



International Conference for
Academia and Industry Co-operation

20/11/2023 – 24/11/2023

São Luis - Maranhão - Brasil



International Meeting in Materials
Science and Engineering of Maranhão

EFEITO DA DENSIDADE VOLUMÉTRICA DE ENERGIA NA MICROESTRUTURA E EVOLUÇÃO DA TEXTURA DO INCONEL 625 FABRICADA POR FUSÃO EM LEITO DE PÓ A LASER.

EFFECT OF VOLUMETRIC ENERGY DENSITY ON THE MICROSTRUCTURE AND TEXTURE EVOLUTION OF INCONEL 625 MANUFACTURED BY LASER POWDER BED FUSION.

João Carlos Ferreira^{1*}, Anatalia Caroline S. Pontarollo Cruz², Mirelly Gonçalves Ferreira¹, Rodrigo de Carvalho P. Loureiro³, Marcos Natan da Silva Lima³, Eden Santos Silva², Gedeon Silva Reis², Hamilton Ferreira G. de Abreu³, Samuel F. Rodrigues^{1,2}

1 - Universidade Federal de Piauí, Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Teresina-PI, Brazil.

2 - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais - PPGEM, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão (IFMA), Sao Luis, MA, Brasil.

3 - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Campus Do Pici, Bloco 729, Fortaleza, 60020-181, CE, Brasil.

Joao.ferreira@ufpi.edu.br

RESUMO

Componentes metálicos fabricados por manufatura aditiva apresentam em sua microestrutura característica deletérias as propriedades como porosidade e anisotropia que dependem das variáveis de processamento como potência do laser, espaçamento de hachura, velocidade de varredura e espessura da camada. A densidade volumétrica de energia (DVE) é um parâmetro que sintetiza as variáveis de processamento sendo considerada relevante na correlação entre a entrada de energia e microestrutura final do material. No presente artigo foi investigado o efeito da densidade volumétrica de energia na microestrutura e na evolução da textura cristalográfica de amostras fabricadas por fusão em leito de pó a laser. As técnicas difração de raios X, microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura foram utilizadas para caracterização de todas as amostras. Os resultados demonstraram que o aumento DVE proporciona componentes mais densos, de maior dureza e torna a textura mais intensa levando a componentes com maior efeito de anisotropia e favorece a presença de alguns componentes.

Palavras-chave: Textura cristalográfica, porosidade, anisotropia e dureza.

ABSTRACT

Metal components manufactured through additive manufacturing exhibit in their microstructure deleterious properties such as porosity and anisotropy that depend on process variables such as laser power, hatch spacing, scanning speed, and layer thickness. Volumetric energy density (VED) is a parameter that synthesizes the processing variables and is considered relevant in correlating the input of energy and the final material microstructure. This article investigates the effect of volumetric energy density on the microstructure and the evolution of

crystallographic texture of samples manufactured by laser powder bed fusion. X-ray diffraction, optical microscopy, and scanning electron microscopy techniques were used for the characterization of all samples. The results demonstrated that increasing VED provides denser components with higher hardness and intensifies the texture, resulting in components with greater anisotropy and favoring the presence of certain features.

Keywords: *Crystallography texture, porosity, anisotropy and hardness.*

INTRODUÇÃO

O Inconel 625 (IN 625) é uma superliga de matriz níquel-cromo, com estrutura cúbica de face centrada (CFC), endurecida principalmente por efeito de solução sólida [1,2]. Devido as propriedades como alta resistência mecânica, resistência a corrosão e a oxidação em temperaturas elevadas, tem importante aplicação em setores críticos como o aeroespacial [3,4]. A manufatura aditiva ascende como uma tecnologia de fabricação que é capaz de transpor a barreira de liberdade de designer fabricando componentes de geometria complexa através da dinâmica de construção baseada no método camada sobre camada [5,6]. Entretanto, materiais fabricados por manufatura aditiva apresentam microestrutura com características deletérias as propriedades mecânicas tornando esses componentes não funcionais para aplicação direta [7]. Estudos revelaram que a microestrutura de materiais fabricados por manufatura aditiva depende de parâmetros de processamento como a densidade volumétrica de energia (DVE) [8–10]. A densidade volumétrica de energia parece ser um dos principais parâmetros que correlaciona a entrada de energia, a microestruturas e as propriedades medidas nas ligas [6,11]. Desse modo, o presente trabalho objetiva investigar os efeitos da densidade volumétrica de energia na microestrutura e na evolução da textura cristalográfica do IN 625 fabricada por manufatura aditiva através da técnica de fusão em leito de pó a laser (LPBF).

