforço na forma de

partícula, fibras curtas ou *whisker*, ou fibras contínuas (CHAWLA, 2012). Os compósitos com reforços na forma de partículas possuem destaque no mercado automotivo, aeroespacial e militar para aplicações estruturais devido alta resistência, estabilidade térmica, ductilidade e isotropia quando comparados aos compósitos reforçados com fibras (YU et al., 2019).

Os materiais mais utilizados como matriz metálica são alumínio, cobalto, cobre, ferro, magnésio, níquel e titânio. Para aplicações estruturais empregam-se materiais mais leves como alumínio e titânio e para uso em temperaturas elevadas as ligas de níquel e cobalto. Como fase de reforço destacam-se Al_2O_3 , B_4C , BeO , NbC , SiC , TaC , TiB , TiC e WC , sendo o reforço de SiC o mais utilizado comercialmente (Li et al., 2021).

Diferentes processos são utilizados para a fabricação de MMCs e a escolha do mais adequado varia de acordo com os materiais de matriz e reforço utilizados, ligação interfaciais entre eles, propriedades desejadas, custos e outros fatores (BHAURKAR et al., 2020). Os processos mais conhecidos são *stir casting*, *squeeze casting*, metalurgia do pó, sinterização por plasma ou *spark plasma sintering*, deposição por energia direcionada (BHAURKAR et al., 2020), prensagem isostática a quente, laser *cladding* e fusão em leito de pó a laser (AVILA, 2020).

3.2. Inconel 625

O Inconel 625 é uma superliga a base de níquel e cromo, facilmente soldável, dúctil altamente resistente a oxidação e corrosão (GRABOS et al., 2021), resistente ao escoamento, fluência e fadiga (DINDA; DASGUPTA; MAZUMDER, 2009). Devido a essas propriedades, tem sido amplamente utilizada em aplicações aeroespaciais, químicas, petroquímicas e marítimas (DINDA; DASGUPTA; MAZUMDER, 2009), com destaque em componentes que necessitam suportar elevada temperatura de trabalho como motores a jato, turbinas a gás e sistemas de combustão (GRABOS et al., 2021). A composição química da liga de Inconel 625 é descrita na Tabela 1 seguida de suas propriedades físicas na Tabela 2.

Tabela 1 - Composição química da liga de Inconel 625, onde bal. significa balance composition ou composição de balanço. Fonte: Elaborado a partir de (REED, 2006).

Elemento	Ni	Cr	Co	Mo	Nb	Al	Ti	Fe	C
Quantidade [%]	bal	21.5	-	9.0	3.6	0.2	0.2	2.5	0.05

Tabela 2 - Propriedades físicas do Inconel 625. Fonte: Elaborado a partir de (BRANDES; BROOK, 2013).

Propriedade	Valor
Densidade	8.44 g/cm ³
Coefficiente de expansão térmica	12.8 10 ⁻⁶ K ⁻¹ (20-100°C)
Calor específico	410 Jkg ⁻¹ K ⁻¹
Condutividade térmica	9.8 Wm ⁻¹ K ⁻¹
Resistividade elétrica	129 μΩ cm

Com base na Tabela 1 percebe-se que a liga de Inconel 625 é composta por uma boa parte de elementos químicos. Presentes em maior quantidade, além do cromo (Cr) e Níquel (Ni), estão o Molibidênio (Mo) e o Nióbio (Nb). Esses dois últimos elementos são responsáveis pelo endurecimento da matriz (DINDA; DASGUPTA; MAZUMDER, 2009). Originalmente, o Inconel 625 desenvolvido pela *Inco alloys International Inc.* foi concebido como um material de boa estabilidade térmica e endurecido por solução sólida, com pequenas quantidades de Al e Ti, quando comparado a outras ligas de Inconel (MATHEW; PARAMESWARAN; RAO, 2008). No entanto, percebeu-se que quando exposto a condições específicas, exibia microestrutura complexa devida precipitação de fases intermetálicas responsáveis pelo endurecimento da matriz (DINDA; DASGUPTA; MAZUMDER, 2009).

Dessas fases destacam-se três. Primeiramente a fase gamma prime γ' a qual origina precipitados do tipo Ni₃(Al,Ti) e fornece endurecimento da matriz em temperaturas acima de ~ 800°C (DUPONT; LIPPOLD; KISER, 2009). No caso do Inconel 625 essa fase possui menor destaque devido quantidades mais baixas desses elementos na superliga. Um aumento adicional de resistência da fase γ' pode ocorrer por meio do endurecimento por solução sólida. Nesse caso a resistência adicional é fornecida por a dissolução do Nb ou Mo diretamente na fase γ' formando a fase gamma double prime (γ'') com precipitados do tipo Ni₃Nb ou Ni₃Mo (DUPONT; LIPPOLD; KISER, 2009). A estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado da fase Ni₃Nb é demonstrada na Figura 1 onde os átomos de

NbC são representados por meio das esferas escuras. No entanto, a fase γ'' é metaestável e normalmente dado longos períodos de exposição a elevadas temperaturas é substituída por a fase ortorrômbica δ com a mesma composição estequiométrica de Ni_3Nb ou Ni_3Mo (DUPONT; LIPPOLD; KISER, 2009). A fase δ é geralmente indesejável devido sua incoerência com a matriz Ni e, portanto, não é uma fase de endurecimento efetiva, além disso pode tornar o material frágil associado a perda de ductilidade.

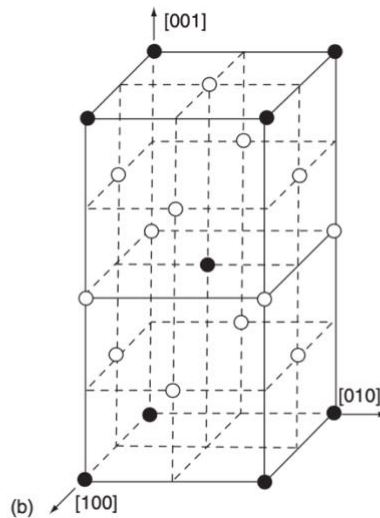


Figura 1 - Estrutura cristalina da fase γ'' - Ni_3Nb . Fonte: (DUPONT; LIPPOLD; KISER, 2009).

As limitações do Inconel 625 estão relacionadas a sua elevada dureza, o que dificulta a usinagem por meio de processos convencionais de manufatura subtrativa, fazendo-se necessária a escolha de ferramentas e parâmetros de usinagem adequados. Por esse motivo, a demanda por peças com geometrias complexas e necessidade de alta temperatura de sistema para melhor eficiência do processo convencional, tornam o Inconel 625 um candidato ideal para construção de componentes por meio de manufatura aditiva (NAYAK et al., 2020), técnica a ser discutida posteriormente nesse trabalho.

Além disso, considerando a aplicação do Inconel 625 no setor de engenharia aeroespacial faz-se necessário levar em consideração a densidade relativamente alta da super liga de níquel frente a todos os materiais envolvidos na fabricação desses componentes, induzindo a falhas por fluência em materiais associados (BOYCE, 2002). A adição de um reforço cerâmico como uma segunda fase em uma matriz metálica apresenta-se como uma possibilidade para reduzir a taxa de fluência e densidade do

material, uma vez que atua como um mecanismo de sustentação recebendo os esforços mecânicos antes absorvidos por parte da matriz metálica (LEMOS et al., 2022).

3.3. Carbeto de nióbio

O carbeto de nióbio (NbC), conhecido como um carbeto de metal de transição, possui alto ponto de fusão, alta dureza e alta condutividade térmica e elétrica. Por essas razões é indicado para aplicações como ferramentas de corte e retificação, revestimentos de contatos elétricos e de filmes finos resistentes a difusão de dispositivos de microcircuitos (CUPPARI; SANTOS, 2016). Algumas das propriedades do NbC são representadas na Tabela 3 com seus respectivos valores.

Tabela 3 - Propriedades do carbeto de nióbio. Fonte: Elaborado a partir de (PIERSON, 1996).

Propriedade	Valor
Densidade	7.85 g/cm ³
Massa molar	104,92 g/mol
Ponto de fusão	3600 °C
Estrutura cristalina	Cúbica de face centrada
Dureza vickers	19,65 GPa
Condutividade térmica	14.2 W/m °C a 20°C

Ao contrário dos outros carbetos de transição mais populares industrialmente como o carbeto de titânio (TiC) e o de tungstênio (WC), o NbC tem recebido menos atenção, embora possua influência na microestrutura e propriedades finais dos aços e ferros fundidos (CUPPARI; SANTOS, 2016). Além disso, quando comparado ao WC, o NbC apresenta menor densidade, 7,81 g/cm³ contra 15,63 g/cm³, maior dureza em temperaturas elevadas, maior estabilidade térmica e baixa solubilidade em aços, o que torna o NbC resistente ao desgaste quando utilizado para usinagem de ligas (AVILA, 2020).

A possibilidade de utilização do NbC tem sido pouco explorada por questões de custo e disponibilidade em pequenos volumes nos países estrangeiros. O Brasil, no entanto, conta com grande disponibilidade da matéria prima nióbio, sendo responsável por 90% da produção mundial (CORDEIRO; GARATTONI, 2019), tornando vantajosa economicamente a utilização desse carbeto. Outro obstáculo associado ao carbeto de nióbio é sua dificuldade de processamento devido baixa capacidade de sinterização do

material. Essa questão pode ser resolvida por técnicas modernas de sinterização como *spark plasma sintering*, prensagem isostática à quente (CUPPARI; SANTOS, 2016) e fusão em leito de pó a laser.

O NbC por ser um carbeto pertencente ao grupo dos materiais cerâmicos, é um candidato a fase de reforço particulado em uma matriz metálica, configurando um compósito de matriz metálica. Juntamente com o Inconel 625, esse grupo de MMCs combina propriedades para obter compósitos de melhores propriedades mecânicas como maior dureza (GRABOS et al., 2021) e suprir limitações apresentadas por parte do Inconel 625, tornando-os adeptos a aplicações principalmente aeroespaciais.

Com relação a publicações, a revisão de literatura na base de dados Scopus mostrou que dos 190 trabalhos envolvendo o uso de carbeto de nióbio em compósitos de matriz metálica, apenas 13% encaixam-se no tema proposto¹. Desse número, pouco mais da metade refere-se a processos de laser *cladding*, metalurgia do pó e *spark plasma sintering*, constando apenas um trabalho sobre fusão em leito de pó a laser que utiliza outra liga como matriz metálica e não o Inconel 625, foco deste estudo.

3.4. Manufatura Aditiva

Conhecida popularmente como impressão 3D, a manufatura aditiva é um processo de fabricação de componentes de baixa a alta complexidade, por meio da adição de camadas sucessivas, utilizando uma grande variedade de materiais. Essa técnica é contrária a processos do tipo CNC (*Computer Numerical Controlled*) que trabalham com desbaste de material e por isso são chamados de manufatura subtrativa. Além disso, o processo CNC possui geometria e altura de cavidades limitadas por parte das ferramentas e funciona melhor para materiais duros e frágeis (GIBSON; ROSEN; STUCKER, 2010).

As etapas para fabricação de componentes via manufatura aditiva variam de acordo com o tamanho, complexidade e técnicas utilizadas. No entanto, para fins de sumarização, descreve-se um processo genérico de oito etapas (Figura 2), que engloba grande parte dos estágios presentes nas diversas técnicas de manufatura aditiva. Inicialmente a concepção do componente a ser fabricado é realizada em um software de *Computer Aid Design* (CAD) e convertida para o formato STL que descreve o modelo em termos apenas de sua geometria. O arquivo com esses dados é transferido para a máquina de manufatura aditiva

¹ Os termos utilizados para pesquisa foram, respectivamente: TITLE-ABS-KEY (niobium carbide OR NbC) AND (metal matrix composite). Pesquisa realizada em 07/03/2022 e atualizada em 05/07/2023.

e são feitos os devidos ajustes se necessário. Ocorre em seguida o *set up* da máquina por meio de um software, onde a peça dividida em camadas é configurada e também outros parâmetros de processo dependendo da técnica utilizada. O modelo é então construído e removido da máquina, assim como o excesso de material, realizando-se acabamentos manuais em caso de necessidade como polimento e revestimento, chamados de pós processo. Por fim, o componente encontra-se pronto para exercer as aplicações desejadas (GIBSON; ROSEN; STUCKER, 2010).

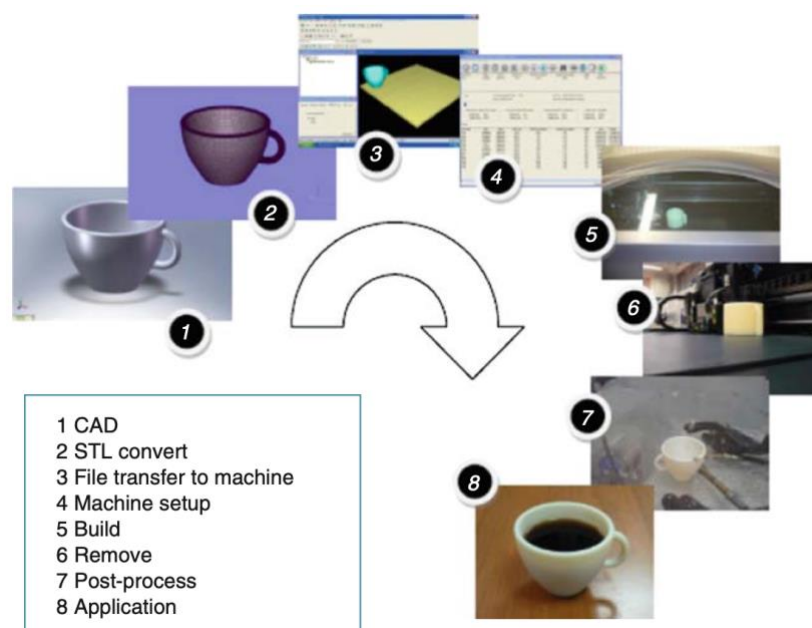


Figura 2 - Etapas do processo genérico de manufatura aditiva. Fonte: (GIBSON et al. 2010).

Inicialmente os processos de manufatura aditiva foram categorizados com base no material utilizado na forma de sólido, líquido ou pó, também conhecidos por *solid-based*, *liquid-based* e *powder-based* respectivamente. A ASTM (*American Society for Testing and Materials*) responsável pela classificação mais atual, divide a tecnologia de manufatura aditiva em 7 categorias. São elas: extrusão de material ou *material extrusion*, fusão em leito de pó ou *powder bed fusion*, *vat photopolymerization*, jateamento de material ou *material jetting*, jateamento de ligante ou *binder jetting*, *sheet lamination* e deposição por energia direcionada ou *directed energy deposition* (GAO et al., 2015). A Tabela 4 descreve com mais detalhes as categorias de manufatura aditiva citadas anteriormente.

Em termos de aplicações, a impressão 3D pode ser empregada nos mais diversos setores. Na área automobilística fabricam-se componentes que exigem maior precisão como carcaças, rodas, portas, bancos, entre outros. Próteses para diversas aplicações como substituição da articulação de quadril, tecidos, mandíbulas e coroa dentária são alguns exemplos de aplicações médicas e odontológicas. O setor aeroespacial, uma das origens da impressão 3D, conta com a fabricação de componentes finais e componentes de reposição feitos de materiais como titânio e outras ligas, devido menor geração de resíduos e redução de custos. Componentes eletrônicos de diferentes características, aparência e qualidade, principalmente os flexíveis, elásticos e integráveis, também constituem o grupo de elementos feitos por manufatura aditiva (THAKAR et al., 2022).

Tabela 4 - Classificação dos processos de manufatura aditiva segundo a ASTM. Fonte: Elaborado a partir de (GAO et al., 2015).

Categories	Tecnologias	Material utilizado	Fonte de calor	Características
Extrusão de Material	Fusão por deposição ou <i>Fused Deposition Modeling (FDM)</i>	Polímeros termoplásticos, Pasta cerâmica e metálica	Energia térmica	* Processo de baixo custo e com possibilidade de impressão de vários materiais * Baixo acabamento da superfície
Fusão em Leito de Pó	Sinterização seletiva a laser ou <i>Selective Laser Sintering (SLS)</i>	Polímeros	Laser de alta potência	* Fabricação de peças com alto nível de precisão e detalhes * Componentes com alta densidade * Alta resistência específica e rigidez
	<i>Direct Metal Laser Sintering (DMLS)</i>	Pós cerâmicos e metálicos		
	Fusão seletiva a laser ou <i>Selective Laser Melting (SLM)</i>		Feixe de elétrons	
	<i>Electron Beam Melting (EBM)</i>			
<i>Vat Photopolymerization</i>	Estereolitografia (SLA)	Polímeros fotopolimerizáveis, Materiais cerâmicos (alumina, zircônia e PZT)	Raio laser ultravioleta	* Alta taxa de fabricação e boa resolução de peças * Custo elevado de materiais e equipamentos
Jateamento de Material	<i>Polyjet/ Inkjet Printing</i>	Polímeros fotopolimerizáveis, Cera	Energia térmica/ fotopolimerização	* Alto acabamento da superfície * Material com baixa rigidez
Jateamento de Ligante	<i>Indirect Inkjet Printing (Binder 3DP)</i>	Pó polimérico, cerâmico e metálico	Energia térmica	* Impressão de peças coloridas * Utilização de ampla faixa de materiais * Alta porosidade nas peças finais
<i>Sheet Lamination</i>	<i>Laminated Object Manufacturing (LOM)</i>	Filme plástico, Folha metálica e Fita cerâmica	Raio laser	* Alto acabamento da superfície * Baixo custo de material, processamento e máquina
Deposição por energia direcionada ou <i>directed energy deposition (DED)</i>	<i>Laser Engineered Net Shaping (LENS)</i> <i>Electronic Beam Welding (EBW)</i>	Pó ou filamento metálico	Raio laser	* Reparo de partes danificadas * Necessita de etapas de pós processamento

3.5. Fusão em leito de pó a laser

A fusão em leito de pó a laser, também conhecida como *laser powder bed fusion* (L-PBF), é um processo de manufatura aditiva tipicamente utilizado para aquecimento e fusão completa de pós-metálicos, por meio de uma fonte laser de alta densidade de energia (YAP et al., 2015).

O processo começa a partir de um arquivo feito em CAD, onde os parâmetros de processo são convertidos para uma versão fatiada do desenho a ser construído, na forma de camadas. A produção do componente inicia-se com a deposição da camada de pó na plataforma de processamento e sua posterior fusão por meio da fonte laser, de acordo com o perfil de camada. Quando a varredura do laser é concluída, a plataforma de construção desce até uma altura pré-definida como espessura de camada, fornecendo espaço para a deposição de uma nova camada de pó a ser fundida (YU et al., 2019). O processo segue de forma cíclica sendo repetido para as camadas seguintes, até completar a manufatura do componente e remoção do pó solto não fundido. A câmara de construção do componente que abriga a plataforma de processamento, é protegida normalmente com gás argônio, possibilitando uma atmosfera inerte e prevenindo contra oxidação de partes metálicas (YU et al., 2019). A Figura 3 ilustra o princípio de funcionamento do processo L-PBF.

