

## Caracterização microestrutural da liga Ti6Al4V processada por manufatura aditiva via Fusão Seletiva a Laser e submetida a tratamento térmico

Microstructural characterization of the Ti6Al4V alloy processed by additive manufacturing via Selective Laser Melting and subjected to heat treatment

Fábio Silva de Oliveira<sup>1,2</sup>, Andersan dos Santos Paula<sup>1</sup>, Carlos Nelson Elias<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto Militar de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Seção de Engenharia de Materiais. Praça General Tibúrcio, 80, Urca, 22290-270, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup>Instituto Nacional de Tecnologia, Laboratório de Ensaio em Produto. Avenida Venezuela, 82, Praça Mauá, 20081-312, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

e-mail: fab1oliveira@ime.eb.br, andersan@ime.eb.br, elias@ime.eb.br

### RESUMO

A manufatura aditiva (AM) é utilizada para a otimização do processo produtivo, em especial, para a fabricação de peças com geometrias complexas. Dentre as diversas técnicas de AM, a Fusão Seletiva a Laser (FSL) é uma das mais utilizadas. Diversas ligas podem ser empregadas nesse tipo de processo produtivo. A liga Ti6Al4V é amplamente utilizada por reunir um gama de características que permitem a aplicação em várias áreas. As ligas Ti  $\alpha + \beta$  são largamente utilizadas na indústria aeroespacial, na área médica e odontológica. O rápido resfriamento a partir de múltiplos ciclos de fusão/refusão resultam em transformações de fases adifusionais na microestrutura produto da FSL na liga Ti6Al4V, ou seja, promovem a formação da fase  $\alpha'$  martensítica e retenção da fase  $\beta$ . O objetivo do presente trabalho foi avaliar a influência na microestrutura dos pós-tratamentos térmicos de recozimento (850 e 1050 °C durante 90 min resfriado no forno) da liga Ti6Al4V processada por FSL. A microestrutura da liga foi caracterizada por microscopia óptica (MO), eletrônica de varredura (MEV) com uso do detector de elétrons secundários (SE), como também a evolução composicional das fases presentes por espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS) no MEV. Os resultados mostraram que o tratamento térmico a 850 °C (encharque na zona intercrítica) não promoveu significativa reversão da martensita  $\alpha'$  e a microestrutura composta de  $\alpha' + \beta$  manteve-se muito próxima a como processada na FSL, como também a composição elemental das fases não se alterou. Por outro lado, com o tratamento térmico a 1050 °C (com encharque no campo de estabilidade da fase  $\beta$ ) verificou-se a completa reversão da martensita  $\alpha'$ , em função de pós resfriamento observar-se tão somente as fases  $\alpha + \beta$ , além da repartição do soluto V pelo enriquecimento deste na fase  $\beta$  e subsequente empobrecimento na fase  $\alpha$ .

**Palavras-chave:** Manufatura aditiva; Fusão seletiva a laser; Ti6Al4V;  $\alpha'$  martensita.

### ABSTRACT

Additive production (AM) is used to optimize the production process, in particular, for the manufacture of parts with complex geometries. Among the various AM techniques, Selective Laser Melting (SLM) is one of the most used. Several alloys can be used in this type of manufacturing process. The Ti6Al4V alloy is widely used to bring together a range of characteristics that allow application in different areas. The Ti  $\alpha + \beta$  alloys are widely used in the aerospace industry, medical and dental fields. The rapid cooling from melting/remelting multiple cycles resulting in diffusionless phase transformation on the Ti6Al4V SLM product, in other words promote the  $\alpha'$  martensitic phase formation. The objective of the present work was to evaluate the influence on the microstructure of the annealing post-treatments (850 and 1050 °C for 90 min with cooling on furnace) of the Ti6Al4V alloy processed by SLM. The microstructure of the alloy was characterized by optical (OM) and scanning electron microscopy (SEM) using a secondary electron (SE) detector, as well as the compositional evolution of the phases present by X-ray energy dispersive spectroscopy (EDS). The results demonstrated that heat treatment

at 850 °C (with soaking on the intercritical zone) did not promote significant reversion of the  $\alpha'$  martensite and the microstructure composed of  $\alpha' + \beta$  remained very close to that processed in SLM, as well as the elemental composition of the phases did not change. On the other hand, with heat treatment at 1050 °C (with soaking on the  $\beta$  phase stability field) the complete reversion of the  $\alpha'$  martensite was verified, due to post-cooling only the  $\alpha + \beta$  phases were observed, in addition to the V solute partition due to its enrichment in the  $\beta$  phase and subsequent impoverishment in the  $\alpha$  phase.

**Keywords:** Additive manufacturing; Selective laser melting; Ti6Al4V;  $\alpha'$  martensite.

## 1. INTRODUÇÃO

A manufatura aditiva (AM) é amplamente estudada para otimizar a fabricação de peças complexas para aplicações em diversas áreas, entre elas, a médica e odontológica, além de inúmeros setores da engenharia [1]. Entre as técnicas de fabricação da AM, merece destaque, a fusão em leito de pó (*Power Bed Fusion* - PBF). Na PBF é empregada uma fonte de alta energia para fundir seletivamente o leito de material em pó e produzir a peça de camada por camada. Esta técnica é usada para fabricar protótipos e peças/componentes que de fato correspondam aos requisitos funcionais, p.ex. mecanicamente, quimicamente etc. As peças obtidas com este método nem sempre possuem propriedades mecânicas adequadas para algumas aplicações, e assim faz-se necessário que estas sejam ajustadas com uso de tratamentos térmicos posteriores. A técnica PBF emprega uma fonte de energia de alta potência e pode ser dividida em Fusão por Feixe de Elétrons (*Electron Beam Melting* - EBM) e Fusão Seletiva a Laser (*Fusion Selective Melting* - SLM) [2].

