

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE ENGENHARIAS, CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS
MATERIAIS

ALEKSANDER WELTER RIBAS

ESTUDO DAS TRANSFORMAÇÕES DE FASES DAS LIGAS Fe₁₈Mn E Fe₁₈Mn₃Al
LAMINADAS A FRIO

PONTA GROSSA

2024

ALEKSANDER WELTER RIBAS

ESTUDO DAS TRANSFORMAÇÕES DE FASES DAS LIGAS Fe₁₈Mn E Fe₁₈Mn₃Al
LAMINADAS A FRIO

Dissertação apresentada para a obtenção do título
de mestre na Universidade Estadual de Ponta
Grossa, Área de Processamento de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Márcio Ferreira Hupalo

PONTA GROSSA

2024

R482 Ribas, Aleksander
Estudo das transformações de fases das ligas Fe18Mn e Fe18Mn3Al laminadas a frio / Aleksander Ribas. Ponta Grossa, 2024.
84 f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais - Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Marcio Hupalo.

1. Aço manganês. 2. Transformação martensítica. 3. TWIP. 4. TRIP. 5. Aços maraging. I. Hupalo, Marcio. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e Caracterização de Materiais. III.T.

CDD: 620.11

ALEKSANDER WELTER RIBAS

ESTUDO DAS TRANSFORMAÇÕES DE FASES DAS LIGAS Fe18Mn E Fe18Mn3Al
LAMINADAS A FRIO

Dissertação apresentada para obtenção do
título de mestre na Universidade Estadual
de Ponta Grossa, Área de Desenvolvimento
e Caracterização de Materiais.

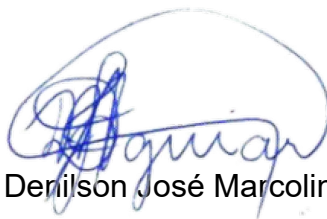
Ponta Grossa, 17 de dezembro de 2024.

Documento assinado digitalmente
 **EVALDO TONIOLO KUBASKI**
Data: 20/03/2025 14:53:15-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Evaldo Toniolo Kubaski

Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais

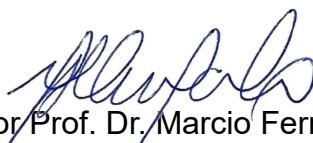
Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG



Prof. Dr. Denilson José Marcolino de Aguiar

Doutor em Engenharia Metalúrgica

Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR



Orientador Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo

Doutor em Engenharia Metalúrgica

Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG

AGRADECIMENTOS

Agradeço sinceramente a todos que contribuíram para a realização desta dissertação. Primeiramente, meu profundo reconhecimento ao meu orientador, professor Márcio Hupalo, por seu apoio constante, orientações valiosas e incentivo em cada etapa deste trabalho. Por fim, suas sugestões e críticas construtivas foram fundamentais para o aprimoramento deste trabalho.

Agradeço também aos meus colegas e amigos, que se tornaram uma fonte de apoio e motivação. Sou grato por cada um de vocês.

Agradeço à minha família, por seu amor incondicional, paciência e motivação, que foram fundamentais para que eu pudesse me dedicar a esta jornada.

Agradeço ainda aos professores e profissionais que, com sua sabedoria e generosidade, compartilharam conhecimentos valiosos, contribuindo para minha formação acadêmica e pessoal.

Um agradecimento a UEPG pela estrutura para que o projeto pudesse ser realizado, ao C-Labmu pelas análises e a CAPES pela bolsa.

Obrigado!

RESUMO

Com a atual necessidade de otimização no consumo e processamento dos aços, principalmente em questões de redução de custos o presente trabalho estudou duas ligas que possuem características que podem vir a substituir os aços maraging e teve como premissa investigar a influência do alumínio, em uma liga *lean* de Fe18Mn, com o propósito de reduzir a fração de martensita ε . Foi analisado o comportamento microestrutural de duas ligas de alto manganês durante a laminação a frio, as ligas estudadas possuíam 18% em peso de manganês e em uma delas, foi adicionado 3% em peso de alumínio. As amostras foram processadas por laminação a frio cujos limites de redução de espessura foram de 40% para a Fe18Mn e 60% para a liga Fe18Mn3Al. Os resultados obtidos para a liga sem alumínio apresentaram martensita α' e ε – desde o material como recebido e com o aumento da redução de espessura pela laminação a fração de martensita α' aumenta, apresentando elevadas durezas em todas as etapas da deformação. A martensita ε é encontrada durante toda a deformação do material até a sua falha, com isso, o efeito TRIP atuante, embora seja dominante, não é o único mecanismo presente, uma vez que o efeito TWIP também pôde ser encontrado. Para a liga com adição de alumínio, diferente do encontrado no Fe18Mn, praticamente suprimiu a transformação martensítica, tanto ε como α' , mesmo que foram encontradas em pequenas regiões, principalmente, nos contornos de grão. Além disso, em deformações mais altas, em torno de 50%, a transformação martensítica apresentou influência na dureza do material, conseqüentemente, o efeito TRIP teve seu início. O mecanismo inicial de deformação plástica na liga Fe18Mn3Al está diretamente associado entre o deslizamento de discordâncias e o efeito TWIP, justificando durezas menores do que as encontradas pela liga de Fe18Mn.

Palavras-chave: Aço manganês; Aço maraging; Transformação martensítica; Efeito TRIP; EfeitoTWIP.

ABSTRACT

With the current need for optimization in steel consumption and processing, especially concerning cost reduction, this study investigated two alloys that have characteristics which could potentially replace maraging steels. The primary objective was to examine the influence of aluminum in a lean Fe18Mn alloy, aiming to reduce the fraction of ϵ -martensite. Thereunto the microstructural behavior of two high-manganese alloys was investigated during cold rolling, the studied alloys content 18% in weight of manganese, and in one of them, 3% in weight of aluminum was added. The samples were processed by cold rolling, with reduction limits of 40% for Fe18Mn and 60% for the Fe18Mn3Al alloy. The results for the alloy without aluminum showed α' and ϵ martensite in the as-received material, and as the thickness reduction increased during rolling, the fraction of α' martensite also increased, exhibiting high hardness at all deformation stages. ϵ -martensite was present throughout the material's deformation until failure, and although the TRIP effect was dominant, it was not the only mechanism involved, as the TWIP effect was also observed. For the aluminum-added alloy, unlike Fe18Mn, the martensitic transformation was almost completely suppressed or at least slowed down, both ϵ and α' , although small regions of martensite were found, primarily at grain boundaries. Additionally, at higher strains, around 50%, the martensitic transformation influenced the material's hardness, and consequently, the TRIP effect began. The initial plastic deformation mechanism in the Fe18Mn3Al alloy was directly associated with dislocation slip and the TWIP effect, explaining the lower hardness compared to the Fe18Mn alloy.

Keywords: Manganese steels; Maraging steels; Martensitic transformation; TRIP effect; TWIP effect.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Classe de aços no diagrama limite de resistência a tração pelo alongamento.	13
Figura 3.1	Diagrama de fases do sistema ferro-manganês, apresentando as fases ricas em ferro austenita (γ), ferrita delta (δ), ferrita alfa (α) e as fases ricas em manganês: delta (δ), beta (β) e alfa (α). A linha preta representa a composição da liga do presente trabalho.....	16
Figura 3.2	Microestrutura da liga Fe ₂₆ Mn ₃ Al ₃ Cr apresentando uma microestrutura praticamente toda austenítica em temperatura ambiente.....	17
Figura 3.3	Diagramas de tensão versus deformação de engenharia (a) apresenta o decréscimo da fração da fase austenítica com a deformação de engenharia e (b) apresenta o aumento da fração de martensita α' com a deformação de engenharia.	20
Figura 3.4	Microscopia óptica da liga Fe ₂₂ Mn _{1.2} Al _{0.3} C apresentando 20%, 40%, 60% e 80% de laminação a frio e maclas de deformação antes dos 40% de deformação e o bandeamento após os 40%.....	22
Figura 3.4	Microestrutura da liga Fe ₁₇ Mn ₃ Al ₂ Si ₁ Ni apresentando em (a) microestrutura característica da fase martensítica ε e em (b) a estrutura das placas de martensita α' indicada pela seta preta.....	23
Figura 4.1	Esquema de atividades realizadas, com atenção especial para a ferritoscopia que foi realizada apenas para liga Fe ₁₈ Mn ₃ Al.....	27
Figura 5.1	Microscopia óptica da liga Fe ₁₈ Mn inicial atacada com o reagente de Vilella.....	32

Figura 5.2	Resultados de EBSD obtidos para a liga Fe18Mn como recebida em (a) contraste de banda (b) mapa de fases (em azul a fase austenítica, amarelo martensita ϵ e vermelho martensita α') e (c) IPF-Z.....	34
Figura 5.3	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn como recebido apresentando as estruturas características da fase martensítica ϵ , representada pelos traços em amarelo.....	35
Figura 5.4	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn como recebido apresentando as regiões macladas são indicadas por setas pretas, elipse preta placa de martensita que sofreu maclação e elipse branca interrompida pela fase austenítica..	36
Figura 5.5	Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al inicial com ataque eletrolítico. As regiões indicadas por aros amarelos são referentes às maclas.	37
Figura 5.6	Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al inicial com ataque eletrolítico. As elipses amarelas indicam os grãos que sofreram um crescimento anômalo.....	38
Figura 5.7	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al como recebido apresentando como setas azuis representam as maclas de recozimento, setas verdes regiões sem ataque, setas amarelas regiões com algumas ranhuras do ataque e setas brancas regiões bem atacadas.....	39
Figura 5.8	Resultados de EBSD obtidos para a liga Fe18Mn3Al como recebida em (a) contraste de banda (b) mapa de fases (em azul a fase	

	austenítica, amarelo martensita ε e vermelho martensita α') e (c) IPF-Z.....	40
Figura 5.9	Resultados do EBSD da liga Fe18Mn com 10% de redução de espessura em (a) contraste de bandas, (b) mapa de fases (azul fase austenítica, vermelho martensita CCC e amarelo martensita HC) e (c) IPF-Z.....	42
Figura 5.10	Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 10% de redução de espessura e atacada com metabissulfito de sódio. Regiões escuras são mais energéticas.....	44
Figura 5.11	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al com 10% de redução de espessura. Indicado pela seta amarela maclas de recozimento e deformação compartilhando o mesmo grão, seta preta indica um grão com grande energia e a seta branca indica maclas secundárias.....	45
Figura 5.12	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn laminada a frio com 20% de redução de espessura, atacada com nital 3% e dentro da elipse amarela pode ser visto uma estrutura característica da martensita ε	46
Figura 5.13	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn laminada a frio com 20% de redução de espessura. A fase martensítica ε indicada por setas brancas e a fase martensítica α' indicada por setas amarelas.....	47
Figura 5.14	Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 20% de redução de espessura, atacada com metabissulfito de sódio.	

	Micromaclas sendo indicadas por setas pretas dentro de um grão mais escuro.....	48
Figura 5.15	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al com 20% de redução de espessura. As setas brancas, pretas e amarelas indicam maclas secundárias, primárias e de recozimento, respectivamente.....	49
Figura 5.16	Microscopia óptica da liga Fe18Mn laminada a frio com 30% de redução de espessura e atacada com nital 3%.....	50
Figura 5.17	Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 30% de redução de espessura, atacada com metabissulfito de sódio e indicado pela seta preta está uma macla de recozimento que atua como contorno de grão, espelhando duas regiões com mesma orientação cristalográfica.....	51
Figura 5.18	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al com 30% de redução de espessura, apresentando maclas em toda a amostra e indicada pelas setas estão as maclas secundárias.....	52
Figura 5.19	EBSD da liga Fe18Mn3Al com diferentes reduções de espessura, banda de contraste em (a) 10%, (b) 20% e (c) 30%; mapa de fases, em azul fase austenítica, amarelo martensita hexagonal e em vermelho martensita cúbica (d) 10%, (e) 20% e (f) 30%; IPF-Z em (g) 10%, (h) 20% e (i) 30%.....	53
Figura 5.20	Microscopia óptica da liga Fe18Mn laminada a frio com 40% de redução de espessura e atacada com nital. Microestrutura completamente deformada, não sendo possível definir os grãos....	55

Figura 5.21	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn laminada a frio com 40% de redução de espessura e indicado pelas setas brancas estão buracos e pela seta amarela uma trinca.....	56
Figura 5.22	Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 40% de redução de espessura e atacada com metabissulfito de sódio, apresentando a maioria dos grãos como sendo escuros representando regiões mais energéticas.....	57
Figura 5.23	Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 50% de redução de espessura atacada com metabissulfito de sódio e apresentando um elevado número de maclas indicados por linhas pretas.....	58
Figura 5.24	Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 50% de redução de espessura atacada com metabissulfito de sódio e indicadas pelas setas amarelas estão bandas de cisalhamento e na região branca é uma estrutura resultado do movimento cooperativo entre maclas e deslizamento de discordâncias.....	59
Figura 5.25	Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al com 60% de redução de espessura apresentando uma estrutura alinhada com a direção de laminação e grãos maclados.....	60
Figura 5.26	ODF para a liga de Fe18Mn3Al (a) inicial e $\varphi_2 = 0^\circ$, (b) inicial e $\varphi_2 = 45^\circ$, (c) 10% e $\varphi_2 = 0^\circ$, (d) 10% e $\varphi_2 = 45^\circ$, (e) 20% e $\varphi_2 = 0^\circ$ (f) 20%	

	e $\varphi_2 = 45^\circ$ (g) 30% e $\varphi_2 = 0^\circ$ e (h) 30% e $\varphi_2 = 45^\circ$	61
Figura 5.27	DRX de todas da liga Fe18Mn para todos os passos da laminação a frio, variando de como recebido (inicial) à 40% de redução de espessura.....	63
Figura 5.28	DRX da liga Fe18Mn3Al para todos os passes de laminação a frio, iniciando no material como recebido (inicial) até 60% de redução de espessura.....	66
Figura 5.29	Curva de Dureza versus Deformação da liga Fe18Mn.....	69
Figura 5.30	Curva de Dureza versus Deformação da liga Fe18Mn3Al.....	72
Figura 5.31	Gráfico da fração magnética real versus deformação da liga Fe18Mn3Al.....	73

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1	Composição das ligas através do ensaio de espectroscopia por dispersão de energia.....	26
Tabela 5.1	Valores de dureza Vickers da liga Fe18Mn desde o material como recebido até 40% de redução de espessura.....	68
Tabela 5.2	Médias dos valores de dureza da liga Fe18Mn até a redução de espessura de 40%.....	68
Tabela 5.3	Agrupamento estatístico, no qual deformação com agrupamentos diferentes são significativamente diferentes. Dados obtidos utilizando o método Tukey e 95% de intervalo de confiança, para a liga Fe18Mn.....	69
Tabela 5.4	Valores de dureza Vickers da liga Fe18Mn3Al desde o material como recebido até 60% de redução de espessura.....	70
Tabela 5.5	Médias dos valores de dureza da liga Fe18Mn3Al até a redução de espessura de 60%.....	71
Tabela 5.6	Agrupamento estatístico, no qual deformação com agrupamentos diferentes são significativamente diferentes. Dados obtidos utilizando o método Tukey e 95% de intervalo de confiança, para a liga Fe18Mn.....	71
Tabela 5.7	Agrupamento estatístico, no qual deformação com agrupamentos diferentes são significativamente diferentes. Dados obtidos utilizando o método Tukey e 95% de intervalo de confiança, para a liga Fe18Mn.....	74

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	OBJETIVOS	18
2.1	OBJETIVO GERAL	18
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
3.1	SISTEMA FeMn	19
3.1.1	Influência do Alumínio no Sistema FeMn	21
3.1.2	Dificuldades Encontradas nos Aços Austeníticos Avançados com Adição de Manganês	22
3.2	MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA EM AHSS	22
3.3	TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA EM AÇOS COM ALTO MANGANÊS	26
4	MATERIAIS E MÉTODOS	29
4.1	MATERIAIS	29
4.2.1	LAMINAÇÃO A FRIO	30
4.2.2	MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)	31
4.2.3	MICRODUREZA VICKERS	31
4.2.4	DIFRATOMETRIA DE RAIOS X (DRX)	32
4.2.5	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	32
4.2.6	DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)	33
4.2.7	FERRITOSCOPIA	34
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
5.1	CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS NA CONDIÇÃO INICIAL	35
5.1.1	Liga Fe18Mn resultados de MO, MEV e EBSD	35
5.1.2	Liga Fe18Mn3Al resultados de MO, MEV e EBSD	40
5.2	CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS NA CONDIÇÃO LAMINADA	44
5.2.1	10% de Redução de Espessura	44

5.2.1.1 Liga Fe18Mn	44
5.2.1.2 Liga Fe18Mn3Al	46
5.2.2 20% de Redução de Espessura	49
5.2.2.1 Liga Fe18Mn	49
5.2.2.2 Liga Fe18Mn3Al	51
5.2.3 30% de Redução de Espessura	53
5.2.3.1 Liga Fe18Mn.....	53
5.2.3.2 Liga Fe18Mn3Al.....	54
5.2.4 Acima de 40% de Redução de Espessura	57
5.2.4.1 Liga Fe18Mn.....	57
5.2.4.2 Liga Fe18Mn3Al.....	59
5.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	66
5.3.1 Fe18Mn	66
5.3.2 Fe18Mn3Al	69
5.4 MICRODUREZA VICKERS E FERRITOSCOPIA.....	70
5.4.1 Fe18Mn	70
5.4.2 Fe18Mn3Al	73
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	78
REFERÊNCIAS.....	80

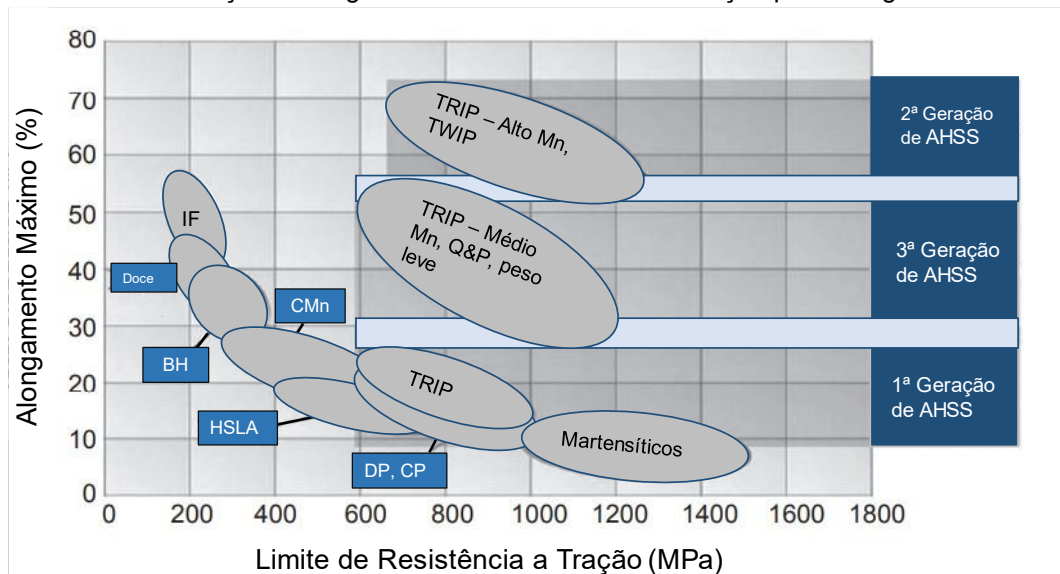
1 INTRODUÇÃO

O aço exerce um papel fundamental na vida das pessoas e por esse motivo mundialmente em 2023 foram fabricados quase 1,9 milhões de toneladas, tornando-o um dos materiais mais importantes da atualidade. Ademais, conta com mais de 3.500 variações e mais de 70% dos aços modernos foram desenvolvidos nos últimos 20 anos. As principais vantagens são a sua abundância, produção relativamente econômica, a versatilidade, durabilidade e a facilidade de ser reciclado. Além disso, atualmente o gasto energético para a sua fabricação é, aproximadamente, 40% menor do que era utilizado na década de 60. (World Steel Association, 2024).

Com a evolução tecnológica, componentes com formatos complexos e o aumento da segurança são cada vez mais necessários. Além disso, pode-se destacar a necessidade de manter a rigidez mesmo com menores espessuras. Estas foram algumas das premissas que nortearam o desenvolvimento dos AHSS, aços avançados de alta resistência mecânica (Fonstein, 2015; Grassel *et al.*, 2000).

Atualmente, os AHSS são divididos em três gerações, na Figura 1.1 é apresentado um diagrama de limite de resistência a tração pelo alongamento, mostrando onde se enquadra cada uma das gerações e quais classes estão nelas inseridas. Na segunda geração, encontram-se aços cujos teores de manganês variam de 15 a 30% em peso e são ditos como aços de alto manganês. Eles podem apresentar mecanismos induzidos pela deformação, e são conhecidos como: efeitos de transformação de fase (TRIP) e a maclação mecânica (TWIP) (Cai; Di, 2017).

Figura 1.1 – Classe de aços no diagrama limite de resistência a tração pelo alongamento.



Fonte: Adaptado de CAI, M.; DI, H. Advanced High Strength Steels and Their Processes. In: ZHAO, J. (ed.); JIANG, Z. (ed.). **Rolling of Advanced High Strength Steels: Theory, Simulation and Practice**. 1 ed. Flórida: CRC Press, p. 2, 2017.

Para que sejam alcançados valores específicos e desejados de limite de resistência a tração (LRT) e alongamento; elementos de liga devem ser inseridos. Entretanto, o uso de elementos liga está diretamente relacionado ao aumento do custo do aço. Alguns exemplos como níquel, cobalto, titânio e molibdênio, apresentam preços elevados e, todavia, o aço adquira a combinação desejada de propriedades mecânicas o seu valor é uma desvantagem (Fonstein, 2015; Commodities, 2024).

Devido à grande flutuação na cotação das *commodities*, principalmente dos elementos de liga de valor elevado, a produção de aços se torna variável, em termos de custos e disponibilidade de matéria-prima (Mehlitz; Benjamin, 2023; He *et al.*, 2023; Hodgkinson; Smith, 2021). Uma alternativa utilizada a fim de alcançar as características desejadas são as ligas *lean*, que possuem poucos elementos de liga, ou ainda o uso de elementos mais baratos e com propriedades equivalentes (Capus, 2013).

Neste contexto, encontram-se as ligas de alto e médio manganês, que podem ser utilizadas como alternativa aos aços *maraging*, apresentando uma elevada resistência a tração e elevados valores de tenacidade, associados com a redução de custos. Mesmo que os aços com alto manganês apresentem diversas vantagens, a sua produção é dificultada por conta de elevados teores de pureza serem necessários,

principalmente devido à segregação do soluto, pois pode ocorrer fragilização nas interfaces e a formação de novas fases.

Os parâmetros do processamento têm influência como: a variação das taxas de cisalhamento, o tamanho de grão e a sensibilidade a composição, resultam em alterações nos mecanismos de deformação e, conseqüentemente na microestrutura do material (Schmitt; Lung, 2018; Demeri, 2013; Da Silva *et al.*, 2019).

Para que o uso comercial das ligas do presente estudo seja possível a otimização do processamento se torna necessária para a obtenção das propriedades mecânicas desejadas. Utilizando como o pressuposto os resultados obtidos por Silva *et al.* (2022) e Walchaki (2024), que utilizaram uma liga de ferro com adição de 18% em peso de manganês e 3% em peso de titânio e obtiveram resultados promissores em relação as propriedades da liga quando comparadas com seus correspondentes da classe *maraging*.

Além disso, o teor de titânio utilizado apresenta maior efeito estabilizador da martensita α' , logo ocorre uma redução na fração volumétrica transformada para a martensita ε , uma vez que, a transformação da austenita em martensita α' pode ocorrer de duas maneiras: uma delas é a fase martensítica α' sendo diretamente transformada da austenita e a austenita se transformando em martensita ε , para então ser transformada em α' (Da Silva *et al.*, 2022; Walchaki, 2024; Paduani *et al.*, 1991).