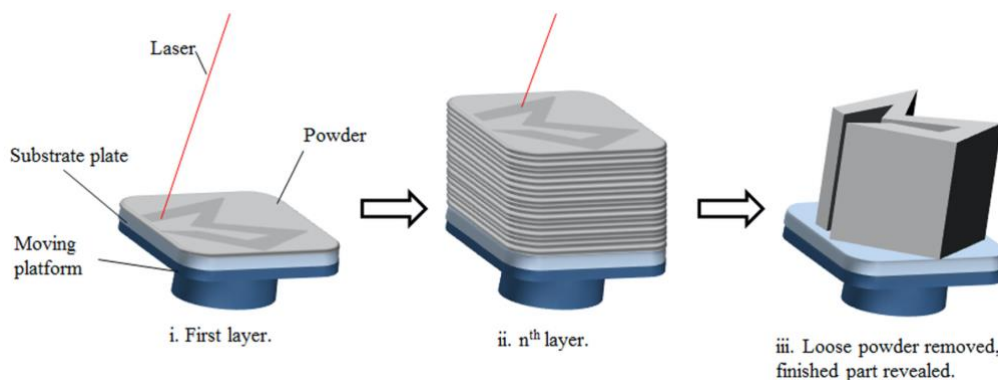


Figura 3 - Funcionamento do processo L-PBF. (i) o laser funde áreas selecionadas ao longo do leito de pó. (ii) o mesmo processo é repetido para todas as camadas subsequentes. (iii) o pó não fundido é removido e o componente final revelado. Fonte: (YAP et al., 2015).

A manufatura aditiva do tipo L-PBF por ser uma técnica de fusão em leito de pó permite a produção de elementos com design e estrutura complexos, alto grau de flexibilidade e economia de material. Os componentes desenvolvidos por fusão em leito de pó a laser possuem maior densidade e qualidade superficial do que os fabricados por

meio de técnicas convencionais. A fonte de calor do processo L-PBF é a responsável por essas vantagens. Normalmente utiliza-se um laser de fibra com alta densidade de energia que funde o pó em altas velocidades e que realiza a varredura de camadas facilitando sua união (WANG; WANG; WU, 2017).

A técnica de Fusão em Leito de Pó a Laser é promissora para a fabricação de MMCs uma vez que necessitam atingir alta performance através de custos mais baixos e menor tempo de produção. Além disso, o processo L-PBF facilita a distribuição uniforme das partículas na matriz metálica, pois minimiza a tendência de aglomeração das partículas decorrente da força de Van der Waals entre elas (GU et al., 2015).

3.6. Parâmetros do processo L-PBF

Alguns parâmetros devem ser levados em consideração para obter a melhor combinação possível de fatores e induzir a fabricação de estruturas densas evitando a presença de defeitos. Os parâmetros do processo L-PBF podem ser divididos em duas vertentes. Os chamados parâmetros relacionados ao material referem-se a sua condutividade térmica, taxa de absorção do laser e características do pó como forma, tamanho e distribuição de partículas. Por outro lado, os parâmetros relacionados ao processo envolvem a potência do laser, velocidade de varredura, espaçamento entre linhas, espessura de camada, estratégia de varredura, densidade de energia laser, gás inerte e temperatura do substrato (YU et al., 2019).

A seguir serão abordados individualmente os seguintes parâmetros relacionados ao processo: potência do laser (P), velocidade de varredura (v), espessura de camada ou *layer thickness* (d), espaçamento entre linhas ou *hatch spacing* (h), densidade de energia laser (η) e estratégia de varredura. Na Figura 4 observa-se uma prévia de parte desses parâmetros e como se relacionam entre si.

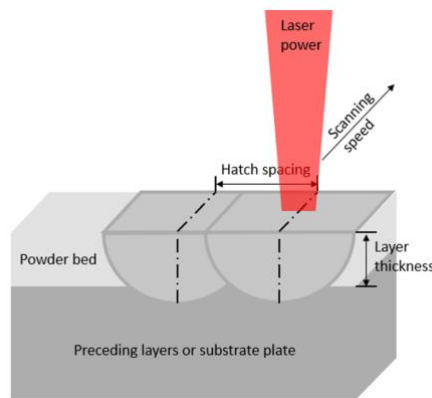


Figura 4 - Parâmetros do processo L-PBF: potência do laser, velocidade de varredura, espaçamento entre linhas e espessura de camada. Fonte: (YAP et al., 2015).

3.6.1. Potência do laser e velocidade de varredura

A potência do laser é uma grandeza medida em Watts (W), que nesse caso descreve a intensidade com que o feixe de laser sai da fonte, sendo dependente da espécie de laser utilizado. Alguns exemplos dos tipos mais conhecidos são o laser de CO₂, laser de fibra Nd-YAG e laser de fibra Yb-YAG, sendo esse último o mais comum para o processo L-PBF. Na maioria dos casos, a escolha procede conforme comprimento de onda emitido por cada tipo de laser. Deve-se atentar para o material de trabalho, escolhendo o comprimento de onda mais absorvido por ele. No caso de pós metálicos, estes apresentam maior afinidade com os lasers de fibra, por isso são empregados na fusão em leito de pó a laser (YAP et al., 2015). Cada equipamento possui uma potência máxima de trabalho, podendo utilizar-se esse valor ou abaixo dele.

A velocidade de varredura refere-se à velocidade com que a fonte laser percorre a amostra para fundir o pó. É um parâmetro normalmente variado durante a produção de amostras, pois influencia na quantidade de calor que incide sobre o material.

A potência do laser e velocidade de varredura geralmente são os parâmetros que mais influenciam na presença de defeitos em componentes. Um estudo realizado em amostras de TiAl6V4 produzidas por L-PBF salienta que a velocidade de varredura exerce maior influência sobre o grau de porosidade e elenca como ideal uma potência do laser entre 120 e 180 W (YU et al., 2019). Outra análise realizada em Inconel 625 também pela técnica L-PBF corrobora essa teoria, apontando como parâmetro ideal velocidade de varredura entre 600 mm/s e 1200 mm/s e potência do laser entre 150 e 250 W, para obtenção de amostras com 0,2% de porosidade (BENOIT et al., 2021).

3.6.2. Espessura de camada

Como o próprio nome já indica, refere-se a espessura de cada camada adicionada para compor o componente final. Esse parâmetro é programado por meio da altura de descida da plataforma onde fabrica-se a peça, após finalizada a fusão de uma camada completa.

A espessura de camada mínima necessária é determinada de acordo com o tamanho da partícula de pó, devendo ser equivalente ou maior ao tamanho da maior partícula (WHEAT, 2018). Normalmente utilizam-se valores entre 20 e 100 μm para obter um componente de boa resolução e conferir ao pó escoabilidade necessária (YAP et al., 2015). Para a maioria dos sistemas de pó a espessura máxima de camada possível é em torno de 200 μm (WHEAT, 2018). Quanto mais espessa, mais difícil a adesão entre camadas e maior a tendência de formar poros residuais, pois a energia empregada é alta e suficiente para fundir a camada atual, restando pouco para refusão das anteriores (YAP et al., 2015).

Por outro lado, valores maiores de espessura de camada, entre 100 e 200 μm , aumentam a eficiência do processo e a taxa de construção do componente ou *building rate*. Essa técnica torna-se vantajosa para a fabricação de peças que possuem requisitos de acabamento de superfície baixos. Uma alta espessura de camada requer pós de maiores granulometrias, que são comercialmente mais acessíveis. Por esse motivo, a fabricação do componente ocorre em condições de tempo e custo reduzidos (SHI et al., 2016).

Um estudo realizado por (SHI et al., 2016) descreve a taxa de construção obtida para amostras de Ti64Al4V com 200 μm , feitas via processo L-PBF. O artigo aponta como resultado uma *building rate* de 7.2 mm^3/s , valor 2 a 9 vezes maior do que o obtido em outros trabalhos acadêmicos similares, com espessura de camada habitual de 30 e 50 μm (SHI et al., 2016).

3.6.3. Espaçamento entre linhas

À medida que o laser varre a amostra, independente do caminho percorrido, a fusão do material ocorre na forma de linhas sequenciais. A distância entre essas linhas adjacentes de pó fundido é o parâmetro espaçamento entre linhas, o qual exerce influência na porosidade resultante do componente. A definição incorreta desse parâmetro pode levar a fusão incompleta de linhas adjacentes (YAP et al., 2015).

3.6.4. Densidade de energia laser

Os parâmetros abordados nos tópicos anteriores, potência do laser (P), velocidade de varredura (v), espessura de camada (d) e espaçamento entre linhas (h) combinam-se para descrever a densidade de energia laser (η) ou densidade de energia volumétrica, medida em J/mm^3 , por meio da equação:

$$\eta = \frac{P}{v h d} \quad (1)$$

Conforme a Eq. (1), η pode aumentar com o aumento de P ou diminuição de v , h ou d . A densidade de energia laser influencia na microestrutura e comportamento de densificação do componente. A quantidade de energia determina o modo de transmissão de calor, na forma de *keyhole* ou condução, que induz o comportamento da poça de fusão do material (Figura 5) (YU et al., 2019).

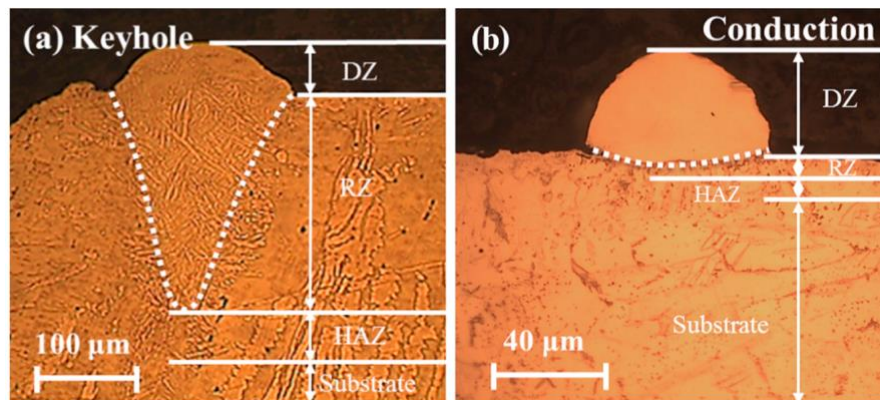


Figura 5 - Morfologia macro da poça de fusão do tipo *keyhole* (a) e condução (b). Fonte: (YU et al.2019).

O efeito *keyhole* (Figura 5a), caracteriza uma poça de fusão mais profunda e com zona de refusão ou *re-melting zone* (RZ) maior, quando comparada com a de condução (Figura 5b). Outras duas zonas estão presentes em ambas as poças de fusão, são elas zona de deposição ou *deposition zone* (DZ) maior para a forma de condução e zona termicamente afetada pelo calor ou *heat affected zone* (HAZ). O efeito *keyhole* ocorre quando há elevada vaporização de material, proveniente da alta densidade de energia laser incidente na amostra. Os componentes fabricados a partir do regime de condução estão sujeitos, na maioria das vezes, a maior densidade e menos defeitos que os obtidos via *keyhole*, pois recebem uma densidade de energia laser menor (YU et al., 2019).

3.6.5. Estratégia de varredura

Conforme mencionado anteriormente, a fusão do material na forma de pó realiza-se com o fornecimento de calor da fonte laser, à medida que essa varre a amostra. No entanto, a forma como o laser percorre a amostra, também chamada de estratégia de varredura, pode variar de acordo com o resultado desejado. Esse parâmetro é utilizado para reduzir grandes variações na textura cristalográfica do material e confeccionar componentes densos (YU et al., 2019).

A estratégia de varredura engloba uma ou mais das seguintes variáveis: direção e sentido do vetor deslocamento do laser, rotação da direção de varredura entre camadas a partir de um ângulo pré-determinado e refusão de camadas. A Figura 6 ilustra as estratégias de varredura mais utilizadas com base nas duas primeiras variáveis citadas anteriormente. A estratégia do tipo A é unidirecional e considerada a mais simples, geralmente leva a menor densificação e maior texturização das amostras. A estratégia do tipo B é bidirecional e a do tipo C também, porém com rotação de 90° entre camadas. Essa última é uma das estratégias mais utilizadas, pois fornece amostras com densidade maior do que as fabricadas de maneira unidirecional. Já a rotação entre camadas reduz a texturização dos componentes resultando em superfícies menos rugosas, devido a mudança de direção do fluxo de calor (YU et al., 2019). Outros ângulos de rotação como 67° (WANG; WANG; WU, 2017) e 60° (YU et al., 2019) também são amplamente utilizados na literatura. Por fim, a estratégia do tipo D conhecida como tabuleiro de xadrez ou ilha, é de todas as três a que apresenta maior grau de complexidade e maiores taxas de densificação dos componentes fabricados (YU et al., 2019).

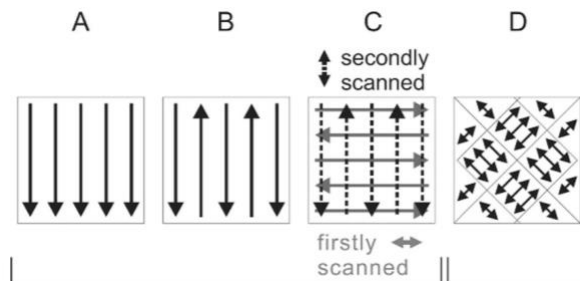


Figura 6 - Tipos de estratégias de varredura. A, unidirecional, B, bidirecional, C, bidirecional com rotação de 90° entre camadas, D, tabuleiro de xadrez ou ilha. Fonte: Adaptado de (YU et al. 2019).

Uma outra possibilidade de estratégia de varredura é a refusão de camadas, onde o laser varre a mesma camada de pó duas vezes. Esse processo consome mais energia e tempo, porém leva a obtenção de componentes mais densos e com porosidade reduzida. Visando diminuir a texturização da amostra, recomenda-se também a rotação da direção de varredura antes da refusão de uma mesma camada de pó.

3.7. Defeitos oriundos do processo de fusão em leito de pó a laser

A fabricação de componentes através da tecnologia L-PBF ainda que promissora e de vasta aplicação, deve atentar-se para a presença de defeitos metalúrgicos inerentes do processo. O controle desses defeitos permite o desenvolvimento de uma microestrutura refinada e fabricação de componentes com alta densidade. Na literatura encontra-se uma grande variedade de defeitos possíveis. No entanto, essa seção destaca a seguir apenas a explicação do defeito relevante para este trabalho.

3.7.1. Poros

Os poros oriundos do processo L-PBF possuem duas origens, fusão insuficiente do pó e aprisionamento de gases, encontrando-se na forma irregular e arredondada respectivamente (BENOIT et al., 2021). No primeiro caso, a densidade de energia laser é insuficiente para penetração completa do laser no material, dificultando a fusão total do pó depositado e, portanto, originando poros irregulares. Com relação ao comportamento da poça de fusão, sua altura é reduzida favorecendo o efeito de condução como modo de transmissão de calor. No segundo caso, o contrário ocorre, a densidade de energia laser disponível é mais do que suficiente para penetração completa do laser e fusão do pó depositado. Devido ao excesso de energia, a formação de uma poça de fusão profunda é favorecida e o efeito *keyhole* acontece, levando a vaporização do metal fundido e fluxo turbulento de metal líquido na poça de fusão, onde os poros arredondados permanecem aprisionados até a solidificação do material (YU et al., 2019).

A presença de poros de formato arredondado (*spherical pores*) e irregular (*irregular pores*) pode ser observada nas micrografias da Figura 7.

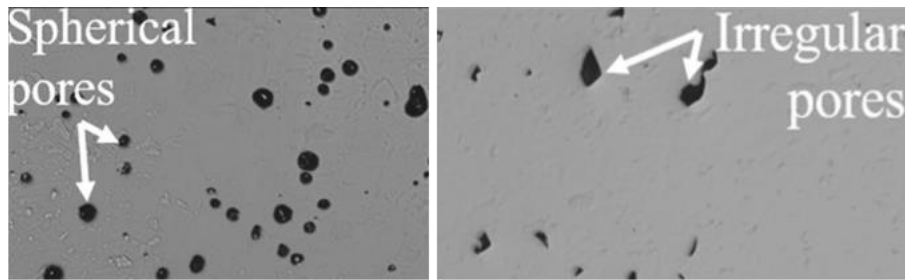


Figura 7 - Micrografias de amostras de Inconel 625 processadas via L-PBF, indicando a presença de poros de formato arredondado e irregular. Fonte: (BENOIT et al. 2021).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção serão descritos os materiais e métodos utilizados para desenvolvimento da parte experimental, referente ao presente trabalho de conclusão de curso. A ordem de atividades refere-se primeiro a descrição e preparação do pó, seguido por exposição dos parâmetros de máquina e do processo de Fusão em Leito de Pó a Laser. Por fim, retratam-se os métodos de preparação e caracterização das amostras.

4.1. Materiais utilizados

Para síntese dos compósitos desse trabalho, utilizou-se pó de Inconel 625 disponível comercialmente, com composição química conforme Tabela 5 e distribuição do tamanho de partícula com diâmetro entre 106 e 150 μm .

Tabela 5 - Composição química da liga de Inconel 625 utilizada nas amostras, onde bal. significa balance composition ou composição de balanço. Fonte: Elaborado a partir de (SILVA et al., 2020).

Elemento	Quantidade [%]
Ni	bal
Cr	22.30
Mo	8.50
Fe	2.80
Nb + Ta	3.50
Ti	0.10
Al	0.10
Si	0.15
Mn	0.10
Co	1.00
C	0.03

O carbeto de nióbio do tipo 551 (NbC 551) foi fornecido por a CBMM, de acordo com informações de segurança CAS: 12069-94-2 e CE: 235-117-8. Imagens de microscópio eletrônico de varredura revelam que as partículas de Inconel 625 são

majoritariamente esféricas (Figura 8a). Em contraste, as partículas de NbC apresentam-se aglomeradas e em formatos irregulares (Figura 8b).

