

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E**  
**ENGENHARIA DE MATERIAIS**

EFEITO DA ADIÇÃO DE AI E C NA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DE AÇOS AUSTENÍTICOS DE BAIXA  
DENSIDADE COM ALTO TEOR DE Mn

Lucas Barcelos Otani

São Carlos  
2021



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**EFEITO DA ADIÇÃO DE AI E C NA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DE AÇOS AUSTENÍTICOS DE BAIXA  
DENSIDADE COM ALTO TEOR DE Mn**

Lucas Barcelos Otani

Tese apresentada ao Programa  
de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia  
de Materiais como requisito parcial à  
obtenção do título de DOUTOR EM CIÊNCIA  
E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Claudemiro Bolfarini

Coorientador: Dr. Guilherme Zepon

Agências Financiadoras: CNPq (Processo 141053/2017-8) e FAPESP  
(Processo 2017/14805-1) com período sanduíche em Leibniz - Institut für  
Werkstofforientierte Technologien (Processo 2018/12638-3)

São Carlos

2021



## **DEDICATÓRIA**

*Aos meus pais e avó, Mário, Vilma e Adelina, com todo o carinho.*

## **VITAE DO CANDIDATO**

Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pela UFSCar (2017),  
Engenheiro de Materiais pela UFSCar (2013)





# UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

---

## Folha de Aprovação

---

Defesa de Tese de Doutorado do candidato Lucas Barcelos Otani, realizada em 20/05/2021.

### Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini (UFSCar)

Prof. Dr. Claudio Shyinti Kiminami (UFSCar)

Prof. Dr. Walter José Botta Filho (UFSCar)

Prof. Dr. André Luiz Vasconcellos da Costa e Silva (UFF)

Prof. Dr. Juliano Soyama (UNICAMP)

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.





## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao orientador Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini e ao coorientador Prof. Dr. Guilherme Zepon pela amizade, conselhos, ensinamentos, paciência e contribuição indispensável ao meu desenvolvimento pessoal e profissional. Ao Prof. Dr. Francisco Gil Coury pela amizade e ajuda no desenvolvimento deste trabalho. Ao Dr. Volker Uhlenwinkel pela supervisão e acolhimento durante o período em que passei em Bremen, Alemanha.

Agradeço a todos os amigos que direta ou indiretamente estiveram comigo ao longo desta jornada. Agradeço aos amigos e profissionais do LCE pela amizade, conversas e ajuda nas caracterizações. Agradeço aos técnicos do DEMa pela amizade e auxílio na preparação de amostras. Agradeço ao PPGCEM e ao DEMa (estendido a todos os funcionários) pela infraestrutura fornecida.

Agradeço à toda a minha família, em especial à minha avó Adelina, aos meus pais Mário e Vilma e irmãos Geisa e Marcos por sempre acreditarem em mim. Agradeço especial à minha parceira Tatiane e ao Felipe por toda a paciência, apoio e carinho.

Esta pesquisa utilizou recursos do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), uma instalação nacional aberta do Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações (MCTI) operada pelo Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM). Agradecemos a equipe da Linha de Luz XTMS/XRD1 pela assistência durante os experimentos.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Agradeço ao CNPq pelo apoio financeiro (Processo 141053/2017-8) e à FAPESP (Projeto temático processo: 2013/05987-8, Bolsa Regular Processo: 2017/14805-1 e Bolsa Estágio de Pesquisa no Exterior processo: 2018/12638-3).



## RESUMO

Aços de baixa densidade são materiais avançados que estão sendo desenvolvidos com principal foco na indústria automobilística, visando a redução do peso estrutural dos carros. As principais composições estudadas correspondem a variações do sistema FeMnAlC, sendo que os elementos de liga e o processamento interferem na microestrutura final. A maioria dos estudos envolvendo os aços com microestrutura austenítica está relacionada à avaliação das propriedades mecânicas, com foco nos mecanismos de indução de plasticidade. O objetivo desta tese de doutorado é avaliar o efeito da adição do Al e do C em aços de baixa densidade austeníticos com alto teor de manganês a fim de se observar os efeitos que estas adições trarão na evolução microestrutural, bem como no comportamento mecânico. Foram estudados cinco sistemas variando o teor de Al e de C: Fe-36%Mn, Fe-36%Mn-2,5%Al, Fe-36%Mn-5%Al, Fe-33%Mn-5%Al-0,3%C e Fe-30%Mn-5%Al-0,6%C (% em massa), de forma que para os diferentes teores de carbono, manteve-se constante a energia de falha de empilhamento (EFE). Modelos para a previsão da EFE, da tensão de cisalhamento crítica para o efeito TWIP e da tensão de escoamento foram utilizados. Determinou-se experimentalmente a EFE de uma liga através da medida da distância entre as discordâncias parciais. Os tarugos foram produzidos por conformação por spray sendo, posteriormente, conformados mecanicamente e tratados termicamente. Observou-se que o alumínio não é tão eficaz quanto o carbono para aumentar a tensão de escoamento do material. Somente as ligas com a presença de C apresentaram maclas de deformação, mesmo possuindo maiores valores de EFE. A liga sem adição de C e de Al (menor EFE) não apresentou maclas de deformação quando ensaiado em temperatura ambiente, porém à  $-100^{\circ}\text{C}$  a presença destas estruturas foram observadas. Destaca-se então que mecanismos de ancoramento das discordâncias são importantes para o surgimento do efeito TWIP em aços de baixa densidade.

**Palavras-chave:** aços de baixa densidade; efeito TWIP; energia de falha de empilhamento; comportamento mecânico.



## ABSTRACT

### THE EFFECT OF AL AND C ADDITIONS ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL BEHAVIOR OF AUSTENITIC HIGH-MN LOW DENSITY STEELS

Low-density steels are advanced materials that are being developed mainly for the automotive industry to reduce the structural weight of cars. The most common studied compositions comprise FeMnAlC variations, in which both the chemical composition and processing route influence the final microstructure. Most of the studies involving the austenitic low-density steels is related to the evaluation of the mechanical properties focusing on the induced plasticity mechanisms. The objective of this thesis is to evaluate the effect of Al and C additions on the microstructural evolution and mechanical behavior of high-Mn austenitic low-density steels. Five systems with different C and Al additions were studied: Fe-36%Mn, Fe-36%Mn-2.5%Al, Fe-36%Mn-5%Al, Fe-33%Mn-5%Al-0.3%C e Fe-30%Mn-5%Al-0.6%C (weight%), in which for the alloys varying the C content, the stacking fault energy (SFE) was kept constant. Theoretical models to predict the SFE, the critical resolved shear stress for the TWIP effect, and the yield stress were used. The SFE of one alloy was determined experimentally through the partial dislocations distance. The ingots were produced by spray forming followed by mechanical processing and heat treatment. It was observed that the aluminum is not effective as carbon to increase the yield stress of the alloy. Only the alloys with C additions presented deformation twins, even though they presented the highest SFE values. The alloy without Al and C additions (lowest SFE in this work) did not presented deformation twins when deformed at room temperature, but at  $-100^{\circ}\text{C}$  those structures could be observed after the tensile test. It can be pointed out that mechanisms which anchored the dislocations are important to the occurrence of the TWIP effect in high-Mn low-density steels.

**Keywords:** low-density steels; TWIP effect; stacking fault energy; mechanical behavior.



## PUBLICAÇÕES

### Artigos publicados:

- **Otani, Lucas**; Vidilli, André; Coury, Francisco; Kiminami, Claudio; Botta, Walter; Zepon, Guilherme; Bolfarini, Claudemiro. Influence of Al Additions on the Microstructure and Mechanical Properties of a C and Si-Free High-Mn Steel. *Metals*, v. 10, p. 352, 2020.
- Vidilli, Andre L.; **Otani, Lucas B.**; Wolf, Witor; Kiminami, Claudio S.; Botta, Walter J.; Coury, Francisco G.; Bolfarini, Claudemiro. Design of a FeMnAlC steel with TWIP effect and evaluation of its tensile and fatigue properties. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 831, p. 154806, 2020.

### Trabalho apresentado em Congresso Nacional:

- **Otani, L. B.**; Pallu, L. G.; Zepon, G.; Kiminami, C. S.; Botta, W. J.; Bolfarini, C. Efeito da adição de alumínio nos mecanismos de incremento de plasticidade em aços de baixa densidade do sistema Fe-35%Mn. Trabalho apresentado na forma de apresentação oral no 23° CBECiMat (Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais). 2018.
- Pallu, L. G.; **Otani, L. B.**; Zepon, G.; Kiminami, C. S.; Botta, W. J.; Bolfarini, C. Influência da temperatura de recozimento na recristalização de um aço de baixa densidade com efeito TWIP conformado por spray. Trabalho apresentado na forma de pôster no 23° CBECiMat (Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais). 2018.





## SUMÁRIO

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS .....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT .....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS .....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xv
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1 Aços de baixa densidade.....	3
2.2 Deformação plástica em metais cúbicos de face centrada (CFC).....	7
2.3 EFE de aços de baixa densidade austeníticos .....	10
2.4 Mecanismos de indução de plasticidade .....	14
2.4.1 Efeito TRIP (plasticidade induzida por transformação de fase).....	17
2.4.2 Efeito TWIP (plasticidade induzida pela formação de maclas).....	19
2.4.3 Efeito MBIP (plasticidade induzida pela formação de microbandas) .	22
2.4.4 Efeito SIP (plasticidade induzida por formação de bandas de cisalhamento).....	25
2.5 Aspectos complementares com relação ao comportamento mecânico dos aços de baixa densidade.....	26
2.6 Efeito do Al .....	27
2.7 Efeito do C.....	30
2.8 Conformação por spray .....	33
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	37
3.1 Seleção das ligas .....	37
3.2 Processamento das ligas .....	38
3.3 Conformação mecânica e tratamento térmico dos aços de baixa densidade .....	39
3.4 Modelos teóricos para previsão do comportamento mecânico.....	40

3.4.1	Energia de Falha de Empilhamento (EFE) .....	40
3.4.2	Tensão de escoamento .....	41
3.4.3	Tensão de cisalhamento resolvida crítica – TWIP .....	42
3.5	Determinação experimental da EFE .....	44
3.6	Avaliação das propriedades mecânicas e dos mecanismos de indução de plasticidade .....	45
3.7	Ensaio de tração interrompidos e evolução microestrutural em função do teor de C .....	46
3.8	Caracterização das ligas utilizando radiação síncrotron .....	48
3.9	Caracterização estrutural das ligas .....	49
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	51
4.1	Modelos teóricos .....	51
4.1.1	Energia de Falha de Empilhamento (EFE) .....	51
4.1.2	Tensão de escoamento .....	55
4.1.3	Tensão de cisalhamento resolvida crítica para TWIP .....	55
4.2	Determinação experimental da EFE .....	57
4.3	Evolução microestrutural dos materiais conformados por spray .....	58
4.4	Curvas de recristalização e microestrutura recristalizada .....	67
4.5	Densidade teórica das ligas.....	72
4.6	Ensaio de tração.....	73
4.7	Superfície de fratura e microestrutura após ensaio de tração .....	78
4.8	Ensaio de tração interrompidos nas amostras com diferentes teores de C 90	
4.9	Ensaio de tração <i>in situ</i> utilizando radiação síncrotron.....	99
5	CONCLUSÕES.....	115
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	117
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	119

## ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 2.1 – Principais elementos de liga e suas respectivas quantidades em função da microestrutura obtida para aços de baixa densidade. Adaptado de [9]. .....	6
Tabela 2.2 – Principais modelos disponíveis na literatura para a determinação do componente químico referente à variação da energia livre de Gibbs entre as fases CFC ( $\gamma$ ) e HCP ( $\epsilon$ ). .....	13
Tabela 2.3 – Mecanismos de indução de plasticidade em função da energia de falha de empilhamento. Adaptado de [3] e [9]. .....	17
Tabela 3.1 – Composição dos aços de baixa densidade a serem pesquisados. ....	38
Tabela 3.2 – Parâmetros utilizados nas atomizações. ....	38
Tabela 3.3 – Parâmetros utilizados nas atomizações em Bremen (IWT). .....	46
Tabela 4.1 – Valores de EFE (em $\text{mJ/m}^2$ ) para as ligas de acordo com os diferentes modelos existentes na literatura. ....	51
Tabela 4.2 – Tensão de escoamento prevista de acordo com o modelo proposto, baseado em [58]. .....	55
Tabela 4.3 – Valores da tensão de cisalhamento resolvida crítica para os diferentes modelos descritos na literatura. Os valores em parênteses indicam a tensão em tração necessária para se atingir o valor calculado (parâmetro de Taylor igual a 3,06). .....	56
Tabela 4.4 – Tamanho de grão (valores em $\mu\text{m}$ ) obtido após tratamento térmico. ....	69
Tabela 4.5 – Densidade teórica dos sistemas estudados. ....	73
Tabela 4.6 – Propriedades mecânicas dos sistemas em função do teor de Al. 76	
Tabela 4.7 – Propriedades mecânicas dos sistemas em função do teor de C. 78	
Tabela 4.8 – Composição química (%m.) e tamanho de grão das ligas produzidas em maior escala para os ensaios de tração interrompidos. ....	91
Tabela 4.9 – Níveis de deformação para os ensaios interrompidos. ....	94
Tabela 4.10 – EFE estimada em função da temperatura (valores em $\text{mJ/m}^2$ ). 99	



## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 – Limite de resistência à tração em função do alongamento para aços avançados de elevada resistência descritos na literatura [7].	4
Figura 2.2 – Densidade da austenita em função do teor de alumínio na estrutura cristalina. Adaptado de [3].	5
Figura 2.3 – Comportamento da taxa de encruamento para metais CFC dependendo do seu valor de EFE. Adaptado de [21].	9
Figura 2.4 – Representação de como a sobreposição de falhas de empilhamento intrínsecas (representadas pelas linhas vermelhas) podem vir a formar, ou uma estrutura HCP (para o fenômeno TRIP), ou maclas (para o fenômeno TWIP).	15
Figura 2.5 – Curva de tensão verdadeira <i>versus</i> deformação verdadeira, evidenciando a elevada capacidade de encruamento de um material que possui um mecanismo de indução de plasticidade ativo. Adaptado de [4].	16
Figura 2.6 – Imagens de EBSD representando a ocorrência do fenômeno TRIP em um aço austenítico Fe-31%Mn. Cada imagem indica um nível de deformação do material [10].	18
Figura 2.7 – a) Comportamento plástico de uma liga Cu-15%Al. b) Destaque para a estrutura de discordâncias sob diferentes níveis de deformação. Adaptado de [41].	20
Figura 2.8 – Esquematisação dos modelos de nucleação das maclas por Byun [43], Suzuki-Barrett [44] e Steinmetz [45], juntamente com um gráfico comparativo entre os modelos e o valor experimental para o sistema Fe-18%Mn-0.6%C-1.5%Al.	22
Figura 2.9 – Comportamento plástico de uma liga de baixa densidade que apresenta o efeito MBIP [6].	23
Figura 2.10 – Microestrutura em diferentes níveis de deformação para o aço Fe-28%Mn-9%Al-0,8%C [6].	24
Figura 2.11 – Surgimento de bandas de cisalhamento homogêneas na austenita devido à presença de carbonetos- $\kappa$ coerente e finamente dispersos na matriz [8].	26

Figura 2.12 – Curva tensão x deformação para um aço Fe-18%Mn-xAl-0,6%C com destaque para o efeito de <i>Portevin-Le Chatelier</i> . Adaptado de [39].	28
Figura 2.13 – Curvas de tensão e deformação verdadeiras, juntamente com a taxa de encruamento para aços Fe-18% <i>m</i> .Mn-xAl-0,6% <i>m</i> .C com diferentes teores de alumínio [39].	29
Figura 2.14 – Influência da adição de alumínio no módulo de elasticidade de um aço de baixa densidade [4].	30
Figura 2.15 – Curva tensão <i>versus</i> deformação para três aços com EFE similares, porém com teores distintos de carbono (0C = Fe-31% <i>m</i> .Mn; 3C = Fe-29% <i>m</i> .Mn-0,3% <i>m</i> .C; 6C = Fe-25% <i>m</i> .Mn-0,6% <i>m</i> .C). Adaptado de [10].	31
Figura 2.16 – Tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência dos fenômenos TRIP ( $\tau_{ecal.}$ ) e TWIP ( $\tau_{twin cal.}$ ). Comparação com o valor medido para três aços com mesma EFE e mesmo tamanho de grão, porém, com diferentes teores de carbono em sua estrutura [10].	32
Figura 2.17 - Representação esquemática do funcionamento do equipamento de conformação por spray [59].	34
Figura 2.18 – Comparação entre as rotas de um processamento convencional de um aço de baixa densidade com relação à conformação por spray para obtenção de uma microestrutura homogênea.	35
Figura 3.1 – Configuração do experimento de conformação por spray para fabricação das amostras a serem submetidas aos ensaios interrompidos.	47
Figura 3.2 – Sistema de acoplamento das amostras para os ensaios de tração com difração <i>in situ</i> .	48
Figura 4.1 – Mapas de EFE utilizando o modelo descrito neste trabalho variando os teores de Mn e C para três níveis de Alumínio: a) 0% <i>m</i> .; b) 2.5% <i>m</i> . e c) 5% <i>m</i> . Estrelas pretas indicam as composições estudadas neste trabalho.	54
Figura 4.2 – a) Exemplo de uma imagem de duas discordâncias parciais de Shockley e b) distância das parciais em função do ângulo que caracteriza a linha de discordância. Os pontos experimentais estão representados como círculos com suas respectivas barras de erros.	58

Figura 4.3 – Diagramas de evolução de fases em equilíbrio para as ligas a) 0Al0C; b) 2.5Al0C; c) 5Al0C; d) 5Al3C e e) 5Al6C. ....	59
Figura 4.4 – Microestrutura das partículas de <i>overspray</i> via microscopia ótica para as ligas a) 0Al0C; b) 2.5Al0C; c) 5Al0C; d) 5Al3C e e) 5Al6C.....	61
Figura 4.5 – Difratogramas de raios-X das partículas de <i>overspray</i> .....	62
Figura 4.6 – Microestrutura dos depósitos via microscopia ótica para as ligas a) 0Al0C; b) 2.5Al0C; c) 5Al0C; d) 5Al3C e e) 5Al6C. ....	64
Figura 4.7 – Análise via EBSD do depósito da liga 0Al0C na condição como conformada por spray (mapa de figura de polo inversa, IPF). ....	65
Figura 4.8 – Microestrutura dos materiais laminados a frio: a) 0Al0C; b) 2.5Al0C; c) 5Al0C; d) 5Al3C e 5Al6C. ....	66
Figura 4.9 – Influência do alumínio nas curvas de microdureza em função da temperatura de recozimento para as ligas 0Al0C, 2.5Al0C e 5Al0C. ....	67
Figura 4.10 – Microestrutura da liga 2.5Al0C para diferentes temperaturas de tratamento térmico: a) 500°C; b) 750°C e c) 900°C. ....	68
Figura 4.11 – Influência do carbono nas curvas de microdureza em função da temperatura de recozimento para as ligas 5Al0C, 5Al3C e 5Al6C. ....	69
Figura 4.12 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da presença de textura para a liga 0Al0C.....	70
Figura 4.13 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da presença de textura para a liga 2.5Al0C.....	71
Figura 4.14 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da presença de textura para a liga 5Al0C.....	71
Figura 4.15 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da presença de textura para a liga 5Al3C.....	72
Figura 4.16 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da textura para a liga 5Al6C. ....	72

Figura 4.17 – Influência do Al no comportamento em tração. a) Curvas de tensão e deformação verdadeiras e b) curva de taxa de encruamento em função da deformação.....	75
Figura 4.18 – Influência do C no comportamento em tração. a) Curvas de tensão e deformação verdadeiras e b) curva de taxa de encruamento em função da deformação.....	77
Figura 4.19 – Superfície de fratura das amostras a) 0Al0C; b) 2.5Al0C; c) 5Al0C; d) 5Al3C e e) 5Al6C.....	79
Figura 4.20 – Microestrutura da amostra da liga 0Al0C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de solicitação em tração.....	80
Figura 4.21 – Imagens de campo claro - MET da amostra 0Al0C fraturada. Imagens obtidas nos eixos de zona a) [100] e b) [110]......	81
Figura 4.22 – Microestrutura da amostra da liga 2.5Al0C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de solicitação em tração.....	81
Figura 4.23 – Imagens obtidas via METV da liga 2.5Al0C após tração. Imagem em a) campo claro e em b) campo escuro.....	82
Figura 4.24 – Microestrutura da amostra da liga 5Al0C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de solicitação em tração.....	83
Figura 4.25 – Imagens em campo claro da estrutura de discordâncias após fratura da amostra 5Al0C. a) visão geral e b) detalhes da estrutura de células.....	83
Figura 4.26 – Microestrutura da amostra da liga 5Al3C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de solicitação em tração.....	85
Figura 4.27 – Imagens em campo claro com a presença de maclas de deformação na liga 5Al3C após a fratura em diferentes regiões da amostra (a e b).....	85
Figura 4.28 – Microestrutura da amostra da liga 5Al6C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de solicitação em tração.....	87
Figura 4.29 – Imagens após a fratura da liga 5Al6C obtidas via MET. a) Imagem em campo claro da região que possui maclas; b) imagem em campo escuro no eixo de zona das maclas.....	87



Figura 4.30 – Imagem obtida via METV de a) campo claro e b) campo escuro, evidenciando a estrutura celular de discordâncias para a liga 5Al6C em um grão sem a presença do efeito TWIP. ....	88
Figura 4.31 – Comparativo entre a tensão de escoamento, limite de resistência à tração e modelos de previsão da tensão de cisalhamento resolvida crítica para o surgimento do efeito TWIP. ....	90
Figura 4.32 – Influência do C no comportamento em tração dos materiais fabricados em maior escala (“I”). a) Curvas de tensão e deformação verdadeiras e b) curva de taxa de encruamento em função da deformação....	92
Figura 4.33 – Microestrutura das amostras ensaiadas até a fratura das ligas a) 5Al0C – I, b) 5Al3C- I e c) 5Al6C - I. Direção vertical correspondente à direção de sollicitação em tração. ....	93
Figura 4.34 – Figuras obtidas por EBSD com contraste da qualidade do sinal ( <i>image quality</i> , IQ) e figura de polo inversa ( <i>inverse pole figure</i> , IPF) para os a) Nível I, b) Nível II e c) Nível III da liga 5Al0C - I. ....	94
Figura 4.35 – Figuras obtidas por EBSD com contraste da qualidade do sinal ( <i>image quality</i> , IQ) e figura de polo inversa ( <i>inverse pole figure</i> , IPF) para os a) Nível I, b) Nível II e c) Nível III da liga 5Al3C - I. ....	95
Figura 4.36 – Figuras obtidas por EBSD com contraste da qualidade do sinal ( <i>image quality</i> , IQ) e figura de polo inversa ( <i>inverse pole figure</i> , IPF) para os a) Nível I, b) Nível II e c) Nível III da liga 5Al6C - I. ....	95
Figura 4.37 – Imagens de MET – Campo Claro da estrutura de discordâncias das amostras deformadas até o Nível III da liga 5Al0C - I. ....	96
Figura 4.38 – Imagens de MET – Campo Claro da a) estrutura de discordâncias e das b) maclas de deformação para as amostras deformadas até o Nível III da liga 5Al3C - I. ....	97
Figura 4.39 – Imagens de MET – Campo Claro da a) estrutura de discordâncias e das b) maclas de deformação para as amostras deformadas até o Nível III da liga 5Al6C - I. ....	98
Figura 4.40 – Curvas de difração de raios-X em função da tensão aplicada ao longo do ensaio de tração para a liga 0Al0C a a) -100°C; b) 25°C e c) 300°C. ....	102

Figura 4.41 – Largura dos picos a meia altura (FWHM) para as diferentes temperaturas com relação aos planos a) (111) e b) (200) para a liga 0Al0C.	103
Figura 4.42 – Microestrutura pós fratura dos corpos de prova da liga 0Al0C ensaiados a a) -100°C, b) 25°C e c) 300°C.....	104
Figura 4.43 – Curvas de difração de raios-X em função da tensão aplicada ao longo do ensaio de tração para a liga 2.5Al0C a a) -100°C; b) 25°C e c) 300°C. ....	105
Figura 4.44 –Largura dos picos a meia altura (FWHM) para as diferentes temperaturas com relação aos planos a) (111) e b) (200) para a liga 2.5Al0C. ....	106
Figura 4.45 – Microestrutura pós fratura dos corpos de prova da liga 2.5Al0C ensaiados a a) -100°C, b) 25°C e c) 300°C.....	107
Figura 4.46 – Curvas de difração de raios-X em função da tensão aplicada ao longo do ensaio de tração para a liga 5Al3C a a) -100°C; b) 25°C e c) 300°C. ....	108
Figura 4.47 – Largura dos picos a meia altura (FWHM) para as diferentes temperaturas com relação aos planos a) (111) e b) (200) para a liga 5Al3C.	109
Figura 4.48 – Microestrutura pós fratura dos corpos de prova da liga 5Al3C ensaiados a a) -100°C, b) 25°C e c) 300°C.....	110
Figura 4.49 – Curvas de difração de raios-X em função da tensão aplicada ao longo do ensaio de tração para a liga 5Al6C a a) -100°C; b) 25°C e c) 300°C. ....	111
Figura 4.50 – Largura dos picos a meia altura (FWHM) para as diferentes temperaturas com relação aos planos d) (111) e e) (200) para a liga 5Al6C.	112
Figura 4.51 – Microestrutura pós fratura dos corpos de prova da liga 5Al6C ensaiados a a) -100°C, b) 25°C e c) 300°C.....	113

## 1 INTRODUÇÃO

Uma das principais aplicações de aços avançados com elevadas propriedades mecânicas é a indústria automobilística. O principal apelo para o aumento da resistência específica dos aços consiste na possibilidade de redução da massa dos veículos, gerando como consequência uma economia de energia e redução na emissão de CO<sub>2</sub> para a atmosfera. Nesta esfera, os aços de baixa densidade se encontram como uma alternativa aos aços convencionalmente utilizados por esta indústria, visto que podem atingir níveis equivalentes ou superiores de resistência, porém, com menor densidade [1,2].