Assim a Fusão Seletiva a Laser (FSL), consiste num processo de fusão do pó através da utilização de uma fonte de energia térmica de laser que funde partículas de regiões de forma seletiva [3]. A utilização de lasers como fonte de calor, proporciona vantagens às peças, como alta densidade e precisão dimensionais dos produtos, por isso tem amplas perspectivas de aplicação na fabricação flexível de peças complexas de metais e ligas, inclusive de titânio, e compósitos [4–7]. Porém pelas altas taxas de resfriamento impostas durante os ciclos de ação do laser para fusão do leito de pó resultam em materiais com resistência mecânica muito elevada e ductilidade limitada, quando comparada as propriedades mecânicas naquelas processadas por manufatura aditiva por EBM [8]. As ligas de titânio são utilizadas em diversos processos de fabricação de manufatura convencional como também em MA, em especial, a Ti6Al4V, que é uma liga  $\alpha + \beta$  [9]. Essa liga possui algumas características adequadas para uso na indústria aeroespacial, naval e equipamentos médico-odontológicos, em função dos requisitos de controle composicional de impurezas e processamento para cada aplicação. Entre as propriedades dos produtos da liga Ti6Al4V fabricados por FSL merece destaque a resistência mecânica, boa resistência à corrosão, e biocompatibilidade [10–12].

As peças de Ti6Al4V fabricadas com diferentes processos AM podem representar diferentes desafios, quanto ao seu processamento e aplicações, devido às diversas temperaturas de processo e taxas de resfriamento que modificam as microestruturas resultantes e induzem as tensões residuais. A literatura destaca que a liga Ti6Al4V apresenta temperatura  $\beta$ -*transus* de 980 °C, com base no diagrama de equilíbrio termodinâmico, e que nas condições de encharque no campo de  $\beta$  a formação de martensita  $\alpha'$  apresenta temperatura de início ( $M_i$ ) igual a 780 °C e de fim ( $M_f$ ) igual a 650 °C [13]. No entanto, estas ligas são bem conhecidas quando processadas por rotas convencionais de fundição e posteriormente submetidas a tratamentos termomecânicos e/ou térmicos, quanto a multiplicidade de microestrutura e aspectos morfológicos das fases que pode apresentar, seja por transformações difusionais ou adifusionais [13]. Porém, na prática, sempre se observa nestas ligas temperadas, a partir do campo monofásico de fase  $\beta$ , a presença de alguma fração de fase  $\beta$  retida a temperatura ambiente [14], apesar de teoricamente apresentar temperatura  $M_f$  alta. Assim, há muito ainda que se conhecer e compreender sobre os processos que envolvem as transformações de fases que se fazem presentes nos produtos da manufatura aditiva. Principalmente aqueles produtos que envolvem as transformações adifusionais e sua reversão, pois os ciclos de repartição térmica que se fazem presentes nas zonas fundidas/refundidas e termicamente afetadas, repetidas vezes, são muito mais complexos que aqueles observados nos processos de soldagem e nos ciclos térmicos presentes nos tratamentos térmicos e/ou termomecânicos.

A microestrutura das amostras/peças produzidas por AM via EBM pode ter finas lamelas  $\alpha$ , estrutura hexagonal compacta (HC), formadas a partir de grãos colunares da fase  $\beta$  prévia (de estrutura cúbica de corpo centrado – CCC), em conjunto com a fase  $\beta$  retida, devido a taxas de resfriamento lentas a moderadas normalmente aplicadas no processo de solidificação. Porém já as peças produzidas por AM via FSL apresentam agulhas de martensita  $\alpha'$ , no lugar da fase  $\alpha$ , em conjunto com a fase  $\beta$  retida pelas elevadas taxas de resfriamento aplicadas no processo de solidificação [15, 16]. Os grãos da fase  $\beta$  prévia crescem ao longo da direção do processo produtivo, o que pode levar à formação de texturas cristalográficas específicas e influenciar nas propriedades mecânicas das peças com base na direção de construção [17, 18]. As microestruturas obtidas por

AM, principalmente via FSL, são muito diferentes das observadas em peças feitas por técnicas convencionais de processamento a quente, como laminação a quente, forjamento, fundição etc. É importante estudar os mecanismos que induzem a formação das microestruturas na solidificação, das transformações de fases no estado sólido pelos ciclos térmicos impostos e a influência destas nas propriedades mecânicas das peças AM. Os mecanismos de nucleação e crescimento das fases difusionais e martensíticas nas ligas de  $\alpha + \beta$ -Ti foram exaustivamente estudados quando estas são produzidas por diferentes processamentos associados a técnicas de fundição e termomecânicas convencionais [19–21]. A se destacar que normalmente o produto da liga Ti6Al4V fundido por processos convencionais apresenta, após o resfriamento e transformação da fase  $\beta$ , microestruturas lamelares compostas de fase  $\alpha$  intercaladas pela fase  $\beta$  retida. Por outro lado, a adoção de tratamentos térmicos com uso de distintas temperaturas de encharque, no campo de  $\beta$  ou intercrítico ( $\alpha+\beta$ ), tempos de encharque e taxas de resfriamento, como também termomecânicos com distintos pares térmicos e condições de deformação, possibilitam obter uma gama variada de microestruturas, inclusive com a presença de martensita  $\alpha'$  em condições severas de resfriamento.