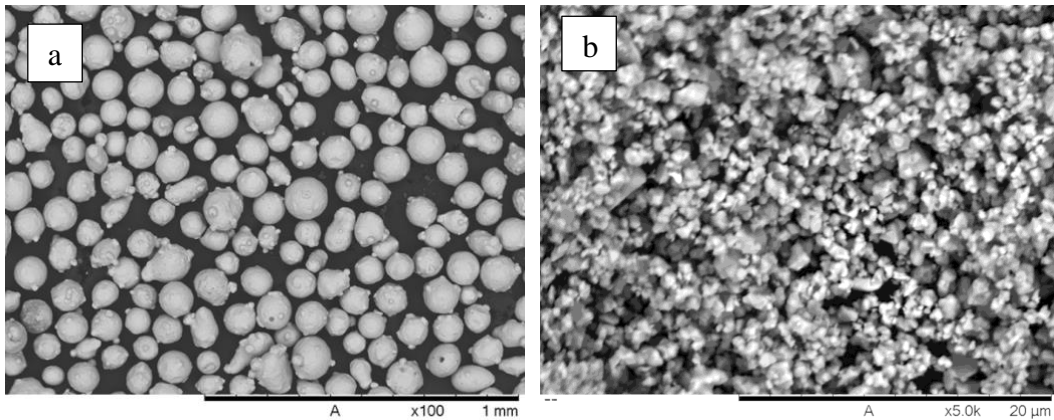


Figura 8 - Micrografias de microscópio eletrônico de varredura, dos pós utilizados no processo: *Pó de Inconel 625 (a);* *Pó de carbeto de nióbio (b).* Backscattered contrast. Fonte: A autora.

4.2. Mistura e homogeneização de pós

O pó de carbeto de nióbio foi adicionado na proporção de 10% em massa ao pó de Inconel 625. Para realizar a mistura e homogeneização dos pós utilizou-se o moinho de bolas tipo gira jarros Cienlab (CE-300/120) do Núcleo de Pesquisas em Materiais Cerâmicos e Compósitos (CERMAT), representado na Figura 9. O tempo de mistura foi 24h.



Figura 9 - Moinho de bolas do tipo gira jarros. Fonte: A autora.

Na Figura 10 tem-se a micrografia de microscópio eletrônico de varredura da mistura de pós IN625/NbC (90 wt. % IN625 and 10wt.% NbC). Percebe-se que as partículas de

reforço de NbC cobrem as partículas de IN625 de maneira não uniforme e que parte dessas partículas de NbC continuam aglomeradas.

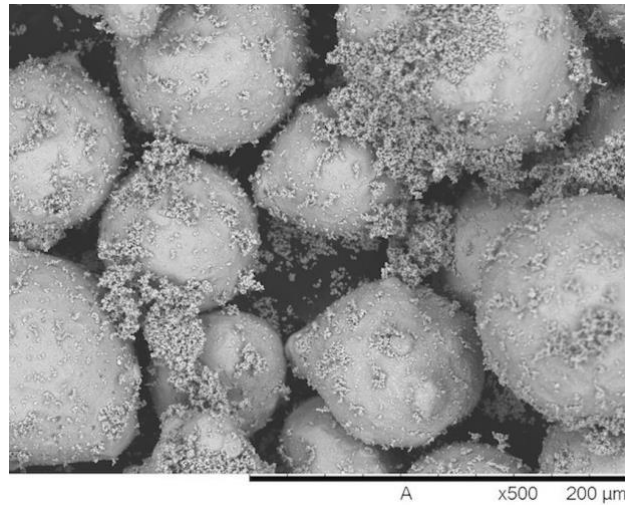


Figura 10 - Micrografia de microscópio eletrônico de varredura da mistura de pós IN625/NbC. Backscattered contrast. Fonte: A autora.

4.3. Sistema de fusão em leito de pó a laser

No presente trabalho utilizou-se o sistema de fusão em leito de pó a laser da empresa Alkimat, Santa Catarina, Brasil com volume de trabalho cilíndrico de 170 mm x 200 mm (diâmetro x altura) e atmosfera inerte de nitrogênio. A Impressora 3D Laser Funde 200 (Figura 11) é uma máquina equipada com laser de fibra dopado com itérbio e emissão de luz no comprimento de onda de 1064 μm , com potência do laser máxima de 200 W e diâmetro de feixe no foco de 70 a 100 μm .



Figura 11 - Impressora 3D Laser Funde 200. Fonte: (ALKIMAT, 2022).

Um total de 25 blocos de Inconel 625/ NbC com dimensões de 10 x 10 x 4 mm³ (comprimento x largura x altura) foram fabricados variando os parâmetros de potência do laser (P) e velocidade de varredura (v) conforme a Tabela 6 e com base em Nayak et al. (2020). A densidade de energia laser (η), foi calculada a partir da Eq. (1) e os valores encontram-se também na Tabela 6. A espessura de camada manteve-se constante no valor de 100 μm , assim como o espaçamento entre linhas vizinhas na medida de 100 μm e o diâmetro de feixe no foco também em 100 μm . A estratégia de varredura empregada foi do tipo unidirecional, com rotação de 67° entre camadas. A Figura 12 demonstra o processo de fabricação das amostras.

Tabela 6 - Parâmetros de potência do laser, velocidade de varredura e densidade de energia laser utilizados para fabricação de amostras de Inconel 625/NbC. Fonte: Elaborado a partir de (NAYAK et al. 2020)

Amostra	Potência do laser (W)	Velocidade de Varredura (mm/s)	Densidade de energia laser (J/mm ³)
A1	150	30	500
A2	170	30	567
A3	180	30	600
A4	190	30	633
A5	200	30	667
A6	150	80	188
A7	170	80	213
A8	180	80	225
A9	190	80	238
A10	200	80	250
A11	150	130	115
A12	170	130	131
A13	180	130	138
A14	190	130	146
A15	200	130	154
A16	150	180	83
A17	170	180	94
A18	180	180	100
A19	190	180	106
A20	200	180	111
A21	150	230	65
A22	170	230	74
A23	180	230	78
A24	190	230	82
A25	200	230	87



Figura 12 - Processo de fabricação das amostras via fusão em leito de pó a laser. Fonte: A autora.

4.4. Preparação de amostras

A etapa de preparação metalográfica iniciou-se com o corte das amostras para análise da sessão transversal. O processo de corte deu-se por meio de dois métodos. O primeiro utilizou a máquina de corte com fio diamantado contínuo desenvolvida no Laboratório de Mecânica de Precisão da Universidade Federal de Santa Catarina (LMP-UFSC), dedicada à usinagem de materiais de difícil usinabilidade (alta dureza e elevada fragilidade). Como ferramenta de corte, utilizou-se um fio diamantado eletrodepositado com diâmetro externo de 350 μm e comprimento de 1,9 m. O corte foi executado sem o uso de fluido lubrificante e com os seguintes parâmetros: velocidade de corte de 10 m/s, velocidade de avanço de 3 mm/min e tensão do fio de 20 N.

Devido a elevada dureza das amostras e ao longo tempo de trabalho, o corte por fio diamantado tornou-se inviável, sendo utilizado somente no corte de 5 amostras. Dessa forma, o restante das amostras foi seccionado através do segundo método, a eletroerosão a fio ou *Electrical Discharge Machining* (EDM). Para esse processo, utilizou-se a máquina FW1U da +GF+ AgieCharmilles disponível no Instituto Federal de Santa Catarina (IFSC), que utiliza um fio de molibdênio com 0,18mm de diâmetro. Os parâmetros de processo para o corte via eletroerosão a fio foram: corrente de pico de 7 A, tempo de pulso ligado (T_{on}) de 24 μs e tempo de pulso desligado (T_{off}) de 14 μs . A Figura 13 ilustra a máquina EDM utilizada (a) e o fio de molibdênio juntamente com a disposição das amostras (b).

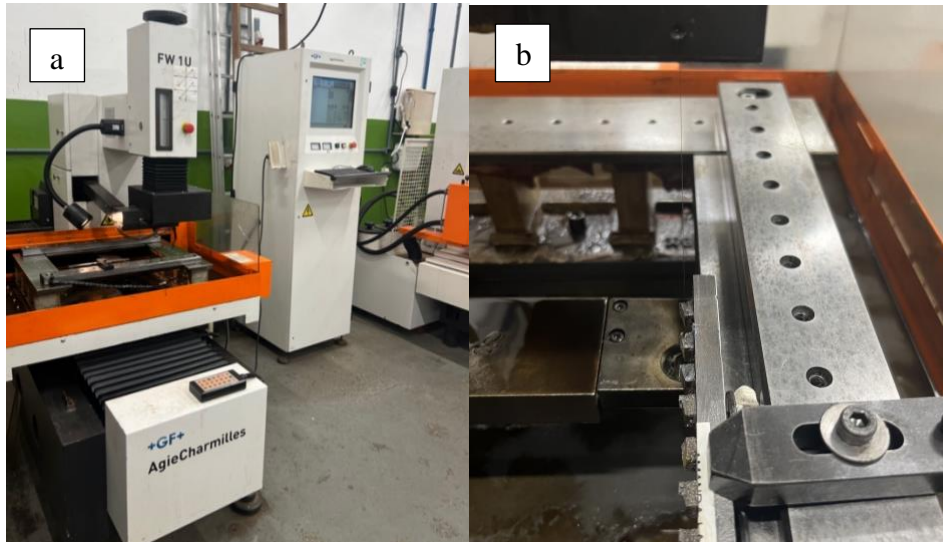


Figura 13 - Máquina de corte eletroerosão a fio: fio de molibdênio (a) e disposição de amostras para corte (b). Fonte: A autora.

Em seguida, foram realizados os passos subsequentes de preparação metalográfica todos no LMP. As amostras foram embutidas com baquelite e lixadas em SiC com granulometrias de 80,120, 220,600 e 1200 mesh. Realizou-se o polimento com Al_2O_3 1 μ m e posteriormente 0,3 μ m. Após análise de porosidade, as amostras foram atacadas quimicamente em uma primeira tentativa por reagente Nital 2% (2 vol% HNO_3 , 98% C_2H_5OH) durante 10 s. Em uma segunda tentativa utilizou-se o ataque por imersão em reagente *Kalling no.2* ou *waterless Kalling* constituído por 100 ml HCl (32%), 100 ml C_2H_6O e 2g $CuCl_2$ (VANDER VOORT, 1999), por períodos de 10 s a 60 s.

4.5. Análise de densidade, caracterização microestrutural e mecânica

Para análise de densidade e porosidade, as amostras após preparação metalográfica foram encaminhadas ao microscópio ótico (Zeiss Axio Lab. A1, do Laboratório de Materiais UFSC). As imagens obtidas foram processadas em um programa para medição de porosidade, desenvolvido em Python com base no pacote OpenCV, no *Laser Zentrum Hannover e. V* (Alemanha). A análise geométrica relacionada a esfericidade, distribuição de poros, área e diâmetro de poros também foi realizada no mesmo programa.

Para efeitos de caracterização microestrutural utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo TM 3030 da marca Hitachi do CERMAT equipado com um espectrômetro de energia dispersiva de raio X ou *energy dispersive X-ray spectroscopy* (EDS), utilizado para análises de composição química das amostras.

A análise mecânica desenvolveu-se a partir de medidas de microdureza. O microdurometro Vickers utilizado foi o modelo SHIMADZU do CERMAT. A carga empregada foi de 100 g e o tempo de permanência de 15 s. Realizaram-se endentações em 3 locais distintos de cada amostra e cálculo posterior da microdureza média e desvio padrão.

5. RESULTADOS

Na Figura 14 apresentam-se as 25 amostras consolidadas após processo de fabricação L-PBF.

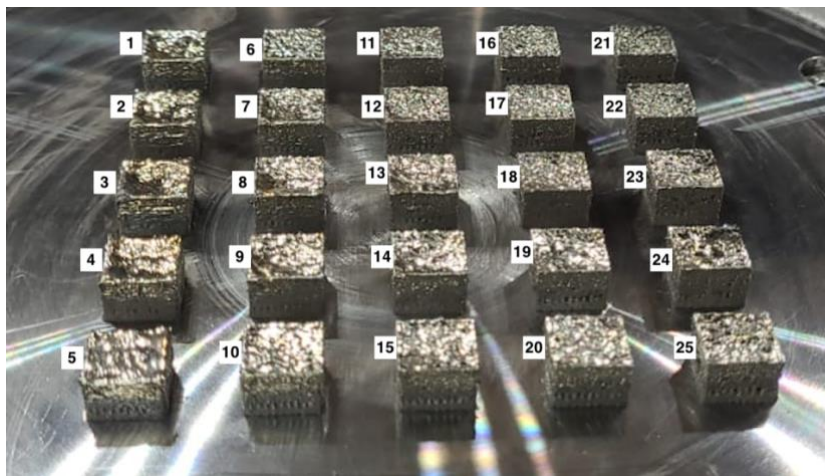


Figura 14 - Amostras obtidas via L-PBF. Fonte: A autora.

5.1. Comportamento de densificação e porosidade

Micrografias da seção transversal das amostras A1 a A25 estão representadas na Figura 15 em função da potência do laser e velocidade de varredura. Essas imagens de magnificação 2 mm foram utilizadas para determinar a densidade das amostras, valores que estão escritos abaixo de cada imagem individual da Figura 15. Juntamente com o comportamento de densificação, observa-se uma diferença no nível de porosidade das amostras e formatos de poros. Abordam-se todos esses pontos a seguir nesta seção.

Com relação ao formatos dos poros, percebe-se na Figura 15 a presença de poros relativamente esféricos e poros irregulares, representados através das regiões em preto. Conforme discutido na seção 3.7.1, os poros mais arredondados são provenientes do aprisionamento de gases dentro da poça de fusão e os irregulares são o resultado de zonas insuficientemente fundidas. A ocorrência de poros em um desses dois formatos deve-se aos parâmetros de processo selecionados.

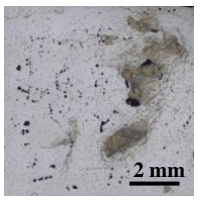
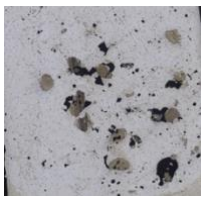
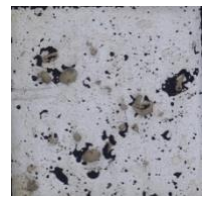
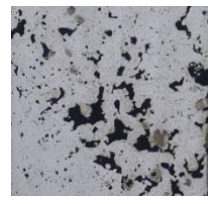
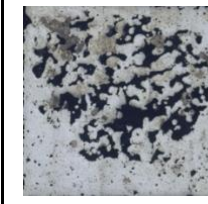

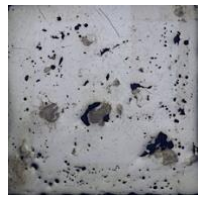
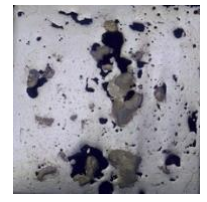
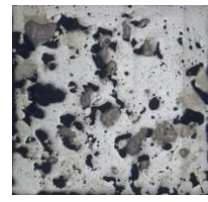
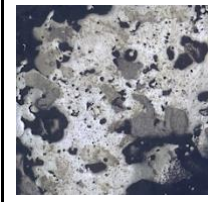

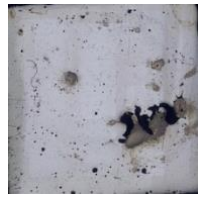
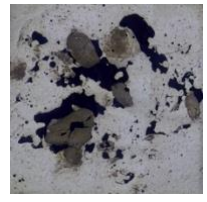

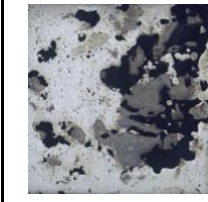

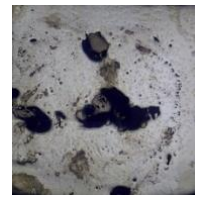
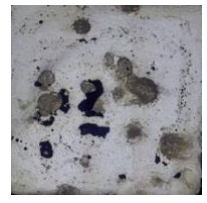
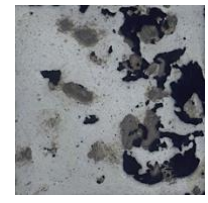
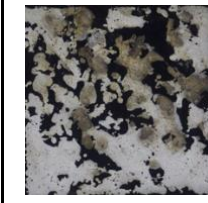


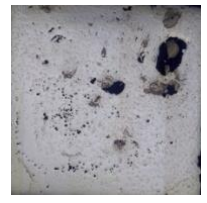
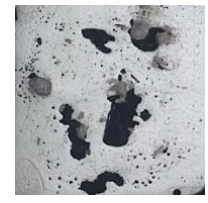
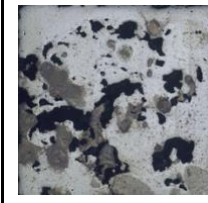
Potência do laser (W)	150					
		A1- 98,90%	A6- 96,18%	A11- 93,96%	A16- 88,12%	A21- 79,41%
	170					
		A2- 99,10%	A7- 97,13%	A12- 88,14%	A17- 84,83%	A22- 69,31%
	180					
		A3- 98,10%	A8- 97,16%	A13- 87,21%	A18- 77,21%	A23- 74,59%
190						
	A4- 99,32%	A9- 89,41%	A14- 95,47%	A19- 83,69%	A24- 71,38%	
200						
	A5- 97,60%	A10- 97,88%	A15- 96,18%	A20- 91,11%	A25- 84,07%	
	30	80	130	180	230	
	Velocidade de Varredura (mm/s)					

Figura 15 - Imagens de microscópio ótico com magnificação de 2 mm exibindo a porosidade das amostras fabricadas com diferentes parâmetros de potência do laser e velocidade de varredura, com valores correspondentes de densidade (%) escritos abaixo das imagens individuais. Fonte: A autora.

Com base nas micrografias observa-se que ambos os parâmetros de processo, potência do laser (P) e velocidade de varredura (v), influenciaram significativamente na densidade das amostras. Mantendo-se um dos dois parâmetros constantes é possível obter-se dois

cenários diferentes relacionados a penetração do laser, quantidade de energia disponível e comportamento da poça de fusão.

A valores constantes de v , conforme o valor de potência do laser decresce a quantidade de energia disponível diminui, resultando em penetração reduzida do laser. Com isso, a profundidade da poça de fusão também diminui tornando-se insuficiente para fusão completa da camada de pó depositado. Registram-se defeitos por falta de fusão como o caso poros irregulares. Para a grande maioria das amostras ilustradas na Figura 15, a valores constantes de v , a incidência de poros irregulares é maior para amostras fabricadas com menores valores de potência do laser. Esse é o caso para as amostras A1 e A2 quando comparadas a A4 e A5. À medida que a velocidade de varredura aumenta, essa diferenciação torna-se menos visível.

Por outro lado, a valores constantes de v , a quantidade de energia aumenta conforme acréscimo do valor de potência do laser, resultando em uma maior penetração do laser e maior profundidade da poça de fusão. Essas condições favorecem a fusão completa da camada de pó depositado e também o efeito de vaporização devido alta temperatura da poça de fusão. Consequentemente prevalece a presença de poros arredondados provenientes do aprisionamento de gases.

