

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

GUSTAVO LUIZ WALCHAKI

ESTUDO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA NAS LIGAS Fe₁₈Mn₃Ti e
Fe₁₈Mn PROCESSADAS POR LAMINAÇÃO A FRIO

PONTA GROSSA
2024

GUSTAVO LUIZ WALCHAKI

ESTUDO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA NAS LIGAS Fe₁₈Mn₃Ti e
Fe₁₈Mn PROCESSADAS POR LAMINAÇÃO A FRIO

Tese de Doutorado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo

Coorientador: Prof. Dr. Alisson Kwiatkowski da Silva

PONTA GROSSA
2024

W154 Walchaki, Gustavo Luiz
Estudo da transformação martensítica nas ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn processadas por laminação a frio / Gustavo Luiz Walchaki. Ponta Grossa, 2024. 108 f.

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

Orientador: Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo.

Coorientador: Prof. Dr. Alisson Kwiatkowski da Silva.

1. Aço manganês. 2. Efeito trip. 3. Transformação martensítica. 4. Martensita épsilon. 5. Martensita alpha'. I. Hupalo, Marcio Ferreira. II. Silva, Alisson Kwiatkowski da. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e Caracterização de Materiais. IV.T.

CDD: 620.11

GUSTAVO LUIZ WALCHAKI

ESTUDO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA NAS LIGAS Fe₁₈Mn₃Ti e
Fe₁₈Mn PROCESSADAS POR LAMINAÇÃO A FRIO

Tese aprovada como requisito para obtenção do título de doutor no programa de
Pós Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, na Universidade Estadual
de Ponta Grossa.

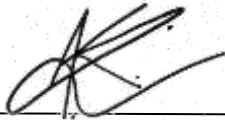
Ponta Grossa, 31 de julho de 2024



Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo
Orientador
Universidade Estadual de Ponta
Grossa



Prof. Dr. Denilson José Marcolino de
Aguiar
Banca Examinadora
Universidade Tecnológica Federal do
Paraná – Ponta Grossa



Prof. Dr. Alisson Kwiatkowski da Silva
Coorientador
Max Planck Institut für Eisenforschung
GmbH

Documento assinado digitalmente
gov.br EVALDO TONIOLO KUBASKI
Data: 11/10/2024 16:37:42-0300
Verifique em <https://validar.it.gov.br>

Prof. Dr. Evaldo Toniolo Kubaski
Banca Examinadora
Universidade Estadual de Ponta
Grossa



Prof. Dr. Isnaldi Rodrigues de Souza
Filho
Banca Examinadora
Université de Lorraine



Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho
Banca Examinadora
Universidade Estadual de Ponta
Grossa

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, por me dar saúde e sempre estar ao meu lado nos momentos de dificuldades e de alegrias.

Ao Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo por ter aceitado ser orientador deste projeto, pela amizade, conselhos e pelos seus conhecimentos.

Ao Prof. Dr. Alisson Kwiatkowski da Silva pelo auxílio na coorientação do trabalho, por meio de seus conhecimentos.

Ao Prof. Ms. Selaucio Vurobi Junior pela ajuda e conselhos durante o desenvolvimento do trabalho.

Ao Prof. Dr. Carlos Maurício Lepienski pela disponibilidade e auxílio na realização de ensaios de nanoindentação na UFPR – Curitiba/PR.

Ao Dr. Pedro Oliveira pelo auxílio nas análises de MET na UFSCar – São Carlos/SP, juntamente ao laboratório de caracterização estrutural (LCE).

À Ms. Ana Luísa Terasawa Senra pela amizade ao longo dos anos, bem como pelo conhecimento e auxílio nos tratamentos de dados de DRX e MET.

Ao Prof. Dr. Denilson José Marcolino de Aguiar pela disponibilidade e auxílio na realização dos ensaios de ferritoscopia na UTFPR – Ponta Grossa/PR.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa por proporcionar a realização do projeto, juntamente com o complexo de laboratórios multiusuário (CLABMU – UEPG).

À CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) pela bolsa concedida durante a realização do estudo.

À minha esposa e família, por sempre acreditarem no meu sucesso pessoal e profissional.

Aos meus amigos e companheiros de graduação e pós-graduação pelas conversas, amizade e auxílios.

RESUMO

No presente trabalho foi averiguado o comportamento microestrutural de um aço maraging alto manganês denominado Fe18Mn3Ti, comparando com outro aço manganês Fe18Mn. As ligas FeMn com elevados teores deste elemento representam um desenvolvimento recente de aços austeníticos, sendo alternativos ao aços maraging tradicionais principalmente devido aos seus custos de produção, onde suas propriedades mecânicas são obtidas pela relação entre seus mecanismos de deformação e transformação de fases. Associar os benefícios de aços TRIP e TWIP em um mesmo material pode representar um ganho considerável nas propriedades mecânicas, combinando as vantagens da alta dureza com a elevada tenacidade, ampliando e potencializando a gama de aplicações destes materiais. A liga Fe18Mn3Ti, é susceptível a decomposição de fase homogênea e acompanhada por segregação, apresentando instabilidade em flutuações de composição próximas da temperatura de envelhecimento estabelecida (450°C). Com isso, foi realizado o estudo da evolução microestrutural da liga Fe18Mn3Ti e Fe18Mn laminadas a frio em diferentes graus de redução, com caracterização por diferentes técnicas como MO, MEV/EDS, DRX, EBSD, MET e ferritoscopia, além de ensaios de dureza por micro e nanoindentação. Ambos os materiais apresentaram em suas microestruturas as fases austenita (CFC), martensita ε (HC) e martensita α' (CCC). Com a evolução da deformação aplicada, tanto austenita quanto martensita ε foram sendo consumidas e mais martensita α' sendo formada. A liga Fe18Mn apresentou uma maior quantidade de martensita ε em sua microestrutura inicial em comparação com a liga Fe18Mn3Ti, visto que o titânio atuou como inibidor à formação de martensita ε , favorecendo assim a formação de mais martensita α' a partir da austenita (efeito TRIP). Os valores de EDE calculados de 8,8 mJ/m² para a liga Fe18Mn3Ti e 11,5 mJ/m² para a liga Fe18Mn, com base nos dados de DRX, indicam a predominância de efeito TRIP. A análise de nanoindentação identificou a presença de interrupções (pop-ins) nas curvas força-deslocamento em ambas as ligas, indicando possíveis locais de transformação de fases. Para a liga Fe18Mn3Ti a nucleação de martensita α' ocorreu principalmente em defeitos lineares e bandas de cisalhamento no interior dos grãos austeníticos, e também em ripas de martensita ε . Já na liga Fe18Mn, a nucleação de martensita α' ocorreu principalmente nas ripas de martensita ε e também em intersecções dessas ripas.

Palavras-chave: Aço manganês; Aço maraging; Efeito TRIP; Efeito TWIP; Transformação martensítica; Martensita ε ; Martensita α' .

ABSTRACT

In the present work, the microstructural behavior of a high manganese maraging steel called Fe18Mn3Ti was investigated, and compared it with another manganese steel, Fe18Mn. FeMn alloys with high contents of this element represent a recent development in austenitic steels, serving as alternatives to traditional maraging steels mainly due to their production costs. Their mechanical properties are obtained by the relationship between their deformation mechanisms and phase transformations. Combining the benefits of TRIP and TWIP steels in a single material can result in significant improvements in mechanical properties, merging high hardness with toughness, thus expanding and enhancing the range of applications of these materials. The Fe18Mn3Ti alloy is susceptible to homogeneous phase decomposition accompanied by segregation, presenting instability in composition fluctuations close to the established aging temperature (450°C). Therefore, the study of the microstructural evolution of the Fe18Mn3Ti and Fe18Mn alloys cold rolling at different reduction levels was carried out, with characterization by various techniques such as OM, SEM/EDS, XRD, EBSD, TEM, and ferritoscopy, as well as hardness tests by micro and nanoindentation. Both materials exhibited the phases austenite (FCC), ϵ -martensite (HCP), and α' -martensite (BCC) in their microstructures. As straining increased, both austenite and ϵ -martensite were consumed, leading to the formation of more α' -martensite. The Fe18Mn alloy had a higher amount of ϵ -martensite in its initial microstructure compared to the Fe18Mn3Ti alloy, as titanium acted as an inhibitor to ϵ -martensite formation, thereby favoring the formation of more α' -martensite from austenite (TRIP effect). The calculated SFE values of 8.8 mJ/m² for the Fe18Mn3Ti alloy and 11.5 mJ/m² for the Fe18Mn alloy, based on the XRD data, indicate the predominance of the TRIP effect. Nanoindentation analysis identified the presence of interruptions (pop-ins) in the load-displacement curves in both alloys, indicating possible sites of phase transformation. For the Fe18Mn3Ti alloy, α' -martensite nucleation occurred mainly at linear defects and shear bands inside austenitic grains, and also in ϵ -martensite laths. In the Fe18Mn alloy, α' -martensite nucleation occurred mainly in the ϵ -martensite laths and at intersections of these laths.

Keywords: Manganese Steel; Maraging Steel; TRIP effect; TWIP effect; Martensitic transformation; ϵ martensite; α' martensite.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 Relação entre limite de resistência mecânica e alongamento total entre aços avançados de alta resistência (AHSS) de 1°, 2° e 3° geração.	18
Figura 3.1 Digrama de fases em equilíbrio FeMn, com estabilidade das fases austenita (γ), ferrita delta (δ), ferrita alfa (α) e as fases ricas em manganês: delta (δ), beta (β) e alfa (α).	22
Figura 3.2 Projeção liquidus do diagrama de fases do sistema FeMnTi.	24
Figura 3.3 Micrografias de MEV de ligas FeMnTi em diferentes composições: a)30Fe6,5Mn63,5Ti; b)40Fe18,5Mn41,5Ti; c)59Fe25Mn16Ti; d)69Fe15Mn16Ti; e)85,4Fe5,4Mn9,2Ti; e f)94,2Fe1,6Mn4,2Ti.	25
Figura 3.4 Precipitação de fase de Laves (indicadas pelas setas em vermelho) em uma liga Fe20Mn2Ti envelhecida à 800°C por: a)2 horas; b)48 horas.	27
Figura 3.5 Em (a) formação de martensita α' em uma intersecção de duas martensita ε ; e em (b) comportamento do percentual de fases de acordo com a evolução da deformação verdadeira.	31
Figura 3.6 Micrografia de MET da liga Fe18Mn0,25C0,084N de ilhas de martensita α' formadas em intersecções de duas ripas de martensita ε . Em (a) padrões de área selecionada de diferentes fases; (b) imagem de campo escuro utilizada para a reflexão 0001 $_{\varepsilon1}$; (c) imagem de campo escuro utilizada para a reflexão 0001 $_{\varepsilon2}$; e (d) representação esquemática da microestrutura.....	32
Figura 3.7 Imagens de microscopia eletrônica de varredura em um aço TWIP Fe22Mn0.6C em diferentes estágios de deformação. Em (a) células de discordâncias; (b) células de discordâncias com um sistema de macla ativo; e em (c) células de discordâncias com dois sistemas de maclas ativos.	33

Figura 3.8 Representação esquemática da evolução microestrutural de um aço com 17,1% de manganês deformado em ensaio de tração.	37
Figura 3.9 Micrografias ópticas e eletrônicas de a) AISI 304; b) Fe18Mn; e c) Fe22Mn. À direita, curva de fadiga S-N comparando as três classes, em ensaio realizado à temperatura ambiente.	38
Figura 3.10 Ilustração da rede dos átomos A e B na estrutura tipo C14.	40
Figura 3.11 Em a) Diagrama de fase binário FeMn, incluindo as fases ferrita (α), austenita (γ), α Mn e β Mn. Em b) Região metaestável de miscibilidade magnética da fase CCC.	42
Figura 4.1 Fluxograma dos procedimentos experimentais realizados.	45
Figura 4.2 Representação esquemática da geometria da superfície da amostra nas situações de carga máxima e após a retirada do nanoindentador. Onde, h_c , $h_{m\acute{a}x}$ e h_r são as profundidades de contato, da superfície original na situação de carga máxima e da impressão residual, respectivamente. E h_e é o deslocamento elástico durante a descarga.	50
Figura 5.1 Diagramas obtidos pelo software ThermoCalc® para a liga Fe18Mn3Ti em (a) e Fe18Mn em (b), mostrando a quantidade de fases (mol) pela temperatura (°C).....	52
Figura 5.2 Simulações termodinâmicas realizadas no ThermoCalc® para a energia livre de Gibbs das ligas Fe18Mn3Ti em (a) e Fe18Mn em (b). Em (c) percentual em massa de titânio.	53
Figura 5.3 Microestruturas iniciais das ligas Fe18Mn3Ti em (A e C) e Fe18Mn em (B e D) pela técnica de microscopia óptica, utilizando ataque com reagente Vilella, com diferentes aumentos.....	54
Figura 5.4 Microestruturas iniciais das ligas Fe18Mn3Ti em (A e C) e Fe18Mn em (B e D) pela técnica de microscopia óptica, utilizando ataque com	

reagente Vilella, com ampliação maior, evidenciando principalmente as regiões de transformação de fases.	55
Figura 5.5 Mapeamento de partição do elemento de liga titânio (azul turquesa) ao longo da microestrutura inicial da liga Fe18Mn3Ti em diferentes aumentos. Em (a) e (d) menor ampliação para vista geral; (b) e (e) ampliação intermediária com maior detalhamento das partículas; e (c) e (f) maior ampliação, com região em destaque para o mapeamento de EDS em linha.	56
Figura 5.6 Mapeamento de partição do elemento de liga manganês (vermelho) em (a), (b) e (c), relacionada a região analisada na figura 5.4a, 5.4b e 5.4c, respectivamente. E mapeamento de partição do elemento de liga ferro (verde) em (d), (e) e (f), relacionada a região analisada na figura 5.4a, 5.4b e 5.4c, respectivamente.	57
Figura 5.7 Região analisada do EDS em linha e gráfico de distribuição de elementos de liga da amostra inicial de Fe18Mn3Ti, em região identificada da figura 5.4c.	58
Figura 5.8 Imagens de MEV em diferentes aumentos revelando as características microestruturais iniciais das ligas; em (a) e (c) Fe18Mn3Ti; e em (b) e (d) Fe18Mn.	59
Figura 5.9 Picos de DRX obtidos das amostras iniciais das ligas Fe18Mn3Ti (em azul) e Fe18Mn (em vermelho).	61
Figura 5.10 Mapas de varreduras de EBSD das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn em seu estado inicial. Em (a) mapa de fases da liga Fe18Mn3Ti; (b) mapa de fases da liga Fe18Mn; (azul - austenita, amarelo - martensita ϵ , e vermelho - martensita α'); (c) mapa de orientações Fe18Mn3Ti; (d) mapa de orientações Fe18Mn; (e) mapa de contraste Fe18Mn3Ti; e (f) mapa de contraste Fe18Mn.	62

Figura 5.11 Microestruturas das ligas em (a)Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn; com redução em espessura por laminação de 10% e ataque com reagente Vilella.....	64
Figura 5.12 Microestruturas das ligas em (a)Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn; com redução por laminação de 20% e ataque com reagente Vilella.	65
Figura 5.13 Microestruturas das ligas em (a)Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn; com redução por laminação de 30% e ataque com reagente Vilella,	65
Figura 5.14 Microestruturas das ligas em (a)Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn; com redução por laminação de 40% e ataque com reagente Vilella.	66
Figura 5.15 Microestrutura da liga Fe18Mn3Ti com redução por laminação de 50% e ataque com reagente Vilella, revelando um bandeamento mais pronunciado devido à maior deformação plástica imposta.	67
Figura 5.16 Picos de DRX obtidos das amostras laminadas da liga Fe18Mn3Ti, identificando a fases γ , ϵ e α'	68
Figura 5.17 Picos de DRX obtidos das amostras laminadas da liga Fe18Mn, identificando a fases γ , ϵ e α'	68
Figura 5.18 Gráficos de fração volumétrica das fases presentes nas ligas, identificadas por DRX: em (a) Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn.....	69
Figura 5.19 Valores médios de percentagem de fase magnética de todas as condições das ligas Fe18Mn3Ti em azul, e Fe18Mn em vermelho..	71
Figura 5.20 Micrografias obtidas por MEV para as amostras laminadas de Fe18Mn3Ti. Em (a) 10%; (b) 20%; (c) 30%; (d) 40% e (e) 50% de redução. Revelando a evolução microestrutural com a deformação aplicada.....	72
Figura 5.21 Micrografias obtidas por MEV para as amostras laminadas de Fe18Mn3Ti. Em (a) 10% e (b) 20% de redução. Revelando possíveis sítios de nucleação de martensita α' a partir de grãos austeníticos e regiões com martensita ϵ	74

Figura 5.22 Micrografias obtidas por MEV para as amostras laminadas de Fe18Mn. Em (a) 10%; (b) 20%; (c) 30% e (d) 40% de redução. Revelando a evolução microestrutural de acordo com as transformações de fases associadas a deformação aplicada.75

Figura 5.23 Mapas de EBSD da amostra laminada em 10% de redução da liga Fe18Mn3Ti. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ϵ (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de orientação com todas as fases fixadas; (d) mapa de fase - martensita α' ; (e) mapa de fase - martensita ϵ ; (f) mapa de fase - austenita; (g) mapa de orientação de martensita α' ; (h) mapa de orientação de martensita ϵ ; (i) mapa de orientação de austenita.....77

Figura 5.24 Mapas de EBSD da amostra laminada em 20% de redução da liga Fe18Mn3Ti. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ϵ (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de orientação com todas as fases fixadas; (d) mapa de fase - martensita α' ; (e) mapa de fase - martensita ϵ ; (f) mapa de fase - austenita; (g) mapa de orientação de martensita α' ; (h) mapa de orientação de martensita ϵ ; (i) mapa de orientação de austenita.....78

Figura 5.25 Mapas de EBSD da amostra laminada em 10% de redução da liga Fe18Mn. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ϵ (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de orientação com todas as fases fixadas; (d) mapa de fase – martensita α' ; (e) mapa de fase – martensita ϵ ; (f) mapa de fase - austenita; (g) mapa de orientação de martensita α' ; (h) mapa de orientação de martensita ϵ ; (i) mapa de orientação de austenita.....79

Figura 5.26 Mapas de EBSD da amostra laminada em 20% de redução da liga Fe18Mn. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ϵ (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de orientação com todas as fases fixadas; (d) mapa de fase - martensita α' ; (e) mapa de fase - martensita ϵ ; (f) mapa de fase - austenita; (g)

mapa de orientação de martensita α' ; (h) mapa de orientação de martensita ε ; (i) mapa de orientação de austenita.....80

Figura 5.27 Mapas de EBSD da amostra laminada em 10% de redução da liga Fe18Mn3Ti. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ε (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de fases com destaque para as martensitas e (d) mapa de orientação.81

Figura 5.28 Mapas de EBSD da amostra laminada em 10% de redução da liga Fe18Mn. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ε (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de fases com destaque para as martensitas e (d) mapa de orientação.82

Figura 5.29 Micrografia da liga Fe18Mn3Ti na condição inicial, obtida MET em (a); em (b) e (c) aumentos maiores da região em destaque de (a); em (d) padrão de difração de área selecionada (SAED) para a fase CCC; e em (e) o SAED para a fase HC.84

Figura 5.30 Micrografia da liga Fe18Mn3Ti na condição 10% de laminação, obtida por MET evidenciando uma partícula em (a); em (b) SAED obtida da partícula; em (c) gráfico de EDS em linha (linha azul); em (d) partição dos elementos de liga da análise de EDS na partícula (quadrado em vermelho); e em (e) partição dos elementos de liga da análise de EDS na matriz (quadrado em verde).....85

Figura 5.31 Micrografia da liga Fe18Mn na condição inicial, obtida por MET, com destaque para a região analisada em (a); em (b) e (c) padrões SAED referente a imagem (a); em (d) grãos austenítico em destaque com o padrão SAED em (e); em (f) região evidenciando a presença de macla como sítio de nucleação de martensita α' (CCC); e em (g) emaranhados de discordâncias em destaque.....86

Figura 5.32 Micrografia da liga Fe18Mn na condição 10% de laminação, obtida por MET com campo claro em (a) e campo escuro em (b); em (c) e (d) os padrões SAED obtidos revelando as fases HC e CCC,

respectivamente; e em (e) e (f) regiões em destaque das imagens (a) e (b) respectivamente.....	87
Figura 5.33 Micrografia da liga Fe18Mn na condição 10% de laminação, obtida por MET para em (a) e (b) regiões em destaque das imagens (figura 5.32a) e (figura 5.32b) respectivamente.	88
Figura 5.34 Gráfico de dureza Vickers média das amostras laminadas das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn em comparação com a condição inicial. Em azul, liga Fe18Mn3Ti e em vermelho a liga Fe18Mn.	89
Figura 5.35 Imagens de MO obtidas diretamente no equipamento de nanodureza, identificando as regiões analisadas das amostras laminadas em 10% de redução para em (a) Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn.	90
Figura 5.36 Curvas médias de nanodureza obtidos após 25 medidas em cada condição das ligas (a) Fe18Mn3Ti e (b) Fe18Mn.	91
Figura 5.37 Medidas de nanodureza em determinadas regiões das amostras laminadas em (a) 10% e (c) 40% da liga Fe18Mn3Ti com as curvas de carregamento por deslocamento em (b) e (d) respectivamente, indicando os pop-ins identificados para cada situação.	92
Figura 5.38 Medidas de nanodureza em determinadas regiões das amostras laminadas em (a) 10% e (c) 40% da liga Fe18Mn com as curvas de carregamento por deslocamento em (b) e (d) respectivamente, indicando os pop-ins identificados para cada situação.	93
Figura 5.39 Representação esquemática da evolução microestrutural das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn durante deformação por laminação a frio.	95

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 Valores de EDE (mJ/m^2) associados aos respectivos mecanismos predominantes de deformação em cada situação.	29
Tabela 3.2 Dureza (HV), limite de escoamento, limite de resistência à tração e alongamento total de dois aços TWIP/TRIP alto manganês, inicial e após redução de 60% por laminação.....	36
Tabela 4.1 Composições químicas analisadas das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn (% em peso).	44
Tabela 4.2 Parâmetros e valores utilizados para cálculo teórico da EDE com base nas simulações termodinâmicas com o ThermoCalc®.....	46
Tabela 5.1 Fração volumétrica das três fases identificadas pelo DRX, com ajuste de curvas Pseudo-Voigt, na condição inicial das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn.	61
Tabela 5.2 Dados retirados do programa Highscore após ajustes dos resultados de DRX, para criação da base de dados no EBSD.....	63
Tabela 5.3 Valores de fração volumétrica de fases presentes, obtidos pela análise por DRX com ajuste de curvas Pseudo-Voigt, das amostras laminadas das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn.....	69

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AHSS	<i>Advanced High Strenght Steel</i>
CCC	Cúbica de corpo centrado
CFC	Cúbica de face Centrada
DRX	Difração de raios-X
EBSD	Difração de Elétrons Retroespalhados
EDS	Espectrometria de dispersão de energia
EDE	Energia de defeito de Empilhamento
HC	Hexagonal compacta
MBIP	<i>Micro Band Induced Plasticity</i>
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Ótica
OES	<i>Optical Emission Spectrometer</i>
PSN	<i>Particle Stimulated Nucleation</i>
SBIP	<i>Shear Band Induced Plasticity</i>
SIMT	<i>Strain Induced Martensite Transformation</i>
TRIP	<i>Transformation Induced Plasticity</i>
TWIP	<i>Twinning Induced Plasticity</i>
α'	Martensita alpha
γ	Austenita
ε	Martensita épsilon

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	OBJETIVOS	21
2.1	OBJETIVO GERAL.....	21
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
3	REVISÃO DA LITERATURA	22
3.1	DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA FeMn.....	22
3.1.1	Diagrama de fases FeMnTi	23
3.2	AÇOS DE ALTO TEOR DE MANGANÊS.....	28
3.2.1	Transformação martensítica (TRIP).....	30
3.2.2	Maclação mecânica (TWIP).....	33
3.2.3	Propriedades mecânicas e evolução microestrutural	35
3.3	CÁLCULO TERMODINÂMICO COMPUTACIONAL - Thermo-Calc®	39
3.4	FASES PRECIPITADAS NA LIGA Fe ₁₈ Mn ₃ Ti	40
3.4.1	Precipitados C ₁₄ Laves.....	40
3.4.2	Fase α Mn	41
4	MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	44
4.1	MATERIAIS	44
4.2	MÉTODOS EXPERIMENTAIS	44
4.2.1	Termodinâmica computacional.....	45
4.2.2	Laminação à frio	46
4.2.3	Preparação metalográfica.....	47
4.2.4	Microscopia óptica (MO).....	47
4.2.5	Difração de raios X (DRX)	48
4.2.6	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Difração de elétrons retroespalhados (EBSD).....	49
4.2.7	Microscopia eletrônica de transmissão (MET).....	49

4.2.8	Ensaio de dureza.....	49
4.2.9	Ensaio de nanodureza.....	50
4.2.10	Ensaio de ferritoscopia	51
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	52
5.1	SIMULAÇÃO TERMODINÂMICA NO SOFTWARE ThermoCalc®	52
5.2	CARACTERIZAÇÃO INICIAL DO MATERIAL COMO RECEBIDO	54
5.3	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL APÓS LAMINAÇÃO A FRIO DAS LIGAS Fe ₁₈ Mn ₃ Ti e Fe ₁₈ Mn.....	64
5.3.1	Análises de microscopia óptica	64
5.3.2	Análises por DRX	67
5.3.3	Análise de ferritoscopia	70
5.3.4	Análises por MEV e EBSD	71
5.3.5	Análises por MET	83
5.3.6	Análise de dureza e nanodureza	88
5.3.7	Representação esquemática proposta para a sequência de transformação de fases das ligas Fe ₁₈ Mn ₃ Ti e Fe ₁₈ Mn.....	94
6	CONCLUSÕES.....	96
	REFERÊNCIAS.....	98

1 INTRODUÇÃO

Este trabalho tem como proposta estudar a evolução microestrutural da liga Fe18Mn3Ti durante a deformação plástica, com ênfase nas transformações de fases, bem como o efeito da presença de partículas intermetálicas no processo de deformação. Com isso, busca-se o aprofundamento do entendimento da metalurgia física e, futuramente, contribuir para o desenvolvimento de novas alternativas de aplicação deste material juntamente com os outros aços avançados de alta resistência mecânica (AHSS - *Advanced High Strength Steel*), aliando elevada resistência mecânica e tenacidade.

O aço manganês austenítico original, contendo cerca de 1,2% em peso de carbono e 12% em peso de manganês, foi desenvolvido por Sir Robert Hadfield, em 1882, conciliando alta tenacidade e ductilidade com alta capacidade de endurecimento em trabalho e boa resistência ao desgaste. Com isso, as ligas com alto teor de manganês surgiram como alternativa devido ao seu menor custo, podendo ser de 4 a 10 vezes menor, em relação aos aços que utilizam o níquel como elemento de liga, onde o manganês substitui o níquel como elemento estabilizador da austenita, contribuindo para a tenacidade do material (Lima, 2016; Ding, 2011).

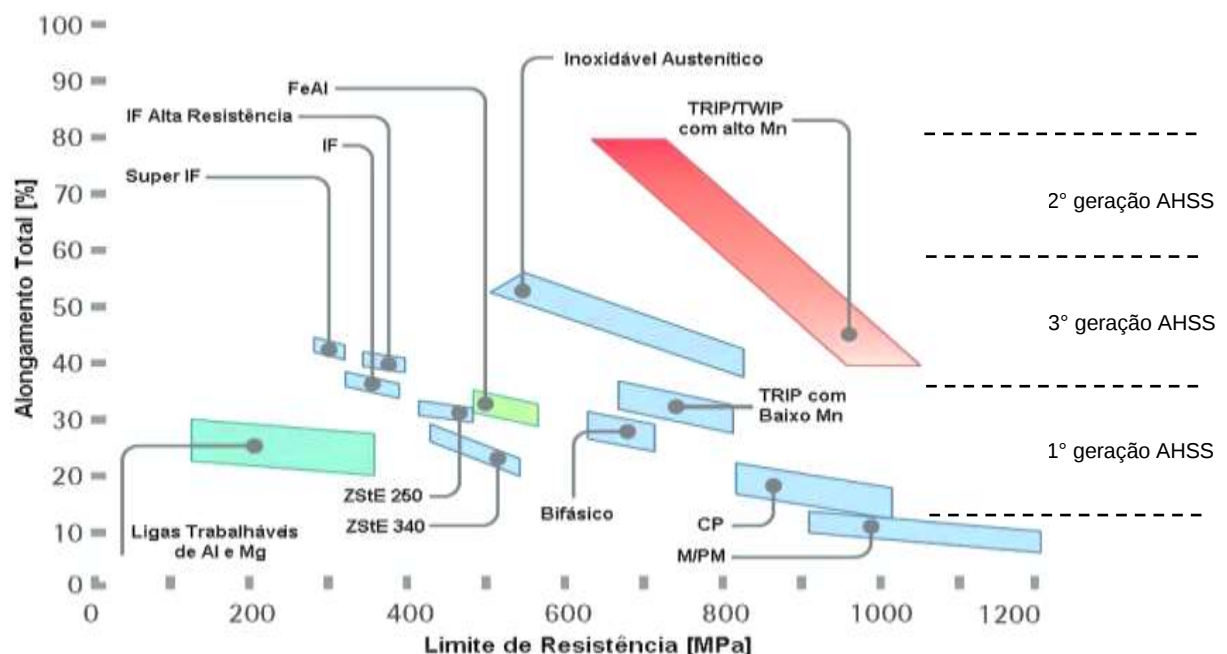
As ligas FeMn com elevados teores de manganês, entre 15% e 30%, representam um desenvolvimento crescente de aços austeníticos, que, por meio dos seus mecanismos de deformação, que variam entre a transformação martensítica induzida por deformação (TRIP - *Transformation Induced Plasticity*), a maclação mecânica (TWIP - *Twinning Induced Plasticity*) ou bandas de cisalhamento (SBIP/MBIP - *Shear Band ou Micro Band Induced Plasticity*), tornam-se aplicáveis nos mais diferentes segmentos da indústria, como em automóveis e também em aplicações estruturais. (Ribamar, 2018; Cooman, 2017; Raabe et al., 2020).

Nestes aços, durante a deformação, irá ocorrer transformação martensítica, formação de maclas, bandas de cisalhamento ou micro bandas a partir da austenita, dependendo de fatores tais como a temperatura, composição química e energia de defeito de empilhamento (EDE). Os efeitos TRIP e TWIP, podem coexistir num mesmo material, devido a austenita metaestável termodinamicamente, contribuindo simultaneamente para o aumento da resistência mecânica como também no aumento da plasticidade do material. No entanto, com o aumento do teor de manganês o efeito

TWIP tende a ser mais dominante. A estabilidade da austenita pode ser descrita em termos de EDE, a qual é um parâmetro importante para determinar qual tipo de mecanismo estará predominantemente atuando durante a deformação do material, tornando-se um conceito chave para o desenvolvimento de AHSS que pode ser efetivamente utilizado para prever o comportamento mecânico de diferentes variantes do aço (Avery, 2004; Sato; Soma; Mori, 1982; Ding et al., 2011; Curtze; Kuokkala, 2010; Raabe et al., 2020).

Na figura 1.1 são comparadas as características de resistência mecânica e ductilidade entre aços avançados de alta resistência (AHSS). Nota-se que com o aumento do nível de resistência mecânica ocorre a redução do seu alongamento total. Também, observa-se que os aços TRIP/TWIP com alto teor de manganês ocupam uma posição de destaque (cor vermelha) em relação as demais ligas em comparação.

Figura 1.1 Relação entre limite de resistência mecânica e alongamento total entre aços avançados de alta resistência (AHSS) de 1°, 2° e 3° geração.



Fonte: Adaptado de (SCHORÖDER, 2004).

Como visto na figura 1.1, a primeira geração dos AHSS engloba os aços bifásicos (DP), de plasticidade induzida por deformação (TRIP) com baixo manganês, de fases complexas (CP) e os martensíticos (M/PM). Normalmente, estes aços possuem valores de limite de escoamento superiores a 600 MPa e alongamento próximo aos 20%. A segunda geração de AHSS engloba aços TRIP e TWIP com elevados teores de manganês, os quais possuem valores superiores a 700 MPa de limite de escoamento, com um alongamento médio de 50%; porém apresentam um

custo elevado de produção, por conta da grande quantidade de elementos de liga. Já para a terceira geração de AHSS tem-se os aços TRIP/TWIP com teores de manganês entre 15 e 30% em peso, com composição enxuta, ou seja, com pequenas adições de elementos de liga buscando associar elevado limite de escoamento e alongamento com a transformação martensítica induzida por deformação e também a presença de nanoprecipitados dispersos na microestrutura.

Levando em consideração a contínua evolução tecnológica dos materiais, juntamente com a busca pelo desenvolvimento de ligas com baixo custo, a aplicabilidade de aços com alto teor de manganês tem ganhado destaque. Outro fator importante é a questão estratégica que esses aços fornecem, uma vez que o Brasil é um dos maiores produtores mundiais de manganês.

Alguns exemplos são a utilização de chapas grossas na construção civil, onde precisam apresentar elevada resistência mecânica para viabilizar a construção de edificações cada vez maiores, aços para construção naval que buscam uma boa soldabilidade, tubos para indústria petroquímica com uma combinação de resistência mecânica e tenacidade para minimizar riscos de rompimentos, e na indústria automobilística, setor com alto índice de utilização destes materiais, principalmente na estampagem de peças estruturais, que requerem alta tenacidade e capacidade de absorção de energia (Gorni, 2008). Devido à baixa comercialização, o estudo em escala laboratorial destes materiais torna-se necessário, como nos últimos 15 anos, onde pesquisas sobre as propriedades e processamento de aços alto manganês com efeito TWIP/TRIP vem ganhando espaço (Raabe et al., 2008; Mi et al., 2009).

A liga Fe18Mn3Ti é susceptível à decomposição de fase homogênea e assistida por segregação, composta pelos três metais de transição mais abundantes. Essa composição caracteriza-se por apresentar instabilidade contra as flutuações de composição em temperatura de envelhecimento em torno de 450°C, a qual é conhecida devido a simulações de ThermoCalc® e associando a energia de Gibbs dos elementos (Kwiatkowski da Silva et al., 2022)

Com isso, têm-se o conhecimento de quando uma fase é estável contra flutuações de composição que sofrem alterações na função de estabilidade, chamada de decomposição espinodal. Estas flutuações agem como precursoras para nucleação de uma inesperada fase nano precipitada α Mn, a qual diminui a mobilidade de discordâncias na matriz. A adição de titânio como elemento de liga permite que ocorra transformação de austenita para martensita α' (CCC) durante a têmpera e

laminação a frio, evitando uma alta fração de austenita retida e martensita ε (HC) depois da laminação, além de estabilizar os precipitados de segunda fase α -Mn (Walnsch et al., 2020; Paduani et al., 1991; Kwiatkowski da Silva et al., 2022).

Considerando os pontos citados, o estudo de aços de terceira geração com alto teor de manganês, como o caso da ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn, têm atraído notável atenção, principalmente pelo fato de utilizar apenas três elementos principais em sua composição química para obtenção de um bom equilíbrio entre limite de resistência e tenacidade, superando a ductilidade dos aços de primeira geração a um custo menor do que o dos aços de segunda geração.

Para prever as características microestruturais do material, o qual foi desenvolvido pelo *Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH* na Alemanha, realizou-se um estudo com o software ThermoCalc®, seguindo para análises em microscopia óptica e eletrônica (MO, MEV e MET), espectroscopia de dispersão de energia (EDS), difração de raios X (DRX), ferritoscopia, difração de elétrons retroespalhados (EBSD), e por fim, análises de dureza Vickers por micro e nanoindentação.

O estudo de um material inovador alternativo aos aços maraging tradicionais de alto custo de produção, com poucos estudos na literatura científica, oferece contribuição significativa da tese para o entendimento dos mecanismos de transformação martensítica, em função dos valores de EDE, com implicações potenciais para aplicação prática e o desenvolvimento de novas ligas.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Estudar a transformação martensítica de uma liga Fe18Mn3Ti, em comparação com a liga Fe18Mn, ambas processadas por laminação a frio.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

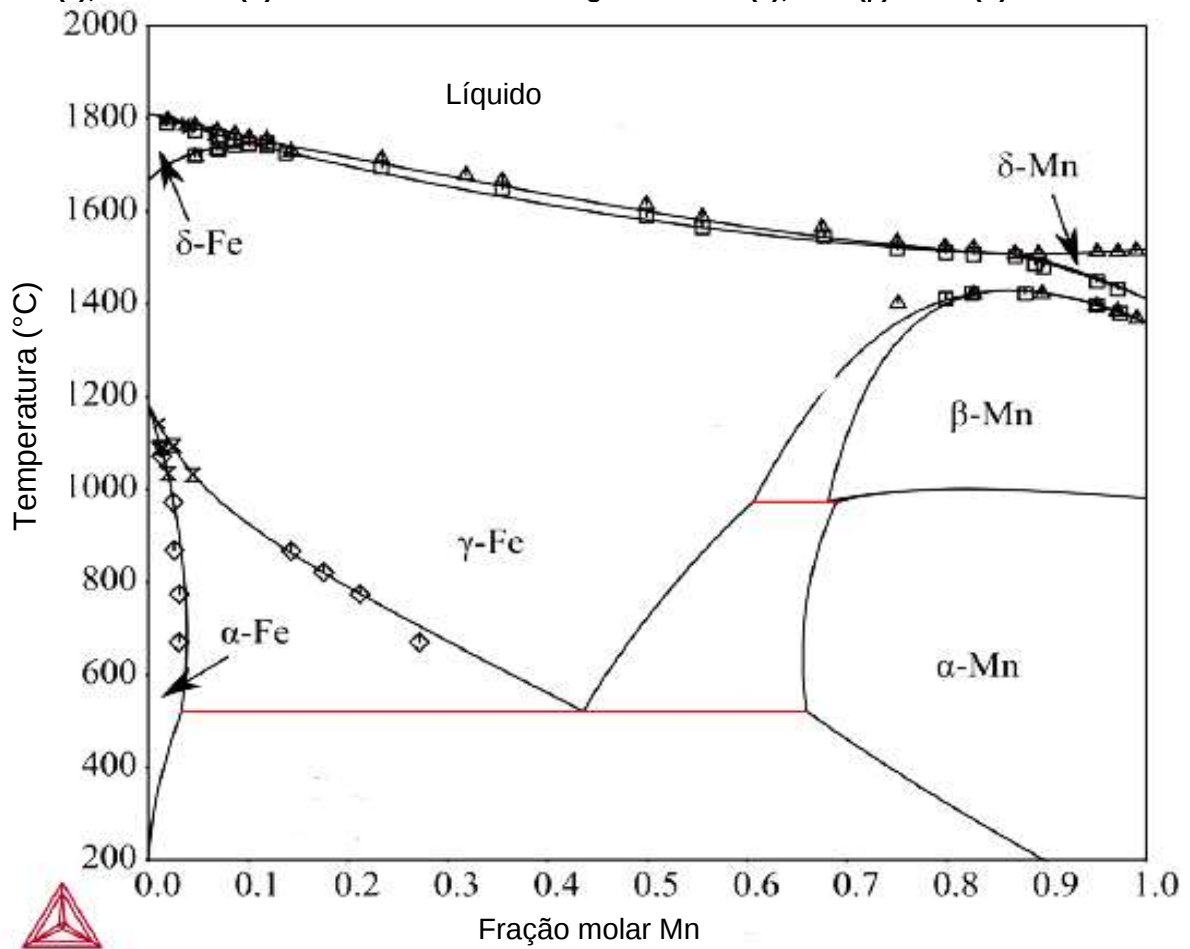
- 1) Analisar a correlação entre os valores de EDE das ligas, determinadas experimentalmente, e os mecanismos de transformação de fases.
- 2) Avaliar o efeito da presença de partículas de segunda fase na microestrutura austenítica da liga Fe18Mn3Ti na transformação martensítica.
- 3) Analisar a influência do titânio na microestrutura inicial da liga Fe18Mn3Ti e na sua evolução microestrutural durante deformação plástica.
- 4) Avaliar regiões preferenciais de nucleação de martensita α' e ε na microestrutura das ligas.
- 5) Propor uma representação esquemática indicando os locais preferenciais para nucleação e possíveis sequências de transformação martensítica em ambas as ligas.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA FeMn

A compreensão do sistema binário FeMn é fundamental para o entendimento do comportamento dos aços manganês austeníticos, bem como a liga FeMnTi. Na figura 3.1 é mostrado o sistema FeMn e como o manganês influencia nas linhas do diagrama, permitindo uma microestrutura austenítica em temperaturas menores. Nota-se as áreas de estabilidade das fases austenita (γ), ferrita delta (δ), ferrita alfa (α) e as fases ricas em manganês: delta (δ), beta (β) e alfa (α); também é observado uma reação eutetóide a aproximadamente 530°C, onde transforma-se a austenita em ferrita (α) e na fase α rica em manganês.