Diante deste contexto, o presente trabalho se dedica ao entendimento dos mecanismos envolvidos na liga *lean* de ferro com adição de 18% em peso de manganês e com a proposição da substituição do titânio pelo alumínio, como elemento supressor da martensita ε . As duas ligas Fe18Mn e Fe18Mn3Al foram produzidas exclusivamente para o projeto, pelo *Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH*, na Alemanha.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Analisar a evolução microestrutural da liga Fe18Mn3Al e comparar com a liga Fe18Mn, processadas por laminação a frio em diferentes graus de redução de espessura.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

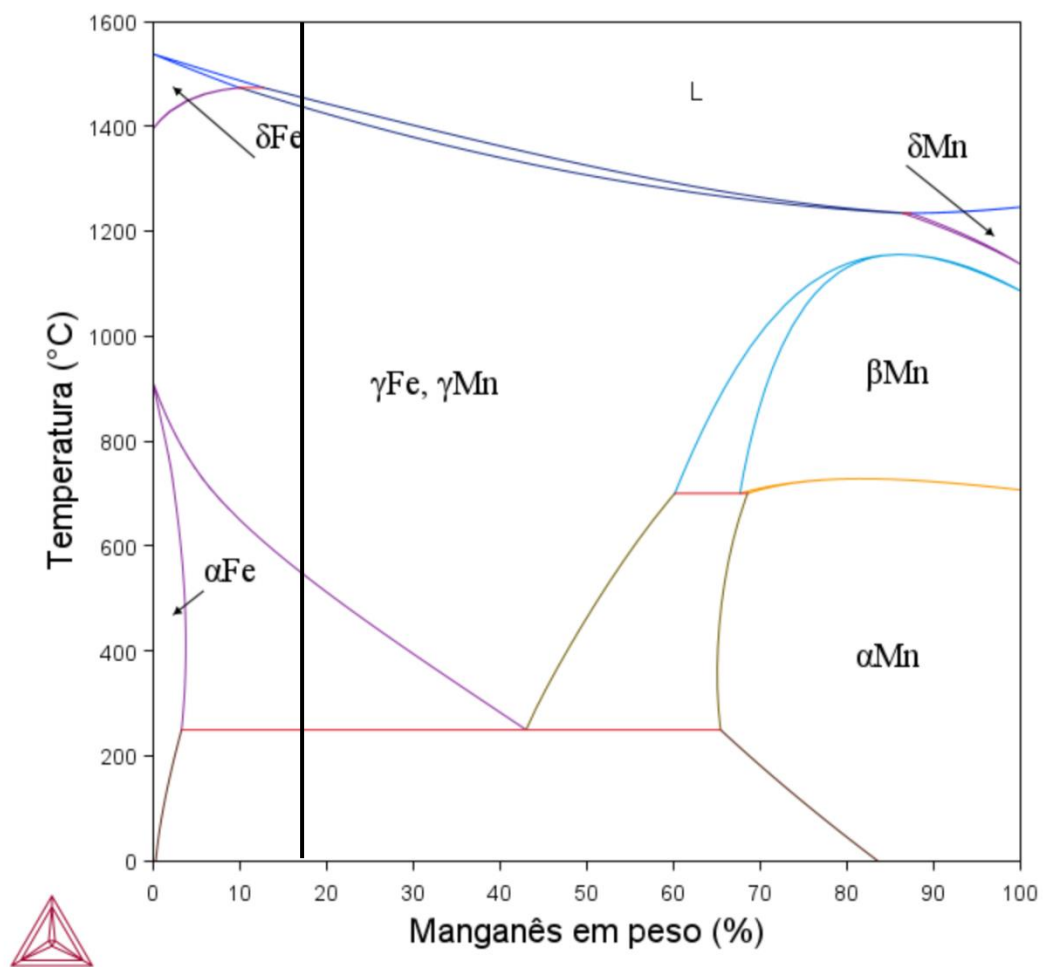
- Investigar os mecanismos de deformação plástica presentes na liga Fe18Mn na condição como recebida e laminada a frio;
- Investigar os mecanismos de deformação plástica encontrados na liga Fe18Mn3Al na condição como recebida e laminada a frio;
- Analisar a influência da transformação martensítica nos mecanismos de deformação plástica presentes e em cada etapa da deformação;
- Verificar a influência do alumínio na transformação martensítica através do comportamento da liga Fe18Mn3Al como recebida e após laminação a frio;

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 SISTEMA FeMn

Diversas ligas do sistema binário ferro-manganês, vide apresentado na Figura 3.1, têm sido motivo de vários trabalhos pelo seu conjunto de propriedades mecânicas, as quais estão sendo visadas principalmente para o uso na indústria automobilística. As ligas em destaque são aquelas que contêm até 30% em peso de manganês, justamente devido aos problemas apresentados em ligas com teores maiores de manganês, principalmente a segregação (Zuazo *et al.*, 2014; Fonstein, 2015).

Figura 3.1 – Diagrama de fases do sistema ferro-manganês, apresentando as fases ricas em ferro: austenita (γ), ferrita delta (δ), ferrita alfa (α) e as fases ricas em manganês: delta (δ), beta (β) e alfa (α). A linha preta representa a composição da liga do presente trabalho.

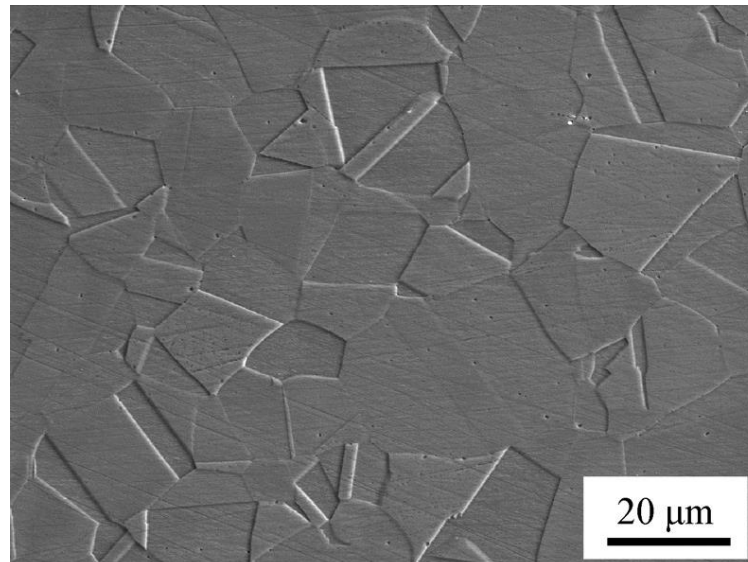


Fonte: O autor

Com a utilização do *software* ThermoCalc Educational 2024 foi construído o diagrama de fases da Figura 3.1, onde foi possível verificar a existência da fase líquida (L), de três fases cúbicas de corpo centrado (CCC) αFe , δFe e δMn , uma fase cúbica de face centrada (CFC) γFe , γMn . Por fim, ainda se tem duas fases que através do sistema *Strukturbericht*, são denominadas A12 e A13 e são associadas com as fases αMn e βMn , respectivamente (Sluiter, 2006).

Uma alternativa que tem sido utilizada para que a austenita seja estabilizada em temperatura ambiente é a adição de elevados teores de manganês e isso é consequência de o manganês ser um elemento gamagênico evitando a adição de carbono no aço, resultando em um aço de alto manganês, livre de carbeto e com microestrutura austenítica. Por esse motivo, até que seja atingido um teor próximo a 18% de manganês no aço, a austenita não é estabilizada em temperatura ambiente, enquanto teores maiores que 27% a austenita é completamente estabilizada nessa temperatura, um exemplo de uma microestrutura austenítica está apresentada na Figura 3.2 (Colman *et al.*, 2011).

Figura 3.2 – Microestrutura da liga Fe26Mn3Al3Cr apresentando uma microestrutura praticamente toda austenítica em temperatura ambiente.



Fonte: YUAN, X. et al. Influence of annealing temperature on mechanical properties and microstructures of a high manganese austenitic steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 217, p. 278–285, mar. 2015.

3.1.1 Influência do Alumínio no Sistema FeMn

A presença de manganês em teores superiores a 13% em peso, resultam em um aumento na energia de defeito de empilhamento (EDE) do material e a sua presença altera a energia de ativação do efeito TWIP, favorecendo a sua formação. Para compensar as falhas de empilhamento causadas pela ausência do carbono, elementos de ligas devem ser adicionados com o objetivo de que a EDE seja controlada e esses elementos podem ser o alumínio, cromo, nitrogênio e o silício (Colman *et al.*, 2011; Hamada, 2007; Kook; Choi, 2000; Xia *et al.*, 2022).

O alumínio no sistema FeMn apresenta capacidade de aumentar a EDE, podendo atingir valores nos quais a deformação por escorregamento ocorre como mecanismo principal pela supressão ou aumento da energia de ativação da maclação. O alumínio, em aços austeníticos, acarreta um aumento nos parâmetros de rede e, portanto, tem poder de endurecimento por solução sólida, sendo outro motivo que dificulta a formação e a maclação mecânica (Chen *et al.*, 1993; Chu *et al.*, 1994).

Segundo, Park *et al.* (2010), o domínio do mecanismo de escorregamento durante a deformação plástica independe do teor de alumínio. De forma complementar em 2017, Chen *et al.* afirmam que presença do alumínio resulta no escorregamento de discordâncias como principal mecanismo de deformação independentemente da EDE. Além disso, o alumínio nas ligas de FeMn tem relação com a transformação martensítica, a qual diminui sua quantidade com o aumento da EDE do aço. Portanto, a transformação martensítica é dificultada e há um decréscimo da fração volumétrica da martensita ε (Chen *et al.*, 2017).

Por fim, as ligas de Fe-Mn-Al também se encontram na segunda geração dos AHSS, devido à combinação de propriedades mecânicas, como por exemplo, a resistência ao impacto, a ductilidade, os elevados limites de escoamento e de resistência a tração, mesmo em taxas de deformação mais elevadas, logo esses materiais, em sua maioria, apresentam resultados aceitáveis de formabilidade. O alumínio apresenta um comportamento da diminuição na densidade do material, caindo cerca de 1,3% a cada por cento de alumínio adicionado. Porém, a partir de 7% em peso o carbeto κ é precipitado. Assim como grande parte dos carbetos a sua presença no material pode apresentar desvantagens como perda da capacidade de deformação plástica e até ocasionar uma fratura frágil nas ligas em que o alongamento pode ultrapassar 100% (Chen *et al.*, 2017; Raabe *et al.*, 2014).

3.1.2 Dificuldades Encontradas nos Aços Austeníticos Avançados com Adição de Manganês

Uma das maiores dificuldades apresentadas pelos aços austeníticos de alto manganês é a segregação do soluto. Com o aumento no teor de manganês resulta em um aumento da segregação; além disso, ocasiona um aumento na temperatura de transição dúctil-frágil do material, podendo ocasionar a fratura frágil dessas ligas em temperatura ambiente. O aumento na fragilidade da liga pode ser associado com o excesso de impurezas que segregam do interior do grão para o contorno; heterogeneidade na composição química do material; além disso, a fragilização algumas vezes pode estar relacionada com a transformação martensítica em regiões próximas aos contornos (Xia *et al.*, 2022).

Outra justificativa para a fragilização dos aços austeníticos com elevado manganês está ligada com a diminuição das falhas de empilhamento com a queda da temperatura, mesmo apresentando estrutura cúbica de face centrada (CFC), o que favorece a formação de maclas e planos de escorregamento. Durante o processo de deformação, discordâncias planares produzirão o efeito de *slipping off*, cujo resultado é a fratura frágil oriunda das discordâncias que saem dos planos de escorregamentos e desviam para os contornos de maclas de recozimento ou para os contornos de alto ângulo (Xia *et al.*, 2022).

A segregação do soluto pode ainda resultar no favorecimento de um mecanismo alternativo para a formação de uma segunda fase, um fenômeno termodinâmico decorrente da nucleação heterogênea, levando a um enriquecimento de soluto no contorno de grão diminuindo a mobilidade atômica e uma consequente diminuição da plasticidade dos contornos (Da Silva, 2018, 2019).

3.2 MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA EM AHSS

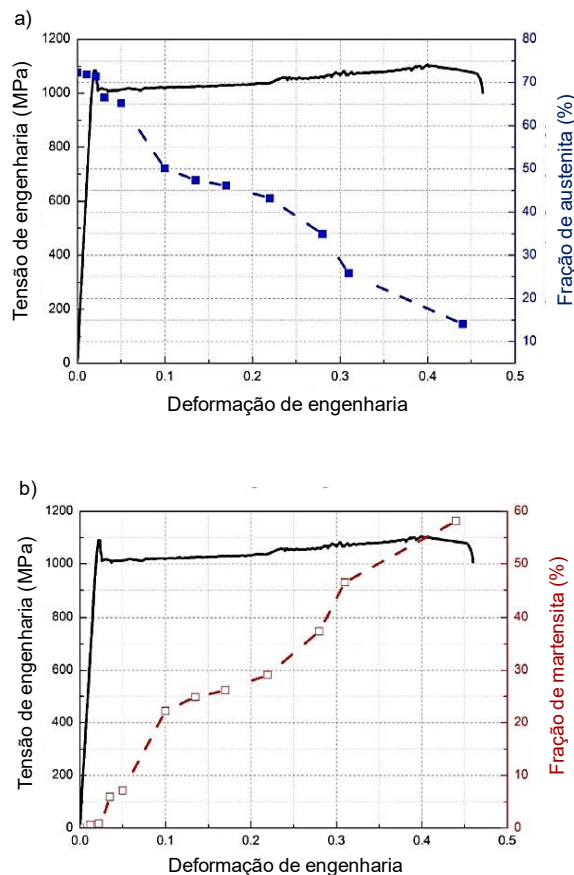
Para os AHSS da segunda geração alguns mecanismos de deformação plástica se tornam fundamentais para a compreensão do seu desenvolvimento microestrutural, logo essa geração é subdivida conforme o mecanismo principal atuante entre eles, como os efeitos TRIP e TWIP (Demeri, 2013; Fonstein, 2015).

O efeito TRIP resulta em um aumento na resistência à deformação plástica, consequência da transformação martensítica que ocorre a partir da austenita retida.

Ao atingir um certo nível de deformação, uma porção da austenita retida que sofre as maiores tensões começa a se transformar em martensita, aumentando a resistência local e, prevenindo assim, uma subsequente deformação nesta região. Esse comportamento é apresentado nas regiões adjacentes até que a transformação martensítica tenha sido completada, resultando em um maior alongamento uniforme do material.

Comportamento este que pode ser ilustrado com base nos diagramas da Figura 3.3. Referente a uma liga de Fe6Mn1.6Al0.2C e apresenta um aumento da fração martensítica α' , conforme é aumentada a deformação plástica do material, do mesmo modo, ocorre uma diminuição da fase austenítica com o aumento da deformação.

Figura 3.3 – Diagramas de tensão versus deformação de engenharia (a) apresenta o decréscimo da fração da fase austenítica com a deformação de engenharia e (b) apresenta o aumento da fração de martensita α' com o a deformação de engenharia.



Fonte: Deformation behavior in cold-rolled medium-manganese TRIP steel and effect of pre-strain on the Lüders bands. **Materials Science & Engineering A**. 2017. Z.C. Lia,b, H. Dinga, R.D.K. Misrab, Z.H. Caia

A taxa de transformação martensítica é diretamente proporcional às taxas de deformação e, com isso, o efeito TRIP ocorre em taxas mais elevadas (Demeri, 2013; Fonstein, 2015).

Um dos requisitos para que um material apresente o efeito TWIP é a microestrutura ser completamente austenítica em temperatura ambiente, além da EDE estar entre 20 e 40 mJ/m². Microestruturalmente, com a atuação da deformação as maclas mecânicas tem a fração volumétrica aumentada, gerando novas orientações microestruturais reduzindo o caminho livre para o escorregamento e confina as discordâncias em regiões menores, resultando em uma elevada taxa de encruamento para os materiais que apresentam esse efeito.

Com a continuidade da deformação a fração volumétrica de maclas mecânicas aumenta ainda mais, assim como, os seus contornos que atuam como contornos de grão, interagem entre si e com as discordâncias desenvolvendo um aumento na resistência local. Além disso, devido às interações, mais obstáculos são gerados levando a um aumento da dificuldade para a ocorrência do escorregamento de discordâncias, retardando assim a estricção do material durante a deformação plástica (Allain *et al*, 2004; Demeri, 2013; Fonstein, 2015).

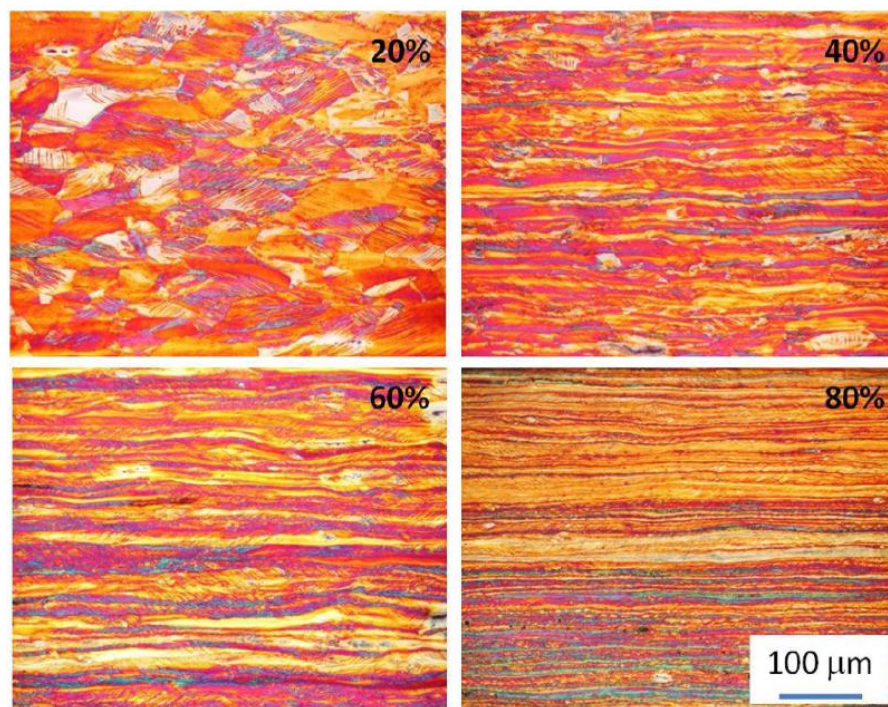
Segundo Yanushkevich *et al* (2016), o mecanismo de maclas é o que ocorre em maior quantidade devido à deformação, consequência da laminação a frio, resultando em um grande aumento na densidade de maclas e principalmente pela significativa elevação no número de sistemas de ativação desse mecanismo. Outra característica observada com o aumento da deformação é a diminuição no tamanho das maclas, podendo acontecer por dois motivos: devido a transformações martensíticas que atravessam esses defeitos; ou pela formação de maclas secundárias que possuem orientação perpendicular as maclas primárias (Yoo; Park, 2008).

Quando é falado a respeito dos mecanismos de deformação nos AHSS de segunda geração, mais especificamente os aços com elevado teor de manganês, tem-se uma competição entre os mecanismos de deformação. Segundo Allain *et al*. (2014), na liga Fe22Mn a maclação compete com o escorregamento, entretanto o aumento nos contornos de grão e de maclas dificulta o movimento das discordâncias restringindo a sua movimentação. Eles ainda dividiram o processo de maclação mecânica em duas etapas; onde na primeira a macla se move até um obstáculo e tem

um impedimento no seu movimento e a na segunda ocorre um refinamento da macla conforme o aumento da tensão.

Na liga Fe22Mn, com adição de 1,2% em peso de alumínio, a evolução microestrutural pode ser dividida em duas etapas antes de 40% e após essa deformação. Abaixo de 40% a maclação mecânica é o mecanismo dominante e conforme a densidade de maclas aumenta com o aumento da laminação, após 40% de deformação as bandas de cisalhamento são formadas e se tornam o mecanismo principal, a Figura 3.4 apresenta a evolução microestrutural destas etapas de uma liga Fe22Mn1.2Al0.3C. Esse comportamento também foi encontrado em outras ligas de alto manganês e com adição de silício (Anand *et al.*, 2018; Kalsar; Suwas, 2017; Klimova *et al.*, 2017).

Figura 3.4 – Microscopia óptica da liga Fe22Mn1.2Al0.3C apresentando 20%, 40%, 60% e 80% de laminação a frio e maclas de deformação antes dos 40% de deformação e o bandeamento após os 40%.



Fonte: ANAND, K. K. et al. Correlation of defect density with texture evolution during cold rolling of a Twinning-Induced Plasticity (TWIP) steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 711, p. 69–77, 5 nov. 2017.

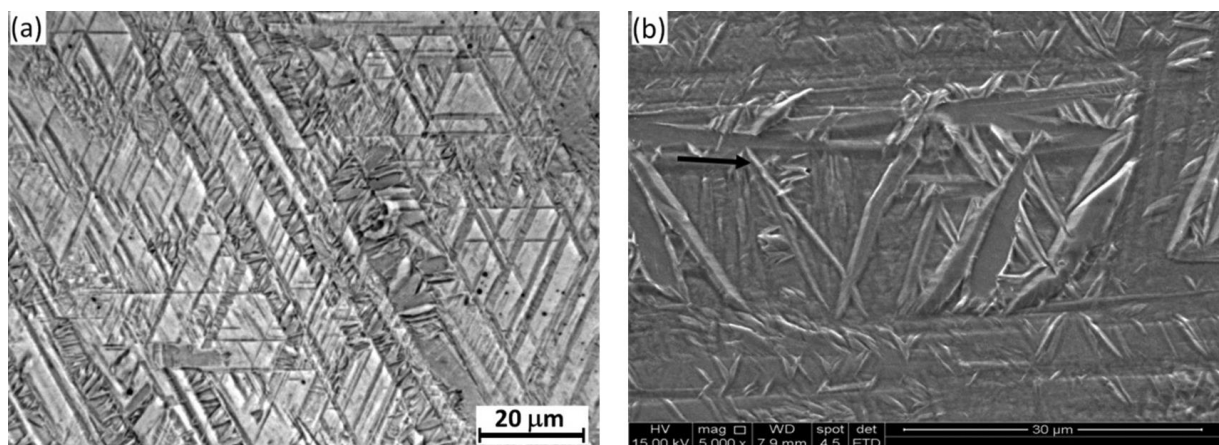
Segundo Eskandari *et al.* (2016), no aço Fe21Mn com 2,5% em peso de silício e 1,6% em peso de alumínio, com sua microestrutura austenítica, os efeitos TRIP e TWIP ocorrem simultaneamente e a atuação entre qual o mecanismo ativo depende principalmente da estabilidade da austenita. Além disso, a taxa de transformação

martensítica altera de acordo com a orientação da austenita, aumentando nas famílias $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$.

3.3 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA EM AÇOS COM ALTO MANGANÊS

A transformação martensítica nos aços avançados com alto manganês pode apresentar duas rotas: uma na qual a martensita α' – cúbica de corpo centrado (CCC) – é transformada diretamente da fase austenítica γ (CFC) e outra a austenita se transformando em uma martensita hexagonal compacta (HC), denominada martensita ε , que posteriormente é transformada em martensita α' . Segundo Galindo-Nava *et al.* (2017), a martensita ε é precursora da martensita α' em solicitações unidirecionais. A Figura 3.5 exemplifica os dois tipos de martensita, tanto hexagonal como cúbica.

Figura 3.5 – Microestrutura da liga Fe17Mn3Al2Si1Ni apresentando em (a) microestrutura característica da fase martensítica ε e em (b) a estrutura das placas de martensita α' indicada pela seta preta.



Fonte: SILVA, S. et al. Effect of cooling rate on (ε , α') martensite formation in twinning/transformation-induced plasticity Fe-17Mn-0.06C steel. **Materials Research**, v. 16, n. 6, p. 1229–1236, 31 jul. 2013.

Um dos mecanismos para a formação da martensita CCC é consequência das bandas de deformação na austenita metaestável. O crescimento da fase α' é consequência da contínua interseção das bandas resultando na geração de mais núcleos e o consequente coalescimento. Além disso, para que a transformação martensítica α' ocorra a EDE deve ser inferior a 20 mJ/m^2 . Em alguns casos a martensita CCC pode ser encontrada em materiais com valores de EDE maiores, isso devido à presença da martensita ε que futuramente na deformação se transforma em α' (Galindo-Nava *et al.*, 2017).

A formação da fase ε é dependente da EDE do material, para Allain *et al.* (2004), a martensita hexagonal é encontrada em materiais com valores de energia maiores que 18 mJ/m^2 . Tang *et al.* (2015), restringe esse o valor da energia e para que ocorra a transformação martensítica $\gamma \rightarrow \varepsilon$, a EDE deverá estar entre 15 e 20 mJ/m^2 isso pois a presença de maclas induz a transformação martensítica ε . A EDE mínima dentro do intervalo de formação da fase ε resulta em um maior volume de martensita (Klimova *et al.*, 2017). A partir de várias ligas alto manganês com EDE diferentes, Curtze e Kuokkale (2010) concluíram que o material que apresentava 20 mJ/m^2 apresentou maior capacidade de alongamento uniforme, associado provavelmente ao efeito da transformação martensítica $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$.

A partir dos resultados obtidos por Galindo-Nava *et al.* (2017), a martensita ε e as maclas são encontradas em regiões com características semelhantes. Quando ocorrem três falhas sequenciais de empilhamento as maclas são formadas; entretanto quando essas falhas ocorrem nos planos $\{111\}$ as placas de martensitas ε são encontradas. Conforme aumenta a quantidade de defeitos de empilhamento, o número de sítios precursores da martensita HC também aumenta, com isso ocorre a nucleação e o crescimento desta fase martensítica.

A austenita tem sua morfologia alterada com o aumento da deformação e os grãos austeníticos são fracionados por placas de martensita ε . Ocorre também um aumento na densidade de discordâncias nesses grãos devido ao impedimento do escorregamento com desvio durante a deformação. Assim, Eskandari *et al.* (2016) relaciona a presença da martensita ε com o refinamento dos grãos. Além disso, a fase ε deforma com a austenita gerando mais maclas mecânicas e falhas de empilhamento (Souza Filho *et al.*, 2019).

A maior fração volumétrica de martensita ε coincide com a maior taxa de encruamento do material, neste ponto, a presença da fase hexagonal resulta na perda de orientação dos grãos austeníticos próximos das interfaces γ/ε (Souza Filho *et al.*, 2019). Em muitos casos, a martensita ε também é encontrada nos materiais que apresentam o efeito TWIP, entretanto a partir de 30% de deformação. Eskandari *et al.* (2016) relata que a martensita hexagonal não é mais encontrada, devido a transformação martensítica $\gamma \rightarrow \varepsilon$ ocorrer apenas em grãos austeníticos com famílias de direções específicas ($\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$). Portanto, com o aumento da deformação ocorre a ativação de vários novos sistemas de deformação, os quais são mais facilmente ativados do que as famílias de direções, cuja martensita ε é formada.

Em altas deformações o mecanismo de transformação martensítica predominante é o efeito TRIP CCC, isso porque a estrutura cúbica apresenta uma maior capacidade de suportar as deformações causadas pelo elevado volume de discordâncias, quando comparados com a martensita HC (Eskandari *et al.*, 2016).