O mesmo efeito ocorre a valores constantes de P . Conforme o valor da velocidade de varredura diminui, maior é o acúmulo de energia disponível, devido maior tempo de interação entre o feixe de laser e o leito de pó. Com isso, maior é a presença de poros arredondados devido aprisionamento de gases provenientes do aumento de temperatura da poça de fusão e subsequente vaporização de elementos de liga com baixo ponto de ebulição. Por outro lado, conforme o valor da velocidade de varredura aumenta, menor é o acúmulo de energia disponível, pois a fonte laser incide menos tempo sob o leito de pó, resultando em poros irregulares devido fusão insuficiente do pó depositado. As amostras A1, A6, A11, A16 e A21 fabricadas com mesma potência do laser ($P = 150 \text{ W}$) exemplificam os conceitos descritos nesse parágrafo. À medida que a velocidade de varredura aumenta, o número de poros de formato irregular torna-se maior do que o de poros arredondados.

Um análise geral da Figura 15 indica que quando comparados entre si, o parâmetro velocidade de varredura apresenta influência levemente mais significativa que a potência do laser. Tomando como exemplo a amostra A21 ($P = 150 \text{ W}$ e $v = 230 \text{ mm/s}$), mesmo que fabricada com a menor potência do laser disponível no conjunto amostral, ainda

apresenta uma quantidade relativamente alta de poros irregulares devido a alta velocidade de varredura empregada.

Com relação ao comportamento de densificação das amostras, realizou-se uma análise baseada em Nayak et al. (2020) para determinar a janela de processamento mais adequada com base no parâmetro que combina todos os demais, a densidade de energia laser (η). A Figura 16 ilustra a variação de densidade com base na densidade de energia laser. Observa-se que as amostras mais densas, consideradas com densidade maior que 97% foram obtidas com densidade de energia laser entre 213 e 667 J/mm³. Altos valores de densidade de energia foram necessários para a fabricação dos componentes deste trabalho, considerando a grande quantidade de energia laser necessária para fundir a elevada espessura de camada.

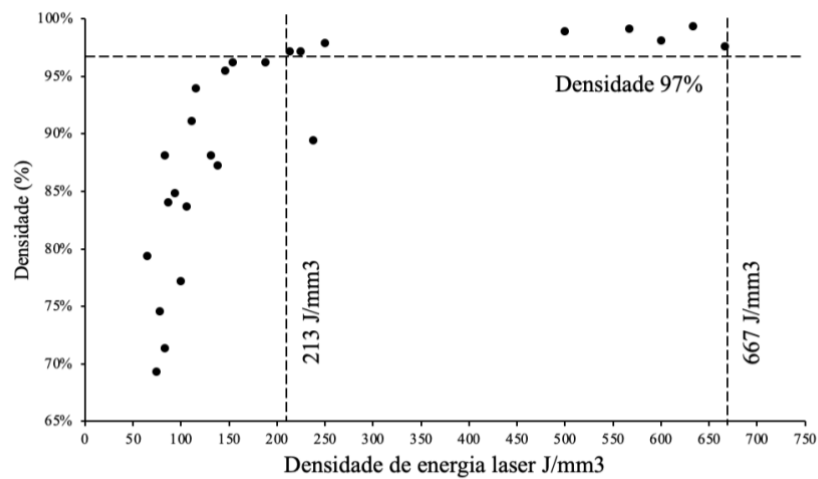


Figura 16 - Densidade das amostras obtidas a partir de diferentes densidades de energia laser. Fonte: A autora.

As melhores amostras, fabricadas com densidade acima de 98,5% foram A4 (99,32%), A2 (99,10%) e A1 (98,90%), a partir dos respectivos parâmetros: A4 ($P = 190$ W, $v = 30$ mm/s, $\eta = 633$ J/mm³), A2 ($P = 170$ W, $v = 30$ mm/s, $\eta = 567$ J/mm³), A1 ($P = 150$ W, $v = 30$ mm/s, $\eta = 500$ J/mm³). O denominador comum para essas três amostras é a baixa velocidade de varredura, a menor disponível no conjunto amostral. Acredita-se que o parâmetro de processo velocidade de varredura combinado com o alto valor de espessura de camada utilizado nesse trabalho, foi o principal fator de influência na densidade de amostras e presença de defeitos.

O parâmetro de processo espaçamento entre linhas (h) também influenciou no comportamento de densificação da amostra. O valor de h escolhido coincide com o

diâmetro de feixe no foco do equipamento, proporcionando uma taxa de sobreposição (*overlapping*) reduzida e dificultando a fusão entre linhas.

Destaca-se também o comportamento inesperado e não linear das amostras A9, A10 e A22 com relação ao comportamento de densificação e formato de poros. A amostra A9 apresentou densidade muito abaixo do esperado (> 95%) com base em outras amostras fabricadas com a mesma velocidade de varredura, devido a maior quantidade de poros em sua grande parte irregulares. Por outro lado, percebe-se uma incidência maior de poros arredondados na amostra A10, ainda que fabricada com a maior potência do laser disponível no conjunto amostral. Por parte da amostra A22 esperava-se densidade maior do que outras amostras fabricadas com mesma velocidade de varredura, considerando que A22 foi fabricada com a segunda menor potência do laser disponível.

Com relação ao nível de porosidade das amostras, o gráfico da Figura 17 descreve a influência da velocidade de varredura na porosidade das amostras. Os maiores níveis de porosidade foram de 30,70% e 28,62% referentes as amostras A22 ($v = 230\text{mm/s}$, $P = 170\text{ W}$) e A24 ($v = 230\text{mm/s}$, $P = 190\text{ W}$) respectivamente. Os níveis de porosidade das amostras rapidamente decrescem com a redução da velocidade de varredura indicando uma relação direta. Amostras com menos de 3% de porosidade foram fabricadas com velocidade de varredura de 30 mm/s. Conforme a Figura 17 demonstra, a relação da potência do laser com o nível de porosidade não é inteiramente linear, variando conforme a velocidade de varredura utilizada.

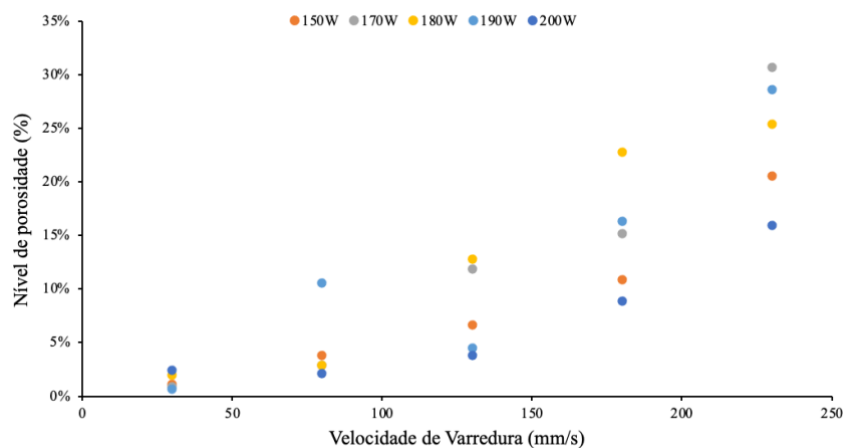


Figura 17 - Efeito da velocidade de varredura e da potência do laser no nível de porosidade das amostras. Fonte: A autora.

5.1.1. Análise de diâmetro, área e esfericidade de poros

Além do nível de porosidade, o programa utilizado para determinar a densidade das amostras, também fornece informações a respeito da esfericidade, diâmetro e área dos poros. A Figura 18 e a Figura 19 representam gráficos de bolhas do diâmetro médio e área média de poros em função da densidade de energia laser. O tamanho de cada círculo é equivalente ao valor médio de diâmetro ou área de poros (Tabela 7). Valores adicionais de mediana e tamanho do maior poro encontram-se na tabela do Apêndice A.

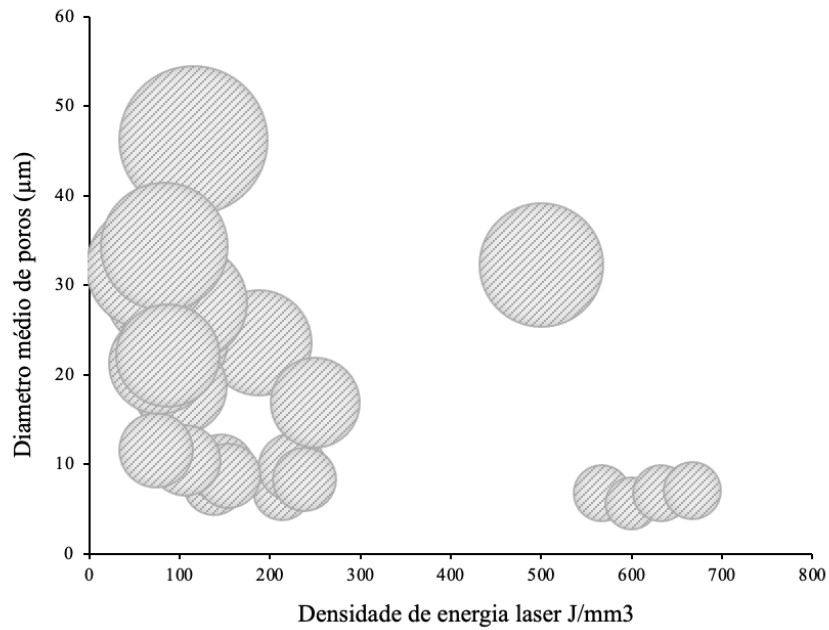


Figura 18 - Diâmetro médio de poros em função da densidade de energia laser. Fonte: A autora.

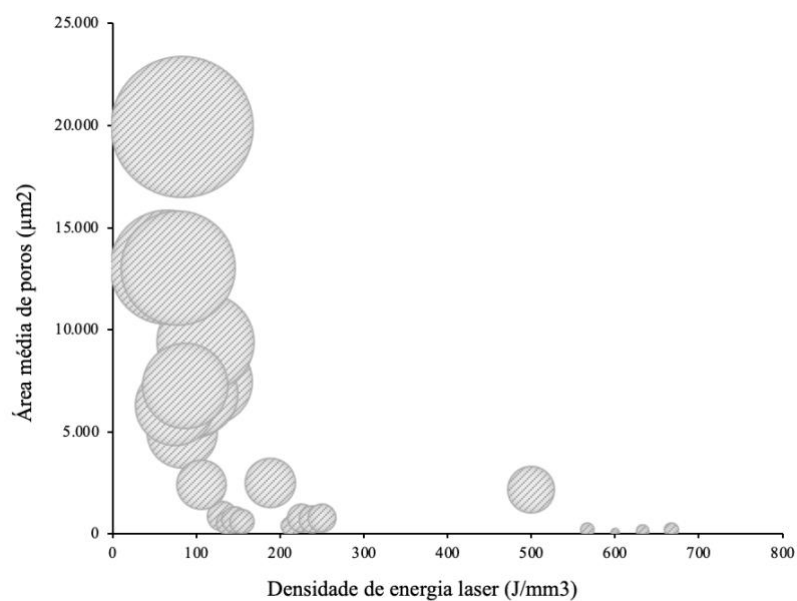


Figura 19 - Área média de poros em função da densidade de energia laser. Fonte: A autora.

Tabela 7 - Medidas de diâmetro e área de poros. Fonte: A autora.

Amostra	Potência do laser (W)	Velocidade de Varredura (mm/s)	Diâmetro (μm)		Área (μm^2)	
			Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
A1	150	30	32,27	41,27	2.154,30	9181,19
A2	170	30	6,77	13,94	189,79	3977,01
A3	180	30	5,61	7,63	71,61	805,88
A4	190	30	6,72	12,17	153,09	1496,42
A5	200	30	7,06	14,10	196,52	2963,61
A6	150	80	23,55	51,16	2.490,80	25201,18
A7	170	80	6,90	20,64	373,30	9642,97
A8	180	80	9,67	29,85	774,28	24326,25
A9	190	80	8,30	28,26	698,71	40904,04
A10	200	80	16,87	26,26	766,22	4023,61
A11	150	130	46,24	85,80	7.455,57	53.266,48
A12	170	130	9,31	31,77	861,91	29.453,75
A13	180	130	7,69	24,66	525,16	27.744,67
A14	190	130	9,54	27,98	687,51	19.266,76
A15	200	130	8,74	26,13	597,18	24.050,51
A16	150	180	29,24	73,79	4.947,40	46.318,65
A17	170	180	23,75	89,20	6.690,85	65.475,51
A18	180	180	18,64	91,59	6.860,11	116.837,48
A19	190	180	10,42	54,27	2.399,32	75.360,78
A20	200	180	28,00	105,74	9.388,32	120.446,67
A21	150	230	32,04	124,89	13.050,52	151.787,52
A22	170	230	11,56	88,64	6.276,36	251.123,99
A23	180	230	21,24	127,08	13.031,49	328.471,49
A24	190	230	34,31	155,57	19.923,65	465.577,89
A25	200	230	22,12	93,57	7.258,92	95.219,54

Percebe-se que o diâmetro médio de poros e a área média de poros diminui com o aumento da densidade de energia laser. Uma quantidade considerável de poros de diâmetro médio $\sim 18 \mu\text{m}$ pode ser observada nas amostras produzidas com densidade de energia laser abaixo de 250 J/mm^3 (Figura 18), particularmente para valores elevados de velocidade de varredura.

Os resultados de densidade e porosidade encontrados na seção anterior estão de acordo com os valores de diâmetro e área de poros obtidos. Conforme visível nas micrografias da Figura 16 (amostras A21-A25), os poros de formato irregular tendem a apresentar diâmetro maior, o que foi comprovado com base nos dados da Tabela 7. O mesmo pode ser dito das amostras com poros arredondados Figura 15 (amostras A1-A5) que comprovaram-se menores em diâmetro segundo a Tabela 7.

Relacionando as análises anteriores com as desenvolvidas nessa seção, acredita-se que conforme a velocidade de varredura diminui, a densidade de energia laser aumenta, a porosidade decresce e obtém-se amostras de elevada densidade com pequenos poros circulares com diâmetro médio menor que 8 μm . Com relação a área de poros pode inferir-se que quanto maior a quantidade de poros em uma amostra, maior a área de poros. Dessa maneira, as amostras com percentual maior de porosidade conseqüentemente foram as que apresentaram maior área.

Para os dois parâmetros, três amostras apresentaram comportamento diferente de outras fabricadas com velocidade de varredura similar. O valor elevado de diâmetro e área média de poros para as amostras A1, A6 e A11 (Tabela 7) chama atenção e deve-se levar em conta também o desvio padrão maior para todas as três. Todas essas amostras foram fabricadas com mesma potência do laser ($P = 150 \text{ W}$), indicando que para casos em que os valores de P são baixos, existe a tendência de formar poros maiores independente da velocidade de varredura baixa. Até 180 mm/s a potência do laser de 150 W influenciou significativamente no tamanho dos poros, mais do que a densidade de energia e a velocidade de varredura (Tabela 7). A partir de 180 mm/s a velocidade de varredura e potência do laser possuem influência similar tornando-se mais correta a avaliação por parte da densidade de energia laser.

Representou-se a esfericidade percentual média de poros em função do diâmetro médio de poros (Figura 20). Uma linha de tendência linear foi adicionada para melhor análise de dados. A distribuição de esfericidade provou-se com base na Figura 20, influenciável pelo diâmetro médio de poros. Para grande parte das amostras em estudo neste trabalho, conforme o tamanho médio de poros aumenta, menor a esfericidade e maior a possibilidade de tornarem-se poros irregulares. Em termos da análise realizada na seção anterior esse resultado é satisfatório e convergente.

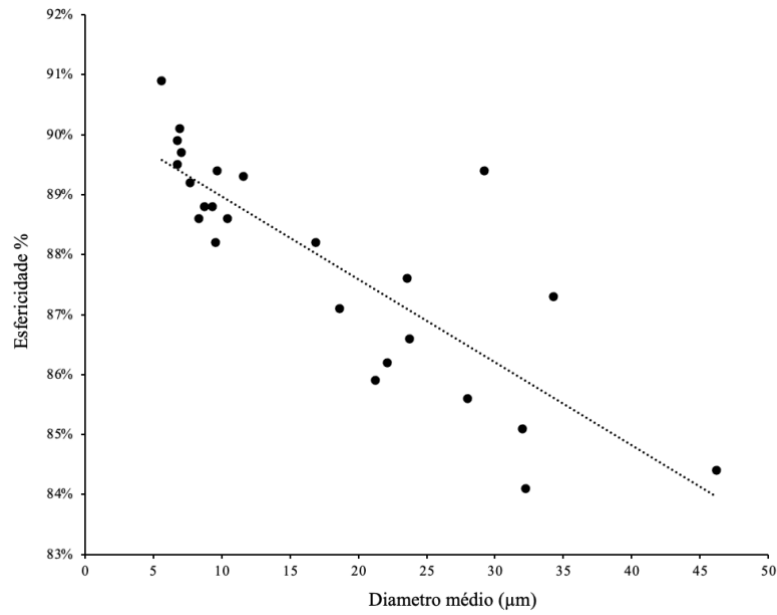


Figura 20 - Relação da esfericidade percentual média de poros com o diâmetro médio de poros. Fonte: A autora.

As informações de porosidade, diâmetro e área dos poros discutidas até o momento, também são fornecidas de forma sumarizada graficamente através do mesmo programa para medição de porosidade. A Figura 21 ilustra um exemplo desse resultado para a amostra de maior densidade A4.