Figura 3.1 Digrama de fases em equilíbrio FeMn, com estabilidade das fases austenita (γ), ferrita delta (δ), ferrita alfa (α) e as fases ricas em manganês: delta (δ), beta (β) e alfa (α).



Fonte: (Adaptado de Zhang et al., 2021).

Observa-se no diagrama, o aumento do teor de manganês expande significativamente o campo da fase austenita (γ -CFC). Com o aumento da temperatura

a ferrita (α -CCC) tem sua formação suprimida, indicando que as ligas com quantidades superiores a aproximadamente 12% em peso de manganês podem exibir uma microestrutura austenítica em altas temperaturas (Sutton, 2013).

Uma das características metalúrgicas das ligas de aço alto manganês é a presença de fases metaestáveis como a martensita ε e α' . Elas são formadas a partir de condições de resfriamento fora do equilíbrio a partir da fase austenítica e por deformação, sendo α' estrutura CCC ou tetragonal de corpo centrado (TCC) e martensita ε estrutura hexagonal compacta (HC) (Lima, 2018).

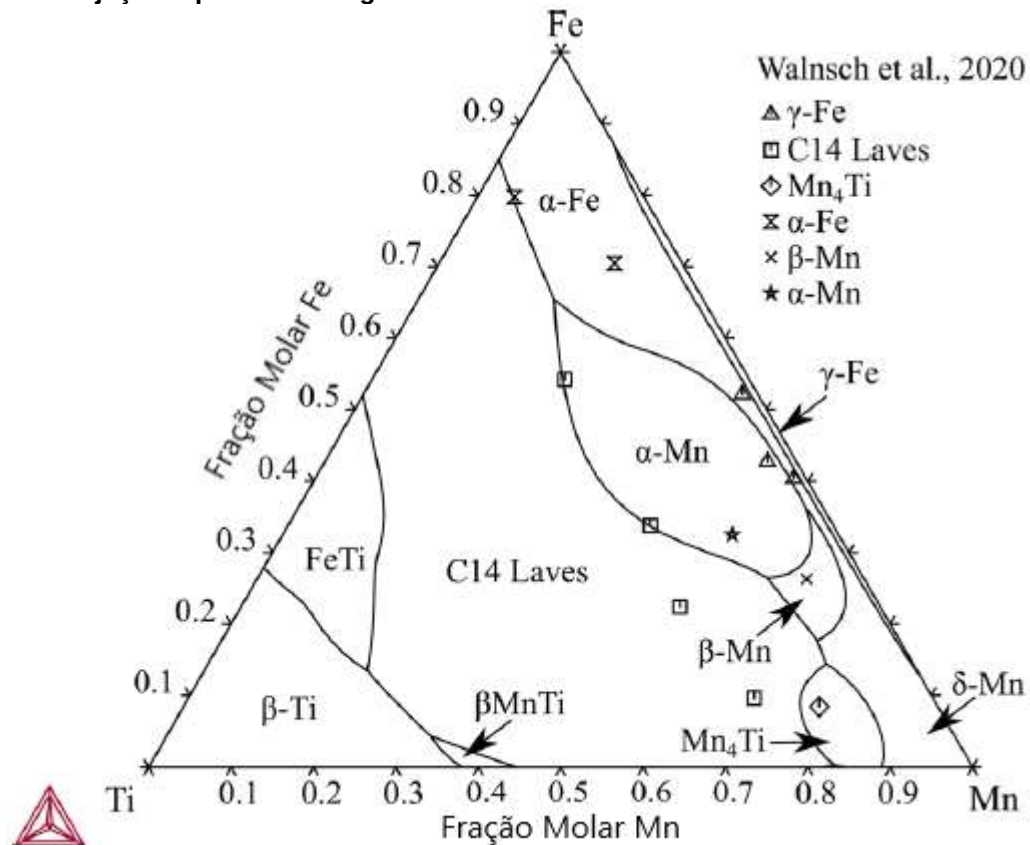
A formação destas martensitas pode ocorrer de duas maneiras: de uma reação direta da austenita $\gamma \rightarrow \alpha'$, onde têm-se a necessidade de deformação plástica mais severa; ou pode ser $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, onde a martensita ε é formada a partir de uma falha de empilhamento da fase CFC. A formação de um núcleo HC em uma rede CFC (sequência ABCABC), baseado no deslizamento de discordâncias, ocorre quando uma discordância passa entre os planos C e A em um material CFC, deslocando o empilhamento de forma que o plano A toma a posição original B, o B do C, e assim por diante (Bhadeshia; Honeycombe, 2006; Bracke; Kestens; Penning, 2007; Choi et al., 2011;).

3.1.1 Diagrama de fases FeMnTi

Baseado nos sistemas binários FeMn, FeTi e MnTi, na figura 3.2 é mostrado o diagrama ternário FeMnTi. Como os próprios autores mencionam em seu trabalho (Zhang et al., 2021), não existe até o momento uma avaliação termodinâmica completa do sistema FeMnTi, tornando-se muito difícil prever o equilíbrio de fases por meio dos cálculos termodinâmicos.

O titânio, em diferentes porcentagens, pode proporcionar uma redução do teor de carbono na austenita, resultando na formação de carbonetos estáveis, os quais apresentam dureza elevada e estabilidade termodinâmica. Nos aços austeníticos com alto teor de manganês pode ocorrer corrosão intergranular devido à precipitação de carbonetos, porém um dos modos de evitar esse processo é justamente com a adição de titânio, o qual fixa o carbono na forma de carboneto de titânio. Ele também permite que ocorra transformação de austenita para martensita α' (CCC) durante a têmpera e deformação a frio, controlando a formação de martensita ε (HC) (Silva, 2004; Kwiatkowski da Silva et al., 2022).

Figura 3.2 Projeção liquidus do diagrama de fases do sistema FeMnTi.

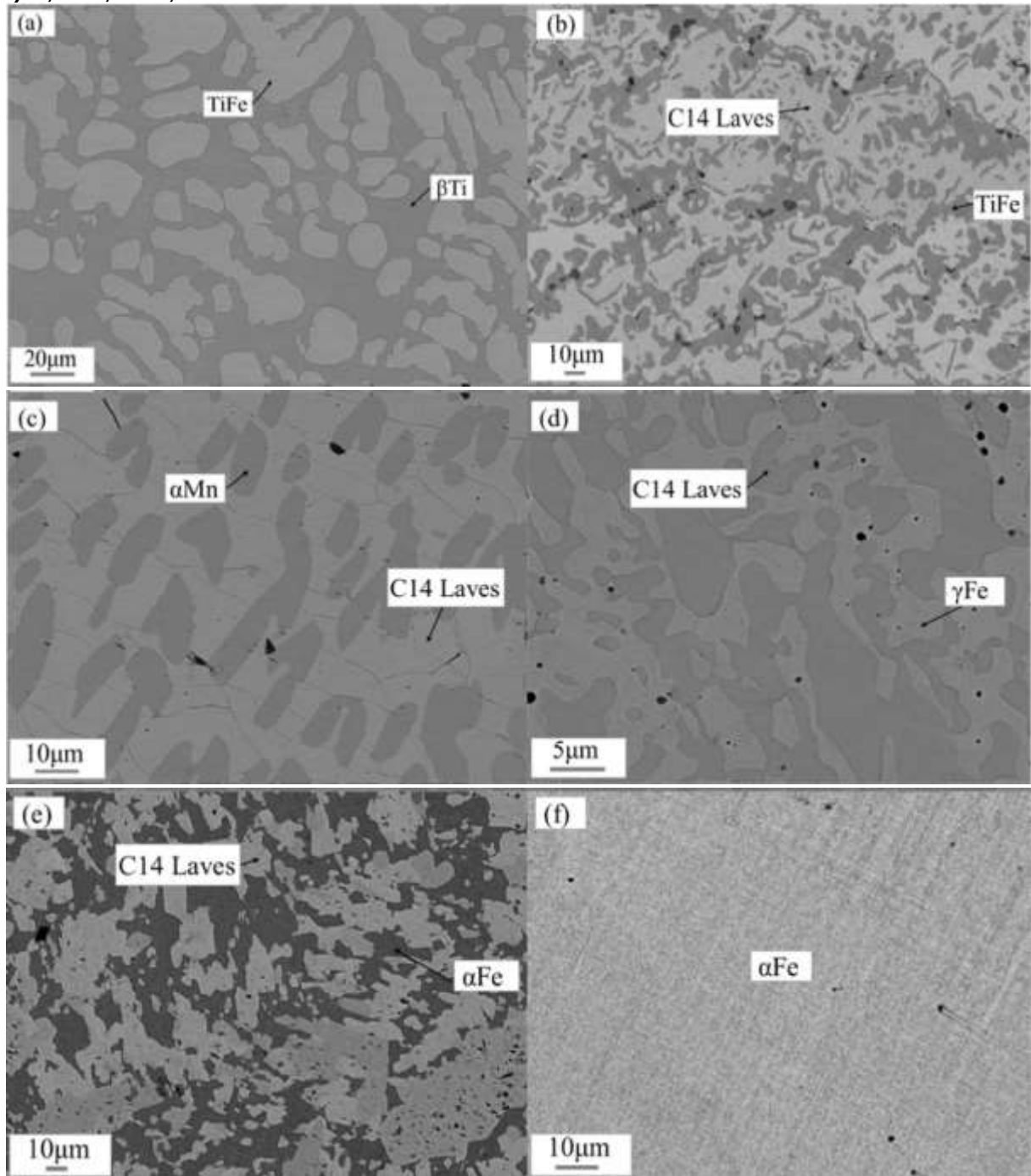


Fonte: (Adaptado de Walnsch et al., 2020)

Na figura 3.2 é apresentada a projeção liquidus prevista para o sistema FeMnTi, bem como os dados experimentais sobre as informações da fase primária. A fase C14 Laves tem a maior região de solidificação primária na região do lado do TiFe para região do TiMn. A cristalização primária da fase TiFe se estende até cerca de 20% Mn (Zhang et al., 2021).

De acordo com Zhang et al. (2021), a otimização para obter o diagrama ternário começou com os parâmetros para as fases CCC, FeTi e C14 Laves com base nos dados experimentais na região rica em Ti. Em seguida, os parâmetros das fases α -Mn e β -Mn foram ajustados para descrever sua alta estabilidade no sistema ternário. Posteriormente, os equilíbrios experimentais entre α -Mn, β -Mn, CFC e Mn_4Ti foram reproduzidos por meio da otimização dos parâmetros para as quatro fases. Por fim, os parâmetros para a fase líquida foram ajustados e projetados na região FeMn (Walnsch et al., 2020; Ivanchenko et al., 2008), alterando-se os valores para as fases sólidas de tempos em tempos. Na figura 3.3 é revelada a microestrutura, e a presença dessas fases, para diferentes composições químicas de FeMnTi após recozimento a 1000°C durante 480 horas.

Figura 3.3 Micrografias de MEV de ligas FeMnTi em diferentes composições: a) 30Fe6,5Mn63,5Ti; b) 40Fe18,5Mn41,5Ti; c) 59Fe25Mn16Ti; d) 69Fe15Mn16Ti; e) 85,4Fe5,4Mn9,2Ti; e f) 94,2Fe1,6Mn4,2Ti.



Fonte: (Zheng et al., 2021).

Nota-se em a) que as regiões cinza claro e escuro correspondem a fase TiFe e βTi, respectivamente. Em b) as fases TiFe e C14 Laves estão localizadas em regiões bifásicas, de acordo com as composições medidas. Em c) uma estrutura bifásica C14 Laves+αMn é observada; já em d) C14 Laves+γFe. De acordo com análises de EPMA (*Electron Probe Microanalysis*) a solubilidade do Ti em γFe é de aproximadamente

3%. Em e) nota-se uma região bifásica C14 Laves+ α Fe, enquanto em f) têm-se uma região monofásica de α Fe, uma vez que a solubilidade de Mn na fase α Fe é inferior a 2% (Zheng et al., 2021).

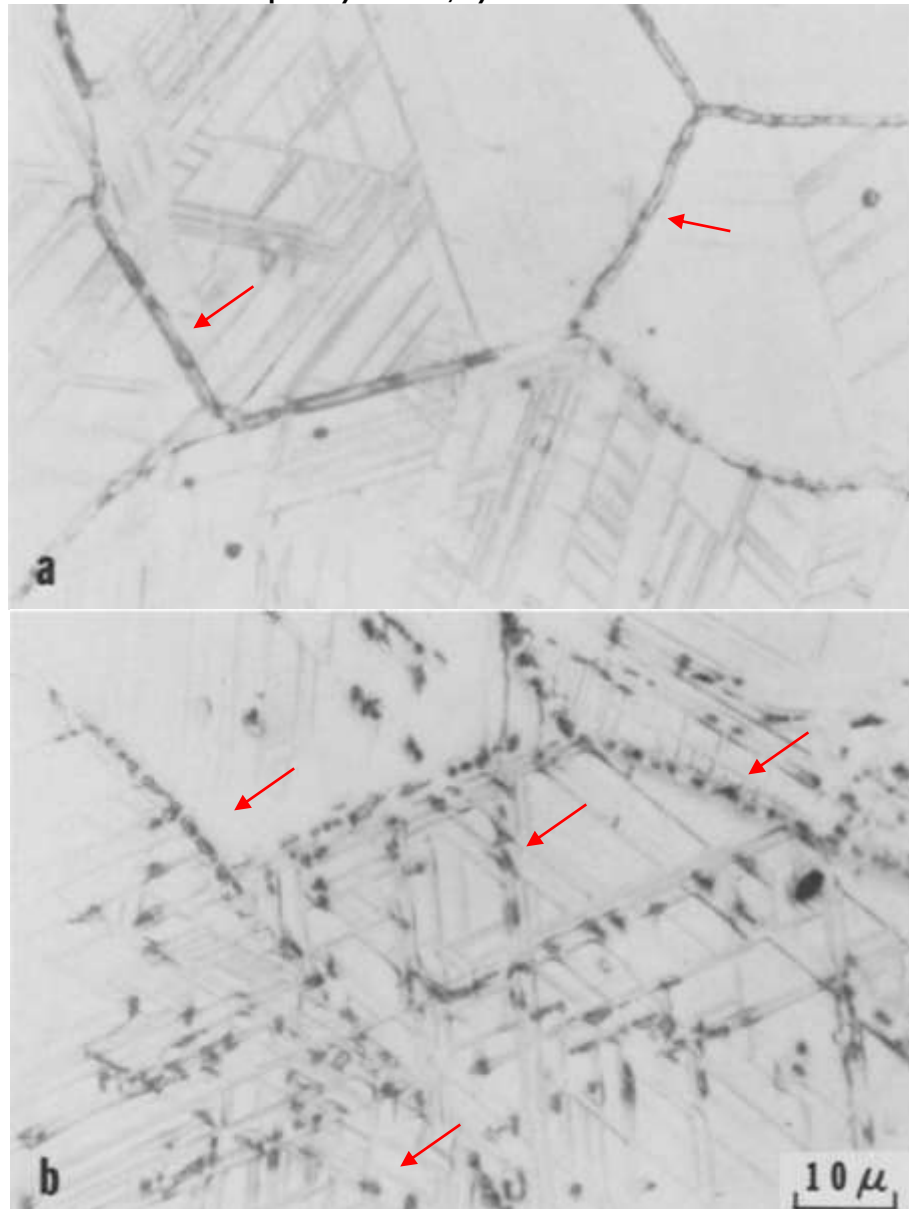
Essas ligas com teores de manganês acima de 15% podem apresentar carbonetos e fase β Mn nas suas microestruturas, dependendo da composição química e condição de tratamento térmico. Depois que os carbonetos são precipitados na austenita inicial, a formação de β Mn ocorre pelo tratamento de superenvelhecimento. Pelos estudos existentes, a fase β Mn pode deteriorar as propriedades mecânicas das ligas alto manganês, causando fraturas frágeis e redução da energia de impacto; por isso o conhecimento sobre a formação e crescimento desta fase é importante e também seu comportamento quando adicionado um elemento de liga, como por exemplo alumínio, silício, titânio, entre outros (Lee et al., 2016; Howell et al., 2009; Chao; Liu, 2002).

Essa formação depende, além da composição química, da temperatura e tempo de tratamento térmico, onde têm-se uma variação nas propriedades de acordo com as diferentes rotas de tratamento térmico. A fase β Mn é considerada umas das principais responsáveis pela perda de ductilidade destas ligas (Lee et al., 2016).

Contudo, em ligas de FeMn com alto teor de manganês (>15%), a introdução de uma estrutura de discordâncias e interfaces (criadas pela transformação martensítica) por meio de trabalho mecânico é dificultada devido à instabilidade da austenita. Na deformação, uma austenita com alto teor de manganês pode sofrer transformações induzidas mecanicamente, para uma martensita ϵ ou α' . Com a adição de titânio, a quantidade de martensita ϵ diminui de forma acentuada e mais austenita fica retida à temperatura ambiente (Chang; Morris Jr, 1979; Barnartt et al., 1963).

A influência do titânio na transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$ ainda não é bem compreendida, porém estudos sugerem que adições de titânio podem reduzir a EDE de algumas ligas austeníticas de FeNiCr, o que deveria promover a formação de martensita ϵ . Pode-se dizer que o titânio estabiliza a austenita em ligas FeMn (Chang; Morris Jr, 1979; Barnartt et al., 1963; Kwiatkowski da Silva et al., 2022). Na figura 3.4 é mostrada a precipitação de fase de Laves em uma liga Fe20Mn2Ti envelhecida à 800°C em diferentes tempos.

Figura 3.4 Precipitação de fase de Laves (indicadas pelas setas em vermelho) em uma liga Fe20Mn2Ti envelhecida à 800°C por: a) 2 horas; b) 48 horas.



Fonte: (Chang; Morris Jr, 1979).

Nota-se que no envelhecimento, os precipitados de Laves nucleiam-se primeiramente nos contornos de grão (figura 3.4a) e crescem continuamente até que uma nova estrutura seja formada. À medida que o tempo de envelhecimento aumenta, a precipitação intergranular começa a ficar mais pronunciada, o que causa também uma elevação na dureza do material. Esses precipitados intergranulares formam-se preferencialmente ao longo de planos paralelos a γ - ϵ -contorno de grão, e por fim perdem o aspecto contínuo e adotam um formato circular, conforme indicado na figura 3.4b. Uma alta densidade de defeitos no interior dos grãos, introduzidos pela

transformação γ - ϵ também pode servir como sítios de nucleação. (Chang, Morris Jr., 1979).

3.2 AÇOS DE ALTO TEOR DE MANGANÊS

O manganês é o elemento químico que está presente em todos os aços, devido à sua utilização como desoxidante e dessulfurante, mas também muito importante na composição de aços avançados de alta resistência mecânica (AHSS). Em aspectos gerais, ele contribui para:

- Aumento da estabilidade da austenita;
- Aumento da temperabilidade;
- Age no refino de grão, diminuindo a temperatura de transição dúctil-frágil (Beidokhti; Dolati; Koubaki, 2009; Chiaverini, 2008);
- Reduz a taxa de difusão na austenita e a segregação nas interfaces (Dmitrieva, 2011).

O desenvolvimento de aços com elevado teor de manganês vêm ganhando espaço cada vez mais e com isso mais classificações vão surgindo para essa classe. De maneira geral, apresentam em sua composição 12-30% de manganês e são classificados de acordo com o mecanismo de deformação predominante, podendo ser TRIP (*Transformation Induced Plasticity*), TWIP (*Twinning Induced Plasticity*) e SBIP/MBIP (*Shear Band ou Micro Band Induced Plasticity*).

Ou seja, quando submetidos à deformação, ocorrerá nestes aços transformação martensítica, formação de maclas, bandas de cisalhamento ou micro bandas a partir da austenita, sendo influenciados pela temperatura e composição química (Ribamar, 2018; Cooman, 2017).

A energia de defeito de empilhamento (EDE) também está relacionada com estes mecanismos, controlando de certa forma a facilidade com que as discordâncias realizam escorregamento com desvio. Baixas EDE ($<20\text{mJ/m}^2$) favorecem a reação $\gamma \rightarrow \epsilon$, enquanto EDE maiores ($>20\text{mJ/m}^2$) inibem essa transformação indireta (Sato; Soma; Mori, 1982).

A presença de outros elementos de liga no aço também pode alterar a EDE e, conseqüentemente, as propriedades do material e o mecanismo de deformação atuante. Por exemplo, quando adicionado alumínio ao aço manganês a EDE aumenta, dificultando a transformação martensítica. Por outro lado, ao adicionar silício ocorre

uma diminuição da EDE, ocasionando efeito contrário ao alumínio. O efeito TRIP em aços manganês eleva não só o expoente de encruamento, o qual atinge valores próximos a 0,8, como também o limite de resistência, podendo chegar a 1100 MPa. O alongamento total pode chegar a até 55%. Já em aços TWIP seu alongamento total é elevado, podendo chegar em torno de 95% (Gorni, 2008).

Em materiais com EDE abaixo de 20 mJ/m² ocorre a formação de martensita por deformação (TRIP) predominantemente, e em materiais com EDE acima deste valor a maclação mecânica é favorecida. O aumento da fração volumétrica de maclas gera obstáculos para o movimento de discordâncias, progredindo para um rápido encruamento do material (TWIP). Este último ocorre apenas em uma austenita de maior estabilidade, onde a energia livre de Gibbs de uma reação martensítica é positiva (110 J/mol a 250 J/mol) e a EDE é aproximadamente 25 mJ/m². (Spindola; Gonzalez; Santos, 2010; Steinmetz et al., 2013). A tabela 3.1, mostra a relação entre os mecanismos de deformação e os respectivos valores de EDE em que são predominantes.

Tabela 3.1 Valores de EDE (mJ/m²) associados aos respectivos mecanismos predominantes de deformação em cada situação.

Mecanismo de deformação	EDE (mJ/m²)
TRIP	<22
TWIP	18-50
MBIP	>90

Fonte: (Raabe et al., 2014; Gutierrez; Raabe, 2011; Pierce et al., 2014)

Em um intervalo de EDE entre 18-22 mJ/m², podem ocorrer os efeitos TRIP e TWIP simultaneamente (Ding et al., 2011; Eskandari et al., 2014). Estas características microestruturais (placas de martensita ε e α , maclas de deformação e microbandas) conduzem a uma variedade notável de fenômenos de endurecimento por deformação, uma vez que todos eles atuam como obstáculos eficazes para o deslizamento de discordâncias. Para que os materiais com baixa EDE possuam propriedades semelhantes aos aços TWIP é requerido uma microestrutura de grãos finos obtidos pelos processos de laminação e recristalização, permitindo aumentar simultaneamente a resistência mecânica e a tenacidade do material devido a

estabilidade da austenita retida. (Bhadeshia, 2002; Chatterjee; Bhadeshia, 2006; Raabe et al., 2014).

3.2.1 Transformação martensítica (TRIP)

A transformação martensítica pode ocorrer de maneira praticamente instantânea, por mudanças na temperatura a partir do resfriamento brusco da fase austenítica, no processo de têmpera de alguns aços que possuem composição química suscetível a este fenômeno e também durante deformação mecânica, levando a uma mudança de estrutura cristalina (Cherkaoui et al., 1998). Caracteriza-se por ser uma transformação no estado sólido, não difusional e que ocorre de maneira ordenada, por meio de movimentos coordenados e cooperativos onde átomos se movem em distâncias menores que o parâmetro de rede, resultando em uma microestrutura com alta resistência mecânica e com uma grande densidade de discordâncias (Otsuka; Wayman, 1998; Aguiar, 2012).

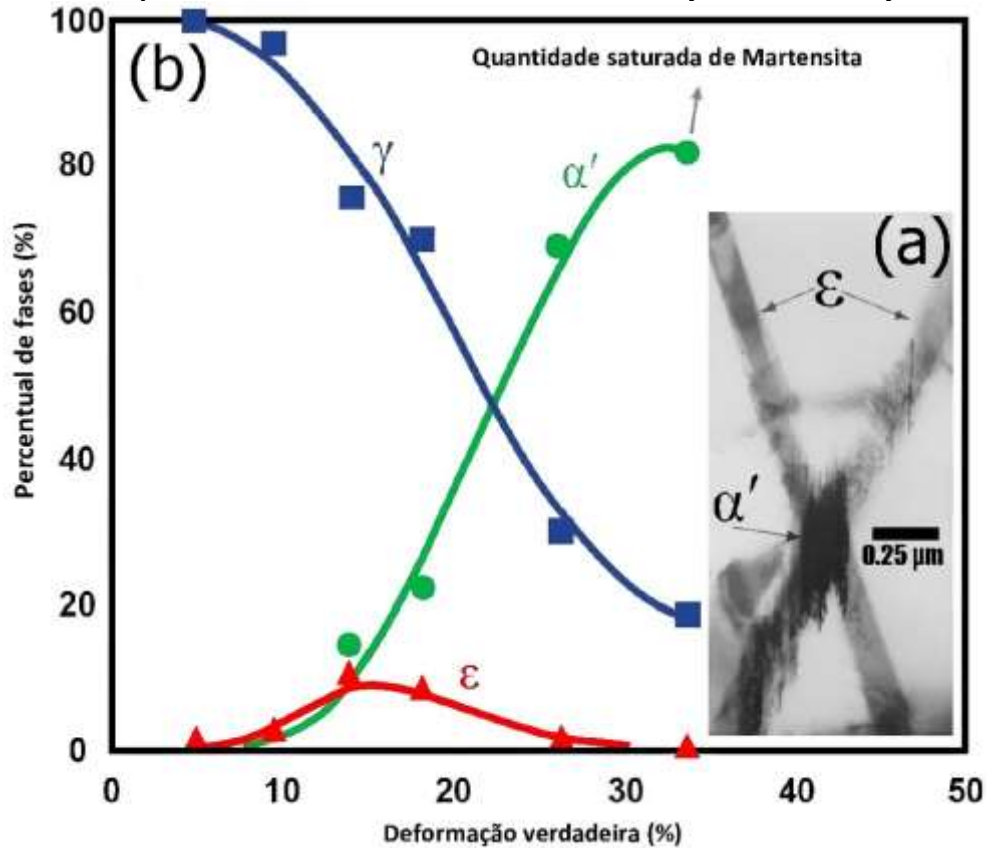
As duas sequências de transformações mais comuns são $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ e $\gamma \rightarrow \alpha'$, onde γ é austenita (CFC), ε é a martensita (HC) intermediária gerada no resfriamento e nos primeiros estágios da deformação, e α' é martensita ferromagnética (CCC) associada aos processos de deformação mecânica. As interações entre martensita ε , maclas de deformação, bandas de cisalhamento e contornos de grão são possíveis sítios de nucleação para formação de martensita α' (Smaga et al., 2008).

A quantidade, distribuição e a morfologia das martensitas ε e α' também alteram a conformabilidade dos aços austeníticos. A transformação martensítica $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ é mais observada, onde a martensita α' nucleia da fase ε , sendo α' termodinamicamente mais estável. Para a reação direta $\gamma \rightarrow \alpha'$, a martensita α' nucleia da austenita. A quantidade de ε aumenta com o aumento do grau de deformação e também se forma em baixas temperaturas na ausência de deformação plástica, enquanto que para α' uma deformação plástica é necessária. (De Cooman, 2012; Talonen et al., 2005).

A formação de maclas e martensita ε são mecanismos competitivos e influenciados pela EDE. O aparecimento de martensita α' governa o alongamento uniforme, afetando a taxa de encruamento. A figura 3.5a revela a formação de martensita α' em uma intersecção de duas martensita ε , um dos possíveis sítios de nucleação da martensita CCC (Bracke; Kestens; Penning, 2007). Na figura 3.5b o

comportamento do percentual de fases de acordo com a deformação aplicada no material.

Figura 3.5 Em (a) formação de martensita α' em uma intersecção de duas martensita ε ; e em (b) comportamento do percentual de fases de acordo com a evolução da deformação verdadeira.

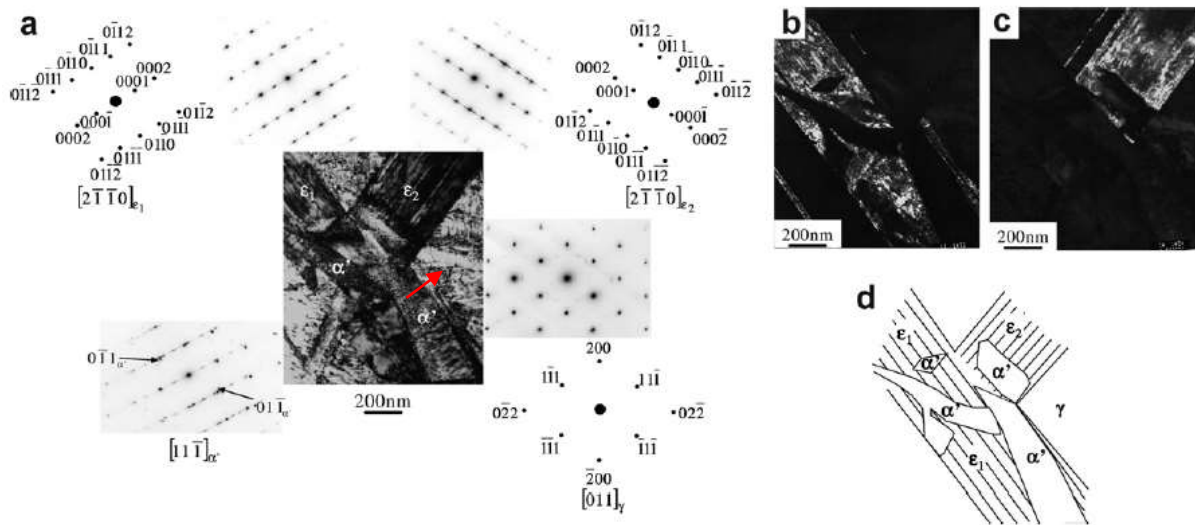


Fonte: (Adaptado de De Ak et al., 2006; Soleimani et al., 2020)

Na figura 3.5b nota-se que com o aumento do grau de deformação, a quantidade de martensita α' aumenta e de austenita diminui, consequentemente. Já para a martensita ε , ocorre um leve aumento em deformações mais baixas. Em determinado momento, as quantidades de martensita ε e martensita α' transformadas são iguais, atingindo a fração volumétrica máxima da martensita HC, que posteriormente será cessada pelo aumento considerável de martensita α' . (Shirdel et al., 2015; Shen et al., 2012; Feng et al., 2021).

Na figura 3.6^a, é observado ilhas de martensita α' formadas na intersecção de duas ripas de martensita ε para uma liga Fe18Mn0,25C0,084N, constatando a atuação destas regiões como pontos preferenciais para nucleação da martensita CCC.

Figura 3.6 Micrografia de MET da liga Fe18Mn0,25C0,084N de ilhas de martensita α' formadas em intersecções de duas ripas de martensita ε . Em (a) padrões de área selecionada de diferentes fases; (b) imagem de campo escuro utilizada para a reflexão $0001_{\varepsilon 1}$; (c) imagem de campo escuro utilizada para a reflexão $0001_{\varepsilon 2}$; e (d) representação esquemática da microestrutura.



Fonte: (Bracke et al. 2007)

As micrografias da figura 3.6 obtidas por MET mostram que essas ilhas de martensita α' nucleadas na intersecção de duas ripas de martensita ε estão em concordância com o modelo proposto por Olson e Cohen, onde a formação de martensita ε é normalmente explicada com base na sequência de defeitos de empilhamento (conforme citado no item 3.1). Também é notada a presença de austenita não transformada nas micrografias (seta em vermelho da figura 3.6a), a qual pode ser consequência de uma discordância parcial que está atrás da interface de intersecção das ripas de martensita ε , ou simplesmente não superou a barreira energética necessária (quantidade de deformação) para a transformação martensítica $\gamma \rightarrow \alpha'$ (Bracke et al., 2007; Mangonon; Thomas, 1970).

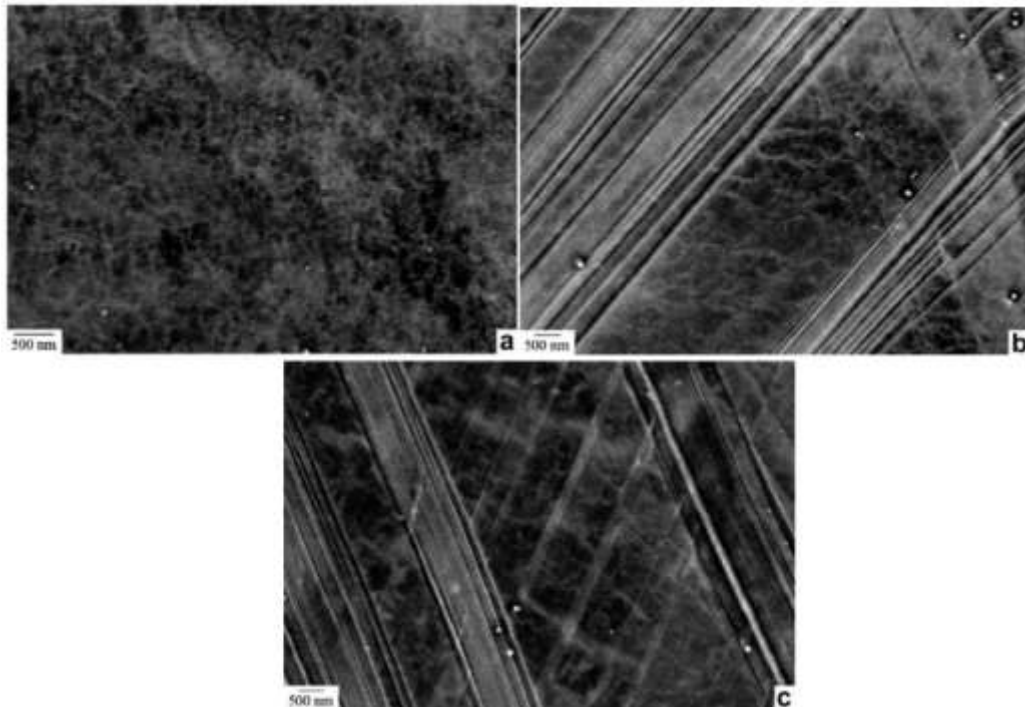
Ocorre certa semelhança entre o fenômeno de transformação martensítica e a macla de deformação, referindo-se ao volume do material que sofre uma mudança e que distorce a matriz adjacente, observado em ambos os casos. Nas maclas, o realinhamento reproduz a estrutura cristalina original, porém com nova orientação, ao passo que na transformação martensítica ocorre não somente uma nova orientação, mas também a obtenção de uma estrutura cristalina diferente (Reed-Hill et al., 1982; Bracke et al., 2007; Wang et al., 2018; Wong et al., 2016; Benzing et al., 2018).

3.2.2 Maclação mecânica (TWIP)

Além da formação de martensitas α' e ϵ , maclas podem ser formadas com a aplicação de tensão e ativações de mecanismos de deformação no material, onde a maclação é um importante mecanismo de deformação em metais CFC de baixa EDE. A deformação por maclação tem sido extensivamente estudada, principalmente em aços com alto teor de manganês, devido às propriedades de elevada ductilidade que alguns materiais apresentam (Pierce et al., 2015; Pierce et al., 2014; Gutierrez-Urrutia; Raabe, 2011).

A maclação não é um mecanismo de deformação dominante nos metais que possuem muitos sistemas possíveis de deslizamento, ocorrendo geralmente quando os sistemas de deslizamento são restritos ou quando, por algum motivo, a tensão de cisalhamento crítica é aumentada, tomando a tensão para a maclação inferior à tensão para o deslizamento (Frommeyer et al., 2003; Gutierrez-Urrutia; Raabe, 2014). Na figura 3.7 é mostrada a relação entre células de discordâncias e maclas, em diferentes estágios de deformação.

Figura 3.7 Imagens de microscopia eletrônica de varredura em um aço TWIP Fe22Mn0.6C em diferentes estágios de deformação. Em (a) células de discordâncias; (b) células de discordâncias com um sistema de macla ativo; e em (c) células de discordâncias com dois sistemas de maclas ativos.



Fonte: (Steinmetz et al. 2013)

A maclação refina o tamanho de grão austenítico, resultando em elevado alongamento total, resistência à tração e capacidade de absorção de energia. Uma das vantagens dos aços TWIP é que mantêm a estrutura austenítica e suas propriedades atrativas mesmo em temperatura criogênicas e submetidas a elevadas taxas de deformação em solicitações de impacto (Frommeyer et al., 2003).

O endurecimento por deformação em ligas austeníticas de baixa EDE, particularmente aços com alto teor de manganês, têm sido amplamente discutidos (Sevillano, 2009; Kalidindi, 2001; Jin; Lee, 2009; Asgari et al. 1997). Existem dois pensamentos para explicar esse fenômeno. O primeiro afirma que átomos intersticiais de carbono interagem fortemente com discordâncias. A segunda ideia relaciona as maclas de deformação, atuando como barreiras de movimentação das discordâncias, levando a um acúmulo e assim diminuindo seu livre caminho (Steinmetz et al. 2013).

Sabzi et al. (2018) relataram a presença de martensita α' em contornos e intersecções de maclas de deformação em um aço alto manganês TWIP com composição Fe-21Mn-1.6Al-2.5Si-0.1C (% em peso), onde o este mecanismo tem a capacidade de aumentar a capacidade de deformação por meio da rotação do cristal e também elevar a resistência mecânica da liga por criar obstáculos ao deslizamento, chamado de efeito Hall-Petch dinâmico. Esse aumento de martensita α' nas regiões que possuem maclas, de acordo com a evolução da deformação, mostra a contribuição do efeito TWIP no endurecimento por deformação, principalmente para ligas com EDE superiores a 20 mJ/m². (Sabzi et al. 2018).

A maioria dos aços austeníticos com alto teor de manganês apresenta maclação mecânica durante a deformação a frio, porém este mecanismo só se torna dominante em ligas com teores de manganês da ordem de 20-25%, juntamente com outros elementos de liga como alumínio, carbono e silício (Grassel et al., 2000; Vercammen et al., 2004; Scott et al., 2006). Isto significa que, em aços com teor de manganês na ordem de 18%, espera-se que mais de um mecanismo de deformação estará atuando na microestrutura do material. A depender da EDE, da subestrutura de discordâncias, dos níveis de tensão e deformação aplicados e da diferença de energia livre de transformação associada à transformação entre a fase austenítica (CFC) e martensita ϵ (HC) (Wong et al. 2016; Steinmetz et al. 2013)

Nos aços TWIP a deformação ocorre devido a maclação mecânica, onde a estrutura cristalina é preservada, mas verifica-se uma reorientação da região maclada

durante a deformação plástica. A elevada ductilidade é consequência da formação de maclas mecânicas no interior dos grãos, restringindo a movimentação de discordâncias (Cooman, 2017; Choi et al., 2012; Bhadeshia; Honeycombe, 2006), da mesma maneira que bandas de cisalhamento e maiores frações volumétricas de martensita também afetam essa movimentação (Soleimani et al., 2020).