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais e parâmetros de processamento

Amostras com geometria cúbica ($l = 20\text{mm}$) foram fabricadas a partir do pó do Inconel 625. Para tal, foi utilizado um sistema de fusão em leito de pó a laser (Renishaw RenAM 500Q). Um conjunto de três amostras foram fabricadas, sendo cada uma sob uma potência de laser diferente, e mantido constante os outros parâmetros de processamento conforme apresentado na **Tabela 1**. A **Tabela 2** mostra a composição química média dos cubos.

Tabela 1. Parâmetros de manufatura das amostras pela técnica LPBF.

Amostra	Diâmetro do pó	Espessura da camada	Espaçamento da Hachura	Potência do Laser	Distância do Ponto	Tempo de Exposição
1	15 - 65 μm	30 μm	90 μm	180 W	70 μm	70 μs
2	15 - 65 μm	30 μm	90 μm	200 W	70 μm	70 μs
3	15 - 65 μm	30 μm	90 μm	220 W	70 μm	70 μs

Tabela 2. Composição química média (%) das amostras de IN 625 fabricadas por LPBF.

Elementos	Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	Al	Ti	Si	Mn	W	C
Média (%)	Bal.	17,25	5,71	2,51	2,36	0,14	0,32	0,12	0,06	0,03	0,03

Caracterização microestrutural

Todas as amostras foram caracterizadas por difração de raios X (DRX), Microscopia óptica e eletrônica de varredura (MO e MEV). A técnica DRX foi usada para obter os dados de macrotextura utilizando um difratômetro (Panalytical X'Pert Pro) com uma fonte ($\text{CoK}\alpha 1 = 1,78897 \text{ \AA}$). A preparação metalográfica padrão para materiais metálicos foi adotada levando em consideração exigências específicas de cada técnica de caracterização. A **Figura 1** mostra os planos onde as análises foram realizadas tomando como referência a direção de construção das amostras (*Build Direction* - BD).

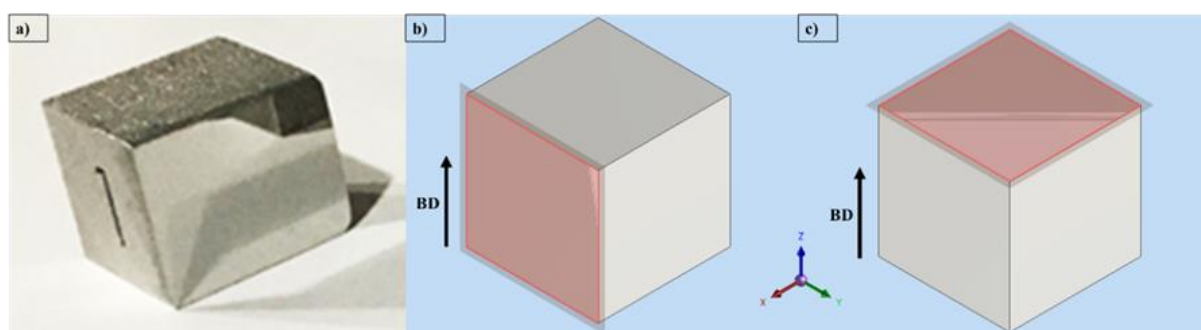


Figura 1. Geometria das amostras e planos de referência para as análises, a) cubo fabricado por LPBF, b) plano paralelo a direção de construção e c) plano perpendicular a direção de construção.

As medidas de dureza foram realizadas usando um indentador Rockwell com parâmetros da escala C e a porosidade foi determinada através de análise de micrografias em um software analisador de imagem (Image J). O software de processamento de dados ATEX [12] foi usado para elaborar figuras de polo e tratamento dos dados de orientação. A densidade volumétrica de energia (DVE) foi determinado utilizando a equação 1.

$$DVE = \frac{P}{v \times h \times t} \quad (1)$$

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Efeito da DVE na densidade relativa e na dureza

A **Figura 2** apresenta os valores de densidade relativa e dureza comparados com a densidade volumétrica de energia (DVE) para cada condição. Na **Figura 2.a** é observado uma relação direta e positiva entre a DVE e a densidade relativa calculada a partir dos dados de porosidade. Comportamento semelhante é visto na **Figura 2.b**, onde a dureza também aumenta DVE. Dentro da faixa investigada a densidade relativa variou diretamente com o valor da DVE, embora não de forma linear.