A transformação martensítica em Ti6Al4V é baseada na formação de uma fase  $\alpha'$  supersaturada com a mesma composição da fase  $\beta$  como função da transformação sem difusão, durante o tratamento térmico de têmpera e, a estrutura cristalina igual da fase  $\alpha$ , em função de ausência de níveis de intersticiais, não há distorção do retículo CCC para tetragonal de corpo centrado (TCC) como ocorre em aços carbono. No caso da FSL, a fase martensítica forma-se proveniente das altas taxas de resfriamento presentes nos processos de FSL, que suprime partição substitucional que se faz presente na transformação por difusão de  $\beta$  em  $\alpha$  no resfriamento lento a moderado. A decomposição da martensita por aquecimento, ou seja, a sua reversão, geralmente segue um caminho de depleção supersaturada de vanádio na fase  $\alpha'$  até a nucleação da fase  $\beta$  e crescimento ao longo dos novos contornos de grão  $\alpha$ . Microestruturas martensíticas ultrafinas e complexas podem ser formados a partir de grãos colunares da fase  $\beta$  prévia, como também pelo ciclos térmicos que envolvem formações de zonas refundidas e termicamente afetadas nas trilhas vizinhas aquela que está sendo fundida quando da varredura do laser da mesma camada de pó ou nova camada depositada, nos processos AM a laser em leito de pó e diferem para cada conjunto de parâmetros adotados nos processos [22]. Normalmente observa-se que os tratamentos térmicos utilizados pós-manufatura aditiva via FSL demonstram eficácia para proporcionar alterações no comportamento mecânico, como p.ex. desenvolver comportamento isotrópico e incrementar a ductilidade e tenacidade em conjunto com a redução da resistência mecânica e das tensões residuais em peças produzidas pela FSL [23, 24].

Este trabalho tem como objetivo avaliar a influência dos pós-tratamentos térmicos de recozimento, com encharque na fase  $\beta$  e no campo intercrítico de estabilidade das fases  $\alpha+\beta$ , na microestrutura da liga Ti6Al4V fabricada por manufatura aditiva, via Fusão Seletiva a Laser. Para isso, foram utilizadas técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, incluindo o detector de elétrons secundários, além de espectroscopia de raios X por energia dispersiva, para analisar as transformações de fases.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizados discos da liga Ti6Al4V processada por AM através da técnica de Fusão Seletiva a Laser nas instalações de uma empresa comercial, que por questões de sigilo não tem seu nome e parâmetros de processamento divulgados. Os discos com diâmetro de 10,1 mm e espessura de 2 mm foram caracterizados nas condições como recebidas e após tratamentos térmicos (TT). Os TT foram conduzidos com encharque nos campos intercrítico de  $\alpha+\beta$  (850 °C) e no campo da fase  $\beta$  (1050 °C) durante 90 min, seguido do resfriamento no forno, com toda ciclagem térmica realizada sem atmosfera protetiva ou vácuo, ou seja, a atmosfera no interior do forno era de ar atmosférico aquecido do próprio forno.

Para a avaliação da microestrutura e composicional das fases presentes nas amostras, antes e após os TT, foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com uso de detector de elétrons secundários (SE) para se identificar as fases presentes e seus aspectos morfológicos, como também de espectrômetro de raios X por energia dispersiva (EDS) para condução da microanálise química elementar.

De modo a ter as superfícies de análises das amostras em condições para as caracterizações citadas anteriormente, fez-se a preparação metalográfica convencional no que diz respeito ao lixamento e polimento mecânico, e aplicou-se ao final polimento mecânico-químico específico antes do uso de solução para contraste da microestrutura. Assim, as amostras de cada uma das condições em estudo, na seção transversal do disco, foram lixadas com lixas d'água com granulometrias até 4000 mesh, polimento mecânico com pastas de diamante 3, 1 e  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$  – por 15 minutos em cada granulometria, polimento mecânico-químico com solução modificada de sílica coloidal (solução base: 400 mL de água destilada + 80 mL de sílica coloidal (0,04  $\mu\text{m}$ ) + 205 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30% de concentração, PA), adicionado ao final do preparo da solução base para cada 100 mL 3 gotas de

HNO<sub>3</sub> e 1 gota de HF) ao longo de 12 minutos, em tempos fracionados de 3 minutos de polimento intercalados por 5 minutos de banho em ultrassom da amostra imersa em álcool isopropílico. Após o término do polimento mecânico químico as amostras foram atacadas com solução Kroll (2 mL de HF + 10 mL de HNO<sub>3</sub> + 88 mL de água destilada) por imersão por 10 segundos.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1. Caracterização microestrutural via microscopia óptica

A microestrutura e morfologia das fases apresentadas nas amostras foram inicialmente analisadas através da técnica de microscopia óptica com aumento de 100x (Figura 1) para as três condições em análise: como manufaturada (Figura 1a), TT 850 °C (Figura 1b) e TT 1050 °C (Figura 1c). Pode ser observada uma microestrutura com aspecto acicular na condição como manufaturada em função de evidências da presença de grãos martensíticos  $\alpha'$  aciculares (de coloração cinza mais clara) agrupados em pacotes alinhados, possivelmente formados a partir dos grãos colunares da fase  $\beta$  prévia formada inicialmente na solidificação das trilhas fundidas, além de fase  $\beta$  retida (de coloração cinza mais escura) entre as agulhas de martensita  $\alpha'$  (Figura 1a). Este aspecto morfológico e as fases presentes são semelhantes ao observado por CAI *et al* [25] e se justificam pelas características de altas taxas de resfriamento presentes no processo FSL. Com isto, não houve tempo para se dar a repartição de soluto na fase  $\beta$  a fim de formar a fase difusional  $\alpha$ , o que resultou em um processo de transformação adifusional/martensítica com a formação da martensita  $\alpha'$  em cristais finos e aciculares, no formato de agulhas, sem alcançar a temperatura de fim de transformação da martensítica, retendo-se assim parte da fase  $\beta$  entre os grãos de  $\alpha'$  [26, 27].

Mostra-se na Figura 1b a microestrutura e morfologia das fases presentes da amostra da condição tratada termicamente-TT 850 °C após a manufatura aditiva via FSL. Pode-se observar a presença grãos finos da mistura  $\alpha' + \beta$  ( $\alpha'$  = cinza claro e  $\beta$  = cinza escuro), porém ligeiramente mais grosseiras as agulhas da fase martensítica  $\alpha'$  e as áreas entre estas agulhas associadas à fase  $\beta$ . Tendo em vista que a temperatura de encharque está somente 70 °C acima da temperatura  $M_i$  (780 °C) prevista para este liga na literatura [28], este resultado era esperado. Ou seja, a temperatura aplicada aliada ao tempo de encharque no campo intercrítico, não foram suficientes para permitir que os processos difusionais promovessem um avanço significativo na decomposição da fase  $\alpha'$  em fase  $\beta$ , reversão martensítica, na temperatura de encharque e posterior transformação da fase  $\beta$  em fase difusional  $\alpha$  no resfriamento lento aplicado no tratamento térmico de recozimento. Outros autores obtiveram resultados semelhantes, tais como KROUPRIANOFF e PREEZ [29], LEE *et al.* [30] e LIU *et al.* [31].