Com as informações acima descritas e com relação as ligas de ferro-manganês, existe uma clara necessidade de aprofundamento, tanto nas ligas específicas do trabalho quanto na área como um todo. Portanto, este estudo espera, não apenas fortalecer o tema, mas também estimular mais questionamentos e investigações que possam levar a uma maior e mais completa compreensão destas ligas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

As amostras recebidas tiveram duas composições diferentes, uma contendo ferro com adição de 18% em peso de manganês e outra com o mesmo teor de manganês, porém com adição de 3% em peso de alumínio, resultando assim nas ligas Fe18Mn e Fe18Mn3Al, respectivamente. Elas foram fabricadas pelo *Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH*, na Alemanha, em forno de indução a vácuo e foram recebidas na forma de cupons retangulares com dimensões de 20 x 10 x 5 mm, cujas composições estão descritas na Tabela 4.1 e foram obtidas por espectroscopia por dispersão de energia (EDS).

Tabela 4.1 – Composição das ligas através do ensaio de espectroscopia por dispersão de energia.

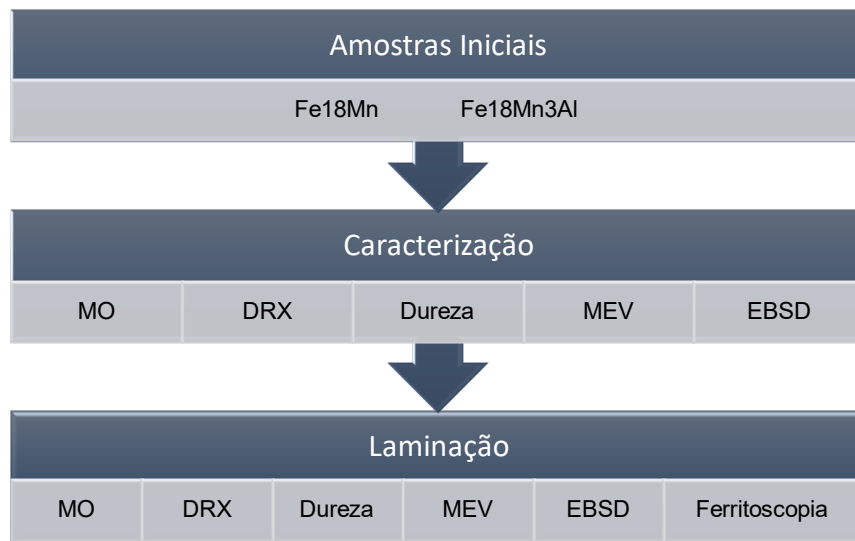
Elementos	Fe	Mn	Al
Fe18Mn	Bal.	17,9	-
Fe18Mn3Al	Bal.	18,3	3,7

Fonte: O autor

4.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

No fluxograma da Figura 4.1 foram apresentadas as principais etapas do desenvolvimento experimental, envolvendo as técnicas de caracterização microestrutural empregadas, antes e depois do processo de laminação a frio.

Figura 4.1 – Esquema de atividades realizadas, com atenção especial para a ferritoscopia que foi realizada apenas para liga Fe18Mn3Al.



Fonte: O autor

O ensaio de ferritoscopia foi realizado apenas para a liga de Fe18Mn3Al, pois eram necessários dados adicionais de confirmação dos teores de martensita, uma vez que, em baixas deformações a fração martensítica era suficientemente baixa para quantificação pelos espectros de raios X.

4.2.1 LAMINAÇÃO A FRIO

As amostras recebidas foram encaminhadas para o processo de laminação a frio, sendo laminadas em temperatura ambiente pelo laminador Fenn 042/4-046, no qual o cilindro possui um diâmetro de 108 mm. As amostras de Fe18Mn foram deformadas até 40% de redução em espessura, ou 51% de deformação, em quatro passos (deformações 11%, 23% e 37%). Com a continuidade da laminação o material não conseguiu suportar 50% de redução em espessura, sofrendo fratura durante o processo de laminação.

Para a liga Fe18Mn3Al a laminação a frio foi realizada até 60% de redução de espessura, ou 61% de deformação, passando pelas deformações de 9%, 19%, 31%, 39% e 55%, não apresentando indicativo de fratura. Para as duas ligas foram geradas amostras com intervalos de 10% de redução de espessura e para fins de caracterização da evolução microestrutural durante a deformação.

4.2.2 MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)

Para que pudessem ser manuseadas durante o processo de lixamento e polimento as amostras foram embutidas em baquelite. Com o intuito de realizar a microscopia no microscópio Olympus BX51, as amostras foram lixadas e as lixas utilizadas foram as de grana 320, 600, 800, 1200, 1500, 2000 e 3000. As amostras foram polidas na politriz Buehler AutoMet 250, utilizando pastas diamantadas de 1 e 0,3 μm , com frequência de rotação de 180 RPM para o disco e 30 RPM para a cabeça.

A revelação da microestrutura foi realizada por diferentes ataques químicos e a escolha do reagente para cada material e deformação variou conforme o nível de detalhes apresetado. Foram utilizados os reagentes de Vilella (5 mL de HCL + 2 g de $\text{C}_6\text{H}_3\text{N}_3\text{O}_7$ em 100 mL de álcool etílico) para a liga de Fe18Mn como recebido, metabissulfito de sódio aquoso (10g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ em 100 mL de água destilada) para todos os passos de laminação da liga Fe18MnAl, exceto 60% e nital 3% (3 mL de HNO_3 em 97 mL de álcool etílico) o qual foi utilizado para atacar as amostras laminadas de Fe18Mn e a amostra com 60% de redução da liga Fe18Mn3Al. Além disso, para a amostra como recebida de Fe18Mn3Al foi utilizado o ataque e polimento eletrolítico, foi utilizado o eletrólito ácido perclórico (700 mL de álcool etílico + 120 mL de H_2O destilada + 100 mL butil glicol + 68 mL HClO_4).

Para que fossem retirados quaisquer resíduos ou água da superfície as amostras passaram pelo ultrassom durante 480 segundos em álcool isopropílico, seguido de secagem com ar quente. Para realizar as fotos e edições metalográficas foi utilizado o *software* Image Pro Plus 5.1.

4.2.3 MICRODUREZA VICKERS

O ensaio de dureza foi realizado no microdurômetro Shimadzu HMV-2 e para realização dos testes de microdureza Vickers, as amostras atacadas, foram submetidas a aplicação de uma força local superficial, aplicando uma carga de 19,6 kN, HV2, durante 15 segundos. Para o Fe18Mn, foram realizadas medições nos corpos de prova como recebido, 10%, 20%, 30% e 40% de deformação.

Por outro lado, nas amostras de Fe18Mn3Al, foram realizadas medições nas amostras: como recebida, 10%, 20%, 30%, 40%, 50% e 60% de deformação. Para cada uma das amostras foram realizadas 10 medições em regiões escolhidas

aleatoriamente, com intuito de obter uma perspectiva geral da dureza do material. Os dados foram inseridos no Minitab Statistical *Software* para a análise estatística e o intervalo de confiança usado foi de 95%, com os dados dentro da normalidade a ferramenta ANOVA de um fator pôde ser realizado, com a utilização do método de comparação Tukey.

4.2.4 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X (DRX)

Para que as amostras pudessem ser destinadas ao difratômetro de raios X Rigaku/Ultima IV com radiação Cu-K α , elas tiveram que ser desembutidas e passaram por um processo de lixamento até a lixa de grão 2000 e depois foram polidas com pasta diamantada 1 μm , com o objetivo de minimizar os efeitos da preparação metalográfica, mais especificamente na transformação martensítica. No difratômetro as amostras foram submetidas a uma varredura contínua, partindo de um *theta* de 35 graus e finalizando em 105 graus, com velocidade de 5 graus/min, um passo angular de 0,02 graus e ângulo de abertura da janela do feixe incidente de 0,5°; os dados obtidos foram plotados com a auxílio do *software* Origin Pro 9.0.

Os dados obtidos foram tratados e inseridos no *software* Highscore Puls, tendo como objetivo verificar as mudanças de fases obtidas com a deformação plástica a frio.

4.2.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A preparação para a análise por MEV da amostra inicial da liga Fe18Mn foi através de uma rota tradicional de preparação, lixamento a partir da lixa de grão 320 até a de grão 3000, seguido de um polimento mecânico com sílica coloidal de 0,05 μm , na politriz Buehler AutoMet 250. Foram realizados dois ciclos de 11 minutos, seguidos de um ataque químico utilizando o reagente de Vilella. A mesma preparação não se apresentou eficaz para as demais deformações, portanto, as amostras deformadas referentes a liga Fe18Mn foram atacadas eletroliticamente, que devido ao tempo de imersão associado com a corrente aplicada, retiram os riscos do material.

Para o polimento eletrolítico as amostras passaram pelo processo de lixamento até a lixa de grão 3000. O eletrólito utilizado foi ácido perclórico (700 mL de álcool etílico + 120 mL de H₂O destilada + 100 mL butil glicol + 68 mL HClO₄) e com

o auxílio de uma fonte de alimentação onde a amostra atua como ânodo, mantendo a corrente em 1,5 A durante 30s. O processo foi repetido até que riscos não sejam mais visíveis no microscópio óptico e quando observado no campo escuro a microestrutura estava visível.

Devido as dificuldades encontradas no polimento mecânico das amostras de Fe18Mn3Al, optou-se por utilizar o processo de polimento e ataque eletrolítico. As amostras foram lixadas da mesma maneira que as amostras de Fe18Mn; e seguiu-se para um polimento e ataque eletrolítico utilizando o ácido nítrico 60% como eletrólito, mantendo a corrente em 0,8 A durante 5s. O processo foi repetido até que a microestrutura estivesse visível.

As análises foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo (FEG), da marca Tescan, modelo Mira 3, com sistema de EDS e EBSD integrados, da marca Oxford. Foram obtidas imagens nos modos de elétrons secundários e retroespalhados.

4.2.6 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)

Para a análise técnica de EBSD apenas algumas amostras foram utilizadas. Para a liga Fe18Mn apenas a inicial e com 10% de deformação foram analisadas, enquanto para a liga de Fe18Mn3Al as amostras analisadas foram: inicial, 10%, 20% e 30% de deformação. A preparação para a análise foi realizada por lixamento até a lixa de grão 3000, seguida de um polimento eletrolítico, a fim de não obter nenhum defeito superficial que pudesse atrapalhar a caracterização. Para tal, o eletrólito utilizado foi o ácido perclórico, vide receita apresentada no item 4.2.6, durante 30s em uma corrente de 0,8 A e a amostra atuando como ânodo. Esse processo foi repetido ao menos duas vezes. Para as amostras com maior deformação os tempos de polimento eletrolítico foram reduzidos.

As amostras preparadas foram analisadas em um FEG Tescan, modelo Mira 3, tendo o sistema acoplado AZTEC da Oxford *Instruments*. Além das imagens geradas pelo *software*, foram obtidos dados dos tamanhos de grãos, os quais foram inseridos no *Minitab Statistical Software*, para geração do gráfico e análise dos dados.

Os dados de EBSD foram utilizados para a realização das análises de microtextura. Os dados foram analisados com o auxílio do *software Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction (ATEX), academic edition*, no qual foram geradas

Figuras de Distribuição de Orientação (FDO) para análise dos componentes de textura.

4.2.7 FERRITOSCOPIA

Com a mesma preparação da utilizada para o MEV as amostras foram analisadas pela técnica de ferritoscopia utilizando o ferritoscópio Fisher DMP30. Apenas as amostras da liga Fe18Mn3Al foram destinadas a este ensaio. Segundo Talonen *et al.* (2004), para amostras estreitas uma calibração do teor real de martensita α' deve ser aplicado, e com isso um o fator de correção igual a 1,7 foi necessário, pela quantidade de martensita α' na superfície ser superior a encontrada no interior da amostra. Os dados obtidos foram inseridos no *Minitab Statistical Software*, onde o gráfico foi plotado e os dados foram analisados.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS NA CONDIÇÃO INICIAL

5.1.1 Liga Fe18Mn resultados de MO, MEV e EBSD

A microestrutura da liga Fe18Mn está apresentada na Figura 5.1, onde foi possível verificar uma estrutura refinada, sendo difícil a determinação dos grãos e essa dificuldade está associada com a presença da martensita ε , que é encontrada em forma de pequenas placas duras e frágeis dentro de uma matriz austenítica (de Dafé *et al.*, 2013; Lee *et al.*, 2014).

Figura 5.1 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn inicial atacada com o reagente de Vilella.



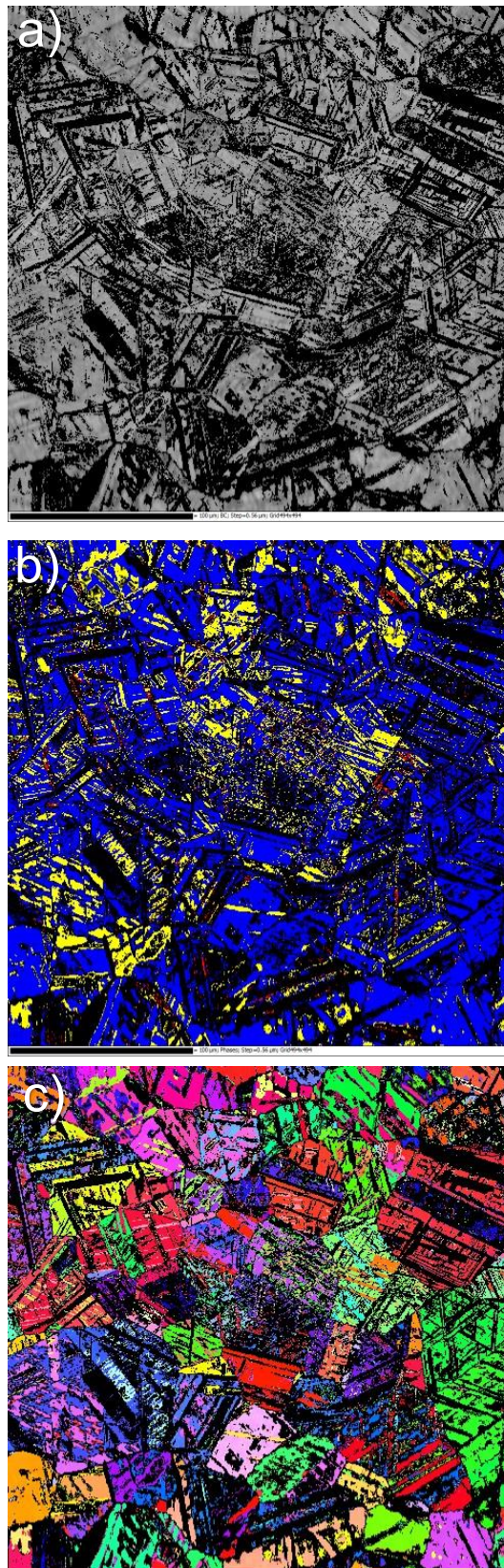
Fonte: O autor

Segundo Eskandari *et al* (2016), a presença da martensita ε na liga Fe18Mn, pode ajudar a explicar o motivo pelo qual o material apresenta uma estrutura refinada. Cujas presença, reduz significativamente o comprimento das plaquetas de martensita α' e assim refina a estrutura do material.

A partir dos resultados de EBSD apresentados na Figura 5.2, foi observada a micrografia eletrônica com contraste de banda, figura de polo invertido e os mapas de fases em que foi possível observar em azul a fase austenítica, amarelo a martensita ε e em vermelho a martensita α' . Além dessas fases, ainda foi possível verificar várias regiões de coloração preta, indicando regiões que não foram indexadas pelo *software*, pois suas configurações não se enquadraram em nenhuma fase específica. Efeito decorrente da região estar muito deformada, fora dos limites dos padrões analisados pelo programa ou pela falta de adição de um padrão relacionado com a fases específica, ou ainda, por se tratar de uma região em uma transição de fases, na qual não possui um padrão definido.

Como encontrado por He *et al.*, (2024), He *et al.*, (2024)^b e de Dafé *et al.*, (2013), a martensita CCC foi encontrada sem um direcionamento específico pois é formada no resfriamento e durante a deformação a sua nucleação ocorre nas interfaces entre ε/γ , ε/ε e ε/α' . A nucleação preferencial da martensita CCC nas interfaces foi devido a flutuação dos teores de manganês nessas regiões, no qual um dos requisitos é a região que apresentar um teor de manganês inferior a 16% em peso, acaba sofrendo a transformação em martensita α' (Chen *et al.*, 2017).

Figura 5.2 – Resultados de EBSD obtidos para a liga Fe18Mn como recebida em (a) contraste de banda (b) mapa de fases (em azul a fase austenítica, amarelo martensita ϵ e vermelho martensita α') e (c) IPF-Z.

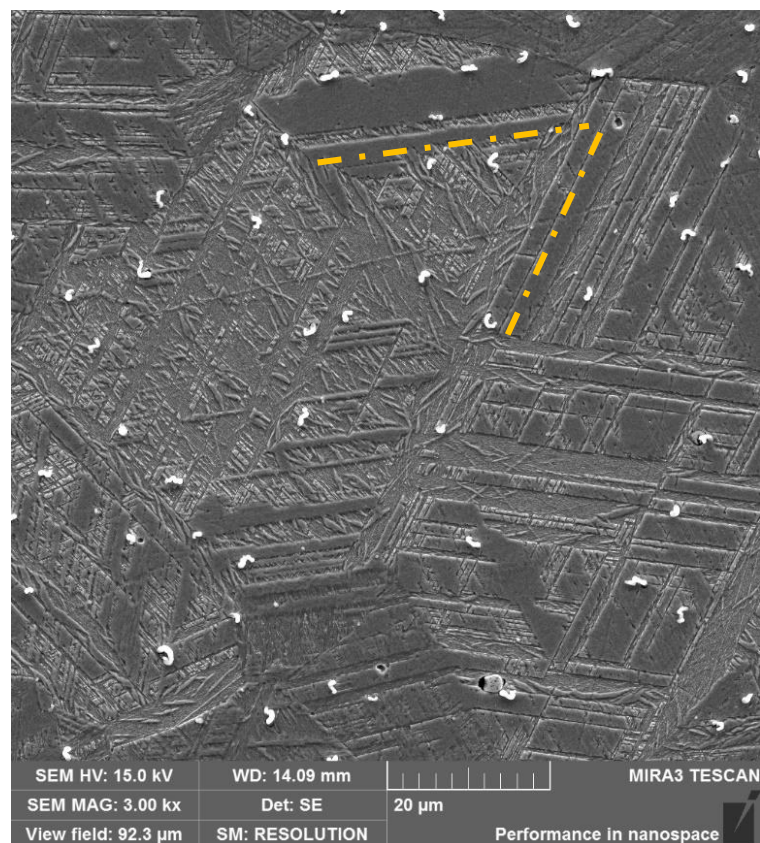


Fonte: O autor

A presença da fase α' é encontrada em menores quantidades do que as demais fases presentes. Concluindo a nucleação da martensita hexagonal ocorre de maneira facilitada, pois diferentemente da martensita CCC ela necessita de um maior teor de manganês para ser transformada.

Uma característica da martensita ϵ é com relação a sua formação, na qual são formadas por placas com baixo ângulo e quando são formados dentro de um mesmo grão são geradas formando um ângulo de 60° . Assim, a estrutura martensítica HC tem uma microestrutura característica e de fácil interpretação onde muitas vezes são formadas figuras geométricas, que lembram principalmente triângulos que são gerados devido a diferentes placas martensíticas que se encontram, como pode ser visto na Figura 5.3. É possível verificar a presença da fase martensítica hexagonal nos traços em amarelo, devido a angulação entre as retas ser aproximadamente 60° . Além disso, a austenita é apresentada em um tom mais escuro e a martensita em tons mais claros (de Dafé *et al.*, 2013; Lee *et al.*, 2014).

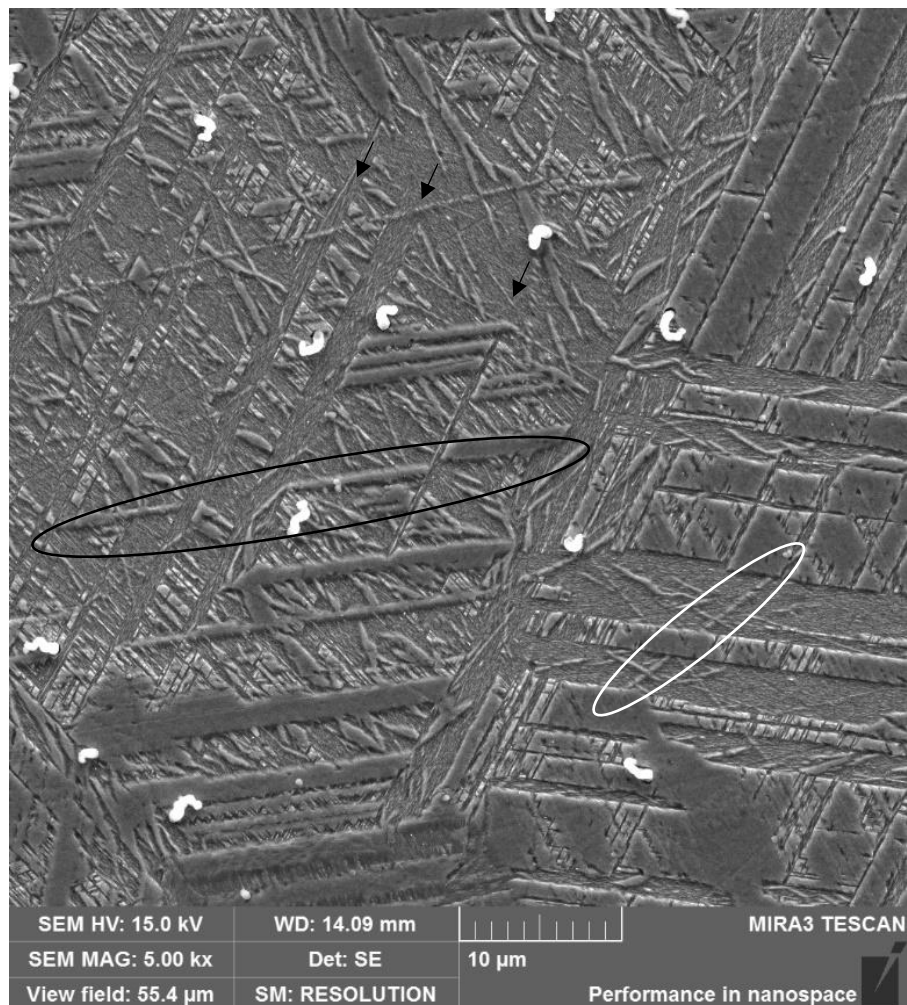
Figura 5.3 – Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn como recebido apresentando as estruturas características da fase martensítica ϵ , representada pelos traços em amarelo.



Fonte: O autor

A Figura 5.4 representou a mesma área da Figura 5.3, porém com maior aproximação, sendo possível verificar uma placa de martensita ε que continua mesmo depois de ser interrompida por uma região austenítica e representado por uma elipse branca, esse fenômeno está associado com transformação martensítica favorável em algumas orientações específicas. Ainda foi possível verificar uma situação similar na qual a fase martensítica é partida, mas como consequência da maclação mecânica como representado pelas setas e elipse preta, nesta região o grão muda sua orientação cristalográfica e retorna para a orientação inicial após a deformação colaborativa dos átomos. As regiões indicadas pelas flechas pretas, são regiões macladas.

Figura 5.4 – Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn como recebido apresentando regiões macladas são indicadas por setas pretas, elipse preta placa de martensita que sofreu maclação e elipse branca interrompida pela fase austenítica.

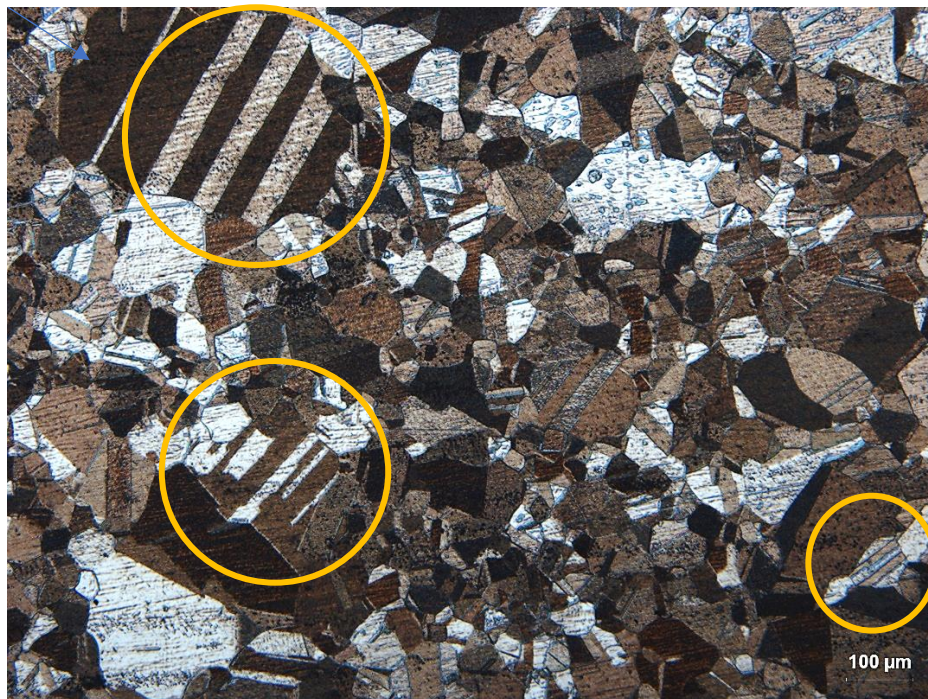


Fonte: O autor

5.1.2 Liga Fe18Mn3Al resultados de MO, MEV e EBSD

Com a introdução do alumínio, como elemento de liga, a microestrutura não foi tão refinada como encontrada para o Fe18Mn, e foi possível visualizar uma grande quantidade de maclas de recozimento, que são estruturas de simétricas dentro de um grão como demonstrado na Figura 5.5 e indicados por aros amarelos. Cujas micrografia é referente a uma amostra inicial de Fe18Mn3Al, e utilizando o ataque eletrolítico.

Figura 5.5 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al inicial com ataque eletrolítico. As regiões indicadas por aros amarelos são referentes às maclas.