Os estudos relacionados aos aços de baixa densidade receberam significativa atenção no início do século devido às boas propriedades mecânicas aliado à baixa densidade [3]. Enquanto a ferrita e a austenita possuem densidade de 7,85 e 8,15 g/cm<sup>3</sup>, respectivamente, os aços de baixa densidade podem apresentar uma densidade de 6,8 g/cm<sup>3</sup> dependendo do teor de elementos de liga presentes [4].

O comportamento mecânico destes aços com microestrutura austenítica vem sendo extensivamente estudados devido à possibilidade de ocorrência de fenômenos de plasticidade induzida por transformação de fase (efeito TRIP), plasticidade induzida por maclagem (efeito TWIP), plasticidade induzida por bandas de cisalhamento (efeito SIP) e plasticidade induzida pela formação de microbandas (efeito MBIP), efeitos interessantes do ponto de vista de construção automotiva e absorção de impacto [5–8].

As principais variáveis utilizadas como parâmetros para a previsão do mecanismo de indução de plasticidade atuante consistem no tamanho de grão e na energia de falha de empilhamento (EFE) [9]. Porém, trabalhos recentes indicam que a composição química possui um papel fundamental na previsão desses mecanismos, pois pode alterar significativamente a tensão de cisalhamento resolvida crítica [10]. Um estudo recente analisou três aços com diferentes teores de carbono e manganês, de forma a manter a EFE em um mesmo nível em uma estrutura completamente austenítica, sem presença de textura e com tamanhos de grão similares. Observou-se que o teor de carbono tem uma grande contribuição no mecanismo de plasticidade apresentado pela

liga, sendo que sem a presença do carbono o fenômeno TRIP foi observado e com a presença deste elemento (0,3% e 0,6%*m.*) houve a ocorrência do fenômeno TWIP [10]. Desta forma, foi possível verificar que adições de carbono levaram a um aumento tanto na tensão de escoamento, quanto na ductilidade.

Apesar de todo o exposto, ainda há diversas controvérsias presentes na literatura a respeito de como se dão estes mecanismos de indução de plasticidade. Uma das principais divergências é o modelo descrito para o cálculo da EFE (envolvendo parâmetros termodinâmicos) [11]. Adicionalmente, diversos autores indicam que o surgimento dos mecanismos de incremento de plasticidade (mais especificamente, o TWIP) não é o principal mecanismo responsável pelas elevadas propriedades mecânicas, de forma que há a sugestão de que estes materiais encruam, principalmente, devido à sua capacidade de reter uma elevada quantidade de discordâncias em sua estrutura [12].

Portanto, este trabalho tem como objetivo principal o estudo sistemático do efeito de adições de carbono e de alumínio no comportamento mecânico e, conseqüentemente, nos mecanismos de indução de plasticidade, em aços de baixa densidade austeníticos com elevado teor de Mn. Temas em aberto na literatura como modelos para a determinação da EFE, bem como para a determinação da tensão de cisalhamento resolvida crítica para o fenômeno TWIP serão utilizados deste trabalho. Adicionalmente, ensaios em materiais com mesma EFE, porém diferentes teores de intersticiais também será ponto importante de discussão. Para a produção das ligas (Fe-36%Mn, Fe-36%Mn-2,5%Al, Fe-36%Mn-5%Al, Fe-33%Mn-5%Al-0,3%C e Fe-30%Mn-5%Al-0,6%C), foi utilizada a conformação por spray com posterior processamento mecânico e realização de tratamentos térmicos para indução da recristalização.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Aços de baixa densidade

Os aços de baixa densidade são ligas metálicas que consistem em variações do sistema Fe-Mn-Al-C. A principal potencial aplicação para este material é o setor automotivo, visto que a depender de sua microestrutura final, é possível obter um material com elevada conformabilidade, elevada resistência mecânica e ao impacto, bem como menores densidades comparadas aos aços convencionais [13]. A busca pela redução no peso estrutural dos automóveis tem sido uma das principais rotas utilizadas para o aumento da eficiência energética e, conseqüentemente, redução na emissão de gás carbônico para a atmosfera [14]. Os aços avançados de elevada resistência (também denominados como AHSS, *advanced high strength steels*) têm sido propostos com a finalidade principal de substituir os materiais utilizados atualmente por ligas com maior resistência e, conseqüentemente, possibilidade de redução na espessura final de estruturas [15]. A primeira geração dos aços avançados de elevada resistência inclui os aços *dual phase*, aços TRIP, aços *complex phase* e aços martensíticos. Já a segunda geração, também visando excelentes combinações de resistência mecânica e ductilidade, inclui os aços TWIP, nano-TWIP, duplex e triplex. Por fim, a terceira geração tem sido desenvolvida com o intuito de se obter propriedades semelhantes às observadas na segunda geração, porém com o intuito principal de se reduzir os custos relacionados à produção destes materiais, sendo incluído neste caso os aços com médio teor de manganês, aços TRIP com formação de bainita-ferrita, aços Q&P (sigla para *quenching and partitioning*, ou seja, resfriamento e partição) [13]. A Figura 2.1 ilustra um diagrama em que é possível verificar as diferentes classes de aços avançados de elevada resistência, demonstrando assim o grande potencial dos aços com alto teor de manganês [7].

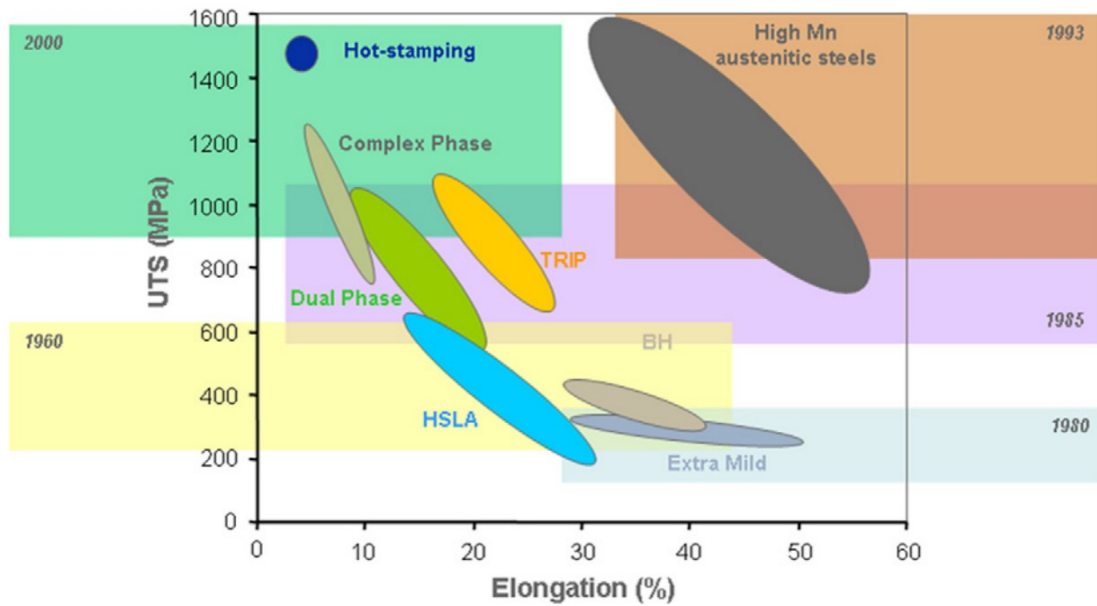


Figura 2.1 – Limite de resistência à tração em função do alongamento para aços avançados de elevada resistência descritos na literatura [7].

Os aços de baixa densidade estão inseridos nesta ampla gama de diferentes aços que têm sido desenvolvidos nas últimas décadas. Apesar de sua principal aplicação ter sido voltada para a indústria automobilística, existem na literatura diversos estudos explorando potenciais aplicações buscando resistência a oxidação em altas temperaturas, aplicações em temperaturas criogênicas, assim como potencial substituição do cromo pelo alumínio em aços inoxidáveis como forma de se reduzir os custos envolvidos com matéria-prima [3]. Apesar disso, o foco principal nos últimos anos e maior volume de estudos nesta área tem sido na avaliação das propriedades mecânicas que estes aços apresentam.

Dependendo do teor dos elementos de liga, assim como do histórico de processamento, os aços de baixa densidade (Fe-Mn-Al-C) podem apresentar microestrutura ferrítica, duplex (ferrita e austenita) ou somente austenítica [4]. A nomenclatura “baixa densidade” é devido às adições de alumínio, de forma que a presença deste elemento leva a um aumento no parâmetro de rede (quando em solução sólida), assim como há a substituição de um átomo de ferro mais pesado por um átomo de alumínio mais leve. A Figura 2.2 indica como a adição

de alumínio pode reduzir a densidade da austenita em um aço com elevado teor de manganês [3].

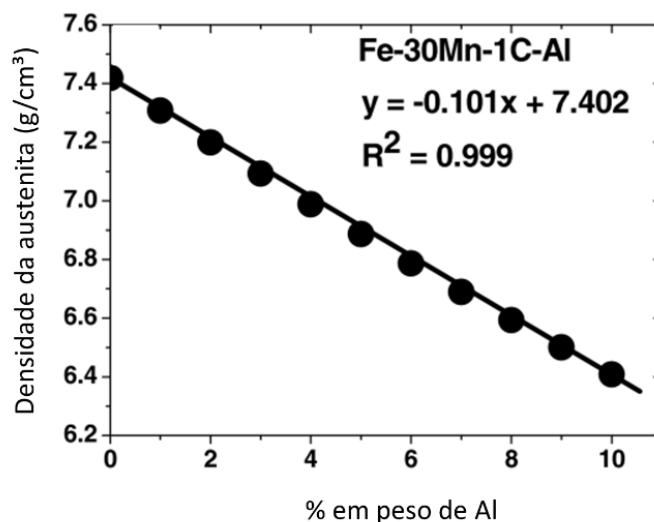
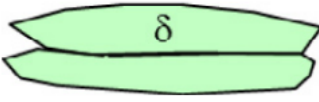
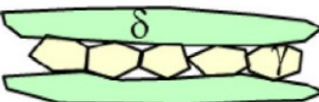
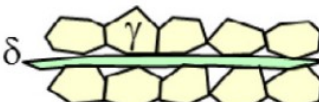



Figura 2.2 – Densidade da austenita em função do teor de alumínio na estrutura cristalina. Adaptado de [3].

Sabe-se que o alumínio aumenta a estabilidade da fase ferrita, enquanto adições de manganês e de carbono levam a uma estabilidade da austenita [16]. Portanto, variando-se o teor destes elementos, é possível obter uma microestrutura completamente ferrítica, completamente austenítica ou duplex, todas elas possibilitando a precipitação de carbonetos (a depender da composição química) [4]. A Tabela 2.1 descreve a faixa de composição em que são encontrados os aços de baixa densidade em função da microestrutura obtida após o processo de laminação a quente, havendo também informações sobre as faixas de propriedades mecânicas que podem vir a ser alcançadas para cada microestrutura [9].

Tabela 2.1 – Principais elementos de liga e suas respectivas quantidades em função da microestrutura obtida para aços de baixa densidade. Adaptado de [9].

	Microestrutura laminada a quente	Faixa de composição química típica	Propriedades mecânicas
Ferríticos		Al ~ 5 - 9% Mn < 5% C < 0,05%	UTS ~ 200-600 MPa TE ~ 10 - 40%
Duplex de matriz ferrítica		Al ~ 3 - 7% Mn ~ 2 - 12% C ~ 0,05-0,5%	UTS ~ 400-900 MPa TE ~ 10 - 40%
Duplex de matriz austenítica		Al ~ 5 - 10% Mn ~ 5 - 30% C ~ 0,4 - 0,7%	UTS ~ 800-1300 MPa TE ~ 10 - 40%
Austeníticos		Al ~ 5 - 12% Mn ~ 12-30% C ~ 0,6 - 2,0%	UTS ~ 800-1500 MPa TE ~ 30 - 80%

UTS: limite de resistência à tração / TE: alongamento total

É possível visualizar que os aços austeníticos são os que apresentam uma maior faixa de combinação de propriedades mecânicas após o processo de laminação. Isso se dá porque, além de possuírem endurecimento pela presença de elementos em solução sólida (C, Al, Mn), podem também apresentar mecanismos de indução de plasticidade (TRIP, TWIP, MBIP ou SIP), os quais levam a maiores valores de alongamento [9].

A rota de processamento convencional utilizada para a fabricação envolve lingotamento convencional, realização de tratamentos térmicos de homogeneização, processamento termomecânico (normalmente laminação a quente) para uma redução maior na espessura do lingote e, por fim, caso seja possível, realiza-se um tratamento térmico de solubilização e envelhecimento [17]. Devido ao elevado teor de elementos de liga, deve-se tomar um cuidado especial na etapa de homogeneização, bem como nas etapas posteriores a fim de se controlar a precipitação de carbonetos ou fases secundárias indesejáveis [9].



Uma das principais desvantagens destes aços é o fato de que, apesar de o alumínio reduzir a densidade, há também a redução do módulo de elasticidade do material final [4]. Uma estimativa geral que pode ser feita é a redução de 2 a 2,5% no módulo de Young pela adição de 1% m. de Al [9]. Isso faz com que a rigidez estrutural destes aços seja menor quando comparados com aços convencionais. A principal forma de se contornar este problema é a necessidade de alteração da geometria ou da concepção dos componentes em que estes materiais serão utilizados, de forma a minimizar este efeito.

## **2.2 Deformação plástica em metais cúbicos de face centrada (CFC)**

A deformação plástica de materiais metálicos pode se dar pela movimentação de linhas de discordâncias ou através do surgimento de maclas de deformação. Os metais que possuem estrutura cúbica de face centrada (CFC) possuem elevada simetria e doze potenciais sistemas de escorregamento de discordâncias (combinações de quatro planos compactos, sendo que cada um possui três direções compactas) [18]. Devido ao fato de ser uma estrutura compacta, existe uma menor resistência à movimentação das discordâncias em comparação a metais cúbicos de corpo centrado (CCC), por exemplo.

Os metais CFC possuem estrutura compacta, o que significa que podem ser descritos como empilhamentos de planos compactos. A composição deste empilhamento se dá pela ordem de posicionamentos *ABCABC...*. Uma falha de empilhamento consiste em um defeito cristalino bidimensional que surge quando há a adição ou retirada de um plano em uma região discreta de uma estrutura compacta [19]. Portanto, uma falha de empilhamento representa então uma quebra nesta sucessão de planos em uma determinada região do cristal. A Energia de Falha de Empilhamento (EFE) consiste na energia associada à criação de uma falha de empilhamento no cristal. Vale ressaltar que a presença de uma falha deste tipo em um cristal CFC leva à formação de uma pequena região do cristal com estrutura HCP (hexagonal compacta) [18].

A EFE traz consigo diversas informações a respeito de como um metal CFC irá se comportar, principalmente, no que tange ao modo de como se dará

o processo de deformação plástica, assim como nos mecanismos de recuperação e de recristalização [20]. Adicionalmente, a EFE é um dos principais parâmetros utilizados na determinação do mecanismo de indução de plasticidade que será observado em um material. Apesar de não ser o único, é um parâmetro essencial para a previsão do comportamento plástico do material.

Quanto maior a EFE, menor será a distância entre as discordâncias parciais de Shockley e, desta forma, mais facilmente poderá ocorrer o fenômeno de escorregamento transversal, ou seja, mudança de plano de escorregamento entre os planos compactos [18]. Isso se dá, pois, o fenômeno de escorregamento transversal somente ocorre quando as discordâncias parciais se recombina formando uma discordância perfeita. Nos metais com elevada EFE, após certo grau de deformação, as discordâncias se arranjam na forma de células devido à maior movimentação entre os planos compactos [18]. As células são regiões tridimensionais de forma que dentro destas estruturas a densidade de discordâncias é consideravelmente menor em comparação com as regiões que as delimitam [20]. Adicionalmente, devido à maior mobilidade das discordâncias entre os diferentes sistemas de escorregamento possíveis, estes metais tendem a recuperar mais facilmente em tratamentos térmicos de recozimento após trabalho a frio quando comparados com metais de baixa EFE, por exemplo.

Por outro lado, metais com baixa EFE tendem a encruar mais rapidamente e apresentam estruturas lineares de discordâncias [20]. A maior tendência de encruamento destes materiais se dá pela maior probabilidade de formação de barreiras de Lomer-Cottrell, em que a interação de duas discordâncias parciais de planos distintos gera uma discordância imóvel na estrutura do cristal [18].

A movimentação de discordâncias, interação entre elas e a mudança na sua distribuição e densidade, afetam diretamente a tensão necessária para continuar deformando o material. Este efeito é denominado encruamento e corresponde a um aumento da resistência do material com relação à deformação plástica aplicada. A taxa de encruamento é definida a partir da

derivada entre a tensão com relação à deformação em determinado ponto da curva tensão x deformação. Este parâmetro indica a capacidade que o material possui de encruar conforme há um aumento na deformação aplicada. A Figura 2.3 ilustra esquematicamente a diferença de comportamento da taxa de encruamento para dois metais CFC com diferentes EFE. A separação em dois estágios é observada para metais com elevada EFE. Neste caso, a taxa de encruamento decresce de forma rápida inicialmente (Estágio III) devido ao acúmulo de discordâncias e cada vez menor capacidade do material de armazenar discordâncias em sua estrutura. Este estágio se encerra em níveis muito baixos de taxa de encruamento, de forma que este valor praticamente permanece constante até que ocorra a fratura do material. Por outro lado, metais CFC com baixa EFE e que apresentam fenômeno TWIP apresentam um estágio intermediário (Estágio B) em que a redução na taxa de encruamento é interrompida quando há a formação das maclas de deformação. Isso se dá principalmente devido à interação entre as discordâncias e as maclas de deformação que se formaram na microestrutura. Este comportamento consiste em uma das principais explicações com relação ao comportamento mecânico dos aços de baixa densidade que apresentam efeito TWIP.

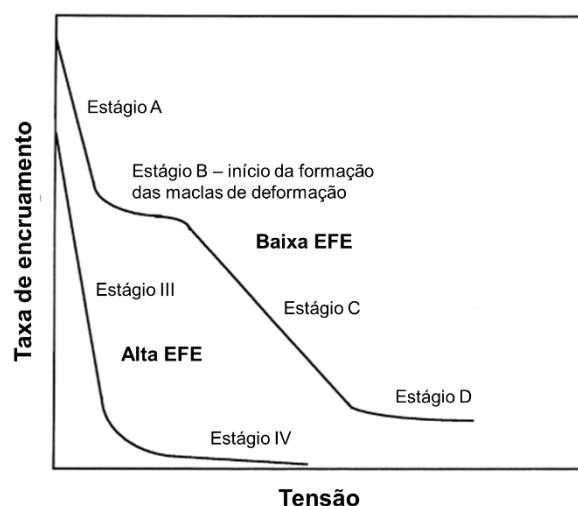


Figura 2.3 – Comportamento da taxa de encruamento para metais CFC dependendo do seu valor de EFE. Adaptado de [21].

Apesar de todo o exposto, existem diversos estudos realizados em metais CFC com a presença de mecanismos de indução de plasticidade que não apresentam uma curva de taxa de encruamento conforme apresentado anteriormente, sendo que a taxa de encruamento se mantém constante a um valor relativamente alto por toda a extensão do comportamento mecânico do material, sem a ocorrência de um platô (Estágio B) [18,22–24]. Existem, portanto, indícios de que, efetivamente, a presença de mecanismos de indução de plasticidade não necessariamente leva a uma curva conforme representado pela Figura 2.3.

### 2.3 EFE de aços de baixa densidade austeníticos

Existem três formas principais que são descritas na literatura a respeito de como se determinar a EFE de um metal [25]: 1) através de cálculos *ab initio*; 2) através de modelos que envolvem cálculos termodinâmicos; e, por fim, 3) experimentalmente através da determinação da distância média entre as discordâncias parciais de Shockley. Vale ressaltar que, obtendo-se a distância entre as discordâncias parciais, há equações que correlacionam a EFE com as constantes elásticas do cristal [26,27]. Modelos termodinâmicos constituem a forma mais amplamente reportada na literatura para a determinação da EFE, devido a sua relativa simplicidade e facilidade de execução. Essencialmente, este cálculo envolve a determinação da EFE através da variação de energia livre de Gibbs entre as fases CFC e HCP, juntamente com a energia interfacial criada pela falha de empilhamento. O modelo mais utilizado na literatura foi proposto por Olson e Cohen [28] e está descrito na Equação (2.1):

$$EFE \left( \frac{mJ}{m^2} \right) = 2 \rho (\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon} + E_{def}) + 2\sigma^{\gamma/\epsilon} \quad (2.1)$$

Sendo EFE a energia de falha de empilhamento (em mJ/m<sup>2</sup>);  $\rho$  é a densidade planar molar do plano (111);  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  é a variação de energia livre de Gibbs para a transformação de fase de CFC ( $\gamma$ ) para HCP ( $\epsilon$ ) (em mJ/mol);  $E_{def}$  é a energia associada à deformação elástica provocada pela diferença de volume específico entre as fases CFC e HCP (em mJ/mol);  $\sigma^{\gamma/\epsilon}$  é a energia de interface criada entre as fases HCP e CFC (em mJ/m<sup>2</sup>).

A variação de energia livre é determinada a partir de três componentes principais: (1) a variação de energia livre associada aos aspectos químicos de cada elemento, (2) variação de energia livre associada a contribuição magnética de cada fase devido à transição de paramagnético para antiferromagnético; (3) energia livre de excesso resultante principalmente do tamanho de grão [29].

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \Delta G_{quimico}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \Delta G_{mag}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \Delta G_{excesso} \quad (2.2)$$

Sendo que, para os aços de baixa densidade (Fe-Mn-Al-C), pode-se determinar cada um dos componentes descritos acima a partir das Equações 2.3 a 2.12.

$$\begin{aligned} \Delta G_{quimico}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = & X_{Fe} \Delta G_{Fe}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + X_{Mn} \Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + X_{Al} \Delta G_{Al}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + X_C \Delta G_C^{\gamma \rightarrow \varepsilon} \\ & + X_{Fe} X_{Mn} \Delta \Omega_{FeMn}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + X_{Fe} X_{Al} \Delta \Omega_{FeAl}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + X_{Fe} X_C \Delta \Omega_{FeC}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} \\ & + X_{Mn} X_C \Delta \Omega_{MnC}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} \end{aligned} \quad (2.3)$$

E que,

$$\Delta G_{mag}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = G_{mag}^{\varepsilon} - G_{mag}^{\gamma} \quad (2.4)$$

$$G_{mag}^{\varphi} = RT \ln \left( 1 + \frac{\beta^{\varphi}}{\mu B} \right) f(\tau) \quad \varphi = \gamma, \varepsilon \quad (2.5)$$

$$\tau = \frac{T}{T_N^{\varphi}} \quad (2.6)$$

$$T_N^{\gamma} = 250 \ln(X_{Mn}) - 4750 X_C X_{Mn} - 222 X_{Cu} - 2,6 X_{Cr} - 6,2 X_{Al} - 13 X_{Si} + 720 \quad (2.7)$$

$$T_N^{\varepsilon} = 580 X_{Mn} \quad (2.8)$$

$$\frac{\beta^{\gamma}}{\mu B} = 0,7 X_{Fe} + 0,62 X_{Mn} - 0,64 X_{Fe} X_{Mn} - 4 X_C \quad (2.9)$$

$$\frac{\beta^{\varepsilon}}{\mu B} = 0,62 X_{Fe} - 4 X_C \quad (2.10)$$

$$f(\tau) = 1 - \frac{\left\{ \frac{79\tau^{-1}}{140p} + \frac{474}{497} \left[ \frac{1}{p} - 1 \right] \left[ \frac{\tau^3}{6} + \frac{\tau^9}{135} + \frac{\tau^{15}}{600} \right] \right\}}{D} \text{ se } \tau \leq 1 \quad (2.11)$$

$$f(\tau) = - \frac{\left\{ \frac{\tau^{-5}}{10} + \frac{\tau^{-15}}{315} + \frac{\tau^{-25}}{1500} \right\}}{D} \text{ se } \tau > 1 \quad (2.12)$$

$X_i$  é a fração molar de cada um dos elementos  $i$  no sistema;  $\Delta G_i^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$  é a contribuição do elemento  $i$  na energia livre de Gibbs para a transformação da fase austenítica para a fase martensítica (HCP);  $\Delta \Omega_{ij}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$  corresponde ao parâmetro de interação entre os elementos  $i$  e  $j$  e a sua contribuição na energia livre de transformação;  $T$  é a temperatura a que se está determinando a variação de energia livre;  $T_N^\varphi$  é a temperatura de Néel da fase  $\varphi$  (neste caso, a austenita e a martensita- $\varepsilon$ ). Para as fases CFC e HCP, os parâmetros  $p = 0,28$  e  $D = 2,342456517$  [29].