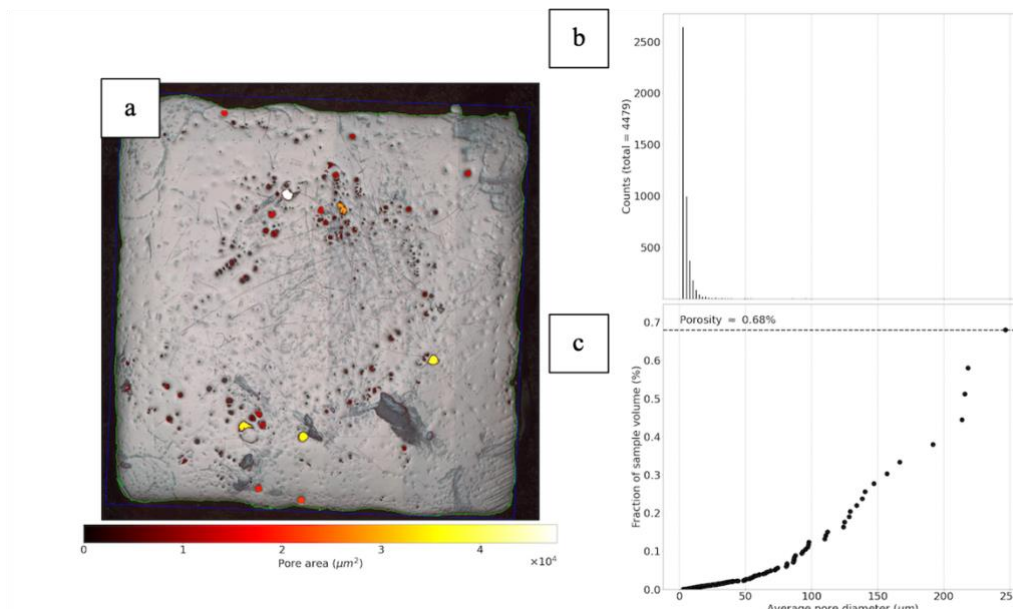


Figura 21 - Análise gráfica da amostra A4: área de poros (a); frequência de poros (b); porosidade acumulada (c). Fonte: A autora.

A Figura 21a demonstra a delimitação de poros e área. Através da barra de escala abaixo da imagem, uma respectiva tonalidade de cor define a área de poros, simplificando a análise visual. Adicionalmente, o programa reúne histogramas relacionados a frequência de poros (Figura 21b) e porosidade acumulada (Figura 21c), ambas em função do diâmetro de poros. A amostra A4 representada na Figura 21 possui 0,68% de porosidade, sendo maior a frequência de poros até 100 μm .

Os resultados obtidos através do programa para as outras duas amostras de maior densidade, amostra A2 (Figura 22) e A1 (Figura 23) também são rerepresentados nessa seção. Alinhados aos resultados de densidade, as amostras A2 e A1 revelaram um aumento de porosidade de 0,90% e 1,10% respectivamente. A maior frequência de poros também apresentou-se até 100 μm para ambas as amostras.

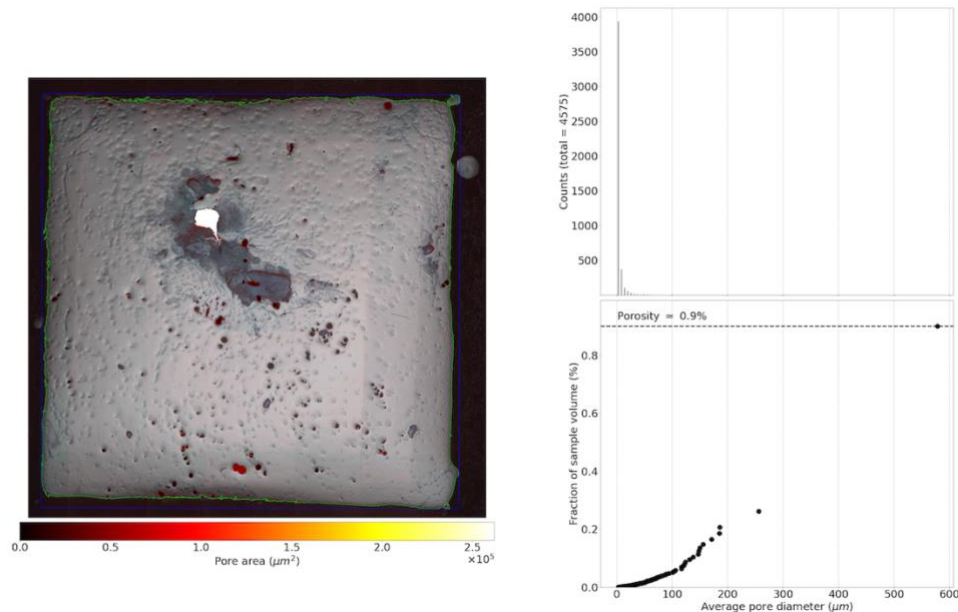


Figura 22 - Análise gráfica da amostra A2. Fonte: A autora.

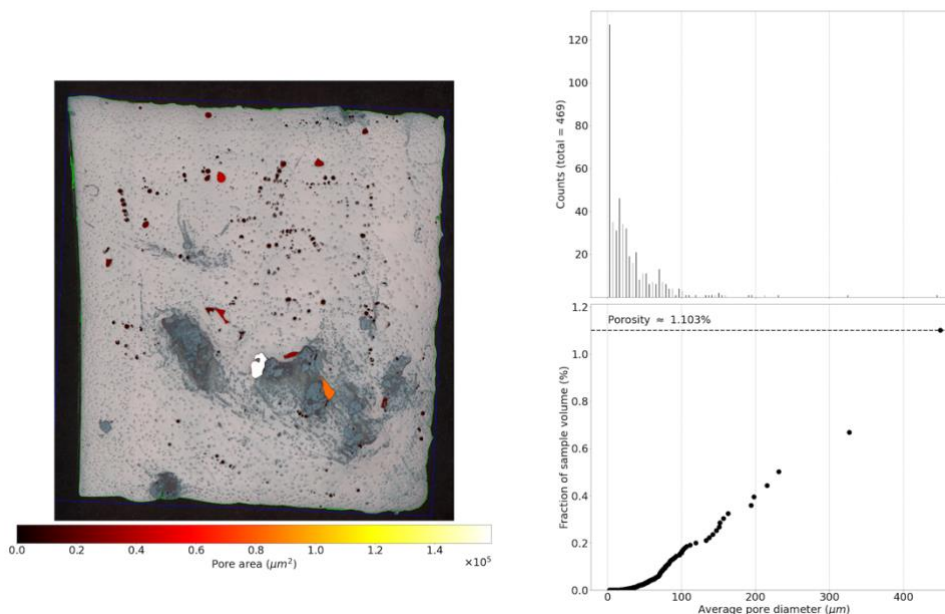


Figura 23 - Análise gráfica da amostra A1. Fonte: A autora.

Resultados similares a estes para as demais amostras estão descritos no Apêndice B

5.2. Caracterização microestrutural

5.2.1. Ataque químico

Durante o desenvolvimento do trabalho identificou-se que as superligas à base de níquel são resistentes a ataque químico por soluções alcalinas (VANDER VOORT, 1999). Dessa forma, o reagente convencional Nital utilizado em aços comuns não funcionou para as amostras em análise. Por isso optou-se pela utilização do reagente *Kalling no. 2*.

No entanto, após diversas tentativas constatou-se que o reagente *Kalling no. 2* foi também ineficiente no ataque químico das amostras de Inconel 625/NbC, ainda que tenham permanecido em imersão por intervalos maiores do que o normal de até 60 s. A Figura 24 demonstra através de imagens de microscópio eletrônico de varredura uma comparação entre regiões similares das amostra A1 após ataque químico com Nital e *Kalling no. 2* durante diferentes intervalos. Percebe-se pouca ou nenhuma alteração na microestrutura das amostras, não sendo possível identificar formatos, tamanho e contornos de grão.

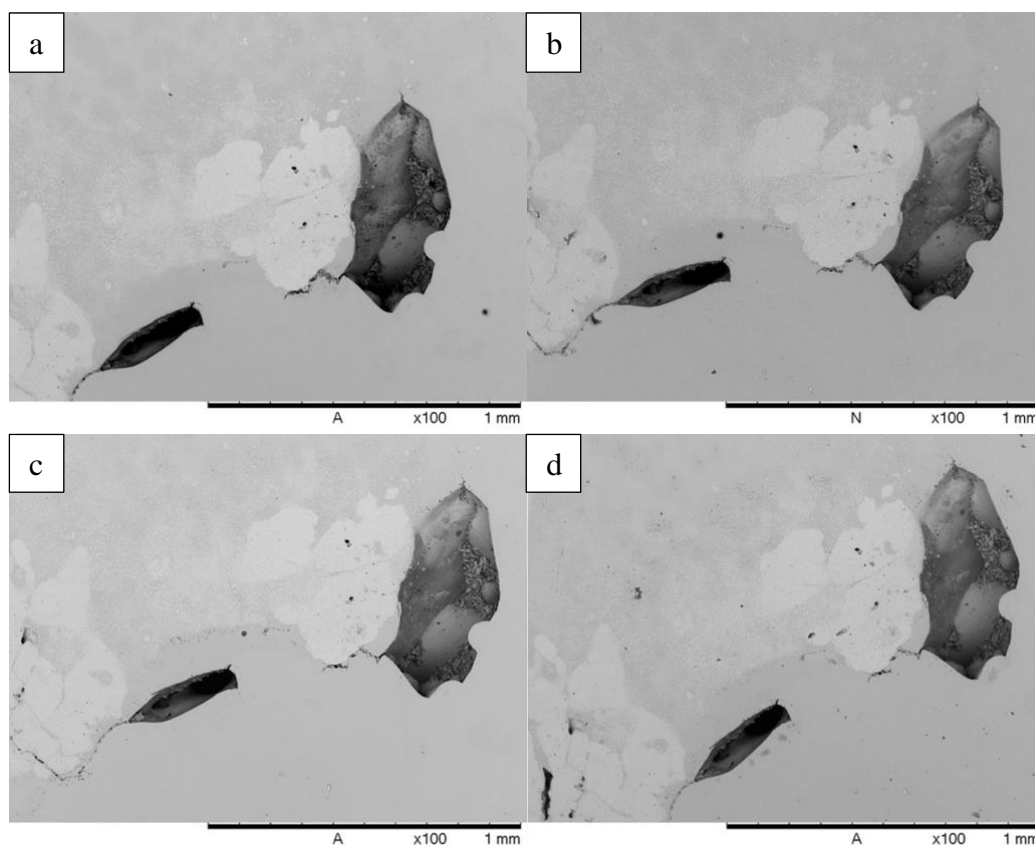


Figura 24 - Micrografias de MEV da Amostra 1 após ataque químico com reagente Nital 10s (a), Kalling no. 2 durante 10s (b), 40s (c) e 60s (d). Backscattered contrast. Fonte: A autora.

De maneira similar, o mesmo pode ser visto para a Amostra 4 onde a microestrutura não sofreu alterações após ataque químico com o reagente *Kalling no. 2* por 10 e 60 segundos (Figura 25). Com essa comparação tende-se a eliminar alguma característica específica inibidora ao reagente por parte da Amostra 1. Acredita-se que o reagente possa estar com validade expirada ou ser realmente ineficaz para o ataque químico desses compósitos especificamente. Infelizmente não houve tempo hábil para novas tentativas de ataques com outros reagentes.

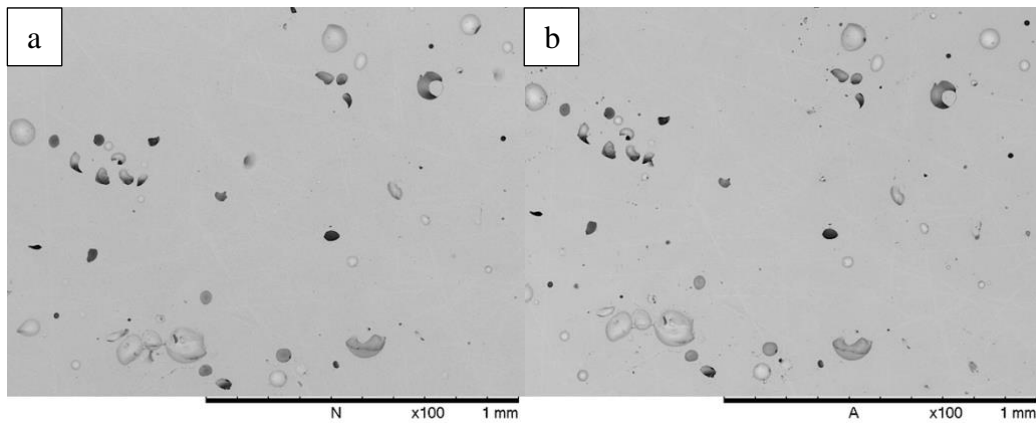


Figura 25 - Micrografias de MEV da Amostra 4 após ataque químico com reagente Kalling no. 2 durante 10 s (a) e 60 s (b). Fonte: A autora.

5.2.2. Microestrutura e composição química

A microestrutura das amostras analisadas revelou a presença dos reforços de NbC ao longo da matriz de Inconel 625, conforme demonstrado na Figura 26, e posteriormente comprovado por meio da análise de EDS. No entanto, a distribuição das partículas de reforço não mostrou-se totalmente uniforme. As partículas de NbC tenderam a formar aglomerados, localizados em regiões específicas.

A presença e delimitação de poros também pode ser observada na Figura 26. Conforme discutido na sessão referente ao comportamento de densificação, a amostra A1 apresentou densidade inferior as amostras A2 e A4 e este resultado mostra-se coerente com o apresentado nas micrografias, para uma região de mesmo tamanho analisada. Observa-se maior quantidade de poros na amostras A1 e concentração de NbC (Figura 26a).

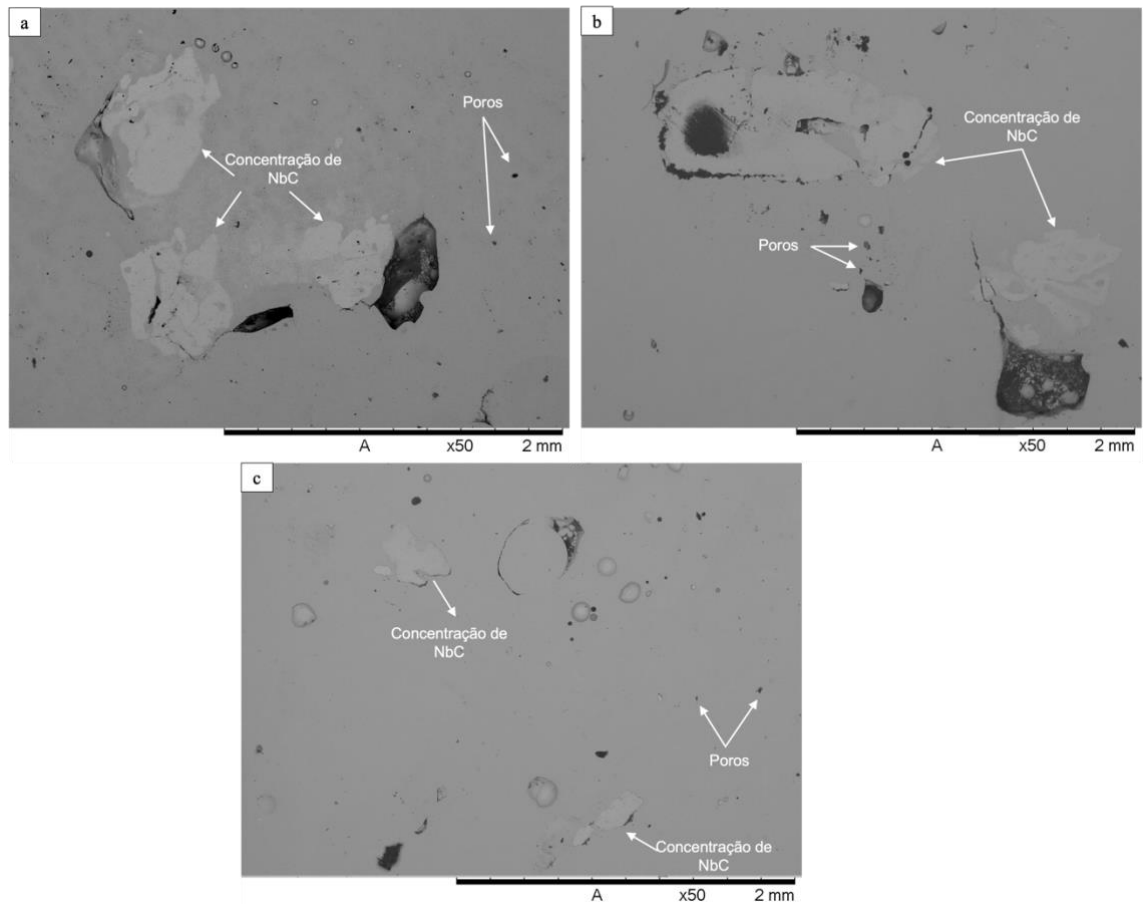


Figura 26 - Micrografias de MEV das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c) com delimitações de poros e regiões de concentração de NbC. Backscattered contrast. Fonte: A autora.

A diferença entre o tamanho de grão do carbeto de nióbio e a matriz de Inconel 625, tende a auxiliar na redução da formação de poros durante o processo de fabricação, considerando que as partículas menores de NbC mostram-se capazes de preencher os espaços faltantes entre as partículas maiores da matriz. No entanto, elevadas quantidades de NbC induzem maior contato entre as próprias partículas de reforço, resultando na formação de poros adicionais (GRABOSÍ et al., 2021). Julga-se que possivelmente o NbC foi distribuído de forma desigual ao longo das amostras durante o processo de mistura e processamento, o que poderia acarretar maior concentração da fase de esforço em amostras específicas e conseqüentemente aumento de porosidade.

Uma análise mais detalhada e aproximada das amostras A1, A2 e A4 revelou o caráter das partículas de reforço do carbeto de nióbio ao longo do material (Figura 27). Observa-se a presença de poros ao longo da matriz distribuídos de forma aleatória e próximos as partículas de NbC. A concentração de defeitos microestruturais varia entre as amostras em questão.