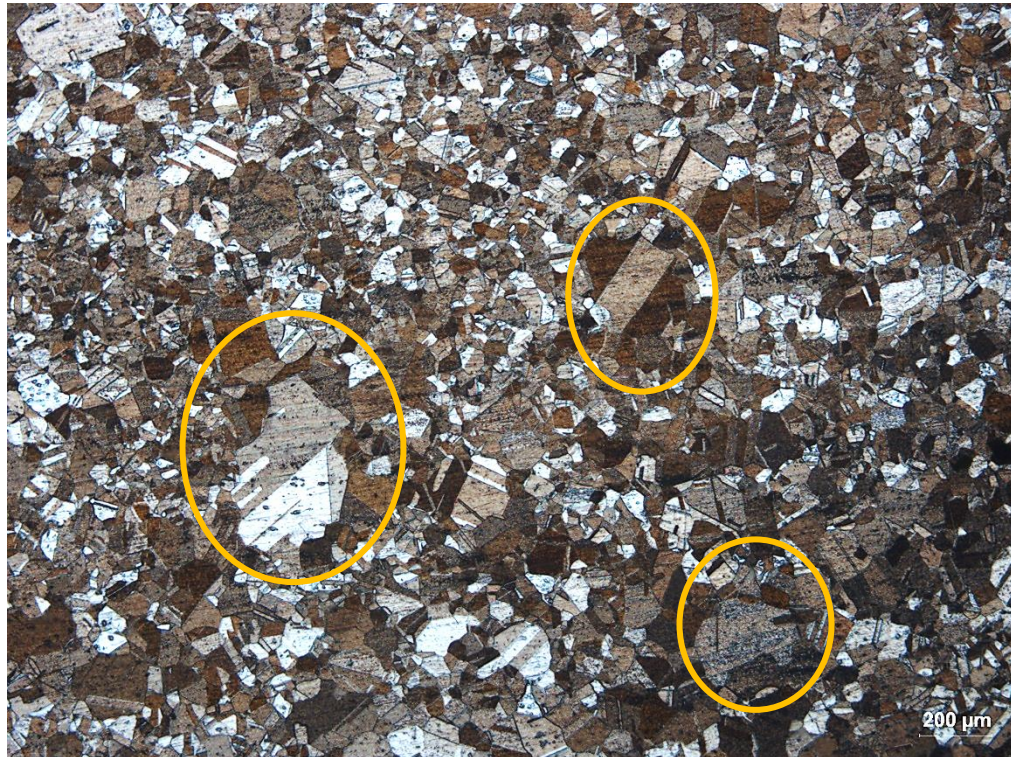
Fonte: O autor

A grande quantidade de maclas de recozimento e a sua formação em materiais CFC foi devido às falhas de empilhamento nos planos (111) e são regiões em que existe uma simetria, bandas geralmente paralelas, dentro de um mesmo grão, e como dito por Padilha e Siciliano Jr (2005) esses defeitos podem ser gerados em qualquer uma das etapas: solidificação; deformação; recristalização e crescimento de grão.

Foi possível verificar uma diversificação no tamanho dos grãos, que pode ser mais bem observado na Figura 5.6 quando é aumentada a área de análise e utilizando

o mesmo ataque eletrolítico, representado por elipses amarelas. A divergência no tamanho dos grãos pode estar associada com a recristalização dinâmica que foi apresentada por essas ligas, ou ainda um crescimento anômalo oriundo da maior energia presente nesses grãos, o qual se consomem os grãos menores adjacentes.

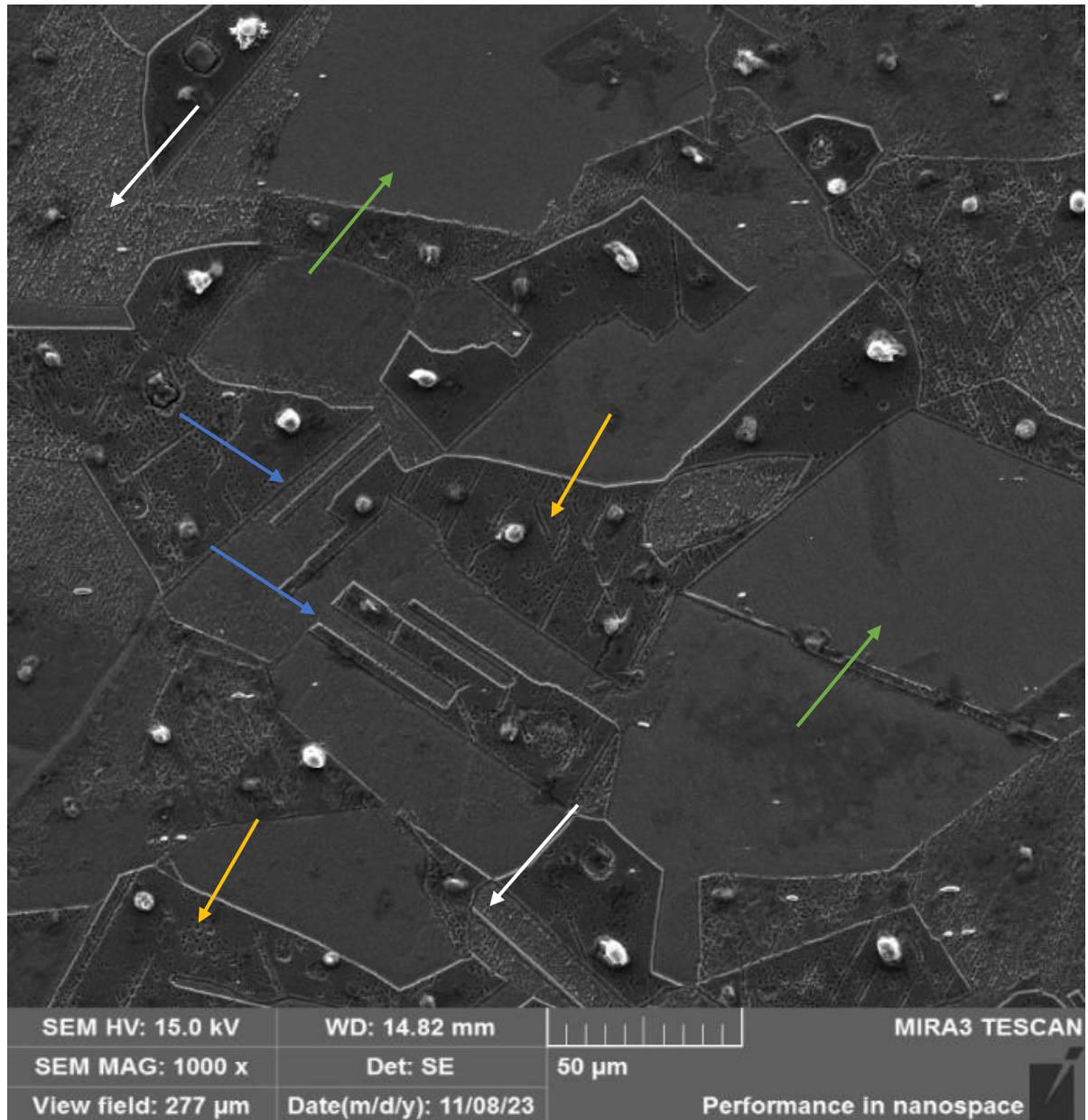
Figura 5.6 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al inicial com ataque eletrolítico. As elipses amarelas indicam os grãos que sofreram um crescimento anômalo.



Fonte: O autor

Na Figura 5.7 foi apresentada uma micrografia eletrônica de varredura referente ao material inicial. Sendo possível a visualização das maclas de recozimento com sua simetria característica, indicada por setas azuis, além da resistência de cada grão ao ataque realizado com base nas orientações, onde alguns não apresentam sinal de ataque (setas verdes), enquanto outros com ranhuras (setas amarelas) e ainda foi possível verificar outros bem-marcados pelo ataque (setas brancas).

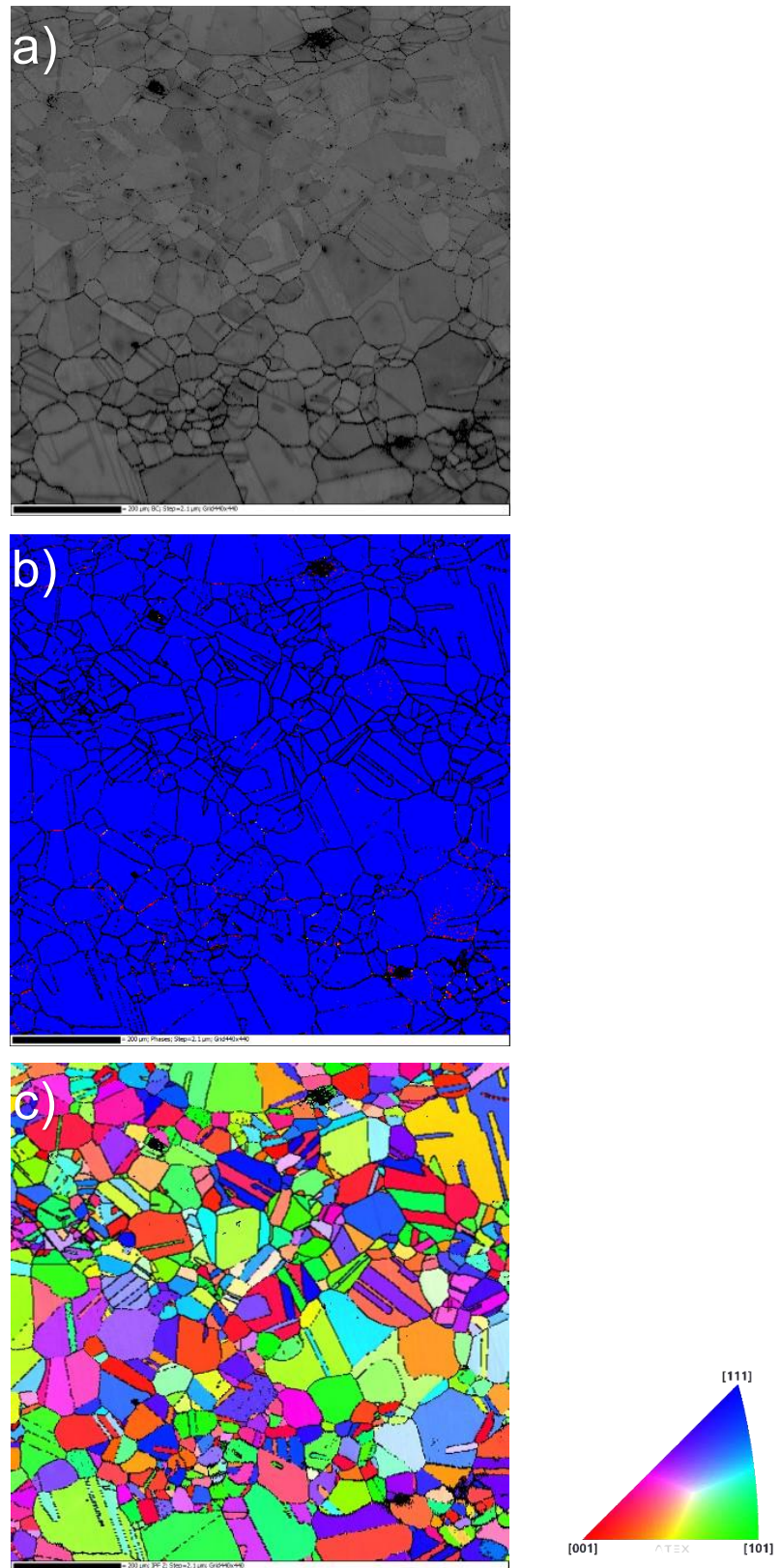
Figura 5.7 – Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al como recebido | setas azuis representam as maclas de recozimento, setas verdes regiões sem ataque, setas amarelas regiões com algumas ranhuras do ataque e setas brancas regiões bem atacadas.



Fonte: O autor

Na Figura 5.8 foram apresentados os resultados de EBSD para a liga como recebida e foi visualizado a micrografia com banda de contraste, o mapa de fases em que as cores azul, amarelo e vermelho, representam as fases CFC (austenita), HC (martensita ϵ) e CCC (martensita α'), respectivamente e o a figura de polo invertido.

Figura 5.8 – Resultados de EBSD obtidos para a liga Fe18Mn3Al como recebida em (a) contraste de banda (b) mapa de fases (em azul a fase austenítica, amarelo martensita ϵ e vermelho martensita α') e (c) IPF-Z.



Fonte: O autor

A transformação martensítica, devido a inserção do alumínio, foi encontrada nesse material em menores quantidades do que comparadas com a Fe18Mn como mostrado na Figura 5.2 e em quantidades significativamente menores do que encontrada por Walchaki, 2024. Na liga de Fe18Mn3Ti. Sendo possível a visualização de uma pequena quantidade de martensita α' . Com a figura de polo invertido é ainda de mais fácil a visualização das maclas presentes nessa liga como recebida e a variação nos tamanhos dos grãos.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS NA CONDIÇÃO LAMINADA

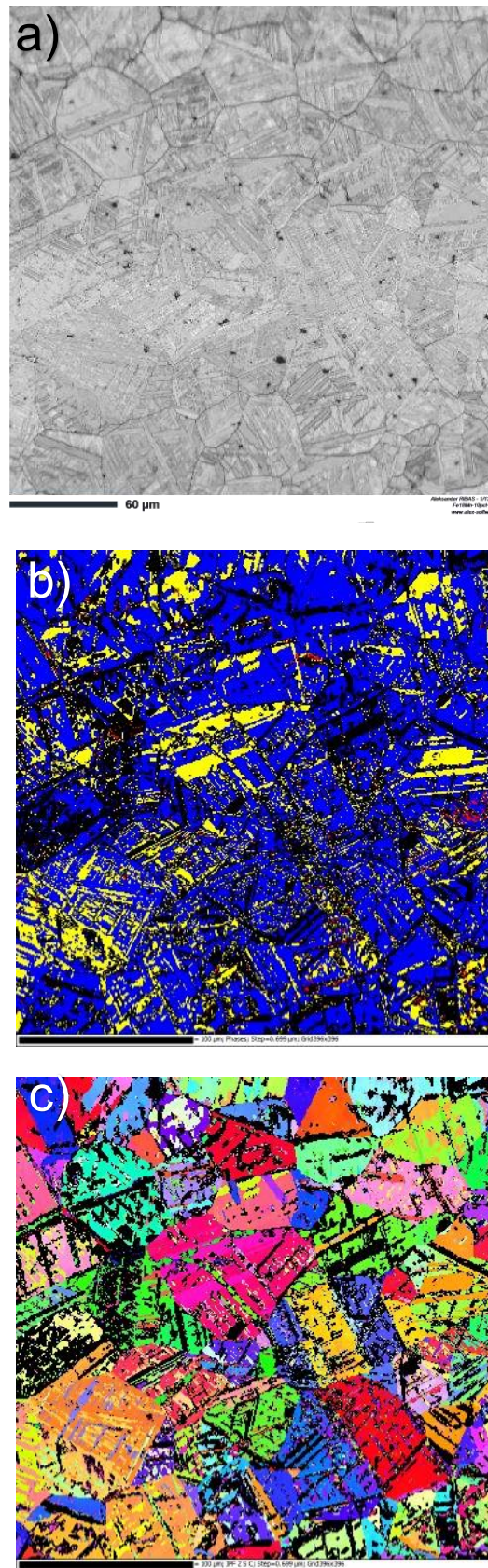
5.2.1 10% de Redução de Espessura

5.2.1.1 Liga Fe18Mn

Com a deformação plástica a frio foi esperado o aumento e a continuidade das transformações martensíticas, tanto entre as fases $\gamma \rightarrow \varepsilon$ quanto para $\varepsilon \rightarrow \alpha'$. As forças externas causam movimentação da estrutura cristalina do material e a transformação martensítica $\gamma \rightarrow \varepsilon$, também pode ser obtida como consequência do alongamento das discordâncias. Young-Lee e Hwang (2019), relacionaram a taxa de deformação com a transformação martensítica e, ainda afirmam que são inversamente proporcionais.

A partir dos resultados do EBSD apresentados na Figura 5.9, foi possível verificar um aumento na fração das fases martensíticas, apresentado nos mapas de fases em que em azul está representado como fase austenítica, vermelho martensita α' e em amarelo martensita ε . Pois, em 10% de deformação já foram visualizadas algumas áreas predominantemente martensíticas, além disso, tem-se uma maior fração de regiões não indexadas quando comparadas com o mapa da Figura 5.2.

Figura 5.9 – Resultados do EBSD da liga Fe18Mn com 10% de redução de espessura em (a) contraste de bandas, (b) mapa de fases (azul fase austenítica, vermelho martensita CCC e amarelo martensita HC) e (c) IPF-Z.



Fonte: O autor

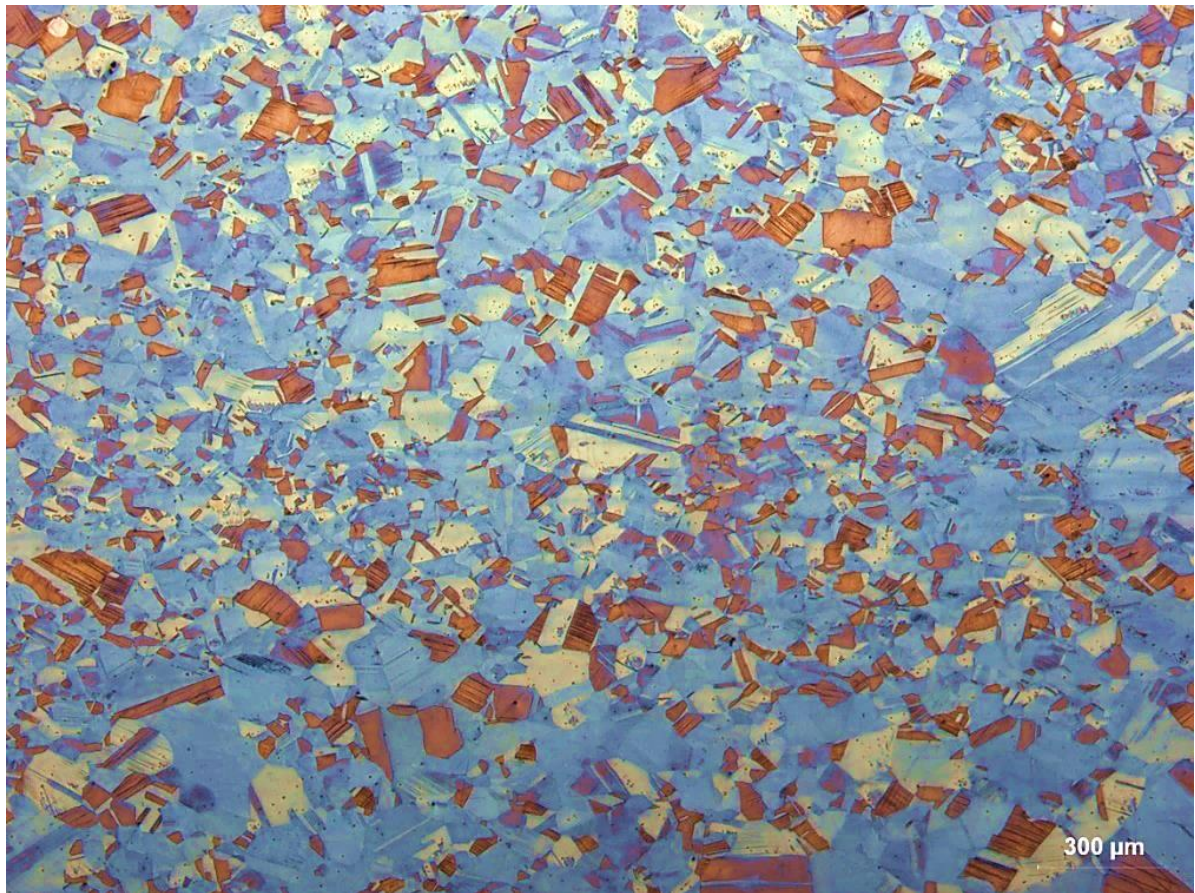
Ao analisar a figura de polo inverso (IPF) apresentada na Figura 5.9, foi possível verificar a orientação de uma área em específico e comparando com o IPF da amostra como recebida presente na Figura 5.2. Foi possível observar que para a amostra com redução de 10% de espessura, evidenciou uma maior definição dos grãos quando comparada com a amostra como recebida e esse efeito provavelmente está associado com o início do direcionamento dos grãos na direção da laminação enquanto na amostra inicial a ausência dessa solicitação tornou a orientação difusa, dificultando a orientação dos grãos.

Em contrapartida, a maior parte das fases não indexadas, se encontraram na região dos contornos na amostra inicial e na liga com deformação a maior parte se encontra no interior dos grãos. Além disso, foi possível verificar uma maior mistura de cores dentro de um mesmo grão, estabelecendo relação entre a nucleação martensítica CCC nas interfaces (He *et al.*, 2024).

5.2.1.2 Liga Fe18Mn3Al

Após o primeiro passo da laminação a frio e com as micrografias analisadas referentes à liga Fe18Mn3Al, foi possível observar que as micrografias apresentaram algumas diferenças quando comparadas com a amostra inicial a Figura 5.5, referente a 10% de deformação que foi atacada utilizando uma solução aquosa de metabissulfito de sódio 4%, o qual coloriu a microestrutura em regiões azuis e marrons. As regiões mais escuras ou marrons apresentaram a coloração devido a maior energia daquela região em específica, o que muitas vezes são relacionadas com a fase martensítica e de maneira contrária ocorre com a cor mais clara de cor azulada sendo relacionada com a fase austenítica, conforme pode ser visto na Figura 5.10.

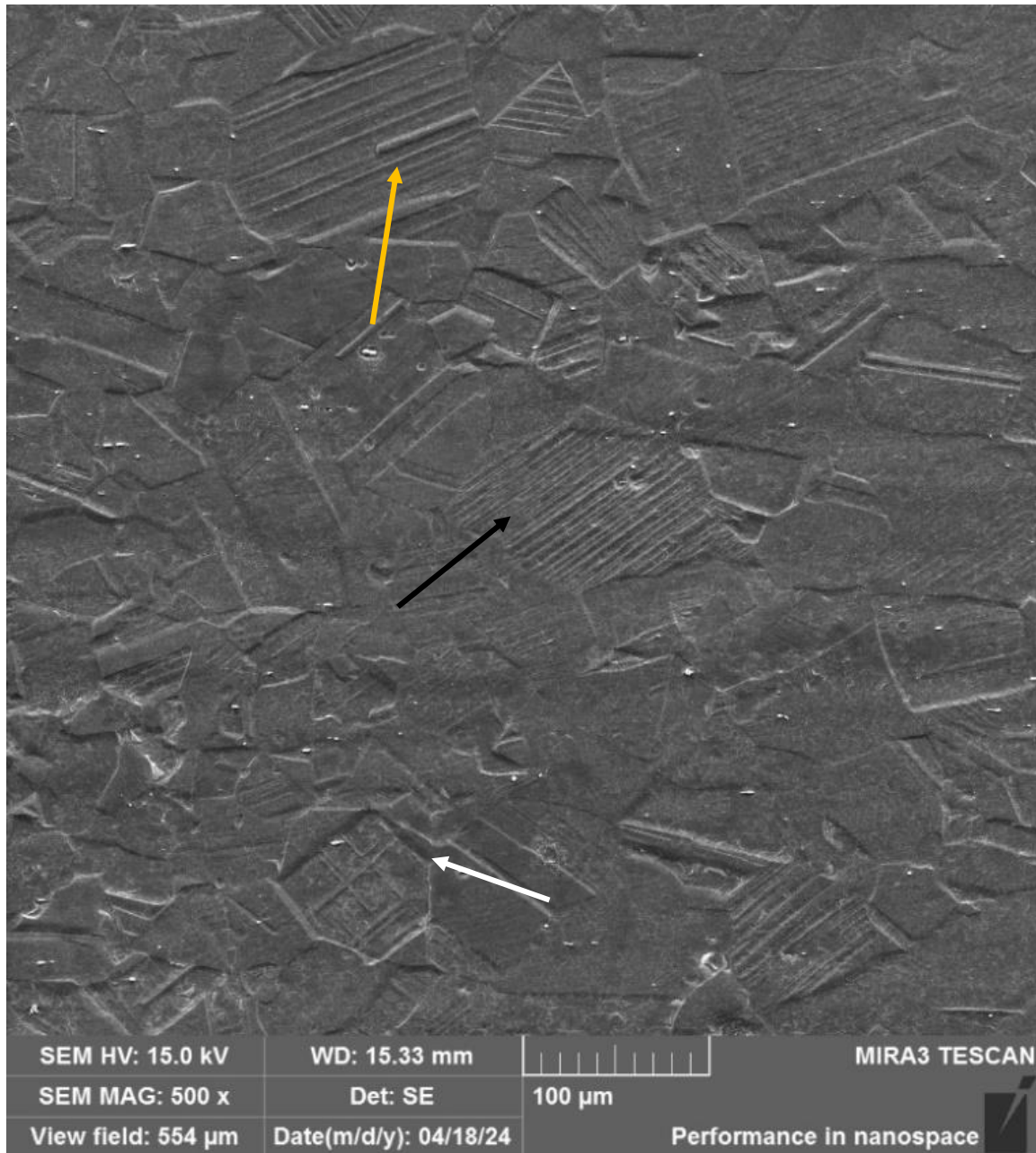
Figura 5.10 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 10% de redução de espessura e atacada com metabissulfito de sódio. Regiões escuras são mais energéticas.



Fonte: O autor

Analisando a microestrutura do material deformado, ainda foram encontradas muitas maclas de recozimento, entretanto as maclas de deformação já estão presentes, principalmente dentro das regiões escuras, como linhas pretas, esse efeito pode ser comprovado ao observarmos a Figura 5.10.