Diversos estudos indicam a influência do tamanho de grão na EFE. Foi visualizado que para grãos inferiores a 30  $\mu\text{m}$ , este efeito é mais pronunciado, sendo que acima deste valor, pouco se varia a EFE [29]. O argumento mais válido que explica este efeito é que quanto menor o tamanho de grão, mais ele afetará no campo de tensões criado pela dissociação das discordâncias parciais de Shockley. A variação de energia livre de excesso está descrita pela Equação 2.13, em que  $d$  é o tamanho de grão em  $\mu\text{m}$  e a energia livre é dada em J/mol.

$$\Delta G_{\text{excesso}} = 170,06 \cdot \exp\left(\frac{-d}{18,55}\right) \quad (2.13)$$

As equações descritas até então não possuem grandes divergências entre os autores. As principais variações nos modelos descritos na literatura recaem principalmente sobre a determinação do  $\Delta G_{\text{químico}}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ , mais especificamente na determinação da contribuição de cada elemento na energia livre e no parâmetro de interação entre eles. A Tabela 2.2 indica as considerações de diversos autores com relação a esses parâmetros.

Tabela 2.2 – Principais modelos disponíveis na literatura para a determinação do componente químico referente à variação da energia livre de Gibbs entre as fases CFC ( $\gamma$ ) e HCP ( $\epsilon$ ).

Saeed-Akbari et al [29]	Zambrano [30]	Lee et al [31]	Yoo et al [6]
$\Delta G_{Fe}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = -1828,4 + 4,686T	$\Delta G_{Fe}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = -1828,4 + 4,686T	$\Delta G_{Fe}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = -2243,38 + 4,309T	$\Delta G_{Fe}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = -2243,38 + 4,309T
$\Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = 3970 - 1,7 T	$\Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = 3970 - 1,6667 T	$\Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = -1000 + 1,123 T	$\Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = -1000 + 1,123 T
$\Delta G_{Al}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = 5481,04 - 1,799 T	$\Delta G_{Al}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = 5481,04 - 1,79912 T	Não há	$\Delta G_{Al}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = 2800 + 5T
$\Delta G_C^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = -24595,12	$\Delta G_C^{\gamma \rightarrow \epsilon} = -22166$	$\Delta G_C^{\gamma \rightarrow \epsilon} = -22166$	$\Delta G_C^{\gamma \rightarrow \epsilon} = -22166$
$\Delta \Omega_{FeMn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = -9135,5 + 15282,1 $X_{Mn}$	$\Delta \Omega_{FeMn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = -9135,5 + 15282,1 $X_{Mn}$	$\Delta \Omega_{FeMn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = (7692,59 - 1,029T) + (-14012,46 + 13,884T) ( $X_{Fe}$ - $X_{Mn}$ )	$\Delta \Omega_{FeMn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = 2180 + 532 ( $X_{Fe}$ - $X_{Mn}$ )
$\Delta \Omega_{FeAl}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 3323$	$\Delta \Omega_{FeAl}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 3326,28$	Não há	$\Delta \Omega_{FeAl}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 3339$
$\Delta \Omega_{FeC}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 42500$	$\Delta \Omega_{FeC}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 42500$	$\Delta \Omega_{FeC}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 42500$	$\Delta \Omega_{FeC}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 42500$
$\Delta \Omega_{MnC}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 26910$	Não há	$\Delta \Omega_{MnC}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ = 51985 - 9,367T	$\Delta \Omega_{MnC}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 26910$

Como pode ser observado, ainda não existe um consenso na literatura a respeito de quais equações devem ser utilizadas para a determinação da EFE. Adicionalmente, ainda há uma discussão a respeito do real valor que deve ser considerado como energia interfacial entre as fases CFC e HCP ( $\sigma^{\gamma/\epsilon}$ ), sendo 10 mJ/m<sup>2</sup> o valor mais utilizado [29].

Apesar de todo o exposto, a determinação experimental da EFE através da observação da distância de separação entre as discordâncias parciais de Shockley continua sendo a forma mais confiável de se obter este parâmetro. Alguns autores sugerem também a determinação experimental da EFE através de uma análise criteriosa do difratograma de raios-X e aplicação do modelo de

Schramm e Reed, que correlaciona principalmente a largura do pico à meia altura (*full width at half maximum*, FWHM) com a EFE do material [32].

## 2.4 Mecanismos de indução de plasticidade

Os aços de baixa densidade mais estudados são os que apresentam microestrutura austenítica ou duplex (com ou sem a possibilidade de precipitação de carbonetos endurecedores) devido à possibilidade de ocorrência dos fenômenos de indução de plasticidade como TRIP, TWIP, MBIP ou SIP. Estes fenômenos ocorrem durante a deformação plástica e levam a um aumento na capacidade do material encruar, fazendo com que haja um aumento no alongamento total que o material suporta até a sua fratura [9].

Estes mecanismos de indução de plasticidade são comuns em aços com teores médios ou altos de Mn. Estes mecanismos são altamente dependentes da EFE, assim como de outros parâmetros importantes como o tamanho e orientação dos grãos [7].

Apesar de não ser um consenso na literatura, a Figura 2.4 indica como diferentes arranjos de falhas de empilhamento resultam em diferentes fenômenos de plasticidade, isto é, TRIP (*Transformed Induced Plasticity*) ou TWIP (*Twinning Induced Plasticity*). Existem diversos modelos descritos na literatura a respeito de como se dá o processo de nucleação e crescimento de ambos os fenômenos [25,33]. No caso do fenômeno TWIP, existem no mínimo seis modelos distintos que explicam como se dá o mecanismo de formação das maclas a partir do deslizamento de discordâncias [25]. Porém, todos possuem aspectos em comum que serão abordados com mais detalhes posteriormente.



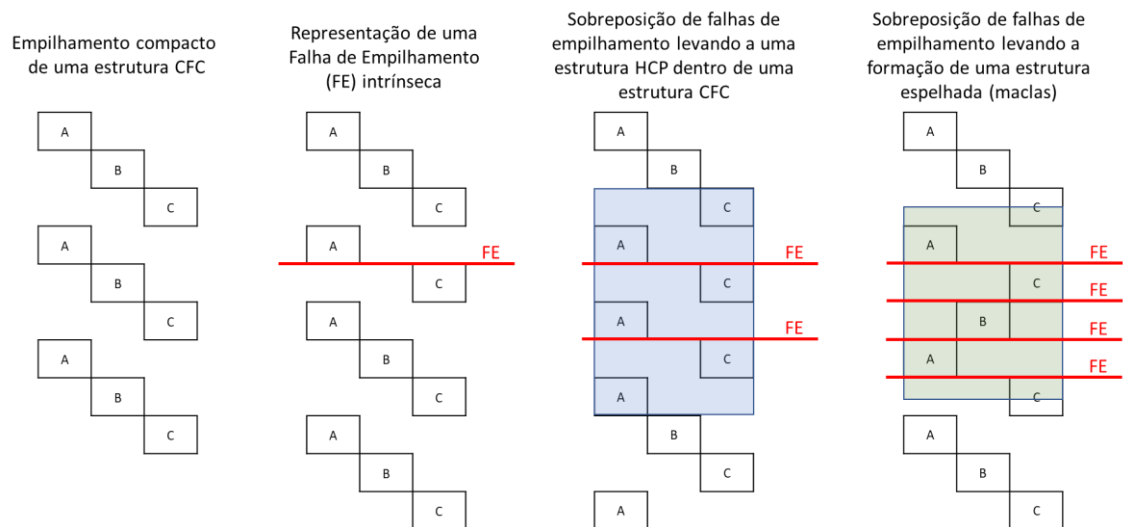


Figura 2.4 – Representação de como a sobreposição de falhas de empilhamento intrínsecas (representadas pelas linhas vermelhas) podem vir a formar, ou uma estrutura HCP (para o fenômeno TRIP), ou maclas (para o fenômeno TWIP).

O principal efeito que os mecanismos de indução de plasticidade geram no material é um incremento na sua capacidade de encruar. Isso faz com que ocorra um adiamento no fenômeno de instabilidade plástica ou estricção localizada, fazendo com que o material consiga suportar elevados níveis de deformação [34]. A Figura 2.5 indica a curva de tração de um material que apresenta o fenômeno MBIP (*microband induced plasticity*) [4].

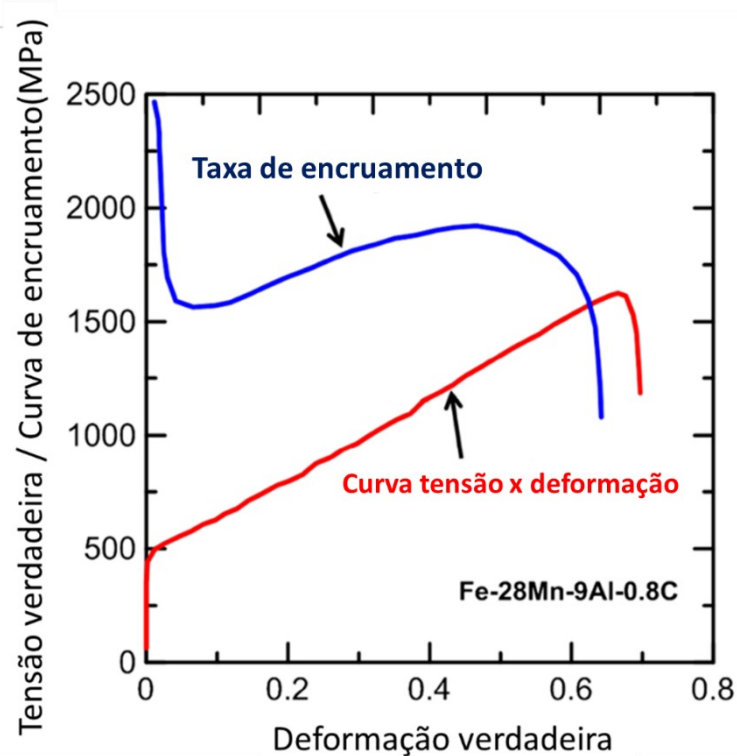


Figura 2.5 – Curva de tensão verdadeira *versus* deformação verdadeira, evidenciando a elevada capacidade de encruamento de um material que possui um mecanismo de indução de plasticidade ativo. Adaptado de [4].

Apesar de não ser o único fator determinante, é comum a classificação dos diversos mecanismos de indução de plasticidade de acordo com o nível da EFE. A Tabela 2.3 indica os possíveis efeitos que podem vir a ser observados nos aços de baixa densidade de acordo com o valor de energia de falha de empilhamento [3,9]. Vale destacar que esta classificação não é única e não há um consenso na literatura com relação aos limites de observação de cada um dos mecanismos descritos [25].

Tabela 2.3 – Mecanismos de indução de plasticidade em função da energia de falha de empilhamento. Adaptado de [3] e [9].

<b>Energia de Falha de Empilhamento (em mJ/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Mecanismo primário de indução de plasticidade</b>
EFE < ≈ 20	Transformação de fase austenita -> martensita – TRIP
20 < EFE < 40	Formação de maclas de deformação – TWIP
EFE > ≈ 30	Deslizamento planar de discordâncias
EFE ≈ 110	Formação de bancas de cisalhamento homogêneas devido à distribuição de carbonetos κ – SIP
EFE ≈ 120	Formação da rede de Taylor (estrutura de discordâncias em um plano de deslizamento) - MBIP

A seguir serão discutidos os principais mecanismos de indução de plasticidade presentes na literatura para aços austeníticos cujo principal elemento de liga é o Mn.

#### **2.4.1 Efeito TRIP (plasticidade induzida por transformação de fase)**

O efeito TRIP consiste no surgimento da fase martensita- $\epsilon$  (HCP) durante o processo de deformação de um aço austenítico (CFC). Este fenômeno ocorre somente para materiais com baixos valores de EFE, conforme descrito pela Tabela 2.3. Este fenômeno já foi observado para diversos metais com estrutura CFC como, por exemplo, aços inoxidáveis austeníticos [35] e, mais recentemente, em ligas de alta entropia [36]. Não é um mecanismo novo na literatura, apesar de ainda não existir um consenso com relação à sua forma de nucleação ao longo do processo de deformação [33,37].

A Figura 2.6 ilustra a evolução microestrutural de um aço com alto teor de manganês que apresenta efeito TRIP para diferentes níveis de deformação.

O surgimento da martensita- $\varepsilon$  ocorre em determinados grãos e direções preferenciais ao longo do processo de deformação [10].

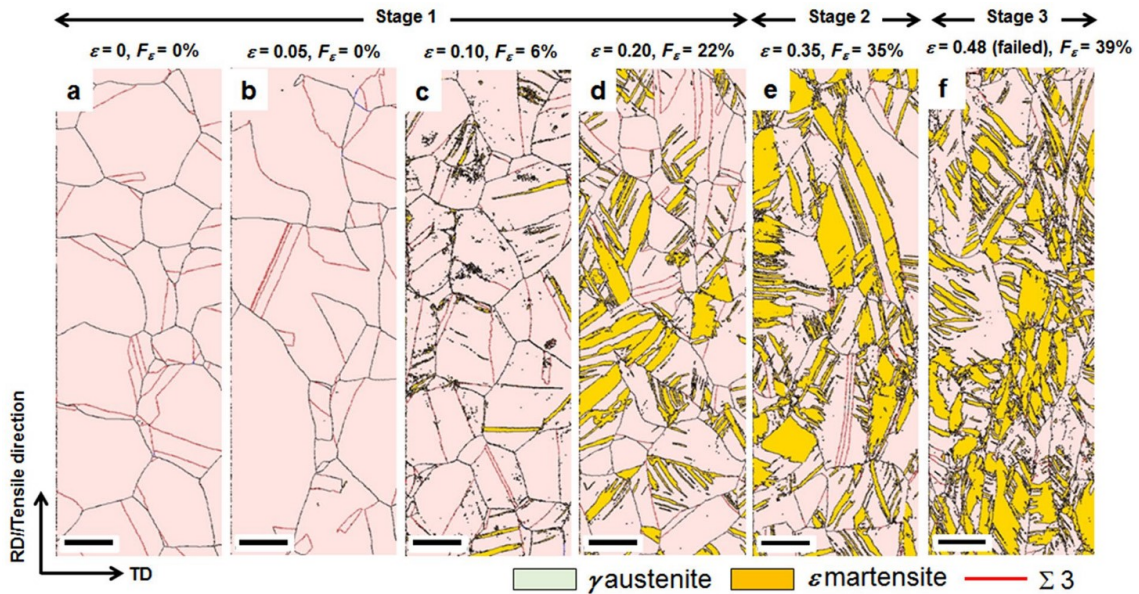


Figura 2.6 – Imagens de EBSD representando a ocorrência do fenômeno TRIP em um aço austenítico Fe-31%Mn. Cada imagem indica um nível de deformação do material [10].

Apesar de não ser amplamente utilizada, a Equação 2.14 ilustra a tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TRIP ( $\tau_\varepsilon$ ) [28,38]. Pode-se observar que este modelo leva em consideração a estabilidade da austenita, calculada através da variação de energia livre de Gibbs em dois momentos: na temperatura de início da transformação martensítica ( $M_s$ ) e na temperatura da deformação ( $T$ ).

$$\Delta G_{M_s}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \Delta G_T^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \tau_\varepsilon s V_m \quad (2.14)$$

O termo  $s$  corresponde à deformação cisalhante para a transformação martensítica e o termo  $V_m$  corresponde ao volume molar da austenita. O segundo termo à direita da igualdade corresponde à força motriz mecânica para a ocorrência da transformação martensítica quando a temperatura de ensaio está abaixo da temperatura de início da transformação martensítica. Quando há a transformação de fase da austenita para a martensita, a energia

elástica associada a esta transformação depende primariamente da variação dos volumes molares destas fases, por esta razão há uma correspondente associada ao volume molar da austenita. A partir deste modelo, é possível verificar que à esquerda está o termo da variação de energia livre de Gibbs para a ocorrência da transformação de fase via tratamento térmico e os termos à direita correspondem à soma do efeito da temperatura de ensaio (e, conseqüentemente, o quão longe está da temperatura de início da transformação martensítica) juntamente com a contribuição energética da tensão aplicada no material para a ocorrência da transformação de fase [38].

A presença do alumínio e do carbono em aços de baixa densidade faz com que o fenômeno TRIP não seja comum em aços de baixa densidade devido ao aumento significativo que cada um destes elementos gera na EFE [39]. Porém, este mecanismo é especialmente importante e deve ser levado em consideração para aplicações criogênicas, visto que o decréscimo na temperatura também leva a uma redução na EFE do material em questão, fazendo com que seja possível o surgimento deste efeito nos aços de baixa densidade quando solicitados em temperaturas abaixo de 0°C [40].

#### **2.4.2 Efeito TWIP (plasticidade induzida pela formação de maclas)**

A formação de maclas é descrita como um mecanismo alternativo ao deslizamento de discordâncias durante a deformação plástica de um metal. As maclas podem também ocorrer em metais cúbicos de corpo centrado (CCC) ou hexagonais compactos (HC), em que o deslizamento de discordâncias é mais dificultado ou pela não existência de sistemas compactos ou pela existência de poucos sistemas de escorregamento, respectivamente [20].

As maclas surgem em metais CFC que apresentam um baixo valor de EFE (porém, não tão baixo que leve à ocorrência do fenômeno TRIP). Uma das principais conseqüências do surgimento das maclas é a elevada capacidade de encruamento que o material apresenta devido ao chamado efeito dinâmico de Hall-Petch, em que o surgimento de maclas atua de forma semelhante à redução no tamanho de grão ao longo do processo de deformação [17]. Outro fator importante é o surgimento de novas orientações no material devido à

formação das maclas, potencializando assim novos sistemas de escorregamento.

A Figura 2.7 indica o comportamento de uma liga CFC com baixa EFE (Cu-15%Al) sob um ensaio de tração [41]. Estão evidenciados tanto a microestrutura do material ao longo do processo de deformação, como também o comportamento da curva de encruamento, em que é possível visualizar que a partir de um grau de deformação, a taxa de encruamento se eleva para somente depois reduzir novamente (região B). Desde o início do processo de deformação, é possível verificar que os principais mecanismos de deformação plástica envolvem a formação inicial de falhas de empilhamento, assim como movimentação de discordâncias em certos planos preferenciais.

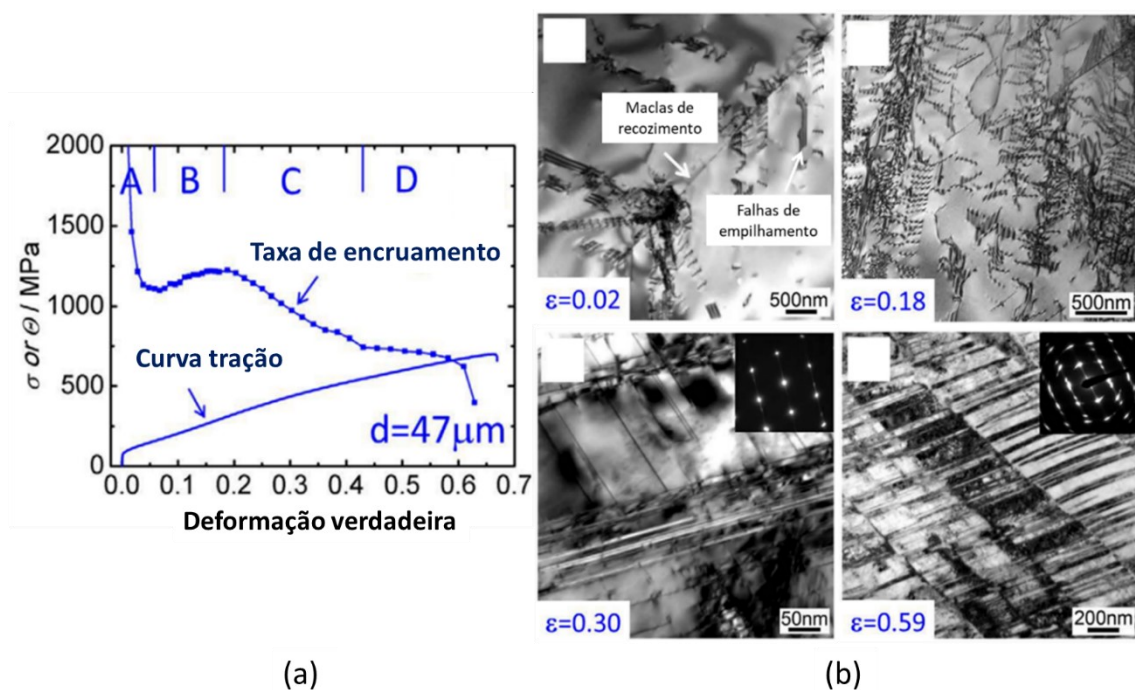


Figura 2.7 – a) Comportamento plástico de uma liga Cu-15%Al. b) Destaque para a estrutura de discordâncias sob diferentes níveis de deformação. Adaptado de [41].

Apesar do conhecimento adquirido até então a respeito do processo de formação de maclas de deformação nos metais CFC, ainda não há um consenso na literatura a respeito de como se dá o processo de nucleação e

crescimento [25]. Porém, existe um consenso de que para o surgimento destas estruturas é necessário que ocorra um deslizamento de discordâncias previamente à formação das maclas. Além disso, todos os modelos necessitam que se atinja um certo nível de densidade de discordâncias para que ocorra a nucleação e o crescimento de maclas de deformação. No geral, a formação das maclas se dá a partir da reação de discordâncias parciais de forma a suprimir o movimento de uma das parciais correspondentes. As discordâncias parciais envolvidas no processo de engrossamento das maclas devem possuir o mesmo vetor de Burgers e se mover em planos  $\{111\}$  consecutivos (conforme representado pela Figura 2.4). Com o aumento na taxa de deformação ou redução na temperatura, este efeito pode vir a ser potencializado de forma a ocorrer com maior frequência em comparação com ensaios a baixas taxas de deformação ou elevadas temperaturas. Este fato leva a crer que com a redução na mobilidade das discordâncias, de forma geral, há um aumento na probabilidade de surgimento do efeito TWIP [42].

Conforme apresentado, existem diversos modelos que explicam o mecanismo de nucleação das maclas em estruturas CFC; isso faz com que existam também diversos modelos para a determinação da tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TWIP ( $\tau_{mac\la}$ ) [25]. As equações presentes na literatura estão mais bem descritas no capítulo Materiais e Métodos, porém, vale antecipar o fato de que há uma discrepância relativamente grande entre os modelos presentes na literatura. A Figura 2.8 ilustra um comparativo entre os modelos disponíveis na literatura, juntamente com as premissas utilizadas como núcleo de uma macla de deformação em um material CFC. Apesar de não ser consenso na literatura, muitos autores indicam que a tensão crítica para o surgimento do efeito TWIP está próxima da tensão de escoamento do material [25].

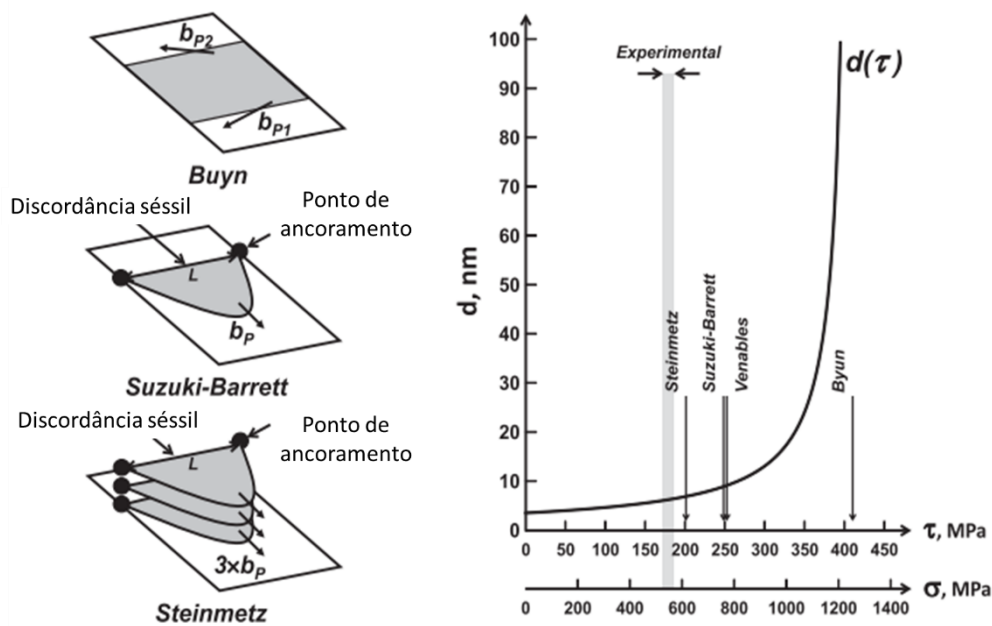


Figura 2.8 – Esquematisação dos modelos de nucleação das maclas por Byun [43], Suzuki-Barrett [44] e Steinmetz [45], juntamente com um gráfico comparativo entre os modelos e o valor experimental para o sistema Fe-18%Mn-0.6%C-1.5%Al.