Mostra-se na Figura 1c a microestrutura e a morfologia da amostra da condição tratada termicamente TT 1050 °C após a manufatura aditiva via FSL. O aspecto morfológico das fases presentes na microestrutura desta amostra é totalmente distinto das condições anteriores, como manufaturada e TT 850 °C, ou seja, observa-se grão lamelares da fase  $\alpha$  (região clara) entre estes a fase  $\beta$  (região escura), como observado por VIEIRA *et al.* [32]. Isto se justifica pela temperatura de encharque do tratamento térmico ter se dado acima da faixa de temperatura do campo intercrítico, ou seja, ter se dado no campo monofásico da fase  $\beta$ . Com isto, foi possível a decomposição completa da fase martensítica  $\alpha'$  e reversão desta em 100% de fase  $\beta$  na temperatura de encharque de 1050 °C, e com o posterior resfriamento lento, no interior da câmara do forno, ocorra a repartição de soluto na fase  $\beta$  para a formação de lamelas  $\alpha$  por difusão, com espessura significativamente superior à das agulhas de fase martensítica  $\alpha'$  observadas nas condições anteriores. Os resultados estão de acordo com a literatura, a qual destaca que os grãos da fase  $\alpha'$ , oriundos da fase  $\beta$  prévia com grãos colunares e formada na solidificação da FSL, são substituídas pela fase  $\beta$  com grãos equiaxiais formados na temperatura de encharque do campo de

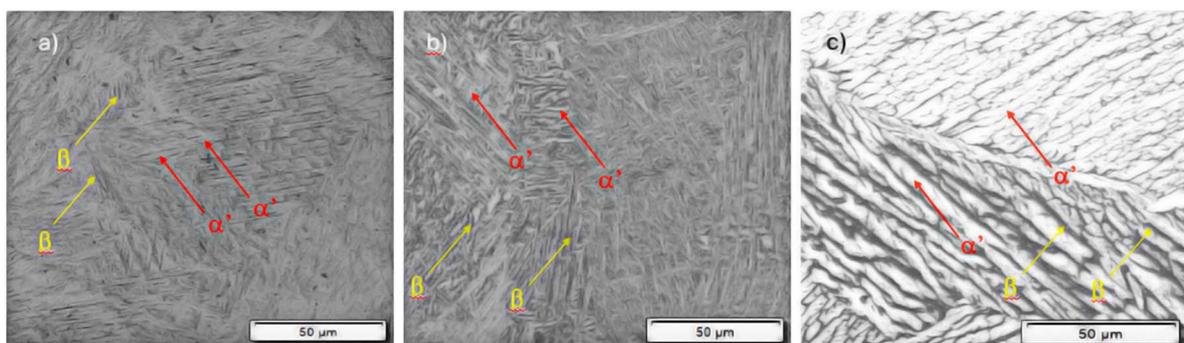


Figura 1: Aspecto microestrutural das amostras analisadas via MO: como recebida (a), TT 850 °C (b) e TT 1050 °C (c).

estabilidade de  $\beta$ , e a microestrutura final, com suas fases de natureza e morfologia associadas, varia com as taxas de resfriamento, ou seja, privilegiando transformação difusional em resfriamentos lentos a moderados a partir do campo monofásico da fase  $\beta$  [33–35].

### 3.2. Caracterização microestrutural via microscopia eletrônica de varredura

Na Figura 2 são apresentadas as microestruturas formadas com as morfologias das fases presentes nas amostras das três condições em estudo com maiores detalhes em função dos maiores aumentos adotados para análise microestrutural, com auxílio da técnica de microscopia eletrônica de varredura e uso do detector de elétrons secundários (SE). Pode-se confirmar as modificações microestruturais inicialmente observadas por microscopia óptica, quando comparadas as distintas condições em estudo – como manufaturada e tratadas termicamente. Além disso, outros detalhes microestruturais se destacam deste a condição somente processada por manufatura aditiva e as condições recozidas nas temperaturas de encharque do campo intercrítico e monofásico da fase  $\beta$ .

A amostra como recebida da FSL (Figura 2 (a-b)) além de se observar agulhas primárias de fase martensítica  $\alpha'$  (coloração cinza clara), esta amostra também apresentou agulhas de  $\alpha'$  secundárias e terciárias (coloração cinza clara) formadas nesta sequência após as primárias, quando analisa com 5.000x de aumento (Figura 2b) entre as agulhas de  $\alpha'$  primária da fase em um fundo fase  $\beta$  retida (coloração cinza escura e sólida). Na Figura 2 (c-d) e na Figura 2 (e-f) são mostradas as microestruturas e respectivas morfologias das distintas fases que se fazem presentes nas amostras submetidas aos tratamentos térmicos de recozimento a 850 °C e 1050 °C, respectivamente, e com aspecto distinto da condição inicial como recebida (Figura 2 (a-b)).