Figura 5.11 – Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al com 10% de redução de espessura. Indicado pela seta amarela maclas de recozimento e deformação compartilhando o mesmo grão, seta preta indica um grão com grande energia e a seta branca indica maclas secundárias.



Fonte: O autor

A partir da micrografia eletrônica de varredura, mostrada na Figura 5.11, foi verificado que dentro de um mesmo grão maclas de deformação e de recozimento, indicadas por uma seta amarela e por uma seta branca a presença de maclas secundárias, cuja característica é possuir direção perpendicular as maclas primárias.

Além disso, foi encontrado um grão com grande quantidade de maclas de deformação, o que foi concluído que possuía alta energia e está indicado como uma seta preta.

5.2.2 20% de Redução de Espessura

5.2.2.1 Liga Fe18Mn

No segundo passo da laminação a frio, em 20% de redução de espessura, a partir da Figura 5.12, foi possível observar a estrutura característica da martensita ϵ , conforme apresentado dentro da elipse amarela, na qual duas placas se encontram formando um ângulo de 60° .

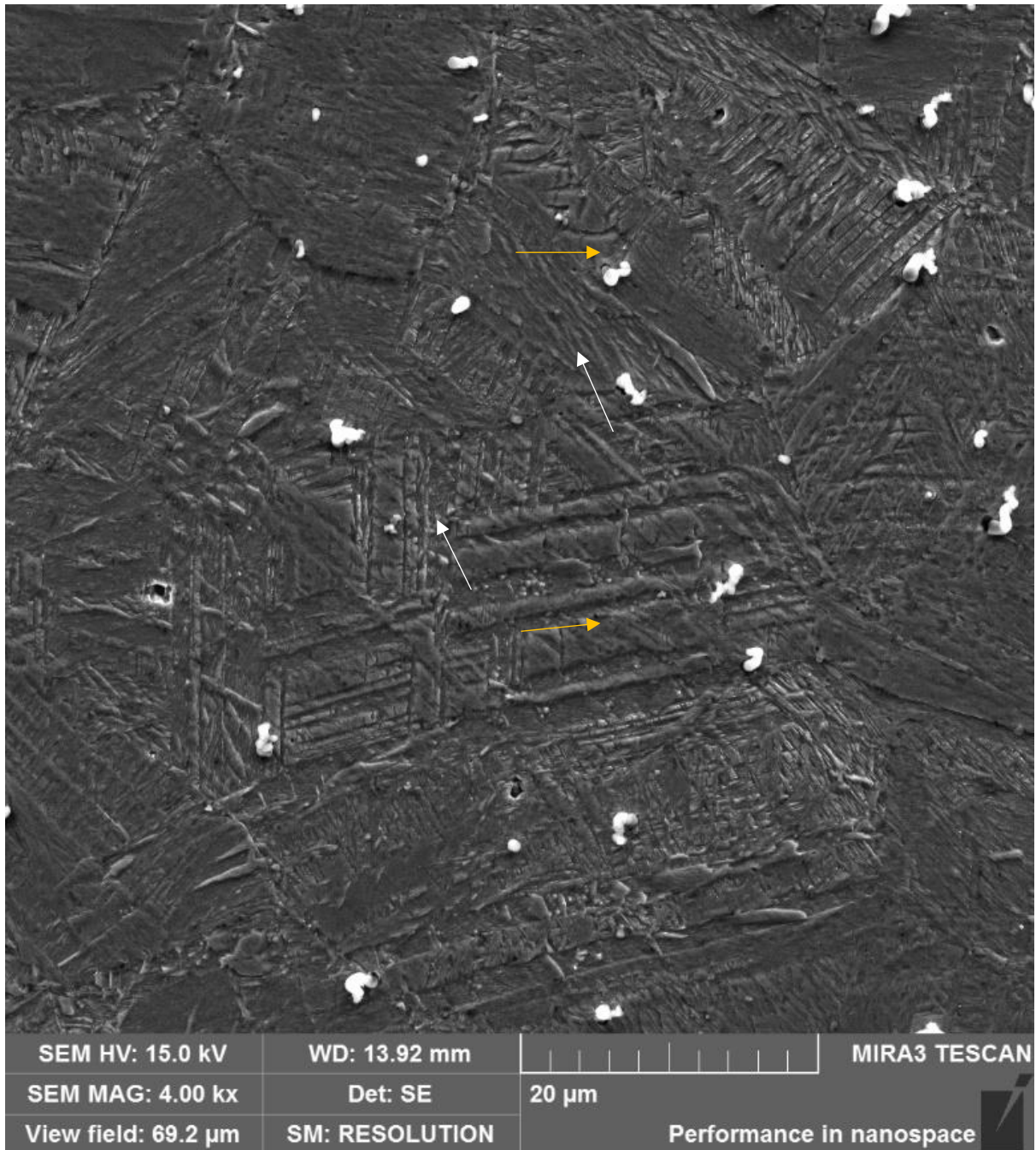
Figura 5.12 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn laminada a frio com 20% de redução de espessura, atacada com nital 3% e dentro da elipse amarela pode ser visto uma estrutura característica da martensita ϵ .



Fonte: O autor

Com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura, conforme apresentado pela Figura 5.13, ao analisar a amostra foi possível identificar a presença das duas fases martensíticas; ϵ , indicada por setas brancas e α' , indicada por setas amarelas.

Figura 5.13 – Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn laminada a frio com 20% de redução de espessura. A fase martensítica ϵ indicada por setas brancas e a fase martensítica α' indicadas por setas amarelas.



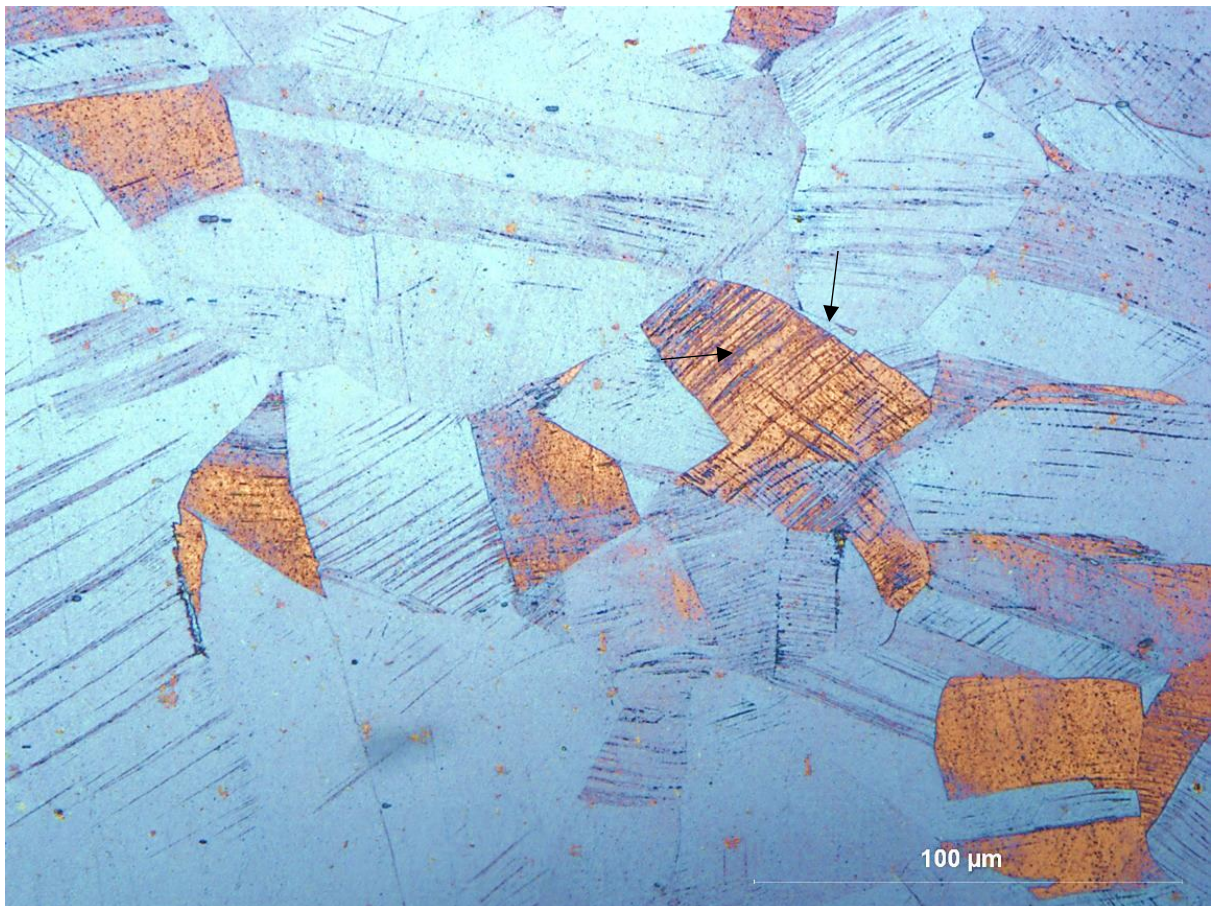
Fonte: O autor

A partir dos resultados apresentados pela Figura 5.13 através de comparação determinou-se as fases martensíticas. A base para comparação foram os resultados obtidos por Silva *et al.* (2013) apresentados Figura 3.5.

5.2.2.2 Liga Fe18Mn3Al

Contudo, na amostra com 20% de deformação foi apresentada a dominação do mecanismo de deformação por maclas, podendo ser justificado pela presença das micromaclas que além do que já foi visto na Figura 5.11 e como pode ser visto na Figura 5.14, indicado por setas pretas; a presença de novos sistemas de maclagem foram ativados.

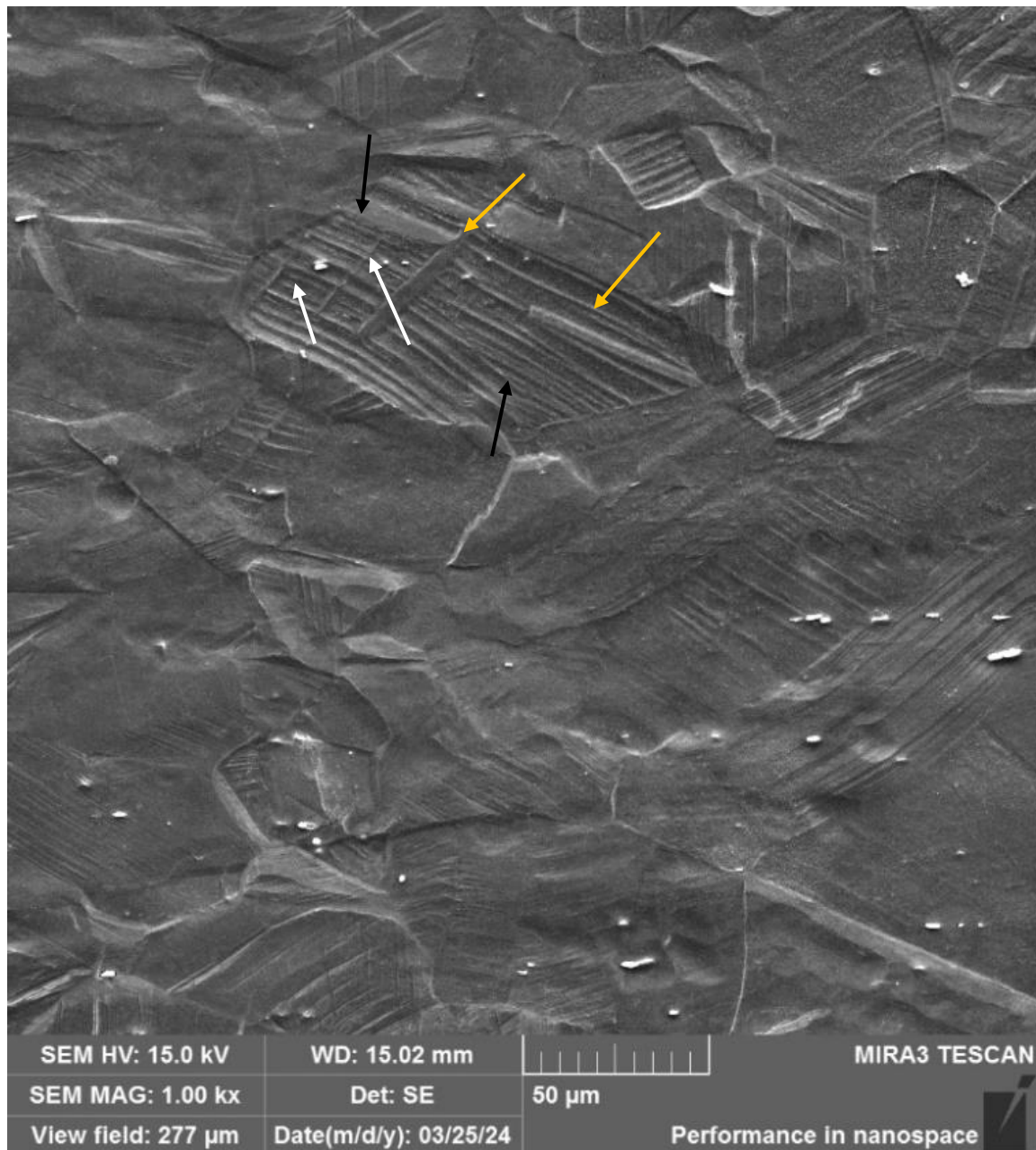
Figura 5.14 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 20% de redução de espessura, atacada com metabissulfito de sódio. Micromaclas sendo indicadas por setas pretas dentro de um grão mais escuro.



Fonte: O autor

A combinação entre aumento e resolução que é fornecido pela microscopia eletrônica de varredura permitiu verificar um grão específico da amostra, como apresentado na Figura 5.15.

Figura 5.15 – Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al da amostra com 20% de redução de espessura. As setas brancas, pretas e amarelas indicam maclas secundárias, primárias e de recozimento, respectivamente.



Fonte: O autor

Duas maclas de recozimento indicadas por setas amarelas, maclas primárias indicadas pela seta preta e indicada pela seta branca estão as maclas secundárias, além disso, nesta imagem foi verificado que a maclação mecânica não possuiu efeito sobre as maclas de recozimento, no sentido de continuidade, onde simplesmente a macla mecânica continuou normalmente após o aparecimento da macla de recozimento.

5.2.3 30% de Redução de Espessura

5.2.3.1 Liga Fe18Mn

Quando a laminação a frio alcançou 30% nenhuma condição exclusiva aconteceu na transformação de fase e as mudanças para a fase CCC ocorreram de forma dominante tanto partindo da austenita como da martensita hexagonal.

Figura 5.16 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn laminada a frio com 30% de redução de espessura e atacada com nital 3%.



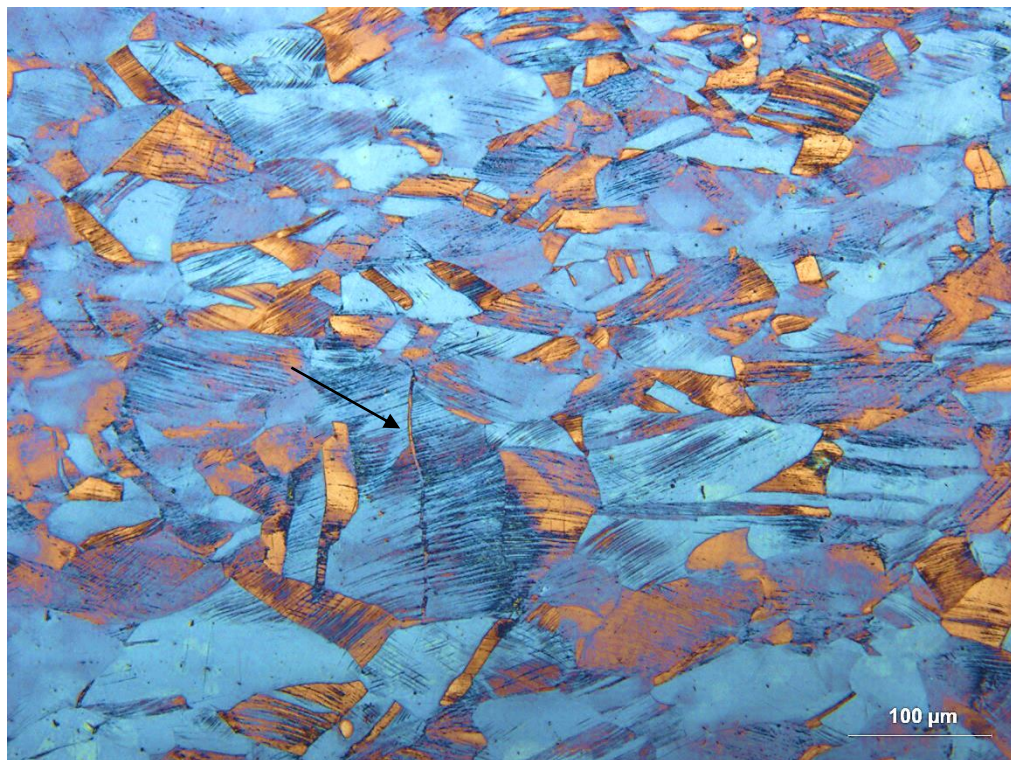
O autor

Com base na Figura 5.16, o que ocorreu segundo a microscopia óptica foi a diminuição da microestrutura geométrica, muitas vezes associadas com a fase ϵ . Entretanto, mesmo nas regiões com essas estruturas características, da fase hexagonal, foi possível visualizar as placas sendo partidas e descontinuadas em vários pontos, conforme apresentado dentro das circunferências azuis, mecanismo deve estar associado com a transformação martensítica $\alpha' \rightarrow \epsilon$.

5.2.3.2 Liga Fe18Mn3Al

Na Figura 5.17 foi verificado que com a continuidade da deformação para valores próximos a 30%, ocorreu um aumento significativo na interação das maclas ou na formação das maclas secundárias.

Figura 5.17 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 30% de redução de espessura, atacada com metabissulfito de sódio e indicado pela seta preta está uma macla de recozimento que atua como contorno de grão, espelhando duas regiões com mesma orientação cristalográfica.



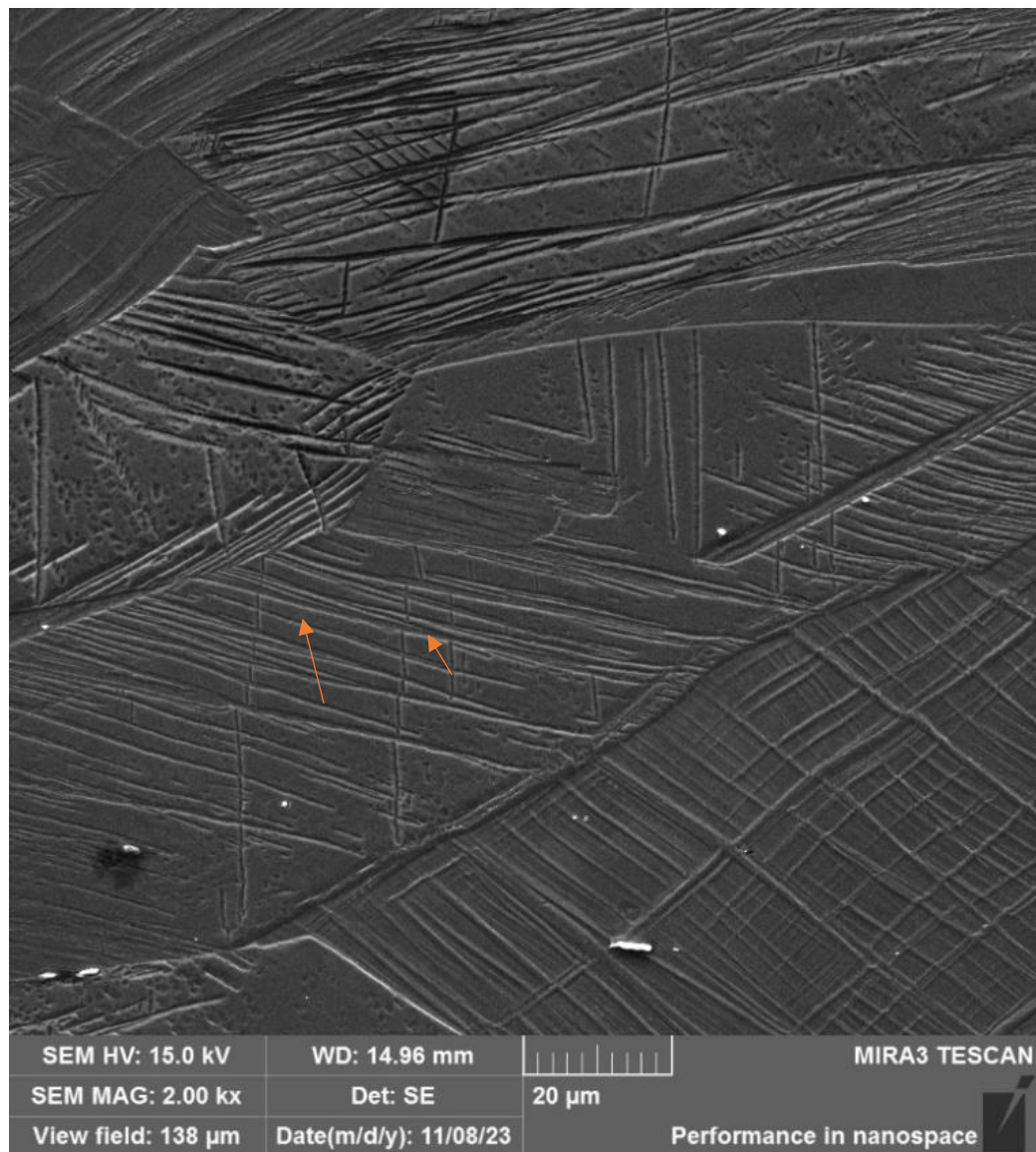
Fonte: O autor

Além disso, foi encontrada uma região onde ocorre a maclação mecânica perpendicular a uma macla de recozimento que atua como contorno de grão e está indicada por uma seta preta na Figura 5.17, onde todo o grão adjacente a macla de recozimento deformou no mesmo sistema de deslizamento nos dois lados mantendo apenas a macla de recozimento inalterada.

Com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura foi possível a confirmação da atuação das maclas como mecanismo de deformação principal, neste ponto. Além do já apresentado nas regiões escuras, de maior energia, as maclas estavam bem

presentes nas regiões menos energéticas como indicas pelas setas na Figura 5.18 (Pierce *et al.*, 2015).

Figura 5.18 – Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al com 30% de redução de espessura, apresentando maclas em toda a amostra e indicada pelas setas estão as maclas secundárias.

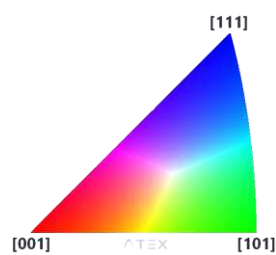
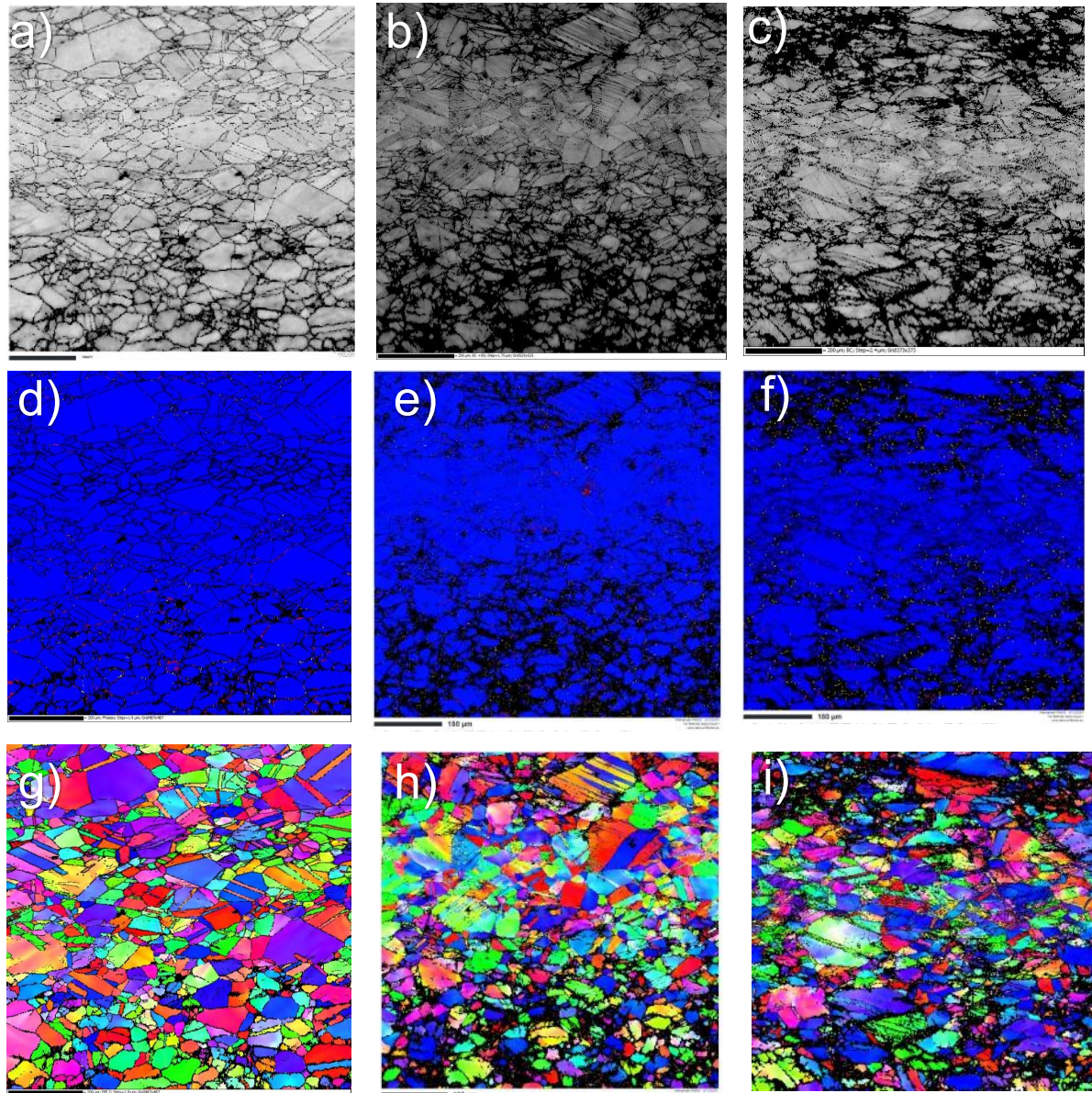


Fonte: O autor

A partir do EBSD apresentado na Figura 5.19 foi notável um relativo aumento nos pontos martensíticos (amarelos para HC e vermelhos CCC), quando comparado com as amostras como recebidas. Entretanto, ainda não foi possível verificar regiões específicas de fases martensíticas, apenas pontos principalmente nos contornos dos

grãos que representam essa transformação. Além disso, foi visível um aumento considerável na quantidade de fases não indexadas pelo *software* de EBSD.