Por fim, vale destacar que os aços TWIP, devido a sua relativamente baixa tensão de escoamento associada a uma elevada ductilidade, levam a uma fratura que se dá no geral de forma dúctil. A superfície de fratura normalmente não mostra nenhum indicativo da ocorrência da presença de maclas e apenas estruturas de *dimples* (microvazios) são observadas para estes materiais [25].

### 2.4.3 Efeito MBIP (plasticidade induzida pela formação de microbandas)

A partir de um certo valor de energia de falha de empilhamento, o surgimento de maclas de deformação não ocorre mais. Espera-se então que a deformação plástica seja governada e ocorra por intermédio do surgimento do fenômeno de escorregamento transversal, em que devido ao alto valor de energia de falha de empilhamento as discordâncias parciais se unam e possam mudar de sistema de escorregamento [18]. Apesar disso, Yoo não observou



este fenômeno para um aço de baixa densidade com elevada EFE: Fe–28%Mn–9%Al–0,8%C (EFE  $\approx$  85 mJ/m<sup>2</sup>) [6].

A Figura 2.9 ilustra uma curva de tração, em que é possível verificar que foi atingido um valor de alongamento total de 100%. A partir do estudo da microestrutura, foi observado que não houve a formação de células (conforme é comum em metais CFC com elevada EFE). A deformação plástica ocorreu, principalmente, pela movimentação de discordâncias perfeitas ou discordâncias parciais relativamente estreitas (devido à elevada EFE) em planos discretos [6].

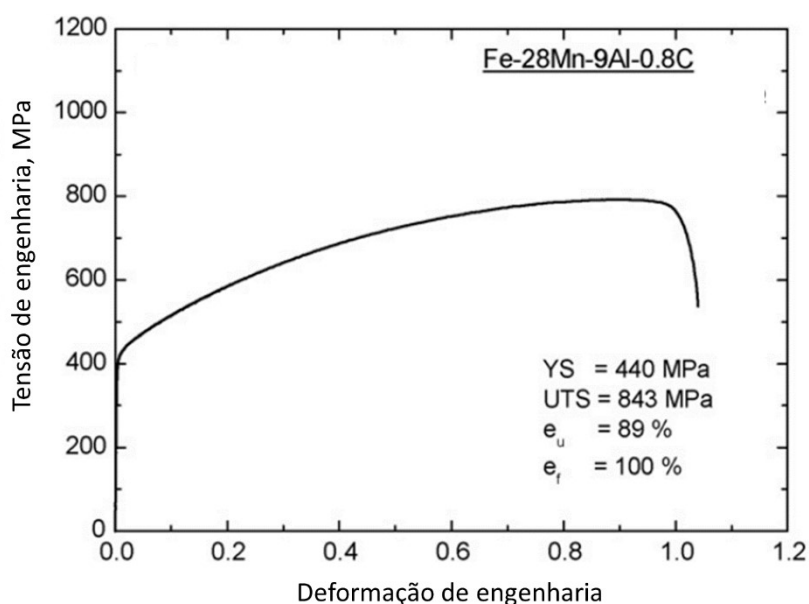


Figura 2.9 – Comportamento plástico de uma liga de baixa densidade que apresenta o efeito MBIP [6].

A ocorrência de um deslizamento planar é esperada apenas em metais com baixa EFE, de forma que devido à elevada distância das discordâncias parciais, a movimentação na rede cristalina é relativamente limitada (ou seja, o fenômeno de escorregamento transversal é dificultado). A Figura 2.10a indica a ocorrência de sobreposição de discordâncias em um único plano de escorregamento (típico de metais que apresentam deslizamento planar, ou seja, metais com baixo valor de EFE). A Figura 2.10b indica a formação de uma estrutura semelhante à rede de Taylor (estrutura de discordâncias de menor nível energético). A Figura 2.10c ilustra a formação de microbandas de

deformação com contornos bem definidos (região A) e regiões com elevada densidade de discordâncias (região B). Finalmente, a Figura 2.10d ilustra o estágio final da deformação em que ocorre a intersecção das microbandas formadas. Devido ao alongamento total ter atingido um valor relativamente alto para estes aços, este efeito foi denominado como MBIP (*Microband Induced Plasticity*) [6].

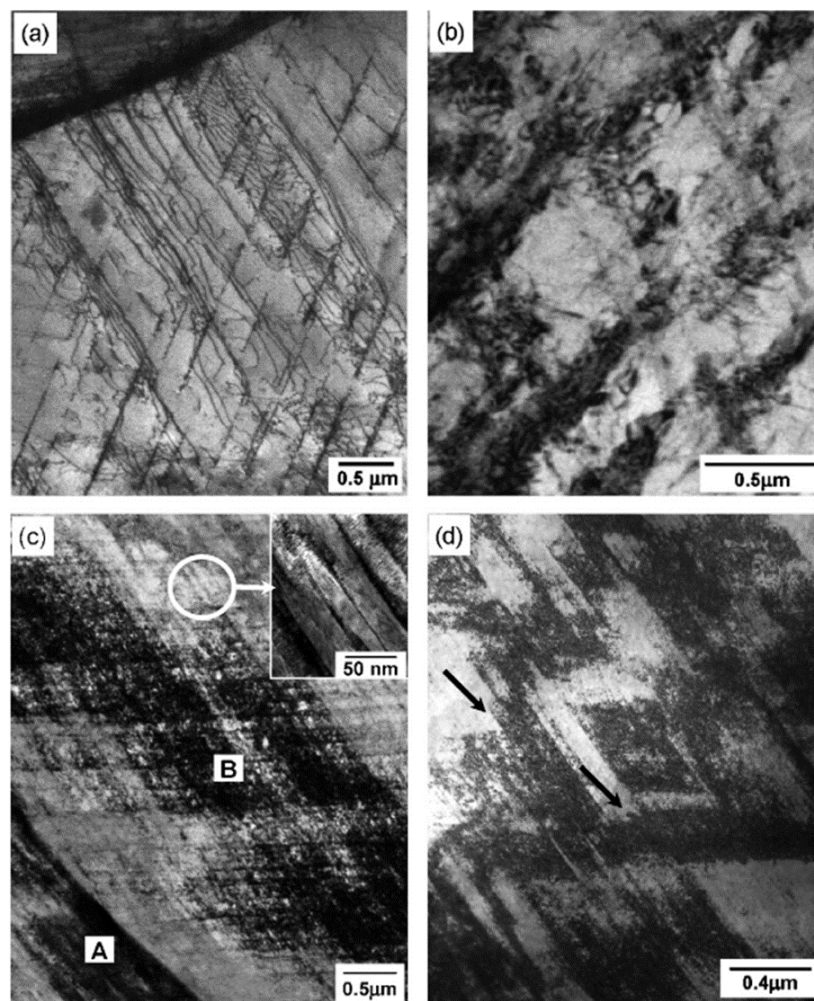


Figura 2.10 – Microestrutura em diferentes níveis de deformação para o aço Fe-28%Mn-9%Al-0,8%C [6].

A principal teoria que explica este fenômeno é a ocorrência de um “amacramento planar” (*glide plane softening*) causado pelo surgimento de ordem de curto alcance (*short range ordering*, SRO). De forma que, para a movimentação inicial das discordâncias há uma barreira energética relacionada

à presença da ordem de curto alcance, sendo que ocorre então um acúmulo de discordâncias que fazem com que esta barreira seja ultrapassada, destruindo assim o ordenamento presente [6]. Como esta ordem não é restaurada, este plano de deslizamento se torna de mais fácil movimentação devido à ordem de curto alcance que foi quebrada. Apesar da apresentação desta teoria, ainda são necessários mais estudos para que seja comprovada.

#### **2.4.4 Efeito SIP (plasticidade induzida por formação de bandas de cisalhamento)**

O surgimento do efeito SIP (*shear band induced plasticity*) está intimamente ligado à presença de carbonetos- $\kappa$ , os quais devem estar fina e homogeneamente dispersos na matriz austenítica para a ocorrência deste fenômeno [9]. Este efeito é descrito para aços que apresentam microestrutura duplex (ou seja, ferrita e austenita), sendo que também estão associados à elevados valores de EFE da austenita (CFC) [8].

O efeito SIP se manifesta pela ocorrência de uma deformação homogênea de cisalhamento na austenita quando há a presença de carbonetos- $\kappa$  coerentemente precipitados na matriz. A Figura 2.11 ilustra como este fenômeno se apresenta na microestrutura de um aço duplex Fe-28%Mn-12%Al-1%C [8].

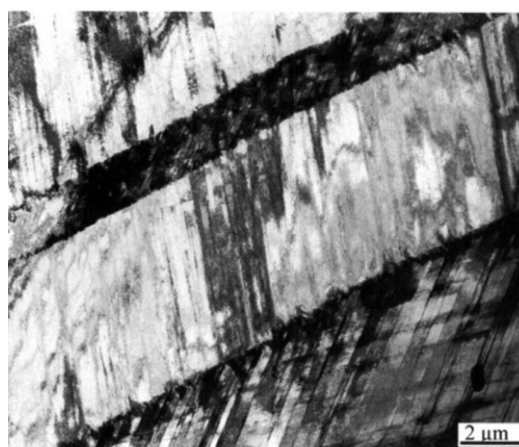


Figura 2.11 – Surgimento de bandas de cisalhamento homogêneas na austenita devido à presença de carbonetos-κ coerente e finamente dispersos na matriz [8].

## **2.5 Aspectos complementares com relação ao comportamento mecânico dos aços de baixa densidade**

De modo geral, devido aos aços de baixa densidade apresentarem um teor de alumínio elevado, gerando assim um aumento na EFE, o fenômeno TRIP é pouco observado nestas ligas. Adicionalmente, é comum metais CFC com elevada energia de falha de empilhamento possuírem uma tendência em apresentar escorregamento transversal devido à menor separação entre as discordâncias parciais. Porém, conforme foi visto, os aços de baixa densidade com elevado teor de alumínio em sua estrutura possuem uma tendência em apresentar deslizamento planar mesmo com elevados valores de EFE. A explicação para a ocorrência deste fenômeno ainda não é consenso na literatura, sendo que a existência de nano-precipitados de carbonetos-κ, bem como surgimento de ordenação de curto alcance, podem levar a um “amaciamento planar” [6]. Choi demonstrou que um deslizamento planar contendo precipitados κ ocorre devido às discordâncias cisalharem os precipitados durante o seu movimento [46].

Vale ressaltar também que estudos recentes indicam que outros fatores além dos mecanismos de indução de plasticidade (principalmente os efeitos mais estudados, como o TRIP ou TWIP) são os reais responsáveis pelo comportamento mecânico dos aços com elevado teor de Mn [12]. Há indícios de que a causa real que explica o grande alongamento apresentado por esta classe de materiais é a sua elevada capacidade em acumular discordâncias em sua estrutura. A previsão realizada por Luo [12] para a densidade de discordâncias nestes materiais pode chegar a valores de  $4 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$ . De forma comparativa, Shintani [47] previu uma densidade de discordâncias em um aço inoxidável 304 encruado como sendo  $5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ , ou seja, duas ordens de grandeza menores quando comparado com as previsões para estes aços. Apesar disso, ainda há uma discussão na literatura a respeito da real influência

dos mecanismos de indução de plasticidade nas propriedades mecânicas de aços com alto teor de manganês [25].

A principal forma de obtenção da densidade de discordâncias é a partir de uma análise criteriosa de difratogramas de raios-X, mais precisamente com relação ao parâmetro  $\Gamma$ , também chamado de largura do pico à meia altura (FWHM). Este parâmetro é influenciado por diversos fatores como o aparato experimental, o tamanho do cristalito e a densidade de defeitos na matriz. Os principais responsáveis pela geração de deformação na estrutura cristalina são: discordâncias, falhas de empilhamento, maclas, microtensões, tensões internas, contorno de grão e subgrão, deformações relacionadas à presença de coerência, heterogeneidades químicas, defeitos pontuais ou precipitados e inclusões [48]. Conforme é possível verificar, as discordâncias estão direta ou indiretamente relacionadas a maioria dos fatores descritos acima e, por esta razão, possuem um papel importante no FWHM de um pico de difração.

Os estudos que envolvem a análise de um padrão de difração para a verificação da densidade de discordâncias têm sido desenvolvidos, porém, sabe-se que o sucesso do método depende fortemente de uma boa separação entre os efeitos do tamanho de cristalito, juntamente com os efeitos de deformação na rede cristalina [49]. Equações modificadas de Williamson-Hall e de Warren-Averbach foram sugeridas, porém, existe ainda uma dificuldade no ajuste dos parâmetros bem como dificuldade na implementação dos modelos [50]. Apesar disso, na literatura existem diversos autores que fazem uma análise qualitativa dos resultados, observando apenas o comportamento do FWHM em função da tensão ou deformação aplicada [51–53].

## **2.6 Efeito do Al**

O alumínio possui papel fundamental nos aços de baixa densidade pois é um dos elementos que mais interferem na densidade final do material obtido. Porém, a sua adição leva também a um aumento na EFE, fazendo assim com que tanto o comportamento plástico, quanto os mecanismos de indução de plasticidade sejam distintos dependendo do teor deste elemento. Como destacado anteriormente, o aumento na EFE tende a fazer com que o aço não

apresente mais o fenômeno TRIP, mas sim TWIP ou MBIP (lembrando que não somente a EFE determina o mecanismo de plasticidade, sendo necessário sempre recorrer a outros parâmetros importantes como tamanho de grão, textura e se há ordem de curto alcance) [54]. Em [55], verificou-se uma redução drástica na probabilidade do surgimento de maclas de deformação com a adição de alumínio em um aço com alto teor de Mn.

Algumas composições específicas de aços de baixa densidade podem apresentar o fenômeno de *Portevin-Le Chatelier* (caracterizado pela presença de um serrilhado na zona plástica) [56]. A adição de alumínio tende a reduzir este efeito e, quando em altos teores, não ocorre mais. A Figura 2.12 ilustra o comportamento mecânico de três aços Fe-18%*m*.Mn-xAl-0,6%*m*.C (com x = 0, 1 e 2%*m*.), em que pequenas adições de alumínio são suficientes para suprimir a ocorrência deste fenômeno [39].

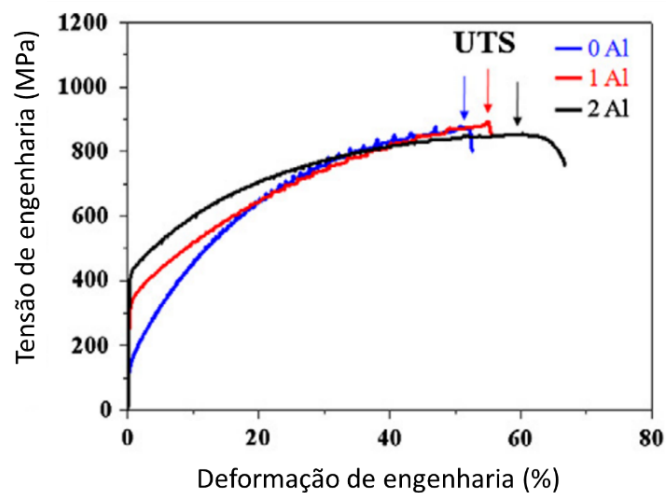


Figura 2.12 – Curva tensão x deformação para um aço Fe-18%Mn-xAl-0,6%C com destaque para o efeito de *Portevin-Le Chatelier*. Adaptado de [39].

Adicionalmente à redução do efeito de *Portevin-Le Chatelier*, é possível verificar na Figura 2.13 que o alumínio também tende a reduzir a taxa de encruamento do material devido ao aumento na EFE e, conseqüentemente, redução da formação de maclas de deformação. Adicionalmente, o efeito de

*Portevin-Le Chatelier* é descrito na literatura como importante no incremento da capacidade do material de encruar [39]. Este mesmo efeito foi observado em [27].

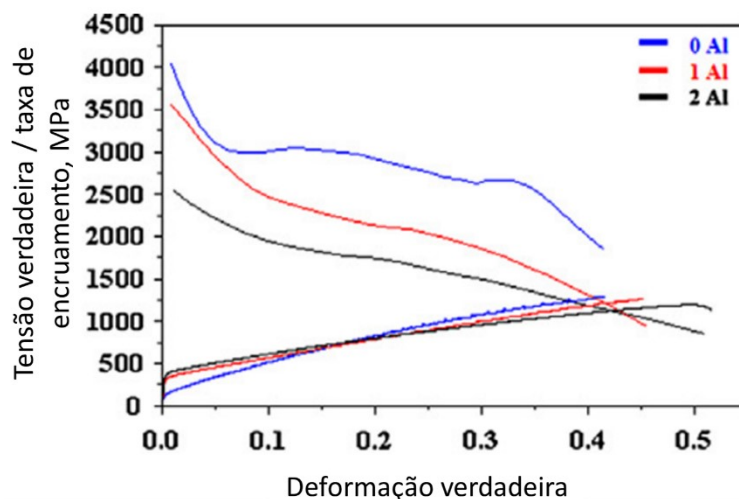


Figura 2.13 – Curvas de tensão e deformação verdadeiras, juntamente com a taxa de encruamento para aços Fe-18%*m*.Mn-*x*Al-0,6%*m*.C com diferentes teores de alumínio [39].

Outro fator importante descrito na literatura, é que adições de alumínio nos aços tendem a aumentar a probabilidade do surgimento de regiões de ordenamento de curto alcance, assim como, quando na presença de carbono, tendem a formar carbonetos [57]. A existência tanto da presença de ordem de curto alcance, quanto de carbonetos está diretamente relacionada aos mecanismos de indução de plasticidade propostos recentemente como o MBIP e o SIP [9]. Conforme descrito anteriormente, ambos os fenômenos ocorrem para aços com elevados valores de EFE [4].

Por fim, adições de alumínio levam a uma redução no módulo de elasticidade do material, sendo um dos principais problemas causados pela presença deste elemento. A Figura 2.14 indica como o módulo de elasticidade da austenita se altera com a adição de alumínio [4].

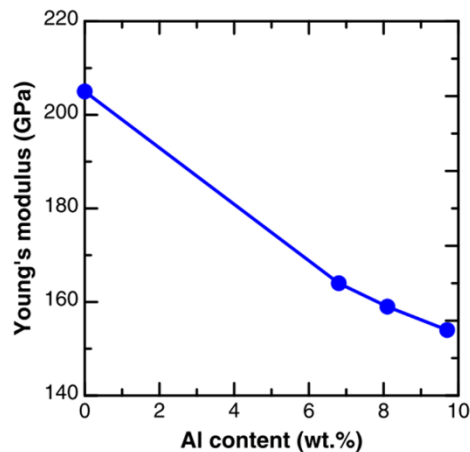


Figura 2.14 – Influência da adição de alumínio no módulo de elasticidade de um aço de baixa densidade [4].

## 2.7 Efeito do C

O carbono é um dos principais elementos de liga nos aços e possui um papel fundamental no comportamento dos aços de baixa densidade. Adições deste elemento tendem a aumentar a EFE do material, assim como adições de alumínio [30]. Porém, ao contrário do alumínio, o carbono é um elemento estabilizador da austenita. Devido a relativa baixa solubilidade deste elemento na matriz, adições deste elemento podem levar à formação de carbonetos (sendo que os mais descritos na literatura são os carbonetos  $M_7C_3$  e os carbonetos  $\kappa$ , com composição  $(Fe,Mn)_3AlC$ ) [9].

A presença do carbono como soluto intersticial na austenita leva a um aumento considerável na tensão de escoamento do material, assim como a distorção causada pela presença deste elemento faz com que a densidade do aço também se reduza quando em solução sólida [58].

Já com relação aos mecanismos de indução de plasticidade, trabalhos recentes indicam que a composição química, mais precisamente o carbono, também é um fator que deve ser levado em consideração. A razão para isso é a sua influência na estabilidade da fase austenítica com relação à fase HCP. Conforme foi apresentado, a tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TRIP depende da energia livre de Gibbs relacionada à transformação de fase da austenita para a martensita- $\epsilon$  (Equação 2.14).



Portanto, a composição química é essencial para a determinação deste parâmetro e não somente na determinação da EFE. Em [10], buscou-se manter constantes: a EFE, o tamanho de grão e a textura do material, para três aços distintos: 0C = Fe-31%*m.Mn*; 3C = Fe-29%*m.Mn*-0,3%*m.C* e 6C = Fe-25%*m.Mn*-0,6%*m.C*. A Figura 2.15 ilustra o comportamento mecânico geral destes três sistemas. Pode-se verificar que o aumento no teor de carbono levou a um aumento tanto na tensão de escoamento do material, assim como no alongamento total observado. O aço 0C (Fe-31%*m.Mn*) apresentou o fenômeno TRIP, enquanto os aços 3C (Fe-29%*m.Mn*-0,3%*m.C*) e 6C (Fe-25%*m.Mn*-0,6%*m.C*) apresentaram o fenômeno TWIP. Este resultado vai de encontro ao que é usualmente observado na metalurgia, em que quando se aumenta a resistência, há um comprometimento da ductilidade do material [10].

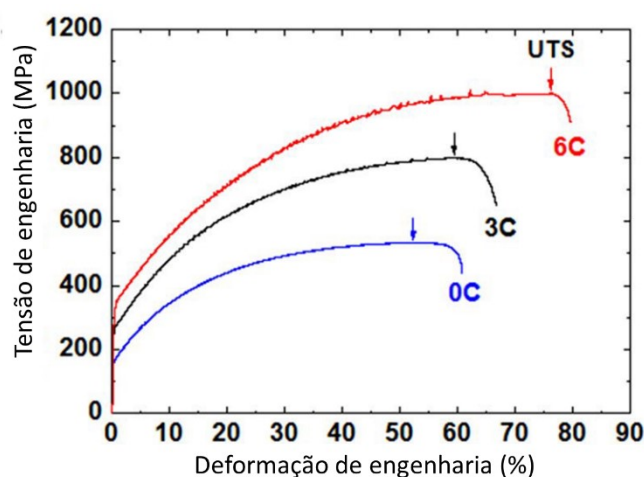


Figura 2.15 – Curva tensão *versus* deformação para três aços com EFE similares, porém com teores distintos de carbono (0C = Fe-31%*m.Mn*; 3C = Fe-29%*m.Mn*-0,3%*m.C*; 6C = Fe-25%*m.Mn*-0,6%*m.C*). Adaptado de [10].

A Figura 2.16 ilustra o comportamento da tensão de cisalhamento resolvida crítica para os efeitos TRIP e TWIP dos três aços descritos anteriormente. Neste trabalho, a presença do carbono foi essencial para o surgimento do efeito TWIP com relação ao efeito TRIP, conforme pode ser visualizado pelos valores de tensão resolvida crítica. O sistema sem carbono

apresentou efeito TRIP, enquanto os sistemas com carbono apresentaram efeito TWIP. Isso se dá principalmente pelo aumento da estabilidade da austenita com a adição de carbono, para os mesmos níveis de EFE [10]. Portanto, a presença do carbono se fez essencial para a observação de mecanismos distintos de deformação.