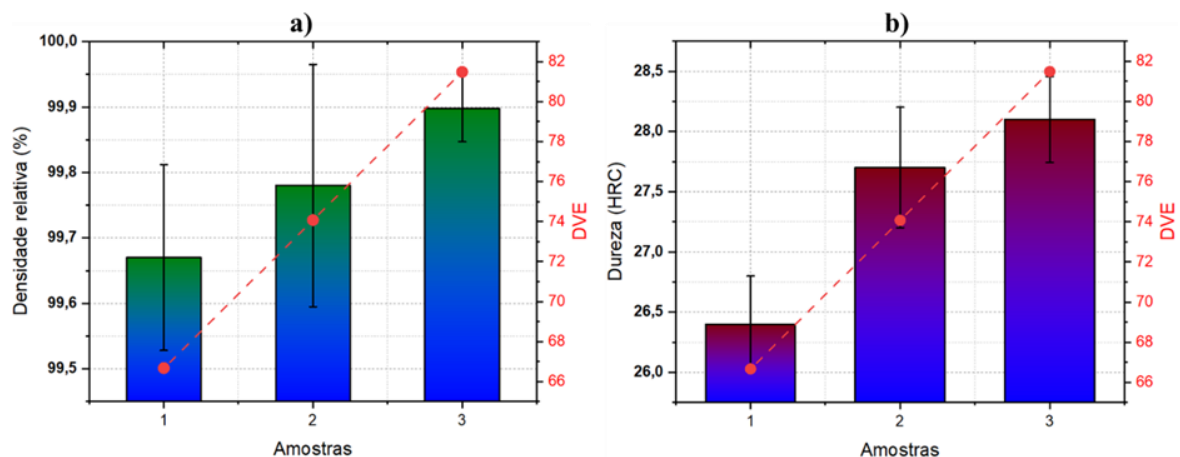


Figura 2. Valores da (a) densidade relativa e (b) dureza em relação a DVE.

Para as amostras 1, 2 e 3 as densidades volumétricas de energia foram $66,66 \text{ J/mm}^3$, $74,07 \text{ J/mm}^3$ e $81,48 \text{ J/mm}^3$ respectivamente. Conforme mostrado na **Figura 2.a**, a DVE mais baixa com valor de $66,66 \text{ J/mm}^3$ levou a densidade relativa de 99,67% enquanto a DVE de $81,48 \text{ J/mm}^3$ alcançou uma densidade relativa 99,89%, ou seja, para as condições investigadas, os materiais se tornaram mais densos à medida que a densidade volumétrica de energia aumentou. Essa característica está associada ao nível de porosidade das amostras. Na literatura [13-15] foi reportado que o nível de porosidade nos materiais fabricados por manufatura aditiva cresce inversamente com a DVE. Esse fenômeno foi associado com insuficiência de energia durante o processo de fusão, ou seja, poros são formados durante a consolidação do pó metálicos porque não há energia suficiente para conectar completamente as trilhas de fusão e as camadas adjacentes. Desse modo, materiais mais densos são alcançados através de densidade volumétricas mais altas. A **Figura 3** mostra poros observados em uma das amostras fabricadas e os efeitos de contraste para determinação da porosidade.