Figura 5.19 – EBSD da liga Fe18Mn3Al com diferentes reduções de espessura, banda de contraste em (a) 10%, (b) 20% e (c) 30%; mapa de fases, em azul fase austenítica, amarelo martensita hexagonal e em vermelho martensita cúbica (d) 10%, (e) 20% e (f) 30%; IPF-Z em (g) 10%, (h) 20% e (i) 30%.



Fonte: O autor

A partir das figuras de polo invertido, da Figura 5.19 g-i, demonstraram a evolução microestrutural da liga, uma vez que inicialmente em 10% de redução de espessura foi possível verificar novamente, grande número de maclas no material, principalmente de recozimento. Conforme a deformação decorre, o material acaba sofrendo mudanças microestruturais e como consequência mais regiões não são indexadas, as maclas de deformação dominam o material e dentro de um mesmo grão tem-se diferentes gradientes de cores, representando uma textura de deformação, além disso, foi possível reparar que os grãos estão se direcionando no sentido da laminação que pode ser visto como um aumento na fração de regiões de coloração mais próximas, assim como um refino no tamanho dos grãos principalmente dos grãos maiores.

É importante ressaltar que as fases não indexadas da amostra são encontradas principalmente nas regiões dos contornos de grão e não dentro dos grãos, isso devido a maior instabilidade dos contornos de grão, que sofreram muito com a deformação, efeito provavelmente associado com a estabilização da fase austenítica causada pela presença do alumínio.

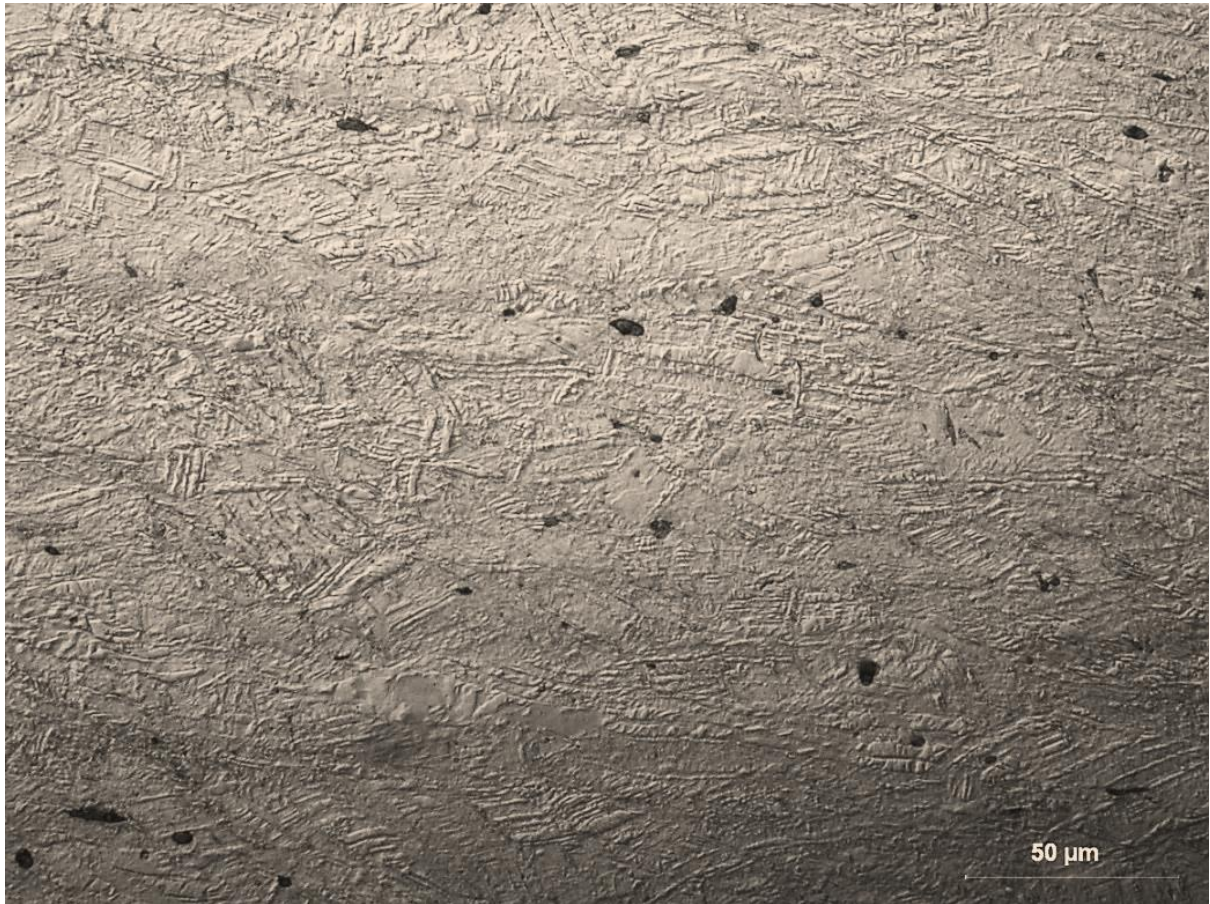
Com a análise das figuras d-f, da Figura 5.19. Foi possível ser visto aumento nos pontos referentes a martensita ϵ , na grande maioria em regiões de fases não indexadas. Da mesma forma, a austenita teve sua fração diminuída, principalmente pelo aumento dessas regiões não indexadas.

5.2.4 Acima de 40% de Redução de Espessura

5.2.4.1 Liga Fe18Mn

A Figura 5.20 foi referente a liga em 40% de deformação e a microestrutura presente está completamente deformada, sendo bem complexo o processo de determinação das fases, para isso no microscópio óptico utilizou-se a lente para visualização e amplificação das características de superficiais, sendo possível a verificação da orientação preferencial na direção da laminação.

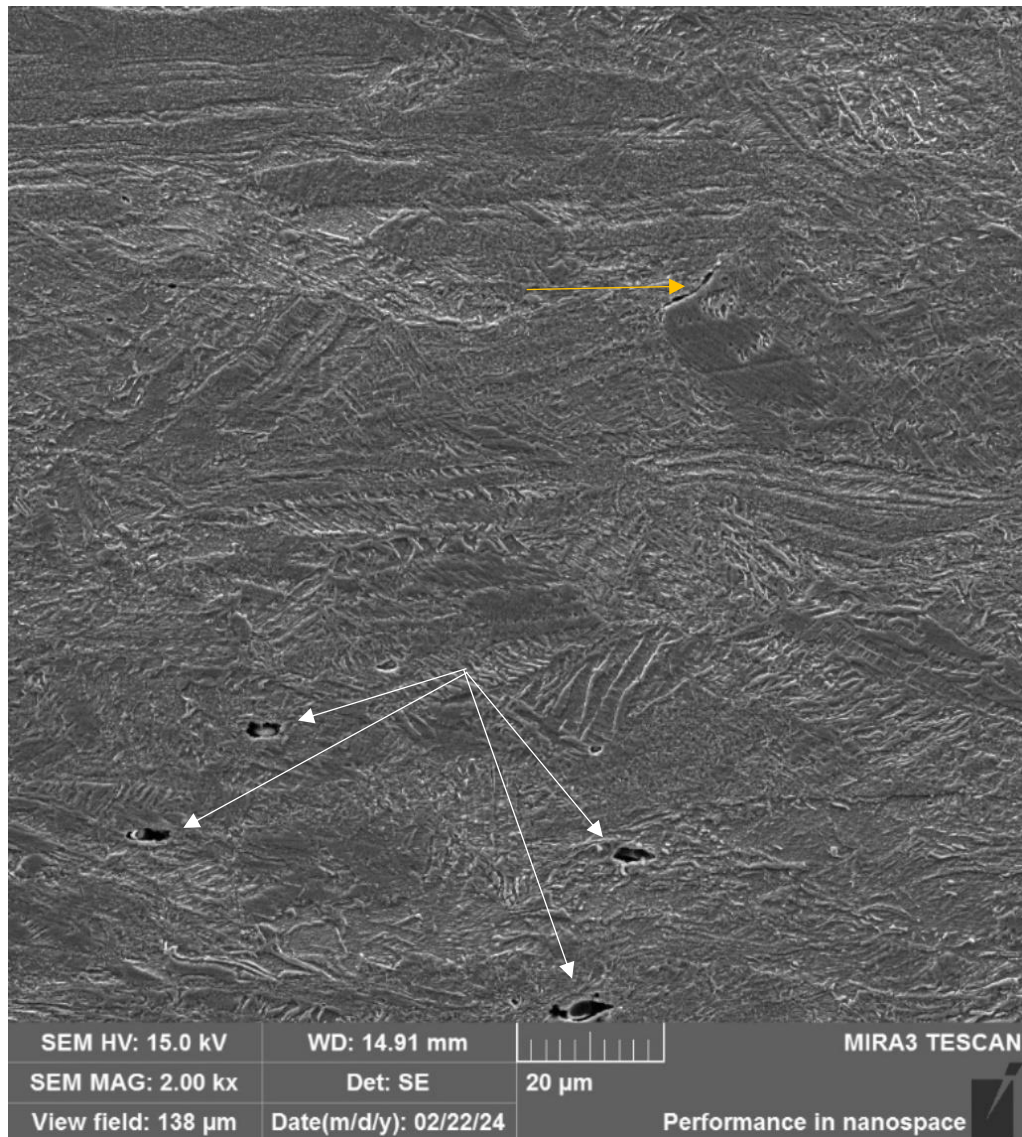
Figura 5.20 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn laminada a frio com 40% de redução de espessura e atacada com nital. Microestrutura completamente deformada, não sendo possível definir os grãos.



Fonte: O autor

Ao analisar a amostra em maiores resoluções, como por exemplo a microestrutura apresentada na Figura 5.21, além do direcionamento da microestrutura foi possível verificar a existência de buracos indicados por setas brancas, porém o mais importante é uma região que aparenta ser uma trinca intergranular indicada por uma seta amarela, sendo possível concluir que nesta etapa da deformação o material já começou com o seu processo de fratura.

Figura 5.21 – Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn laminada a frio com 40% de redução de espessura e indicado pelas setas brancas estão buracos e pela seta amarela uma trinca.



Fonte: O autor

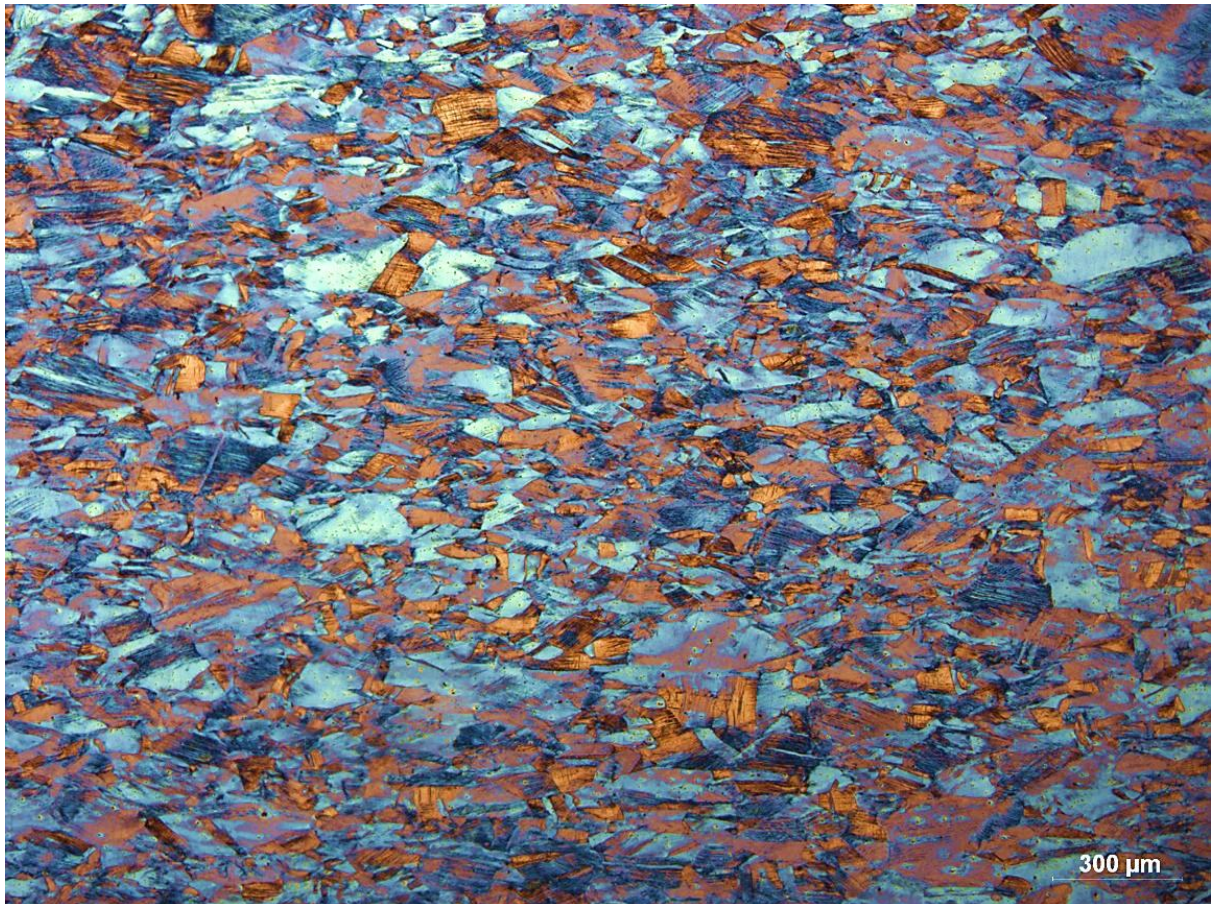
Assim, devido a esses buracos e as trincas presentes no materiais, a liga Fe18Mn não suportou ser laminada a frio com 50% de redução de espessura, uma vez que, o material apresenta fratura durante o processo de deformação. Que provavelmente foi iniciado por esses defeitos microestruturais.

5.2.4.2 Liga Fe18Mn3Al

Deste ponto da deformação adiante o material deformado foi aos poucos perdendo suas características cristalográficas para uma estrutura mais entrópica,

devido a grande quantidade de energia advinda da laminação a frio. Na Figura 5.22, com 40% de deformação, além de todas as características apresentadas pelas demais deformações anteriores, a micrografia apresentou grande parte da sua coloração, como sendo escura, devido a energia da deformação plástica a frio.

Figura 5.22 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 40% de redução de espessura e atacada com metabissulfato de sódio, apresentando a maioria dos grãos como sendo escuros representando regiões mais energéticas.



Fonte: O autor

Em contrapartida na Figura 5.23, com a redução de espessura em 50%, embora as regiões escuras estejam menos aparentes quando comparadas com a micrografia da Figura 5.22, ela apresentou maior quantidade de regiões pretas indicando que a estrutura está se alinhando e estirando para a direção de laminação, apresentando um maior número de maclas.

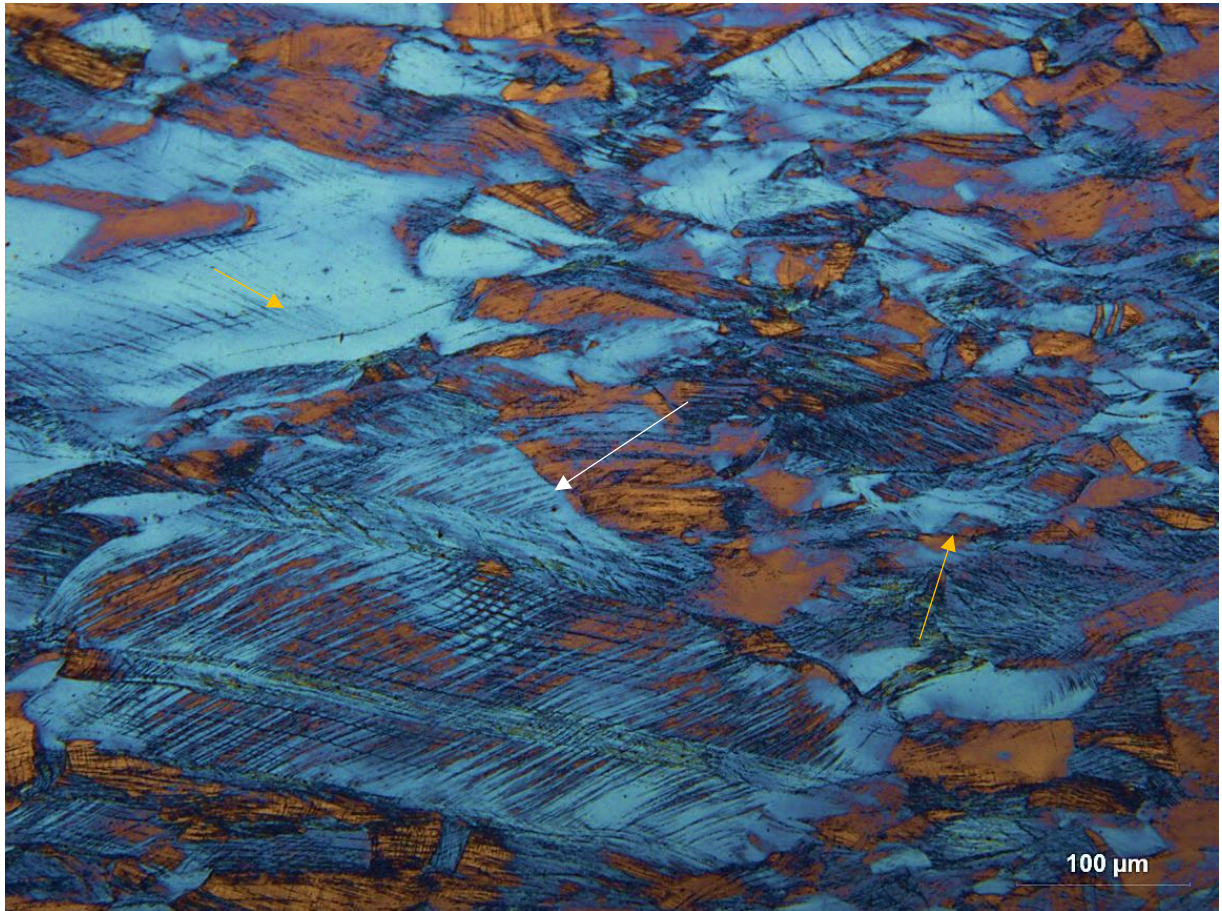
Figura 5.23 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 50% de redução de espessura atacada com metabissulfito de sódio e apresentando um elevado número de maclas indicados por linhas pretas.



Fonte: O autor

Na Figura 5.24, foi possível verificar a incidência da combinação entre maclas e deslizamento de discordâncias. Além disso, segundo Pierce *et al.* (2015) os indicados por uma seta amarela estão bandas de cisalhamento, indicando alto grau de desorientação da rede.

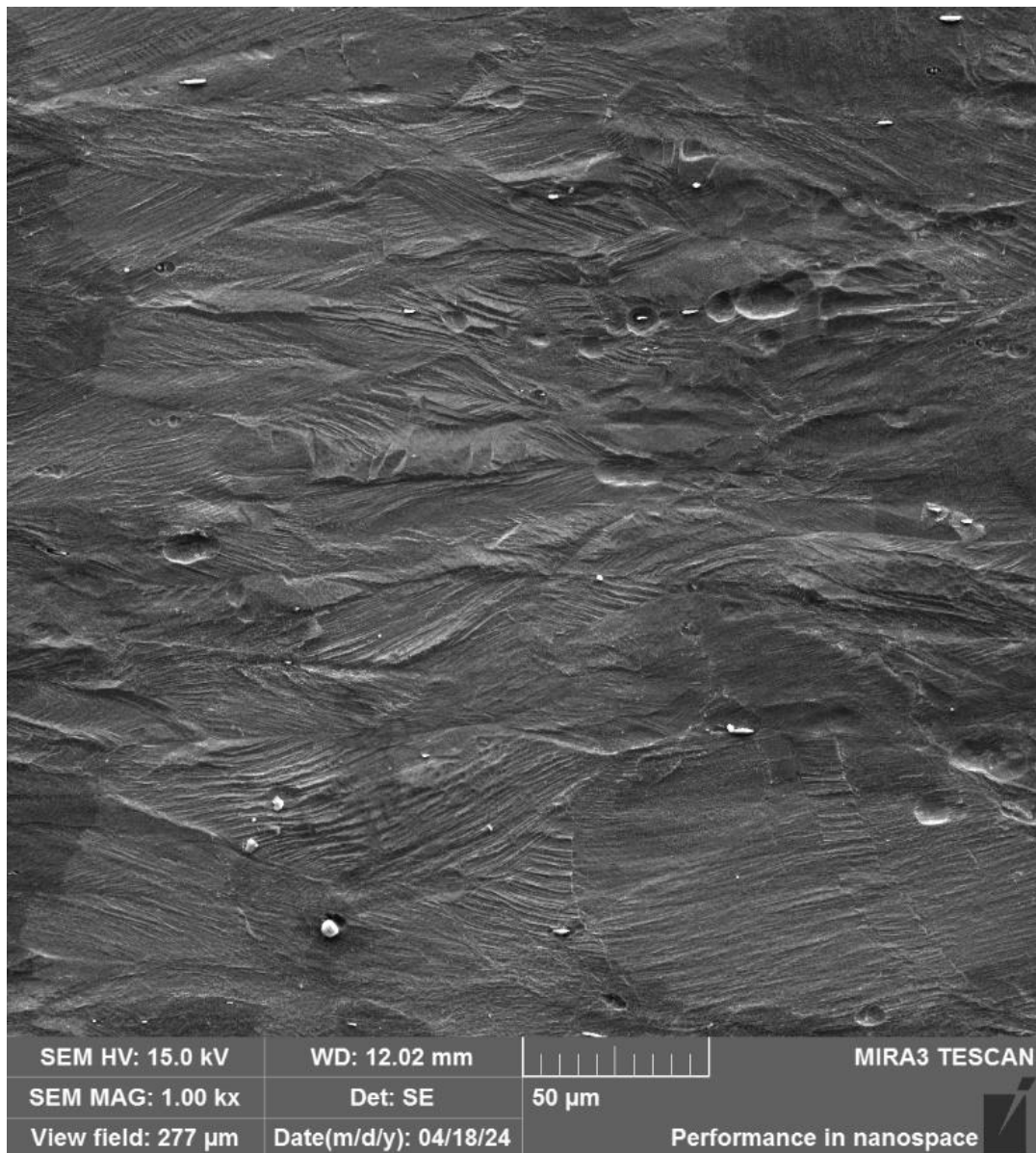
Figura 5.24 – Microscopia óptica da liga Fe18Mn3Al laminada a frio com 50% de redução de espessura atacada com metabissulfito de sódio e indicadas pelas setas amarelas estão bandas de cisalhamento e na região branca é uma estrutura resultado do movimento cooperativo entre maclas e deslizamento de discordâncias.



Fonte: O autor

A partir da microscopia eletrônica de varredura apresentado na Figura 5.25, referente a amostra com redução na espessura de 60%, praticamente não foi mais possível determinar os grãos do material, assim como, sua estrutura cristalina inicial apresentada pela Figura 5.7. No lugar foi encontrada uma microestrutura que está direcionada a direção da laminação apresentando em algumas regiões fragmentação consequência da laminação, entretanto, não há indícios de falha ou início dela.