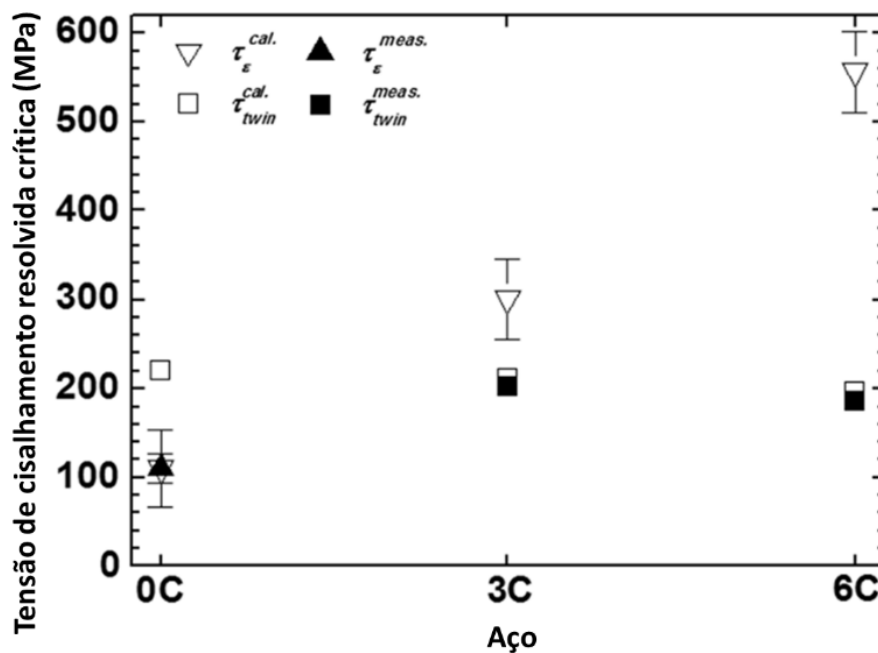


Figura 2.16 – Tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência dos fenômenos TRIP ( $\tau_{\epsilon}^{cal.}$ ) e TWIP ( $\tau_{twin}^{cal.}$ ). Comparação com o valor medido para três aços com mesma EFE e mesmo tamanho de grão, porém, com diferentes teores de carbono em sua estrutura [10].

Adicionalmente, o carbono aumenta a tendência do aço apresentar o fenômeno de *Portevin-Le Chatelier*, em que há uma desestabilização na curva de tensão-deformação no material durante o regime plástico. Este efeito não é compreendido completamente, portanto, não pode ser considerado apenas como a difusão e presença de solutos intersticiais (neste caso, o carbono) nas regiões em que há a presença das discordâncias móveis [25]. As principais evidências é a de que existem complexos formados pelo carbono, tanto com

vacâncias ou com o manganês, de forma que a passagem de discordâncias por essas regiões geram um rearranjo destes complexos, levando à ocorrência de um serrilhado na curva de tensão-deformação [25].

Em um trabalho recente [22], também realizado em aços TWIP com equivalentes valores de EFE (Fe-30%Mn-0,6%C e Fe-30%Mn-3%Al-3%Si) observou-se que o carbono possui papel fundamental no incremento da taxa de encruamento do material. Apesar de ambos possuírem o efeito TWIP, o aço com a presença de carbono demonstrou um volume ligeiramente maior de maclas de deformação, porém, o principal efeito do carbono foi com relação a maior taxa de encruamento evidenciado pela maior densidade de discordâncias ao final do processo de deformação. Neste trabalho, há indícios de que no geral, a presença de intersticiais em metais CFC com baixa e média EFE tendem a aumentar a taxa de encruamento através do aumento na capacidade do material de armazenar discordâncias. A principal explicação para este fenômeno é a interação dos átomos intersticiais com as discordâncias, dificultando assim a ocorrência do fenômeno de escorregamento transversal, levando a uma menor taxa de recuperação dinâmica e maior taxa de acúmulo de discordâncias [22].

## **2.8 Conformação por spray**

A conformação por spray consiste em uma técnica avançada de processamento de materiais metálicos que ocorre em duas etapas: atomização e deposição. Na primeira etapa, um fluxo de gás pressurizado é direcionado a um bocal atomizador, em que, através da passagem de metal líquido, ocorre a atomização e geração de partículas (gotas) de diferentes tamanhos [59]. A segunda etapa consiste na deposição, na qual um substrato interrompe a trajetória das gotas formadas na primeira etapa levando a formação de um depósito. Industrialmente, o substrato se move relativamente ao bocal e assim gera um produto contínuo (tarugo, tubo ou chapa, por exemplo) cujo comprimento será limitado pela dimensão do equipamento de conformação por spray (capacidade do forno em que ocorre a fusão e tamanho da câmara de atomização) [60]. A Figura 2.17 ilustra esquematicamente como ocorre o

processo de conformação por spray, assim como os principais produtos que podem ser obtidos.

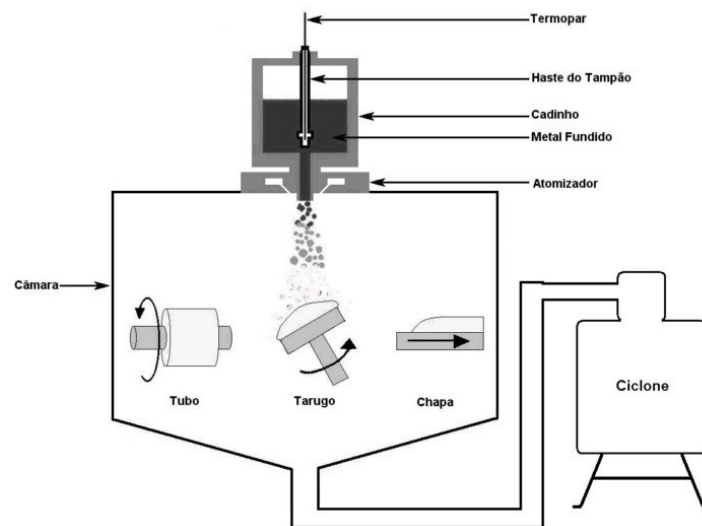


Figura 2.17 - Representação esquemática do funcionamento do equipamento de conformação por spray [59].

Durante a etapa de atomização, o metal líquido na forma de gotas é submetido a uma elevada taxa de resfriamento devido a aplicação do fluxo de gás em alta pressão (estima-se que a taxa de resfriamento se encontra na ordem de  $10^2$  a  $10^4$  K/s, dependendo do tamanho da gota [61]). Devido a diferença no tamanho das gotas formadas, uma parcela chegará ao substrato no estado sólido, outra no estado líquido e uma outra parcela atingirá o substrato no estado semissólido. Ao atingir o substrato, as gotas líquidas preenchem o espaço entre as gotas sólidas e semissólidas, fazendo assim com que haja uma densificação do material [62]. Posteriormente ao fim da deposição, a taxa de resfriamento do depósito é mais baixa quando comparada às taxas que ocorrem durante a atomização e permanecem na ordem de 0,1 a 10 K/s [61,63].

As principais características dos materiais conformados por spray são: baixos níveis de segregação, grãos equiaxiais tipicamente na faixa de 10 a 100  $\mu\text{m}$  e presença de segundas fases refinadas [59,64]. A principal desvantagem da aplicação da conformação por spray é que, normalmente, o material

apresenta um nível de porosidade que é dependente tanto do tipo de liga quanto dos parâmetros de processo empregados. Outra desvantagem é o rendimento do processo (razão entre a massa do depósito formado e a massa do metal fundido) que gira em torno de 60% a 90% [59]. A Figura 2.18 ilustra esquematicamente a diferença entre as etapas de processamento convencional com relação à conformação por spray para obtenção de uma microestrutura completamente homogênea. Pela redução das etapas de processamento que se consegue com a conformação por spray, essa técnica foi a escolhida no presente trabalho para a obtenção de amostras homogêneas química e estruturalmente, o que representa uma vantagem quando se trabalha em escala laboratorial.

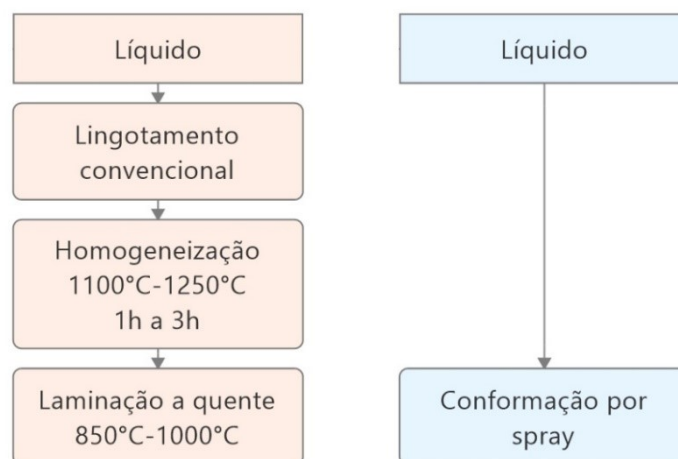


Figura 2.18 – Comparação entre as rotas de um processamento convencional de um aço de baixa densidade com relação à conformação por spray para obtenção de uma microestrutura homogênea.



### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Duas etapas principais serão descritas neste trabalho, de forma que inicialmente serão desenvolvidos conceitos de evolução microestrutural desde a fabricação dos lingotes até a obtenção de uma microestrutura completamente recristalizada, e a segunda etapa será a avaliação do comportamento mecânico propriamente dito dos materiais que serão estudados. Tanto a primeira quanto a segunda etapa serão embasadas em modelos teóricos para a previsão da evolução microestrutural, bem como para a previsão do comportamento mecânico das ligas em questão.

#### 3.1 Seleção das ligas

A variação sistemática dos teores de elementos de liga como o carbono e o alumínio é objeto fundamental deste trabalho, visto que ambos influenciam tanto na evolução microestrutural quanto no comportamento mecânico final. Os sistemas que foram escolhidos como objeto de pesquisa baseiam-se principalmente no trabalho descrito em [10]. Objetivou-se variar o teor de alumínio nas ligas sem a presença de carbono, assim como para o estudo envolvendo a influência do carbono, variou-se tanto os teores de Mn e de C para um teor fixo de alumínio. Vale destacar que para as ligas em que se variou o teor de carbono, escolheu-se manter a EFE teórica, de forma a observar o efeito do carbono independente das variações produzidas por este elemento na EFE. Para isso, reduziu-se o teor de manganês visto que ambos os elementos aumentam o valor desta propriedade.

Os teores de alumínio escolhidos foram: 0%*m.*, 2,5%*m.* e 5%*m.* Já para o carbono, escolheu-se os teores de 0%*m.*, 0,3%*m.* e 0,6%*m.* Por fim, os teores de manganês foram escolhidos de forma a manter todos os sistemas com microestrutura austenítica, a saber 36%*m.*, 33%*m.* e 30%*m.* A Tabela 3.1 descreve a composição química das ligas estudadas, assim como a nomenclatura para cada uma delas que será utilizada daqui em diante. De forma geral, XAIYC, em que o valor de X representará a porcentagem em peso de Alumínio, já Y representará o teor de carbono multiplicado por 10.

Tabela 3.1 – Composição dos aços de baixa densidade a serem pesquisados.

% massa	Fe	Mn	Al	C	EFE (mJ/m <sup>2</sup> )*
0Al0C	Bal.	36,9	0	0,02	31
2.5Al0C	Bal.	38,2	2,46	0,01	45
5Al0C	Bal.	38,3	4,96	0,01	57
5Al3C	Bal.	34,7	6,11	0,33	64
5Al6C	Bal.	30,7	4,81	0,53	58

\* A EFE será um tópico descrito a parte e a forma como os valores descritos na tabela foram obtidos serão explicados posteriormente.

A evolução microestrutural de cada um dos sistemas foi primeiramente prevista via cálculo de diagrama de fases através de dados termodinâmicos (método CALPHAD), via software ThermoCalc<sup>®</sup> utilizando a base de dados TCFE7.

### 3.2 Processamento das ligas

Os tarugos foram fabricados via conformação por spray em um equipamento em escala laboratorial presente no Laboratório de Fundição do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (DEMa-UFSCar). Nesta etapa, uma carga de 4 kg de material foi fundida e vazada em um cadinho distribuidor (*tundish*) para cada liga separadamente. O metal passa por um bocal atomizador de forma que um gás inerte em alta pressão é aplicado sob o fluxo de líquido, projetando assim as gotas de metal em direção a um substrato de aço carbono com diâmetro de 300 mm. Os parâmetros utilizados para a fabricação dos depósitos mantiveram-se constantes e estão descritos na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Parâmetros utilizados nas atomizações.

Parâmetro	Valor
Temperatura de vazamento	1520°C
Gás de atomização	Nitrogênio
Pressão de atomização	0,5 MPa
Razão gás/metálico (GMR)	1,7
Diâmetro do bocal de atomização	6 mm
Distância de voo	300 mm
Velocidade de rotação do substrato	20 rpm



Para a fabricação dos depósitos, as matérias-primas utilizadas foram ferro, manganês e alumínio comercialmente puros, assim como aço 1020 juntamente com grafite para a fabricação das ligas com carbono.

### **3.3 Conformação mecânica e tratamento térmico dos aços de baixa densidade**

Apesar de usualmente os materiais fabricados via conformação por spray apresentarem uma microestrutura formada por grãos equiaxiais com baixos níveis de segregação, diferentes tamanhos de grãos poderiam ser formados devido a variações no processamento e na evolução microestrutural de cada liga. Foi destacado anteriormente que o tamanho de grão é um dos principais fatores que influenciam consideravelmente o comportamento mecânicos dos aços de baixa densidade. Tanto a tensão de escoamento e ductilidade, quanto os mecanismos de indução de plasticidade podem variar conforme se altera o tamanho de grão do material testado. Desta forma, posteriormente ao processamento via conformação por spray, fez-se necessário uniformizar as microestruturas dos depósitos fabricados de forma que todos apresentem tamanhos de grão similares.

A laminação a frio seguido de tratamento térmico de recozimento foi a rota escolhida para se obter uma microestrutura final completamente recristalizada. A fim de se determinar os parâmetros de tratamento térmico, levantou-se uma curva de microdureza Vickers em função da temperatura para diferentes tratamentos realizados por 10 minutos em amostras laminadas com redução de 50% de espessura. Para as etapas de conformação e tratamento térmico foram utilizados respectivamente um laminador duo reverso da marca FENN e um forno a vácuo da marca EDG. Ambos os equipamentos estão dispostos no Laboratórios de Conformação Mecânica e Tratamentos Térmicos do DEMa/UFSCar.

Aspectos envolvendo a evolução microestrutural desde as partículas de *overspray* (partículas que não participaram da construção do depósito) até a

microestrutura final recristalizada foram realizadas em conjunto com as previsões realizadas via CALPHAD, software ThermoCalc®.

### 3.4 Modelos teóricos para previsão do comportamento mecânico

Três diferentes modelos foram utilizados para a previsão do desempenho mecânico das ligas estudadas: cálculo termodinâmico para estimativa da EFE; previsão da tensão de escoamento e cálculo da tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TWIP.

#### 3.4.1 Energia de Falha de Empilhamento (EFE)

Os modelos de Saeed-Akbari [29], Zambrano [30], Lee [31], Yoo [6] e o obtido a partir da base de dados TCFE7 (ThermoCalc®) foram utilizados para a previsão da energia de falha de empilhamento dos aços de baixa densidade através da determinação da variação na energia livre de Gibbs entre as fases hexagonal compacta (martensita- $\epsilon$ ) e cúbica de face centrada (austenita). A principal diferença destes modelos consiste na componente química associada à variação na energia livre. Apesar de ainda em aberto na literatura, neste trabalho objetivou-se utilizar as equações que melhor possam descrever a EFE dos aços estudados, a partir de uma análise criteriosa da fonte de dados de cada uma das equações, principalmente envolvendo a componente química da energia livre de Gibbs. As equações utilizadas neste trabalho estão especificadas e referenciadas devidamente de acordo com os trabalhos que desenvolveram ou aperfeiçoaram cada uma delas envolvendo as componentes químicas. Os parâmetros utilizados na equação 2.3 estão descritos abaixo:

$$\Delta G_{Fe}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = -2243,38 + 4,309 T \quad (3.1)$$

$$\Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = -1000 + 1,123 T \quad (3.2)$$

$$\Delta G_{Al}^{\gamma \rightarrow \epsilon} = 5481 - 1,8 T \quad (3.3)$$

$$\Delta G_C^{\gamma \rightarrow \epsilon} = -22166 \quad (3.4)$$

$$\Delta\Omega_{FeMn}^{Y\rightarrow\varepsilon} = 2180 + 532 (X_{Fe} - X_{Mn}) \quad (3.5)$$

$$\Delta\Omega_{FeAl}^{Y\rightarrow\varepsilon} = 3326,28 \quad (3.6)$$

$$\Delta\Omega_{FeC}^{Y\rightarrow\varepsilon} = 42538,728 \quad (3.7)$$

$$\Delta\Omega_{MnC}^{Y\rightarrow\varepsilon} = 26910 \quad (3.8)$$

As equações 3.1 a 3.3 estão descritas na base SGTE (*Scientific Group Thermodata Europe*, ou seja, Grupo Científico de Dados Termodinâmicos da Europa) [65]. Esta base foi publicada com o intuito de unificar os dados termodinâmicos até então desenvolvidos. As equações 3.4 e 3.8 foram reavaliadas por [66], assim como a equação 3.5 foi determinada em [67]. As equações 3.6 e 3.7 estão definidas em [68]. Mapas de EFE variando-se o teor de Mn e de C foram desenvolvidos para os três diferentes níveis de alumínio utilizados neste trabalho (0%*m.*, 2,5%*m.* e 5,0%*m.*).

Apesar de utilizar as equações descritas acima e ter utilizado os valores provenientes deste modelo como base para discussão, o cálculo da EFE também foi realizado de acordo com os modelos presentes na literatura e descritos anteriormente. A EFE experimental foi determinada a partir da distância das parciais de Shockley para a liga 0Al0C, por apresentar a menor energia descrita e maior facilidade de se observar as parciais. No item a seguir há a descrição da metodologia empregada para esta análise experimental.

### 3.4.2 Tensão de escoamento

A tensão de escoamento é um dos principais parâmetros utilizados como referência para a avaliação do comportamento mecânico de um material metálico. Diversos modelos estão descritos na literatura para prever o valor correspondente deste parâmetro para materiais em estado recozido (ou seja, livre de deformação) [58]. A equação 3.9 descreve um dos principais modelos descritos na literatura para a previsão da tensão de escoamento de aços com efeito TWIP:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_{HP} \quad (3.9)$$

Em que  $\sigma_0$  é a tensão de Peierls associada à rede cristalina e as forças de ligação atômica,  $\sigma_{SS}$  é o efeito de solução sólida dos elementos de liga e  $\sigma_{HP}$  é a componente de Hall-Petch (influência do tamanho de grão), todas em MPa. As equações 3.10 a 3.12 descrevem como são calculados cada um dos parâmetros descritos acima, baseado em [58].

$$\sigma_0 = \sqrt{3} \tau_0 = 22 \text{ MPa} \quad (3.10)$$

$$\sigma_{SS} = 2,8 (\text{wt. \%Mn})^{2/3} + 12,7 (\text{wt. \%Al})^{2/3} + 249,6 (\text{wt. \%C})^{2/3} \quad (3.11)$$

$$\sigma_{HP} = 435 \cdot \frac{1}{\sqrt{d}} \quad (3.12)$$

Vale ressaltar que foi utilizado um valor de tamanho de grão correspondente a 10  $\mu\text{m}$ , pois este será o valor que se espera obter após o processo de recozimento posterior à deformação a frio para todas as ligas.

### 3.4.3 Tensão de cisalhamento resolvida crítica – TWIP

Aços de baixa densidade comumente não apresentam efeito TRIP. Isso se dá, pois a adição de alumínio leva a um incremento no valor de energia de falha de empilhamento que ultrapassa o limite comumente aceito para a ocorrência deste fenômeno (20  $\text{mJ/m}^2$  [3]). Portanto, serão apenas considerados os modelos que descrevem a tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TWIP. As equações abaixo descrevem os diferentes modelos disponíveis na literatura para a previsão da tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TWIP.

$$\tau_{twin} = \frac{2 SFE}{b_p} \quad (3.13)$$

$$\tau_{twin} = \frac{SFE}{b} + \frac{\mu b}{D} \quad (3.14)$$

$$\tau_{twi\text{in}} = \frac{SFE}{2 b_p} + \frac{\mu b_p}{L_0} \quad (3.15)$$

$$\tau_{twi\text{in}} = \frac{SFE}{3 b_p} + \frac{3 \mu b_p}{L_0} \quad (3.16)$$

Em que  $\tau_{twi\text{in}}$  é a tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TWIP; SFE é a energia de falha de empilhamento;  $b_p$  é o módulo do vetor de Burgers da discordância parcial de Schokley;  $b$  é o módulo do vetor de Burgers da discordância perfeita;  $\mu$  é o módulo de cisalhamento;  $D$  é o tamanho de grão e, finalmente,  $L_0$  é a distância dos pontos de ancoramento das discordâncias parciais empilhadas para formar o núcleo de uma macla (neste trabalho, este valor será considerado 260 nm) [45]. O módulo de cisalhamento foi obtido a partir da técnica de excitação por impulso, a qual utiliza as frequências naturais de ressonância para a obtenção dos módulos elásticos definida pela norma ASTM E1876-15 (equipamento Sonelastic®, ATCP Engenharia Física). Por fim, considerou-se o tamanho de grão como sendo 10  $\mu\text{m}$ , visto que este valor é o esperado após todas as etapas de processamento.

A Equação 3.13 está descrita de acordo com as considerações de Buyn [43] e será denominada como modelo 1. A Equação 3.14 foi proposta por Gutierrez-Urrutia et al. [69], de forma a adicionar o efeito do tamanho de grão na tensão crítica e será denominada como modelo 2. A Equação 3.15 foi descrita por Suzuki e Barrett [44] e será denominada como modelo 3. Por fim, a Equação 3.16 foi descrita por Steinmetz et al [45] e será denominada como modelo 4.

Assim como todos os outros modelos descritos anteriormente, foram calculadas as tensões de cisalhamento resolvida crítica para todos os sistemas e uma análise crítica foi realizada de acordo com os resultados observados. Devido ao fato deste trabalho somente envolver ensaios em tração, foi considerado um parâmetro de Taylor igual a 3,06 para a previsão das tensões críticas.

### 3.5 Determinação experimental da EFE

A determinação experimental da energia de falha de empilhamento se deu através da observação das discordâncias parciais de Shockley. A Equação 3.17 foi utilizada para a determinação da EFE ( $\gamma$ ) em função da distância entre as discordâncias parciais ( $d_{actual}$ ) [70].

$$\gamma = \left( \frac{\mu_{eff} b_p^2}{8 \pi d_{actual}} \right) \left( \frac{2 - \nu_{eff}}{1 - \nu_{eff}} \right) \left( 1 - \frac{2 \nu_{eff} \cos 2\beta}{2 - \nu_{eff}} \right) \quad (3.17)$$

Nesta equação,  $\mu_{eff}$  e  $\nu_{eff}$  são o módulo de cisalhamento efetivo e o coeficiente de Poisson efetivo,  $b_p$  é o módulo do vetor de Burgers da discordância parcial ( $a/6 \langle 11\bar{2} \rangle$ ) e  $\beta$  é o ângulo característico da discordância (determinado pela linha de discordância e o seu respectivo vetor de Burgers).

Os dois primeiros parâmetros indicados acima foram determinados através das constantes elásticas do material. O módulo de cisalhamento e o coeficiente de Poisson do material policristalino foram determinados a partir das frequências naturais de ressonância do material no modo de vibração torcional, conforme descreve a norma ASTM E1876-15. O vetor de Burgers foi obtido a partir do parâmetro de rede da liga, determinado através da difração de raios-X. Por fim, o ângulo  $\beta$  fornece o caráter da discordância que é observada e depende da orientação da linha de discordância em função do vetor de Burgers da discordância parcial, sendo esta última determinada a partir do vetor-g.

A determinação da distância entre as parciais de Shockley foi realizada em um material recristalizado por 1h a 850°C, seguido de laminação a frio com redução inferior a 1% de sua espessura. O objetivo desta etapa foi de induzir a presença de discordâncias no material, porém, sem que haja um acúmulo excessivo destes defeitos. Reduziu-se a espessura da amostra até 100  $\mu\text{m}$  e discos de 3 mm de diâmetro foram estampados mecanicamente. A amostra foi submetida a um polimento eletroquímico utilizando um equipamento de jato duplo (Tenupol-3 fornecido pela empresa Struers) em uma solução de 10% de ácido perclórico e 90% de álcool à temperatura criogênica. A fim de se remover os óxidos formados na superfície para melhor acabamento, utilizou-se um sistema de polimento iônico de precisão por 10h a um baixo ângulo (2°).

Quatro discordâncias com caráter distinto foram caracterizadas de forma que foram medidas as distâncias entre as parciais em dez regiões ao longo de seu comprimento, sendo que a média destas medidas foi utilizada na Equação 3.17. Vale destacar que foi tomado um cuidado adicional para que não houvesse contornos de grão ou outras discordâncias a uma distância de pelo menos 200 nm com relação à discordância medida. A presença de defeitos adjacentes pode induzir um campo de tensão na discordância dissociada, levando a um erro na medida realizada.

A técnica utilizada é denominada de feixe fraco em campo escuro (*weak beam dark field*, WBDF), em que é possível obter uma maior precisão na medição. Primeiramente, escolhe-se um vetor-g relacionado ao padrão de difração. Normalmente utiliza-se uma condição  $g(3g)$  ou  $g(4g)$  a fim de se reduzir o erro de excitação efetivo; neste trabalho foi utilizado a condição  $g(4g)$ . O procedimento completo utilizado está descrito em [70]. Para esta caracterização, utilizou-se um microscópio eletrônico de transmissão (MET) da marca FEI Tecnai modelo G2F20.