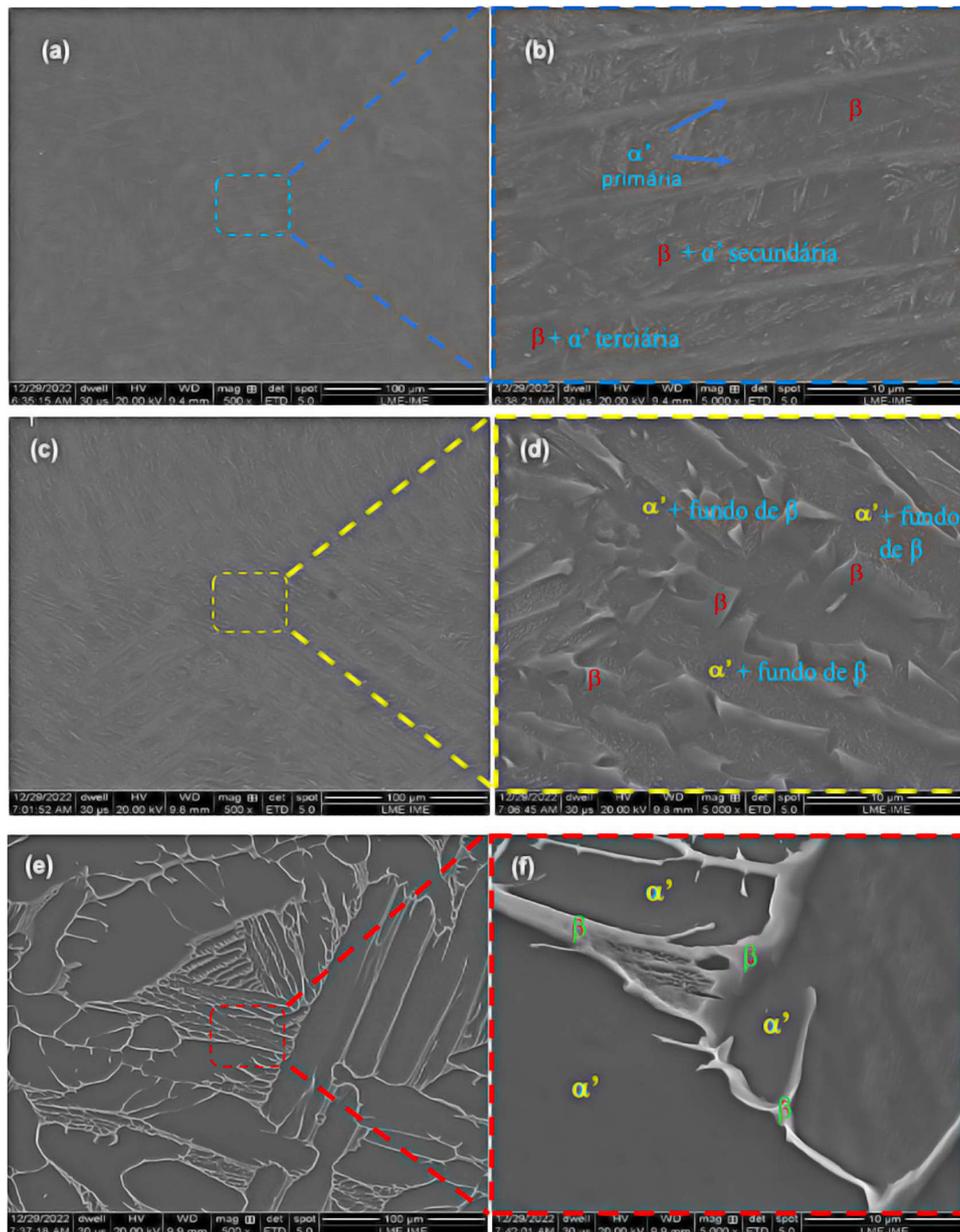
Evidencia-se que com aumento de 5.000x (Figura 2d) que se fazem presentes duas microrregiões distintas e paralelas entre si: (i) uma constituída da fase  $\alpha'$  martensítica na forma de finas e diminutas agulhas de coloração cinza clara em fundo de baixo relevo (cinza escuro) possivelmente associado a fase  $\beta$ ; e (ii) outra que separa a anterior e em alto relevo que encerra a fase  $\beta$  retida (cinza escuro), corroborando com os resultados da análise microestrutural via MO que destacaram um ligeiro aumento na espessura das regiões aciculares referente a fase martensítica e da área individual de fase  $\beta$  retida entre as microrregiões martensíticas. Esta evolução pode ser justificada pelo processo difusional limitado que se dá no encharque no campo intercrítico das fases  $\alpha+\beta$  a 850 °C na microestrutura de partida produzida na FSL, que só permite a decomposição parcial de  $\alpha'$  em  $\beta$  provavelmente associada a martensita  $\alpha'$  primária (regiões de alto relevo) e associada as martensitas  $\alpha'$  secundárias e terciárias (regiões de baixo relevo com agulhas dispersas), que provavelmente apresentam composições química e temperatura de estabilidade distintas da fase  $\beta$  formado no campo monofásico da liga.

Por fim, confirma-se a formação de uma microestrutura contendo somente as fases  $\alpha$  e  $\beta$  após o tratamento térmico de recozimento a 1050 °C, tendo a morfologia das fases com aspectos distintos, ou seja, a presença das placas da fase  $\alpha$  (cinza escuro em baixo relevo) e fase  $\beta$  (cinza claro) entre as placas de fase  $\alpha$ . Reforçando que se deu completa reversão da martensita  $\alpha'$  na temperatura de encharque de 1050 °C por 90 minutos e que o resfriamento lento no interior da câmara do forno permitiu que repartição de soluto na fase  $\beta$  ocorresse para a formação e crescimento da fase difusional  $\alpha$ , com retenção de fase  $\beta$  pelo fato do campo intercrítico de  $\alpha+\beta$  se estender até a temperatura ambiente para a composição da liga Ti6Al4V. Esse comportamento é compatível com os apresentados por SAMODUROVA *et al.* [36] e de HE *et al.* [37].

### 3.3. Microanálise química elementar das fases presentes

De forma a se avaliar quanto a composição das fases presentes nas amostras em estudo e da repartição de soluto se fez presente ou não entre as fases presentes nas condições tratadas termicamente, conduziu-se a microanálise elementar química semiquantitativa nas microestruturas das amostras das 3 condições em estudo com auxílio da técnica de EDS no MEV. Os resultados, apresentados na Tabela 1, são baseados em medições pontuais realizadas em cinco microrregiões distintas, cada uma representando as fases observadas nas análises realizadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) com detector de Elétrons Secundários (SE). Esses resultados destacam os valores médios e o desvio padrão das medidas, comparando-os com a composição química global da liga especificada pela norma ASTM F136 [38].