Associar os benefícios destes aços em um mesmo material pode representar um ganho considerável nas propriedades mecânicas, combinando as vantagens da alta resistência dos aços TRIP com a elevada ductilidade dos aços TWIP, ampliando e potencializando a gama de aplicações em diversos setores, como por exemplo na indústria automobilística, mineração, perfuração de poços de petróleo, dragagem entre outras (Moura, 2018).

3.2.3 Propriedades mecânicas e evolução microestrutural

Como já mencionado anteriormente, os aços com alto teor de manganês exibem os efeitos TWIP/TRIP, ou seja, plasticidade induzida por maclação e transformação de fase, respectivamente. A presença desses efeitos resulta em uma excelente combinação de propriedades, entre elas a elevada trabalhabilidade, resistência mecânica e alongamento, quando comparado com aços convencionais, tornando esses materiais atrativos e estratégicos em diversas aplicações, como por exemplo em materiais avançados na indústria automobilística.

Aços com médio teor de manganês, com nano-precipitação em sua microestrutura e endurecidos por deformação, podem apresentar valores de resistência à tração acima de 1 GPa sem perder ductilidade. Em alguns casos, com precipitados de Fe_2TiSi em uma liga de Fe_{12}Mn , valores de 1,7 GPa são esperados (Yang et al., 2023; Wan et al., 2023).

A composição química da liga interfere diretamente na ocorrência dos efeitos TWIP e TRIP, onde pequenas alterações nos teores de elementos de liga podem alterar significativamente o comportamento mecânico do material. Uma liga que pode apresentar valores superiores a 1000 MPa de limite de resistência e uma ductilidade caracterizada por valores superiores a 50% de alongamento, merece um lugar de destaque (Reech et al., 2012). Essa influência da composição química nas propriedades mecânicas pode ser visualizada na tabela 3.2 onde são comparados dois aços com teor de manganês em 18%, variando a quantidade de carbono.

Tabela 3.2 Dureza (HV), limite de escoamento, limite de resistência à tração e alongamento total de dois aços TWIP/TRIP alto manganês, inicial e após redução de 60% por laminação.

	Inicial		Laminação (1100°C)		Laminação (500°C)	
Ligas	Fe18Mn0,4C	Fe18Mn0,6C	Fe18Mn0,4C	Fe18Mn0,6C	Fe18Mn0,4C	Fe18Mn0,6C
HV	321	295	326	335	427	460
Limite de escoamento (MPa)	255	323	298	362	865	950
Limite de resistência à tração (MPa)	833	983	985	1100	1240	1310
Alongamento (%)	35	70	66	84	29	34

Fonte: (Adaptado de Belyakov et al., 2017).

Nota-se que a dureza Vickers tem um leve aumento após laminação à 1100°C, porém, após processamento à 500°C o aumento é mais expressivo, e a liga com maior teor de carbono apresenta maior dureza em ambas as situações. Isso pode estar associado ao menor tamanho de grão da liga com maior teor de carbono, bem como alguma diferença nos mecanismos de deformação devido aos diferentes valores de EDE (Belyakov et al., 2017).

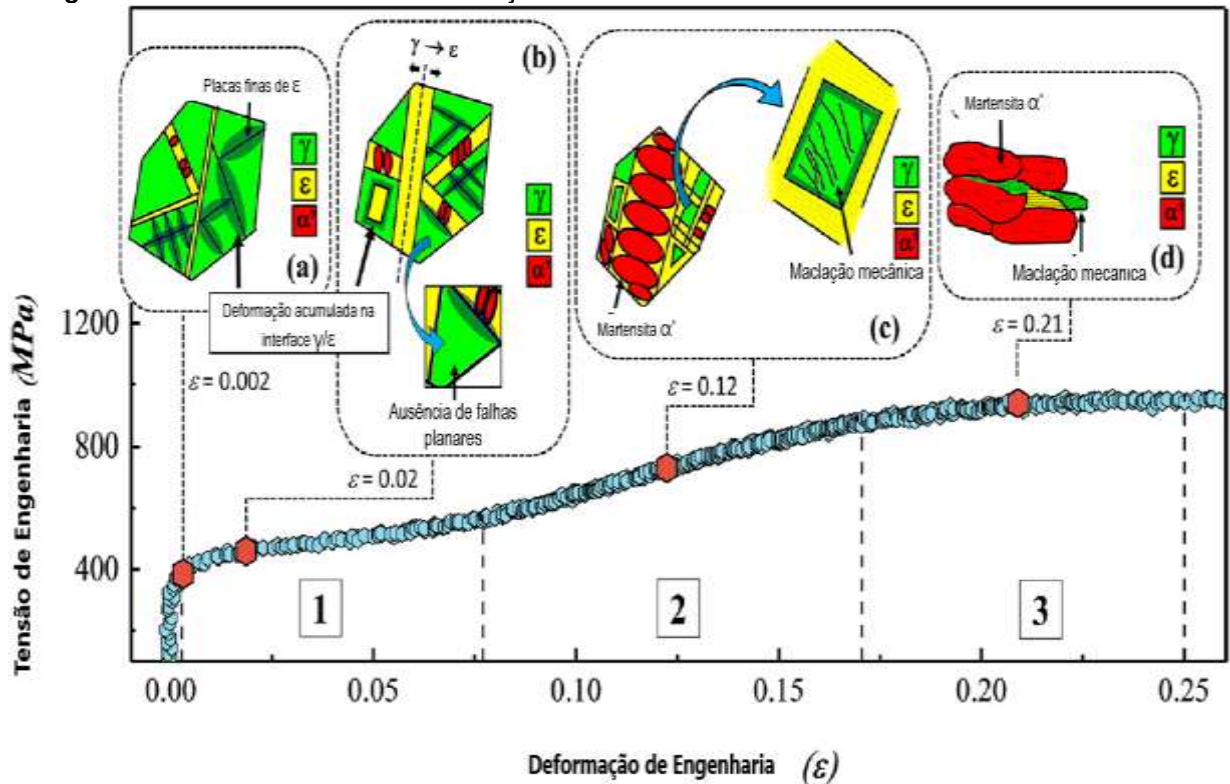
Para a liga com 0,4% de carbono a EDE é de aproximadamente 14 mJ/m², sendo esperado o efeito TRIP predominante. Já para a liga com 0,6% de carbono e EDE de 20 mJ/m², o efeito TWIP. (Belyakov et al., 2017). Alguns estudos mostram que a maclação ocorre em metais com EDE na faixa de 20 a 50 mJ/m², enquanto que para metais com EDE abaixo de 15 mJ/m², ocorre tanto a maclação, quanto transformação martensítica induzida por deformação. (El-Danaf et al., 1999; Grassel, 2000; Li et al., 2014).

Ding et al. (2011) e Chun et al. (2012), observaram que, para uma liga com aproximadamente 18% de manganês na composição, para deformações verdadeiras entre 0,14 e 0,35 o efeito TWIP predominou, mas para deformações entre 0,35 e 0,45 o efeito TRIP foi predominante.

A maioria dos aços austeníticos com alto teor de manganês possui baixa ou moderada EDE (abaixo de 25 mJ/m²), entretanto tendem a formar falhas de empilhamento e maclas de deformação (Grassel, 2000). Na figura 3.8 é observada

uma representação da evolução microestrutural de um aço com 17,1% de manganês em um ensaio de tração, bem como o impacto do tamanho de grão.

Figura 3.8 Representação esquemática da evolução microestrutural de um aço com 17,1% de manganês deformado em ensaio de tração.



Fonte: (Adaptado de Souza Filho et al., 2020).

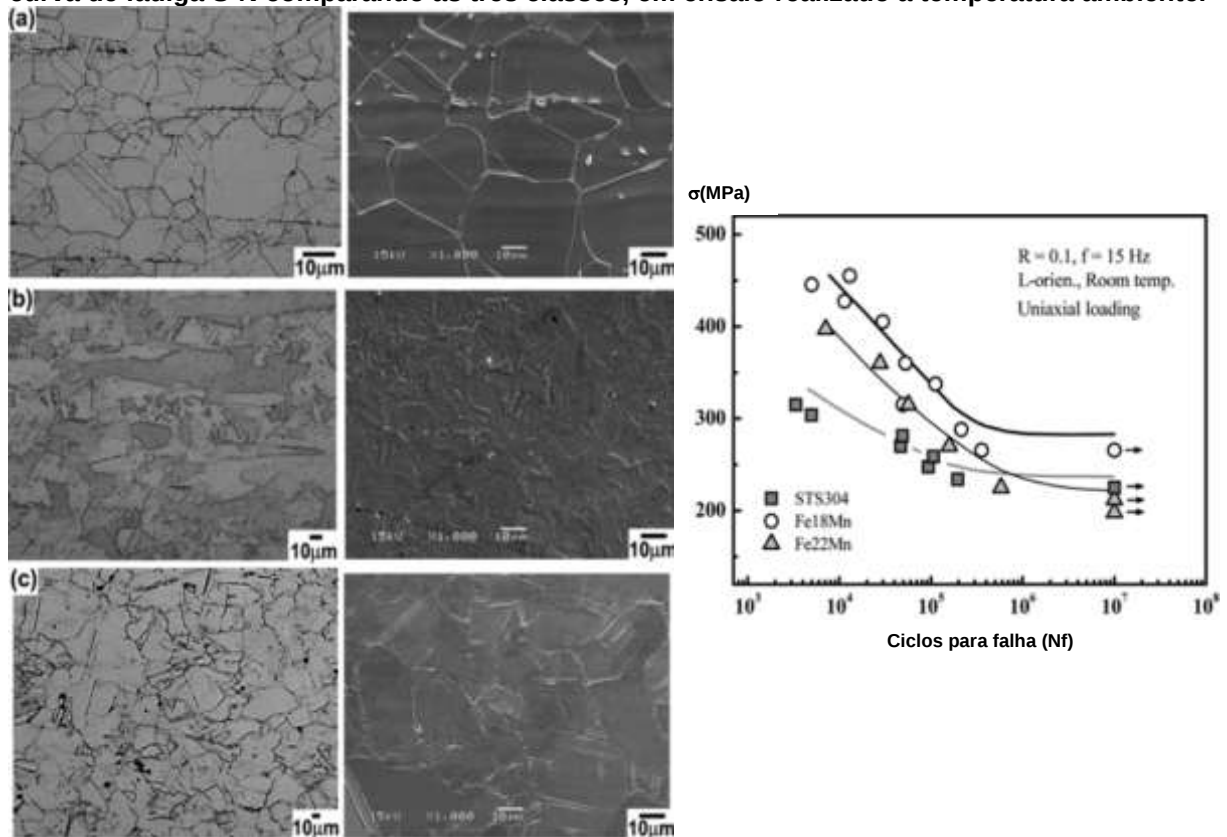
Em baixos níveis de tensão (figura 3.8a) a deformação microscópica é preferencialmente acumulada nas regiões anteriores aos contornos de fase γ/ϵ . Considerando que a interface γ/ϵ é essencialmente formada pelas falhas de empilhamento, a energia para formação de martensita ϵ surgiria da ativação de outras falhas adjacentes às encontradas nas interfaces γ/ϵ . Esse efeito leva ao consumo parcial da austenita por meio da reação $\gamma \rightarrow \epsilon$ já nos estágios iniciais de deformação (figura 3.8b). Nota-se também nesta etapa, o aumento da fração volumétrica de martensita ϵ , que depois será consumida pela transformação de martensita α' (Souza Filho et al., 2020; Fujita; Ueda, 1972; Wei et al., 2014).

Com a progressão da transformação martensítica, a área de austenita não transformada é reduzida consideravelmente (tamanho de grãos austeníticos são reduzidos a alguns nanômetros), e a presença de falhas de empilhamento e maclas, juntamente com a austenita não transformada, agora contribuem para acomodar uma deformação macroscópica (figura 3.8c). Para deformações maiores, o material

apresenta principalmente martensita α' , pois a fração de volume de austenita e martensita ε tende a saturar, indicando que as transformações $\gamma \rightarrow \varepsilon$ e $\varepsilon \rightarrow \alpha'$ estão cessando gradualmente (Souza Filho et al., 2020).

Aços que apresentam limite de resistência à tração acima de 700 MPa são chamados de aços avançados de alta resistência (AHSS). A principal diferença entre os aços convencionais e os avançados está na microestrutura, onde uma microestrutura multifásica com distribuição homogênea de fases e com grãos refinados é esperada em aços avançados (Kim et al., 2013). Na figura 3.9 é mostrada a influência da microestrutura e do tamanho de grão na propagação de trinca por fadiga, comparando um aço convencional e dois aços com alto teor de manganês.

Figura 3.9 Micrografias ópticas e eletrônicas de a) AISI 304; b) Fe18Mn; e c) Fe22Mn. À direita, curva de fadiga S-N comparando as três classes, em ensaio realizado à temperatura ambiente.



Fonte: (Adaptado de Kim et al., 2013).

Segundo o autor, os tamanhos de grão são 98 μm, 12 μm e 43 μm respectivamente para AISI304, Fe18Mn e Fe22Mn. A resistência à fadiga na faixa de 10^6 ciclos mostrou que a liga Fe18Mn, de menor tamanho de grão, apresenta o maior valor, aproximadamente 300 MPa, enquanto que para a demais amostras os valores ficaram similares, cerca de 240 MPa (Kim et al., 2013). Portanto, aumentar a quantidade de contornos de grão dificulta o movimento das discordâncias elevando a

resistência do material, uma das maneiras de aumentar a quantidade de contornos na microestrutura é diminuir o tamanho de grão, diminuindo consequentemente sua área superficial individual, levando à um aumento da área total de interface.

3.3 CÁLCULO TERMODINÂMICO COMPUTACIONAL - Thermo-Calc®

De maneira geral, o desenvolvimento de novos materiais tem por base o processamento, relação entre microestrutura e propriedades, e a efetiva avaliação das propriedades da liga. Porém, atualmente, a utilização de softwares e ferramentas computacionais vêm ganhando espaço no planejamento do material para obtenção de uma aplicação ideal (Liu, 2009). Juntamente com o avanço tecnológico, os métodos termodinâmicos também foram evoluindo, como por exemplo o método CALPHAD (Cálculo Computacional de Diagramas de Fases), onde inicialmente realizavam-se apenas cálculos complexos de equilíbrio, evoluindo para também simular transformações de fases envolvendo difusão, favorecendo análises de processamento de materiais e comportamento da liga em condições industriais (Costa e Silva et al., 2007).

Baseado em um modelo termodinâmico adequado, todos os dados de equilíbrio termodinâmico e fases desejáveis para um sistema são analisados simultaneamente, com o objetivo de obter-se um conjunto do modelo de equações das energias de Gibbs que melhor representa os dados para todas as fases em função da temperatura e composição (Jung; Decterov; Pelton, 2004). O modelamento CALPHAD, presente no software Thermo-Calc®, é um dos mais utilizados para obtenção de dados de propriedades termodinâmicas e diagramas de fases de diversos sistemas.

Basicamente o método CALPHAD consiste na obtenção de modelos de parâmetros termodinâmicos para o cálculo da energia de Gibbs das fases constituintes em sistemas de menor ordem, binários e ternários, em relação aos dados termodinâmicos e fases em equilíbrio. A energia de Gibbs para sistemas de maior ordem são obtidas via extrapolação matemática, permitindo calcular diagramas de fases de forma confiável (Chang et al., 2004).

O software Thermo-Calc® minimiza a energia livre de Gibbs total do sistema em relação às variáveis tais como temperatura, pressão e composição química, deste modo prevendo o estado de energia mais estável (ou de equilíbrio), podendo também ser utilizado para investigar problemas de equilíbrio metaestável. Uma de suas

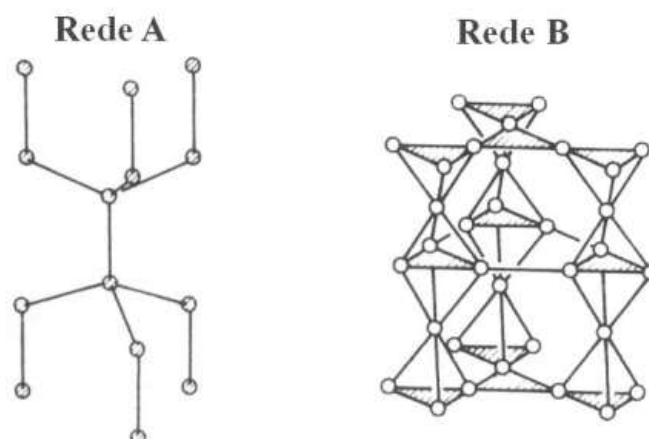
vantagens está na capacidade de estudar um sistema com grande número de componentes (na versão educacional são permitidos até 3 componentes). Diferentes bases de dados estão disponíveis para diferentes tipos de materiais, sistemas ou aplicações. Por exemplo, existem banco de dados para aços e outras ligas de ferro; superligas de níquel, ligas de alumínio, magnésio, titânio e zircônio; materiais nucleares dentre outros. O programa é normalmente utilizado para o cálculo de equilíbrio de fase estável e metaestável para sistemas heterogêneos; quantidade de fases e sua composição; temperatura de transformação, tais como *liquidus* e *solidus*; diagrama de fases, entre outras (Thermo-Calc Software, 2022). Para este trabalho o software foi utilizado para entendimento inicial da liga em estudo, bem como das fases presentes, e principalmente para obtenção do diagrama de fases afim de determinar os parâmetros para tratamento térmico de solubilização.

3.4 FASES PRECIPITADAS NA LIGA Fe18Mn3Ti

3.4.1 Precipitados C14 Laves

As fases de Laves representam o maior grupo entre os compostos intermetálicos. Pertencem à classe das fases de Frank-Kasper que apresentam estruturas topologicamente compactas. A fórmula geral do composto binário é AB_2 . Existem três modelos estruturais baseados no magnésio para as fases de Laves binárias: $MgCu_2$ (C15) tipo cúbica, $MgZn_2$ (C14) tipo hexagonal e $MgNi_2$ (C36) tipo hexagonal (Stain et al., 2004; Barret; Massalski, 1980). A fase mais frequente em aços austeníticos é a hexagonal C14, a qual está representada esquematicamente na figura 3.10.

Figura 3.10 Ilustração da rede dos átomos A e B na estrutura tipo C14.



Fonte: (Johnston; Hoffman, 1992)

A estrutura tipo MgZn_2 (C14) é pertencente ao grupo espacial $P6/mmc$ (D_{6h}^{4-}). Essas informações são importantes, por exemplo, para criação de uma nova fase de identificação específica do material na técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). A sub-rede "A" da figura 3.10 é definida como rede de diamante hexagonal, já a sub-rede "B" é composta por tetraedros B_4 . Existem dois principais fatores para ocorrência de Laves, que são: 1) raio atômico, onde o melhor arranjo espacial possível para o modelo de esferas rígidas se dá quando $r_A/r_B=1,225$, ou seja, quanto mais perto deste valor ideal maior a probabilidade de precipitar Laves; 2) fator eletrônico, a contração devido à interação atrativa dos átomos A e B é proporcional ao quadrado da diferença das eletronegatividades (Johnston; Hoffman, 1992). A fase de Laves, acarreta perda de ductilidade e empobrecimento da matriz em Mo, Ti e Nb, causa considerável endurecimento por precipitação, sendo diretamente relacionado à presença desses elementos contidos na composição química da liga (Padilha et al., 1983).

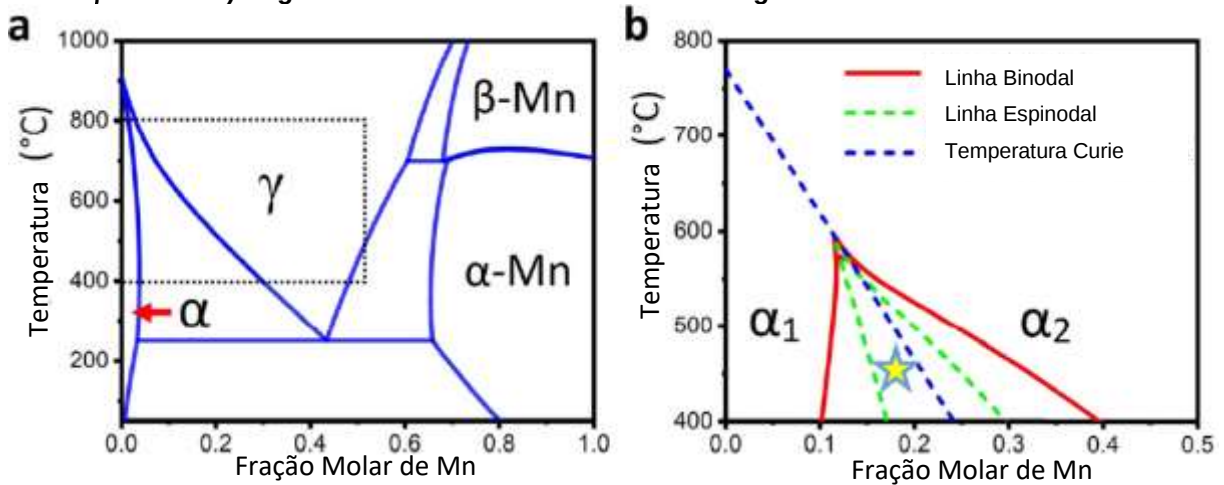
A fase de Laves precipita de forma tanto intergranular como intragranular, estando na forma de partículas globulares, podendo precipitar após exposição prolongada a elevadas temperaturas. Ligas que possuem molibdênio, titânio e nióbio em sua composição química são mais susceptíveis a essa precipitação, normalmente na faixa de 600 a 900°C, dependendo dos teores de elementos de liga (Sawatani et al., 1982).

3.4.2 Fase αMn

Considerando que os aços são as ligas metálicas estruturais mais utilizadas, e compreendem uma área de intensa pesquisa e desenvolvimento, utilizar fatores como sustentabilidade e responsabilidade social incentivam o estudo de ligas com um menor número de elementos de liga (*lean*).

Nesta linha, a liga $\text{Fe}_{18}\text{Mn}_{3}\text{Ti}$ torna-se atraente considerando a utilização de apenas três elementos de liga principais, bem como a possível nucleação de nano precipitados αMn , responsável pelo endurecimento do material. Geralmente, esses aços manganês são produzidos via transformação martensítica, pela têmpera de uma austenita (CFC) para uma fase ferrítica supersaturada (CCC) (Kwiatkowski da Silva et al., 2022; Zheng et al., 2021). Na figura 3.11a é mostrado o diagrama de fases binário FeMn, e em 3.11b o diagrama de fases FeMn metaestável, calculado utilizando apenas a fase α .

Figura 3.11 Em a) Diagrama de fase binário FeMn, incluindo as fases ferrita (α), austenita (γ), α Mn e β Mn. Em b) Região metaestável de miscibilidade magnética da fase CCC.



Fonte: (Kwiatkowski da Silva et al., 2022)

A fase metaestável martensítica rica em manganês é recozida para desencadear a nucleação de austenita, precedido de segregação de manganês para a grande quantidade de contornos de grão e discordâncias dentro da martensita. Essa forte tendência de segregação neste sistema está relacionada às propriedades magnéticas, onde a região rica em ferro (α_1) apresenta comportamento ferromagnético e a região rica em manganês (α_2) paramagnético, conforme é mostrado na figura 3.11b. A utilização do titânio vem justamente para permitir a transformação de austenita para martensita α durante a têmpera e laminação a frio, prevenindo uma alta fração de austenita retida e martensita ε (HC), e estabilizando os precipitados de segunda fase α Mn. (Kwiatkowski da Silva et al., 2022; Paduani et al., 1991; Walnsch et al., 2020).

Esta classe de materiais com elevado teor de manganês e mecanismos de deformação TRIP/TWIP atuantes, possibilita uma efetiva redução de custos na produção por meio do reduzido tempo de processamento, e da necessidade de utilização de tratamentos térmicos e processamentos termomecânicos controlados. Outro fator é a substituição do níquel pelo manganês para obtenção de uma microestrutura puramente austenítica, onde o manganês possui um custo inferior. Por exemplo, um aço Fe10Mn1Si1Ti pode ter um custo por tonelada até dez vezes menor quando comparado a um aço maraging 300, o qual possui cerca de 18% de níquel em sua composição. (Wang et al., 2012; Knowles et al., 2019).

Kwiatkowski da Silva et al., (2022), mostra que o aço Fe18Mn3Ti apresenta resistência à tração similar aos aços maraging com adição de cobalto e níquel, e

molibdênio com até 4% em peso para precipitação intermetálica. Comprovando que o desenvolvimento de ligas com menores quantidades de elementos de liga (*lean*), além de possuírem um menor custo agregado e se mostrarem como uma alternativa estratégica, também nos leva a um caminho mais sustentável perante a sociedade, associando redução de cargas no transporte bem como de consumo de energia e combustíveis fósseis.

Neste capítulo realizou-se a revisão bibliográfica apresentando aspectos fundamentais para o entendimento do estudo. Revelou-se características gerais dos aços com alto teor de manganês e mais específicas do aço FeMnTi, apesar da dificuldade em encontrar material bibliográfico desta liga. Os principais mecanismos de deformação plástica atuantes neste aço, diagramas de fases e propriedades mecânicas também foram abordados nesse capítulo. Em sequência, serão mostrados os materiais e métodos experimentais, revelando como ocorreu a realização dos ensaios e usos das técnicas de caracterização, resultados e discussões acerca do que foi obtido dessas técnicas, bem como considerações finais e próximos passos para o desenvolvimento de trabalhos futuros.

4 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

4.1 MATERIAIS

Os aços Fe18Mn3Ti e Fe18Mn utilizados neste trabalho foram recebidos na forma de pequenos lingotes com dimensões de 50x20x10 mm (CxLxA). Os materiais foram fundidos em um forno de indução à vácuo, a partir de metais de alta pureza. Em seguida foram processados termomecanicamente por laminação a 1100°C seguida, de tratamento térmico de solubilização durante 3h à 1100°C, com posterior têmpera em água. Os materiais foram gentilmente fornecidos pelo professor Dr. Alisson Kwiatkowski da Silva, pesquisador do Instituto Max Planck, Alemanha. A liga Fe18Mn3Ti foi desenvolvida a partir de simulação computacional (Thermo-Calc®) e produzida no Instituto Max Planck. As composições químicas analisadas destes materiais, obtidas por espectrometria de emissão óptica (OES), estão apresentadas na tabela 4.1.

Tabela 4.1 Composições químicas analisadas das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn (% em peso).

Elementos	Fe	Mn	Ti	Al	C	Ni	N	O
Fe18Mn3Ti	Bal.	17,6	2,84	<0,002	0,008	0,004	<0,002	0,005
Fe18Mn	Bal.	17,9	-	-	0,012	0,019	0,003	0,007

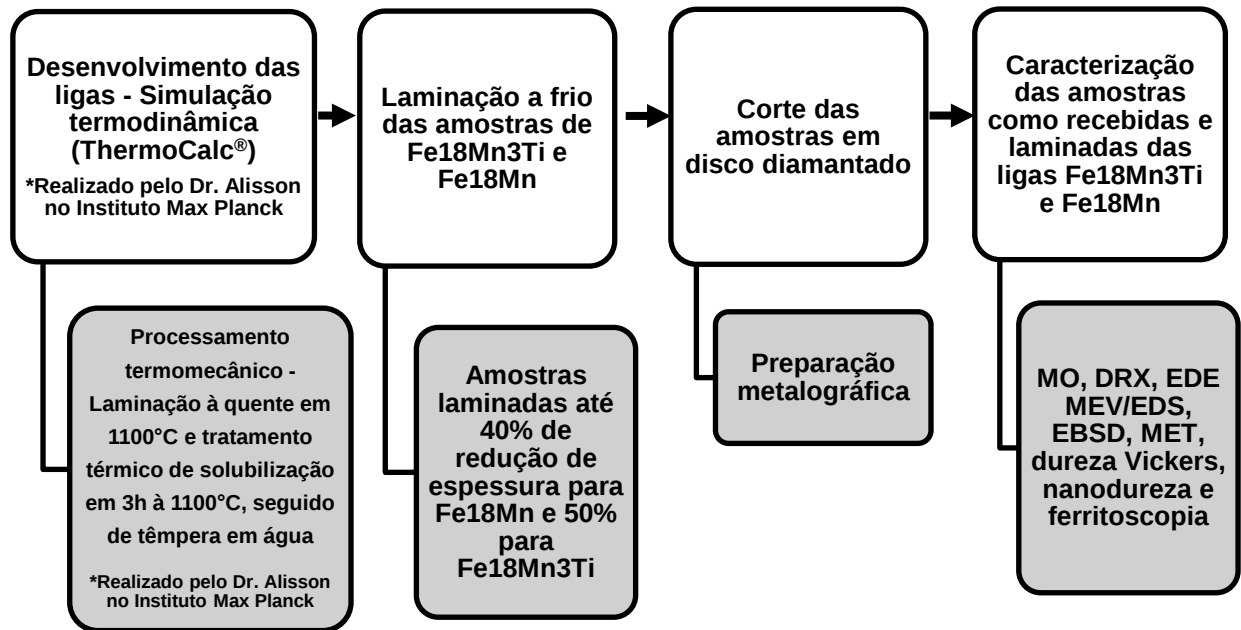
Fonte: O autor.

Nota-se, com o auxílio da tabela 4.1, que as composições químicas obtidas pela análise de OES, estão concordantes com o esperado, 18% em peso de manganês para ambas as ligas, e 3% em peso de titânio para a liga Fe18Mn3Ti.

4.2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

No fluxograma da figura 4.1 são apresentados os procedimentos experimentais realizados durante o desenvolvimento deste trabalho.

Figura 4.1 Fluxograma dos procedimentos experimentais realizados.



Fonte: O autor.

4.2.1 Termodinâmica computacional

O estudo contou com o auxílio do programa ThermoCalc® na versão para estudantes, onde é possível utilizar até três elementos para análise, sendo suficiente para o desenvolvimento do trabalho. Essa versão educativa encontra-se disponível no próprio site do software.

A base de dados utilizada foi a TCFE9 (Djurovic et al., 2011) e também FeMnTi-thermo-Zheng2021 (Zhang et al., 2021), a qual utiliza o estudo dos binários FeMn, FeTi e MnTi para desenvolver o diagrama ternário FeMnTi, ambas desenvolvidas conforme o protocolo CALPHAD (*Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*). Dados de equilíbrio termodinâmico e fases disponíveis para um sistema são analisados simultaneamente, com o objetivo de se obter um conjunto o modelo de equações das energias de Gibbs que melhor reproduz os dados para todas as fases em função da temperatura e composição.

As simulações termodinâmicas da energia livre de Gibbs (ΔG) das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn foram utilizadas para cálculo teórico de energia de defeito de empilhamento (Γ), juntamente com as equações (1) e (2):

$$\Gamma = 2\rho\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + 2\sigma^{\gamma/\varepsilon} \quad (1)$$

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \Delta G_{FeMnX}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + x_c \Delta G_{FeMnX/C}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \Delta G_{mg}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} \quad (2)$$

onde, ρ é a densidade molar dos átomos no plano (111); $\sigma^{\gamma/\varepsilon}$ é a energia superficial unitária da interface entre γ e ε ; x_c é a fração molar de cada elemento; $\Delta G_{FeMnX}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ é a contribuição química de todos os elementos em substituição na rede CFC; $\Delta G_{mg}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ esta associada a contribuição magnética, porém como a contribuição do antiferromagnetismo de ε só é apresentada em temperaturas abaixo da temperatura ambiente, muitos autores desconsideram o termo na equação (Dumay et al. 2008; Allain et al. 2004; Curtze; Kuokkala, 2010). Para os parâmetros utilizados, os valores são apresentados na tabela 4.2.

Tabela 4.2 Parâmetros e valores utilizados para cálculo teórico da EDE com base nas simulações termodinâmicas com o ThermoCalc® (considerar T=300K).

Parâmetros	Valores
ρ	$2,94 \times 10^{-5} \text{ mol m}^{-2}$
$\sigma^{\gamma/\varepsilon}$	8 mJ m^{-2}
$\Delta G_{Fe}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	$-2243,38 + 4,309T$
$\Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	$-1000,00 + 1,123T$
$\Delta G_{Al}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	$5481,04 - 1799T$
$\Delta G_{Si}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	$-560 - 8T$
$\Delta G_C^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	-22166
$\Delta G_{Ni}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	$1046 + 1,255T$
$\Delta G_{FeMn}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	$2180 + 532(X_{Fe} - X_{Mn})$
$\Delta G_{FeAl}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	3323
$\Delta G_{FeC}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	42500
$\Delta G_{MnC}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	26910
$\Delta G_{FeNi}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$	2095

Fonte: (Allain et al., 2004; Allain, 2004; Dinsdale, 1991; Dumay et al., 2008; Curtze; Kuokkala, 2010; Souza Filho et al., 2020)

4.2.2 Laminação à frio

Para deformar plasticamente o material e promover a formação de martensita induzida por deformação, as amostras foram submetidas ao processo de laminação a

frio até 60% de redução em espessura, para a liga Fe18Mn3Ti, e até 40% de redução em espessura para a liga Fe18Mn, onde ocorreu início de fratura. Na transição de 40% para 50% de redução em espessura para a liga Fe18Mn ocorreu a fratura por completo na amostra, fragmentando todo o corpo de prova em linhas de cisalhamento inclinadas à 45°.

Todas as amostras seguiram o mesmo padrão de laminação, primeiramente uma amostra teste foi utilizada para calibrar o laminador e estabelecer a carga zero. Após isso as amostras foram laminadas até 10% de redução em espessura e foi retirada uma para análise. Depois, laminadas até 20% e retirada outra para análise, e assim por diante.

As laminações foram realizadas à temperatura ambiente, em um laminador Fenn, modelo 042/4-046, com diâmetro do cilindro do laminador de 108 mm, e está localizado no DEMA - UEPG.

4.2.3 Preparação metalográfica

A preparação metalográfica das amostras para realização da caracterização microestrutural consistiu em embutimento em resina sintética (baquelite) com um tempo de aquecimento e resfriamento de 15 minutos cada, e lixamento em água corrente até a gramatura #3000, seguido de polimento em sílica coloidal 0,05µm. Para o polimento com sílica coloidal, utilizou-se a politriz semiautomática da marca Buehler modelo EcoMet 250, localizada no DEMA - UEPG. Após o polimento, as amostras foram lavadas em água destilada e também em álcool etílico, para uma melhor eficiência na secagem com ar quente forçado.

Para revelar a microestrutura, as amostras foram atacadas em reagente metalográfico Vilella com composição de 5 ml HCl, 2 gramas de ácido pícrico e 100 ml de álcool etílico. O tempo de ataque variou de amostra para amostra, de 5 a 30 segundos, e para retirada do excesso de reagente, lavou-se as amostras em álcool etílico, seguido da secagem com auxílio de ar quente forçado.

4.2.4 Microscopia óptica (MO)

Utilizou-se um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51, com câmera digital acoplada Q-color3 de 3 mega pixels de resolução e sinal de saída ligado a um computador controlado pelo software Image-Plus 5.1, o qual se encontra no DEMA - UEPG. Com isso, analisaram-se as características microestruturais dos

materiais como recebido, e também a evolução microestrutural após laminação, auxiliando no entendimento inicial dos aspectos microestruturais, bandeamentos e visualização de partículas de segunda fase.

4.2.5 Difração de raios X (DRX)

A caracterização das amostras por difração de raios X (DRX) foi conduzida em um difratômetro da marca Rigaku/Ultima IV com radiação Cu-K α localizado no Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-labmu) da UEPG, para identificação dos picos das fases austenita (γ -CFC), ferrita/martensita (α' -CCC) e martensita (ε -HC).

A varredura utilizada foi no modo contínuo, com 2θ inicial de 35° e final de 105° , com uma velocidade de $2^\circ/\text{s}$. Os dados obtidos foram ajustados pelo método Pseudo-Voigt, com integração das áreas abaixo dos picos, com auxílio do software Highscore Puls, tendo como principal objetivo identificar o comportamento da transformação martensítica de acordo com a evolução da deformação por laminação.

Com auxílio dos resultados obtidos por DRX, foram utilizadas as equações (3) e (4) para cálculo experimental da energia de defeito de empilhamento (EDE) das ligas em estudo:

$$\Delta 2\theta = (2\theta_{200} - 2\theta_{111})_{CW} - (2\theta_{200} - 2\theta_{111})_{ANN} = -\frac{45\sqrt{3}}{\pi^2} \left[\tan\theta_{200} + \frac{1}{2} \tan\theta_{111} \right] \alpha \quad (3)$$

onde θ_1 e θ_2 estão relacionados à posição dos dois primeiros picos de austenita no DRX, na condição deformada (trabalho a frio – CW) e recristalizada (ANN), e α probabilidade de defeito de empilhamento. Considerando a microdeformação residual média do primeiro pico de austenita a meia altura ($\langle \epsilon_{50}^2 \rangle_{111}$), temos a equação (2):

$$\gamma = \frac{K_{111} \omega_0 G_{111} a_0 A^{-0.37} \langle \epsilon_{50}^2 \rangle_{111}}{\pi \sqrt{3} \alpha} \quad (4)$$

onde K_{111} é uma constante de proporcionalidade que vale 6.6; G_1 módulo de cisalhamento que vale $7.39 \times 10^{10} \text{ N/m}^2$; a_0 é o parâmetro de rede da austenita e A é a constante de Zenner (considerado aproximadamente 3,773) (Schramm; Reed, 1976; Breda et al., 2015; Castañeda et al. 2021).

4.2.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

Utilizou-se, neste trabalho, um microscópio eletrônico da marca Tescan, modelo Mira 3 (MEV/FEG), com sistema de EDS da marca Oxford, instalado no Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-LABMU) da UEPG.

A técnica de EBSD foi utilizada para averiguar a evolução microestrutural das amostras iniciais e laminadas de Fe₁₈Mn₃Ti e Fe₁₈Mn. Destaca-se o uso desta análise também, para identificação da fase de Laves (C14) bem como o seu comportamento e distribuição ao longo da evolução microestrutural da liga Fe₁₈Mn₃Ti.

O equipamento operado contém o sistema AZTEC da *Oxford Instruments*, acoplado a um microscópio da marca Tescan, modelo Mira 3 (MEV/FEG), instalado no Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-LABMU) da UEPG.

4.2.7 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

As amostras iniciais e com 10% de redução de espessura das ligas Fe₁₈Mn₃Ti e Fe₁₈Mn foram preparadas com o auxílio do sistema de polimento iônico de precisão (PIPS) em um equipamento Gatan modelo 691. As análises foram realizadas em um microscópio MET FEG que opera a 200kV modelo FEI TECNAI G² F20 com capacidade de realizações de imagens com alta resolução (HRTEM) e equipado com sistema EDS. Foram geradas imagens de diferentes regiões e aumentos, análises pontuais e em linha de EDS, e coletados padrões de difração de área selecionada (SAED) para identificação das fases presentes nas ligas. Ambos os equipamentos, estão instalados no Laboratório de Caracterização Estrutural do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, em São Carlos/SP. Para auxílio no tratamento dos dados, principalmente SAED, utilizou-se o software CSpot 2.2.0 versão estudante.

4.2.8 Ensaio de dureza

As medidas de dureza foram realizadas em amostras na condição inicial e após serem laminadas. As amostras foram preparadas conforme recomendação da norma ASTM E 384-17 (*Standart Test Method for Microindentation Hardness os Materials*).

Utilizou-se o durômetro da marca Leica, modelo VMHT MOT instalado no DEMA - UEPG, com carga de 2kgf durante 15 segundos. A carga de análise foi escolhida de modo a permitir a amostragem geral da microestrutura. Em cada amostra realizaram-se 10 medições e calculou-se a média e desvio padrão desses valores.

4.2.9 Ensaio de nanodureza

As medidas de nanodureza foram realizadas nas amostras iniciais e laminadas de ambas as ligas em estudo, afim de se obter as curvas de força de carregamento por deslocamento, analisando assim possíveis descontinuidades nas curvas (*pop-ins*) e suas relações com transformações de fases, partículas de segunda fase, contornos de grão, entre outros.