### **3.6 Avaliação das propriedades mecânicas e dos mecanismos de indução de plasticidade**

As ligas tiveram suas propriedades mecânicas avaliadas através de ensaios de tração segundo a norma ASTM E8/E8M-16a a uma taxa aplicada de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Corpos de prova de tração com seção retangular foram usinados a partir das chapas produzidas pela laminação seguida de recristalização. Os mecanismos de indução de plasticidade estão diretamente relacionados a alterações nas curvas de taxa de encruamento ( $d\sigma/d\varepsilon$ ) e, portanto, estas curvas foram obtidas a partir da derivação da tensão verdadeira em função da deformação verdadeira. Adicionalmente à verificação do comportamento dos aços com relação a estas curvas de encruamento, observações microestruturais dos materiais após a fratura foram realizadas a fim de se discutir melhor o mecanismo de deformação que cada liga apresenta. Tanto as microestruturas dos materiais quanto as superfícies de fratura foram avaliadas

para a observação do comportamento geral das ligas de acordo com o teor de Al e de C.

### 3.7 Ensaios de tração interrompidos e evolução microestrutural em função do teor de C

Devido ao maior teor de Al e potencial de redução na densidade, as ligas 5Al0C, 5Al3C e 5Al6C foram produzidas em maior escala a fim de se produzir material suficiente para a realização de ensaios de tração interrompidos. O objetivo desta etapa foi verificar a evolução microestrutural e estrutura de discordâncias destes materiais para diferentes níveis de deformação. Para isso, os materiais foram produzidos em um equipamento de conformação por spray disponível no Instituto Leibniz de Tecnologia de Materiais (*Leibniz - Institut für Werkstofforientierte Technologien*, IWT, Bremen, Alemanha). Os parâmetros de processamento estão descritos na Tabela 3.3. A Figura 3.1 ilustra a configuração utilizada para os experimentos.

Tabela 3.3 – Parâmetros utilizados nas atomizações em Bremen (IWT).

Parâmetro	Valor
Superaquecimento	250°C
Gás de atomização	Argônio
Pressão de atomização	1,0 MPa
Razão gás/metálico (GMR)	1,1
Diâmetro do bocal de atomização	2.5 mm
Distância de voo	120 mm
Velocidade de rotação do substrato	3 rpm



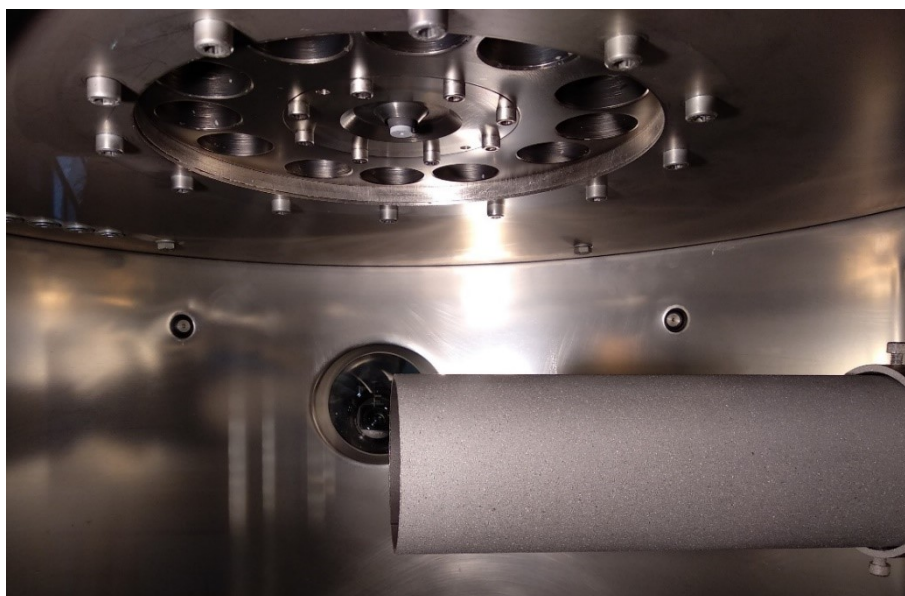


Figura 3.1 – Configuração do experimento de conformação por spray para fabricação das amostras a serem submetidas aos ensaios interrompidos.

Vale ressaltar que tanto a composição química quanto o tamanho de grão foram analisados a título de comparação com os materiais processados na etapa anterior. Três corpos de prova de cada composição foram ensaiados até a fratura e o resultado comparado com os valores obtidos nos ensaios realizados no DEMa/UFSCar. Os ensaios de tração foram realizados em corpos de prova conforme a norma ASTM E8/E8M a uma taxa de deformação de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Os ensaios interrompidos foram realizados em três níveis de deformação escolhidos a partir do comportamento das curvas de taxa de encruamento dos ensaios até a fratura. Os corpos de prova foram analisados via difração de elétrons retroespalhados (EBSD) na região central a fim de se verificar possível formação de maclas de deformação. Com o intuito de se obter maiores informações a respeito da estrutura de discordâncias, análises via microscopia eletrônica de transmissão (MET) foram realizadas nos corpos de prova com maior nível de deformação dentre os ensaios interrompidos.

### 3.8 Caracterização das ligas utilizando radiação síncrotron

As análises utilizando radiação síncrotron consistiram na observação *in situ* da difração de raios-X do material ao longo de um ensaio de tração realizado por um equipamento de simulação de processamento termomecânico (Gleeble 3S50), conforme pode ser observado na Figura 3.2. A análise foi realizada utilizando radiação síncrotron a 12 keV ( $\lambda = 1.0332 \text{ \AA}$ ). Neste ensaio foram utilizados dois detectores lineares Mythen-1K com 1280 canais cada, posicionados em um ângulo fixo com relação à amostra e ao feixe incidente. Cada coleta de difração foi realizada em um intervalo de 10s. Os ensaios foram realizados em quatro das cinco ligas estudadas para três diferentes temperaturas de ensaio:  $-100^{\circ}\text{C}$ ,  $25^{\circ}\text{C}$  e  $300^{\circ}\text{C}$ . A fim de se avaliar separadamente o efeito do Al e do C, as ligas 0Al0C, 2.5Al0C, assim como as ligas 5Al3C e 5Al6C foram escolhidas para serem ensaiadas, respectivamente. O objetivo foi avaliar como a temperatura afeta a EFE e, conseqüentemente, a microestrutura resultante. Os valores de alongamento à fratura foram obtidos a partir da medição da distância de marcações realizadas previamente na área útil do corpo de prova. Os ensaios foram realizados na linha XTMS/XRD1 do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), Campinas.

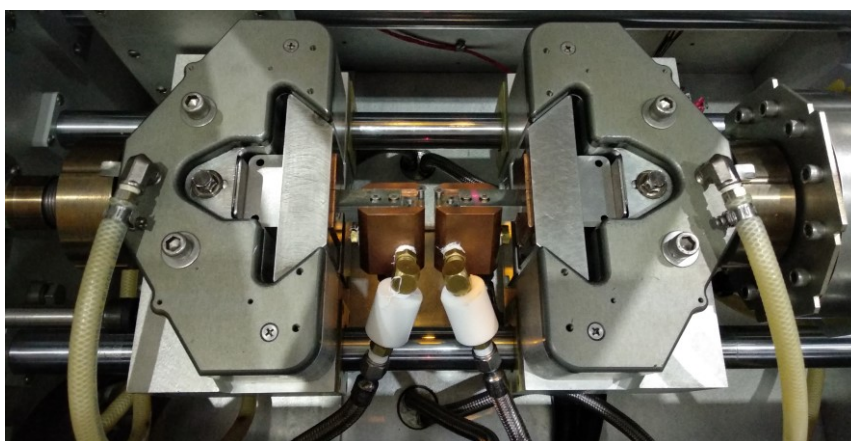


Figura 3.2 – Sistema de acoplamento das amostras para os ensaios de tração com difração *in situ*.

Os principais parâmetros avaliados foram o surgimento ou não de um pico de difração na região da martensita- $\epsilon$ , bem como a largura do pico em

função da tensão aplicada. Para isso, utilizou-se um programa desenvolvido em Python exclusivamente para a análise dos dados destes ensaios. Utilizou-se o modelo de pseudo-Voigt para o ajuste das curvas para cada pico de difração. Este modelo é uma aproximação da função de Voigt, o qual consiste na convolução ponderada de uma função Gaussiana e uma função Lorentziana. A largura do pico de difração foi obtida pela aproximação das curvas de difração com relação ao modelo de pseudo-Voigt de acordo com a Equação 3.18.

$$pV(x) = I \cdot (\eta \cdot G'(x, \Gamma) + (1 - \eta) \cdot L'(x, \Gamma)) \quad (3.18)$$

em que  $pV(x)$  é a função de pseudo-Voigt,  $G'(x, \Gamma)$  e  $L'(x, \Gamma)$  são as funções Gaussiana e Lorentziana normalizadas;  $I$  é a intensidade do pico;  $\eta$  é o parâmetro que pondera o ajuste da curva com relação ao modelo Gaussiano e Lorentziano;  $x$  é a posição do pico; por fim,  $\Gamma$  é a largura do pico à meia altura (*full width at half maximum*, FWHM). Tanto mapas de intensidade da difração, como o FWHM foram plotados em função da tensão aplicada no material. Vale ressaltar que os valores de largura do pico apresentados foram normalizados com relação ao valor obtido pela varredura inicial feita após o posicionamento da amostra no equipamento. Uma análise qualitativa foi realizada juntamente com a observação da microestrutura dos materiais fraturados para observação ou não dos mecanismos de incremento de plasticidade.

### 3.9 Caracterização estrutural das ligas

As caracterizações das amostras foram realizadas principalmente por microscopia ótica (MO), difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Vale destacar que a partir da análise das imagens obtidas via MO foram analisados os respectivos tamanhos de grão, de acordo com a norma ASTM E112-13.

Para a análise de raios-X foi utilizado o equipamento da Bruker D8 Advance ECO com radiação de Cu, acoplado a um detector de alta velocidade SSD160. Os microscópios eletrônicos utilizados neste trabalho foram os da FEI

modelo Inspect S 50 e Phillips modelo XL-30 FEG (ambos com o sistema de microanálise via EDS). A utilização da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foi realizada através de um sistema EDAX acoplado ao microscópio Inspect S 50. Por fim, as estruturas finais de discordâncias foram observadas pelo microscópio eletrônico de transmissão (MET) da marca FEI Tecnai modelo G2F20. Vale ressaltar que todos os microscópios aqui descritos estão fisicamente dispostos no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) no Departamento de Engenharia de Materiais - DEMa/UFSCar.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Modelos teóricos

#### 4.1.1 Energia de Falha de Empilhamento (EFE)

A Tabela 4.1 descreve os valores de EFE previstos para os aços fabricados neste trabalho de acordo com a composição química obtida experimentalmente para os diferentes sistemas.

Tabela 4.1 – Valores de EFE (em mJ/m<sup>2</sup>) para as ligas de acordo com os diferentes modelos existentes na literatura.

	Saeed-Akbari [29]	Zambrano [30]	Lee [31]	Yoo [6]	TCFE7	Este trabalho
0Al0C	63	61	68	32	34	31
2.5Al0C	87	82	66	49	46	45
5Al0C	104	95	60	63	49	57
5Al3C	98	85	55	68	-217	64
5Al6C	78	65	51	61	246	58

Conforme pode ser observado, existe uma discrepância relativamente grande entre os modelos descritos e presentes na literatura. Neste trabalho, houve uma tentativa de se obter um novo modelo através da utilização das equações provenientes na literatura, baseando-se principalmente na forma como foram obtidas. Pode-se verificar que há uma variabilidade considerável entre os modelos. Através de um estudo detalhado, pôde-se verificar que a principal fonte de diferença nos modelos são as equações que descrevem a contribuição do ferro e do manganês na componente química da diferença de energia livre de Gibbs entre as fases austenita e martensita- $\epsilon$  ( $\Delta G_{Fe}^{Y \rightarrow \epsilon}$  e  $\Delta G_{Mn}^{Y \rightarrow \epsilon}$ ), assim como no parâmetro de interação entre estes elementos ( $\Delta \Omega_{FeMn}^{Y \rightarrow \epsilon}$ ).

O parâmetro  $\Delta G_{Fe}^{Y \rightarrow \epsilon}$  está descrito nos modelos de Saeed-Akbari e Zambrano utilizando a equação descrita por Dew-Hughes e Kaufman [71]. Enquanto Lee e Yoo utilizaram as equações provenientes do SGTE [65].

Apesar da diferença nos valores obtidos, o parâmetro  $\Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  é o que mais influencia nos valores finais de EFE. Nos modelos de Zambrano e Saeed-Akbari, este parâmetro foi definido por Breedis e Kaufman [72]. Neste trabalho, não houve cálculo ou experimentos para a obtenção deste parâmetro. Os autores aproximaram este valor igualando as componentes vibracional e estrutural com os parâmetros do elemento químico rênio, visto que são elementos da mesma família na tabela periódica. Já a abordagem descrita pelo SGTE [65] utilizou como referência o trabalho desenvolvido por Saunders et. al [73]. Neste último, as diferenças de energia livre foram obtidas através de uma reavaliação dos dados termodinâmicos até então desenvolvidos, juntamente com cálculos *ab initio*. Devido ao alto teor de Mn nestas ligas, este parâmetro é a principal fonte de diferença entre os modelos.

O parâmetro de interação com relação a adição dos elementos Fe e Mn ( $\Delta \Omega_{FeMn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ ) também é uma das fontes de incongruência entre os diversos autores que descrevem um modelo termodinâmico para a previsão da EFE. Novamente, Saeed-Akbari e Zambrano utilizaram o mesmo modelo entre si, proveniente do estudo de Lee e Choi [74]. Neste trabalho, considerou-se a temperatura de início de formação de martensita,  $M_s$ , sabendo-se que nesta temperatura o valor de  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  é igual a zero (pois  $G^\gamma$  é igual a  $G^\epsilon$ ). O coeficiente de interação foi então obtido a partir da equação global da energia livre de Gibbs na condição em que este valor é nulo. Porém, a maior ressalva que deve ser feita é a de que as equações que foram utilizadas para a obtenção dos valores de  $\Delta G_{Fe}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  e de  $\Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  não foram as mesmas consideradas por Saeed-Akbari e Zambrano, reduzindo assim a precisão na utilização deste valor na equação global. Por fim, Yoo considerou a equação desenvolvida por Huang [67], cujo trabalho utilizou a mesma equação para a obtenção de  $\Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ .

Pode-se perceber que quando há a adição de carbono nas ligas com maior teor de alumínio (5Al3C e 5Al6C), os valores de EFE obtidos via método CALPHAD (software ThermoCalc®) não são coerentes com relação aos outros modelos. Uma das principais razões pelas quais isso ocorre é a de que tanto o teor de Mn quanto o teor de Al estão fora dos limites definidos à base (o máximo teor de Mn recomendado é de 20%*m.* e de Al é de 5%*m.*). A fonte do

erro está principalmente na definição das energias livres de Gibbs da fase austenita e principalmente da fase martensita- $\epsilon$  na temperatura ambiente.

Apesar de todo o exposto, não existe um consenso na literatura a respeito das melhores equações e métodos que devem ser utilizados para a obtenção da EFE para os aços de baixa densidade. Por essa razão, dentro desta temática, o presente trabalho tem um intuito de possuir um olhar crítico com relação aos modelos disponíveis na literatura, avaliando a coerência entre as equações e os resultados experimentais obtidos. Vale ressaltar que o comportamento mecânico final das ligas aqui estudadas será um dos parâmetros utilizados a fim de direcionar qual modelo melhor se adequa ao observado experimentalmente. Após uma análise crítica das equações, uma análise foi realizada a partir das referências disponíveis e um novo modelo foi proposto baseando-se exclusivamente nas equações descritas na literatura. Os valores estão representados também na Tabela 4.1.

Assumindo o modelo proposto neste trabalho, foi possível construir mapas de EFE em função dos teores de Mn e de C (% em peso) para os três diferentes níveis de alumínio (0, 2,5 e 5%*m.*). Os mapas estão representados pela Figura 4.1 e indicam de forma mais clara quais são os valores de EFE a partir da variação da composição química do material.

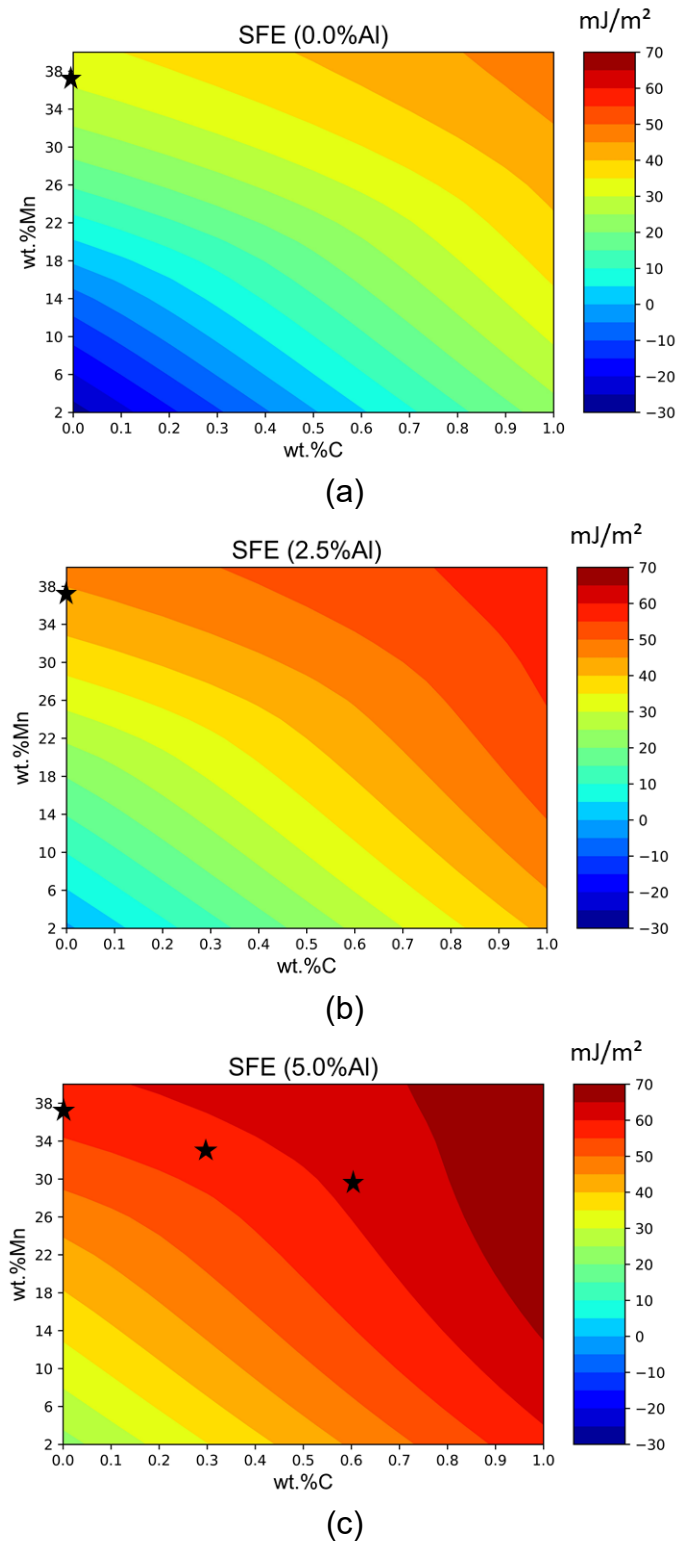


Figura 4.1 – Mapas de EFE utilizando o modelo descrito neste trabalho variando os teores de Mn e C para três níveis de Alumínio: a) 0%*m.*; b) 2.5%*m.* e c) 5%*m.* Estrelas pretas indicam as composições estudadas neste trabalho.



### 4.1.2 Tensão de escoamento

O modelo utilizado para prever a tensão de escoamento foi descrito no capítulo anterior e este resultado será confrontado posteriormente com as tensões de escoamento obtidas experimentalmente. A Tabela 4.2 indica os valores obtidos para as ligas deste trabalho.

Tabela 4.2 – Tensão de escoamento prevista de acordo com o modelo proposto, baseado em [58].

	Tensão de escoamento prevista
0Al0C	209 MPa
2.5Al0C	228 MPa
5Al0C	242 MPa
5Al3C	350 MPa
5Al6C	387 MPa

Conforme previsto, o efeito em solução sólida do carbono é preponderante devido a sua maior distorção da rede cristalina por ser um elemento que ocupa os sítios intersticiais. Portanto, estes átomos são mais eficazes como barreiras à movimentação das discordâncias.

### 4.1.3 Tensão de cisalhamento resolvida crítica para TWIP

A previsão da tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TWIP pode ser feita a partir de diversos modelos descritos na literatura. A Tabela 4.3 ilustra os valores para cada uma das composições obtidas de acordo com os diversos modelos descritos no capítulo anterior.

Tabela 4.3 – Valores da tensão de cisalhamento resolvida crítica para os diferentes modelos descritos na literatura. Os valores em parênteses indicam a tensão em tração necessária para se atingir o valor calculado (parâmetro de Taylor igual a 3,06).

	Modelo 1 [43]	Modelo 2 [69]	Modelo 3 [44]	Modelo 4 [45]
0Al0C	420 MPa (1284 MPa)	123 MPa (376 MPa)	144 MPa (442 MPa)	189 MPa (580 MPa)
2.5Al0C	609 MPa (1863 MPa)	177 MPa (543 MPa)	189 MPa (579 MPa)	212 MPa (650 MPa)
5Al0C	769 MPa (2353 MPa)	224 MPa (685 MPa)	228 MPa (697 MPa)	235 MPa (720 MPa)
5Al3C	857 MPa (2624 MPa)	249 MPa (763 MPa)	252 MPa (773 MPa)	257 MPa (787 MPa)
5Al6C	784 MPa (2399 MPa)	228 MPa (698 MPa)	234 MPa (715 MPa)	243 MPa (745 MPa)

Pode-se verificar que os valores descritos no primeiro modelo além de serem extremamente elevados, destoam com relação aos outros modelos. Alguns autores consideram a tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TWIP como sendo próxima à tensão de escoamento do material [43]. Portanto, pode-se verificar que os valores obtidos usando o Modelo 1 não são coerentes com relação aos outros modelos para as ligas estudadas no presente trabalho.

Os modelos 1, 3 e 4 não incluem a influência do tamanho de grão, sendo que os dois últimos modelos adicionam a largura de um embrião de macla como parâmetro adicional. Apesar de utilizadas na literatura para prever o comportamento mecânico de aços de baixa densidade, as equações correspondentes aos modelos 1 e 3 foram obtidas a partir de estudos em ligas de prata ( $SFE_{\text{puro}} = 18 \text{ mJ/m}^2$ ), ouro ( $SFE_{\text{puro}} = 33 \text{ mJ/m}^2$ ) ou cobre ( $SFE_{\text{puro}} = 41 \text{ mJ/m}^2$ ) [75], ou seja, metais que possuem características distintas com relação aos aços de baixa densidade, como a EFE, o vetor de Burgers e o módulo de cisalhamento, por exemplo.

Os valores de tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TWIP devem ser criticamente avaliados, visto que as considerações utilizadas por cada um dos modelos afetam diretamente as previsões realizadas.

#### 4.2 Determinação experimental da EFE

Conforme pode ser visualizado pelos modelos termodinâmicos, uma grande variabilidade é observada nas previsões da EFE. Portanto, neste trabalho decidiu-se determinar experimentalmente este parâmetro através da observação da distância entre as discordâncias parciais de Shockley do sistema 0Al0C. A Figura 4.2a ilustra um exemplo de discordâncias parciais dissociadas, bem como as regiões em que foram medidas as distâncias. Exemplos de valores obtidos para esta discordância estão representados juntamente com o vetor  $g$ . O ângulo formado pelo vetor  $g$  com relação ao vetor da linha de discordância é o ângulo que define o caráter da discordância ( $\beta$ ). A Figura 4.2b ilustra os pontos obtidos experimentalmente com as respectivas barras de erros. As linhas pontilhadas representam os valores teóricos para diferentes níveis de EFE e o comportamento da distância das parciais com relação ao ângulo característico da discordância. A partir das medições feitas, o valor médio obtido para a EFE da liga 0Al0C foi de  $28 \pm 9$  mJ/m<sup>2</sup>. Portanto, pode-se verificar pelos valores apresentados na Tabela 4.1 que dentre os modelos descritos, tanto o modelo descrito neste trabalho quanto o modelo proposto por Yoo [6] foram os que mais se aproximaram do valor médio obtido experimentalmente. Este é um indicativo de que o modelo utilizado fornece valores coerentes com relação ao comportamento da EFE para os aços estudados, de forma que as equações descritas podem ser utilizadas para a previsão da EFE e conseqüentemente observação dos efeitos que esta variação irá gerar no comportamento mecânico das ligas.