Os percentuais de vanádio presentes nas fases  $\alpha'$ ,  $\alpha$  e  $\beta$  nas três condições analisadas no presente trabalho foram diferentes dos valores globais da liga especificada pela Norma ASTM F136, reforçando que há repartição do soluto Vanádio entre as fases  $\alpha$  e  $\beta$  quando a ocorrência da transformação difusional (condição recozida TT 1050 °C) e ausência da repartição quando a ocorrência da transformação martensítica (condição como recebida fruto da FSL). Assim, os percentuais de Vanádio nas fases  $\alpha'$  e  $\beta$ , da condição como recebida, são praticamente iguais e muito próximos ao limite inferior da composição global da liga. O que reforça a evidência que não houve difusão na transformação e que de fato as condições de processamento na manufatura aditiva estão associadas a ciclos térmicos e a taxas de resfriamento elevadas que resulta na formação da martensita  $\alpha'$  [24–26]. Além



**Figura 2:** Aspecto microestrutural das amostras analisadas via MEV: como recebida (a-b), TT 850 °C (c-d) e TT 1050 °C (e-f), com auxílio do detector de SE.

disso, quando a estrutura do material como recebido é exposta a uma temperatura de 850 °C por 90 minutos (TT 850 °C) os valores de Vanádio e Alumínio mantêm-se muito próximo nas duas fases, e semelhantes a condições como recebida. Destacando que a permanência a 850 °C por 90 minutos não foi capaz de promover alterações microestruturais e composicionais de longo alcance entre as regiões que se destacam as fases  $\alpha'$  e  $\beta$ . Assim, claramente se visualiza nestes resultados que os valores médios de Ti, Al e V nas amostras de FSL e TT 850 °C são próximos quando se faz a comparação por fase em cada amostra.

Por outro lado, o resultado da exposição do material como recebido a uma temperatura de 1050 °C por 90 minutos resulta em valores totalmente distintos de Vanádio nas duas fases observadas, reforçando se tratar de fase  $\alpha$  produto da transformação difusional no resfriamento lento do recozimento e fase  $\beta$  residual não transformada quando se atinge a temperatura ambiente. Assim, a formação de tão somente fase  $\beta$  na temperatura de encharque é fruto da completa reversão martensítica, e o resfriamento lento permitiu que microrregiões do contorno de grão de  $\beta$  se empobrecessem de Vanádio. Desta forma, atingiu-se níveis baixos o suficiente para a estrutura CCC dê-se lugar a estrutura HC para formação de núcleos estáveis de fase  $\alpha$ , que em seguida cresceram no formato lamelar paralelas no interior do grão da fase  $\beta$  e intercaladas por regiões de fase  $\beta$  que se enriqueceram

**Tabela 1:** Microanálise química elementar das fases presentes na liga Ti6Al4V nas condições estruturais em estudo (%m/m).

| FASES OBSERVADAS  | COMPOSIÇÃO (%m/m) |              |              |
|-------------------|-------------------|--------------|--------------|
|                   | ALUMÍNIO          | VANÁDIO      | TITÂNIO      |
| Como recebida     |                   |              |              |
| $\alpha'$         | 6,18 ± 0,10       | 2,89 ± 0,11  | 90,93 ± 0,09 |
| $\beta$           | 6,12 ± 0,13       | 2,70 ± 0,26  | 91,18 ± 0,25 |
| TT 850 °C         |                   |              |              |
| $\alpha'$         | 6,10 ± 0,24       | 2,60 ± 0,16  | 91,30 ± 0,37 |
| $\beta$           | 6,22 ± 0,15       | 2,31 ± 0,31  | 91,46 ± 0,25 |
| TT 1050 °C        |                   |              |              |
| $\alpha$          | 6,46 ± 0,96       | 1,03 ± 0,12  | 92,51 ± 0,20 |
| $\beta$           | 5,29 ± 0,18       | 13,92 ± 1,58 | 80,80 ± 1,46 |
| ASTM F136 [37]    |                   |              |              |
| Composição global | 6,00 ± 0,50       | 4,00 ± 0,50  | Balanço      |

de Vanádio. Observa-se também que o teor de Alumínio incrementa na fase  $\alpha$  e decresce na fase  $\beta$ , de forma menos significativa que as alterações composições observadas no Vanádio. Reforçando o fato que alumínio é um elemento  $\alpha$ -estabilizador e o vanádio tende a estabilizar a fase  $\beta$ .

#### 4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados apresentados conclui-se que a magnitude da temperatura de encharque adotada no recozimento pós-tratamento em peças/componentes da Ti6Al4V em relação a temperatura  $\beta$ -*transus* (980 °C) da liga é mandatória em se promover ou não reversão da transformação martensítica induzida ( $\alpha'$  em  $\beta$ ) pelos ciclos térmicos presentes quando esta é processado por manufatura aditiva via FSL, como também da repartição do soluto V na transformação de  $\beta$  em  $\alpha$  no resfriamento lento no forno. Ou seja, somente o recozimento conduzido neste estudo a 1050 °C resultou em uma microestrutura composta de  $\alpha$  e  $\beta$ , com fase  $\beta$  enriquecida do soluto V, em função de ter sido capaz de promover alterações estruturais e composicionais significativas nas fases  $\alpha'$  e  $\beta$  presentes inicialmente, com composições semelhantes, no produto do processamento via FSL.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Capes/PROEX pelo fomento destinado as pesquisas desenvolvidas no âmbito do PPGCEM/IME. O CNE agradece aos auxílios do CNPq (Bolsa de Produtividade em Pesquisa PQ1 – Processo N° 301683-2017) e da FAPERJ (Bolsa Cientista do Nosso Estado – Processo N° E26/201.037/2022). O FSO agradece ao INT/MCTI pelo incentivo à realização do curso de doutorado do PPGCEM/IME.