Calculou-se os valores de dureza e módulo elástico, com base nas equações 5 e 6:

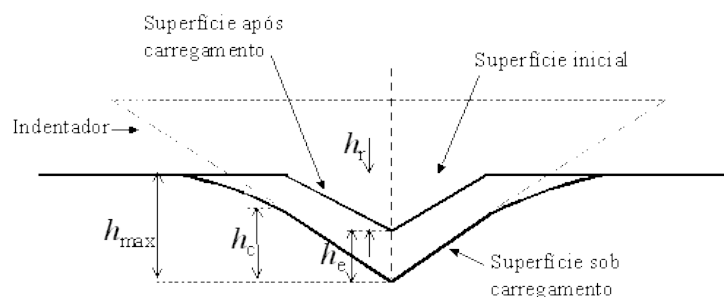
$$H = \frac{P_{\text{máx}}}{24,5h_c^2} \quad (5)$$

onde H é o valor de dureza calculado, $P_{\text{máx}}$ é a força máxima aplicada e h_c a profundidade de contato do nanoindentador. Para o módulo elástico temos:

$$Er = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{P_{\text{máx}}}{(h_{\text{máx}} - h_r)\sqrt{A}} \quad (6)$$

onde β é uma constante do penetrador Berkovich, $h_{\text{máx}}$ corresponde a profundidade associada ao campo elástico e plástico, h_r profundidade associada ao campo plástico e A a área de contato projetada (Pöhl, 2019; Sadeghpour et al., 2014; Oliver et al., 1992), conforme a figura 4.2.

Figura 4.2 Representação esquemática da geometria da superfície da amostra nas situações de carga máxima e após a retirada do nanoindentador. Onde, h_c , $h_{\text{máx}}$ e h_r são as profundidades de contato, da superfície original na situação de carga máxima e da impressão residual, respectivamente. E h_e é o deslocamento elástico durante a descarga.



Fonte: (Oliver et al., 1992)

Utilizou-se um Nano Indenter[®] XP da MTS[®], com carga de 20 mN e penetrador do tipo Berkovich com ângulo nominal de 65,3°, para realização de uma malha de medidas de 5x5, totalizando 25 medidas por condição. Equipamento localizado no departamento de Física da UFPR em Curitiba-PR.

4.2.10 Ensaio de ferritoscopia

Foram realizadas medidas da fração de fase magnética (α' - estrutura CCC) nas amostras iniciais e laminadas das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn, com o intuito de averiguar a transformação de martensita α' ao longo da deformação dos materiais, uma vez que a fase martensita ε (HC) é não magnética e a fase martensita α' (CCC) é magnética. O ferritoscópio gera um campo magnético por uma bobina que interage com a fase magnética (CCC), induzindo uma voltagem proporcional a quantidade de fase ferromagnética.

O trabalho de Talonem et al. (2004) ressalta a ferritoscopia como um ensaio simples e direto de caracterização, onde as medições são baseadas na permeabilidade magnética dos materiais, sendo necessário aplicar um fator de correção de 1,7 na leitura da medida realizada pelo equipamento. Este fator de correção está relacionado ao percentual de austenita (CFC) transformada em martensita α' (CCC) em estudos feitos em aços deformados a frio por tração e laminação à temperatura ambiente (Talonem et al., 2005; Aguiar et al., 2023).

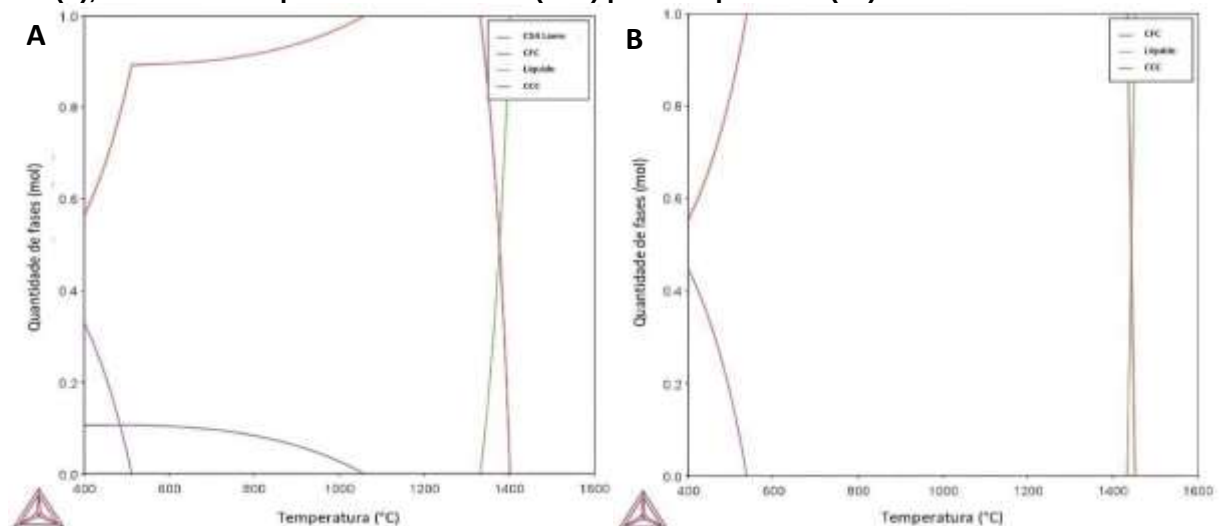
O ferritoscópio utilizado foi da marca Fischer, modelo DMP30, disponível no Departamento de Engenharia Mecânica da UTFPR em Ponta Grossa-PR.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 SIMULAÇÃO TERMODINÂMICA NO SOFTWARE ThermoCalc®

O início do estudo baseou-se na simulação termodinâmica da liga utilizando a base de dados do próprio software ThermoCalc® comparando com outros estudos (como por exemplo Zhang et al., 2021), onde, o Prof. Dr. Alisson Kwiatkowski da Silva juntamente ao Instituto Max-Planck na Alemanha, desenvolveu um material com composição Fe18Mn3Ti, em que a adição de titânio vêm para reduzir a formação de martensita ε e favorecer a formação de martensita α' em comparação a liga Fe18Mn, obtendo assim os diagramas conforme mostra a figura 5.1.

Figura 5.1 Diagramas obtidos pelo software ThermoCalc® para a liga Fe18Mn3Ti em (a) e Fe18Mn em (b), mostrando a quantidade de fases (mol) pela temperatura (°C).

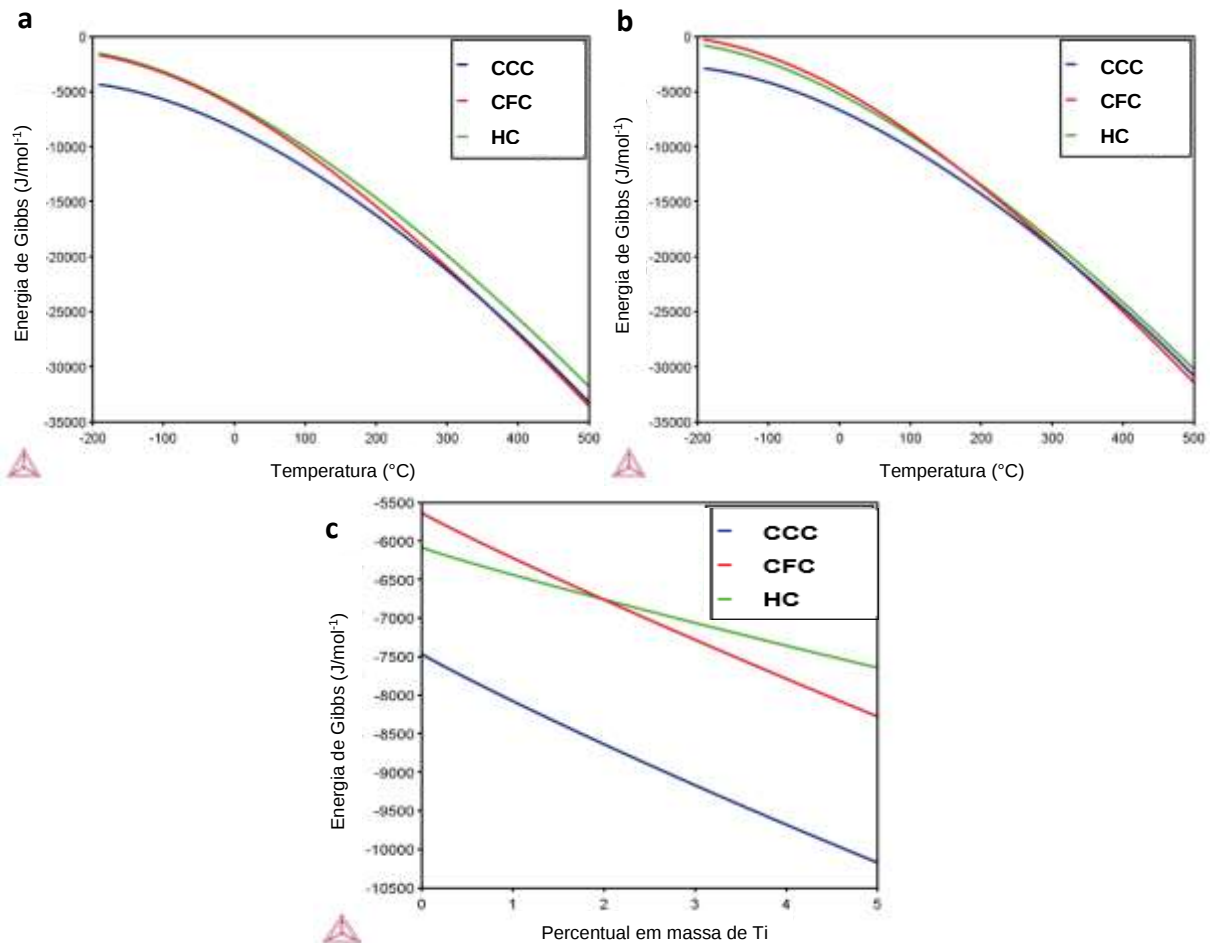


Fonte: O autor.

Utilizar a simulação termodinâmica é um fator determinante para o estudo da liga, uma vez que é possível prever a microestrutura do material e determinadas variações que podem ocorrer, e também determinar temperaturas de tratamento térmico de acordo com as curvas obtidas. Nota-se na figura 5.1 que as linhas em vermelho correspondem a fase CFC (austenita), linha em verde a região líquida, linha roxa a fase CCC (ferrita/martensita) e linha em azul a fase de Laves. Assim sendo, confere-se aos materiais uma estrutura predominantemente austenítica, onde a nucleação de martensita e precipitação de Laves (para o caso da liga Fe18Mn3Ti) dependerão do processo de solidificação, processamento à quente e possíveis tratamentos térmicos.

A figura 5.2 traz as simulações termodinâmicas da energia livre de Gibbs, para o cálculo teórico da EDE das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn.

Figura 5.2 Simulações termodinâmicas realizadas no ThermoCalc® para a energia livre de Gibbs das ligas Fe18Mn3Ti em (a) e Fe18Mn em (b). Em (c) percentual em massa de titânio.



Fonte: O autor.

A partir das simulações termodinâmicas da figura 5.2, utilizando as equações (1) e (2) e os valores da tabela 4.2, o valor de EDE obtido foi 9,6 mJ/m² para a liga Fe18Mn. Para a liga Fe18Mn3Ti não foi possível calcular com exatidão o valor de EDE devido à falta de equações que consideram o efeito do titânio, porém, é esperado um valor menor em relação a liga Fe18Mn. Com base nesses valores espera-se um comportamento predominante do efeito TRIP como mecanismo de endurecimento para ambas as ligas, Fe18Mn3Ti e Fe18Mn (Raabe et al. 2014; Gutierrez; Raabe, 2011; Pierce et al. 2014; Mohammadzadeh; Mohammadzadeh, 2017; Sadeghpour et al. 2020).

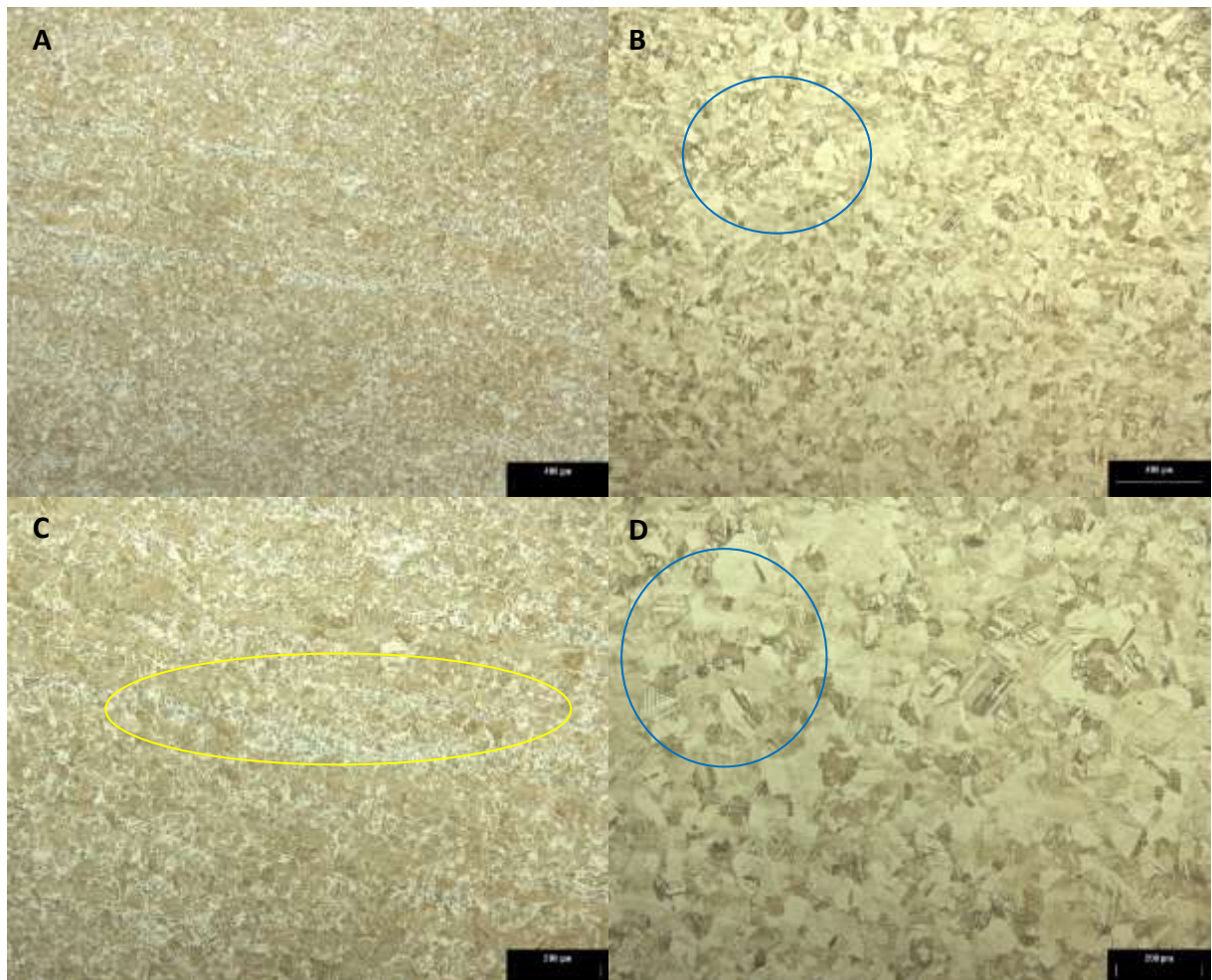
Termodinamicamente é necessário que haja uma diminuição da energia livre de Gibbs do sistema, a fim de que a transformação martensítica ocorra, porém essa transformação requer um excesso de energia livre associada a energia de interface austenita/martensita e a energia de deformação gerada pela variação do volume do cristal (Morris; Olson, 1986). Essa diminuição da energia livre de Gibbs pode ser vista

na figura 5.2c com o aumento do teor de titânio na composição química, favorecendo a formação de martensita CCC.

5.2 CARACTERIZAÇÃO INICIAL DO MATERIAL COMO RECEBIDO

A caracterização inicial da microestrutura dos aços Fe18Mn3Ti e Fe18Mn foi realizada pela técnica de microscopia óptica, após preparação metalográfica e ataque com reagente Vilella. Os resultados são mostrados nas figuras 5.3 e 5.4, respectivamente.

Figura 5.3 Microestruturas iniciais das ligas Fe18Mn3Ti em (A e C) e Fe18Mn em (B e D) pela técnica de microscopia óptica, utilizando ataque com reagente Vilella, com diferentes aumentos.



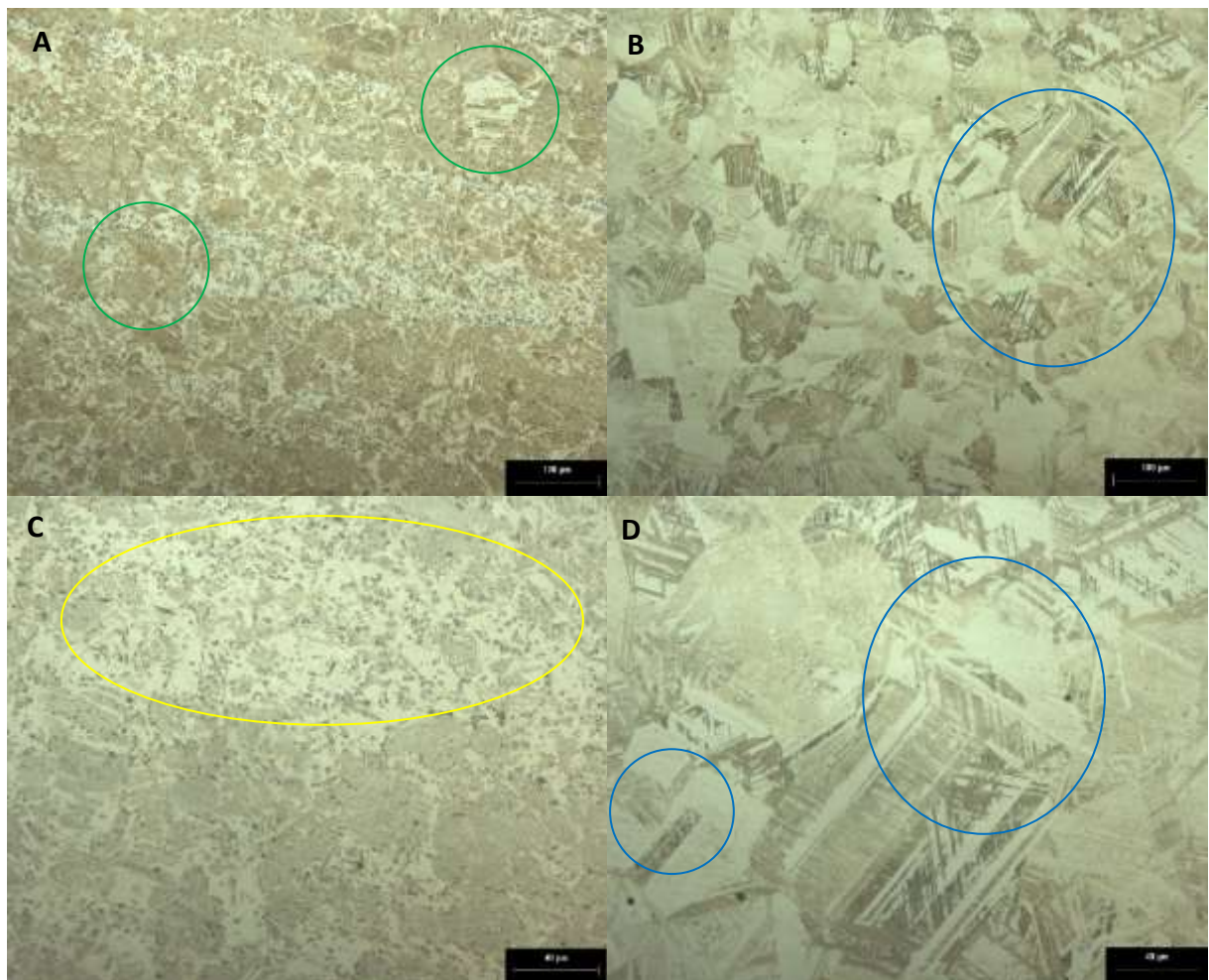
Fonte: O autor.

É possível verificar nas micrografias iniciais da figura 5.3 que os materiais apresentam morfologia comum de materiais austeníticos, porém com um bandejamento aparente na liga Fe18Mn3Ti. As regiões mais claras, na figura 5.3a, podem corresponder a austenita não transformada. Já na figura 5.3c, a elipse em amarelo revela a presença de partículas intermetálicas com um certo bandejamento,

essas partículas podem ter sido formadas durante a solidificação ou processamento à quente.

Para a microestrutura inicial da liga Fe18Mn, as figuras 5.3b e 5.3d, mostram também uma morfologia comum de materiais austeníticos, com grãos austeníticos bem definidos, porém com uma maior quantidade de martensita, que são as regiões mais escuras na microestrutura identificadas pelos círculos em azul. Outro ponto analisado é que nesta liga não se vê a presença de partículas de segunda fase, e consequentemente, um bandeamento.

Figura 5.4 Microestruturas iniciais das ligas Fe18Mn3Ti em (A e C) e Fe18Mn em (B e D) pela técnica de microscopia óptica, utilizando ataque com reagente Vilella, com ampliação maior, evidenciando principalmente as regiões de transformação de fases.



Fonte: O autor.

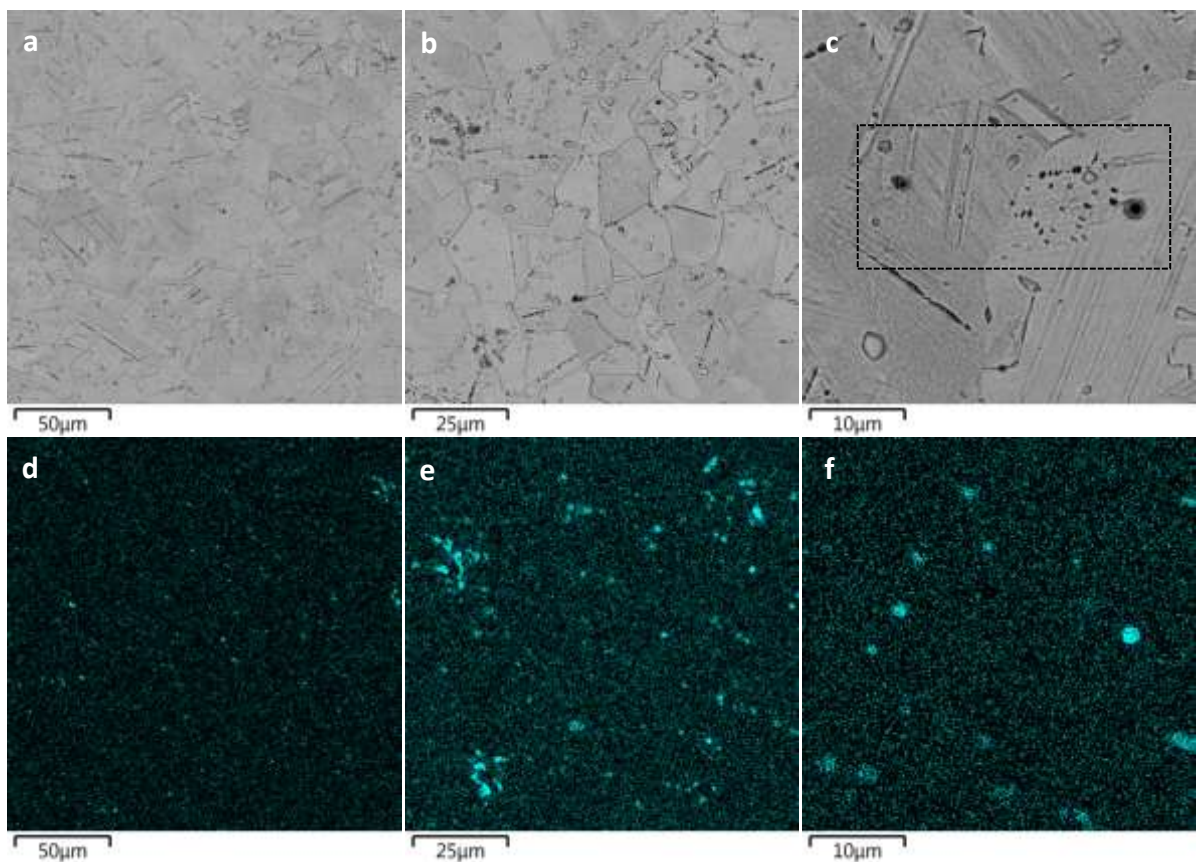
Na figura 5.4a é possível notar ao fundo a microestrutura austenítica com seus contornos bem definidos e também a presença de maclas (círculos verdes). Com a figura 5.4c, de ampliação maior, é possível perceber com facilidade o bandeamento característico deste material, e também o comportamento dos grãos austeníticos nestas regiões e fora delas, tendo um tamanho aparentemente maiores em regiões

com ausência de partículas. Para as figuras 5.4b e 5.4d, notam-se as maclas e também possíveis martensitas, nas regiões mais escurecidas.

O bandeamento está relacionado à segregação de elementos substitucionais, que apresentam baixo coeficiente de difusão no estado sólido (Krauss, 2003; Majka et al., 2002). No caso dos aços manganês, existe uma forte tendência de segregação e consequentemente bandeamento, uma vez que o manganês apresenta uma baixa razão de partição na solidificação (coeficiente de partição menor que 1) (Santos et al. 2008; Lopes, 2011; Costa e Silva, 2014).

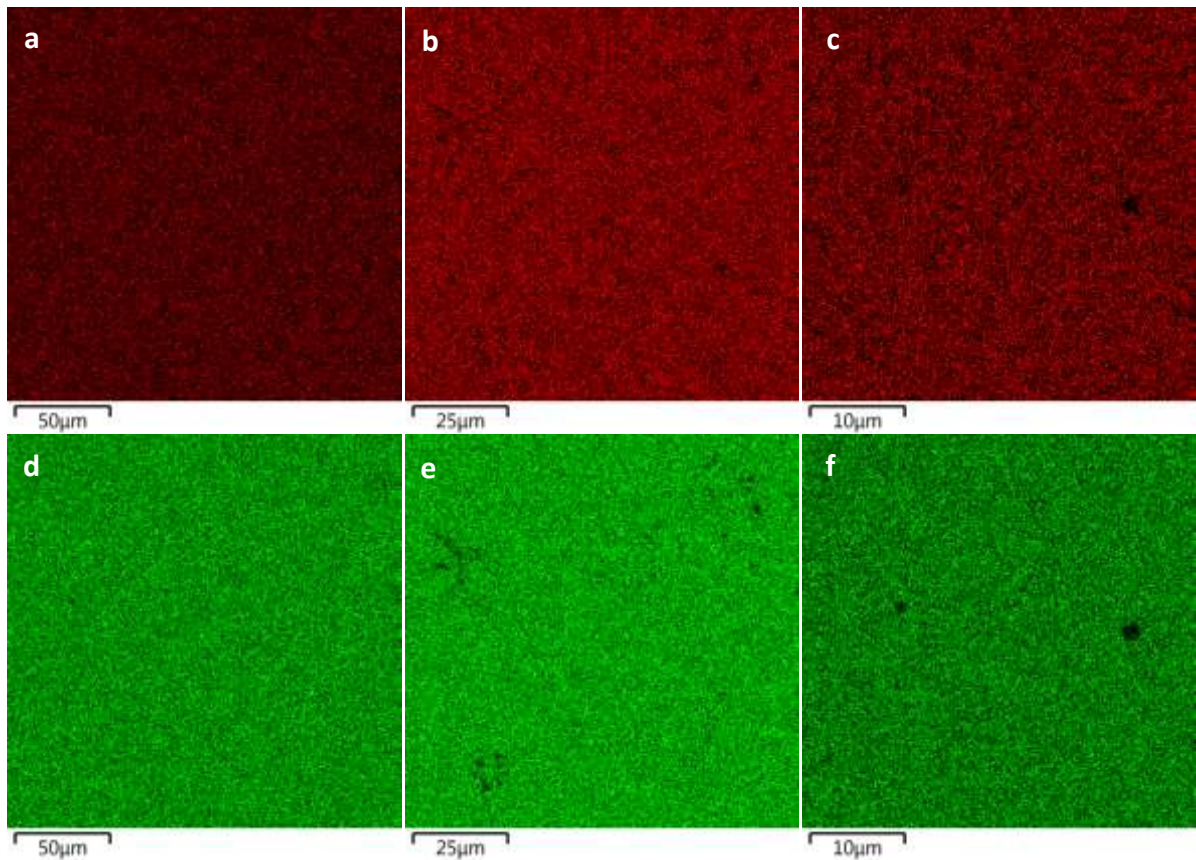
Para conferir a composição química das partículas presentes na liga Fe18Mn3Ti, foi realizada análise de EDS na amostra inicial. Na composição de imagens das figuras 5.5 e 5.6 são reveladas as microestruturas em análise e o comportamento da partição dos elementos titânio (cor turquesa), e mapeamento de partição de manganês (cor vermelha) e ferro (cor verde), respectivamente.

Figura 5.5 Mapeamento de partição do elemento de liga titânio (azul turquesa) ao longo da microestrutura inicial da liga Fe18Mn3Ti em diferentes aumentos. Em (a) e (d) menor ampliação para vista geral; (b) e (e) ampliação intermediária com maior detalhamento das partículas; e (c) e (f) maior ampliação, com região em destaque para o mapeamento de EDS em linha.



Fonte: O autor.

Figura 5.6 Mapeamento de partição do elemento de liga manganês (vermelho) em (a), (b) e (c), relacionada a região analisada na figura 5.4a, 5.4b e 5.4c, respectivamente. E mapeamento de partição do elemento de liga ferro (verde) em (d), (e) e (f), relacionada a região analisada na figura 5.4a, 5.4b e 5.4c, respectivamente.

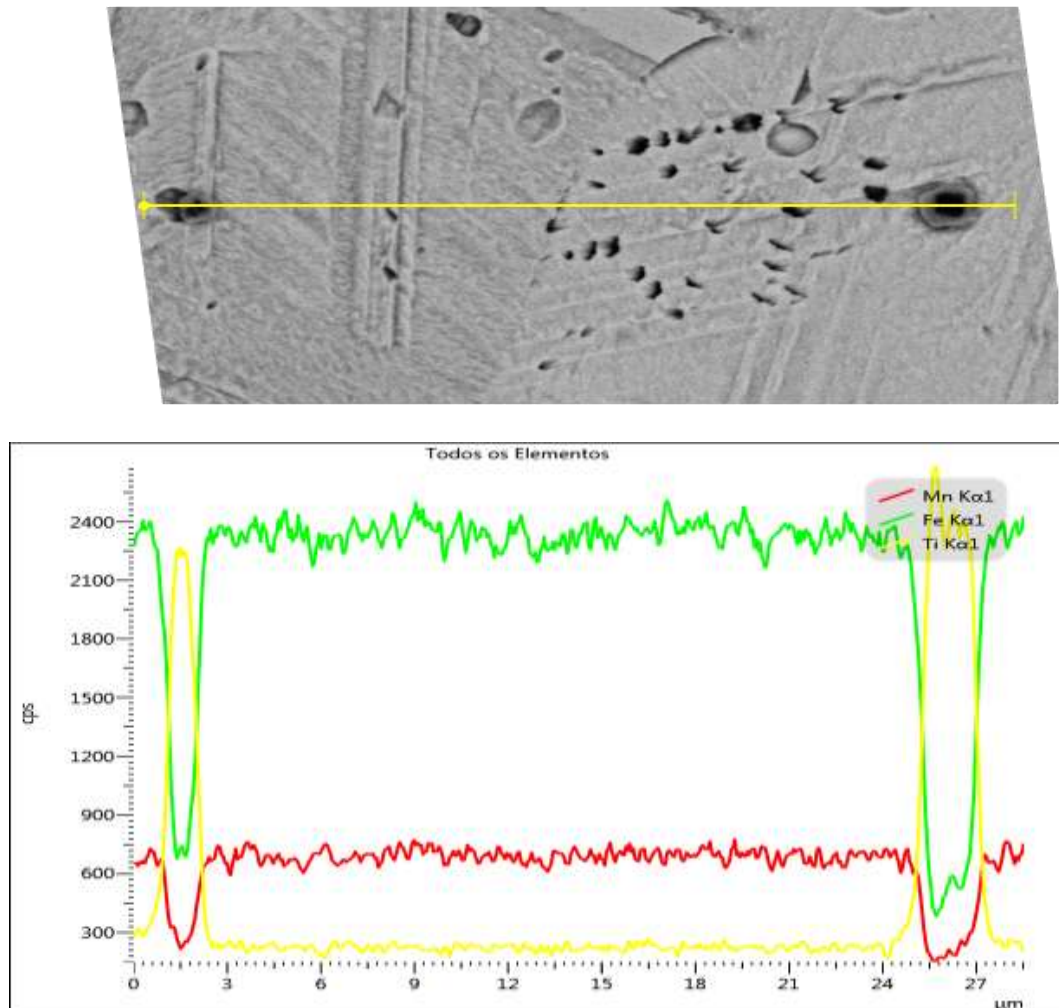


Fonte: O autor.

De acordo com as figuras 5.5d, 5.5e e 5.5f, é notado que o titânio segrega mais intensamente em regiões contendo partículas. Além dessas partículas serem ricas em titânio, os mapas de distribuição mostram que ocorre um empobrecimento de manganês e ferro nessas regiões, como visto nas figuras 5.6a até 5.6f, podendo considerar essas partículas como fase de Laves.

Na figura 5.7 é mostrado o comportamento dos elementos titânio, manganês e ferro em determinada região da amostra, em uma análise de EDS em linha, identificada na figura 5.5c.

Figura 5.7 Região analisada do EDS em linha e gráfico de distribuição de elementos de liga da amostra inicial de Fe18Mn3Ti, em região identificada da figura 5.4c.

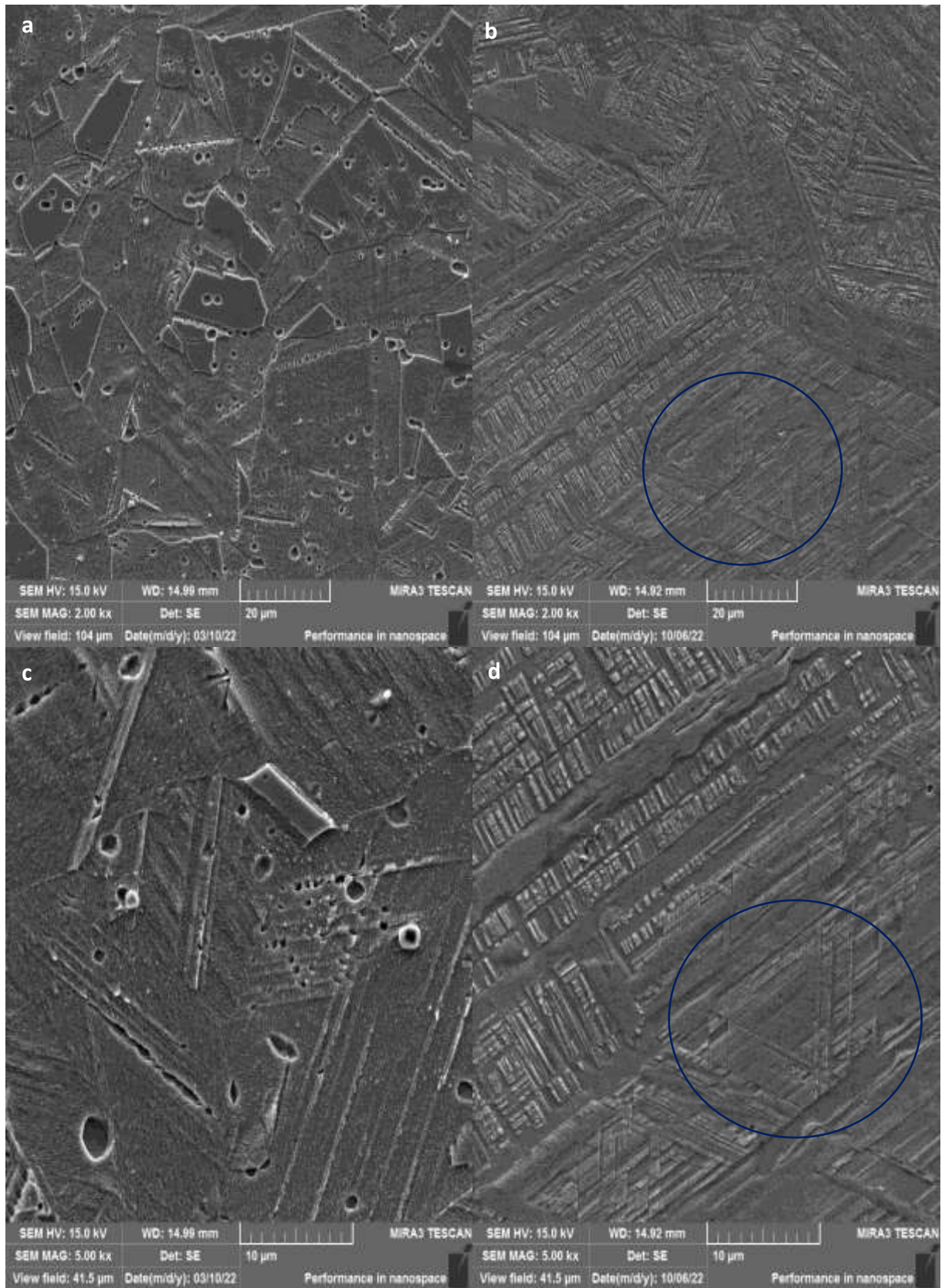


Fonte: O autor.

Com a análise da figura 5.7 é possível notar que nas regiões circulares mais escurecidas, ocorre enriquecimento de titânio e, conseqüentemente, o empobrecimento de manganês e ferro. Nas demais regiões, a partição dos elementos é praticamente constante, podendo supor que são partículas de fase de Laves.

Utilizando a técnica de MEV, obteve-se a composição de imagens da figura 5.8, comparando as características microestruturais iniciais das duas ligas com mais detalhes, evidenciando o comportamento das partículas de segunda fase na liga Fe18Mn3Ti e também as diferenças na morfologia das martensitas formadas, influenciadas pela presença de titânio.

Figura 5.8 Imagens de MEV em diferentes aumentos revelando as características microestruturais iniciais das ligas; em (a) e (c) Fe18Mn3Ti; e em (b) e (d) Fe18Mn.