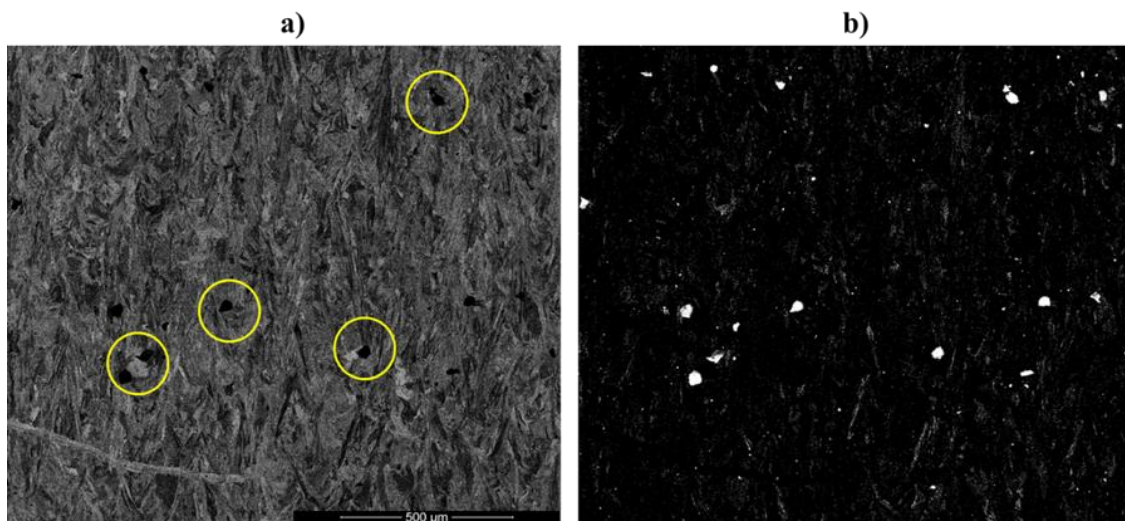


Figura 3. Amostra fabricada por manufatura aditiva através da técnica LPBF com a) poros (círculos amarelos) e b) efeito de contraste usado para a determinação da porosidade usando imagens de MEV.

A dureza conforme a **Figura 2.b** aumenta diretamente com DVE. Para as amostras 1, 2 e 3 as durezas medidas foram $26,4 (\pm 0,4)$, $27,7 (\pm 0,5)$, e $28,1 (\pm 0,3)$ HRC respectivamente. Onde a DVE teve o menor valor $66,66 \text{ J/mm}^3$ a dureza medida foi 26,4 HRC. Por outro lado, quando a DVE alcançou o maior valor $81,48 \text{ J/mm}^3$, a dureza aumentou para 28,1 HRC. Dessa maneira,

na presente investigação a dureza do material fabricado por manufatura aditiva aumenta conforme a densidade volumétrica de energia assume valores mais altos. Na literatura [16,17] foi reportando que a microestrutura mais fina leva a aumento da resistência ao escoamento, e consequentemente, ao aumento da dureza. Além disso, o aumento da DVE corrobora para formação de microestrutura com grãos menores e favorece o aumento da resistência a deformação que é um dos efeitos medidos pela dureza. Vale ressaltar que resultados preliminares, referente a continuidade do presente estudo, apontam que o aumento da densidade de discordâncias é favorecido pela DVE. Portanto, o aumento da DVE, eleva a dureza das amostras fabricadas por manufatura aditiva em razão de mudança microestrutura como, por exemplo, redução da porosidade e refinamento da microestrutura.

Efeito da DVE na textura cristalográfica

As **Figuras 4.a-c** mostram as figuras de polo das amostras 1, 2 e 3 respectivamente, elaboradas usando o software ATEX através dos dados obtidos por DRX. Na **Figura 4.d** observa-se uma variação cuja relação é direta positiva entre a DVE e a intensidade de textura. Na **Figura 4.e** o comportamento das principais componentes de textura é apresentado em relação a cada amostra.