#### 6. BIBLIOGRAFIA

- [1] CHASTAND, V., TEZENAS, A., CADORET, Y., *et al.*, “Fatigue characterization of Titanium Ti-6Al-4V samples produced by Additive Manufacturing”, *Procedia Structural Integrity*, v. 2, pp. 2, Jun. 2016. doi: <http://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.395>.
- [2] TAMAYO, J., RIASCOS, M., VARGAS, C.A., *et al.*, “Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy via electron beam melting for the development of implants for the biomedical industry”, *Heliyon*, v. 7, n. 5, pp. e06892, Abr. 2021. doi: <http://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e06892>. PubMed PMID: 34027149.
- [3] KRUTH, J.P., LEVY, G., KLOCKE, F., *et al.*, “Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing”, *CIRP Annals*, v. 56, n. 2, pp. 730–759, 2007. doi: <http://doi.org/10.1016/j.cirp.2007.10.004>.
- [4] KANG, N., CODDET, P., LIU, Q., *et al.*, “In-situ TiB/near  $\alpha$  Ti matrix composites manufactured by selective laser melting”, *Additive Manufacturing*, v. 11, pp. 1–6, 2016. <http://doi.org/10.1016/j.addma.2016.04.001>.
- [5] ZHANG, J., SONG, B., WEI, Q., *et al.*, “A review of selective laser melting of aluminum alloys: processing, microstructure, property and developing trends”, *Journal of Materials Science and Technology*, v. 35, n. 2, pp. 270–284, 2019. doi: <http://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.09.004>.
- [6] NAGARAJAN, B., HU, Z., SONG, X., *et al.*, “Development of micro selective laser melting: the state of the art and future perspectives”, *Engineering (Beijing)*, v. 5, n. 4, pp. 702–720, 2019. doi: <http://doi.org/10.1016/j.eng.2019.07.002>.

- [7] ABOULKHAIR, N., SIMONELLI, M., PARRY, L., *et al.*, “3D printing of Aluminium alloys: additive manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting”, *Progress in Materials Science*, v. 106, pp. 100578, 2019. doi: <http://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578>.
- [8] LALEH, M., SADEGHI, E., REVILLA, R.I., *et al.*, “Heat treatment for metal additive manufacturing”, *Progress in Materials Science*, v. 133, pp. 101051, 2023. doi: <http://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2022.101051>.
- [9] KAROLEWSKA, K., LIGAJ, B., WIRWICKI, M., *et al.*, “Strength analysis of Ti6Al4V titanium alloy produced by the use of additive manufacturing method under static load conditions”, *Journal of Materials Research and Technology*, v. 9, n. 2, pp. 1365–1379, 2020. doi: <http://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.11.063>.
- [10] WU, S., LU, Y.J., GAN, Y.L., *et al.*, “Microstructural evolution and microhardness of a selective-laser-melted Ti-6Al-4V alloy after post heat treatments”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 672, pp. 643–652, 2016. doi: <http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.02.183>.
- [11] BARBIERI, F.C., OTANI, C., LEPIENSKI, C.M., *et al.*, “Nanoindentation study of Ti6Al4V alloy nitrated by low intensity plasma jet process”, *Vacuum*, v. 67, n. 3–4, pp. 457–461, 2002. doi: [http://doi.org/10.1016/S0042-207X\(02\)00231-2](http://doi.org/10.1016/S0042-207X(02)00231-2).
- [12] HUAIXUE, L., BAIYING, H., FAN, S., *et al.*, “Microstructure and tensile properties of Ti-6Al-4V alloys fabricated by selective laser meltin”, *Rare Metal Materials and Engineering*, 2013.
- [13] RODNEY, B., GERHARD, W., COLLINGS, E., *Materials Properties Handbook- Titanium Alloys*, Materials Park, ASM International, 1994.
- [14] VILLA, M., BROOKS, J.W., TURNER, R.P., *et al.*, “Microstructural modeling of the  $\alpha+\beta$  Phase in Ti-6Al-4V: a diffusion-based approach”, *Metallurgical and Materials Transactions. B, Process Metallurgy and Materials Processing Science*, v. 50, n. 6, pp. 2898–2911, 2019. doi: <http://doi.org/10.1007/s11663-019-01675-0>.
- [15] MURR, L.E., QUINONES, S.A., GAYTAN, S.M., *et al.*, “Microstructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications”, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 2, n. 1, pp. 20–32, 2009. doi: <http://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2008.05.004>. PubMed PMID: 19627804.
- [16] FORMANOIR, C., MICHOTTE, S., RIGO, O., *et al.*, “Electron beam melted Ti-6Al-4V: Microstructure, texture and mechanical behavior of the as-built and heat-treated material”, *Materials Science and Engineering A*, v. 652, pp. 105–119, 2016. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.052>.
- [17] SIMONELLI, M., TSE, Y.Y., TUCK, C., “Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti-6Al-4V”, *Materials Science and Engineering A*, v. 616, pp. 1–11, 2014. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2014.07.086>.
- [18] WAUTHLE, R., VRANCKEN, B., BEYNAERTS, B., *et al.*, “Effects of build orientation and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti6Al4V lattice structures”, *Additive Manufacturing*, v. 5, pp. 77–84, 2015. doi: <http://doi.org/10.1016/j.addma.2014.12.008>.
- [19] BEIN, S., BECHET, J., “Phase transformation kinetics and mechanisms in titanium alloys Ti-6.2. 4.6,  $\beta$ -CEZ and Ti-10.2. 3”, *Journal de Physique. IV*, v. 6, n. C1, pp. C1-C99, 1996. doi: <http://doi.org/10.1051/jp4:1996110>.
- [20] TEIXEIRA, J.D.C., APPOLAIRE, B., AEBY-GAUTIER, E., *et al.*, “Modeling of the phase transformations in near- $\beta$  titanium alloys during the cooling after forging”, *Computational Materials Science*, v. 42, n. 2, pp. 266–280, 2008. doi: <http://doi.org/10.1016/j.commatsci.2007.07.056>.
- [21] CORRE, S.L., FORESTIER, R., BRISSET, F., *et al.*, “Influence of  $\beta$ -forging on texture development in Ti 6246 alloy”, In: *Proceedings of the 13th World Conference on Titanium*, pp. 757–764, Hoboken, NJ, USA, John Wiley & Sons, 2016. doi: <http://doi.org/10.1002/9781119296126.ch127>.
- [22] MOTYKA, M., “Martensite formation and decomposition during traditional and AM processing of two-phase titanium alloys-an overview”, *Metals*, v. 11, n. 3, pp. 481, 2021. doi: <http://doi.org/10.3390/met11030481>.
- [23] FRKAN, M., KONECNA, R., NICOLETTO, G., *et al.*, “Microstructure and fatigue performance of SLM-fabricated Ti6Al4V alloy after different stress-relief heat treatments”, *Transportation Research Procedia*, v. 40, pp. 24–29, 2019. doi: <http://doi.org/10.1016/j.trpro.2019.07.005>.
- [24] ZOU, Z., SIMONELLI, M., KATRIB, J., *et al.*, “Microstructure and tensile properties of additive manufactured Ti-6Al-4V with refined prior- $\beta$  grain structure obtained by rapid heat treatment”, *Materials Science and Engineering A*, v. 814, pp. 141271, 2021. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141271>.