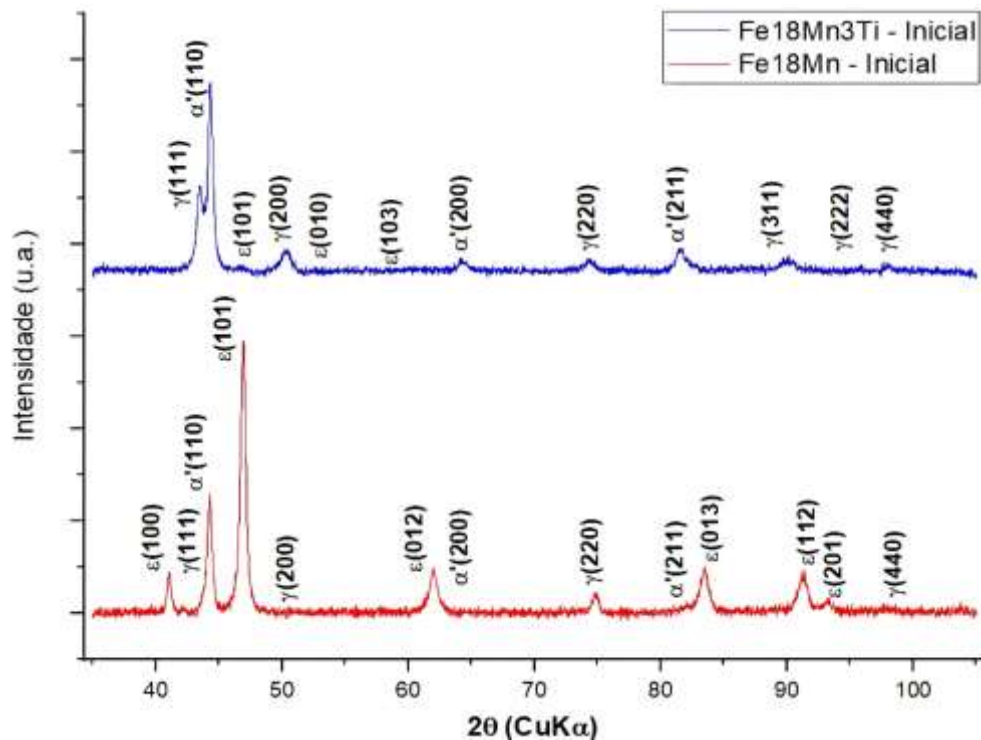
Fonte: O autor

As duas ligas apresentam martensita transformada em suas microestruturas. Entretanto, para a liga Fe18Mn3Ti que aparenta possuir grãos menores e titânio como elemento de liga, pode indicar uma menor presença de martensita ε , localizada mais na região central dos grãos austeníticos, não atingindo os contornos de grão (figura 5.8a e 5.8c) (Takaki et al., 1993). Visualmente é possível considerar o comportamento TRIP e TWIP nessas ligas, uma vez que são observadas regiões com maclas e martensitas em uma matriz austenítica. Ou seja, a deformação induzida por maclação aumentaria a ductilidade por meio da rotação instantânea do cristal e também aumentaria a resistência, devido aos novos obstáculos gerados à movimentação de discordâncias, conhecido como efeito Hall-Petch dinâmico (Dumay et al., 2008). Por outro lado, a formação das martensitas ε e α' também atuariam como uma barreira à movimentação de discordâncias, aumentando a taxa de endurecimento por deformação.

Para as figuras 5.8b e 5.8d, pode-se observar a formação de vários pacotes de martensita ε em um mesmo grão. Esses pacotes tendem a manter uma orientação de 60° , próximos um do outro, formando assim triângulos equiláteros (círculos azuis) que têm seus tamanhos limitados pelos seus vizinhos (De Dafé et al., 2013; Takaki et al., 1993). Considerando que a martensita α' possui uma morfologia lenticular ou em pedaços (*chunk*) (Yang et al., 2011), pode-se considerar que a martensita ε é predominante na liga Fe18Mn inicial, e que provavelmente a martensita α' irá nuclear na interface e crescer para dentro das placas de martensita ε por nucleação intragranular (De Dafé et al., 2013).

Com o intuito de identificar as fases presentes e quantificar a fração volumétrica (tabela 5.1), análises de DRX foram feitas nas amostras iniciais e os picos correspondentes de cada fase estão apresentados na figura 5.9. Vale destacar que deve-se utilizar a quantificação por DRX com ressalvas, visto que a preparação metalográfica pode interferir nos resultados, além de que o método de quantificação por DRX foi desenvolvido para amostras em pó.

Figura 5.9 Picos de DRX obtidos das amostras iniciais das ligas Fe18Mn3Ti (em azul) e Fe18Mn (em vermelho).



Fonte: O autor

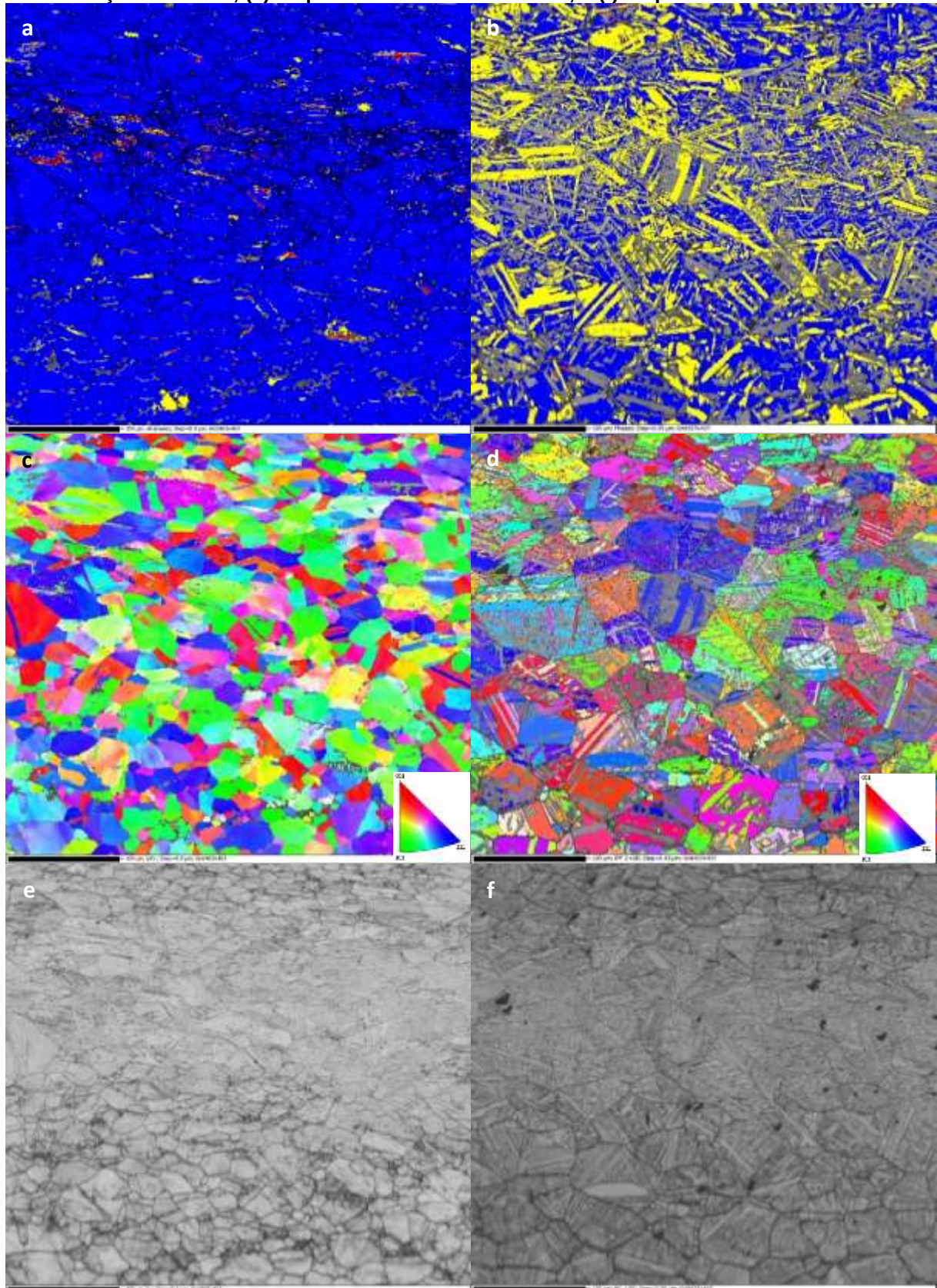
Tabela 5.1 Fração volumétrica das três fases identificadas pelo DRX, com ajuste de curvas Pseudo-Voigt, na condição inicial das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn.

Fase	Fe18Mn3Ti	Fe18Mn
Austenita - γ (CFC)	72,3%	56,6%
Martensita α' (CCC)	14,7%	8,7%
Martensita ε (HC)	13,1%	34,7%

Fonte: O autor

Associando a intensidade dos picos de difração da figura 5.9, com os resultados de fração volumétrica das fases identificadas pelo DRX, é observado uma maior quantidade de martensita α' para a liga Fe18Mn3Ti e uma maior quantidade de martensita ε para a liga Fe18Mn, mostrando a influência do titânio na composição química e, conseqüentemente, nas microestruturas das ligas. Para identificar morfologias e distribuição das fases presentes, bem como analisar as questões de orientação, e concluir a caracterizações iniciais, foram realizadas análises de EBSD, cujos resultados são apresentados na figura 5.10.

Figura 5.10 Mapas de varreduras de EBSD das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn em seu estado inicial. Em (a) mapa de fases da liga Fe18Mn3Ti; (b) mapa de fases da liga Fe18Mn; (azul - austenita, amarelo - martensita ϵ , e vermelho - martensita α'); (c) mapa de orientações Fe18Mn3Ti; (d) mapa de orientações Fe18Mn; (e) mapa de contraste Fe18Mn3Ti; e (f) mapa de contraste Fe18Mn.



Fonte: O autor.

Os mapas de fases nas figuras 5.10a e 5.10b, revelam em azul a fase austenítica (CFC), em amarelo martensita ε (HC), em vermelho martensita α' (CCC) e em cinza as regiões não indexadas. Além da base de dados do programa, também foram criadas as fases de acordo com os resultados de DRX obtidos (conforme tabela 5.2), para martensita ε (HC) e martensita α' (CCC), afim de se obter uma melhor indexação das fases.

Tabela 5.2 Dados retirados do programa Highscore após ajustes dos resultados de DRX, para criação da base de dados no EBSD.

Fase	Grupo Espacial	Parâmetro de rede (Å)
Martensita ε (HC)	$P6_3/mmc$ (194)	$a=b=4,0943/c=5,0843$
Martensita α' (CCC)	$Im-3m$ (229)	$a=b=c=2,876$

Fonte: O autor

Para a liga Fe18Mn3Ti é possível notar na região de bandeamento, uma maior dificuldade de indexação, devido a maior heterogeneidade microestrutural na região. E, conforme discussão referente a figura 5.8, é possível notar com maior clareza a diferença entre as martensitas em relação ao formato e quantidade nas duas ligas em estudo.

Nas figuras 5.10c e 5.10d, os mapas de orientações fornecem resultados sobre como os grãos austeníticos estão orientados uns em relação aos outros de forma que cada cor representa uma orientação.

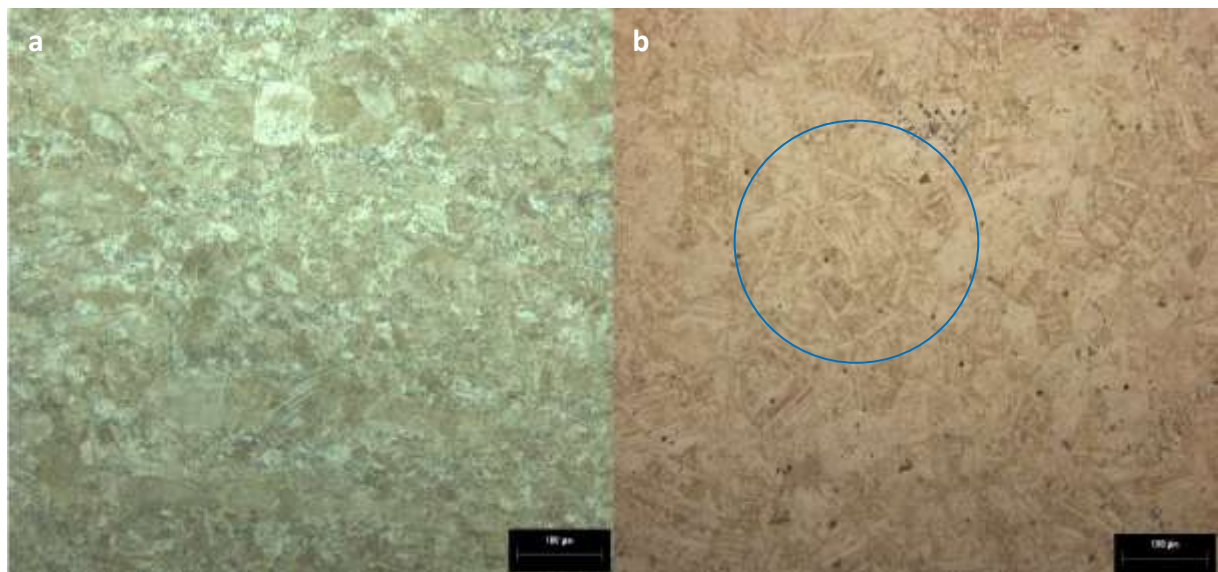
Por fim, as figuras 5.10e e 5.10f são mapas de índice de qualidade resultante da técnica que revelam também os contornos de grãos austeníticos. As regiões com tonalidades mais escurecidas, apresentam maior quantidade de defeitos cristalinos. Já nas regiões onde é notada uma perda de foco, são áreas que apresentam maior dificuldade para indexação das fases, devido ao número de defeitos ou grau de deformação do material.

5.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL APÓS LAMINAÇÃO A FRIO DAS LIGAS Fe18Mn3Ti e Fe18Mn

5.3.1 Análises de microscopia óptica

Após caracterização inicial das ligas e familiarização com os materiais, fez-se o processamento por laminação à frio com níveis de redução em espessura de 10 a 50% para a liga Fe18Mn3Ti e de 10 a 40% para a liga Fe18Mn, a qual fraturou no passo subsequente ao atingir esse valor de 40% de redução. A liga Fe18Mn3Ti apresentou certa facilidade para deformar por laminação, porém decidiu-se nesses 5 graus de redução devido ao comparativo com a liga Fe18Mn e pensando também na dificuldade em caracterizar amostras muito encruadas pela técnica de EBSD. As figuras 5.11 até 5.15 mostram a evolução microestrutural dessas amostras laminadas.

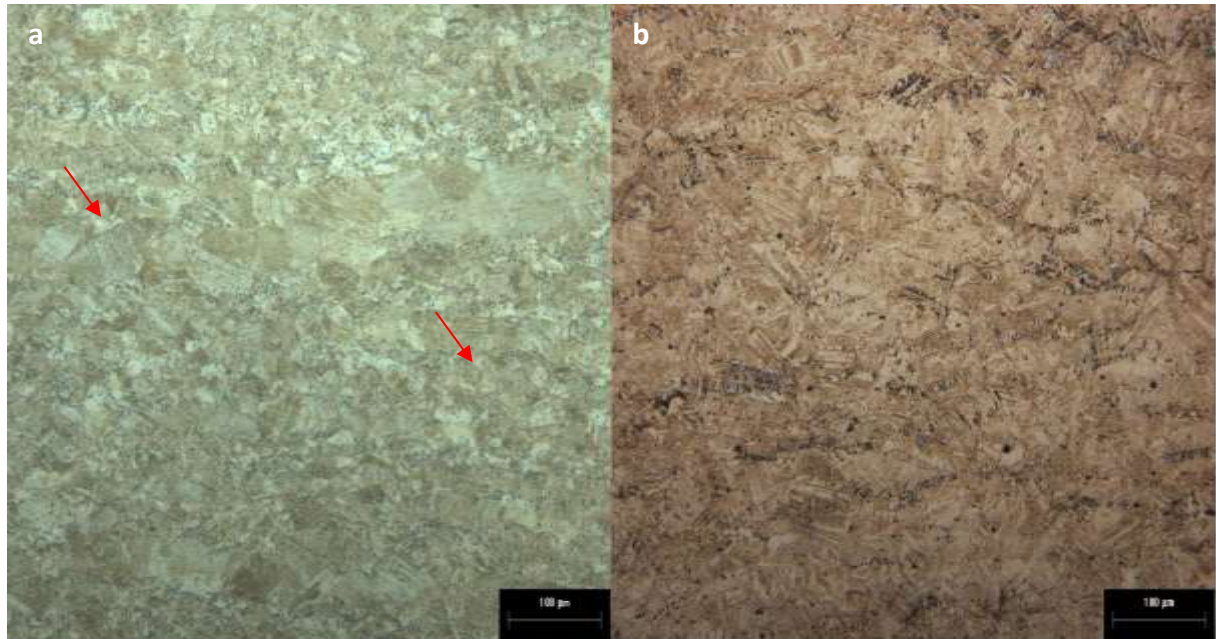
Figura 5.11 Microestruturas das ligas em (a) Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn; com redução em espessura por laminação de 10% e ataque com reagente Vilella.



Fonte: O autor

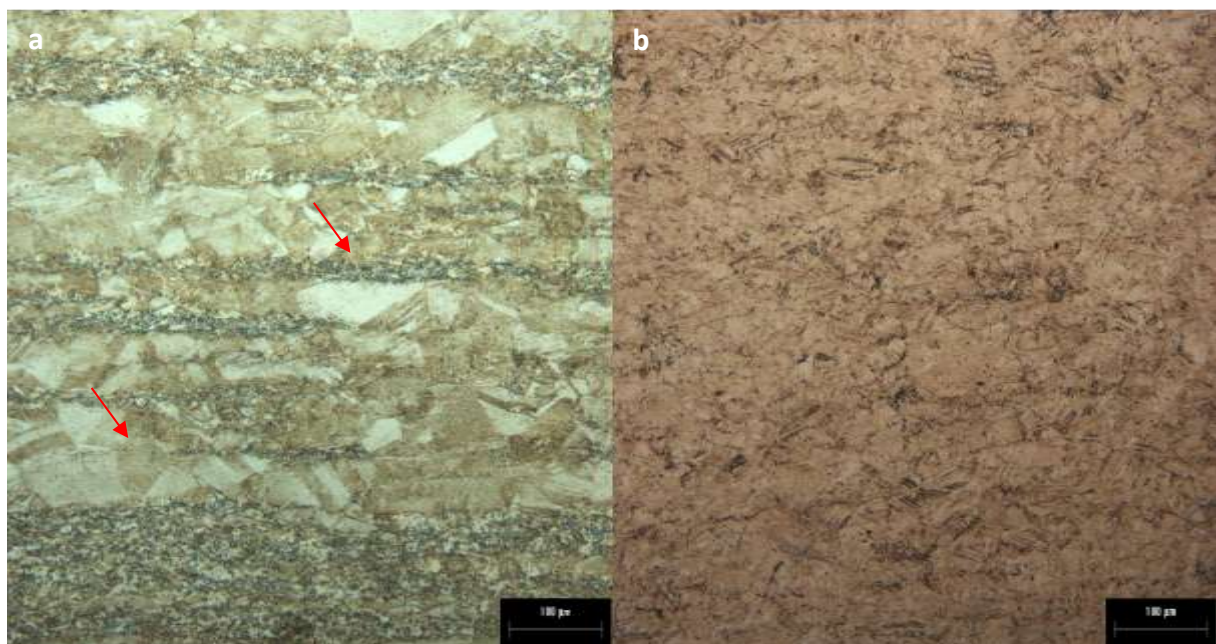
Na figura 5.11a, nota-se que um bandeamento mais evidente em relação a amostra inicial. Também é possível verificar a presença de grãos austeníticos maiores em regiões ausentes de partículas. Já para a liga Fe18Mn com 10% de deformação, a figura 5.11b sugere a presença de uma maior quantidade de martensita com morfologia mais definida, delimitadas por contornos de grão austeníticos e maclas, comparando com a região em destaque da figura 5.4b com a figura 5.11b (círculos azuis).

Figura 5.12 Microestruturas das ligas em (a) Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn; com redução por laminação de 20% e ataque com reagente Vilella.



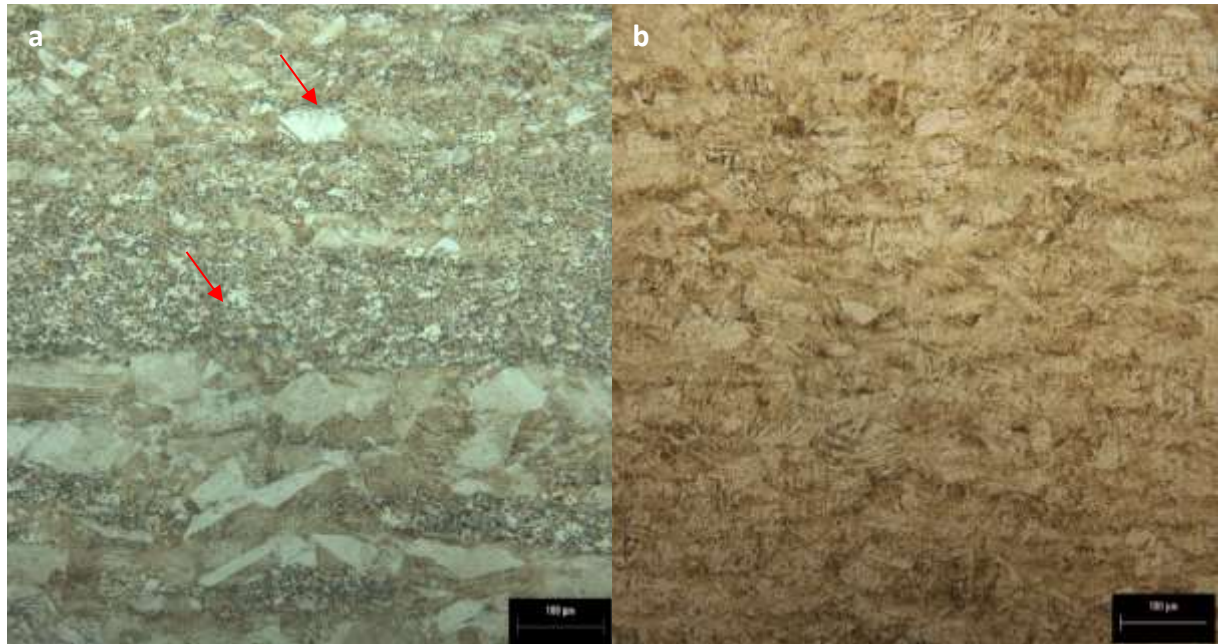
Fonte: O autor.

Figura 5.13 Microestruturas das ligas em (a) Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn; com redução por laminação de 30% e ataque com reagente Vilella,



Fonte: O autor.

Figura 5.14 Microestruturas das ligas em (a) Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn; com redução por laminação de 40% e ataque com reagente Vilella.

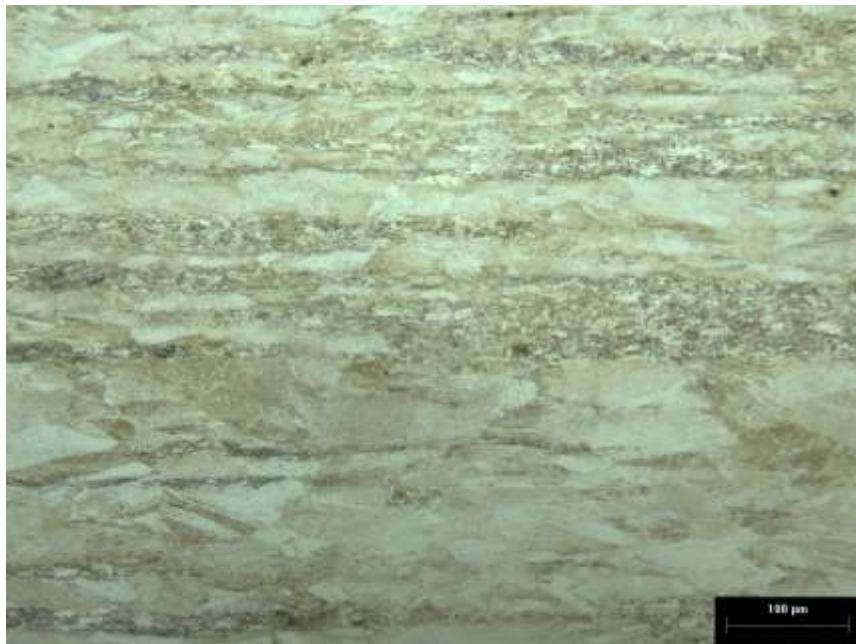


Fonte: O autor.

Nas figuras 5. 12a, 5.13a, 5.14a e 5.15, referente a liga Fe18Mn3Ti, nota-se um bandejamento mais pronunciado com a evolução da deformação, bem como uma microestrutura mais refinada nas regiões com partículas em comparação com regiões de grãos austeníticos maiores (conforme indicado pelas setas em vermelho). Porém, pela coloração do ataque químico, regiões com tonalidades marrons tendem a estar relacionadas com martensitas, as quais podem ser vistas tanto dentro quanto fora dos bandeamentos.

Já nas figuras 5.12b, 5.13b e 5.14b, referentes à liga Fe18Mn, com a evolução da deformação, a heterogeneidade da microestrutura vai aumentando e dificultando inclusive a identificação dos contornos, devido tanto a formação de martensitas quanto à fragmentação da microestrutura pelo encruamento. Regiões onde o ataque produz tons mais escuros, estão relacionadas com uma maior densidade de defeitos e martensita induzida por deformação (martensita α').

Figura 5.15 Microestrutura da liga Fe18Mn3Ti com redução por laminação de 50% e ataque com reagente Vilella, revelando um bandejamento mais pronunciado devido à maior deformação plástica imposta.



Fonte: O autor.

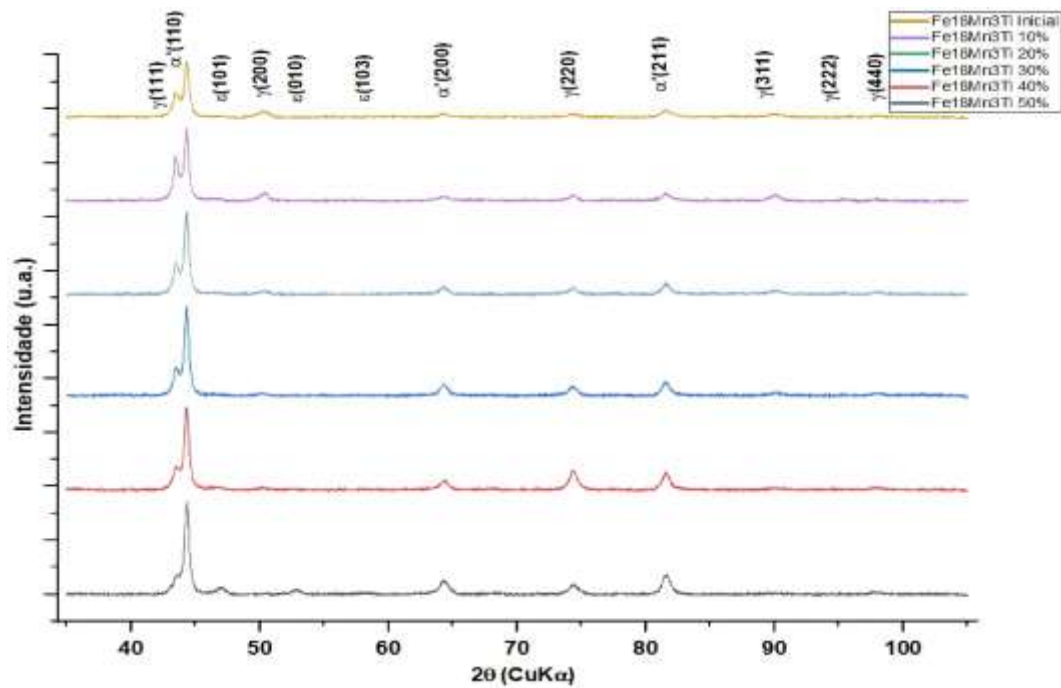
Isso sugere que as partículas de segunda fase, provavelmente Laves, condicionaram a microestrutura da liga Fe18Mn3Ti durante o processamento termomecânico. Uma das hipóteses é que as partículas duras e indeformáveis, causaram a geração de arranjos de discordâncias ao seu redor, incentivando a nucleação da recristalização (PSN – *Particle Stimulated Nucleation*) e promovendo o desenvolvimento de uma microestrutura de grãos austeníticos mais refinados que nas regiões isentas de partículas (fora do bandejamento).

Na liga Fe18Mn, a mudança na microestrutura demonstra um padrão mais homogêneo, influenciado pela ausência de partículas de Laves e de titânio em sua composição química, que também altera os mecanismos de transformação e o desenvolvimento da microestrutura. Os grãos austeníticos apresentam tamanhos mais uniformes, porém com regiões mais fragmentadas, enquanto possíveis áreas com maior densidade de martensitas surgem devido à deformação aplicada, relacionadas com as reações de transformação martensítica $\epsilon \rightarrow \alpha'$ e $\gamma \rightarrow \alpha'$.

5.3.2 Análises por DRX

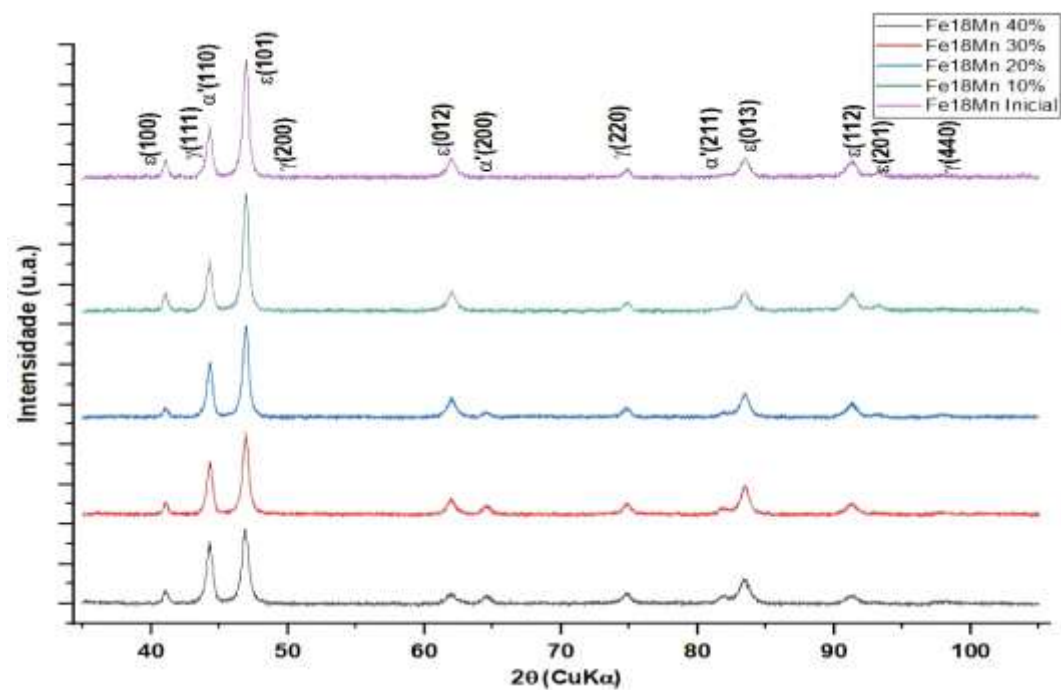
As figuras 5.16 e 5.17 trazem os picos de difração referentes às amostras laminadas das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn, respectivamente.

Figura 5.16 Picos de DRX obtidos das amostras laminadas da liga Fe18Mn3Ti, identificando a fases γ , ϵ e α' .



Fonte: O autor

Figura 5.17 Picos de DRX obtidos das amostras laminadas da liga Fe18Mn, identificando a fases γ , ϵ e α' .



Fonte: O autor

Com a análise dos picos de difração, das figuras 5.16 e 5.17 é visto que, de maneira geral, com o avanço da deformação a presença de austenita vai diminuindo,

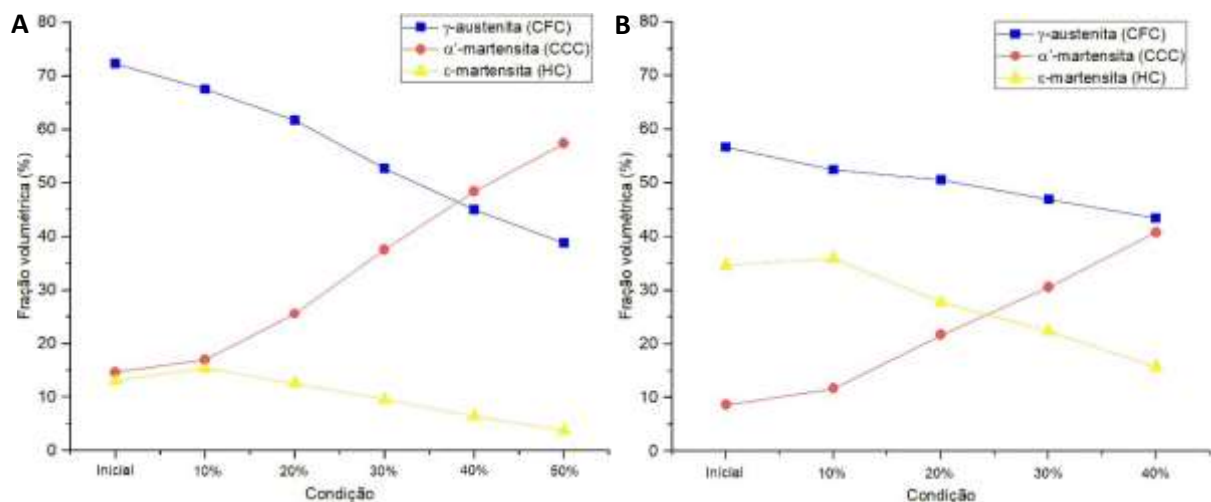
enquanto a martensita α' vai aumentando, indicando uma sequência de transformação martensítica $\gamma \rightarrow \alpha'$. Porém, também é observado uma queda de martensita ε , juntamente com a austenita, com a maior deformação aplicada, ou seja, indicando uma sequência $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, uma vez que a martensita α' continua a ser formada. Essas considerações podem ser melhores vistas de acordo com os valores de fração volumétrica de cada fase, apresentados na tabela 5.3, e nos gráficos da figura 5.18.

Tabela 5.3 Valores de fração volumétrica de fases presentes, obtidos pela análise por DRX com ajuste de curvas Pseudo-Voigt, das amostras laminadas das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn.

Condição	Fe18Mn3Ti			Fe18Mn		
	Austenita	Martensita	Martensita	Austenita	Martensita	Martensita
	γ	α'	ε	γ	α'	ε
Inicial	72,3%	14,7%	13,1%	56,6%	8,7%	34,7%
10%	67,6%	17,0%	15,4%	52,4%	11,7%	35,9%
20%	61,8%	25,6%	12,6%	50,5%	21,7%	27,8%
30%	52,8%	37,6%	9,6%	47,0%	30,6%	22,4%
40%	45,0%	48,5%	6,5%	43,5%	40,8%	15,7%
50%	38,8%	57,4%	3,8%	-	-	-

Fonte: O autor

Figura 5.18 Gráficos de fração volumétrica das fases presentes nas ligas, identificadas por DRX: em (a) Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn.



Fonte: O autor

A partir dos resultados de quantificação de fases das amostras laminadas, se observa que para ambas as ligas a transição de 10% para 20% de deformação é a que causa maior taxa de transformação de fases, seja pelo decréscimo da austenita ou de martensita ε , podendo estar relacionado com uma maior facilidade de

movimentação de discordâncias e com o pico de saturação de transformação de martensita ε , conforme discussão da figura 3.5.

Para a liga Fe18Mn3Ti é notado que, nesta mesma região de transição entre 10% e 20%, o aumento da fração volumétrica de martensita α' está mais associado à diminuição de austenita do que de martensita ε , levando a considerar a sequência de transformação martensítica $\gamma \rightarrow \alpha'$ como predominante. Já para a liga Fe18Mn, essa contribuição para formação de martensita α' está melhor distribuída entre a austenita e martensita ε , podendo considerar a sequência de transformação $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ como predominante. Porém, é esperado que ambas as sequências ocorram nas duas ligas estudadas.

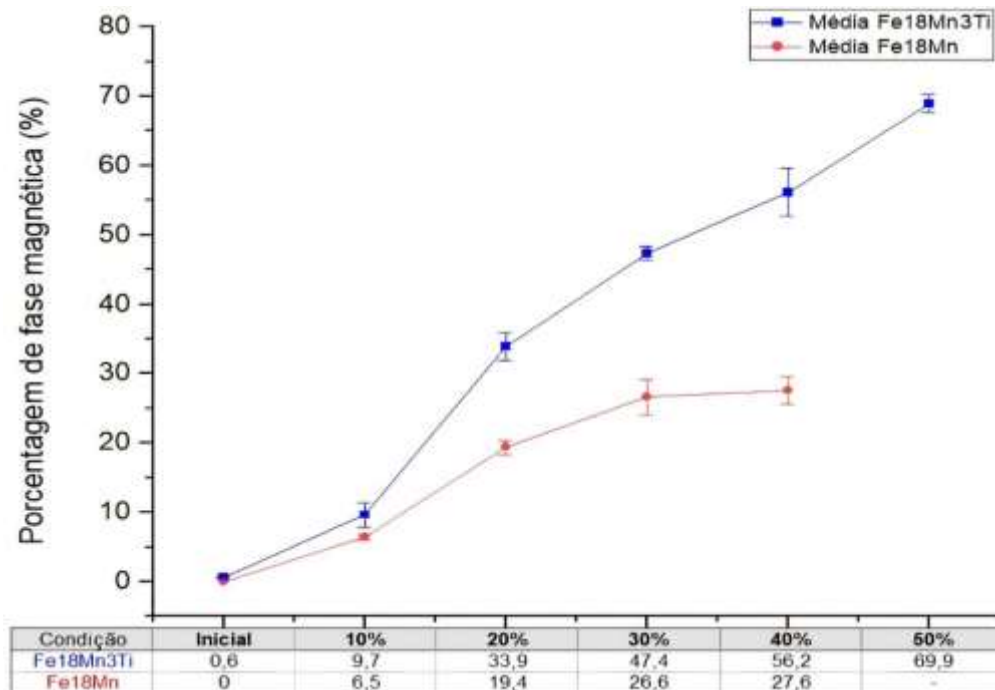
Importante ressaltar o efeito do titânio na microestrutura da liga Fe18Mn3Ti, que atuou como elemento de liga que favorece a formação de martensita α' , restringindo a formação de martensita ε .

A EDE também é um parâmetro importante em aços maraging com alto teor de manganês, influenciando na estabilidade da austenita e, conseqüentemente, na evolução microestrutural e na sequência de transformação martensítica. Utilizando as equações (3) e (4), juntamente com as informações retiradas das análises por DRX, obteve-se os resultados de EDE de 8,8 mJ/m² para a liga Fe18Mn3Ti e 11,5 mJ/m² para a liga Fe18Mn. Conforme discutido no capítulo 3, pode-se afirmar que ambas as ligas, Fe18Mn3Ti e Fe18Mn irão apresentar um efeito TRIP predominante, (Castañeda et al. 2021; Welsch et al. 2016; Yoo et al. 2009; Raabe et al. 2014; Gutierrez; Raabe, 2011; Pierce et al. 2014).

5.3.3 Análise de ferritoscopia

Levando em conta a diferença de comportamento magnético entre as fases presentes, pode-se estimar a porcentagem de fase magnética através de análise de ferritoscopia. A austenita (CFC) e a martensita ε (HC) não apresentam magnetismo, já a martensita α' (CCC) possui comportamento magnético. A figura 5.19 apresenta os valores de porcentagem de fase magnética para cada condição.

Figura 5.19 Valores médios de porcentagem de fase magnética de todas as condições das ligas Fe18Mn3Ti em azul, e Fe18Mn em vermelho.



Fonte: O autor.