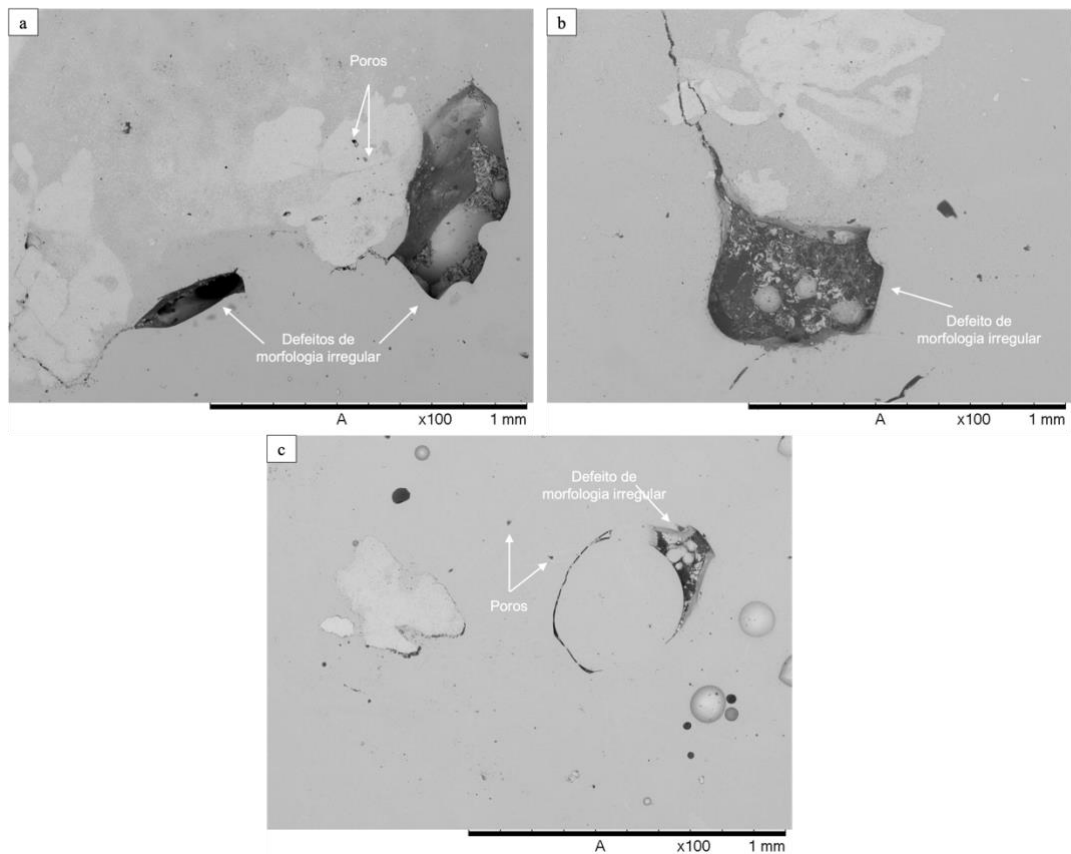


Figura 27 - Micrografias de MEV com aumento de 100x das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c) com delimitação de poros e defeitos irregulares presentes nos compósitos de matriz metálica. Backscattered contrast. Fonte: A autora.

A amostra A4 apresentou menor concentração de poros e maior contato reforço-matriz que as outras duas amostras, devido menor área de NbC aglomerado para uma mesma região analisada (Figura 27c) Por outro lado, a amostra A1 contém maior distribuição de poros em locais próximos aos reforços cerâmicos na matriz (Figura 27a). A concentração de defeitos para essa amostra tende a ocorrer de forma mais pronunciada devido formação de grandes aglomerados de NbC na matriz de Inconel 625. Acredita-se que um método alternativo para melhor homogeneização e moagem de pós provavelmente contribuiria para a redução do número de defeitos presentes próximos as partículas de reforço e aglomerados delas em todas as amostras fabricadas.

Um segundo ponto de importante observação presente na Figura 27 refere-se a grandes defeitos de morfologia irregular na forma de cavidades, verificados em diferentes tamanhos nas três amostras analisadas. O detalhamento dessas regiões encontra-se na Figura 28.

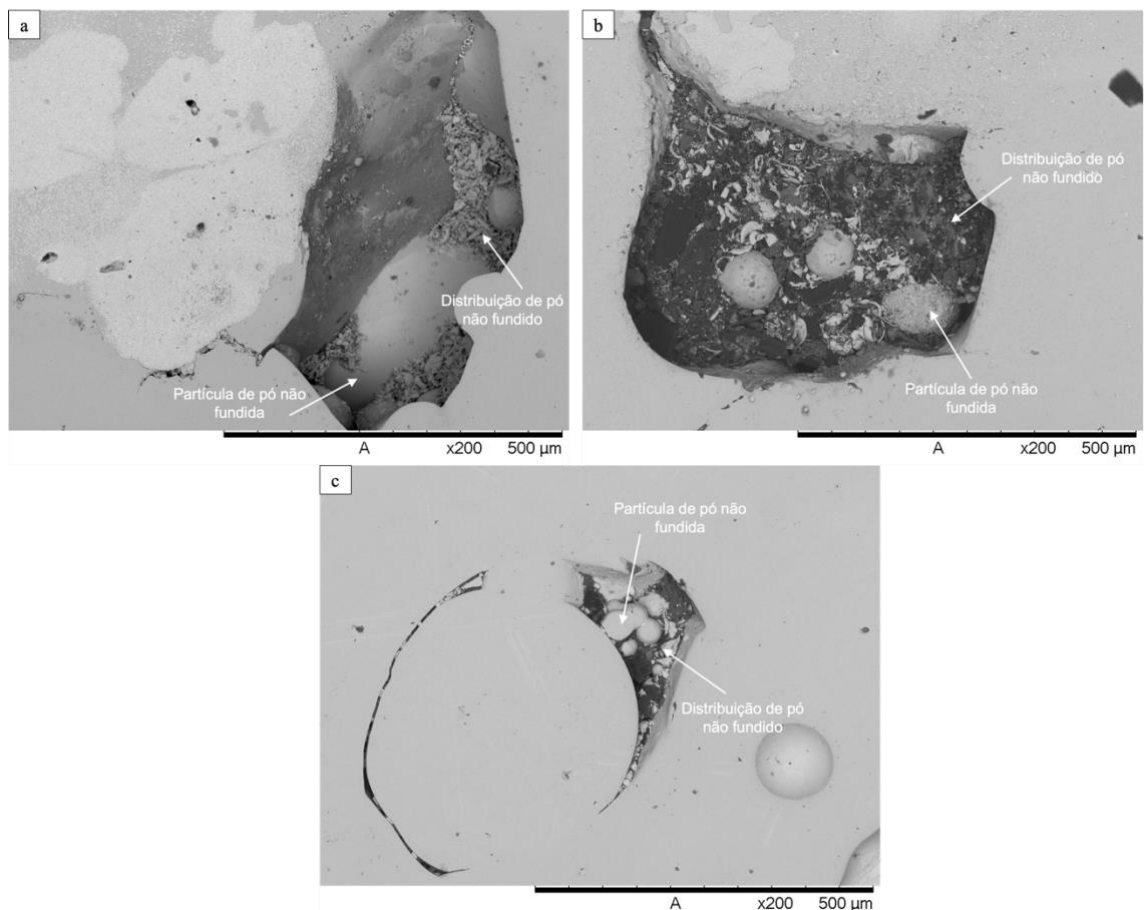


Figura 28 - Micrografias de MEV com aumento de 200x das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c) com delimitação de regiões e partículas de pó não fundidas. Backscattered contrast. Fonte: A autora.

A partir do aumento de 200x torna-se possível a caracterização de tais regiões de defeitos irregulares como partículas provavelmente não fundidas de material. A presença de poros em volta dessa região indica que as partículas não dissolvidas podem nesse caso ser responsáveis por a nucleação de defeitos. As micrografias, especialmente a da Figura 28b, indicam a presença de partículas de pó individuais não fundidas, supostamente de Inconel 625 devido sua característica esférica, envoltas por uma mistura de pó sem partículas de forma definida composta de provavelmente NbC, pó de cor mais escura, e fragmentos de Inconel 625. Considerando a escala das micrografias, o tamanho exacerbado das partículas de pó gera dúvidas com relação a sua procedência em termos de material, devendo levar-se em consideração a presença de tais partículas na forma de aglomerados. Para determinação mais precisa de composição química, a análise de EDS foi realizada posteriormente em pontos específicos das micrografias.

Para explicação desses defeitos irregulares algumas hipóteses são possíveis. A primeira considera a velocidade de varredura que quando alta faz-se capaz de originar regiões não fundidas. No entanto, todas as amostras estudadas na Figura 28 foram produzidas com a menor velocidade de varredura possível. Entra-se então na segunda possibilidade relacionada a um outro parâmetro de processo, o espaçamento entre linhas.

Com base na breve descrição feita anteriormente na seção 5.1, acredita-se que o alto valor de h escolhido proporcionou uma baixa taxa de sobreposição e dificultou a fusão entre linhas adjacentes. Uma taxa de sobreposição inapropriada pode deteriorar a rugosidade da superfície superior e produzir muitas cavidades rugosas devido ao efeito cumulativo (SHI et al., 2016). Portanto, um grande valor de espaçamento entre linhas possibilita a formação de uma superfície áspera que pode impedir o preenchimento de cavidades na camada solidificada anterior por parte do metal líquido, resultando na formação de defeitos.

Por meio do desenho esquemático da Figura 29 tem-se a formação dos defeitos de maneira exemplificada. Valores baixos de espaçamento entre linhas possibilitam maior taxa de sobreposição, facilitando o preenchimento de cavidades presentes em camadas previamente solidificadas e evitando a formação de defeitos nas interfaces (Figura 29a). Por outro lado, uma maior quantidade e tamanho de defeitos majoritariamente ocorrem a altos valores de espaçamento entre linhas (Figura 29b), devido baixa taxa de sobreposição.

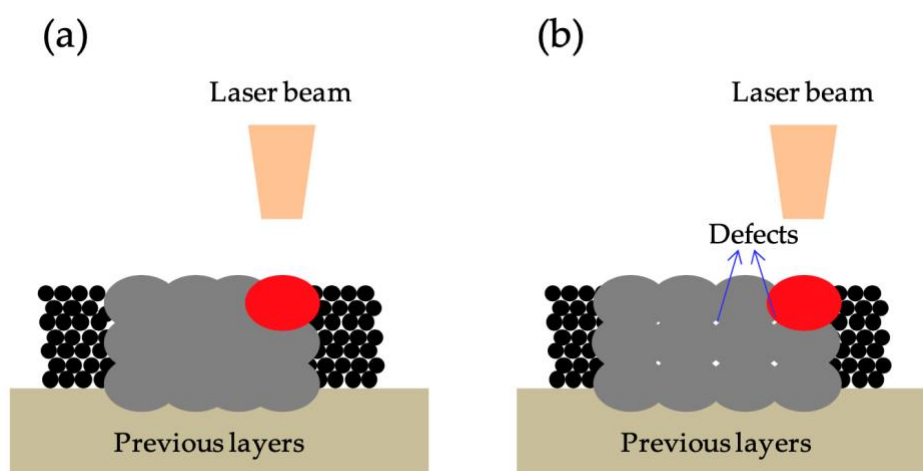


Figura 29 - Desenho esquemático do processo L-PBF demonstrando a formação de defeitos para valores baixos (a) e altos (b) de espaçamento entre linha. Fonte: (SHI et al., 2016).

A seguir representam-se as imagens de MEV combinadas com a análise de EDS, para uma análise semi-quantitativa das microestruturas discutidas anteriormente e resultados de composição química. A concentração de carbono não foi incluída nos resultados considerando que a quantificação desse elemento não é precisa na análise de EDS.

Primeiramente realizou-se uma análise microestrutural detalhada da fase de reforço para examinar a reação entre o carbeto de nióbio e o substrato metálico conforme demonstra a Figura 30. Percebe-se a formação de uma camada de NbC em sua maioria presente na forma de pequenos aglomerados caracterizados por seus grãos volumosos, de contraste intermediário com a matriz. A presença de cantos preferencialmente arredondados ao longo da fase de reforço indica que houve a tendência de dissolução do NbC dentro da matriz. O denominado *Spectrum 1* refere-se a fase de reforço e o *Spectrum 2* a matriz (Figura 30a). O resultado fornecido por parte da análise de EDS comprovou a presença majoritária de nióbio no *Spectrum 1*, com o maior pico dentre os demais elementos quantificados (Figura 30b). O *Spectrum 2* provou ser de fato a liga de Inconel 625 considerando os percentuais elevados de níquel e cromo e a presença de Mo e Nb, elementos químicos também existentes na composição da superliga (Figura 31c). No entanto em comparação com a literatura onde Nb + Ta estão presentes em 3,5% da liga de Inconel 625, o percentual de Nb obtido (12.353%) apresenta-se maior do que esperado, o que pode indicar a presença de partículas de reforço de NbC ainda que em menor quantidade.

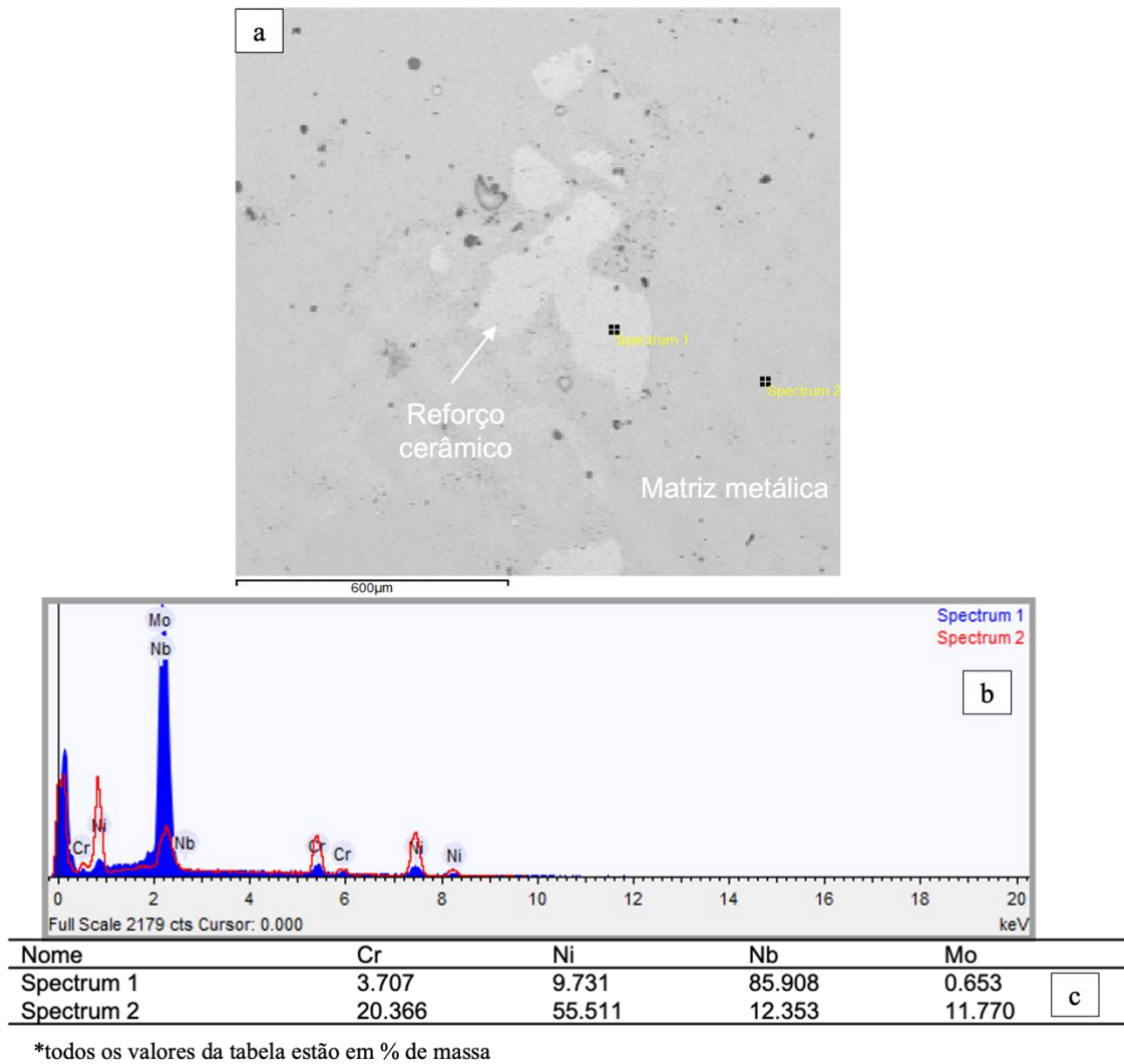


Figura 30 - Exemplo da interação entre o reforço cerâmico e a matriz metálica, com delimitação de áreas para análise (a), espectro de elementos (b) e tabela de resultados (c) de EDS. Fonte: A autora.

Em termos gerais, mesmo que com alguns pontos de partículas aglomeradas confirmou-se a presença dos reforços de NbC ao longo da matriz, indicando que em síntese as amostras podem de fato ser estabelecidas como um compósito de matriz metálica.

As análises seguintes tiveram como objetivo identificar a partir da técnica de EDS os elementos presentes nas áreas indicadas na Figura 28 onde houve falta de fusão de partículas. Direcionaram-se as três micrografias para o software de EDS a fim de delimitar pontos de análise. Em cada uma das amostras os *Spectrum 1* e *2* referem-se as partículas individuais ou aglomeradas de forma arredondada e a mistura de pós sem partículas de forma definida, respectivamente (Figura 31).

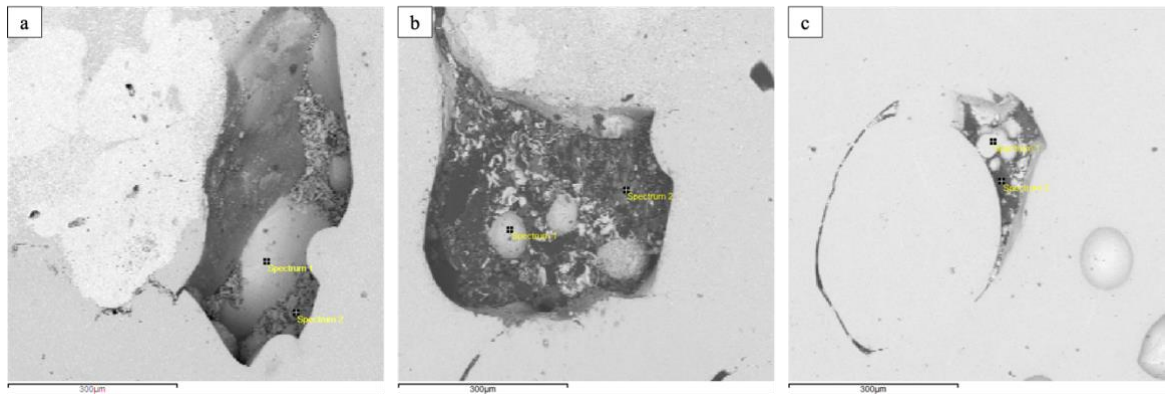


Figura 31 - Delimitação de áreas para a análise de EDS das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c). Fonte: A autora.

Os espectros e o percentual de elementos fornecidos para cada ponto analisado estão reapresentados na Figura 32 e na Tabela 8 respectivamente.