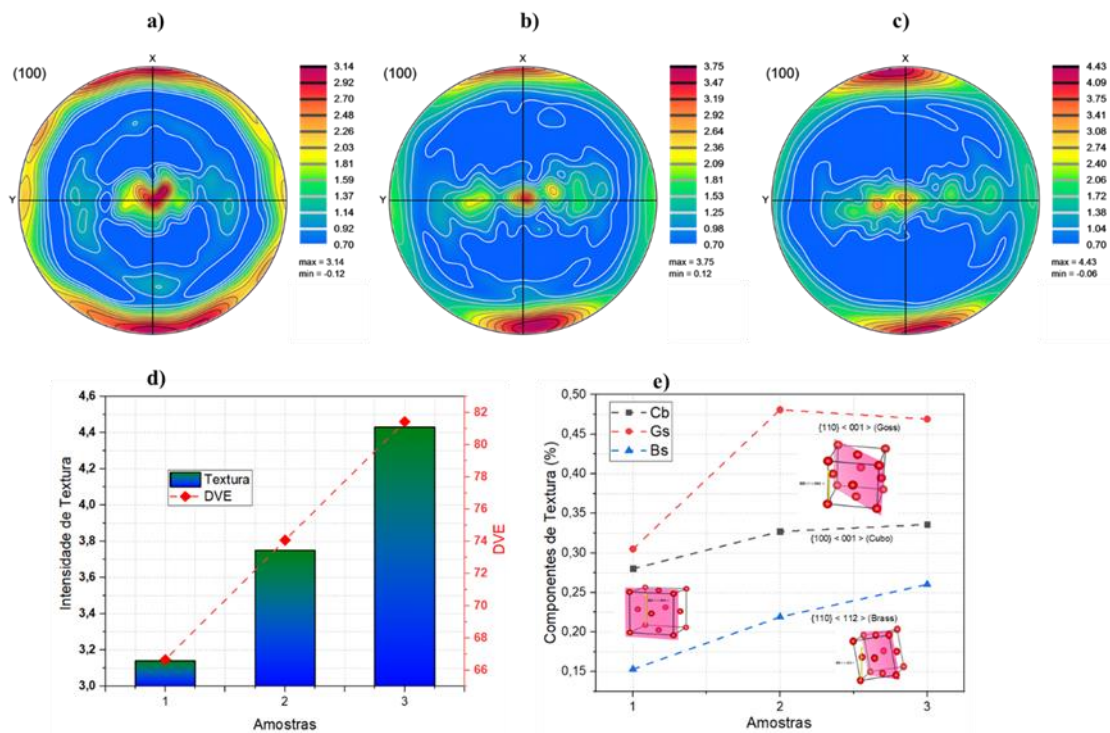


Figura 4. Figuras de polo das amostras (a) 1, (b) 2 e (c) 3, (d) variação da textura com a DVE e (e) variação das principais componentes com a DVE.

Uma análise das figuras de polo das amostras 1(a), 2(b) e 3(c) permite observar as componentes de textura mais intensa para cada DVE. Para todas as DVE, as componentes $\{100\} < 001 >$ (Cubo), $\{110\} < 112 >$ (Brass) e $\{110\} < 001 >$ (Goss) estão presentes com maior intensidade. A textura cristalográfica aumenta diretamente com a DVE, 3,14 ($66,667\text{J/mm}^3$), 3,75 ($74,07\text{J/mm}^3$) e 4,43 ($81,487\text{J/mm}^3$) o que implica dizer que o material fabricado se torna mais anisotrópico, quando a DVE passa de $66,667\text{J/mm}^3$ (amostra 1) para $81,481\text{J/mm}^3$ (amostra 3). A **Figura 4.e** mostra que as frações volumétricas das componentes principais também sofrem efeito da DVE, e a componente $\{110\} < 001 >$ (Goss) é favorecida com o aumento da DVE.

Portanto, o aumento da DVE altera a textura cristalográfica do material levando a orientações preferenciais mais intensas [18,19] o que ocasiona mudanças de propriedades com a direção referência, esse fenômeno é conhecido como efeito de anisotropia.

CONCLUSÕES

No presente trabalho foi investigado o efeito da densidade volumétrica de energia na microestrutura e textura da superliga IN 625 fabricada por manufatura aditiva através da técnica de fusão em leito de pó a laser. O aumento da densidade volumétrica de energia produziu materiais mais densos o que foi comprovado pela maior densidade relativa da amostra 3. No entanto, a porosidade aumentou quando DVE teve valores mais baixos. A orientação preferencial aumentou com o valor da densidade volumétrica de energia. Além disso, as componentes de textura sofreram o efeito da densidade volumétrica de energia e a componente (Goss) se torna mais intensa para DVE mais altas.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio financeiro da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Fundação de Amparo à Pesquisa e ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico do Maranhão – FAPEMA, a Universidade Federal do Piauí (UFPI), a equipe do Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) e Central Analítica da Universidade Federal do Ceará (UFC) e ao PRPGI-IFMA pelo apoio.

REFERÊNCIAS

- [1] X. Yan et al., “Effect of building directions on the surface roughness, microstructure, and tribological properties of selective laser melted Inconel 625,” *J Mater Process Technol*, vol. 288, p. 116878, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2020.116878.
- [2] M. Karmuhilan and S. Kumanan, “A Review on Additive Manufacturing Processes of Inconel 625,” *J Mater Eng Perform*, vol. 31, no. 4, pp. 2583–2592, Apr. 2022, doi: 10.1007/s11665-021-06427-3.
- [3] K. Gola, B. Dubiel, and I. Kalembe-Rec, “Microstructural Changes in Inconel 625 Alloy Fabricated by Laser-Based Powder Bed Fusion Process and Subjected to High-Temperature Annealing,” *J Mater Eng Perform*, vol. 29, no. 3, pp. 10528–1534, Mar. 2020, doi: 10.1007/s11665-020-04605-3.
- [4] S. Parizia et al., “Effect of heat treatment on microstructure and oxidation properties of Inconel 625 processed by LPBF,” *J Alloys Compd*, vol. 846, p. 156418, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.156418.
- [5] G. Marchese et al., “Characterization and Comparison of Inconel 625 Processed by Selective Laser Melting and Laser Metal Deposition,” *Adv Eng Mater*, vol. 19, no. 3, Mar. 2017, doi: 10.1002/adem.201600635.
- [6] R. Zhao et al., “On the role of volumetric energy density in the microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion Ti-6Al-4V alloy,” *Addit Manuf*, vol. 51, p. 102605, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102605.