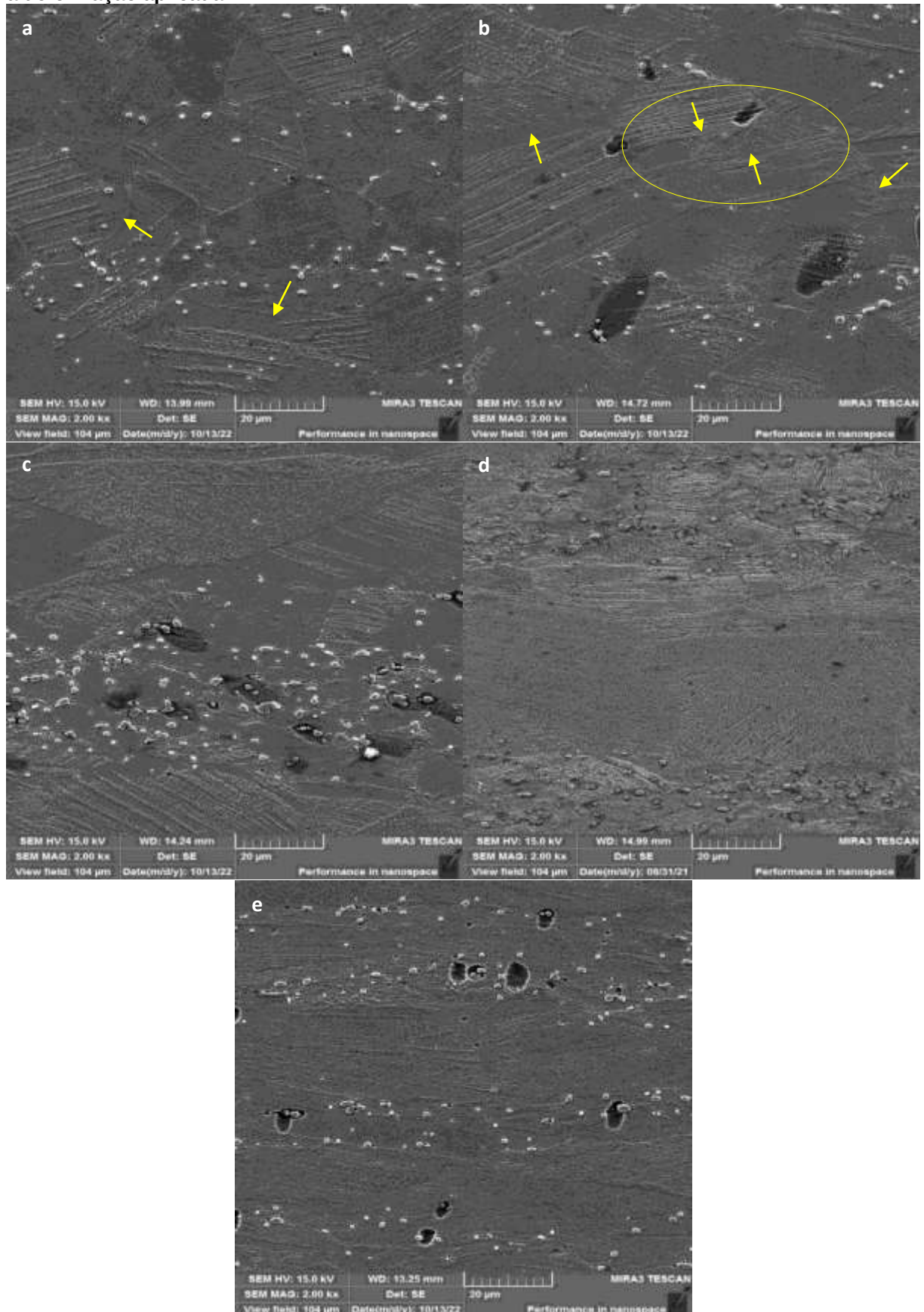
Para a amostra inicial da liga Fe18Mn não foi possível identificação da porcentagem de fase magnética por análise de ferritoscopia, pois conforme visto nas varreduras de EBSD e também no DRX, a quantidade de martensita α' é menor quando comparada a liga Fe18Mn3Ti, e com essa fração volumétrica o limite de leitura do equipamento ($> 0,1\%$) não permitiu obter um valor para comparação.

De acordo com a evolução da laminação, a quantidade de fase magnética vai aumentando, caracterizada pela formação de martensita α' , corroborando com os demais resultados de caracterização discutidos anteriormente. Também é visto um aumento mais expressivo na transformação de fase magnética na transição de 10% para 20% das duas ligas em estudo, caracterizando o ponto de saturação de formação de martensita ε , com martensita α' assumindo a transformação de fase subsequente.

5.3.4 Análises por MEV e EBSD

Nas figuras 5.20 e 5.21 são apresentadas as micrografias das amostras laminadas da liga Fe18Mn3Ti e a figura 5.22 para a liga Fe18Mn, obtidas por MEV. Pode ser observada a variação no bandeamento devido as partículas de Laves, assim como a fragmentação da microestrutura causada pela laminação.

Figura 5.20 Micrografias obtidas por MEV para as amostras laminadas de Fe18Mn3Ti. Em (a) 10%; (b) 20%; (c) 30%; (d) 40% e (e) 50% de redução. Revelando a evolução microestrutural com a deformação aplicada.

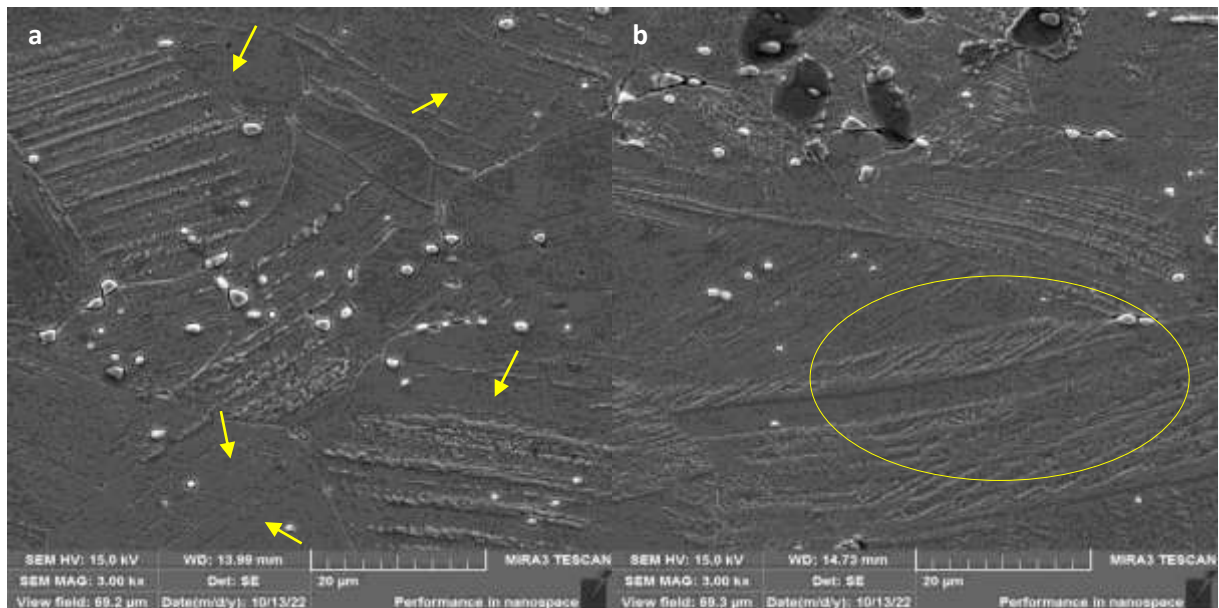


Fonte: O autor.

Nas figuras 5.20a e 5.20b, é observado nas regiões indicadas pelas setas amarelas, a possível nucleação e crescimento de martensita α' (induzida por deformação) em defeitos e bandas de cisalhamento. Na amostra menos deformada os grãos austeníticos estão mais uniformes, sem uma transformação de fases aparente; porém, para a amostra com 20% de redução (figura 5.20b) é possível verificar uma estrutura crescendo dos contornos para o centro dos grãos austeníticos (sequência $\gamma \rightarrow \alpha'$). Para a região identificada com uma elipse em amarelo na figura 5.20b, vê-se uma estrutura citada por De Dafè et al. (2013), com formato de triângulo equilátero (60°) dentro de uma macla, e uma morfologia na parte interior característica de martensita ε com início de fragmentação causada pela deformação, indicando uma possível formação de martensita α' (sequência $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$). Imagens com uma ampliação maior são apresentadas na figura 5.21, referentes às amostras da liga Fe18Mn3Ti com deformação de 10% e 20%.

Nas demais amostras da sequência de deformação da liga Fe18Mn3Ti, indicadas nas figuras 5.20c, 5.20d e 5.20e é observada a evolução da transformação martensítica nos grãos austeníticos. Os grãos ficam com aspectos mais preenchidos e alongados se comparado à figura 5.20a, e também ocorrendo um estreitamento das bandas com partículas de Laves. Vale ressaltar que essas partículas de segunda fase podem ter sido formadas durante a solidificação ou processamento por laminação a quente do material.

Figura 5.21 Micrografias obtidas por MEV para as amostras laminadas de Fe18Mn3Ti. Em (a) 10% e (b) 20% de redução. Revelando possíveis sítios de nucleação de martensita α' a partir de grãos austeníticos e regiões com martensita ε .

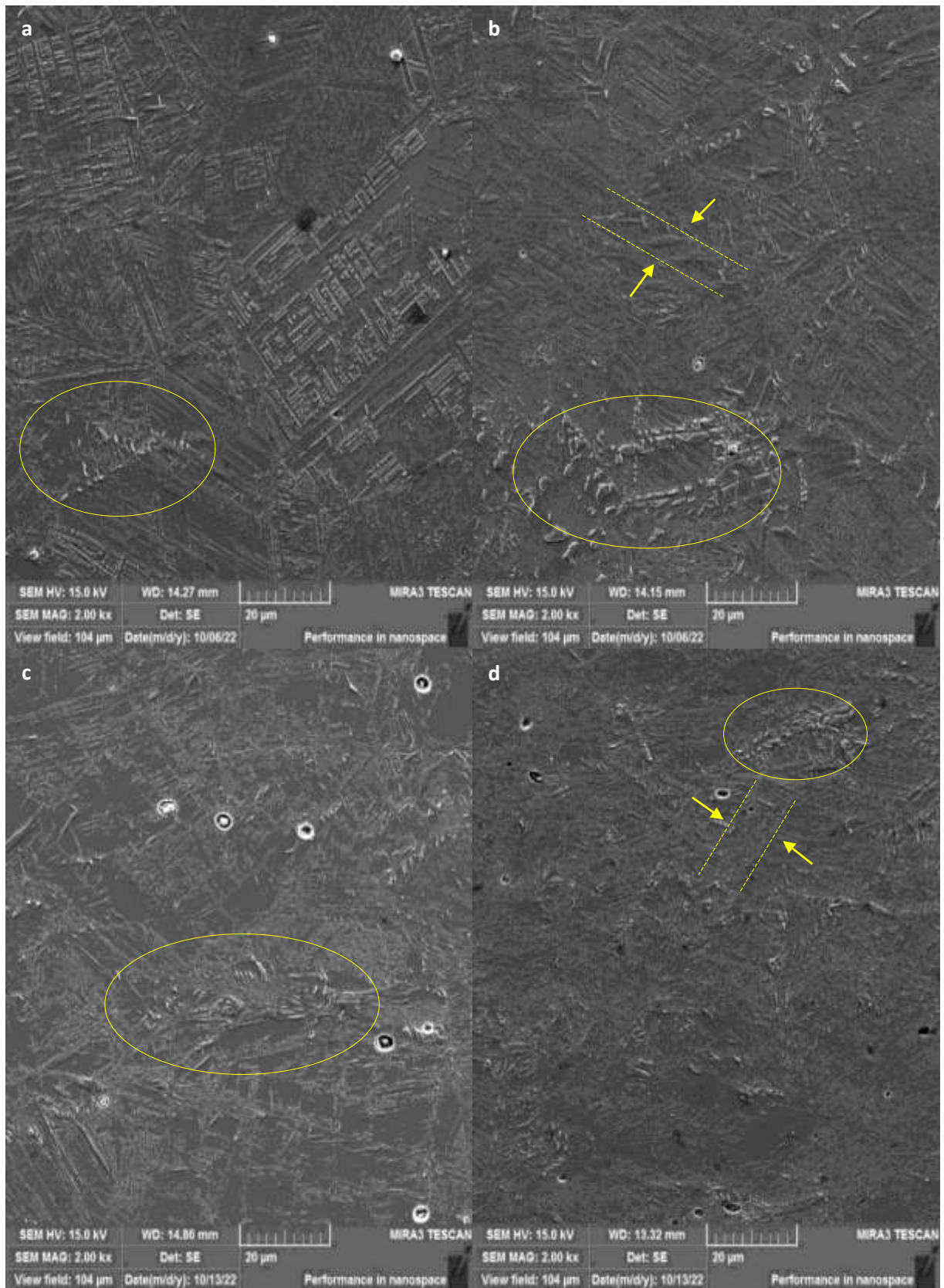


Fonte: O autor

Como pode ser visto nas regiões identificadas da figura 5.21a, existem intersecções de maclas no interior dos grãos austeníticos, podendo considerar possíveis sítios de nucleação de martensita α' . Na figura 5.21b, a região em destaque revela uma microestrutura mais fragmentada causada pela deformação, mas com características morfológicas de martensita ε dentro de uma macla. A nucleação de martensita ε pode estar relacionada com a presença desses contornos de macla, e a intersecção dessas placas de martensita ε podem atuar como locais preferenciais de nucleação e crescimento de martensita α' .

Analisando as imagens de MEV das amostras laminadas da liga Fe18Mn, nota-se que a microestrutura evolui de uma condição bem organizada geometricamente (figura 5.22a) para microestruturas cada vez mais fragmentadas (figuras 5.22b a 5.22d), geradas devido à deformação gerada pelo processo de laminação a frio. As regiões identificadas com círculos amarelos mostram a formação de martensita α' em maclas e em regiões com formato de triângulo equilátero citado por De Dafé et al. (2013), e a morfologia dessa martensita CCC se apresenta conforme citada por Yang et al. (2011), lenticular ou em pedaços (*chunk*). Também é observado essa transformação de fases dentro de maclas, conforme destacado na figura 5.22d.

Figura 5.22 Micrografias obtidas por MEV para as amostras laminadas de Fe18Mn. Em (a) 10%; (b) 20%; (c) 30% e (d) 40% de redução. Revelando a evolução microestrutural de acordo com as transformações de fases associadas a deformação aplicada.



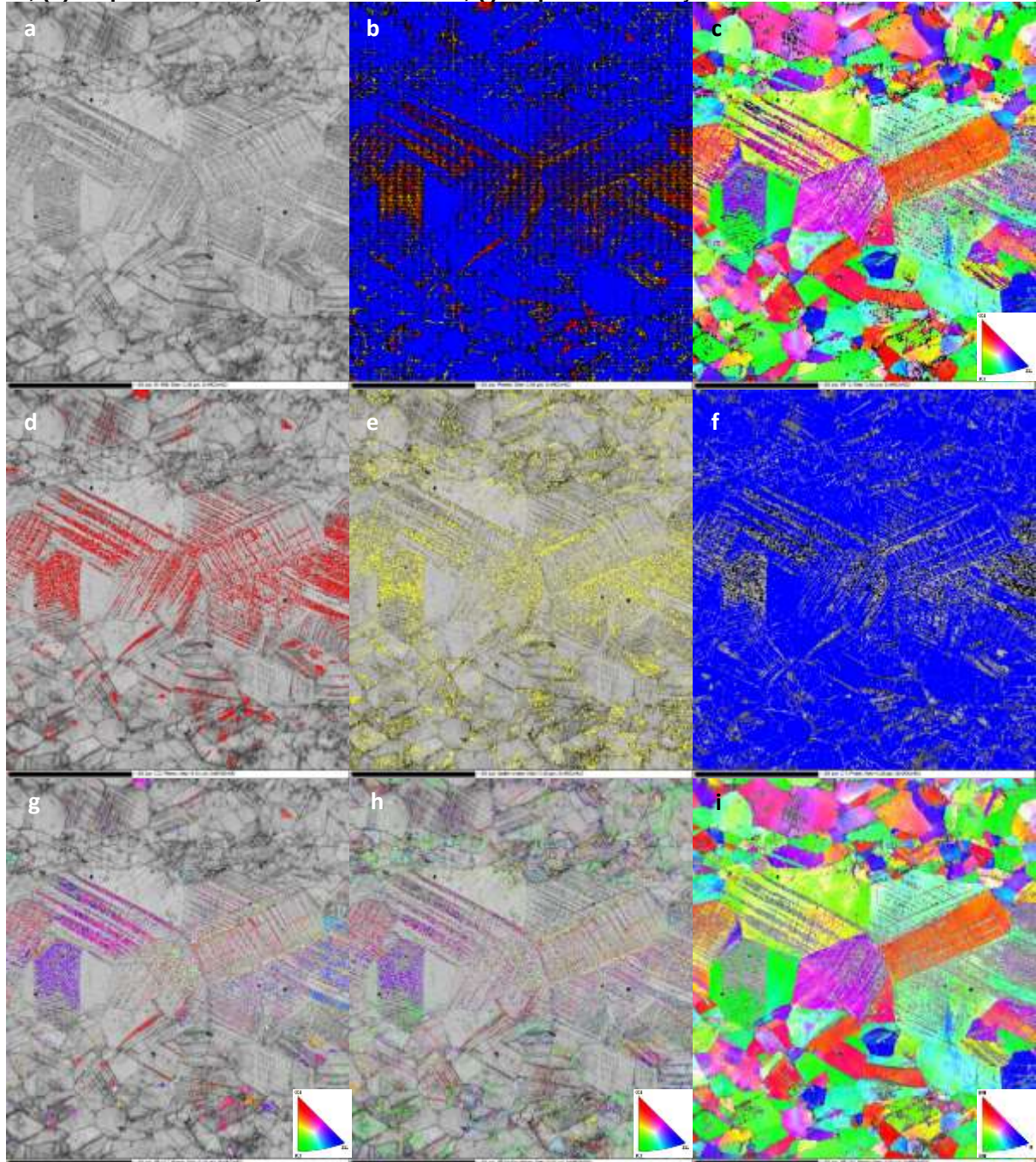
Fonte: O autor

Considerando os resultados derivados das análises de DRX e MEV, particularmente em relação à transição observada de 10% para 20% de redução em espessura por laminação de ambas as ligas, bem como a complexidade enfrentada na caracterização por EBSD de amostras encruadas, as figuras seguintes (figuras 5.23 a 5.26) oferecem uma abrangente caracterização dessas amostras utilizando EBSD. Estas incluem mapas de fases, mapas de orientação e também mapas individuais de martensita α' (vermelho), martensita ε (amarelo) e austenita (azul), para uma melhor avaliação.

Para a composição de imagens das figuras 5.23 e 5.24 tem-se a caracterização das amostras da liga Fe18Mn3Ti com 10% e 20% de deformação, respectivamente. Devido à presença de bandejamento no material, foi selecionada uma região para análise que abrange uma variação entre bandas, tanto em áreas com a presença de fase de Laves, quanto em áreas sem essas partículas.

No mapeamento de fases da figura 5.23b nota-se que tanto martensita α' quanto martensita ε são indexadas em regiões complementares uma à outra. Isso sugere que intersecções de martensita ε atuam como sítios de nucleação de martensita α' , bem como contornos de macla, uma vez que as duas martensitas se encontram dentro delas em determinadas regiões. Essa relação de proximidade e orientação é vista com maiores detalhes nas figuras 5.23d e 5.23e, e 5.23g e 5.23h, respectivamente, com a indexação isolada de cada fase. Vale destacar também que visualmente a fração volumétrica de martensita α' e martensita ε é semelhante, em concordância com os resultados obtidos por DRX.

Figura 5.23 Mapas de EBSD da amostra laminada em 10% de redução da liga Fe18Mn3Ti. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ε (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de orientação com todas as fases fixadas; (d) mapa de fase - martensita α' ; (e) mapa de fase - martensita ε ; (f) mapa de fase - austenita; (g) mapa de orientação de martensita α' ; (h) mapa de orientação de martensita ε ; (i) mapa de orientação de austenita.

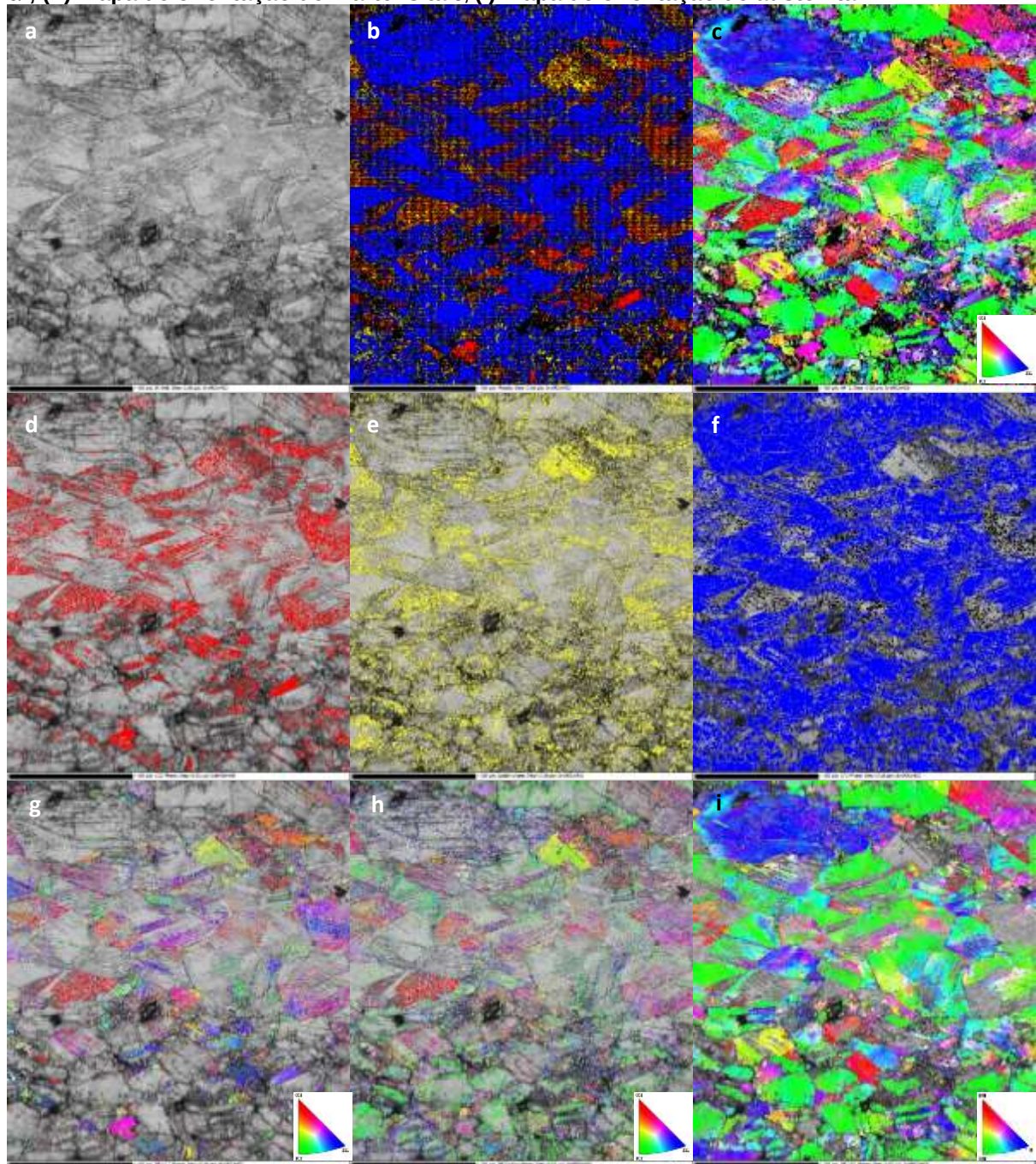


Fonte: O autor

Na composição de imagens da figura 5.24 vê-se uma microestrutura mais fragmentada e uma maior densidade de defeitos, conforme visto na figura 5.24a com as áreas mais escurecidas no mapa. Também é possível verificar uma maior quantidade de martensita α' , distribuídas por toda a amostra, em relação a amostra com 10% de redução por laminação, inclusive em regiões com a presença da fase de

Laves, onde a movimentação causada pela deformação é dificultada pela presença das partículas e de um maior número de contornos.

Figura 5.24 Mapas de EBSD da amostra laminada em 20% de redução da liga Fe18Mn3Ti. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ϵ (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de orientação com todas as fases fixadas; (d) mapa de fase - martensita α' ; (e) mapa de fase - martensita ϵ ; (f) mapa de fase - austenita; (g) mapa de orientação de martensita α' ; (h) mapa de orientação de martensita ϵ ; (i) mapa de orientação de austenita.

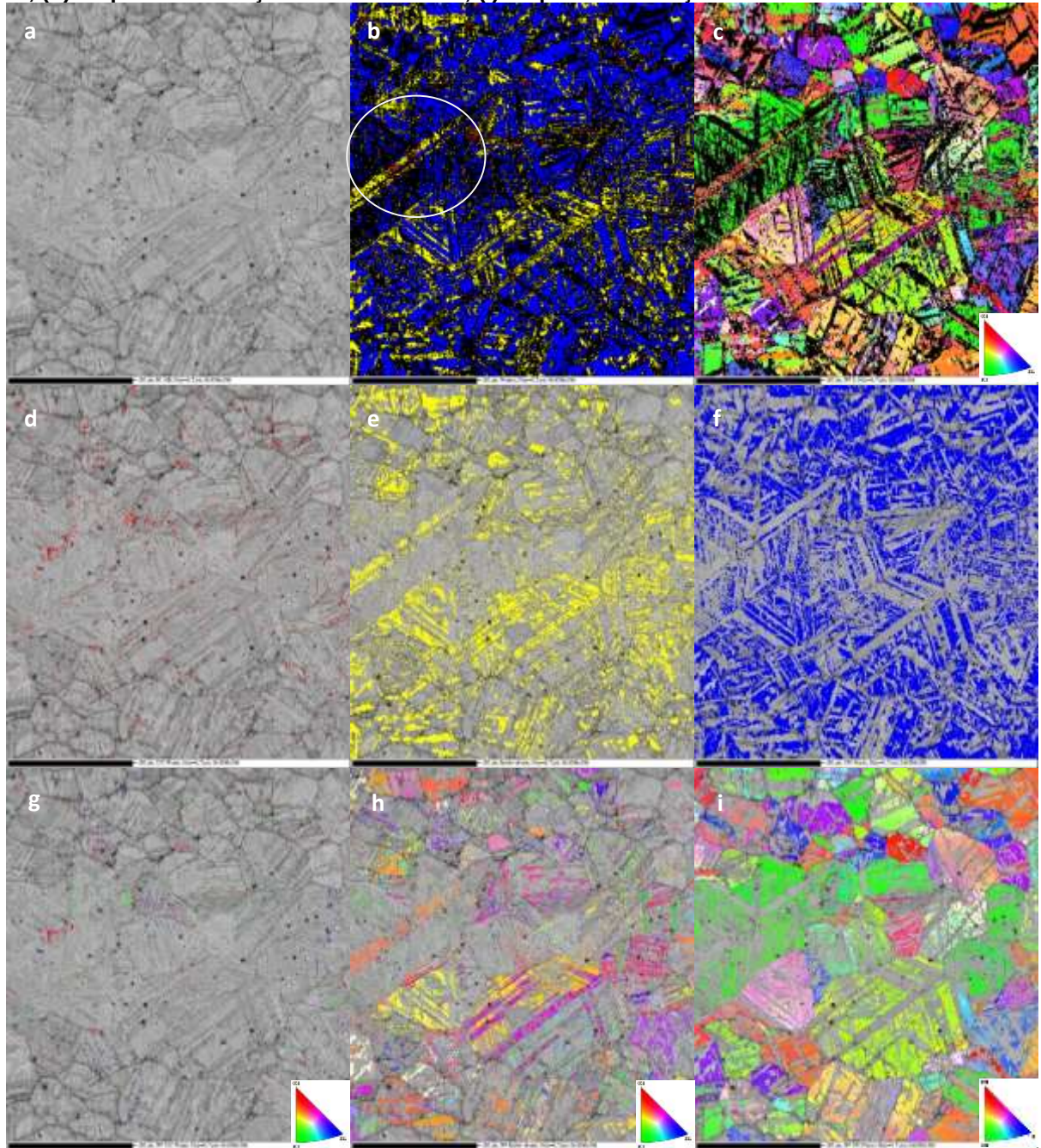


Fonte: O autor

Analisando agora as amostras referentes à liga Fe18Mn, é notado na figura 5.25b, na região identificada com um círculo branco, a formação de martensita α'

dentro de uma placa de martensita ϵ , situação semelhante à discutida nas imagens de MEV (figura 5.22b), assim como foi verificado por Souza Filho et al. (2019), para um aço alto manganês, com 17,6% (em peso) de manganês em sua composição.

Figura 5.25 Mapas de EBSD da amostra laminada em 10% de redução da liga Fe18Mn. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ϵ (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de orientação com todas as fases fixadas; (d) mapa de fase – martensita α' ; (e) mapa de fase – martensita ϵ ; (f) mapa de fase - austenita; (g) mapa de orientação de martensita α' ; (h) mapa de orientação de martensita ϵ ; (i) mapa de orientação de austenita.

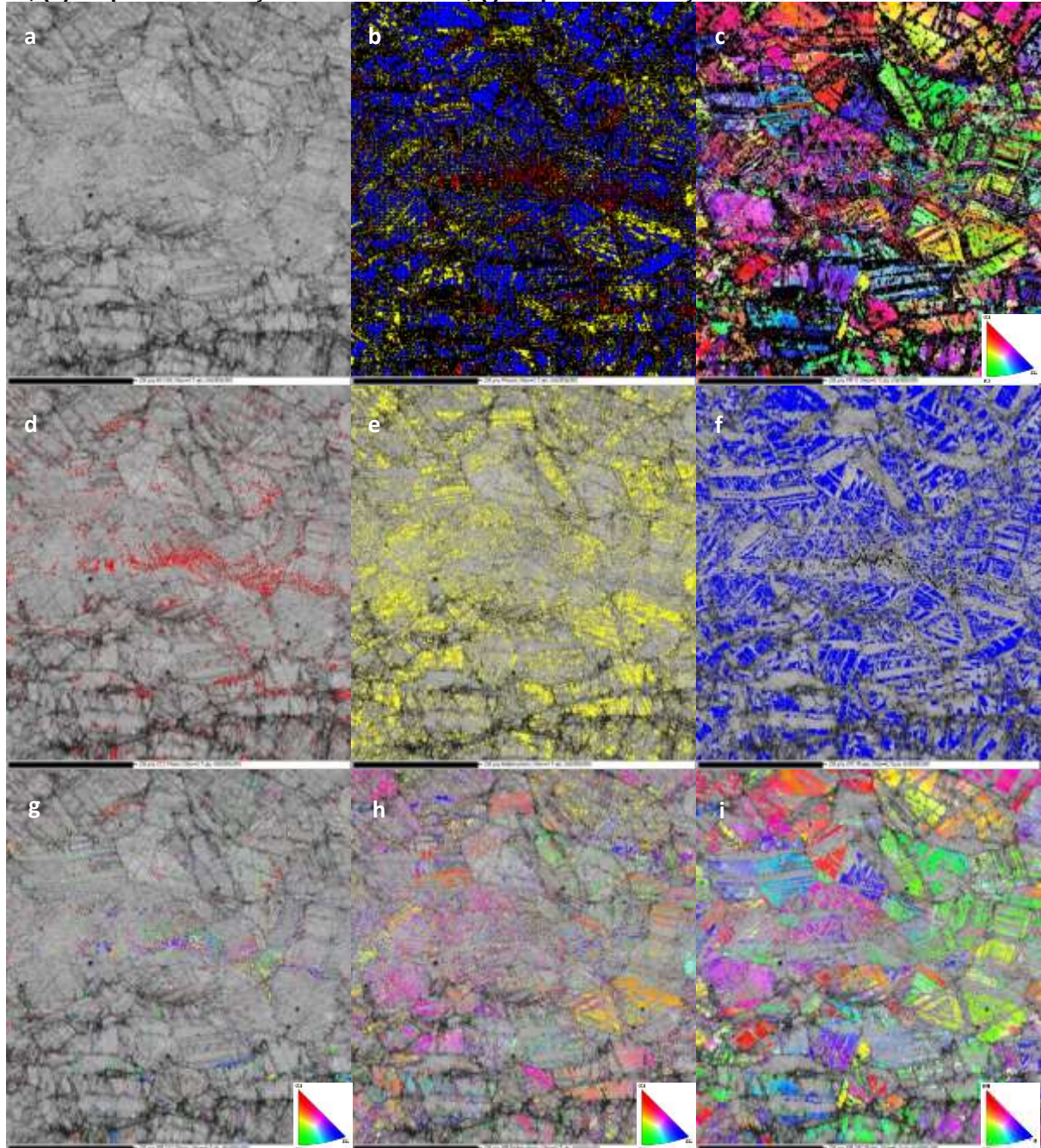


Fonte: O autor

Nas figuras 5.25d e 5.25e é percebido que a quantidade de martensita α' é bem menor do que a da amostra com mesma deformação da liga Fe18Mn3Ti, como era esperado de acordo com a análise por DRX. Já para a amostra com 20% de

deformação, a figura 5.26a mostra a maior quantidade de defeitos causados deformação plástica e pelos fenômenos de transformação de fases.

Figura 5.26 Mapas de EBSD da amostra laminada em 20% de redução da liga Fe18Mn. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ε (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de orientação com todas as fases fixadas; (d) mapa de fase - martensita α' ; (e) mapa de fase - martensita ε ; (f) mapa de fase - austenita; (g) mapa de orientação de martensita α' ; (h) mapa de orientação de martensita ε ; (i) mapa de orientação de austenita.

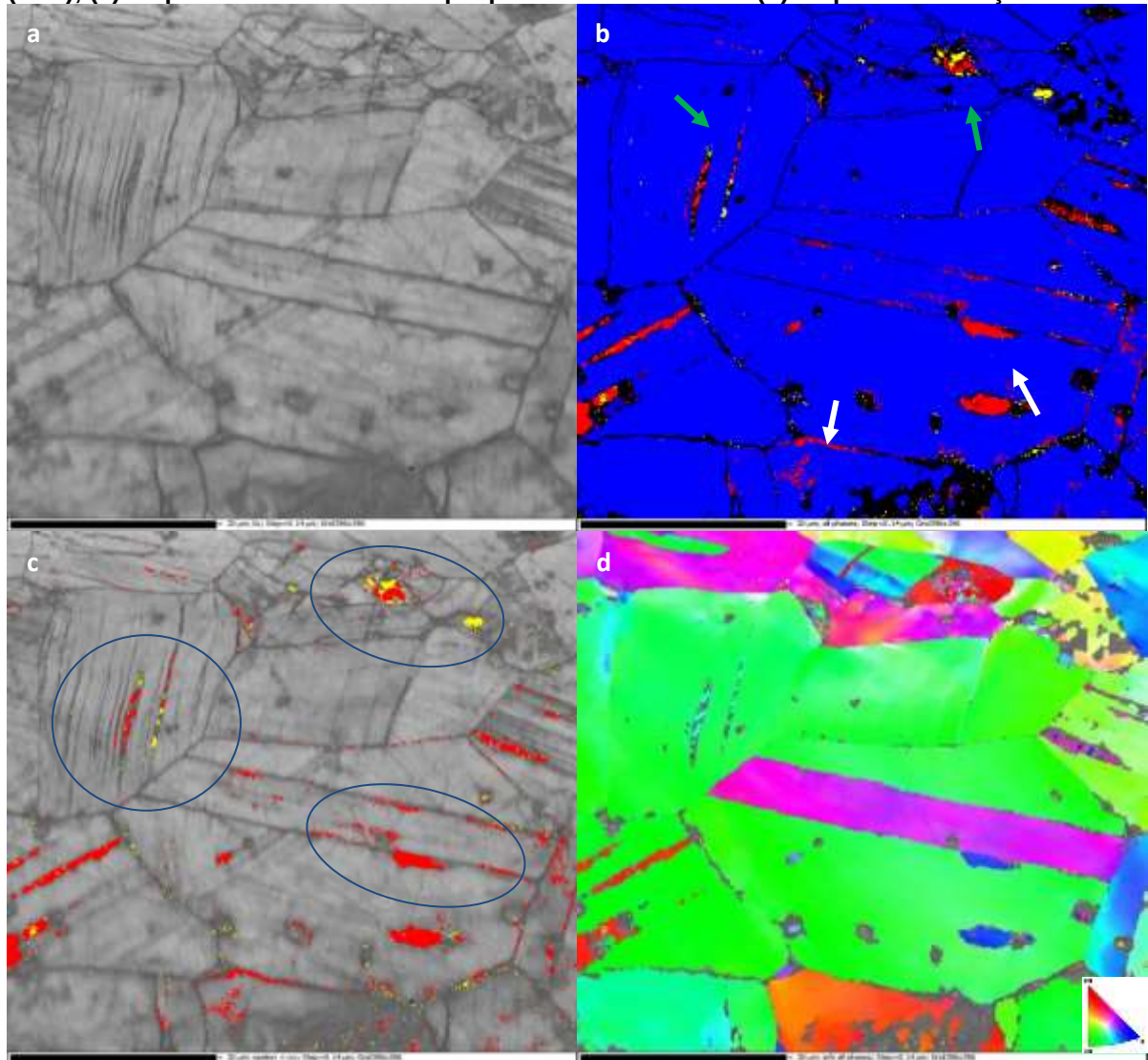


Fonte: O autor

Nota-se na figura 5.26d que a quantidade de martensita α' começa a aumentar em relação à condição anterior, enquanto a martensita ε e a austenita diminuindo sua fração volumétrica, indicando que ambas contribuem para a formação da martensita α' (CCC). Regiões não indexadas também começam a aumentar nesta condição, por

influência da maior quantidade de defeitos devido a evolução da deformação e das transformações de fases. Com isso decidiu-se dar mais detalhamento nas amostras laminadas a 10% de ambas as ligas, realizando mapeamentos de EBSD com maior ampliação. Os mapas da figura 5.27 se referem a amostra Fe18Mn3Ti com 10% de redução, revelando as regiões que sofrem transformação de fases com sequência $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ (setas em verde na figura 5.27b) e $\gamma \rightarrow \alpha'$ (setas em branco na figura 5.27b).

Figura 5.27 Mapas de EBSD da amostra laminada em 10% de redução da liga Fe18Mn3Ti. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ε (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de fases com destaque para as martensitas e (d) mapa de orientação.