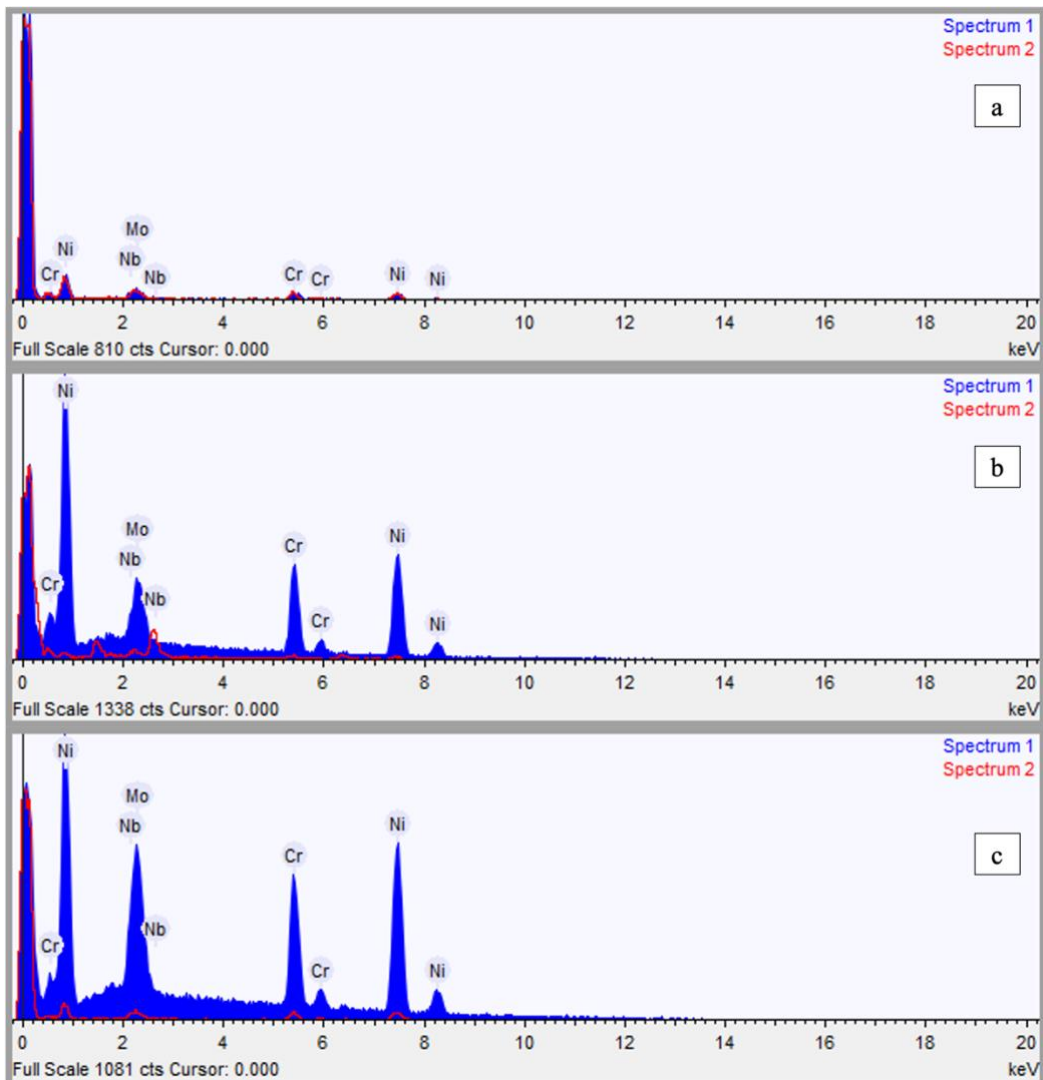


Figura 32 - Espectros de EDS para análise de composição química das amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c). Fonte: A autora.

Tabela 8 - Quantificação de elementos químicos presentes nas amostras A1 (a), A2 (b) e A4 (c) por meio da análise de EDS. Fonte: A autora.

Nome	Espectro	Cr	Ni	Nb	Mo
a	<i>Spectrum 1</i>	21.429	48.449	17.885	12.237
	<i>Spectrum 2</i>	19.399	50.557	15.541	14.503
b	<i>Spectrum 1</i>	21.851	62.110	4.851	11.188
	<i>Spectrum 2</i>	16.173	45.812	32.935	5.081
c	<i>Spectrum 1</i>	18.772	59.186	10.774	11.269
	<i>Spectrum 2</i>	19.819	55.044	13.905	11.232

*todos os valores da tabela estão em percentual de massa.

Destaca-se a sobreposição de picos para as duas regiões analisadas da amostras A1 (Figura 32a) devido percentuais de elementos químicos similares para ambas. Com base nos resultados fornecidos (*Spectrum 1*) percebe-se uma forte tendência a caracterização das partículas individuais ou aglomerados de pó não fundido como de fato de Inconel 625. No entanto, a consideração da segunda região de análise como uma mistura de pós não fundidos, sem partículas de forma definida, não comprovou-se de maneira tão evidente. Os resultados de análise química da segunda região (*Spectrum 2*) indicam possíveis fragmentos de Inconel 625, mas deixam dúvidas com relação a presença de partículas de NbC. Ainda que para a amostra A2 o percentual de Nb seja elevado, o alto percentual de Ni e de Mo pode sugerir a formação de precipitados, indicando uma região de pó fundido e não o contrário.

Para melhor discorrer sobre os aspectos referentes a formação de fases dos resultados de EDS faz-se necessário retomar questões discutidas brevemente na parte de revisão bibliográfica referente ao Inconel 625.

O Inconel 625 é uma superliga com possibilidade de endurecimento por solução sólida, quando exposta a elevadas temperaturas, por meio de outros elementos presente em sua composição, mais precisamente o Mo e Nb. O molibdênio e o nióbio são responsáveis pelo endurecimento através de sua dissolução diretamente na fase γ' promovendo a precipitação da fase γ'' - Ni_3Mo / Ni_3Mo (DUPONT; LIPPOLD; KISER, 2009). Conforme o tempo de exposição a elevadas temperaturas, a fase γ'' metaestável possui a possibilidade de ser substituída pela fase estável δ (Ni_3Nb ou Ni_3Mo) (DUPONT; LIPPOLD; KISER, 2009).

A formação de fases enriquecidas de Nb/Mo já ocorre normalmente na liga de Inconel 625. A adição de carbeta de nióbio como fase de reforço não impede esse fenômeno por parte da superliga, contribuindo na verdade para o aumento de formação dessa fase. Essa

reação ocorre, pois, o carbeto de nióbio ao ser inserido na matriz fornece quantidades adicionais de Nb e C.

Considerando a falta de ataque químico das amostras, a identificação de precipitados na matriz γ -Ni tornou-se dificultada. Com base nas micrografias apresentadas acredita-se que não houve dissolução completa do particulado e conseqüentemente re-precipitação em zonas de segregação de carbonetos secundários do tipo γ'' . No entanto, através da análise de EDS constatou-se a presença de fases enriquecidas de Nb/Mo. Com base nos resultados da tabela da Figura 30c percebe-se que o *Spectrum 2* indica a presença da matriz de Inconel 625 com teores consideráveis de Nb e Mo, o que pode indicar a formação de fases do tipo γ'' que não estão visíveis. O resultado da Tabela 8 para o *Spectrum 2* da amostra A2 também indica a possível presença de precipitados do tipo γ'' devido teores elevados de Ni e Nb.

Não só a fase metaestável γ'' como a fase estável δ (Ni_3Nb ou Ni_3Mo) as quais aumentam as propriedades mecânicas das superligas podem potencialmente existir nessas amostras. Enquanto γ'' são geralmente formadas abaixo de 1000°C , superligas obtidas via L-PBF podem conter principalmente a fase estável δ (GRABOSÍ et al., 2021).

5.3. Caracterização mecânica

5.3.1. Ensaio de microdureza

Os resultados de microdureza Vickers determinados através da média de três pontos de medidas ao longo da seção transversal de cada amostra, estão representados no gráfico da Figura 33 em função da densidade de energia laser. Observa-se uma distribuição irregular dos valores de microdureza, indicando que a variação dos parâmetros de processo entre as amostras exerceu pouca influência na resistência mecânica. Existe, no entanto, uma tênue tendência de redução dos valores de microdureza média com o aumento da densidade de energia, a partir de $\eta = 106 \text{ J/mm}^3$. Uma microdureza máxima de $466 \text{ HV}_{0,1}$ foi obtida para a amostra A25.

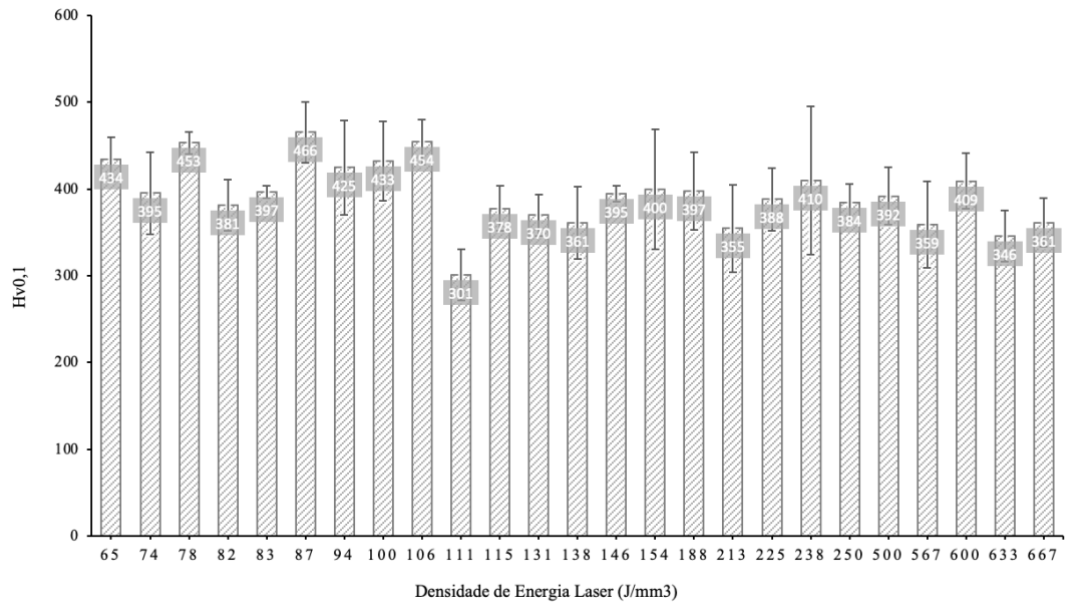


Figura 33 - Microdureza Vickers das amostras A1-A25 fabricadas via L-PBF em função da densidade de energia laser. Fonte: A autora.

Realizou-se uma análise com espaço amostral reduzido considerando apenas as amostras de maior densidade (A1, A2 e A4) e suas respectivas densidades de energia laser ($\eta = 500 \text{ J/mm}^3$, $\eta = 567 \text{ J/mm}^3$, $\eta = 633 \text{ J/mm}^3$). O resultado (Figura 34) apresentou-se de maneira similar ao anterior, indicando a influência do aumento de densidade de energia laser na redução da microdureza.

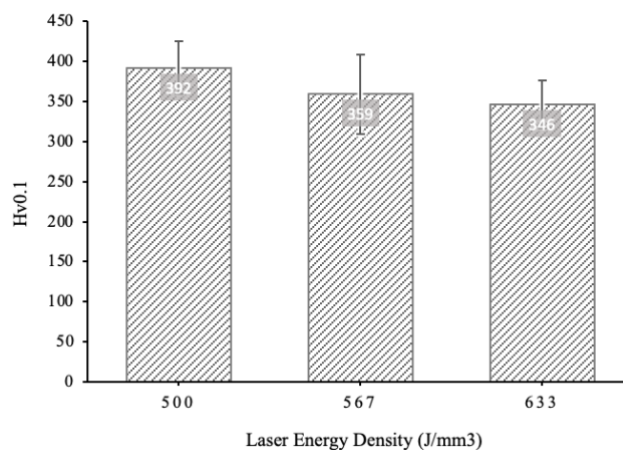


Figura 34 - Microdureza Vickers das amostras A1, A2 e A4 fabricadas via L-PBF em função da densidade de energia laser. Fonte: A autora.

A divergência de valores de microdureza média entre as amostras para ambos os espaços amostrais é baixa. Acredita-se que esse comportamento está relacionado com o

valor elevado de espessura de camada utilizado nesse trabalho, o qual reduz a dissipação de calor e induz uma variação mínima na taxa de resfriamento a diferentes condições de densidade de energia laser. Dessa forma, a variação do tamanho de grão é pouco significativa para induzir variação de microdureza nas amostras (NAYAK et al., 2020).

A Tabela 9 apresenta valores de microdureza para amostras de Inconel 625 e Inconel 625/NbC fabricadas em diferentes condições. No presente trabalho, não fabricou-se uma amostra apenas com IN625, dessa forma recorreu-se a literatura para uma análise comparativa. Percebe-se que grande parte dos valores de microdureza obtidos para os compósitos fabricados nesse trabalho, são maiores do que os encontrados nos artigos referência, para as amostras constituídas somente de IN625. Com isso, conclui-se que possivelmente o NbC atuou de fato como fase de reforço, aumentando a microdureza do compósito. Esses valores mostram-se também coerentes com o obtido por GRABOŚ et al. 2021, em um trabalho similar onde compósitos de IN625/NbC foram fabricados via *Spark Plasma Sintering* (SPS).

*Tabela 9 - Microdureza Vickers de amostras de IN625 e IN625/NbC fabricadas em diferentes condições
Fonte: A autora.*

Ex.	Processo de fabricação	Material	Espessura de camada (µm)	Microdureza (HV)	Referências
1	L-PBF (presente trabalho)	IN625/NbC	100	301-466	...
2	SPS	IN625/NbC	...	358	GRABOŚ et al., 2021
3	SPS	IN625	...	323	GRABOŚ et al., 2021
4	L-PBF	IN625	100	278-311	NAYAK et al., 2020
5	L-PBF	IN625	50	300-350	ZHANG et al., 2016

Considerando os resultados microestruturais e a análise de EDS acredita-se que a provável formação de precipitados ampliada pela adição de NbC contribuiu para o aumento de microdureza do compósito. No entanto, a larga distribuição dos resultados de microdureza leva a crer que possivelmente houve a distribuição não uniforme das partículas de reforço na matriz, devido a tendência a aglomeração por parte do carbetto de nióbio.

Os valores de microdureza obtidos tanto para as amostras de IN625 quanto para as amostras de IN625/NbC encontrados na literatura assemelham-se aos valores de microdureza obtidos nesse trabalho. Esse resultado indica que a espessura de camada mais elevada utilizada nesse estudo, não possui efeito significativo na microdureza das amostras fabricadas.

6. CONCLUSÃO

As amostras obtidas revelaram a presença das partículas de NbC na matriz de Inconel 625, caracterizando de fato um compósito de matriz metálica e confirmando a técnica de fusão em leito de pó a laser como promissora no desenvolvimento de compósitos.

A análise dos compósitos por meio das micrografias de microscópio óptico revelou a presença de defeitos na forma de poros arredondados devido ao aprisionamento de gases e poros irregulares provenientes da fusão insuficiente das partículas de pó. Entretanto, registraram-se amostras com densidade acima de 98,5%, sendo elas A4 (99,32%), A2 (99,10%) e A1 (98,90%).

Constatou-se como janela de processamento adequada para a obtenção de compósitos com densidade maior do que 97%, o intervalo de densidade de energia laser entre 213 e 667 J/mm³. Com relação aos demais parâmetros de processo, percebeu-se influência da potência do laser e da velocidade de varredura na formação de poros arredondados e irregulares. Todavia considerando que as amostras mais densas foram fabricadas com baixa velocidade de varredura (30 e 80 mm/s), tende-se a acreditar que esse parâmetro de processo combinado com o alto valor de espessura de camada utilizado nesse trabalho, foi o principal fator de influência na densidade de amostras e presença de defeitos. Salienta-se ainda o fato de o valor escolhido como espaçamento entre linhas coincidir com o diâmetro de feixe no foco do equipamento, proporcionando uma taxa de sobreposição reduzida e dificultando a fusão entre linhas.

Os resultados fornecidos por parte do programa para medição de porosidade indicaram que compósitos com menos de 3% de porosidade foram fabricados com velocidade de varredura de 30 mm/s e presença de pequenos poros circulares com diâmetro médio menor que 8 µm. Verificou-se além disso, influência do aumento da densidade de energia a laser na redução do diâmetro médio e na área média de poros. Confirmou-se que para grande parte das amostras em estudo, conforme o tamanho médio de poros aumenta, menor a esfericidade e maior a possibilidade de tornarem-se poros irregulares.

As análises de microestrutura e composição química via MEV/EDS demonstraram a distribuição de partículas de NbC de maneira não uniforme, tendendo a formação de aglomerados em regiões específicas. A presença de cantos preferencialmente

arredondados ao longo da fase de reforço indica que houve a tendência de dissolução do NbC dentro da matriz.

Identificou-se através das micrografias de MEV regiões de defeitos irregulares caracterizadas como partículas provavelmente não fundidas individuais ou aglomeradas e possíveis responsáveis pela nucleação de defeitos, devido presença de poros em volta dessa região. Devido altos percentuais de Nb/Mo para certas regiões analisadas faz-se necessário considerar a possível formação de precipitados do tipo gamma double prime (γ'') e/ou δ ($\text{Ni}_3\text{Nb}/\text{Ni}_3\text{Mo}$). A tentativa falha de ataque químico das amostras dificultou a identificação de precipitados na matriz γ -Ni, reforçando sua necessidade para confirmação das teorias firmadas.

A respeito da etapa de caracterização mecânica identificou-se tênue tendência de redução dos valores de microdureza média com o aumento da densidade de energia, a partir de $\eta = 106 \text{ J/mm}^3$. Uma microdureza máxima de 466 $\text{HV}_{0,1}$ foi obtida para a amostra A25. Por fim, confirmou-se que os compósitos obtiveram microdureza superior ao registrado na literatura para componentes fabricados apenas de Inconel 625, indicando possivelmente atuação do NbC como fase efetiva de reforço.

6.1. Sugestões de trabalhos futuros

Deixa-se como sugestão para trabalhos futuros os seguintes estudos:

- Fabricar amostras com diferentes parâmetros de processo, ajustando valores de espessura de camada e espaçamento entre linhas, conforme velocidade de varredura.
- Utilizar outros reagentes para ataque químico de amostras.
- Efetuar análise metalúrgica para caracterização de grãos e contornos de grão e análise de topográfica para avaliação de *balling effect*.
- Realizar outras caracterizações mecânicas como tenacidade a fratura e ensaio de tensão.