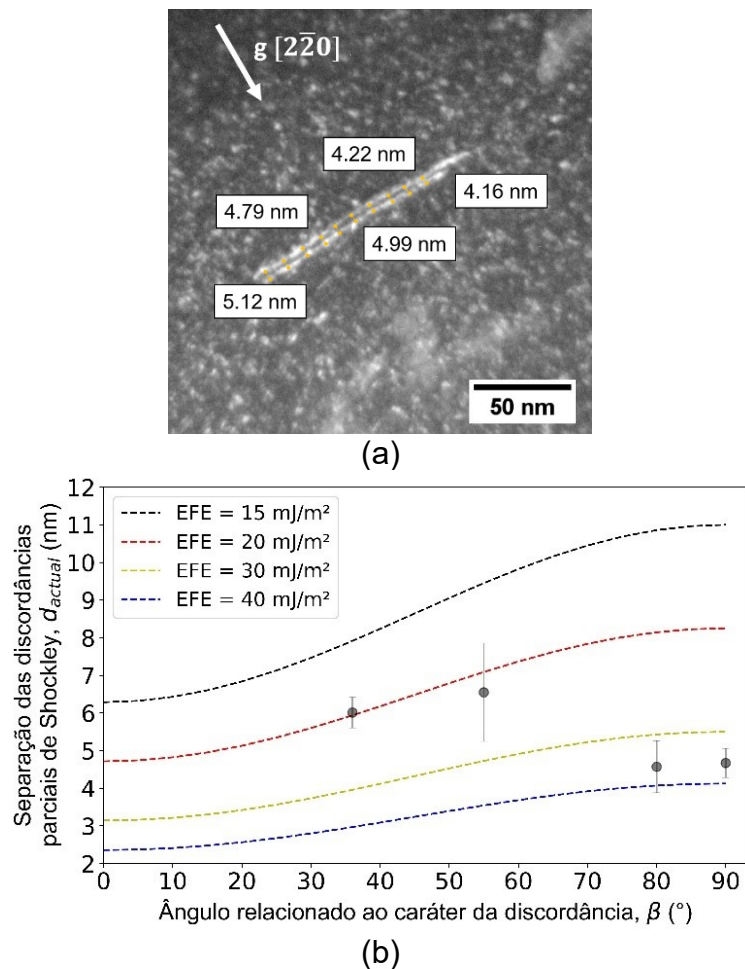


Figura 4.2 – a) Exemplo de uma imagem de duas discordâncias parciais de Shockley e b) distância das parciais em função do ângulo que caracteriza a linha de discordância. Os pontos experimentais estão representados como círculos com suas respectivas barras de erros.

### 4.3 Evolução microestrutural dos materiais conformados por spray

A evolução microestrutural do material conformado por spray até o material laminado será detalhada neste item e as especificidades de cada uma das ligas são comparadas com os resultados obtidos via cálculos termodinâmicos para a previsão da evolução das fases em equilíbrio.

As partículas de *overspray* correspondem a gotas que não participaram do processo de construção do depósito durante o processamento via conformação por spray. Estas partículas são coletadas na câmara e trazem informações importantes sobre a evolução microestrutural durante a formação

do depósito. A Figura 4.3 ilustra a evolução de fases em uma condição de equilíbrio para as diferentes ligas deste trabalho obtidas via método CALPHAD.

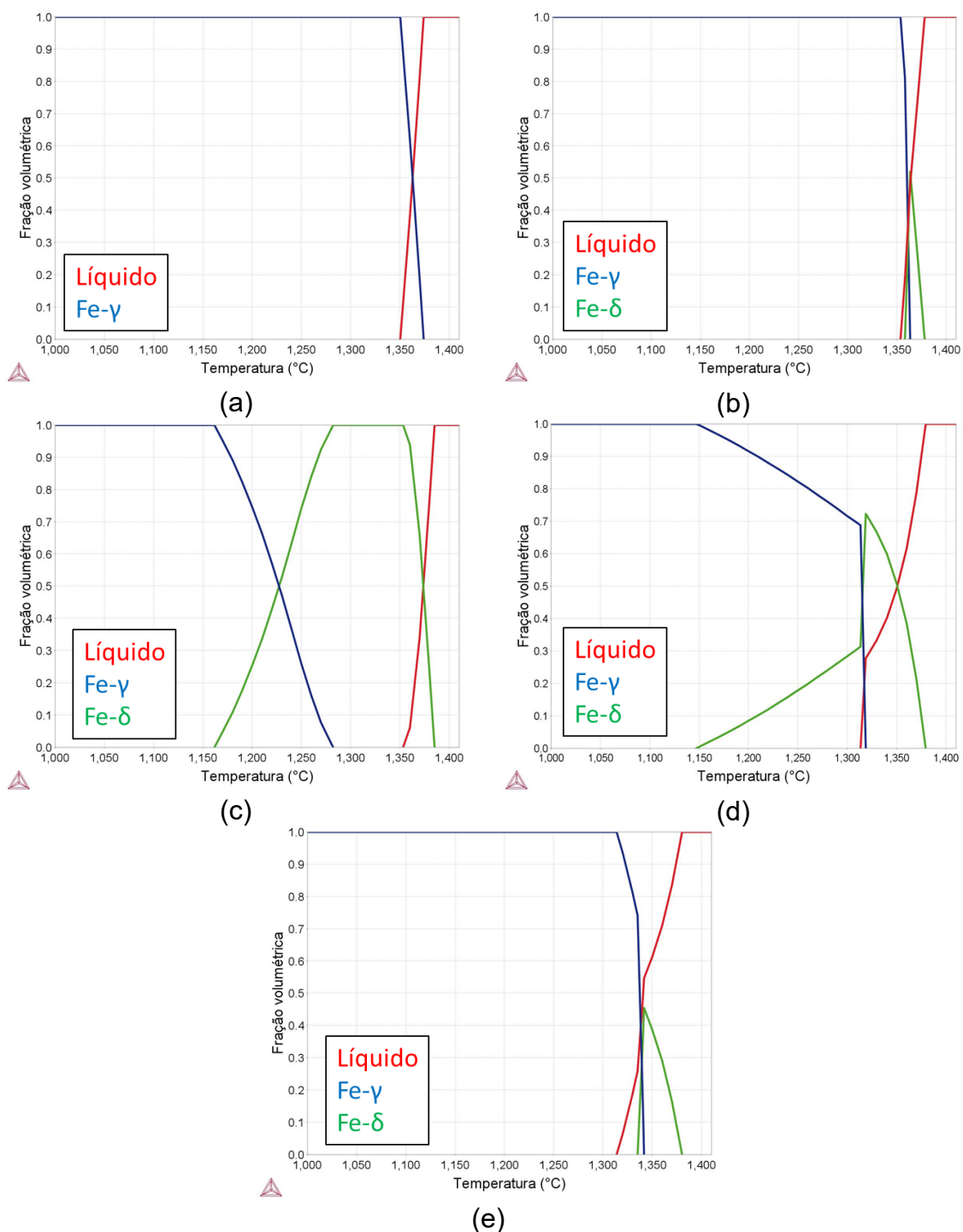


Figura 4.3 – Diagramas de evolução de fases em equilíbrio para as ligas a) 0Al10C; b) 2.5Al10C; c) 5Al10C; d) 5Al3C e e) 5Al6C.

Como pode ser observado, aumentando-se o nível de alumínio (Figuras 4.3a, 4.3b e 4.3c), há uma tendência no aumento da fração de ferrita- $\delta$  como fase primária. Isso se dá pois o alumínio é um elemento ferritizante. A condição com maior teor de alumínio sem a presença de carbono (5Al0C – Figura 4.3c) demonstra o único caso dentre os estudados em que se espera ocorrer solidificação completa na forma de ferrita e posterior transformação em austenita (Fe- $\gamma$ ) via reação em estado sólido. Exceto o sistema sem carbono e sem alumínio, todas as outras ligas solidificam primeiramente na forma ferrítica, com reação peritética para formação da austenita. Apesar disso, a uma certa faixa de temperatura, todas as ligas possuem um campo completamente austenítico após o processo de solidificação. Devido às diferenças observadas nos diagramas, diferentes tamanhos de grão foram esperados após o processo de conformação por spray e, por essa razão, um pós-processamento foi realizado em seguida à fabricação dos lingotes.

A Figura 4.4 apresenta a microestrutura das partículas de *overspray* para as diferentes composições. Adicionalmente, a Figura 4.5 ilustra os difratogramas de raios-X a fim de se verificar as fases formadas nestas partículas. Uma microestrutura dendrítica completamente austenítica foi observada para todos os sistemas, exceto para a liga 5Al0C (Figura 4.4c). Dendritas são esperadas devido às altas taxas de resfriamento associadas à formação destas partículas durante o processo de atomização. Estima-se uma taxa de resfriamento da ordem de  $10^2$  a  $10^4$  K/s para esta etapa. Um elevado superresfriamento térmico ocorre e um gradiente térmico negativo surge na frente de solidificação. Estas condições levam a uma instabilidade na interface sólido/líquido, favorecendo a formação de dendritas ao longo do processo de solidificação. Acredita-se que este fenômeno ocorre para todas as composições químicas deste trabalho, independentemente da fase primária. Contudo, fica claro que a evolução microestrutural para a liga 5Al0C foi diferente em comparação aos outros sistemas. A principal hipótese é a de que as gotas formadas nesta condição solidificaram na forma dendrítica completamente em Fe- $\delta$ , porém com posterior transformação em estado sólido para Fe- $\gamma$ , visto que esta possui uma elevada estabilidade. Esta transformação

em estado sólido faz com que a microestrutura prévia dendrítica já não seja mais distinguível. A presença de picos de difração relacionados ao óxido de ferro está diretamente relacionada à baixa resistência à oxidação, bem como devido à elevada área superficial das partículas.

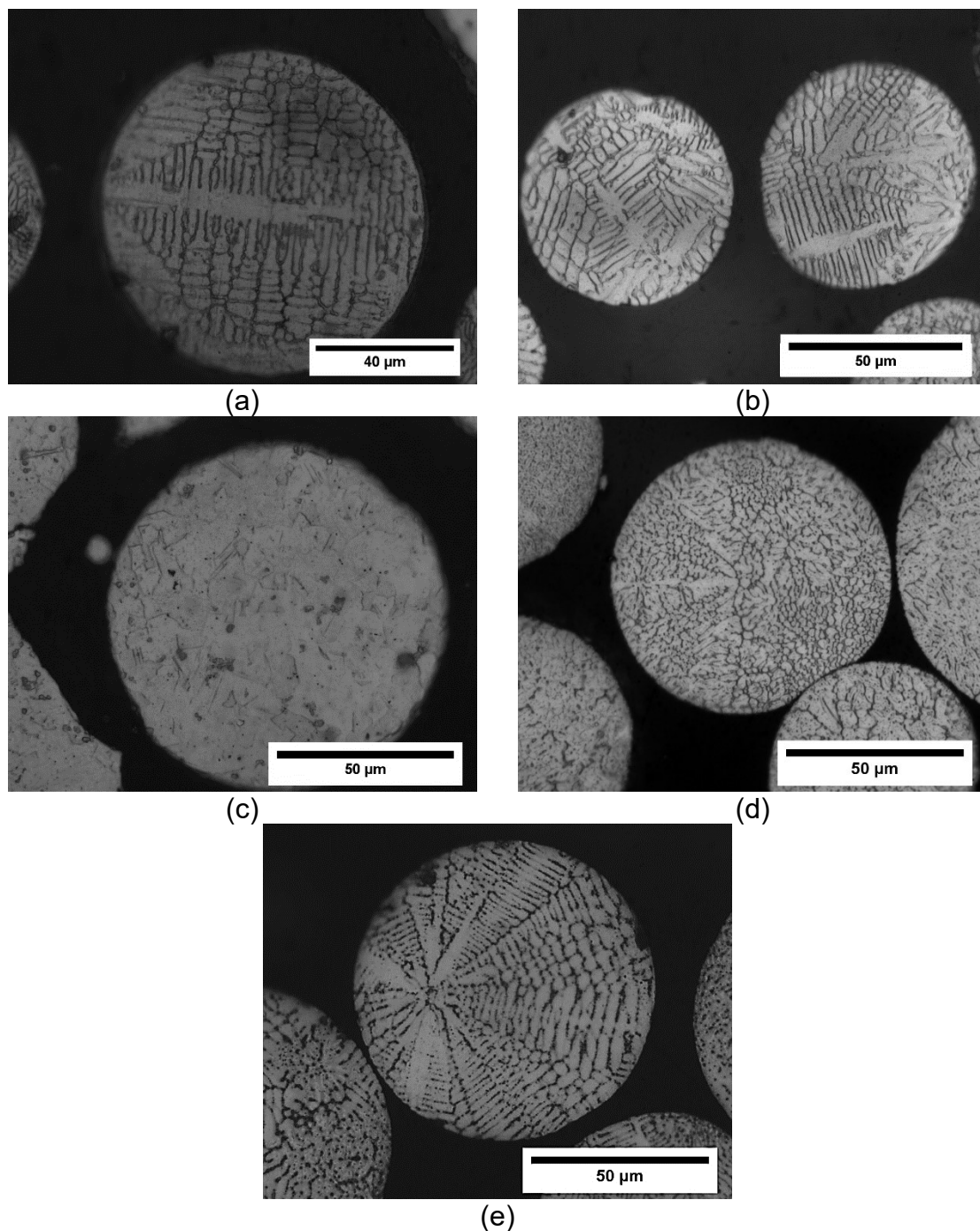


Figura 4.4 – Microestrutura das partículas de *overspray* via microscopia ótica para as ligas a) 0Al0C; b) 2.5Al0C; c) 5Al0C; d) 5Al3C e e) 5Al6C.

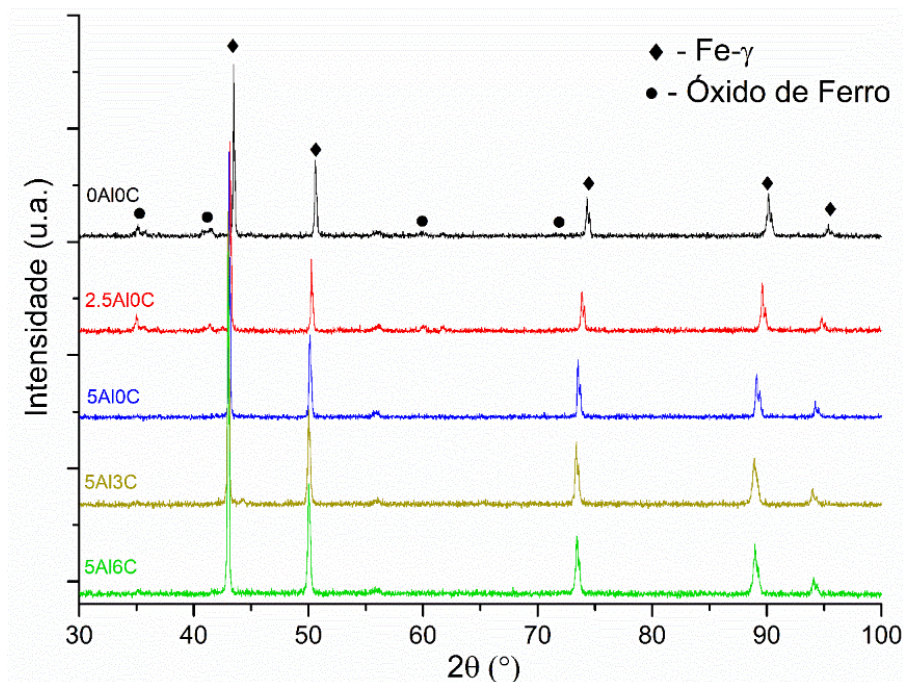


Figura 4.5 – Difratogramas de raios-X das partículas de *overspray*.

As microestruturas dos depósitos estão evidenciadas na Figura 4.6. Conforme pode ser observado, os depósitos cujas partículas de *overspray* permaneceram na forma dendrítica demonstraram microestrutura formada por grãos equiaxiais, sem a existência de maclas de recozimento. Apesar das diferenças nos tamanhos de grão obtidos, este resultado está de acordo com o esperado com relação aos modelos descritos em [61,76,77]. Durante a etapa de consolidação, partículas de diversos tamanhos e condições térmicas atingem a zona de deposição. Gotas de maior diâmetro tendem a permanecer líquidas, gotas menores tendem a estar completamente sólidas e gotas de tamanho intermediário tendem a apresentar ambas as fases, líquida e sólida. Quando estas partículas se misturam durante o processo de deposição, há uma troca de calor entre elas devido a diferença de temperatura e estima-se que um equilíbrio térmico seja atingido em fração de segundos [61]. Para se obter um depósito com menor nível de porosidade, esta temperatura de equilíbrio térmico deve estar acima da temperatura *solidus* da liga [78] e dentro do intervalo de solidificação. Portanto, quando a temperatura da superfície do



depósito atinge o equilíbrio térmico, haverá a refusão parcial das partículas que chegaram sólidas na zona de deposição. As dendritas formadas previamente são parcialmente refundidas, restando assim pequenas partículas sólidas da fase primária que irão atuar como núcleos para o início da solidificação final do depósito. Neste momento, estima-se que o depósito solidifique de forma relativamente lenta, a uma taxa entre 0,1 a 10 K/s. A turbulência na região de deposição leva a uma homogeneização química, além de gerar uma condição no interior do depósito em que não há direção preferencial de extração de calor. Desta forma, os núcleos formados crescem de forma igualitária em todas as direções, levando assim a um depósito homogêneo formado por grãos equiaxiais [61,77]. A Figura 4.7 corresponde à análise via EBSD da liga 0Al0C, evidenciando assim a formação de uma microestrutura formada por grãos austeníticos equiaxiais sem textura.

Por outro lado, a principal hipótese é a de que a liga 5Al0C solidifica inicialmente ferrítica, para posteriormente transformar-se em estado sólido em austenita. A evolução microestrutural demonstrada pela gota (Figura 4.4c) também deve ocorrer para o depósito, de forma que somente após a completa solidificação do lingote é que há a transformação em estado sólido da ferrita em austenita. A temperatura pela qual há a previsão de ocorrência desta transformação (aproximadamente 1280°C, Figura 4.3c) é relativamente alta e, por essa razão, não há a manutenção da ferrita em estado sólido mesmo nas partículas de *overspray*. A relação de orientação entre o crescimento destas fases origina então uma microestrutura formada por contornos retos, assim como evidenciado na formação das gotas.

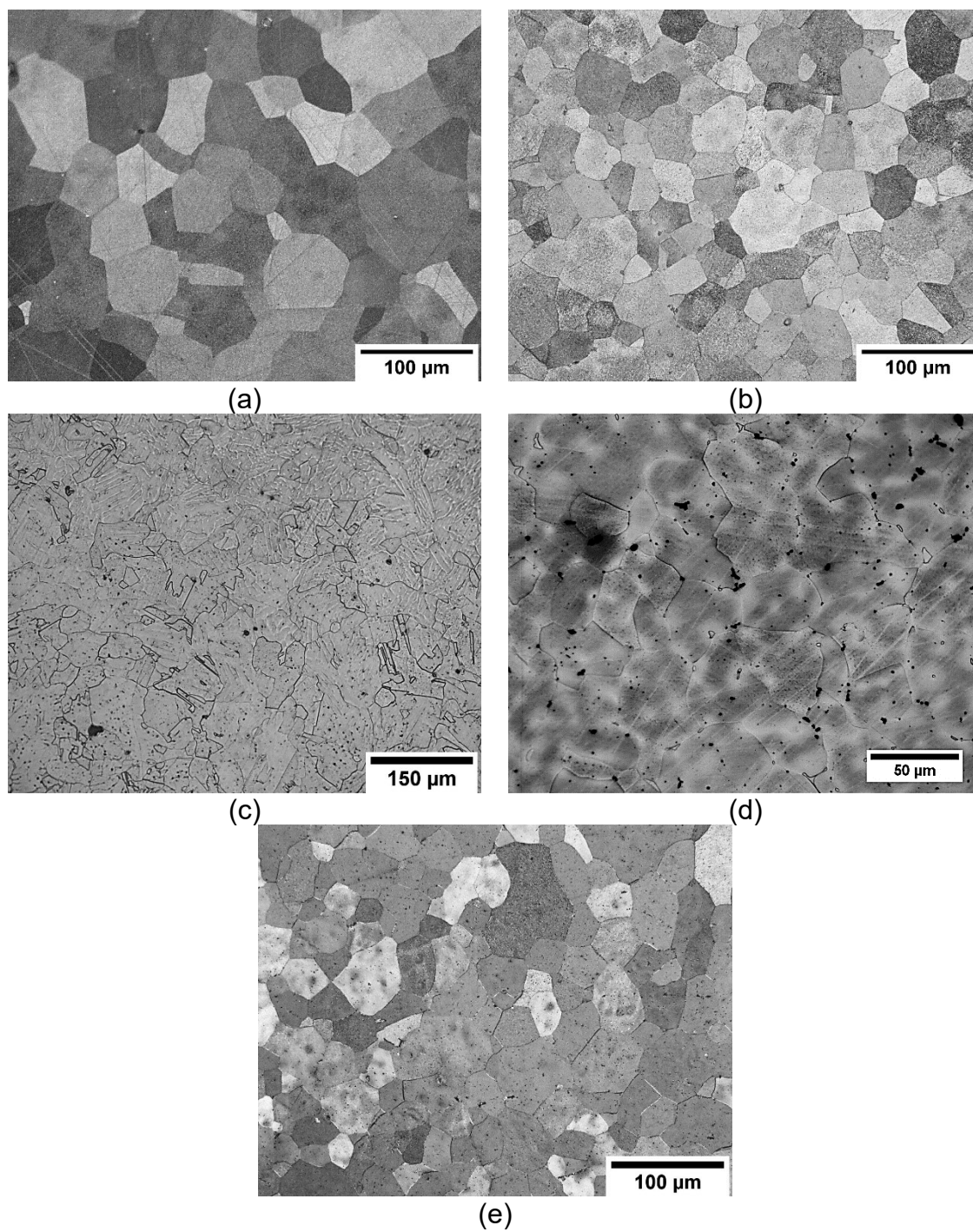


Figura 4.6 – Microestrutura dos depósitos via microscopia ótica para as ligas a) 0Al0C; b) 2.5Al0C; c) 5Al0C; d) 5Al3C e e) 5Al6C.

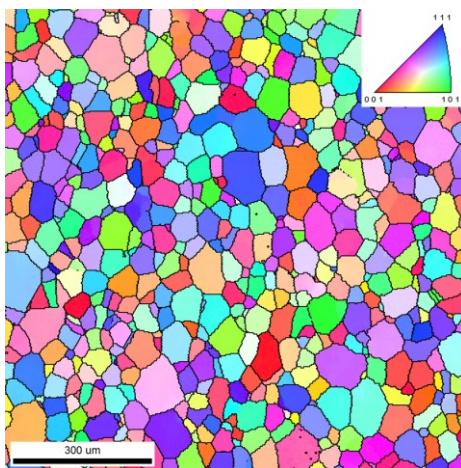


Figura 4.7 – Análise via EBSD do depósito da liga 0Al0C na condição como conformada por spray (mapa de figura de polo inversa, IPF).

A partir de todo o exposto, verifica-se que devido aos diferentes caminhos de solidificação das ligas, não é possível a obtenção de uma microestrutura similar com relação aos diferentes sistemas somente após o processamento via conformação por spray. Apesar desta técnica ser considerada uma das mais avançadas para a obtenção de um material altamente homogêneo sem a presença de textura, processos adicionais devem ser realizados de forma a garantir uma microestrutura similar e comparável para os diferentes sistemas. Conforme destacado anteriormente, tanto o tamanho de grão quanto a textura são fatores que afetam diretamente o comportamento mecânico dos aços de baixa densidade, mais precisamente nos possíveis mecanismos de indução de plasticidade que podem vir a ocorrer.

Portanto, uma etapa de laminação a frio foi realizada a fim de se garantir a possibilidade de um refino dos grãos, bem como obtenção de uma microestrutura que seja equivalente para todas as ligas estudadas. A Figura 4.8 ilustra as microestruturas dos depósitos após laminação a frio com redução de 50% da espessura da chapa. Vale ressaltar que para todas as imagens, a direção de laminação corresponde à direção vertical. É possível observar que todas as ligas, independentemente do tamanho de grão ou da composição química, geraram estruturas semelhantes à maclas de deformação, cuja principal característica é o formato lenticular, atravessando toda a extensão do grão no qual foram desenvolvidas.