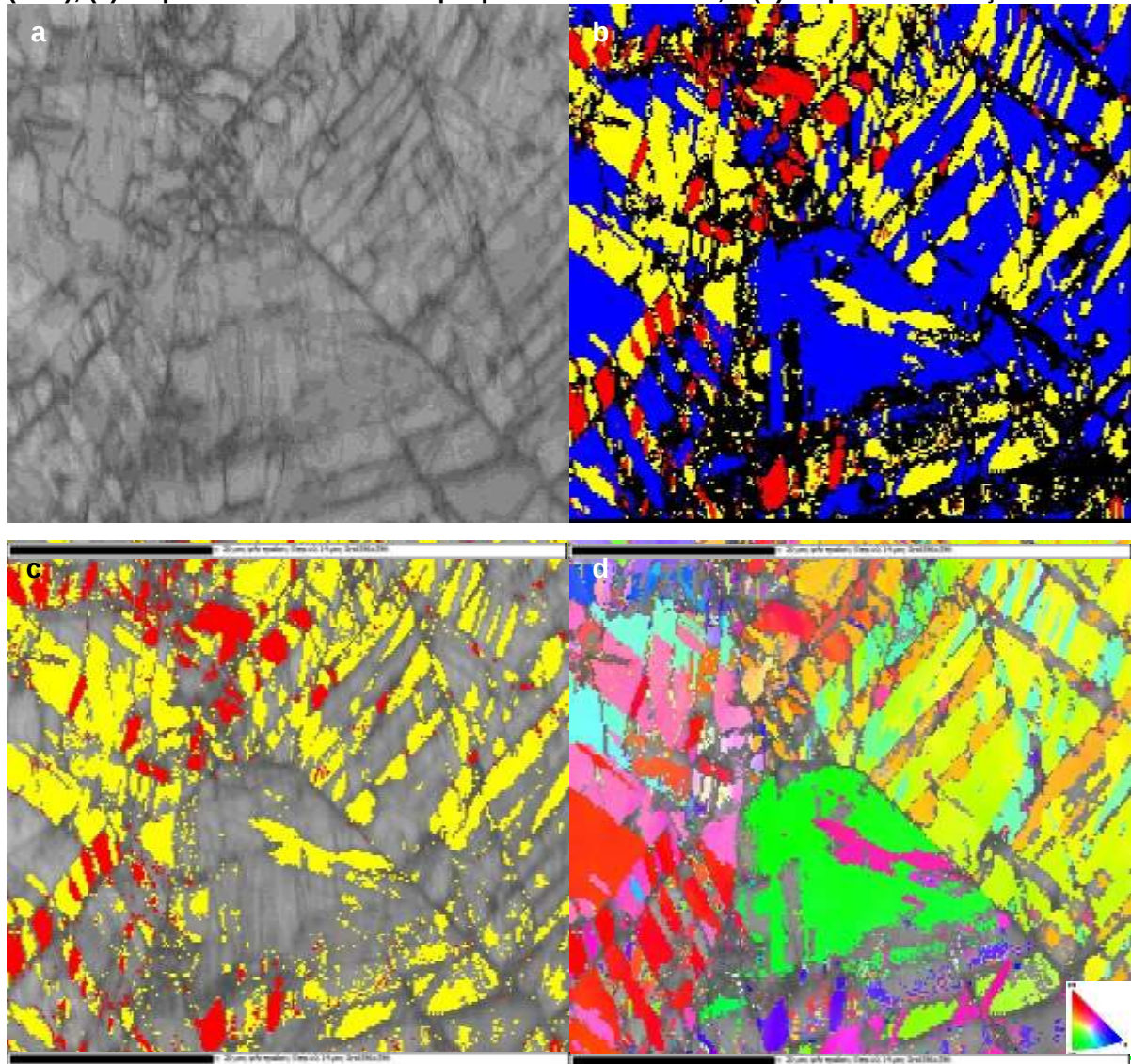


Fonte: O autor

Conforme observado na figura 5.27b, existem regiões onde martensita ε e martensita α' estão juntas, ou seja, indicando a ocorrência de reação martensítica intermediária ($\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$). Essas regiões, destacadas na figura 5.27c, são principalmente bandas de deformação dentro de grãos austeníticos (SABZI et al., 2018) e contornos ao redor de partículas de fase de Laves. Já em contornos de macla,

não é possível identificar martensita ε com precisão, apenas martensita α' , ou seja, são locais onde a sequência direta de transformação martensítica ($\gamma \rightarrow \alpha'$) é predominante (Wang et al., 2015; Xi et al., 2022; Wei et al., 2023). Para a liga Fe18Mn, laminada a 10%, os mapas de EBSD 10% são apresentados na figura 5.28.

Figura 5.28 Mapas de EBSD da amostra laminada em 10% de redução da liga Fe18Mn. Em (a) mapa de contraste; (b) mapa de fases, martensita α' (vermelho), martensita ε (amarelo), austenita (azul); (c) mapa de fases com destaque para as martensitas, e (d) mapa de orientação.



Fonte: O autor

Para a liga Fe18Mn laminada a 10% observa-se a presença da reação martensítica intermediária ($\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$), visto que devido à sua composição química há uma maior fração de martensita ε na condição inicial do material, assim como observado por Hong et al. (2021), para uma liga Fe17Mn. Na figura 5.28c é possível verificar locais preferenciais para essa transformação de fase, como no interior de maclas (conforme indicado na figura 5.22b), dentro das ripas de martensita ε e nas

intersecções de ripas de martensita ε , se tornando sítios de nucleação de martensita α' .

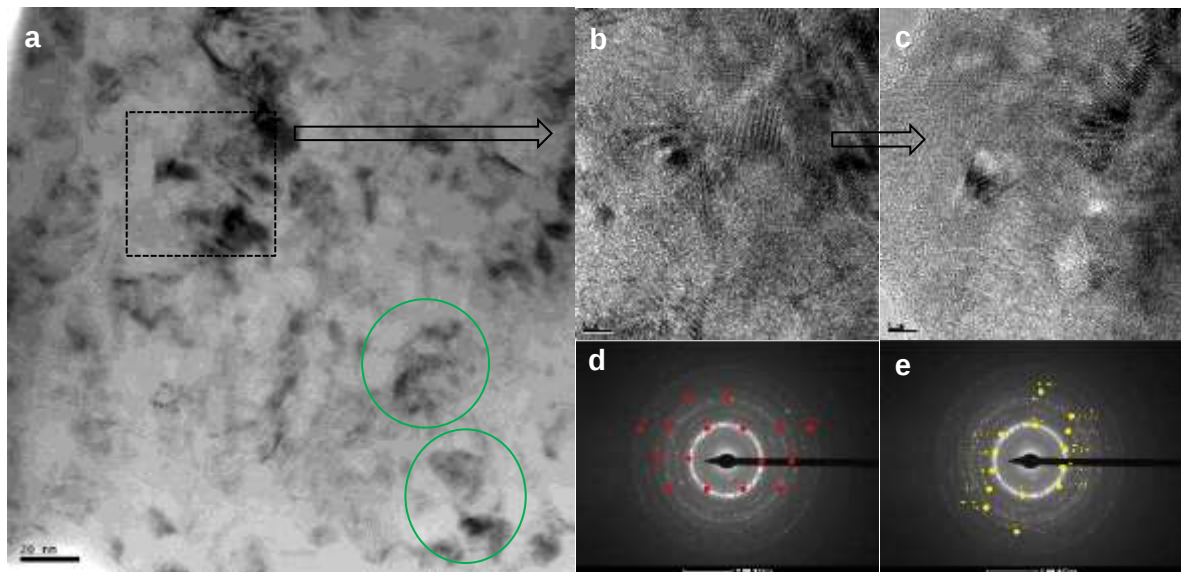
Comparando os mapas de orientação 5.27d e 5.28d, para Fe18Mn3Ti e Fe18Mn, respectivamente, nota-se que no primeiro caso há uma maior deformação (rotação) dos grãos austeníticos (gradiente de coloração) por não apresentarem maior caminho livre médio para a movimentação de discordâncias, fazendo com que a transformação de fases predomine em regiões como as bandas de deformação, contornos de macla e regiões próximas a partículas de Laves. Já para a liga Fe18Mn a deformação é dificultada, pela maior presença de martensita ε e maclas na microestrutura, pois essas intersecções de ripas de martensita tornam-se regiões preferenciais para nucleação de martensita α' .

Fazendo um resumo até o momento, vê-se que as técnicas de DRX, ferritoscopia, MEV e EBSD apresentam resultados que complementam as análises entre si. Ou seja, dados quantitativos obtidos pelo DRX e ferritoscopia são corroborando de certa maneira pela análise visual das imagens obtidas por EBSD, relacionando a quantidade de martensita α' e martensita ε em cada condição e indicando a possível sequência de transformação martensítica predominante. As imagens feitas por MEV revelam possíveis locais preferenciais de nucleação de martensitas, sendo confirmados pelos mapeamentos de EBSD, especialmente na indexação das fases. Essa correlação entre as observações microestruturais e a análise detalhada das fases presentes enriquece a compreensão sobre a evolução microestrutural e os processos de transformação martensítica para as ligas estudadas. Um estudo mais detalhado dos mecanismos de transformação martensítica nas ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn foi realizado por MET. Os principais resultados são apresentados e discutidos a seguir.

5.3.5 Análises por MET

A figura 5.29 apresenta imagens feitas em campo claro por microscopia eletrônica de transmissão (MET) na amostra inicial da liga Fe18Mn3Ti, em diferentes aumentos. Nota-se uma microestrutura bem refinada (barra de escala das imagens é de 5 nm) e também alguns emaranhados de discordâncias (identificados pelos círculos em verde).

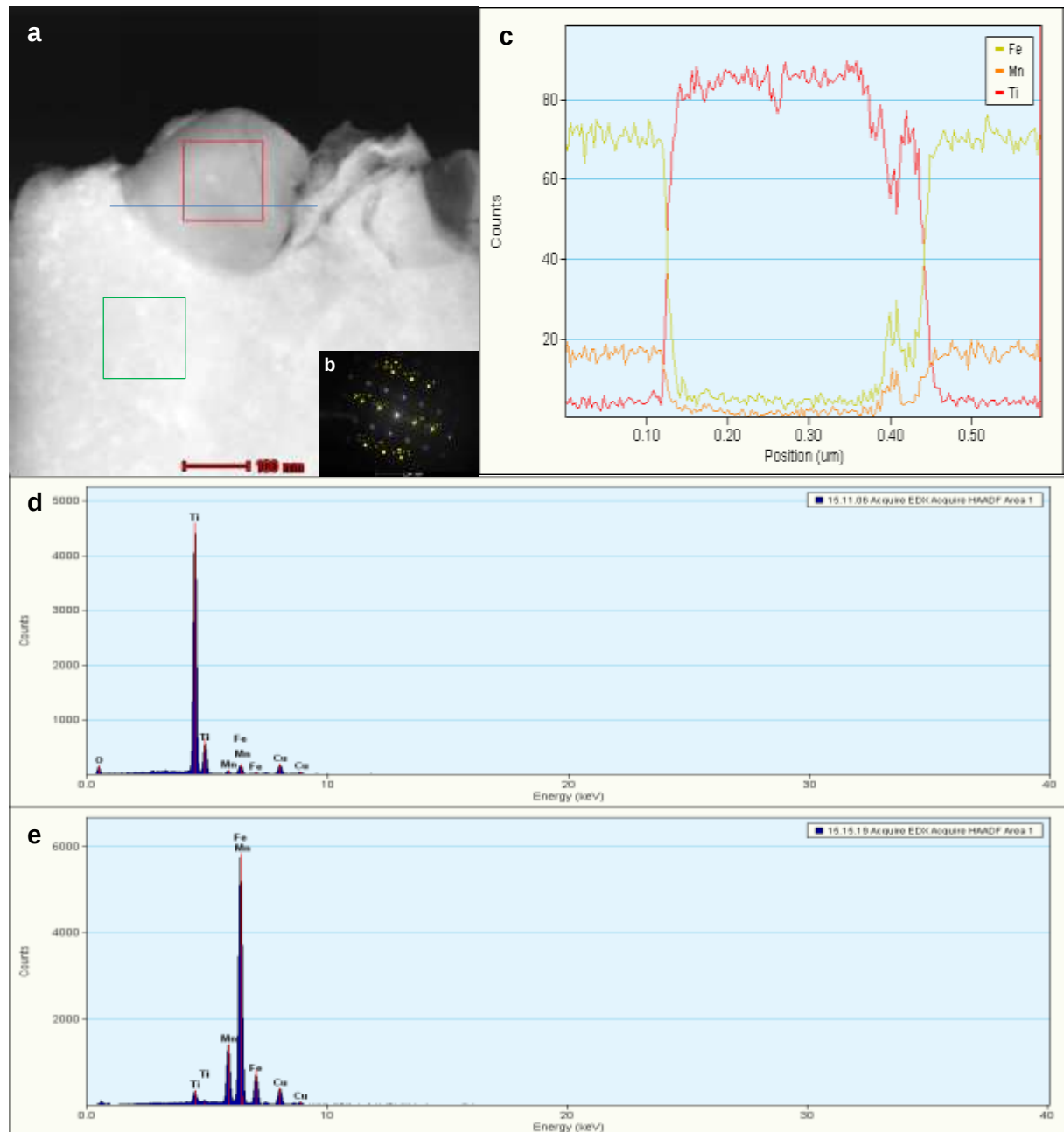
Figura 5.29 Micrografia da liga Fe18Mn3Ti na condição inicial, obtida MET em (a); em (b) e (c) aumentos maiores da região em destaque de (a); em (d) padrão de difração de área selecionada (SAED) para a fase CCC; e em (e) o SAED para a fase HC.



Fonte: O autor.

Nota-se por meio dos padrões de difração de área selecionada (SAED) das figuras 5.29d e 5.29e que foram identificadas as fases CCC e HC, ou seja, ambas as martensitas estão presentes no material inicial da liga Fe18Mn3Ti, assim como observado nas demais análises de caracterização microestrutural (DRX e EBSD). Outro ponto importante relacionado à liga Fe18Mn3Ti está na presença de partículas de segunda fase em sua microestrutura. A figura 5.30 traz a caracterização de uma partícula por meio da microscopia eletrônica de transmissão.

Figura 5.30 Micrografia da liga Fe18Mn3Ti na condição 10% de laminação, obtida por MET evidenciando uma partícula em (a); em (b) SAED obtida da partícula; em (c) gráfico de EDS em linha (linha azul); em (d) partição dos elementos de liga da análise de EDS na partícula (quadrado em vermelho); e em (e) partição dos elementos de liga da análise de EDS na matriz (quadrado em verde).

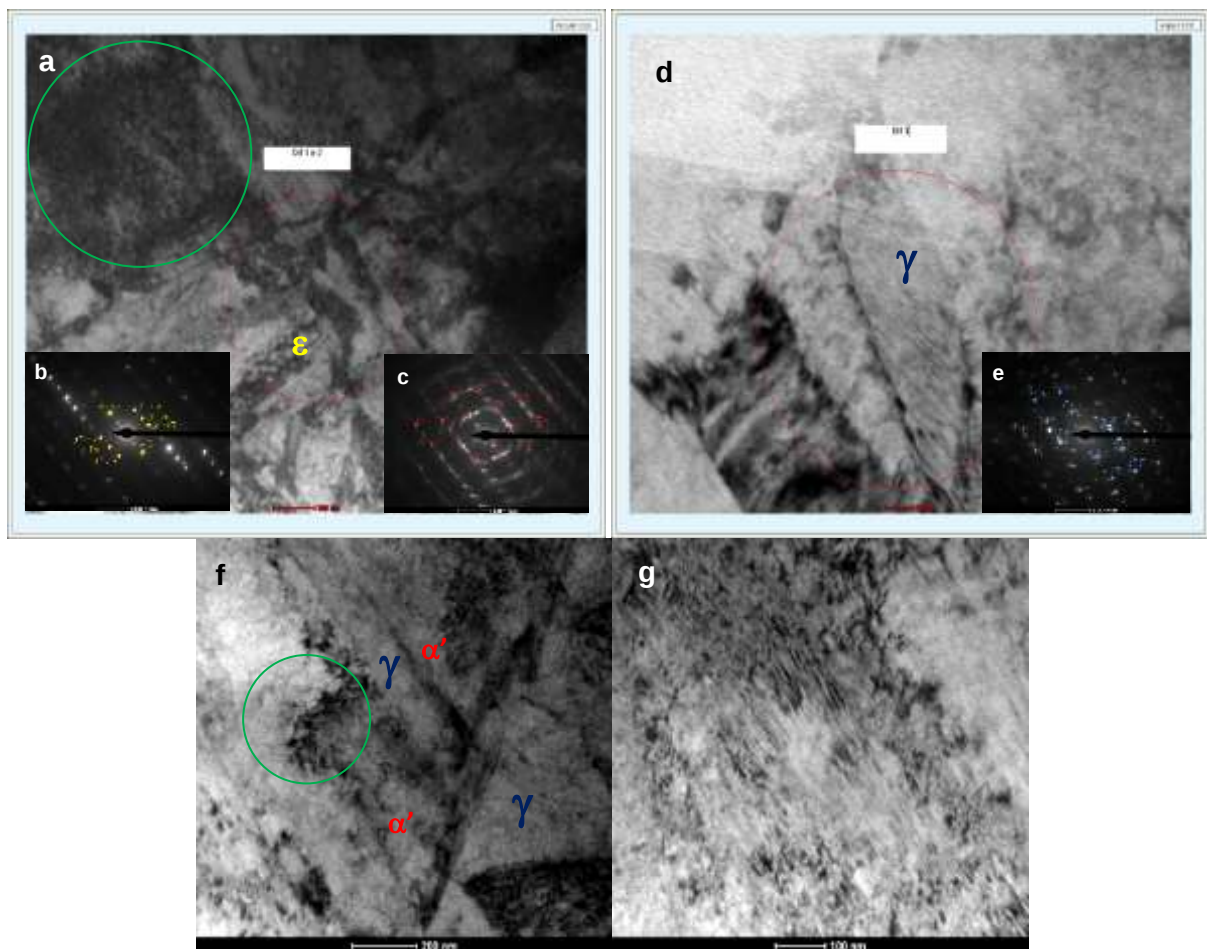


Fonte: O autor.

Analisando o padrão SAED obtido da partícula na figura 5.30b, nota-se a identificação da estrutura hexagonal compacta, característica da fase de Laves. Além disso, observando o gráfico da figura 5.30c percebe-se que ocorre um enriquecimento de titânio quando a análise de EDS em linha passa sobre a partícula, ao mesmo tempo que ferro e manganês diminuem a sua concentração. Comparando as figuras 5.30d e 5.30e das análises pontuais de EDS na partícula e na matriz, respectivamente, fica

evidente a diferença de composição entre elas, onde a energia característica dos raios X emitidos pelos átomos analisados por EDS mais forte na partícula é referente ao titânio, e na matriz referentes ao ferro e manganês. Traduzindo em números, têm-se 74,13% de titânio (em peso) na partícula, enquanto na região analisada da matriz a composição se aproxima dos 3% (em peso), conforme simulação termodinâmica no ThermoCalc® e análise de EDS (tabela 4.1). A figura 5.31 mostra as micrografias em campo claro obtidas por MET para a amostra Fe18Mn na sua condição inicial, onde a microestrutura apresenta com maior evidência os contornos de grãos quando comparados com a liga Fe18Mn3Ti, ou seja, uma microestrutura menos refinada, contando também com uma maior densidade de emaranhados de discordâncias (círculo verde).

Figura 5.31 Micrografia da liga Fe18Mn na condição inicial, obtida por MET, com destaque para a região analisada em (a); em (b) e (c) padrões SAED referente a imagem (a); em (d) grãos austeníticos em destaque com o padrão SAED em (e); em (f) região evidenciando a presença de macla como sítio de nucleação de martensita α' (CCC); e em (g) emaranhados de discordâncias em destaque.

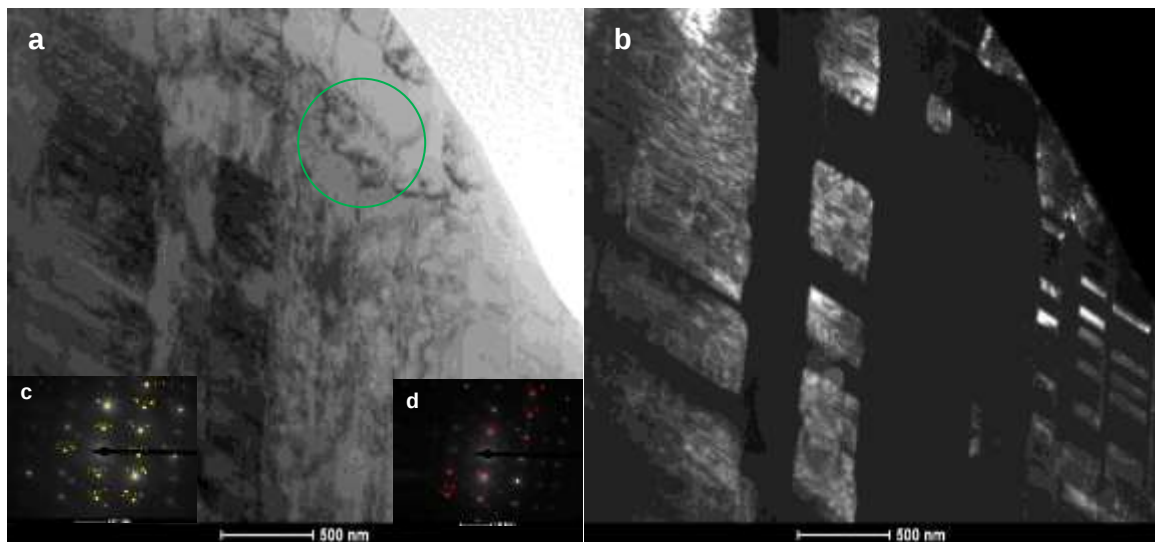


Fonte: O autor.

Os padrões de difração de área selecionada (figuras 5.31b e 5.31c) identificaram a presença das martensitas CCC e HC na microestrutura analisada da figura 5.31a. Para a figura 5.31d, o padrão coletado (figura 5.31e) identificou a fase austenítica em um grão com característica de escorregamento, provavelmente associada a deformação causada pelo processamento termomecânico prévio. A figura 5.31f mostra uma macla delimitada por um contorno de grão, onde nota-se os emaranhados de discordâncias ao redor do contorno de macla, bem como sítios favoráveis à nucleação de martensita α' (CCC), conforme observado no mapeamento de EBSD (figura 5.27b) (Wei et al., 2023; Bracke et al., 2007). E a figura 5.31g, revela em maiores detalhes desses emaranhados de discordâncias encontrados na microestrutura da liga Fe18Mn.

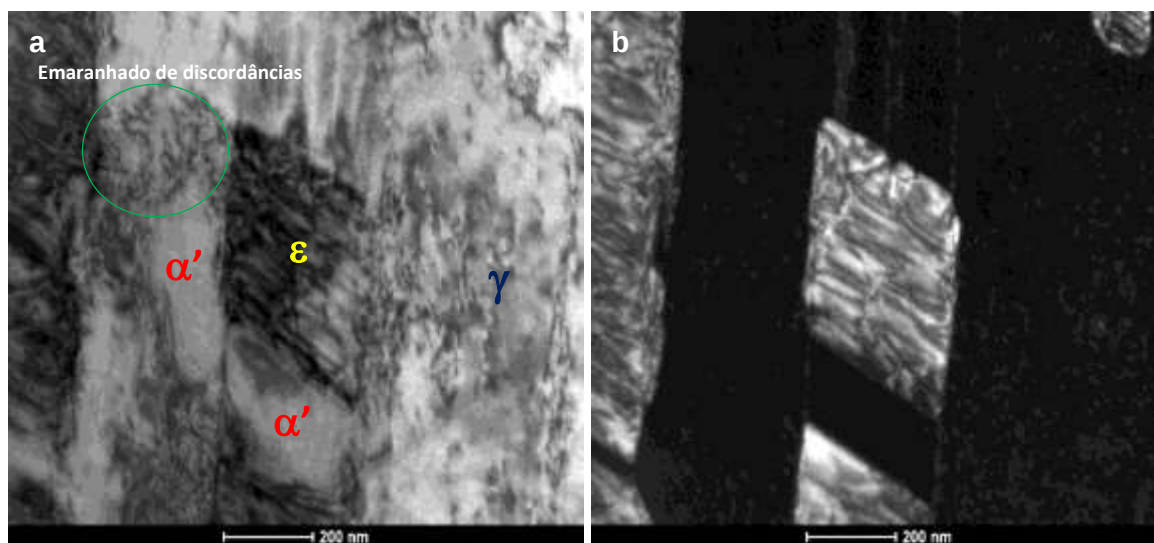
As figuras 5.32 e 5.33 revelam as micrografias em campo claro e escuro (figuras 5.32a e 5.32b), com os sítios de nucleação de martensita ε e α' ocorrendo nas ripas de martensita ε e também nas bandas de cisalhamento (figura 5.33a), que são acentuadas com o avanço da deformação.

Figura 5.32 Micrografia da liga Fe18Mn na condição 10% de laminação, obtida por MET com campo claro em (a) e campo escuro em (b); em (c) e (d) os padrões SAED obtidos revelando as fases HC e CCC, respectivamente;



Fonte: O autor.

Figura 5.33 Micrografia da liga Fe18Mn na condição 10% de laminação, obtida por MET para em (a) e (b) regiões em destaque das imagens (figura 5.32a) e (figura 5.32b), respectivamente.



Fonte: O autor.

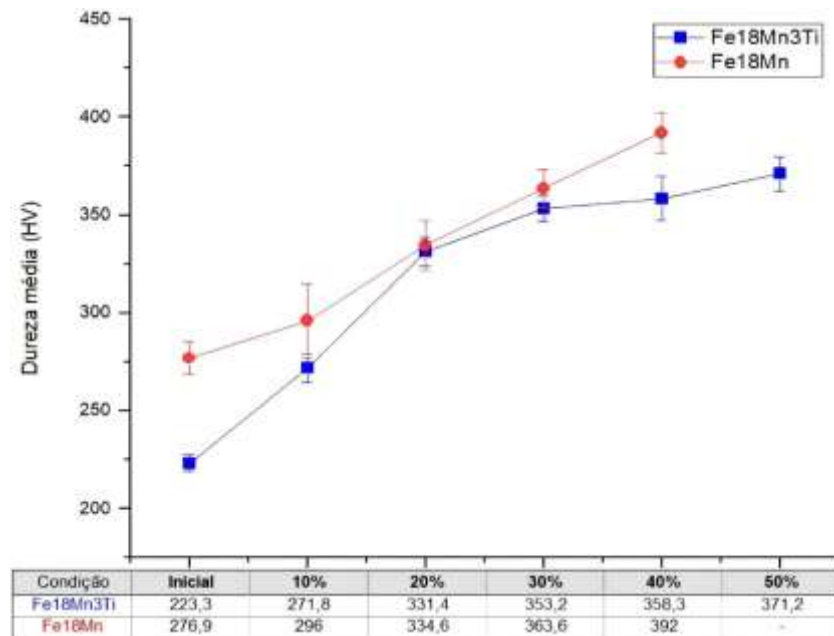
Nota-se que as micrografias obtidas na análise da amostra Fe18Mn com 10% de laminação revelam regiões semelhantes àsquelas encontradas nos mapeamentos de EBSD (figura 5.28), nas quais identificou-se a presença de martensita ε e α' (padrões SAED das figuras 5.32c e 5.32d). Constatou-se a nucleação de martensita α' dentro de ripas de martensita ε e também em bandas de cisalhamento com a presença de emaranhados de discordâncias (Wei et al., 2023; Xi et al., 2022; He et al., 2022; Souza Filho et al., 2020). Conforme discutido anteriormente, a liga Fe18Mn apresenta uma maior quantidade de martensita ε em sua microestrutura inicial, ficando mais favorável a identificação de regiões onde a martensita hexagonal se torna um sítio de nucleação de martensita CCC (α'), indicando a sequência de transformação martensítica intermediária $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$.

5.3.6 Análise de dureza e nanodureza

A análise de dureza foi realizada nas amostras laminadas de ambas as ligas em estudo, comparando com a condição inicial de cada, e os valores obtidos estão apresentados no gráfico da figura 5.34. A principal diferença as análises de dureza por microindentação e por nanoindentação, que serão discutidas a seguir, reside no fato de que na primeira ocorre uma avaliação mais abrangente da microestrutura, onde a medida realizada na amostra pode conter mais de uma fase e com isso gerar um resultado médio entre elas. Por outro lado, na análise em escala nano, é possível

realizar medições em regiões mais específicas, com medidas isoladas de cada fase presente, auxiliando assim na identificação das possíveis transformações de fases.

Figura 5.34 Gráfico de dureza Vickers média das amostras laminadas das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn em comparação com a condição inicial. Em azul, liga Fe18Mn3Ti e em vermelho a liga Fe18Mn.



Fonte: O autor

Nota-se que a maior quantidade de martensita ε na liga Fe18Mn, faz com que ela apresente uma dureza maior que a liga Fe18Mn3Ti, chegando em valores próximos para deformação em 20%, região onde ocorre a saturação de martensita ε conforme discutido anteriormente. Vale ressaltar que uma predominância de martensita ε na microestrutura resulta em perda de ductilidade do material, e para a liga Fe18Mn em estudo, foi visto que para valores superiores a 40% de redução o material já apresenta fratura.

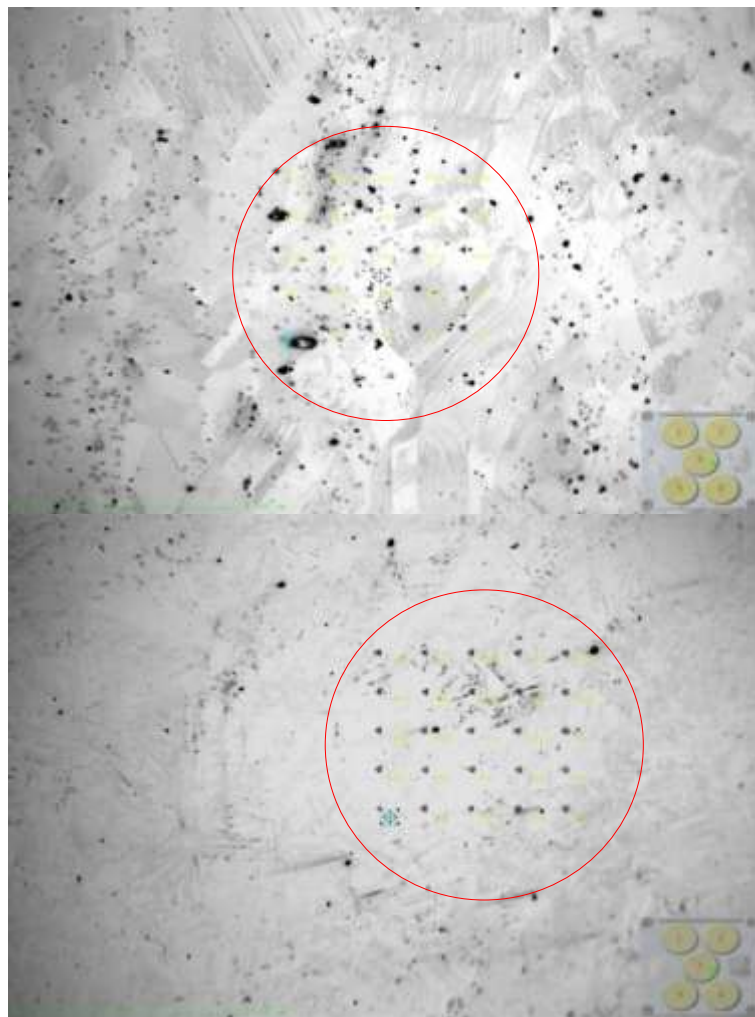
Por outro lado, a liga Fe18Mn3Ti aceita maiores graus de redução principalmente pela razão de martensita ε e martensita α' presentes na microestrutura influenciados pela adição do titânio na composição química. Isso mostra a importância do estudo desta liga, principalmente no que tange à evolução microestrutural e transformações de fases durante o processamento, pois irão indicar as propriedades do material e suas aplicações.

Também se observa, assim como na análise de ferritoscopia, que para ambas as ligas a transição de 10% para 20% de deformação é a que causa clara mudança de inclinação na curva (taxa de incremento de dureza), sendo indício de mudança de

mecanismo de transformação de fases. Uma maior quantidade de martensita ε até 20%, dureza aumentando mais rapidamente, e após os 20% têm-se a predominância de formação de martensita α' , com redução da taxa de endurecimento.

A figura 5.35 exemplifica regiões escolhidas para medidas de nanodureza em amostras de 10% de redução por laminação. Para a liga Fe18Mn3Ti, a malha com 25 medidas foi posicionada em uma área que continha regiões com e sem partículas de Laves, e para a liga Fe18Mn uma área com microestrutura mais fragmentada, conforme observado nas imagens de MEV (figuras 5.20a e 5.22a). Assim, pode-se analisar os pontos individuais e associá-los com as respectivas fases, bem como com as curvas de carregamento por deslocamento resultantes da técnica.

Figura 5.35 Imagens de MO obtidas diretamente no equipamento de nanodureza, identificando as regiões analisadas das amostras laminadas em 10% de redução para em (a) Fe18Mn3Ti e em (b) Fe18Mn.

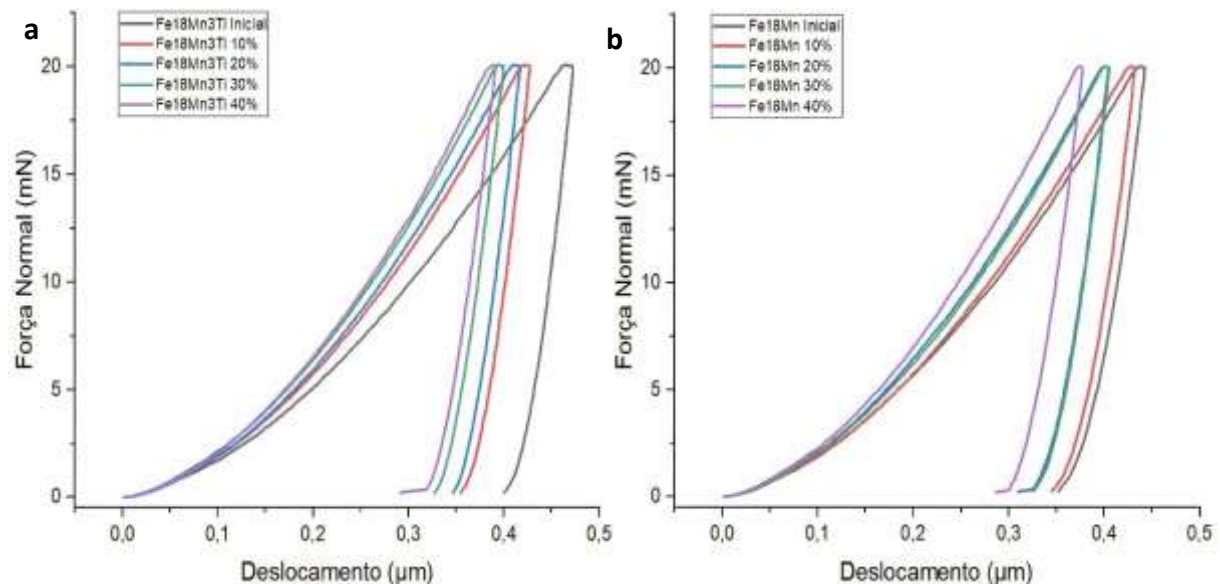


Fonte: O Autor

Na figura 5.36 são apresentados os gráficos médios para cada condição das duas ligas, ou seja, fez-se a média das 25 medidas de cada condição, auxiliando

assim nos cálculos de dureza (HV) e módulo de elasticidade (E_r) por meio das equações (5) e (6).

Figura 5.36 Curvas médias de nanodureza obtidos após 25 medidas em cada condição das ligas (a) Fe18Mn3Ti e (b) Fe18Mn.



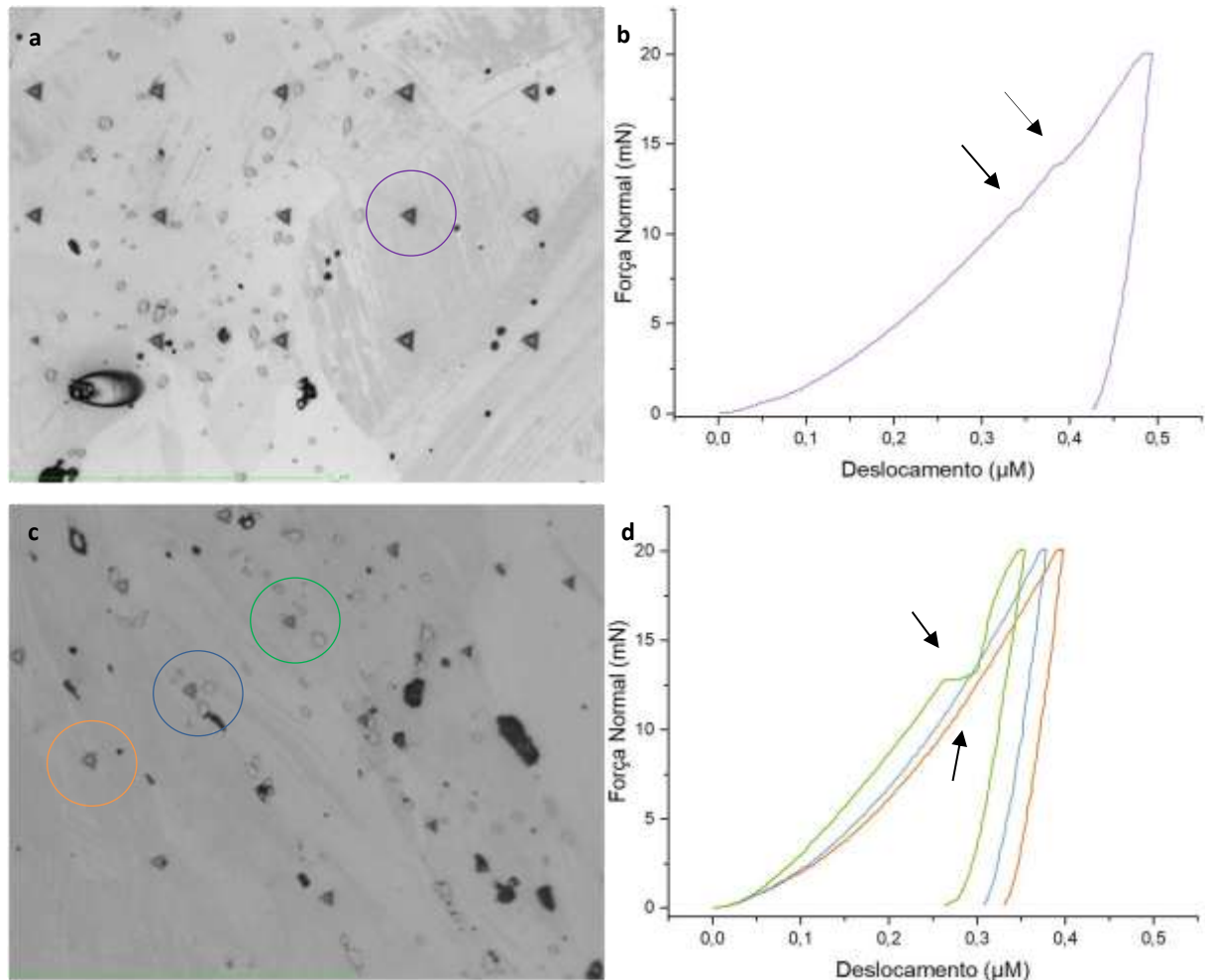
Fonte: O autor

Relacionando com os demais resultados obtidos até o momento, se observa que a liga Fe18Mn também apresentou maior dureza que a liga Fe18Mn3Ti, pois para a condição inicial valores de deslocamento de $0,35\mu\text{m}$ e $0,4\mu\text{m}$ foram alcançados respectivamente. Após os cálculos com as equações (5) e (6), obteve-se 479 HV a 754 HV para a liga Fe18Mn3Ti, da amostra inicial até redução por laminação de 40%, e de 601 HV a 825 HV para a liga Fe18Mn nas mesmas condições. O módulo elástico variou de 212 GPa a 239 GPa para a liga Fe18Mn3Ti, e de 201 GPa a 235 GPa para a liga Fe18Mn; ou seja, apesar da liga Fe18Mn apresentar maior dureza devido a maior quantidade de martensita na microestrutura, os valores de módulo elástico são próximos podendo considerar que a relação entre a tensão aplicada ao material e a deformação elástica resultante são semelhantes.

Uma das maneiras de relacionar as medidas de nanodureza com possíveis regiões de transformação de fases é analisando os pop-ins nas curvas de carregamento por deslocamento. Esses pop-ins são descontinuidades ou variações vistas na sequência de carregamento, e serão discutidas a seguir para algumas medidas isoladas (Ahn et al., 2010; Sadeghpour et al., 2014; Ahn et al., 2014; He et al., 2013; He et al., 2018; Pöhl, 2019; Sato et al., 2020).

Na composição de imagens da figura 5.37 são analisadas determinadas medidas de nanodureza para a liga Fe18Mn3Ti nas condições 10% e 40% de redução por laminação, mostrando a marcação na microestrutura e a curva de carregamento por deslocamento relativa a mesma.

Figura 5.37 Medidas de nanodureza em determinadas regiões das amostras laminadas em (a) 10% e (c) 40% da liga Fe18Mn3Ti com as curvas de carregamento por deslocamento em (b) e (d) respectivamente, indicando os pop-ins identificados para cada situação.