7. REFERÊNCIAS

- ALKIMAT. **Impressora 3D de Metais e Polímeros**, 2019. Página Inicial. Disponível em: <https://www.alkimat.com.br>. Acesso em 18 de abr. de 2023.
- AVILA, Daniel dos Santos. **Desenvolvimento de compósito de matriz ferrosa reforçado por carbeto de nióbio formado in situ durante a sinterização**. Dissertação de mestrado – Engenharia de materiais, Programa de pós-graduação em ciência e engenharia de materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, 2020.
- BENOIT, Michael J. et al. **Effect of alloy composition and laser powder bed fusion parameters on the defect formation and mechanical properties of Inconel 625**. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 114, n. 3, p. 915-927, 2021.
- BHAURKAR, Vyankatesh P. et al. **Fabrication and analysis of metal matrix composites: A state of the art review**. In: AIP Conference Proceedings. AIP Publishing LLC, 2020. p. 020026.
- BOYCE, Meherwan P. **Gas turbine engineering handbook**. Elsevier, 2011.
- BRANDES, Eric A.; BROOK, G. B. **Smithells metals reference book**. 7. ed. Elsevier, 2013.
- CALLISTER, William. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 9.ed. Grupo Gen-LTC, 2016.
- CHAWLA, Krishan K. **Composite materials: science and engineering**. 3.ed. Springer Science & Business Media, 2012.
- CORDEIRO, Tiago; GARATTONI, Bruno. **A verdade sobre o nióbio**. Disponível em: <https://super.abril.com.br/ciencia/a-verdade-sobre-o-niobio/>. Acesso em: 20.02.2023
- CUPPARI, Marcio Gustavo Di Vernieri; SANTOS, Sydney Ferreira. **Physical properties of the NbC carbide**. Metals, v. 6, n. 10, p. 250, 2016.
- DINDA, G. P.; DASGUPTA, A. K.; MAZUMDER, J. **Laser aided direct metal deposition of Inconel 625 superalloy: Microstructural evolution and thermal stability**. Materials Science and Engineering: A, v. 509, n. 1-2, p. 98-104, 2009.
- DUPONT, J. N.; LIPPOLD, J. C.; KISER, S. D. Alloying additions, phase diagrams, and phase stability. **Welding Metallurgy and Weldability of Nickel Based Alloys**; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, USA, p. 15-43, 2009.

GAO, Wei et al. **The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering**. Computer-Aided Design, v. 69, p. 65-89, 2015.

GIBSON, Ian; ROSEN, W. David; STUCKER, Brent. **Additive manufacturing technologies–Rapid prototyping to direct digital manufacturing**. Springer, 2010.

GRABOŚ, Adrian et al. **Microstructure and Hardness of Spark Plasma Sintered Inconel 625-NbC Composites for High-Temperature Applications**. Materials, v. 14, n. 16, p. 4606, 2021

GU, Dongdong et al. **Densification behavior, microstructure evolution, and wear property of TiC nanoparticle reinforced AlSi10Mg bulk-form nanocomposites prepared by selective laser melting**. Journal of Laser Applications, v. 27, n. S1, p. S17003, 2015.

LEMOIS, Georges et al. **Creep resistance improvement of a polycrystalline Ni-based superalloy via TiC particles reinforcement**. Materials Science and Engineering: A, v. 854, p. 143821, 2022.

LI, Neng et al. **Laser additive manufacturing on metal matrix composites: a review**. Chinese Journal of Mechanical Engineering, v. 34, n. 1, p. 1-16, 2021.

MATHEW, M. D.; PARAMESWARAN, P.; RAO, K. Bhanu Sankara. **Microstructural changes in alloy 625 during high temperature creep**. Materials Characterization, v. 59, n. 5, p. 508-513, 2008.

NAYAK, S. K. et al. **Experimental studies on laser additive manufacturing of Inconel-625 structures using powder bed fusion at 100 µm layer thickness**. Journal of Materials Engineering and Performance, v. 29, n. 11, p. 7636-7647, 2020.

PIERSON, Hugh O. **Handbook of Refractory Carbides and Nitrides: properties, characteristics, processing and applications**. Westwood: Noyes Publications, 1996.

REED, Roger C. **The superalloys: fundamentals and applications**. Cambridge university press, 2006.

SHI, Xuezhi et al. **Performance of high layer thickness in selective laser melting of Ti6Al4V**. Materials, v. 9, n. 12, p. 975, 2016.

SILVA, Rafael Gomes Nunes et al. **Tribological comparison of Inconel 625 coatings deposited via laser metal deposition and tungsten inert gas welding process**. Journal of Laser Applications, v. 32, n. 2, p. 022034, 2020.

THAKAR, Chetan M. et al. **3d Printing: Basic principles and applications**. Materials Today: Proceedings, v. 51, p. 842-849, 2022.

VANDER VOORT, George F. **Metallography, principles and practice**. ASM international, 1999.

WANG, Lin-zhi; WANG, Sen; WU, Jiao-jiao. **Experimental investigation on densification behavior and surface roughness of AlSi10Mg powders produced by selective laser melting**. Optics & Laser Technology, v. 96, p. 88-96, 2017.

WHEAT, Evan. **Process mapping and optimization of titanium parts made by binder jetting additive manufacturing**. Dissertação de Mestrado - University of Waterloo, 2018

YAP, Chor Yen et al. **Review of selective laser melting: Materials and applications**. Applied physics reviews, v. 2, n. 4, p. 041101, 2015.

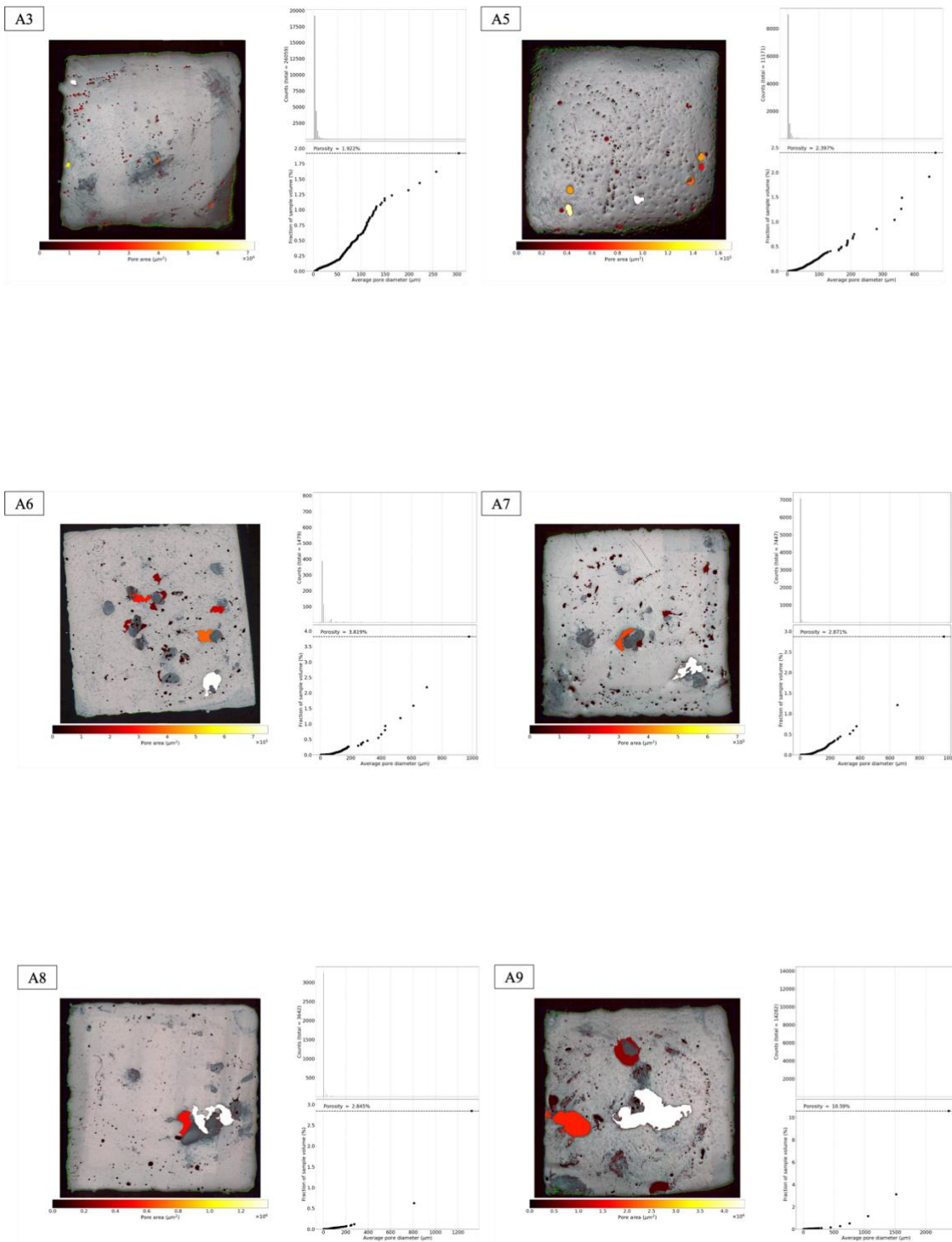
YU, Wen Hui et al. **Particle-reinforced metal matrix nanocomposites fabricated by selective laser melting: A state of the art review**. Progress in Materials Science, v. 104, p. 330-379, 2019.

ZHANG, Baicheng et al. **Microhardness and microstructure evolution of TiB₂ reinforced Inconel 625/TiB₂ composite produced by selective laser melting**. Optics & Laser Technology, v. 80, p. 186-195, 2016.

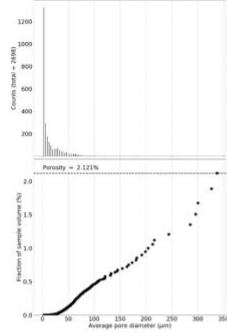
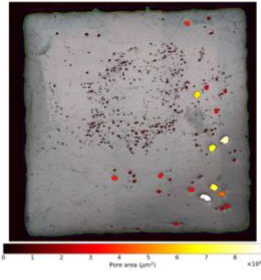
APÊNDICE A

Amostra	Diâmetro (μm)			Área (μm^2)		
	Mediana	Maior poro	N° de medidas	Mediana	Maior poro	N° de medidas
A1	20,20	449,88	469	323,19	158.958,52	469
A2	4,00	570,28	4575	14,36	255.426,02	4575
A3	4,00	303,72	26059	14,36	72.454,32	26059
A4	4,00	243,46	4479	14,36	46.554,05	4479
A5	4,00	466,03	11171	14,36	170.573,69	11171
A6	12,00	978,53	1479	114,91	752.039,64	1479
A7	4,00	961,52	7447	14,36	726.121,42	7447
A8	4,90	1.321,35	3642	19,75	1.371.274,19	3642
A9	4,90	2.372,87	14282	19,75	4.442.205,44	14282
A10	6,33	337,15	2698	34,12	89.280,06	2698
A11	21,26	1.272,69	799	357,31	1.272.145,74	799
A12	4,90	1.742,98	12753	21,55	2.386.013,47	12753
A13	4,90	1.837,52	23705	21,55	2.651.873,21	23705
A14	4,90	1.233,46	6445	21,55	1.194.927,93	6445
A15	4,90	1.522,29	6164	19,75	1.820.066,13	6164
A16	13,27	1.333,93	2265	140,05	1.397.506,63	2265
A17	4,90	1.676,59	2106	21,55	2.207.717,28	2106
A18	6,00	2.287,42	3186	30,52	4.109.441,53	3186
A19	5,66	2.109,03	6487	26,93	3.493.465,83	6487
A20	6,33	1.900,67	889	32,32	28.337.277,83	889
A21	8,37	2.325,85	1532	56,56	4.248.656,59	1532
A22	4,90	4.486,97	4548	19,75	15.812.328,06	4548
A23	7,21	3.873,42	1879	41,30	11.783.605,60	1879
A24	17,32	4.813,41	1748	237,01	18.196.811,76	1748
A25	6,93	1.789,01	2057	39,50	2.513.704,93	2057

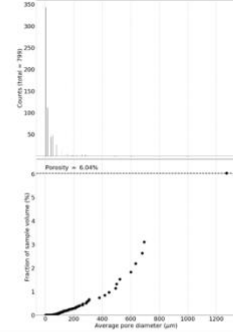
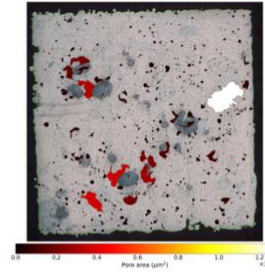
APÊNDICE B



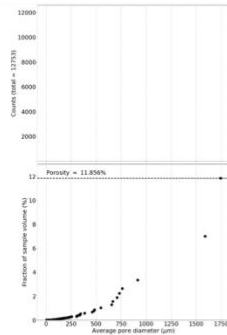
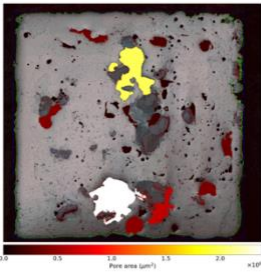
A10



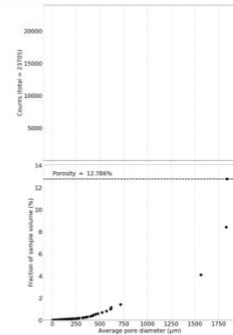
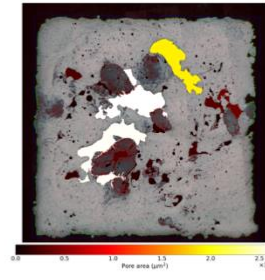
A11



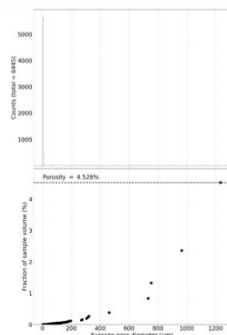
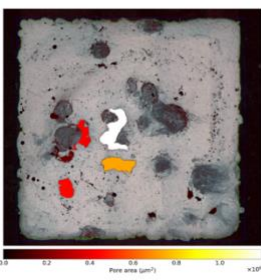
A12



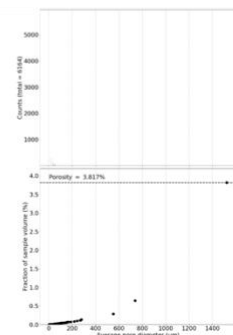
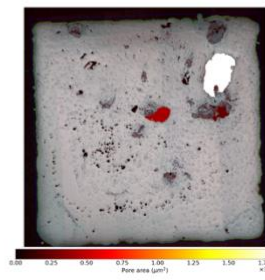
A13



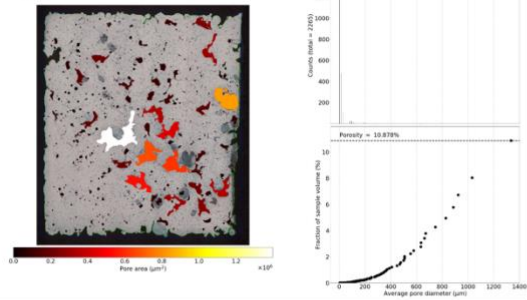
A14



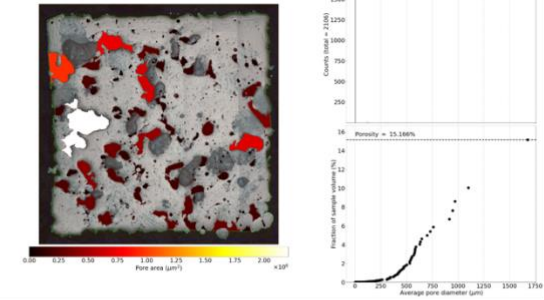
A15



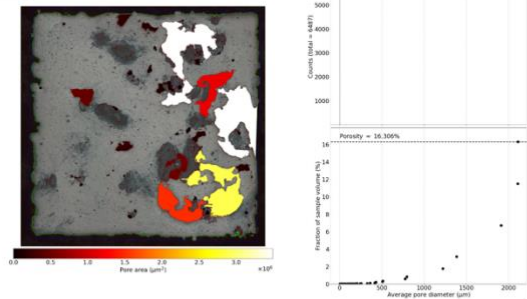
A16



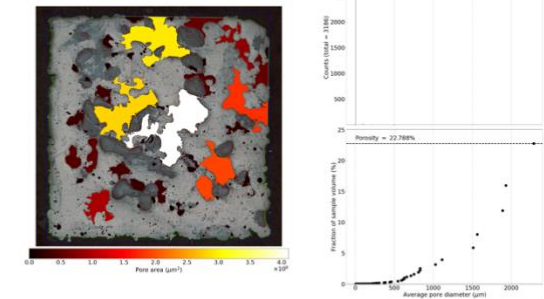
A17



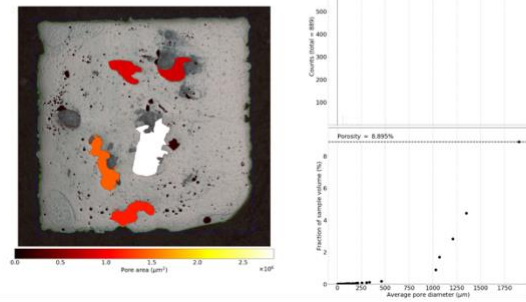
A18



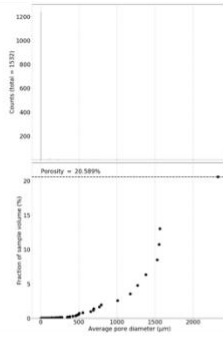
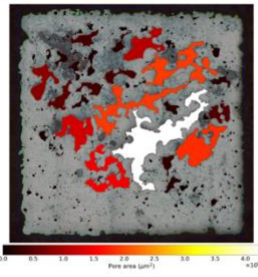
A19



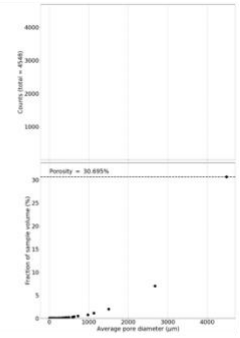
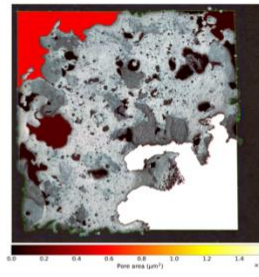
A20



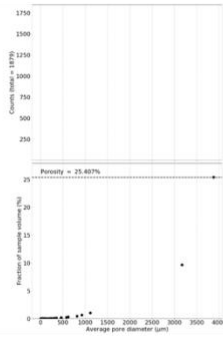
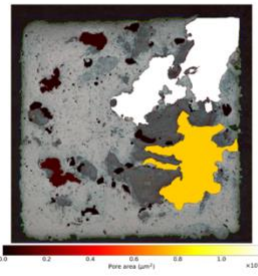
A21



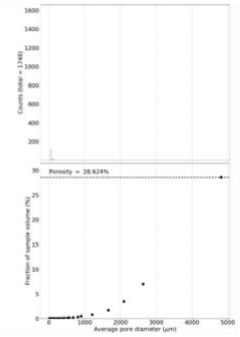
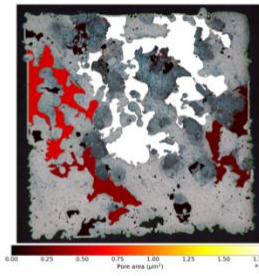
A22



A23



A24



A25