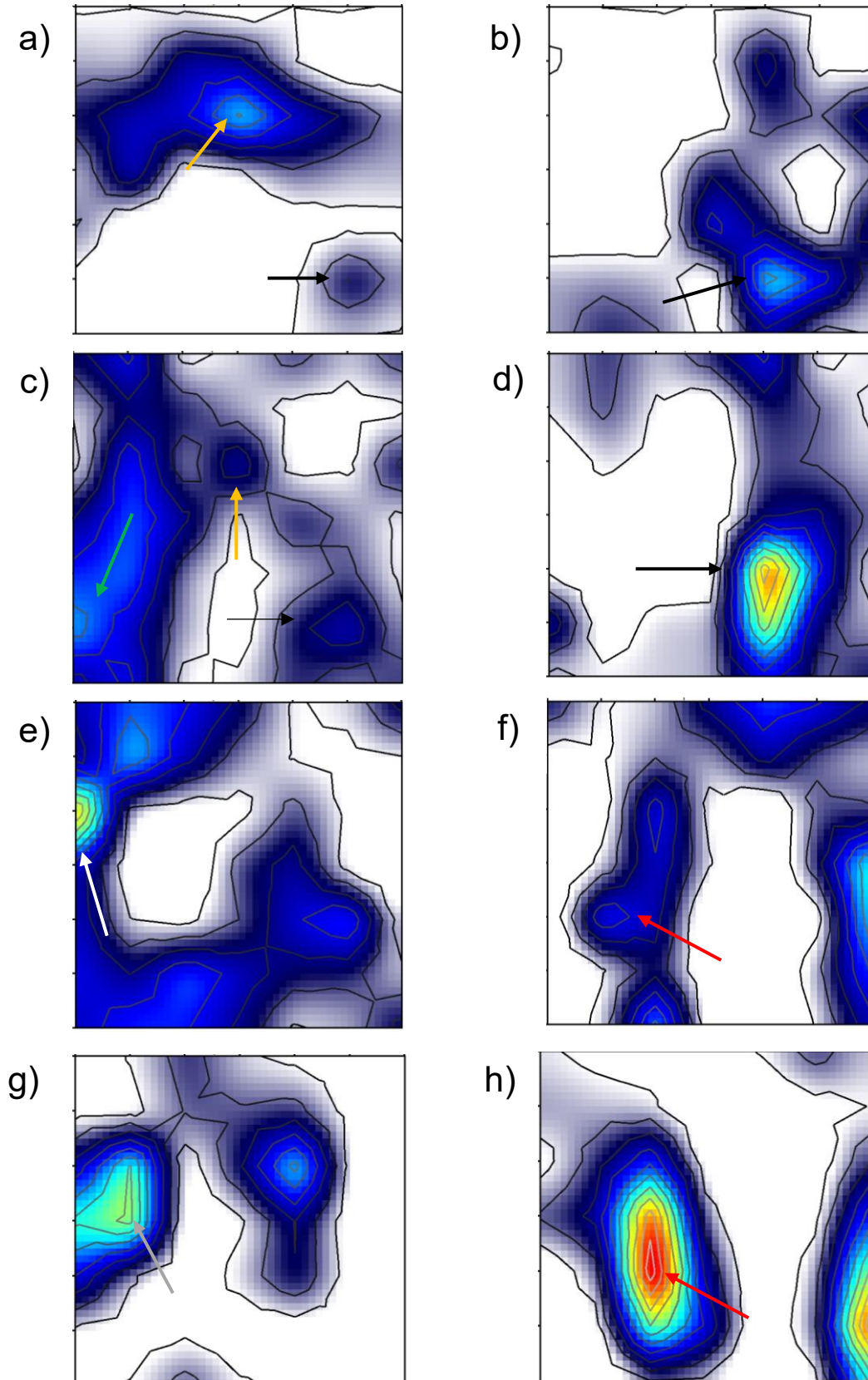
Figura 5.25 – Micrografia eletrônica de varredura utilizando elétrons secundários da liga Fe18Mn3Al com 60% de redução de espessura apresentando uma estrutura alinhada com a direção de laminação e grãos maclados.



Fonte: O autor

Os mapas de função de distribuição de orientação (ODF) foram gerados com os resultados obtidos pelo EBSD, logo as amostras variam desde como recebido até 30% de redução de espessura. Esses mapas podem ser visualizados na Figura 5.26, onde estão dispostos em duas colunas uma delas compostas pelas letras: “a”, “c”, “e” e “g”; que estão relacionadas com o $\varphi_2 = 0^\circ$ e as letras “b”, “d”, “f” e “h” são referentes a $\varphi_2 = 45^\circ$. Para realizar a análise dos mapas foram utilizados ábacos para interpretação de ODF referente aos respectivos φ_2 .

Figura 5.26 – ODF para a liga de Fe18Mn3Al (a) inicial e $\varphi_2 = 0^\circ$, (b) inicial e $\varphi_2 = 45^\circ$, (c) 10% e $\varphi_2 = 0^\circ$, (d) 10% e $\varphi_2 = 45^\circ$, (e) 20% e $\varphi_2 = 0^\circ$ (f) 20% e $\varphi_2 = 45^\circ$ (g) 30% e $\varphi_2 = 0^\circ$ e (h) 30% e $\varphi_2 = 45^\circ$.



Fonte: O autor

A amostra inicial e com $\varphi_2 = 0^\circ$ apresenta elevada intensidade no conjunto indicado por uma seta amarela na Figura 5.26, ou seja, nessa região há grande probabilidade de se encontrar a estrutura direcionada em $\{012\}\langle 221 \rangle$, além disso há uma região menos intensa em e orientada em $\{331\}\langle 123 \rangle$, indicada por uma seta preta, e ao mudar para $\varphi_2 = 45^\circ$ a região fica mais intensa, concluindo que com deslocamento de φ_2 tem-se um aumento orientação em comum dessa região. Ao deformar a amostra para 10% a região perde intensidade na orientação em $\{012\}\langle 221 \rangle$ enquanto o direcionamento $\{331\}\langle 123 \rangle$ tem um leve aumento tanto na intensidade quanto em sua área de orientação e da mesma forma que para a amostra inicial com o aumento de φ_2 aumenta a sua intensidade e a sua área. Ainda com relação a amostra deformada em 10% tem-se uma grande e intensa região orientada em $\varphi_2 = 0^\circ$ com orientação preferencial $\{100\}\langle 031 \rangle$, indicada por uma seta verde.

Em 20% de redução de espessura, grande parte da amostra teve alguma direção preferencial, o pico mais intenso em $\varphi_2 = 0^\circ$ está localizado na região indicada por uma seta branca na Figura 5.26, indicado pelo conjunto $\{100\}\langle 012 \rangle$, sem uma textura convencional, há ainda outras regiões com intensidade consideráveis. Quando se alterou para $\varphi_2 = 45^\circ$, o direcionamento favorável encontrado na letra “e”, não é mais apresentado e tem-se a textura do cobre encontrada, indicada pela seta vermelha, essa textura também é encontrada na letra “h”, referente ao material com 30% de redução de espessura, uma vez que com o aumento da laminação vai ocorrendo o direcionamento estrutural na direção da laminação, a presença dessa textura nos fornece o dado de que essa liga atua como um metal de alta EDE, quando laminada a frio. Além disso, em 30% de deformação há um direcionamento preferencial na região indicada por uma seta cinza, referente ao sistema $\{100\}\langle 011 \rangle$.

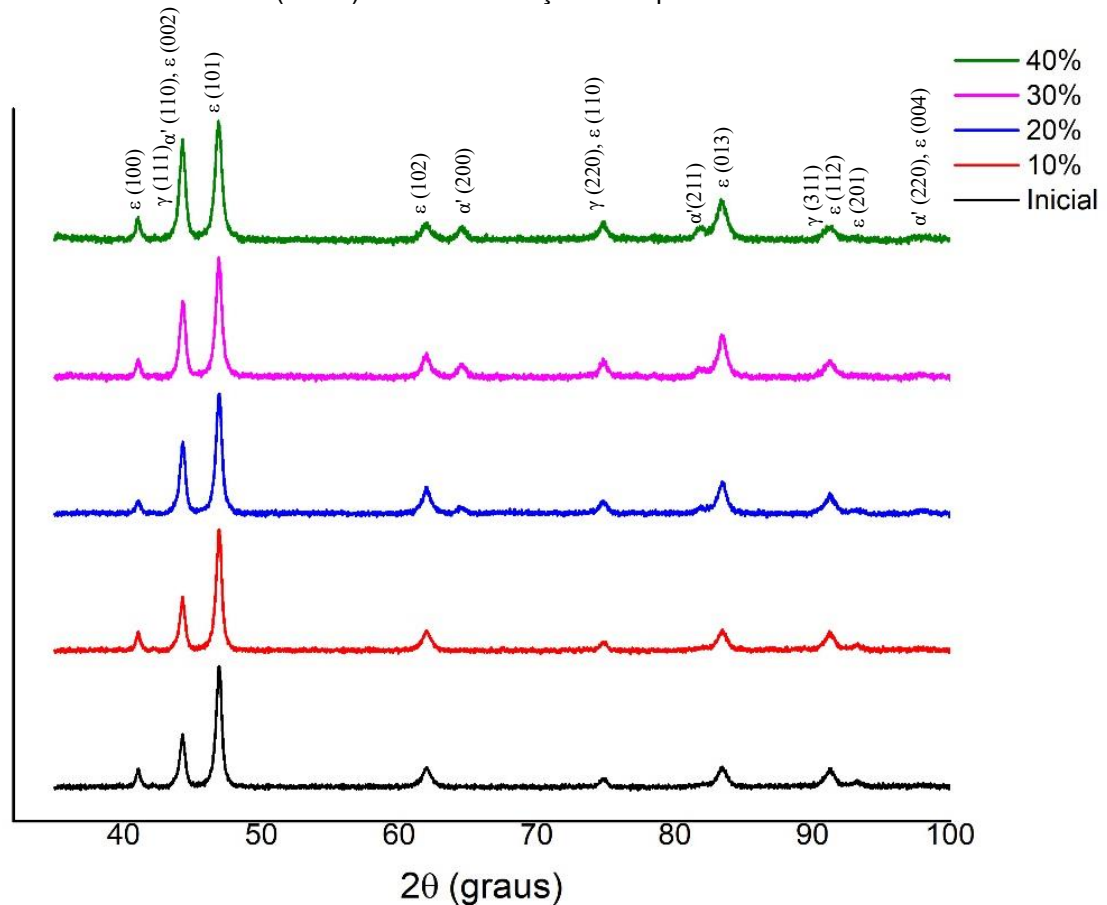
Foi observado que ao aumentar a laminação a frio, inicialmente ocorreu um aumento da região orientada, mas com menores intensidades e com o aumento da deformação ocorre um aumento na orientação tornando-a bem mais intensa, resultando em uma maior textura da região. Segundo os dados de Anand *et al.*, (2018), Kalsar e Suwas (2017) e Yanushkevich *et al.*, (2016) e relacionando com as imagens da Figura 5.26 a textura encontrada para esse material em $\varphi_2 = 0^\circ$ é do tipo G e a partir de 10% de deformação com $\varphi_2 = 45^\circ$ até 10% de deformação tem-se uma textura do tipo E, e a partir de 20% é alterada para a característica CuT (maclas de cobre).

5.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

5.3.1 Fe18Mn

A partir do difratograma apresentado na Figura 5.27, foi possível verificar os picos característicos da amostra inicial de Fe18Mn. No qual se encontram os principais e maiores picos da fase austenítica, em 44 e 50°, segundo Jeong *et al.*, (2013), há um pico austenítico em 43° e é referente a austenita (111) o qual está sobreposto com outros picos das fases martensíticas, com isso tem-se um leve deslocamento no pico mais intenso da amostra, esse deslocamento provavelmente está associado com a ausência de elementos microligantes, assim como o baixo teor de carbono. Além disso, há para a fase CFC picos menos intensos como em 75 e 91°.

Figura 5.27 – DRX de todas da liga Fe18Mn para todos os passos da laminação a frio, variando de como recebido (inicial) à 40% de redução de espessura.



Fonte: O autor

O material de estudo, mesmo com a ausência de deformação a frio, a transformação martensítica já está presente como pode ser visto pelo difratograma apresentado na Figura 5.27, tanto a transformação para a martensita α' , fase CCC, como a martensita ε , de fase HC são encontradas. A fase α' entre as martensitas foi encontrada em menor quantidade.

Por outro lado, a fase ε aparece em maior quantidade, e em quatro picos com intensidades similares entre si e encontrados em 41, 62, 83 e 91° e o maior deles sendo encontrados em 47° referente a fase ε (101). Os picos encontrados em 41° referente a fase ε (100) e 91° da fase ε (112) também foram encontradas por Lee *et al.*, (2014) e Lee e Hwang, (2019), os demais picos não foram encontrados provavelmente associado com a divergência de composição das ligas trabalhadas pelos autores e a liga do presente trabalho, embora sejam similares apresentam algumas diferenças tanto em questão da quantidade de manganês como com a presença de elementos microligados.

Além disso, há também a presença de picos menos intensos da fase hexagonal e a fase encontrada em menor quantidade está diretamente relacionada com a quantidade de picos definidos, também estando associada com a dificuldade da fase CFC de se transformar completamente em CCC sem aplicação de uma força externa, segundo Wang *et al.*, (2021), a orientação dos grãos cristalinos afetam o comportamento de transformação de fases e portanto a fase martensítica ε se forma com maior facilidade, consequentemente tem maior fração volumétrica.

He *et al.*, (2024), compararam uma liga de Fe17Mn de alta pureza fundida com uma processada por deformação e verificaram praticamente a total supressão da fase CCC pelo processamento, indo ao encontro ao que pôde ser visto no difratograma da Figura 5.27, o qual praticamente não apresentou picos da fase martensítica α' , os quais foram transformados em martensita ε , durante a etapa do processamento, resultando em um aumento na sua fração volumétrica.

O principal pico característico da martensita ε localizado, em torno de 47°, diminuiu consideravelmente com o aumento da deformação, alcançando intensidades similar ao pico de 44°. O mesmo ocorre com o pico martensítico ε em 92°, o qual já possuiu menos intensidade, mas ainda assim ele teve perda na intensidade, que consequentemente se torna em picos largos, esse efeito foi consequência da deformação plástica que induz a transformação martensítica tanto α' como ε . Além

disso, em torno de 75°, onde tem-se um pico austenítico cuja intensidade aumenta com a deformação, esse efeito deve ser consequência de uma austenita deformada.

O aparecimento de picos da fase martensítica α' , os quais são encontradas em aproximadamente 64° e 82° e embora o pico localizado em 82° esteja presente desde o material inicial, apenas com a laminação que o pico pode ser visualizado. Em 84°, foi encontrado um pico característico da martensita ϵ e está presente desde o material inicial, entretanto com a deformação o pico se torna mais intenso, a mudança na intensidade dos picos austeníticos e martensíticos foi observada também por Wang *et al.*, (2021).

Os picos característicos da martensita ϵ aumentaram até 20% de redução de espessura e em 30% os seus picos já diminuíram consideravelmente e a intensidade. Concluindo que a transformação de fase entre as martensitas, mais especificamente a fase HC em CCC, ou seja, a martensita ϵ estava sendo transformada em martensita α' e pela microestrutura não ser mais capaz de conter a intensidade da deformação plástica.

Na Figura 5.27, a fase ϵ (112) estava presente inicialmente e após a laminação dois picos de martensita são encontrados em regiões onde a transição entre a martensita ϵ e α' não foi completada, há, portanto, uma martensita HC e outra CCC (Eskandari *et al.*, 2016).

A martensita ϵ pré-existente iniciou a sua transformação em α' , e consequentemente a fração da fase hexagonal começa a decrescer até o início da falha do material em 40%, entretanto mesmo nessas deformações a fase ainda é encontrada. Foi visualizado a martensita α' que a partir de 20% de redução de espessura até a falha do material tem a sua fração aumentada. Diferentemente do que foi verificado por Eskandari *et al.*, (2016), no que diz respeito de a fase hexagonal não estar mais presente em deformações maiores de 30%. Na liga estudada, a fase ϵ é encontrada até a falha (próximo a 50%).

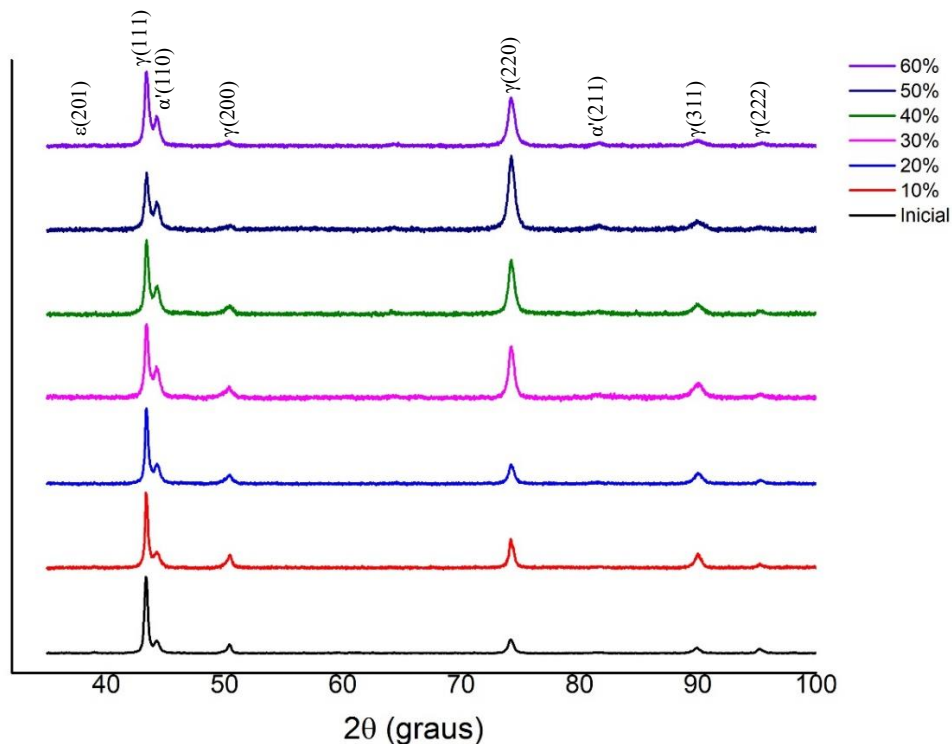
Devido a transformação martensítica α' possuir uma rota de transformação passando pela fase martensítica ϵ , o que ocorre apenas em grãos austeníticos com famílias de direções específicas ($\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$). Assim, quando se aumentou consideravelmente a deformação, ocorreu a ativação de vários novos sistemas de deformação, os quais são mais facilmente ativados do que passar pelas famílias de direção, no qual, a martensita ϵ foi formada.

Pela microestrutura em 40% de deformação, já apresentar perda nas características cristalinas e ser o início da falha do material, o difratograma referente a essa deformação já apresentava redução dos picos característicos de cada fase.

5.3.2 Fe18Mn3Al

O difratograma apresentado na Figura 5.28, referente a liga Fe18Mn3Al apresentou quase que em sua totalidade picos intensos e característicos da austenita que foram encontrados também em uma liga de alto manganês com 9% em peso de alumínio e alto carbono, esses picos são encontrados em 43, 50, 74, 90 e 95°, apenas últimos dois picos que apresentaram um deslocamento quando comparados com o trabalho de Yoo e Park (2008).

Figura 5.28 – DRX da liga Fe18Mn3Al para todos os passes de laminação a frio, iniciando no material como recebido (inicial) até 60% de redução de espessura.



Fonte: O autor

Em 38°, tem-se um pico que pouco destoa do ruído e é referente a martensita ϵ , da mesma forma com o pico característico da fase CCC, encontrado em 81°, que pelo difratograma é visível apenas uma pequena ondulação, por outro lado, foi

possível ver em 44° um pico da martensita α' . Embora o DRX apresente esses resultados de picos característicos de cada uma das fases. Através do EBSD, as martensitas não apresentam uma região de fase martensítica na amostra inicial apenas pequenos pontos como foi mostrado na Figura 5.8.

Na Figura 5.28, foi possível visualizar uma diminuição no principal pico característico de austenita localizado em 43° e com o aumento da deformação os picos perdem intensidade. O mesmo acontece com outros picos, de menores intensidades, localizados em 51° , 91° e 95° . Da forma complementar, o pico localizado em 44° é característico da fase martensítica α' . Com o aumento da deformação ocorreu um aumento na porção desta martensita, da mesma forma ocorreu com o pico encontrado em 81° , entretanto, neste pico apenas nas deformações de 50 e 60% que o pico começou a tomar forma. Foi encontrada uma fase HC, a martensita ε , com picos praticamente imperceptíveis e são encontrados em 38° e está presente até 10% de deformação.

Ainda na Figura 5.28, tem-se um pico austenítico localizado em 74° que aumentou com a deformação até que fosse atingido 50% de deformação e em 60% o pico começou a perder sua intensidade. Segundo Khedr *et al.*, (2023), o alargamento de picos característicos no difratograma está associado com o aumento na densidade de discordâncias. Além disso, a continuidade dos picos característicos da fase austenítica durante toda a deformação plástica, até 60% de deformação, é um indicativo da ausência ou baixa intensidade da transformação de fase.

5.4 MICRODUREZA VICKERS E FERRITOSCOPIA

5.4.1 Fe18Mn

Os valores obtidos de microdureza Vickers para o Fe18Mn estão apresentados na Tabela 5.1 e utilizando o *software* Minitab, onde foi possível obter todos os dados estatísticos referente a dureza. Entre os dados da tabela, se encontram as médias de cada faixa de deformação e o desvio padrão correspondente, sendo N o número de amostras. Com o uso do intervalo de confiança de 95% foi possível observar que em todos os grupos há dados que estão fora do intervalo de confiança, porém não é apresentado nenhuma relação lógica dos resíduos.

Tabela 5.1 – Valores de dureza Vickers da liga Fe18Mn desde o material como recebido até 40% de redução de espessura.

0%	10%	20%	30%	40%
272	272	315	354	370
289	279	308	355	393
284	288	321	347	402
286	271	322	363	385
281	314	308	360	403
268	309	345	367	403
282	310	326	374	388
264	285	333	371	398
270	308	343	368	390
273	324	321	377	388

Fonte: O autor

Para verificar que os dados obtidos são normais, foi realizado o teste de normalidade, o qual apresentou que dentro de cada intervalo de deformação os dados são normais, sendo possível seguir com a ANOVA de um fator, cujos dados estão apresentados na Tabela 5.2. A partir da ANOVA foi possível realizar com confiança os resultados para a análise de variância, para isso foi usado o método de comparação de Tukey e uma confiança de 95%.

Tabela 5.2 – Médias dos valores de dureza da liga Fe18Mn até a redução de espessura de 40%.

Deformação	N	Média	Desvio Padrão	IC de 95%
0%	10	276,90	8,53	(268,83; 284,97)
10%	10	296,00	19,13	(287,93; 304,07)
20%	10	324,20	12,92	(316,13; 332,27)
30%	10	363,60	9,59	(355,53; 371,67)
40%	10	392,00	10,26	(383,93; 400,07)

Fonte: O autor

A comparação de Tukey nos fornece um entendimento sobre quais grupos são estatisticamente e significativamente diferentes, como pode ser visto na Tabela 5.3, cada letra do agrupamento está em uma única linha, o que significa que cada grupo foi estatisticamente e significativamente diferente entre si.

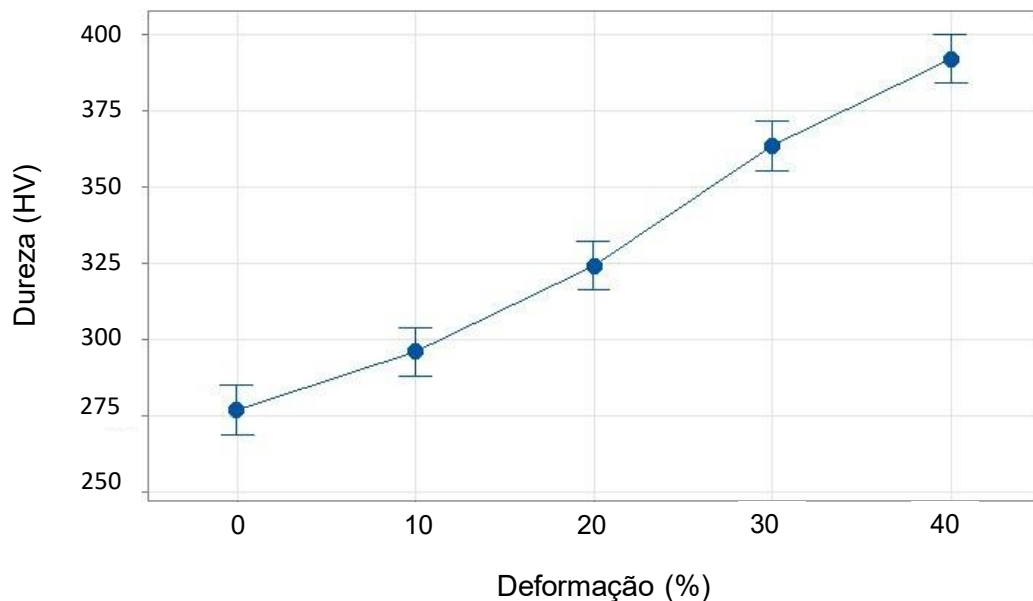
Tabela 5.3 – Agrupamento estatístico, no qual deformação com agrupamentos diferentes são significativamente diferentes. Dados obtidos utilizando o método Tukey e 95% de intervalo de confiança, para a liga Fe18Mn.

Deformação	N	Média	Agrupamento	
40%	10	392,00	A	
30%	10	363,60		B
20%	10	324,20		C
10%	10	296,00		D
0%	10	276,90		E

Fonte: O autor

Com isso, a Figura 5.29 foi gerada onde em cada faixa de deformação há uma correspondente da dureza estatisticamente diferente. A curva apresentou um crescimento praticamente constante e proporcional ao grau de deformação, portanto, pode-se concluir que durante toda a deformação da liga Fe18Mn, apenas um mecanismo de deformação plástica tem a dominância durante todo o processo, a transformação de fase está presente desde a amostra inicial até a falha do material.

Figura 5.29 – Curva de Dureza versus Deformação da liga Fe18Mn.



Fonte: O autor

Da mesma maneira, o difratograma da Figura 5.27 mostrou um aumento na intensidade dos picos de martensita e uma diminuição nos de austenita, de maneira proporcional ao aumento da deformação, não apresentando um comportamento fora do padrão.

Além disso, pode-se relacionar os resultados de dureza encontrados com a transformação martensítica, logo em até 20% de deformação a martensita ϵ é a fase

mais formada, endurecendo a matriz austenítica. A partir de 20% de deformação, cuja principal transformação é para a fase α' , a angulação da curva aumenta e o material fica ainda mais duro, como consequência da martensita CCC, o aumento na dureza de 30 para 40% tem novamente uma redução na angulação da curva devido ao início do processo de fratura do material.

5.4.2 Fe18Mn3Al

Na Tabela 5.4, estão apresentados os dados referentes ao ensaio de dureza Vickers da liga Fe18Mn3Al, realizado para todos os passos da laminação a frio, iniciando com a amostra inicial até a redução de espessura de 60%.

Tabela 5.4 – Valores de dureza Vickers da liga Fe18Mn3Al desde o material como recebido até 60% de redução de espessura.