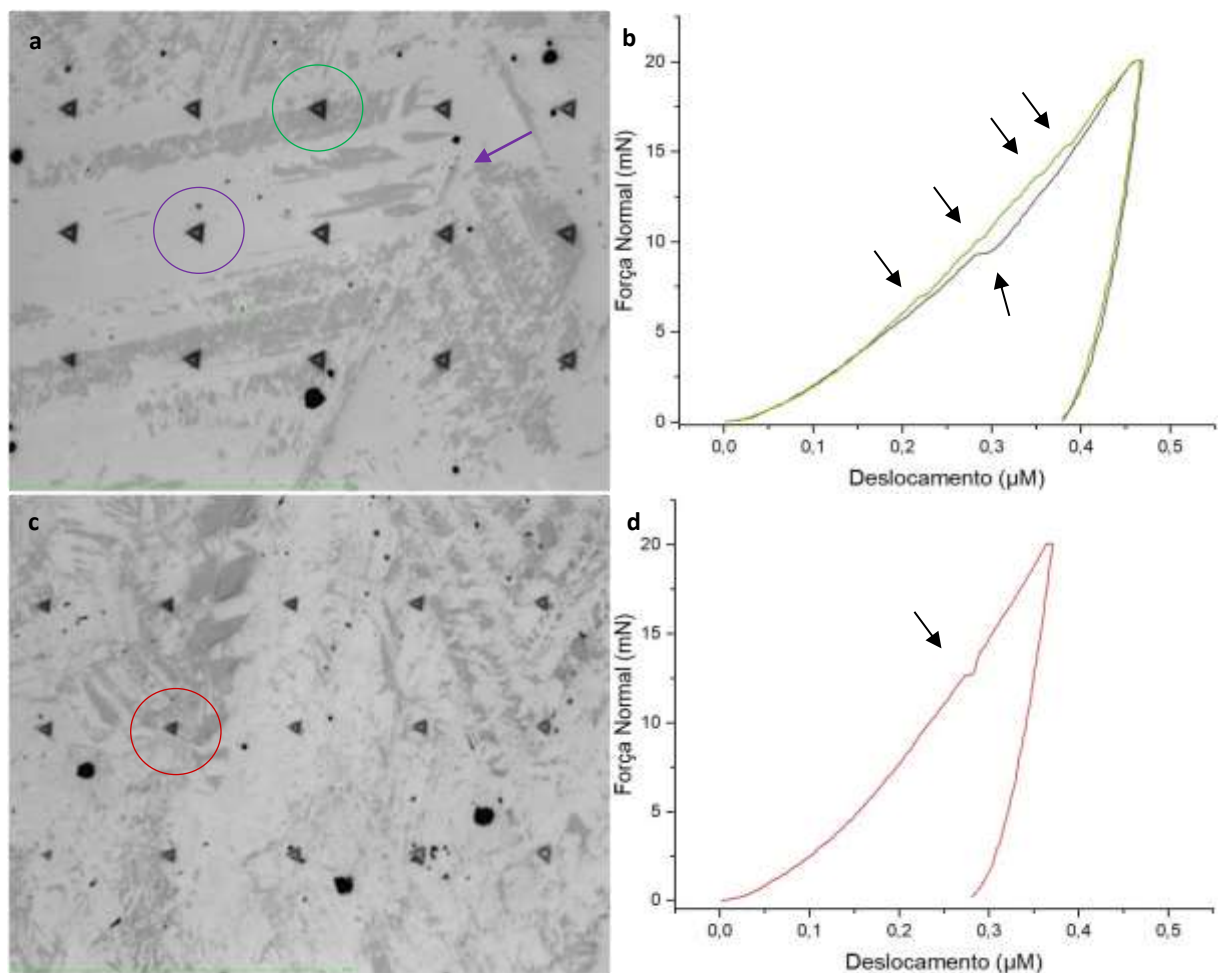
Fonte: O autor

Na região destacada da figura 5.37a é observada uma medida de nanodureza em uma área entre partículas de Laves com um grão austenítico que pode estar sofrendo transformação de fases. A curva correspondente a essa medida, apresentada na figura 5.37b, revela a presença de pop-ins, indicando que nesta região está provavelmente ocorrendo algum tipo de transformação de fases, uma vez que não existem partículas ou contornos interferindo na medida.

Para a amostra deformada em 40%, figura 5.37c, verificam-se 3 medidas na microestrutura. Em verde uma medição em cima de uma partícula de Laves, em azul uma região entre partículas e em laranja uma área sem partículas. Nota-se que na

curva em verde da figura 5.37d, ocorre uma descontinuidade bem pronunciada, devido a essa medição na partícula. Para a curva em azul, não é observada a presença de pop-ins, visto que a medida está entre partículas e a matriz visualmente não revela nenhum tipo de transformação ou influência no resultado. Para a curva laranja, o pop-in percebido é menos pronunciado como para a amostra inicial, e isso pode estar relacionado ao fato de que a amostra nesta região já se teve sua transformação mais completa para martensita α' . A figura 5.38 apresenta os resultados de nanodureza para as amostras laminadas em 10 e 40% de redução para a liga Fe18Mn.

Figura 5.38 Medidas de nanodureza em determinadas regiões das amostras laminadas em (a) 10% e (c) 40% da liga Fe18Mn com as curvas de carregamento por deslocamento em (b) e (d) respectivamente, indicando os pop-ins identificados para cada situação.



Fonte: O autor

Nas regiões destacadas da figura 5.38a são observadas duas medidas de nanodureza, uma na região mais escura (círculo verde), que seria dentro de uma macla, e outra em uma região mais clara (círculo roxo). Nas curvas correspondentes da figura 5.38b é notado que a medida relacionada à curva verde apresenta várias regiões com pop-ins, indicando possíveis transformações de fases. Conforme

discutido nas seções anteriores, a liga Fe18Mn possui uma quantidade maior de martensita ε dentro das maclas, e essas tornam-se sítios preferencias de nucleação de martensita α' . Para a curva em roxo, por estar em uma região entre maclas, com transformações de fase ocorrendo ao redor, e com um crescimento de martensita α' (seta roxa figura 5.38a) na direção desta medida, pode-se considerar uma influência do volume de transformações ao redor.

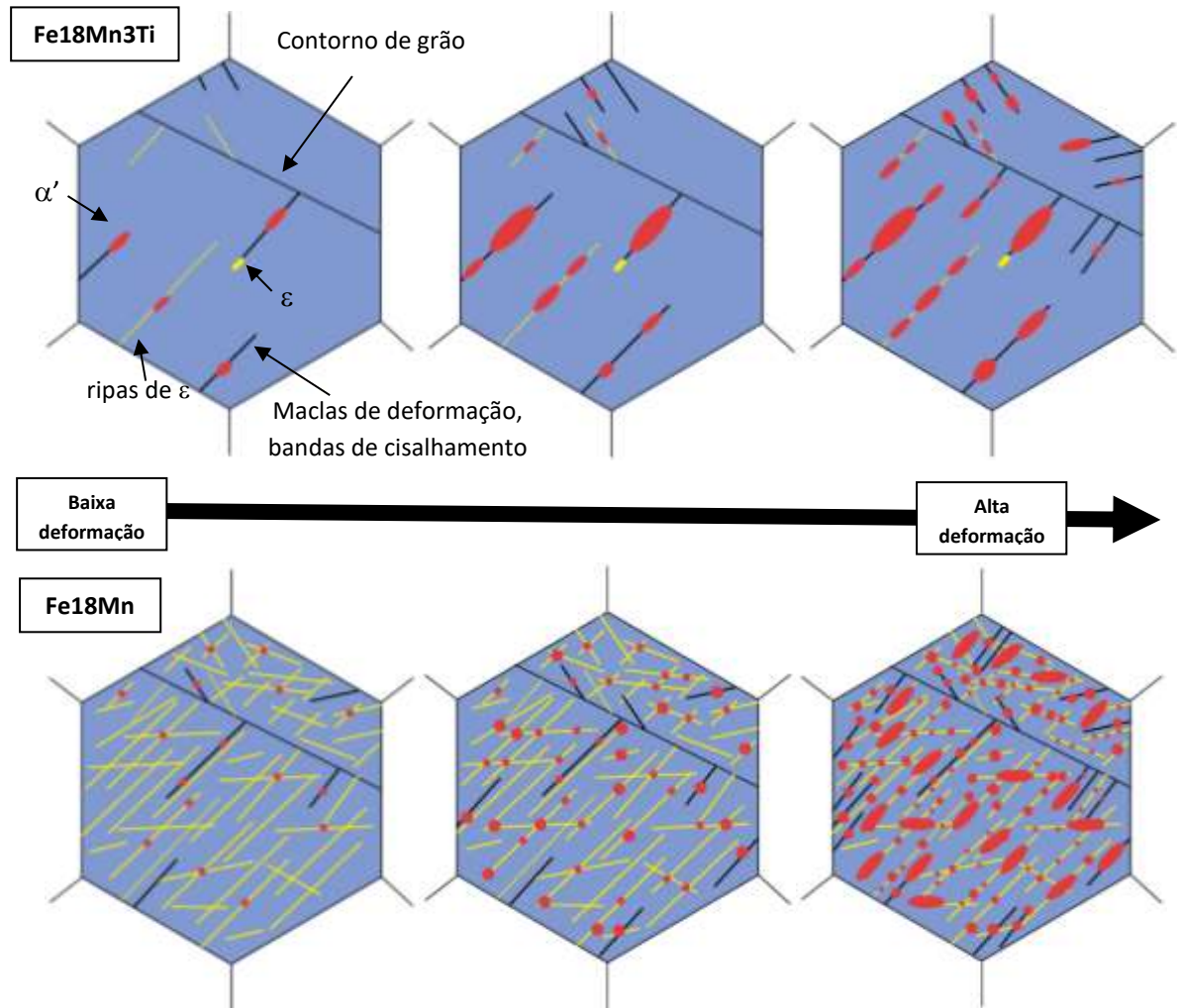
Na amostra deformada em 40% da liga Fe18Mn, figura 5.38c, a medida analisada corresponde a uma região característica de martensita α' , com morfologia em pedaços (*chunk*), influenciada pelo avanço da deformação plástica. O pop-in observado na figura 5.38d, se relaciona com essa transformação de fase na região.

5.3.7 Representação esquemática proposta para a sequência de transformação de fases das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn

Após caracterizações microestruturais utilizando as técnicas de microscopia óptica, DRX, MEV/EDS, EBSD e MET, e com intuito de propor a transformação martensítica nas ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn, a figura 5.39 traz uma representação esquemática da evolução microestrutural das martensitas ε e α' nas microestruturas das ligas estudadas.

De maneira geral, e levando em conta a representação esquemática da figura 5.39, a liga Fe18Mn apresenta uma maior quantidade de martensita ε e α' do que a liga Fe18Mn3Ti, visto que o titânio atua justamente na restrição à formação de martensita ε e favorecendo a formação de martensita α' a partir da austenita (efeito TRIP), com a evolução da deformação aplicada, levando assim à uma atraente combinação de resistência mecânica e tenacidade da liga Fe18Mn3Ti em relação a outros aços maraging.

Figura 5.39 Representação esquemática da evolução microestrutural das ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn durante deformação por laminação a frio.



Fonte: O autor.

Para a liga Fe18Mn3Ti se vê que a nucleação de martensita α' ocorre principalmente em defeitos lineares e bandas de cisalhamento no interior dos grãos austeníticos e também em ripas de martensita ϵ , onde sua quantidade irá aumentando de acordo com a evolução da deformação plástica aplicada no material, observando a sequência de transformação martensítica direta $\gamma \rightarrow \alpha'$ e a sequência de transformação martensítica intermediária $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$. No caso da liga Fe18Mn se constata que a nucleação de α' ocorre principalmente dentro das ripas de martensita ϵ e também em intersecções dessas ripas, tornando-se predominante devido ao fato da liga Fe18Mn apresentar uma quantidade superior de martensita ϵ em sua microestrutura (Xi et al., 2022; Wang et al., 2019; Talonem; Hänninen, 2007).

6 CONCLUSÕES

De acordo com o trabalho desenvolvido e com os objetivos propostos, concluem-se os seguintes pontos:

1) A liga Fe18Mn3Ti apresentou em sua microestrutura inicial um bandejamento e uma matriz austenítica com grãos maiores nas regiões ausentes de partículas. Já para a liga Fe18Mn, não foi observado bandejamento e a microestrutura se apresentou de uma maneira mais homogênea, quando comparada a liga Fe18Mn3Ti. De acordo com a evolução da deformação por laminação a frio, ambas as ligas tiveram a formação de martensita α' juntamente com a diminuição de austenita e martensita ε .

2) O cálculo teórico de EDE, baseado nas simulações termodinâmicas feitas no ThermoCalc® obteve o valor de 9,6 mJ/m² para a liga Fe18Mn, e para a liga Fe18Mn3Ti não foi possível calcular a EDE devido a ausência de equações na literatura, que consideram o efeito do titânio. Já os cálculos feitos com base nos valores obtidos pelo DRX, obteve-se 8,8 mJ/m² e 11,5 mJ/m² para as ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn, respectivamente. Indicando assim, para as ligas Fe18Mn3Ti e Fe18Mn a ocorrência de um efeito TRIP predominante.

3) As partículas de segunda fase foram caracterizadas como fase de Laves e sua presença foi observada na forma de bandejamento na liga Fe18Mn3Ti (não foi observado na liga Fe18Mn pela ausência de titânio em sua composição química). Pelos mapeamentos de EBSD foi possível identificar alguns pontos indexados de martensita ε e α' ao redor destas partículas, indicando assim possíveis sítios de nucleação dessas fases.

4) O titânio restringiu a formação de martensita ε na liga Fe18Mn3Ti em comparação com a liga Fe18Mn. Um dos principais objetivos da adição deste elemento de liga é justamente diminuir a quantidade de martensita ε (HC) e favorecer a formação de martensita α' (CCC) a partir da austenita com a aplicação de deformação, favorecendo assim o efeito TRIP.

5) Observou-se um aumento expressivo na transformação de fase magnética na transição da 10% para 20% de deformação nas duas ligas em estudo, bem como na curva de dureza destas condições, indicando assim o ponto de saturação de formação de martensita ε ; com a formação de martensita α' predominando com o avanço da deformação.

6) A análise de nanoindentação identificou a presença de pop-ins nas curvas força-deslocamento em determinadas regiões analisadas em ambas as ligas, indicando assim possíveis locais de transformação de fases em ambas as ligas estudadas.

7) Verificou-se que para a liga Fe18Mn3Ti a nucleação de martensita α' ocorre principalmente em defeitos lineares e bandas de cisalhamento dentro dos grãos austeníticos e também em ripas de martensita ε e contornos de macla, onde a quantidade de martensita α' irá aumentando de acordo com a evolução da deformação plástica aplicada no material, observando a sequência de transformação martensítica direta $\gamma \rightarrow \alpha'$ e a sequência de transformação martensítica intermediária $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$.

8) Para a liga Fe18Mn notou-se que a nucleação de α' ocorre principalmente dentro das ripas de martensita ε e também em intersecções dessas ripas martensita ε , tornando-se predominante devido ao fato da liga Fe18Mn apresentar uma quantidade superior de martensita ε em sua microestrutura.

REFERÊNCIAS

- AGUIAR, D. J. M. **Estudo da Formação e Reversão de Martensita Induzida por Deformação na Austenita de dois Aços Inoxidáveis Dúplex**. 2012. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Escola Politécnica da Universidade Estadual de São Paulo, São Paulo, 2012.
- AGUIAR, D. J. M. et al. Effect of temperature on straining of AISI 304 austenitic stainless steel. **Revista Brasileira de Física Tecnológica Aplicada**. v. 10, n. 2, p. 1-18, 2023.
- AHN, T.-H. et al. Investigation of strain-induced martensitic transformation in metastable austenite using nanoindentation. **Scripta Materialia**. v. 63, p. 540-543, 2010.
- AHN, T.-H. et al. Strain-induced ε -martensite transformation during nanoindentation of high-nitrogen steel. **Materials Science & Engineering A**. v. 598, p. 56-61, 2014.
- ALLAIN, S. et al. Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys. **Material Science and Engineering A**. v. 387-389, p. 158-162, 2004;
- ALLAIN, S. Ph.D. Thesis. **INPL**. Nancy, 2004.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standart Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. **ASTM E384 - 11e1**. Disponível em: <<https://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/E384-11E1.html>>. Acesso em: 10 ago. 2021.
- ASGARI, S. et al. Strain hardening regimes and microstructural evolution during large strain compression of low stacking fault energy fcc that form deformation twins. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 28, p.1781-1795, 1997.
- AVERY. H. S. Austenitic Manganese Steel. **ASM Handbook**, v.1, p.1274 — 1283, 2004.
- BARNARTT, S. et al. Stress-corrosion cracking mechanism on purified 16%Cr- 20%Ni stainless steels. **Corrosion Science**. v. 3, p. 9-16, 1963.
- BARRETT, C. S.; MASSALSKI, T. B. Structure of metals. **Pergamon Press**, ed. 3, p. 256-259, 1980.
- BEIDOKHTI, B.; DOLATI, A.; KOUBAKI, A. H. Effects of alloying elements and microstructure on the susceptibility of the welded HSLA steel to hydrogen-induced cracking and sulfide stress cracking. **Materials Science and Engineering A**. v. 507. p. 167-173, 2009.
- BELYAKOV, A. et al. Microstructure and Mechanical Properties of 18%Mn TWIP/TRIP

Steels Processes by Warm or Hot Rolling. **Steel Research International**. v. 88, n. 2, p. 1600123, 2017.

BENZING, J. T. et al. Effects os strain rate on mechanical propertier and deformation behavior of an austenitic Fe₂₅Mn₃Al₃Si TWIP-TRIP steel. **Materials Science & Engineering A**. v. 711, p. 78-92, 2018.

BHADESHIA, H. K. D. H. TRIP-Assisted Steels? **ISIJ International**, v. 42, n. 9, p. 1059 – 1060, 2002.

BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. **Steels - Microestructure and Properties**. Ed. Elsevier. London, 344 p., 2006.

BRACKE, L.; KESTENS, L.; PENNING, J. Transformation mechanism of α' -martensite in an austenitic Fe-Mn-C-N alloy. **Scripta Materialia**. v. 57, n. 5, p. 358-388, 2007.

BREDA, M. et al. Effects of Cold Rolling and Strain-Induced Martensite Formation in a SAF 2205 Duplex Stainless Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v.46A, p. 577-586, 2015.

CASTAÑEDA, J. et al. Stacking Fault Energy Determination in Fe-Mn-Al-C Austenitic Steels by X-ray Diffraction. **Metals**. v. 11, p. 1701, 2021.

CHANG, K. M.; MORRIS JR., J. W. Precipitation-Strengthened Austenitic Fe-Mn-Ti Alloys. **Metallurgical Transactions A**. v. 10a, p. 1377-1387, 1979.

CHANG, Y. A. et al. Phase diagram calculation: past, present and future. **Progress in Materials Science**. v. 49, n. 3-4, p. 313-345, 2004.

CHAO, C-Y.; LIU, C-H. Effects of Mn Contents on the Microstructure and Mechanical Properties of the Fe-10Al-xMn-1.0C Alloy. **Materials Transactions**. v. 43, n. 10, p. 2635-2642, 2002.

CHATTERJEE, S.; BADESHIA, H. K. D. H. TRIP-Assisted Steels: craking of high-carbon martensite. **Materials Science and Technology**, v. 22, n. 6, p. 645 – 649, 2006.

CHERKAOUI, M.; BERVEILLER, M.; SABAR, H. Micromechanical Modelling of Martensitic Transformation Induced Plasticity (TRIP) in Austenitic Single Crystals. **International Journal of Plasticity**. v. 14, n. 17, p. 597 - 626, 1998.

CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos**. v. 1, 7 ed. São Paulo, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2008.

CHOI, J. K. et al. High Manganese Austenitic Steel for Cryogenic Applications. **22nd International Offshore and Polar Engineering Conference**. ISOPE, Rhodes, Greece, n. 4, p. 29-35, 2012.

CHOI, J. Y. et al. Strain induced martensitic transformation of Fe-20Cr-5Mn-0.2Ni duplex stainless steel during cold rolling: Effects of nitrogen addition. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 6012 – 6019, 2011.

CHUN, Y. S. et al. Role of ϵ martensite in tensile properties and hydrogen degradation of high-Mn steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 533, p. 87-95, 2012.

COOMAN, B. C. DE. High Mn TWIP steel and medium Mn steel. **Automotive Steels**, p. 317-385, 2017.

COSTA E SILVA, A. et al. Applications of computacional thermodynamics - the extension from phase equilibrium to phase transformations and other properties. **Calphad**, v. 31, n. 1, p. 53-74, 2007.

COSTA E SILVA, A. L. V. Segregação em aços Alta-Resistência Baixa Liga (ARBL) para Aplicações em Serviço com H₂S: Avaliação por Termodinâmica Computacional. **Tecnol. Metal. Mater. Miner.** v. 11, n. 1, p. 3-13, 2014.

CURTZE, S.; KUOKKALA, V. 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, 2010.

De AK. et al. Deformation-induced phase transformation and strain hardening in type 304 austenitic stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.37, n.6, p.1875-1886, 2006.

DE COOMAN, B. C. Phase Transformations in Steels, Volume 2: Diffusionless Transformations, High Strength Steels, Modelling and Advanced Analytical Techniques. **Woodhead Publishing**, 2012.

De DAFÉ, S. S. F. 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, 2013.

DING, H. et al. Formability of TRIP/TWIP steel containing manganese of 18.8%. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 18, n. 1, p. 36-40, 2011.

DING, H. et al. Strain hardening behavior of a TRIP/TWIP steel with 18.8% Mn. **Materials Science and Engineering A**, v.528, p. 868-873, 2011.

DINSDALE, A. T. SGTE data for pure elements. **Calphad**, v.15, p. 317-425, 1991.

DJUROVIC, D. et al. Thermodynamic assessment of the Fe-Mn-C system. **Calphad-Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry**, v. 35, n. 4, p. 479 - 491, 2011.

DMITRIEVA, O. et al. Chemical gradients across phase boundaries between martensite and austenite in steel studied by atom probe tomography and simulation. **Acta Materialia**, v. 59, n. 1, p.364-374, 2011.

DUMAY, A. et al. Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe-Mn-C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 483-484, p. 184-187, 2008.

EL-DANAF, E. A. et al. Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in FCC metals. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 30, n. 5, p. 1223-1233, 1999.

ESKANDARI, M. et al. Microstructure evolution and mechanical behavior of a new microalloyed high Mn austenitic steel during compressive deformation. **Materials Science and Engineering A**, v. 615, p. 424-435, 2014.

ETESAMI, S. A.; ENAYATI, M.H.; TAHERIZADEH, A.; SADEGHIAN, B. The Influence of Volume Fraction of Martensite and Ferrite Grain Size on Ultimate Tensile Strength and Maximum Uniform True Strain of Dual Phase Steel. **Metallurgy Materials Engineering**. The Indian Institute of Metals. v 69. p. 1605–1612, 2016.

FENG, Z. et al. Stress-assisted (γ - α') and strain-induced (γ - ε - α') phase transformation kinetics laws implemented in a crystal plasticity model for predicting strain path sensitive deformation of austenitic steels. **International Journal of Plasticity**, v. 136, n. 102807, 2021.

FUJITA, H.; UEDA, S. Stacking faults and f.c.c.(γ) $\rightarrow$ h.c.p (ε) transformation in 188-types stainless steel. **Acta Metallurgica**. v. 20, n. 5, p. 759-767, 1972.

FROMMEYER, G. U. et al. Supra-ductile and hough-strenght manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption porpuses. **ISIJ International**. v. 43, p. 438 - 446, 2003.

GORNI, A. A. Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas. **Corte & Conformação de Metais**. Aranda Editora. ed. Dez/08. p. 26-57, 2008.

GRASSEL, O. et al. High strenght Fe-Mn-(Al,Si) TRIP/TWIP Steels development - properties - application. **International Journal of Plasticity**. v.16, n. 10-11, p. 1391-1409, 2000.

GUTIERREZ-URRUTIA, I.; RAABE, D. Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an Fe-22 wt.% Mn-0.6 wt.% C TWIP steel observed by electron channeling contrast imaging. **Acta Materialia**, v. 59, p. 6449-6462, 2011.

GUTIERREZ-URRUTIA, I.; RAABE, D. High Strength and ductile low density austenitic FeMnAlC steels: Simplex and alloys strengthened by nanoscale ordered carbides. **Materials Science and Technology**. v. 30, n. 9, p. 1099-1104, 2014.

HE, B. B. et al. Nanoindentation investigation on the mechanical stability of individual austenite grains in a medium-Mn transformation-induced plasticity steel. **Scripta Materialia**. v. 69, p. 215-218, 2013.

HE, B. B.; LIANG, Z. Y.; HUANG, M. X. Nanoindentation investigation on the initiation of yield point phenomenon in a medium Mn steel. **Scripta Materialia**. v. 150, p. 134-138, 2018.

HONG, J-S.; CHOI, S-M.; LEE, Y-K. Stasis mechanism of $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation in Fe-17Mn alloy. **Acta Materialia**. v. 210, n. 116846, p. 1-16, 2021.

HOWELL, R. A. et al. A Literature Review of Age Hardening Fe-Mn-Al-C Alloys. **AIST Transactions**. v. 6, n. 3, p. 193-212, 2009.

IVANCHENKO, V. et al. Phase Equilibria in the TiMn₂-TiFe₂ Polythermal Section. **Chemistry of Metals and Alloys**. v. 1, p. 137-139, 2008.

JIM, J.E.; LEE, Y. K. Strain hardening behavior on a Fe-18Mn-0.6C-1.5Al TWIPsteel. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 157-161, 2009.

JOHNSTON, R. L.; HOFFMAN, R. Structure-Bonding relationship in the Laves Phase. **Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie**. v. 616, p. 105-120, 1992.

JUNG, I.; DECTEROV, S. A.; PELTON, A. D. Computer Applications of Thermodynamic Databases to Inclusion Engineering. **ISI International**. Japão, p. 527-536, 2004.

KALIDINDI, S. R. Modeling anisotropic strain hardening and deformation textures in low stacking fault energy fcc metals. **International Journal of Plasticity**, v. 17, p. 837-860, 2001.

KARAMAN, I. et al. Modeling the Deformation Behavior of Hadfield Steel Single and Polycrystals Due to Twinning and Slip. **Acta Materialia**, v. 48, p. 2031 - 2047, 2000.

KIM, S. et al. Factors Influencing Fatigue Crack Propagation Behavior of Austenitic Steels. **Metallurgical Materials International**. v. 19, n. 4, p. 683-690, 2013.

KNOWLES, A. J. et al. Development of Ni-free Mn-stabilised maraging steels using Fe₂SiTi precipitates. **Acta Materialia**, v. 174, p. 260 - 270, 2019.

KRAUSS, G. Solidification, Segregation and Banding in Carbon and Alloy Steels. **Metallurgical and Material Transactions B**. v. 34b, p. 781-792, 2003.

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. 2330, 2022.

LEE, K. et al. β -Mn formation and aging effect on the fracture behavior of high-Mn low-density steels. **Scripta Materialia**. v. 124, p. 193-197, 2016.

LEE, Y.K.; HAN, J. Current opinion in medium manganese steel. **Materials Science and Technology**, v. 31, p. 843, 2014.

LI, W. et al. Generalized stacking fault energies of alloys. **Journal of Physics, condensed matter: An Institute of Physics Journal**, v. 26, n. 26, p. 265005, 2014.

LIMA, M.N.S. **Caracterização e propriedades mecânicas dos aços com alto teor de manganês (18-28%p) e carbono (1,1-1,7%p) produzidos em um forno de indução no laboratório de fundição da Universidade Federal do Ceará**. 2016. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2016.

LIMA, M.N.S. **Microestrutura, Corrosão e Propriedades Mecânicas de um Aço com Alto Teor de Manganês (27%) para Aplicações Criogênicas**. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2018.

LIU, Z. K. First-Principles Calculations and CALPHAD Modeling of Thermodynamics. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**. v. 30, n. 5, p. 517-534, 2009.

LOPES, C. H. **Influência dos teores de carbono e manganês no grau de bandejamento microestrutural e na resistência a HIC de chapas de aço ASTM-A516 grau 70 normalizadas**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

MAJKA, T. F. et al. Development of Microstructural Banding in Low-Alloy Steel with Simulated Mn Segregation. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v. 33a, p. 1627-1637, 2002.

MANGONON Jr. P. L.; THOMAS, G. The Martensite Phases in 304 Stainless Steel. **Metallurgical Transactions**. v. 1, p. 1577-1586, 1970.

MI, Z. L. et al. Effects of annealing temperature on the microstructure and properties of 25Mn-3Si-3Al TWIP steel. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**. v. 16, n. 2, p. 154-158, 2009.

MOHAMMADZADEH, M.; MOHAMMADZADEH, R. Effect of interstitial and substitution alloying elements on the intrinsic stacking fault energy of nanocrystalline fcc-iron by atomistic simulation study. **Applied Physics A**. v. 123, n. 720, 2017.

MOURA, I. A. B. **Análise da difusão do manganês em um par de difusão composto por um aço baixo carbono e um aço com alto teor de manganês (27%p) após processo de conformação a quente**. 2018. Dissertação (Bacharelado em Engenharia Metalúrgica). Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2018.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determination hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **Journal of Materials Research**, v.7, 1564–1583 (1992).

OLSON, G. B.; COHEN, M. A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations. **Journal of the Less Common Metals**. v. 28, p. 107-118, 1972.

OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. **Shape Memory Materials**. 1. ed. United Kingdom: Cambridge University Press, p. 248, 1998.

PADILHA, A. F.; PETOILHO, J. C.; FALLEIROS, I. G. S. Uma discussão sobre os efeitos de adições de Zr, Ti, Nb e V nas microestruturas de aços inoxidáveis austeníticos. **Metalurgia Física e Tratamento Térmico (Anais do Seminário CONFIT)**, p. 93, 1983.

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

PIERCE, D. T. et al. The influence of manganese content on the stacking fault and austenite/ ϵ -martensite interfacial energies in Fe-Mn-(Al-Si) steels investigated by experiment and theory. **Acta Materialia**, v. 68, p. 235-252, 2014.

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, 2015.

PÖHL, F. Pop-in behavior and elastic-to-plastic transition of polycrystalline pure iron during sharp nanoindentation, **Scientific Reports, Nature Research** 9:15350 2019.

RAABE, D. et al. Alloy Design, Combinatorial Synthesis, and Microstructure-Property Relations for Low-Density Fe-Mn-Al-C Austenitic Steels. **The Minerals, Metals & Materials Society**, v. 66, n. 9, 2014.

RAABE, D. et al. Current Challenges and Opportunities in Microstructure-Related Properties of Advanced High-Strength Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 51A, p. 5517-5586, 2020.

RAABE, D. et al. **Steel - ab-initio**: quantum-mechanics guided design of new Fe-based materials. Dusseldorf: Max-Planck Institut für Eisenforschung; GmbH, (Scientific Report 2007/2008), 2008.

REECH, S. et al. Elastic properties of face-centred cubic Fe-Mn-C studied by nanoindentation and ab initio calculations. **Acta Materialia**. v. 60, n. 17, p. 6025- 6032, 2012.

REED-HILL, R. E. et al. **Princípios de Metalurgia Física**. Editora Guanabara Dois S.A., ed. 2, Rio de Janeiro, Brasil, 1982.

RIBAMAR, G. G. **Estudo da relação entre a composição química, energia de falha de empilhamento e transformação de fases na zona fundida em soldagem com arame tubular a base de Fe-Mn-Ni e avaliação da ZAC em um tubo centrifugado**

de liga Fe-27Mn-1Si. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais). Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2018.

SABZI, H. E. et al. The sequential twinning-transformation induced plasticity effects in a thermomechanically processed high Mn austenitic steel. **Materials Science and Engineering A.** v. 725, p. 242-249, 2018.

SADEGHPOUR, S.; KERMANPUR, S.; NAJAFIZADEH, A. Investigation of the effect of grain size on the strain-induced martensitic transformation in a high-Mn stainless steel using nanoindentation, **Materials Science & Engineering A** 612, 214-216, 2014.

SADEGHPOUR, S. et al. Insight to the Influence of Ti Addition on the Strain-Induced Martensitic Transformation in a High (about 7 wt.%) Mn Stainless Steel. **Metals.** v. 10, n. 5, 2020.

SATO, A.; SOMA, K.; MORI, T. Hardening due pre-existing ϵ -Martensite in an Fe-30Mn-1Si alloy single crystal. **Acta Metallurgica**, v. 30, n.10, p.1901-1907, 1982.

SATO, Y. et al. Unique universal scaling in nanoindentation pop-ins. **Nature Communications.** V. 11, n. 4177, 2020.

SANTOS, O. J.; DOMINGUES, N. **Efeito do teor de P e do grau de bandeamento na resistência a HIC de aços API com baixo teor de S-II.** 2008. Relatório final de Estudo de P&D. (Comunicação interna/Usiminas), 2008.

SAWATANI, T. et al. Effect of Laves Phase on the Properties of Ti and Nb Stabilized Low C, N-19%Cr-2%Mo Stainless Steel Sheets. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan.** v. 22, n. 3, p. 172 - 180, 1982.

SCHRAMM, R.; REED, R. P. Stacking Fault Energies of fcc Fe-Ni Alloys by X-ray Diffraction Line Profile Analysis. **Metallurgical Transactions A.** v. 7A, p. 359-363, 1976.

SCHRÖDER, T. Ausgekoelter Stahl für das Auto von morgen. **Max Planck Forschung.** v.3, p.36-41, 2004.

SCOTT, C. et al. The development of a new Fe-Mn-C austenitic steel for automotive applications. **Revue de Metallurgie.** v. 103, n.6, p. 293-302, 2006.

SEVILLANO, J. G. An alternative model for the strain hardening of FCC alloys that twin, validated for twinning-induced plasticity steel. **Scripta Materialia**, v. 60, n. 5, p. 336-339, 2009.

SHEN, Y. F. et al. Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 552, p. 514-522, 2012.

SHIRDEL, M. et al. Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite: Mechanisms, microstructures, mechanical properties and TRIP effect. **Materials Characterization**,

v. 103, p. 150-161, 2015.

SILVA, G. N. **Efeito da substituição do molibdênio pelo nióbio e nióbio-boro em aços Hadfield no desempenho ao desgaste abrasivo**. 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2004.

SMAGA, M.; WALTHER, F.; EIFLER, D. Deformation-induced martensitic transformation in metastable austenitic steels. **Materials Science and Engineering A**. v. 483, n. 1-2, p. 394 - 397, 2008.

SOLEIMANI, M. et al. Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: A review. **Materials Science & Engineering A**, 2020.

SOUZA FILHO, I. R. et al. Martensite to austenite reversion in a high-Mn steel: Partitioning-dependent two-stage kinetics revealed by atom probe tomography, in-situ magnetic measurements and simulation. **Acta Materialia**. v. 166, p. 178-191, 2019.

SOUZA FILHO, I. R. et al. The impact of grain-scale strain localization on strain hardening of a high-Mn steel: Real-time tracking of the transition from the $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ transformation to twinning. **Acta Materialia**. v. 197, p. 123-136, 2020.

SPINDOLA, M. O.; GONZALEZ, B. M.; SANTOS, D. B. Modelo físico da deformação e encruamento do aço TWIP com alto teor de manganês e baixo carbono. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**. v. 6, n. 4, p. 252-256, 2010.

STAIN, F. et al. Structure and stability of Laves phases. Part I. Critical assessment of factors controlling Laves phase stability. **Intermetallics**. v. 12, p. 713-720, 2004.

STEINMETZ, D. R. et al. Revealing the strain-hardening behavior of twinning- induced plasticity steels: Theory, simulations, experiments. **Acta Materialia**. v. 61, p. 494-510, 2013.

SUTTON, B. J. Solidification Behavior and Hot Cracking Susceptibility of High Manganese Steel Weld Metals. **Ohio**: Ohio State University, 2013.

TAKAKI, S. et al. Effects of Austenite Grain Size on ϵ Martensitic Transformation in Fe-15mass%Mn Alloy. **Materials Transactions**. v. 34, n. 6, p. 489-495, 1993.

TALONEN, J. et al. Comparison of different methods for measuring strain induced α' -martensite content in austenitic steels. **Materials Science and Technology**, v. 20, 2004.

TALONEN, J. et al. Effect of strain rate on the strain-induced $\gamma \rightarrow \alpha'$ martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 36, p. 421 – 432, 2005.

TALONEN, J.; HÄNNINEN, H. Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels. **Acta**

Materialia, v. 55, p. 6108-6118, 2007.

THERMO-CALC SOFTWARE. **Thermodynamic software - Thermo-Calc**. Disponível em: < <https://thermocalc.com/products/thermo-calc/>>. Acesso em: 26 jan. 2022.

VERCAMMEN, S. et al. Cold rolling behavior of an austenitic Fe-30Mn-3Al-3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning. **Acta Materialia**. v. 52, n. 7, p. 2005-2012, 2004.

WALNSCH, A. et al. Experimental Investigations of the Fe-Mn-Ti System in the Concentration Range of up to 30 at.% Ti. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**. v. 41, p. 457-467, 2020.

WANG, J. et al. A novel maraging stainless steel ultra-high-strengthened by multi-nanoprecipitations. **Scripta Materialia**, v. 226, n. 115224, 2023.

WANG, J. et al. New insights on nucleation and transformation process in temperature-induced martensitic transformation. **Materials Characterization**, v. 151, p. 267-272, 2019.

WANG, M.-M.; et al. Nanolaminate transformation-induced plasticity-twinning-induced plasticity steel with dynamic strain partitioning and enhanced damage resistance. **Acta Materialia**. v. 85, p. 216-228, 2015.

WANG, M.; LI, Z.; RAABE, D. In-situ SEM observation of phase transformation and twinning mechanisms in an interstitial high-entropy alloy. **Acta Materialia**. v. 147, p. 236-246, 2018.

WANG, W. et al. The study on the threshold strain of microvoid formation in TRIP steels during tensile deformation. **Materials Science and Engineering: A**. v. 546, p. 272-278, 2012.

WEI, Y. et al. Evading the strength-ductility trade-off dilemma in steels through gradient hierarchical nanotwins. **Nature Communications**. v. 5, n. 3580, 2014.

WEI, Y. et al. Microstructure and strain hardening behavior of the transformable 316L stainless steel processed by cryogenic pre-deformation. **Materials Science & Engineering A**. v. 862, n. 144424, p. 1-9, 2023.

WELSCH, E. et al. Strain hardening by dynamic slip band refinement in a high-Mn lightweight steel. **Acta Materialia**. v. 116, p. 188-199, 2016.

WONG, S. L. et al. A crystal plasticity model for twinning-and transformation-induced plasticity. **Acta Materialia**, v. 118, p. 140-151, 2016.

XI. et al. Formation mechanism of faulted bands and its effect on a'-martensitic transformation. **Materials & Design**, v. 224, n. 111321, 2022.

YANG, L. F. et al. Influences of thermal martensites and grain orientations on strain-induced martensites in high manganese TRIP/TWIP steels. **Materials Science & Technology**, v. 27, p. 257-265, 2011.

YANG, M. et al. An ultra-high-strength 12Mn maraging steel realized via nanoscale heterostructure engineering. **Materials Letters**, v. 349, n. 134770, 2023.

YOO, D. T.; HWANG, S. W.; PARK, K-T. Origin of Extended Tensile Ductility of a Fe-28Mn-10Al-1C Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v. 40, p. 1520-1523, 2009.

ZHANG, G. et al. Thermodynamic Modeling of the Fe-Mn-Ti System. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**. v. 42, p. 363-372, 2021.

ZHANG, G.; ZHENG, W.; ZHAO, Z.; HE, Y.; ZHENG, Z.; TANG, D. Thermodynamic Modeling of the Fe-Mn-Ti System. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**. v.42, p. 363-372, 2021.

ZHENG, W. et al. Experimental investigation and thermodynamic modeling of the ternary Ti-Fe-Mn system for hydrogen storage applications. **Journal of Alloys and Compounds**. v. 891, p. 161957, 2021.