- [25] CAI, W., SONG, Q., JI, H., *et al.*, “Multi-perspective analysis of building orientation effects on microstructure, mechanical and surface properties of SLM Ti6Al4V with specific geometry”, *Materials (Basel)*, v. 14, n. 16, pp. 4392, 2021. doi: <http://doi.org/10.3390/ma14164392>. PubMed PMID: 34442915.
- [26] WANG, S., ZHU, L., FUH, J.Y.H., *et al.*, “Multi-physics modeling and Gaussian process regression analysis of cladding track geometry for direct energy deposition”, *Optics and Lasers in Engineering*, v. 127, pp. 105950, 2020. doi: <http://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2019.105950>.
- [27] CHEN, Z., WU, X., TOMUS, D., *et al.*, “Surface roughness of Selective Laser Melted Ti-6Al-4V alloy components”, *Additive Manufacturing*, v. 21, pp. 91–103, 2018. doi: <http://doi.org/10.1016/j.addma.2018.02.009>.
- [28] COMBRES, Y., CHAMPIN, B., “*Traitements thermiques des alliages de titane, Techniques de l'ingénieur, MD2 M1335, 1995 apud YANNICK, R. Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsif: caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécanique associées à ce procédé*”, Tese de D.Sc., Ecole des Mines de Paris, Paris, 2007.
- [29] KOUPRIANOFF, D., PREEZ, W., “Reducing time and cost of the heat treatment post-processing of additively manufactured Ti6Al4V”, *Materials Today. Communications*, v. 35, pp. 106186, 2023. doi: <http://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.106186>.
- [30] LEE, J.R., LEE, M.S., YEON, S.M., *et al.*, “Influence of heat treatment and loading direction on compressive deformation behaviour of Ti-6Al-4V ELI fabricated by powder bed fusion additive manufacturing”, *Materials Science and Engineering A*, v. 831, pp. 142258, 2022. doi: <http://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142258>.
- [31] LIU, Y., XU, H., PENG, B., *et al.*, “Effect of heating treatment on the microstructural evolution and dynamic tensile properties of Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting”, *Journal of Manufacturing Processes*, v. 74, pp. 244–255, 2022. doi: <http://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.12.035>.
- [32] VIEIRA, R.A.D.S., FONSECA, E.T.F.D., SILVA, M.Q.D., *et al.*, “Efeito da temperatura e pressão nas propriedades da liga de titânio Ti-6Al-4V produzida a partir da metalurgia do pó”, *Matéria (Rio de Janeiro)*, v. 28, n. 3, pp. e20230196, 2023. doi: <http://doi.org/10.1590/1517-7076-rmat-2023-0196>.
- [33] CHICOS, L.A., ZAHARIA, S.M., LANCEA, C., *et al.*, “Concentrated solar energy used for heat treatment of Ti6Al4V alloy manufactured by selective laser melting”, *Solar Energy*, v. 173, pp. 76–88, 2018. doi: <http://doi.org/10.1016/j.solener.2018.07.069>.
- [34] YAN, X., YIN, S., CHEN, C., *et al.*, “Effect of heat treatment on the phase transformation and mechanical properties of Ti6Al4V fabricated by selective laser melting”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 764, pp. 1056–1071, 2018. doi: <http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.06.076>.
- [35] ZHANG, H., QIN, W., MAN, C., *et al.*, “Effect of heat treatment on microstructure and corrosion behavior of Ti6Al4V fabricated by laser beam powder bed fusion”, *Corrosion Science*, v. 209, pp. 110789, 2022. doi: <http://doi.org/10.1016/j.corsci.2022.110789>.
- [36] SAMODUROVA, M., LOGACHEV, I., SHABUROVA, N., *et al.*, “A study of the structural characteristics of titanium alloy products manufactured using additive technologies by combining the selective laser melting and direct metal deposition methods”, *Materials (Basel)*, v. 12, n. 19, pp. 3269, 2019. doi: <http://doi.org/10.3390/ma12193269>.
- [37] HE, J., YOKOTA, R., IMAMIYA, Y., *et al.*, “Investigation of the microstructure of Ti6Al4V alloy by coaxial double laser metal-wire deposition”, *Materials (Basel)*, v. 15, n. 22, pp. 7985, 2022. doi: <http://doi.org/10.3390/ma15227985>. PubMed PMID: 36431470.
- [38] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, *ASTM F136-13: Standard specification for wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) alloy for surgical implant applications (UNS R56401)*, West Conshohocken, PA, USA, ASTM Standards, 2015.