0%	10%	20%	30%	40%	50%	60%
135	149	145	166	166	210	245
125	170	166	165	154	182	260
126	129	150	159	185	181	208
129	133	154	182	169	195	195
127	112	169	154	180	196	189
129	149	128	170	180	209	192
126	111	135	161	164	195	233
123	130	157	160	149	180	209
125	128	171	155	160	182	234
125	162	151	145	171	191	245

Fonte: O autor

Na Tabela 5.5 estão dispostos os valores das médias e do desvio padrão para cada intervalo de deformação e novamente N, como sendo, o número de amostras. Com o intervalo de confiança de 95%, com exceção das medidas da amostra inicial (0%) que todos os dados estão dentro do intervalo de confiança, os demais apresentam pelo menos um dado fora do intervalo. Todos os intervalos estão dentro da normalidade e os resíduos não apresentam qualquer interação lógica.

Tabela 5.5 – Médias dos valores de dureza da liga Fe18Mn3Al até a redução de espessura de 60%.

Deformação	N	Média	Desvio Padrão	IC de 95%
0%	10	127,00	3,37	(117,42; 136,58)
10%	10	137,30	19,75	(127,72; 146,88)
20%	10	152,60	14,10	(143,02; 162,18)
30%	10	161,70	10,02	(152,12; 171,28)
40%	10	167,80	11,68	(158,22; 177,38)
50%	10	192,10	11,12	(182,52; 201,68)
60%	10	221,00	25,47	(211,42; 230,58)

Fonte: O autor

Utilizando a comparação Tukey conforme apresentado na Tabela 5.6, foi verificado de que há grupos de dados que não são significativamente e estatisticamente diferentes entre si, como é o caso dos agrupamentos “C”, “D” e “E”, isso ocorre pois os valores estão dentro do mesmo intervalo, ou seja, a liga de Fe18Mn3Al, não apresentou mudança significativa na dureza ao ser laminada da amostra inicial para 10% de redução de espessura, de 10% para 20% de redução e de 20% até a 40% de redução. Por outro lado, de 40 para 50% de redução e de 50 para 60% de redução houve um aumento considerado significativo e estatisticamente diferente do agrupamento anterior.

Ainda com os dados da Tabela 5.6, foi possível encontrar que 10% e 20% de redução de espessura estão presentes em mais de um grupo de dados, como por exemplo “DE” e “CD”, respectivamente. Isso ocorre devido ao tamanho do grupo, em que a porção de dados superior de um grupo é compatível com a porção inferior de outro.

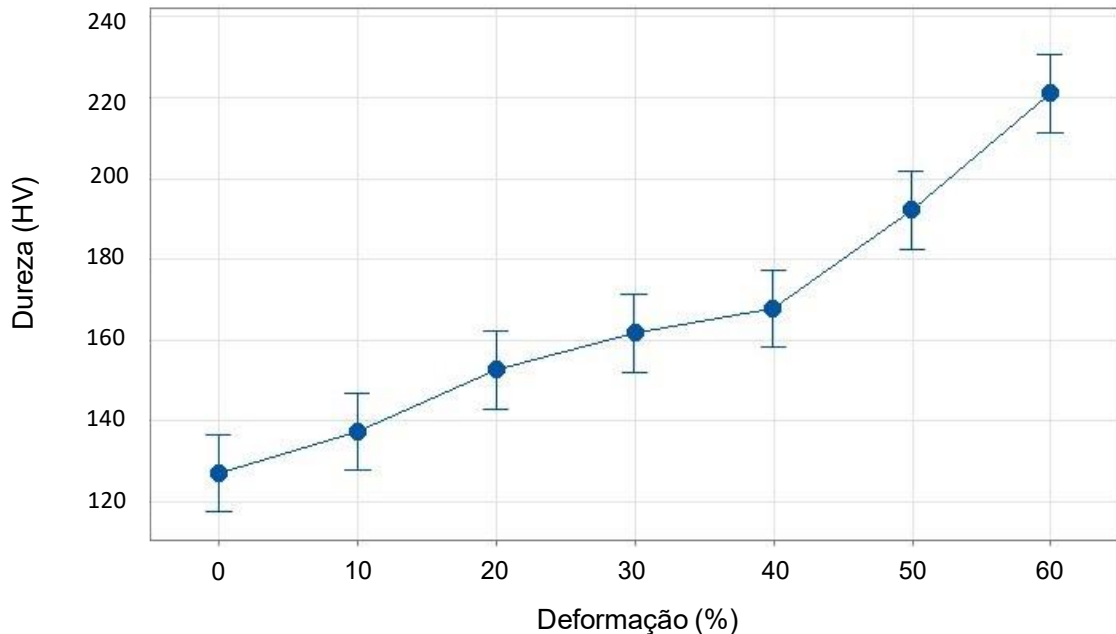
Tabela 5.6 – Agrupamento estatístico, no qual deformação com agrupamentos diferentes são significativamente diferentes. Dados obtidos utilizando o método Tukey e 95% de intervalo de confiança, para a liga Fe18Mn.

Deformação	N	Média	Agrupamento		
60%	10	221,00	A		
50%	10	192,10	B		
40%	10	167,80		C	
30%	10	161,70		C	
20%	10	152,60		C	D
10%	10	137,30			D E
0%	10	127,00			E

Fonte: O autor

A Figura 5.30, foi obtida a partir dos valores de dureza para cada deformação e os intervalos foram calculados com a utilização do desvio padrão.

Figura 5.30 – Curva de Dureza versus Deformação da liga Fe18Mn3Al.



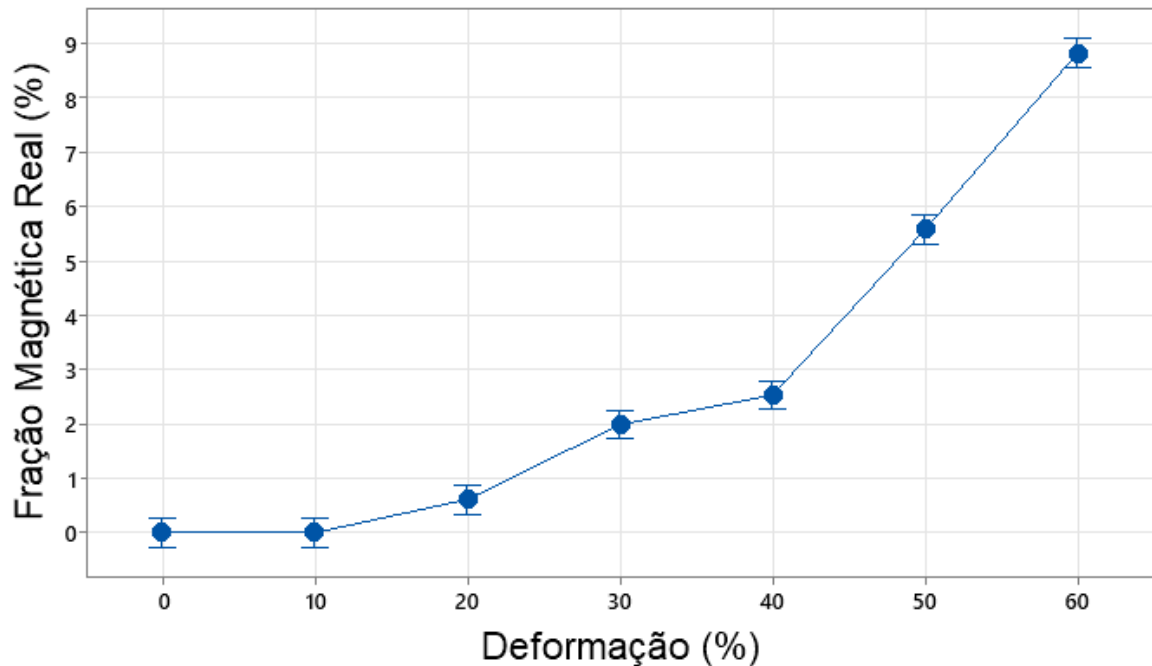
Fonte: O autor

Diferentemente do que ocorreu com a liga Fe18Mn, a liga Fe18Mn3Al não apresentou um aumento proporcional da dureza, com relação ao grau de deformação, onde foi possível observar um grande aumento de 40 para 60%, muito superior ao encontrado de 0 a 40%. Esse aumento significativo a partir de 40% pode estar relacionado com a transformação martensítica que possui início nessa deformação conforme apresentado pelo DRX da Figura 5.28.

Foi verificado que a liga de Fe18Mn apresentou uma dureza consideravelmente superior quando comparada com a liga Fe18Mn3Al e essa maior dureza, segundo Eskandari *et al* (2016), é referente a presença da martensita ϵ durante a deformação plástica por escorregamento, o que resulta em um refinamento da microestrutura resultando no aumento na resistência da liga. Este refinamento pode ser observado quando foi comparado os mesmos graus de deformação das diferentes ligas. Foi visível uma mudança considerável nos tamanhos dos grãos, no qual são maiores na liga Fe18Mn3Al.

A partir dos dados obtidos pelo ensaio de ferritoscopia com o auxílio do software Minitab, forma possíveis obter a Figura 5.31, a qual já está inserida o fator de ajuste de 1,7 que segundo Tolonen *et al.*, (2004), esse multiplicador é necessário por existir maior quantidade de martensita α' na superfície do que no interior do material e quando o material é polido eletroliticamente essa camada superficial é removida e neste trabalho o valor obtido adicionado com fator de ajuste é denominado como fração magnética real. Com isso, com a Figura 5.31 foi possível verificar a ausência de fase magnética nas amostras inicial e em 10% de deformação, pela resolução do ferritoscópio.

Figura 5.31 – Gráfico da fração magnética real versus deformação da liga Fe18Mn3Al.



Fonte: O autor

Além disso, com o auxílio do método de comparação Tuckey e com 95% de confiança foram obtidos os dados presentes na Tabela 5.7, sendo possível a verificação das diferenças estatísticas entre cada faixa de deformação através do resultado da ferritoscopia.

Tabela 5.7 - Agrupamento estatístico, no qual deformação com agrupamentos diferentes são significativamente diferentes. Dados obtidos utilizando o método Tukey e 95% de intervalo de confiança, para a liga Fe18Mn.

Deformação	N	Média	Agrupamento	
60%	10	8,823	A	
50%	10	5,576	B	
40%	10	2,533		C
30%	10	1,989		C
20%	10	0,614		D
10%	10	0,000		E
0%	10	0,000		E

Fonte: O autor

Com as informações contidas na Tabela 5.7, foi possível perceber que em 20% de deformação há a primeira presença de fase magnética da amostra, a partir deste ponto na deformação do material a transformação martensita entra numa região de estabilização onde ainda há um aumento, mas não significativo, por isso em 30 e 40% de deformação a transformação para a fase CCC, cresce de maneira contida portanto nessas deformações não há diferença significativa, deixando-os no mesmo grupo.

Na deformação de 50% o crescimento se um maior aumento na angulação da curva, aumentando consideravelmente a fração de martensita α' com o agrupamento anterior, da mesma forma ocorre com 60% de deformação, A consequência do aumento de uma fase mais dura, afeta a dureza do material, o que justifica o motivo das deformações superiores (50% e 60%) apresentarem diferenças significativas entre si, tanto na ferritoscopia quanto na dureza como pode ser visto através da Tabela 5.6 e podendo também serem visualizadas na Figura 5.31.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As duas ligas de alto manganês estudadas nesse trabalho apresentaram características distintas, sendo que no exemplar de Fe18Mn apresentou uma característica de material que possui mecanismo de deformação cooperativo entre os efeitos TWIP e TRIP durante toda a deformação, uma vez que as estruturas definidas de martensita são interrompidas por maclação mecânica e a transformação martensítica é um mecanismo importante visto que a sua fração volumétrica foi aumentada a cada deformação como pode ser analisado através do DRX, no qual os picos das fases martensíticas são intensificados.

Além disso, a liga Fe18Mn apresentou um comportamento linear na evolução da dureza durante com deformação plástica a frio, comprovando a relação entre os mecanismos de deformação até a falha, tendo a transformação martensítica como mecanismo principal durante toda a laminação a frio. O início da falha do material em 40% de deformação está relacionado com a grande fração da fase martensítica ϵ , que é dura e frágil, a qual possui grandes dificuldades de sofrer maclagem ocasionando buracos e trincas.

A adição 3% em peso de alumínio no Fe18Mn alterou significativamente o comportamento mecânico da liga, uma vez que, a capacidade de deformação aumentou de 40 para mais de 60% – o qual não apresentou indícios de falhas – a dureza das ligas de Fe18Mn3Al são menores mesmo com 60% de deformação e este evento está associado com a baixa fração de transformação martensítica até 40% de deformação. A partir de 50% ocorreu um aumento considerável no aumento da fase martensítica atingindo quase 5% e um consequente aumento na dureza.

No gráfico dureza por deformação o evento da transformação martensítica foi visualmente identificado por um considerável aumento na inclinação da reta a partir de 40% de redução de espessura, resultado esse foi comprovado com o ensaio de ferritoscopia com o intuito de medir a fração volumetria da fase magnética neste caso a fase CCC (martensita α'), já que a austenita e a martensita ϵ são não magnéticas e foi verificado que o resultado do ensaio vai de acordo com o encontrado pelo EBSD e o apresentado pelo gráfico da dureza que mostram ausência de fração magnética na amostra inicial e com 10% de deformação e um teor considerável começa a ser percebido a partir de 50%, no qual segundo a dureza ocorre um aumento na

angulação da curva dureza por deformação devido ao início da transformação martensítica.

Apenas a liga de Fe18Mn apresentou regiões de martensita ε , entretanto a presença do alumínio estabiliza a austenita de modo a suprimir, grande parte dessa transformação. Nessa liga há uma grande competição entre deslizamento de discordâncias e maclação, devido ao grande volume de maclas de deformação na microestrutura do material e o deslizamento de discordâncias agindo de maneira ativa, resultando em um retardamento da transformação martensítica.

Embora o alumínio tenha estabilizado a austenita, o maior impedimento na transformação martensítica é com relação ao comportamento do material quando laminado a frio, visto que segundo os resultados de microtextura a liga Fe18Mn3Al apresenta características de materiais que apresentam média e alta EDE, que são materiais que não sofrem transformação martensítica como mecanismo principal de deformação plástica.

Ao compararmos com a liga Fe18Mn3Ti, o alumínio apresentou uma supressão da transformação martensítica tanto ε como α' , onde em 50% de deformação possui 6% de fração martensítica. Além disso, as ligas estudadas neste trabalho não apresentaram a formação de qualquer outra fase, precipitados ou inclusões. Com a ausência do efeito TRIP o efeito TWIP possui grande influência na deformação plástica.

REFERÊNCIAS

ALLAIN, S. et al. Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys. **Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing**, v. 387-389, p. 158–162, 15 dez. 2004.

ALLAIN, S. et al. Modeling of mechanical twinning in a high manganese content austenitic steel. **Materials Science and Engineering A-structural Materials Properties Microstructure and Processing**, v. 387-389, p. 272–276, 15 dez. 2004.

ANAND, K. K. et al. Correlation of defect density with texture evolution during cold rolling of a Twinning-Induced Plasticity (TWIP) steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 711, p. 69–77, 5 nov. 2017.

BRÜX, U. et al. Development and characterization of high strength impact resistant Fe-Mn-(Al-, Si) TRIP/TWIP steels. **Steel Research**, v. 73, n. 6-7, p. 294–298, jun. 2002.

CAPUS, J. **Looking for lean-alloy PM steels with performance and economy**. Metal Powder Report. **Anais...** In: POWDERMET 2013.

CHEN, C. et al. Influence of Carbon Content on Tensile Properties of Pure High Manganese Austenitic Steel. **Coatings**, v. 12, n. 11, p. 1622–1622, 26 out. 2022.

CHEN, F. C. et al. Effect of aluminium on TRIP FeMnAl alloy steels at room temperature. **Materials Science and Engineering: A**, v. 160, n. 2, p. 261–270, fev. 1993.

CHU, C. M. et al. Effect of alloying chemistry on the lattice constant of austenitic Fe-Mn-Al-C alloys. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 30, n. 4, p. 505–508, fev. 1994.

Current state of Fe-Mn-Al-C low density steels. **Progress in Materials Science**, v. 89, p. 345–391, 1 ago. 2017.

CURTZE, S.; KUOKKALA, V.-T. . Dependence of tensile deformation behavior of TWIP steels on stacking fault energy, temperature and strain rate. **Acta Materialia**, v. 58, n. 15, p. 5129–5141, set. 2010.

DEMERI, M. Y. **Advanced high-strength steels : science, technology, and applications**. Materials Park, Ohio: Asm International, 2013.

DOBZAŃSKI, L. A.; BOREK, W.; MAZURKIEWICZ, J. TWIP Mechanism in High-Mn Austenitic Steels and Its Effect on Steels Properties. **Springer eBooks**, p. 321–331, 13 nov. 2017.

ESKANDARI, M. et al. Grain-orientation-dependent of γ - ϵ - α' transformation and twinning in a super-high-strength, high ductility austenitic Mn-steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 674, p. 514–528, set. 2016.

FILHO, I. R. S. et al. Strain hardening mechanisms during cold rolling of a high-Mn steel: Interplay between submicron defects and microtexture. **Materials Science and Engineering A**, v. 754, p. 636–649, 30 mar. 2019.

FONSTEIN, N.; SPRINGERLINK (ONLINE SERVICE. **Advanced High Strength Sheet Steels : Physical Metallurgy, Design, Processing, and Properties**. Cham: Springer International Publishing, 2015.

GALINDO-NAVA, E. I.; PEDRO E.J. RIVERA-DÍAZ-DEL-CASTILLO. Understanding martensite and twin formation in austenitic steels: A model describing TRIP and TWIP effects. **Acta Materialia**, v. 128, p. 120–134, 15 abr. 2017.

GHASRI-KHOUSANI, M.; MCDERMID, J. R. Effect of carbon content on the mechanical properties and microstructural evolution of Fe–22Mn–C steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 621, p. 118–127, 5 jan. 2015.

GRÄSSEL, O. et al. High strength Fe–Mn–(Al, Si) TRIP/TWIP steels development — properties — application. **International Journal of Plasticity**, v. 16, n. 10-11, p. 1391–1409, jan. 2000.

HAMADA, A. S. **Manufacturing, mechanical properties and corrosion behaviour of high-Mn TWIP steels**. 1 jan. 2007.

HE, C. et al. An innovative high-frequency statistical arbitrage in Chinese futures market. **Journal of innovation and knowledge**, v. 8, n. 4, p. 100429–100429, 1 out. 2023.

HE, W. et al. Comparison of microstructure, damping capacity, and mechanical properties of cast and deformation processed Fe17Mn alloys. **Materials Today Communications**, v. 39, p. 108972–108972, 18 abr. 2024.

HE, W. et al. Damping capacity in cast FeMn binary alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 1008, p. 176513–176513, 16 set. 2024.

HODGKINSON, J. H.; SMITH, M. H. Climate change and sustainability as drivers for the next mining and metals boom: The need for climate-smart mining and recycling. **Resources Policy**, v. 74, jun. 2018.

HOSSEIN BELADI; NUHFER, N. T.; ROHRER, G. S. The five-parameter grain boundary character and energy distributions of a fully austenitic high-manganese steel using three dimensional data. **Acta Materialia**, v. 70, p. 281–289, 1 maio 2014.

JANG, G. et al. Microstructural evolution and mechanical properties of nanocrystalline Fe–Mn–Al–C steel processed by high-pressure torsion. **Materials Science and Engineering A**, v. 827, p. 142073–142073, 17 set. 2021.

JEONG, K. et al. The effects of Si on the mechanical twinning and strain hardening of Fe–18Mn–0.6C twinning-induced plasticity steel. **Acta Materialia**, v. 61, n. 9, p. 3399–3410, maio 2013.

KALSAR, R.; SUWAS, S. Deformation mechanisms during large strain deformation of high Mn TWIP steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 700, p. 209–219, jul. 2017.

KWIATKOWSKI DA SILVA, A. et al. Phase nucleation through confined spinodal fluctuations at crystal defects evidenced in Fe-Mn alloys. **Nature Communications**, v. 9, n. 1, p. 1137, 19 mar. 2018.

KWIATKOWSKI DA SILVA, A. et al. A sustainable ultra-high strength Fe18Mn3Ti maraging steel through controlled solute segregation and α -Mn nanoprecipitation. **Nature Communications**, v. 13, n. 1, 28 abr. 2022.

LEE, S.-J. et al. Elastic strain energy induced by epsilon martensitic transformation and its contribution to the stacking-fault energy of austenite in Fe–15Mn– x C alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 617, p. 588–596, 13 ago. 2014.

LEE, S.-Y.; HWANG, B. Dynamic Strain Aging and Serration Behavior of Three High-Manganese Austenitic Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 50, n. 4, p. 1693–1700, 4 fev. 2019.

LIU, F.; DAN, W. J.; ZHANG, W. G. Strain hardening model of TWIP steels with manganese content. **Materials Science and Engineering A**, v. 674, p. 178–185, 29 jul. 2016.

M. KLIMOVA et al. Microstructure and texture evolution of a high manganese TWIP steel during cryo-rolling. **Materials Characterization**, v. 132, p. 20–30, 29 jul. 2017.

MAHMOUD KHEDR et al. Strengthening Contributions of Mechanical Twinning and Dislocations to the Flow Stress of Hadfield High-Manganese Steel: Quantitative Analysis. **Journal of materials engineering and performance**, v. 32, n. 2, p. 501–511, 11 jul. 2022.

MEHLITZ, J. S.; AUER, B. R. Memory-enhanced momentum in commodity futures markets. **The European Journal of Finance**, v. 30, n. 8, p. 773–802, 6 jun. 2023.

PADUANI, C. et al. Mössbauer effect and magnetization studies of α -FeMn alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 70, n. 12, p. 7524–7531, 15 dez. 1991.

PARK, K.-T. et al. Stacking fault energy and plastic deformation of fully austenitic high manganese steels: Effect of Al addition. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 16, p. 3651–3661, 25 jun. 2010.

PIERCE, D. T. et al. The influence of stacking fault energy on the microstructural and strain-hardening evolution of Fe–Mn–Al–Si steels during tensile deformation. **Acta Materialia**, v. 100, p. 178–190, nov. 2015.

RAABE, D. et al. Alloy Design, Combinatorial Synthesis, and Microstructure–Property Relations for Low-Density Fe-Mn-Al-C Austenitic Steels. **JOM**, v. 66, n. 9, p. 1845–1856, 24 jun. 2014.

SCHMITT, J.-H.; IUNG, T. New developments of advanced high-strength steels for automotive applications. **Comptes Rendus Physique**, v. 19, n. 8, p. 641–656, dez. 2018.

SHAO, C. W. et al. Low-cycle and extremely-low-cycle fatigue behaviors of high-Mn austenitic TRIP/TWIP alloys: Property evaluation, damage mechanisms and life prediction. **Acta Materialia**, v. 103, p. 781–795, jan. 2016.

SILVA et al. Thermodynamics of grain boundary segregation, interfacial spinodal and their relevance for nucleation during solid-solid phase transitions. **Acta materialia**, v. 168, p. 109–120, 1 abr. 2019.

SILVA, S. et al. Effect of cooling rate on (ϵ , α') martensite formation in twinning/transformation-induced plasticity Fe-17Mn-0.06C steel. **Materials Research**, v. 16, n. 6, p. 1229–1236, 31 jul. 2013.

TALONEN, J.; ASPEGREN, P.; HÄNNINEN, H. Comparison of different methods for measuring strain induced α -martensite content in austenitic steels. **Materials Science and Technology**, v. 20, n. 12, p. 1506–1512, dez. 2004.

TANG, Z. Y. et al. Deformation twinning and martensitic transformation and dynamic mechanical properties in Fe–0.07C–23Mn–3.1Si–2.8Al TRIP/TWIP steel. **Materials science and engineering. A, Structural materials: properties, microstructures and processing/Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing**, v. 624, p. 186–192, 1 jan. 2015.

TRADING ECONOMICS. **Commodities Prices - Spot - Futures**. Disponível em: <<https://tradingeconomics.com/commodities>>. 24 junho 2024.

WALCHAKI, Gustavo Luiz. **Estudo da transformação martensítica nas ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn processadas por laminação a frio. 2024**. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2024.

WANG LI-NA et al. Transformation characteristics of $\gamma \rightarrow \epsilon$ -M and ϵ -M $\rightarrow \alpha'$ -M in high manganese steel under high speed compression. **DOAJ (DOAJ: Directory of Open Access Journals)**, 1 set. 2021.

WORLD STEEL ASSOCIATION. **About Steel**. Disponível em: <<https://worldsteel.org/about-steel/about-steel/>>. 22 set. 2024.

XIA, L. et al. Factors Affecting the Mechanical Performance of High Manganese Austenitic Steel. **Metals**, v. 12, n. 9, p. 1405–1405, 25 ago. 2022.

YOO, J. D.; PARK, K.-T. Microband-induced plasticity in a high Mn–Al–C light steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 496, n. 1, p. 417–424, 25 nov. 2008.

YOUNG KOOK LEE; CHOI, C.-J. Driving force for $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation and stacking fault energy of γ in Fe-Mn binary system. **Metallurgical and Materials Transactions**, v. 31, n. 2, p. 355–360, 1 fev. 2000.

ZHANNA YANUSHKEVICH et al. Structural/textural changes and strengthening of an advanced high-Mn steel subjected to cold rolling. **Materials Science and Engineering: A**, v. 651, p. 763–773, 1 jan. 2016.

ZHAO, J.; JIANG, Z. **Rolling of Advanced High Strength Steels**. [s.l.] CRC Press, 2017.

ZUAZO, I. et al. Low-Density Steels: Complex Metallurgy for Automotive Applications. **JOM**, v. 66, n. 9, p. 1747–1758, 2 ago. 2014.