- [7] M. Laleh et al., “Heat treatment for metal additive manufacturing,” *Prog Mater Sci*, vol. 133, p. 101051, Mar. 2023, doi: 10.1016/j.pmatsci.2022.101051.
- [8] S. Zhang et al., “Effect of Laser Energy Density on the Microstructure and Texture Evolution of Hastelloy-X Alloy Fabricated by Laser Powder Bed Fusion,” *Materials*, vol. 14, no. 15, p. 4305, Jul. 2021, doi: 10.3390/ma14154305.
- [9] X. Cui, S. Zhang, C. H. Zhang, J. Chen, J. B. Zhang, and S. Y. Dong, “Additive manufacturing of 24CrNiMo low alloy steel by selective laser melting: Influence of volumetric energy density on densification, microstructure and hardness,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 809, p. 140957, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.140957.
- [10] C. M. Cepeda-Jiménez, F. Potenza, E. Magalini, V. Luchin, A. Molinari, and M. T. Pérez-Prado, “Effect of energy density on the microstructure and texture evolution of Ti-6Al-4V manufactured by laser powder bed fusion,” *Mater Charact*, vol. 163, p. 110238, May 2020, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110238.
- [11] B. Stegman et al., “Volumetric energy density impact on mechanical properties of additively manufactured 718 Ni alloy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 854, p. 143699, Sep. 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.143699.
- [12] B. Beausir and J. J. Fundenberger, “Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX-software,” *Université de Lorraine-Metz*, vol. 2017, 2017.
- [13] L. Tonelli, A. Fortunato, and L. Ceschini, “CoCr alloy processed by Selective Laser Melting (SLM): effect of Laser Energy Density on microstructure, surface morphology, and hardness,” *J Manuf Process*, vol. 52, pp. 106–119, Apr. 2020, doi: 10.1016/j.jmapro.2020.01.052.
- [14] X. Cui, S. Zhang, C. H. Zhang, J. Chen, J. B. Zhang, and S. Y. Dong, “Additive manufacturing of 24CrNiMo low alloy steel by selective laser melting: Influence of volumetric energy density on densification, microstructure and hardness,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 809, p. 140957, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.140957.
- [15] G. V. de Leon Nope, L. I. Perez-Andrade, J. Corona-Castuera, D. G. Espinosa-Arbelaes, J. Muñoz-Saldaña, and J. M. Alvarado-Orozco, “Study of volumetric energy density limitations on the IN718 mesostructure and microstructure in laser powder bed fusion process,” *J Manuf Process*, vol. 64, pp. 1261–1272, Apr. 2021, doi: 10.1016/j.jmapro.2021.02.043.
- [16] N. Hantke, T. Grimm, and J. T. Sehr, “Influence of a vibrating build platform on the density and hardness of parts made by laser powder bed fusion of metals,” *Additive Manufacturing Letters*, vol. 6, p. 100152, Jul. 2023, doi: 10.1016/j.addlet.2023.100152.
- [17] R. Zhao et al., “On the role of volumetric energy density in the microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion Ti-6Al-4V alloy,” *Addit Manuf*, vol. 51, p. 102605, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102605.
- [18] S. Zhang et al., “Effect of Laser Energy Density on the Microstructure and Texture Evolution of Hastelloy-X Alloy Fabricated by Laser Powder Bed Fusion,” *Materials*, vol. 14, no. 15, p. 4305, Jul. 2021, doi: 10.3390/ma14154305.
- [19] C. M. Cepeda-Jiménez, F. Potenza, E. Magalini, V. Luchin, A. Molinari, and M. T. Pérez-Prado, “Effect of energy density on the microstructure and texture evolution of Ti-6Al-4V manufactured by laser powder bed fusion,” *Mater Charact*, vol. 163, p. 110238, May 2020, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110238.