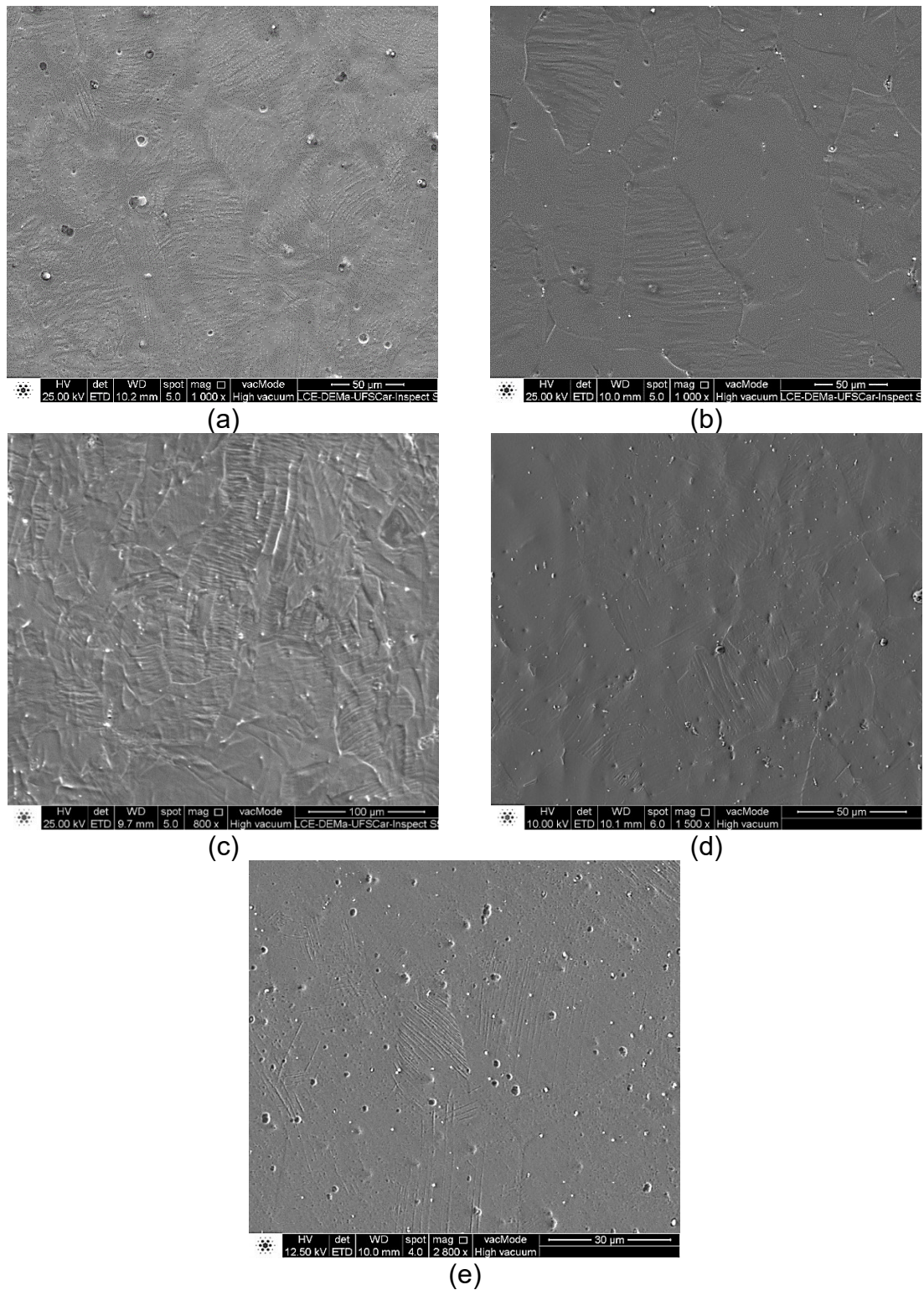


Figura 4.8 – Microestrutura dos materiais laminados a frio: a) 0Al0C; b) 2.5Al0C; c) 5Al0C; d) 5Al3C e 5Al6C.

#### 4.4 Curvas de recristalização e microestrutura recristalizada

A fim de se obter uma microestrutura livre de deformação após processamento mecânico, foi necessária a realização de um tratamento térmico de recozimento para indução da recristalização do material. O principal objetivo desta etapa foi o de refinar e uniformizar os grãos provenientes do processo de conformação por spray. A Figura 4.9 ilustra o comportamento das ligas para os diferentes teores de alumínio com relação à temperatura de tratamento térmico.

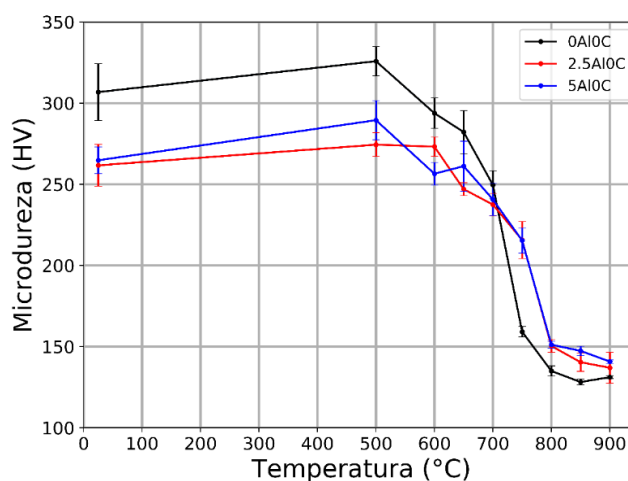


Figura 4.9 – Influência do alumínio nas curvas de microdureza em função da temperatura de recozimento para as ligas 0Al0C, 2.5Al0C e 5Al0C.

A partir das curvas apresentadas pela Figura 4.9 é possível verificar que o comportamento foi semelhante para os diferentes sistemas, independente do teor de alumínio adicionado. A Figura 4.10 ilustra as microestruturas da liga 2.5Al0C para diferentes temperaturas de tratamento térmico. É possível verificar que a microestrutura do material tratado a 500°C é basicamente a mesma com relação ao material laminado (Figura 4.10a). Para uma temperatura de tratamento térmico de 750°C (Figura 4.10b) já é possível verificar regiões em que há a formação de novos grãos. Esta microestrutura é típica de um material parcialmente recristalizado, em que é possível distinguir as regiões em que se percebe ainda o efeito da conformação a frio, bem como

regiões em que já foram nucleados novos grãos. Por fim, para um tratamento térmico a 900°C (Figura 4.10c), uma microestrutura completamente recristalizada é obtida, com tamanho de grão consideravelmente inferior com relação ao material inicial.

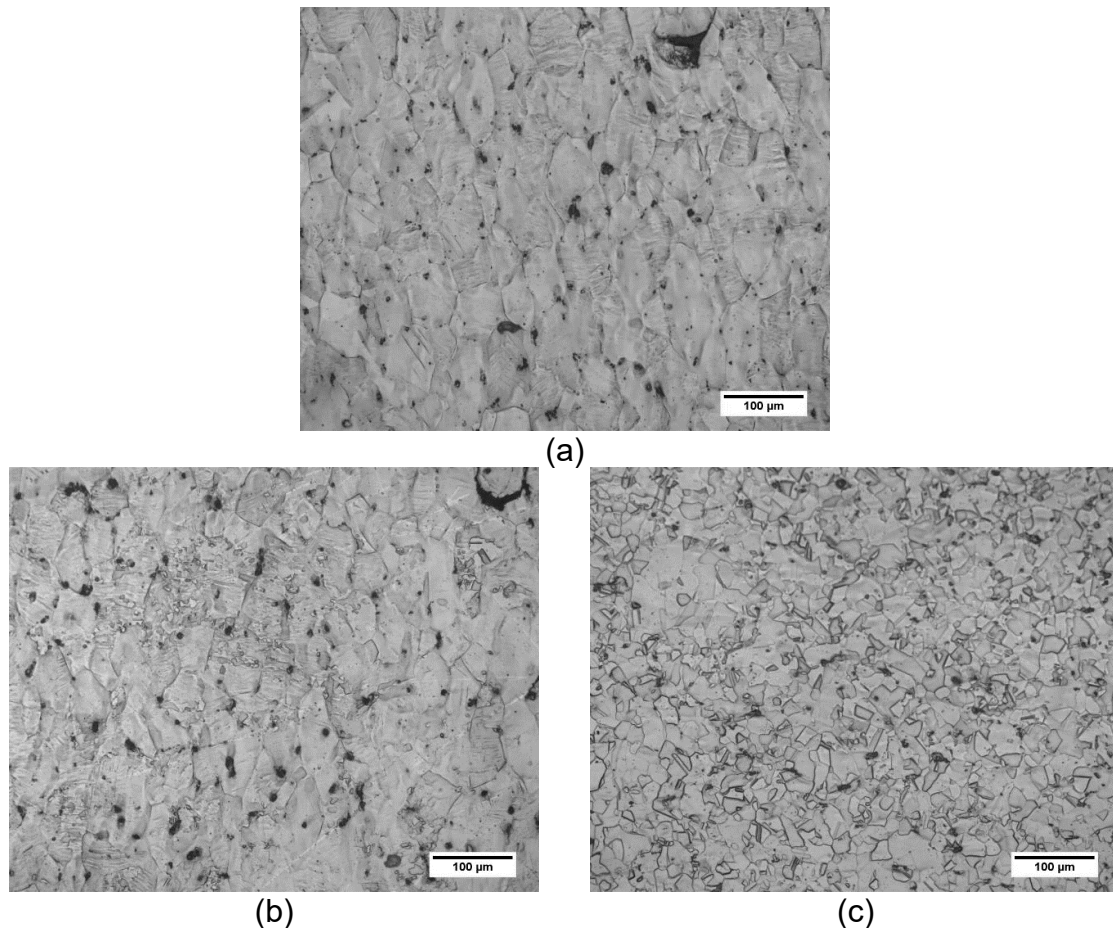


Figura 4.10 – Microestrutura da liga 2.5Al0C para diferentes temperaturas de tratamento térmico: a) 500°C; b) 750°C e c) 900°C.

A Figura 4.11 ilustra o efeito do carbono nas curvas de microdureza. É possível observar que apesar do formato da curva ser relativamente semelhante, com ponto de inflexão aproximadamente na mesma região para todos os sistemas, os valores de dureza obtidos foram consideravelmente superiores para os sistemas com maior adição de C. Isso se dá principalmente devido ao efeito endurecedor por solução sólida do carbono (superior ao do alumínio, conforme é possível comparar com a Figura 4.9). Conforme apresentado pelos cálculos de previsão da tensão de escoamento, o efeito

endurecedor do carbono é superior ao efeito do alumínio quando em solução sólida, e este comportamento foi observado pelas curvas de dureza. Os resultados obtidos até então indicam que é possível obter uma microestrutura completamente recristalizada para um tratamento térmico realizado na região próxima a 850°C. Portanto, esta foi a temperatura escolhida para o recozimento de todas as chapas laminadas a frio.

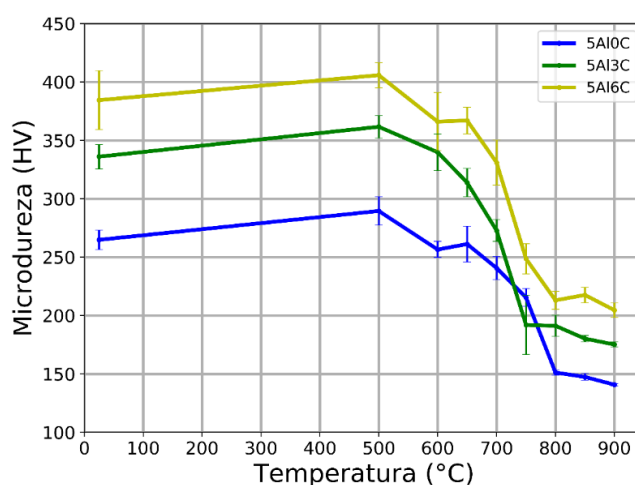


Figura 4.11 – Influência do carbono nas curvas de microdureza em função da temperatura de recozimento para as ligas 5Al0C, 5Al3C e 5Al6C.

A Tabela 4.4 indica o tamanho de grão das ligas após o tratamento térmico realizado. É possível verificar que todos os sistemas apresentaram tamanho de grão equivalente, gerando assim microestruturas que podem ser comparáveis com relação ao comportamento mecânico.

Tabela 4.4 – Tamanho de grão (valores em  $\mu\text{m}$ ) obtido após tratamento térmico.

	0Al0C	2.5Al0C	5Al0C	5Al3C	5Al6C
Tamanho de grão	8,8	11,2	10,2	9,3	9,0
Desvio padrão	0,8	1,7	1,9	0,9	1,6

Um efeito adicional a ser analisado é a presença ou não de textura no material recristalizado. Portanto, realizou-se a caracterização via EBSD das

amostras tratadas termicamente. As Figuras 4.12 a 4.16 ilustram os resultados, em que é possível observar que um pequeno nível de textura foi adquirido para todos os sistemas. As ligas com maior teor de carbono (5Al3C e 5Al6C, Figuras 4.15 e 4.16 respectivamente) apresentaram um maior nível com relação às outras três ligas sem adição de carbono. Vale um destaque para o resultado obtido para a amostra 5Al0C, cuja microestrutura após o processamento via conformação por spray se mostrou completamente distinta das demais e, que após o processamento termomecânico, apresentou microestrutura formada por grãos semelhantes às demais ligas.

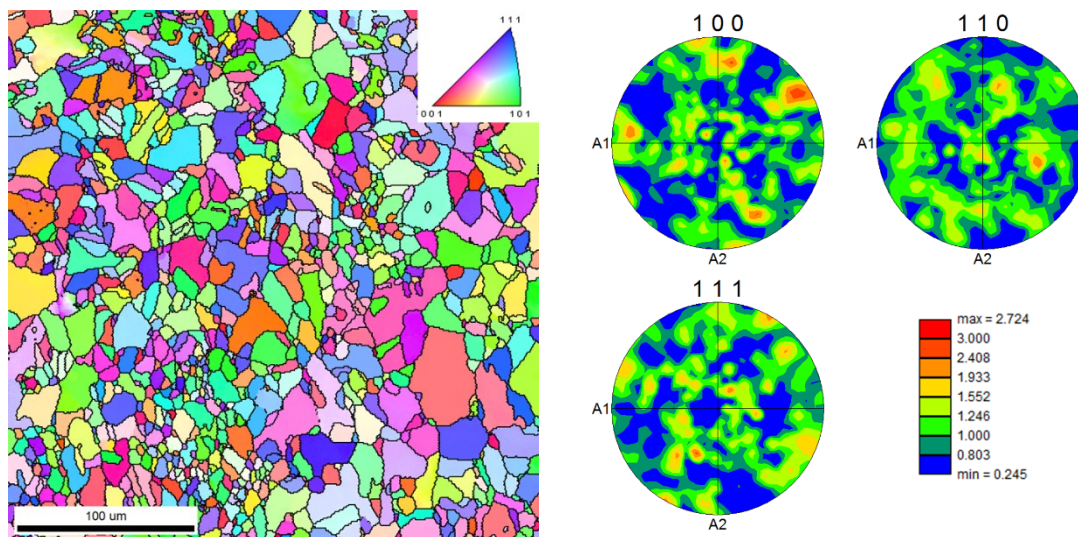


Figura 4.12 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da presença de textura para a liga 0Al0C.



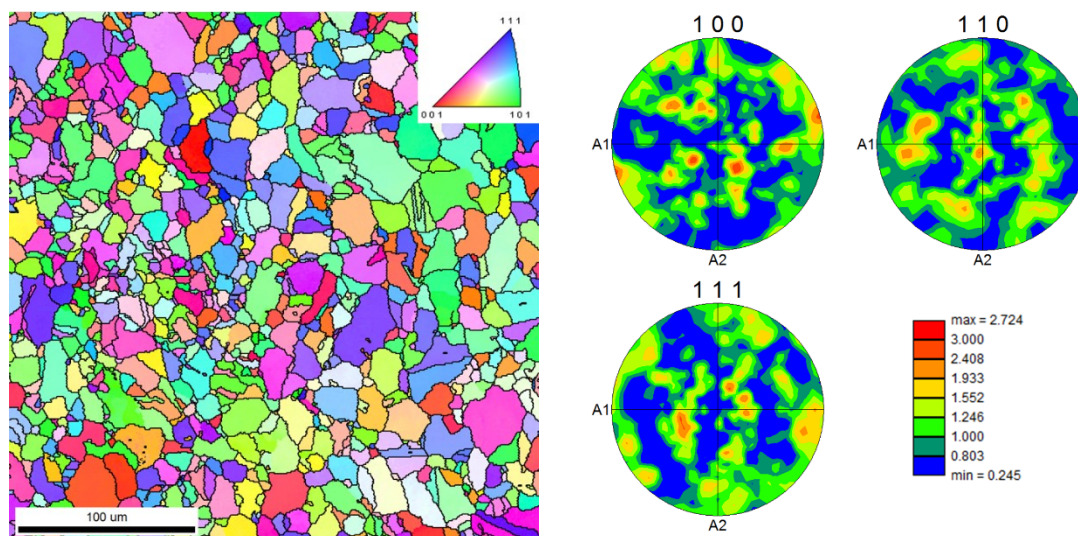


Figura 4.13 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da presença de textura para a liga 2.5Al0C.

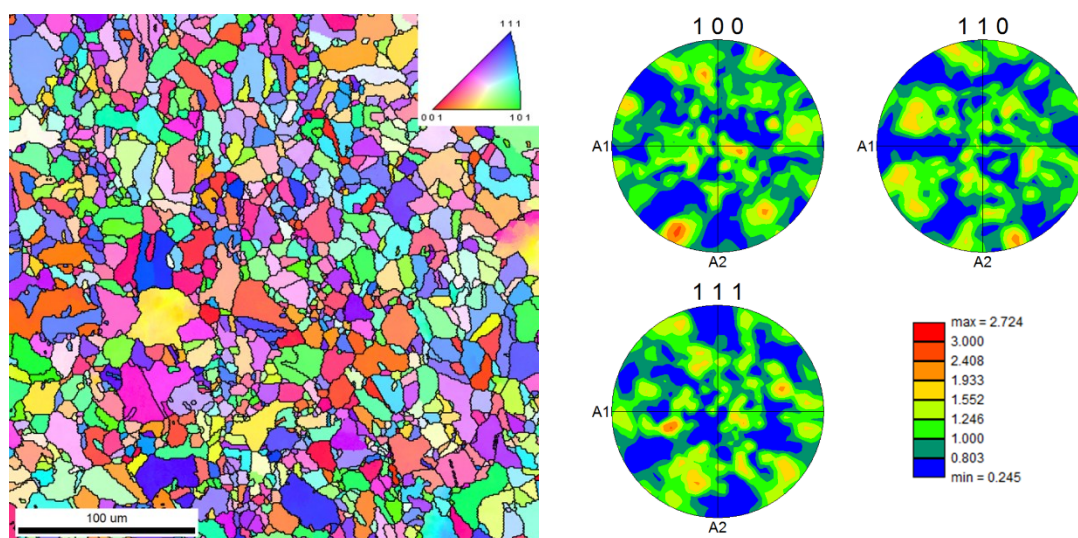


Figura 4.14 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da presença de textura para a liga 5Al0C.

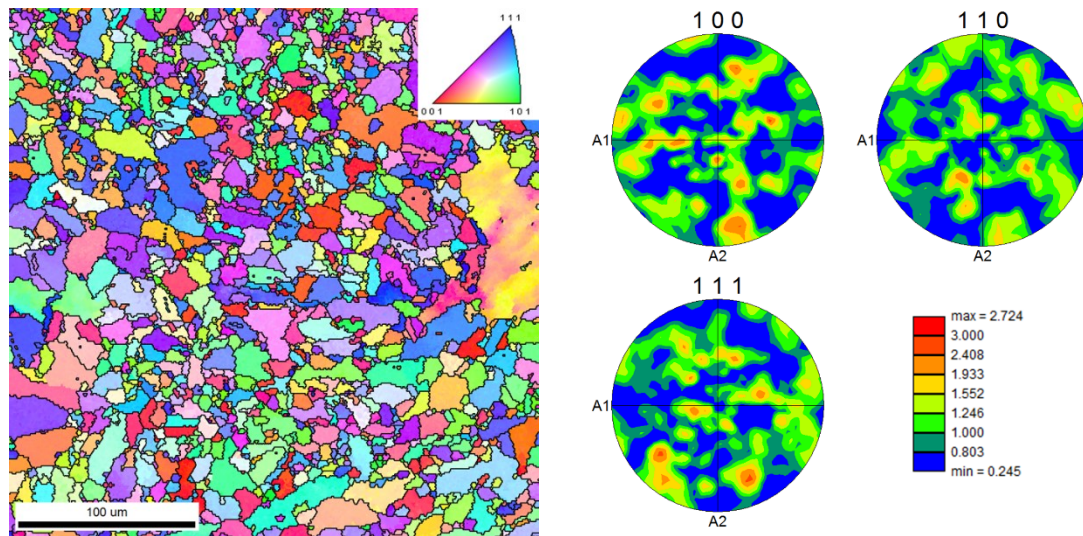


Figura 4.15 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da presença de textura para a liga 5Al3C.

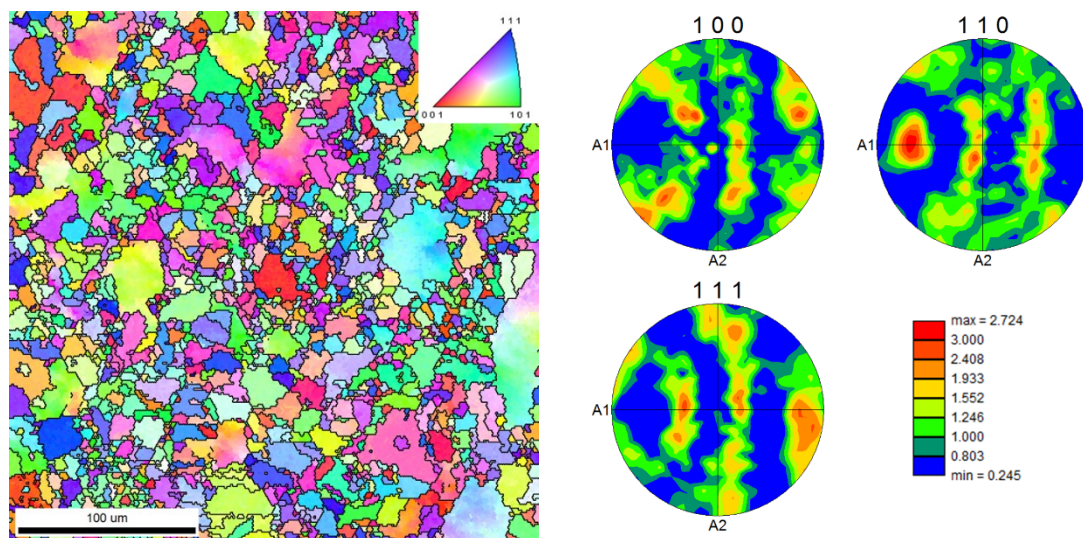


Figura 4.16 – Figura de polo inversa com contraste dos contornos de grão, juntamente com mapas de figuras de polo com indicação da textura para a liga 5Al6C.

#### 4.5 Densidade teórica das ligas

Conforme destacado anteriormente, os aços de baixa densidade apresentam menor densidade principalmente devido à alteração no parâmetro de rede e adição de elementos de liga mais leves que o ferro na liga. As densidades teóricas dos sistemas foram obtidas a partir da determinação do

parâmetro de rede via difração de raios-X dos depósitos (aplicação da Lei de Bragg em todos os picos presentes e obtenção da média aritmética entre os valores) e massa molar média dos elementos. A Tabela 4.5 indica a densidade obtida para cada um dos sistemas estudados. É possível observar o efeito que o alumínio possui na redução da densidade do material final. Devido a presença de um elevado grau de porosidade fechada (interna sem conexão com a superfície), a densidade não foi determinada experimentalmente via método de Arquimedes.

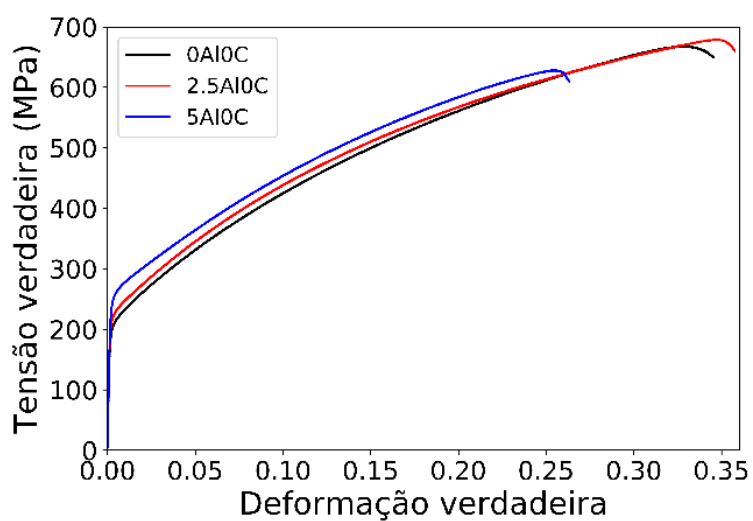
Tabela 4.5 – Densidade teórica dos sistemas estudados.

	Densidade teórica (g/cm <sup>3</sup> )
0Al0C	7,81
2.5Al0C	7,54
5Al0C	7,26
5Al3C	7,06
5Al6C	7,05

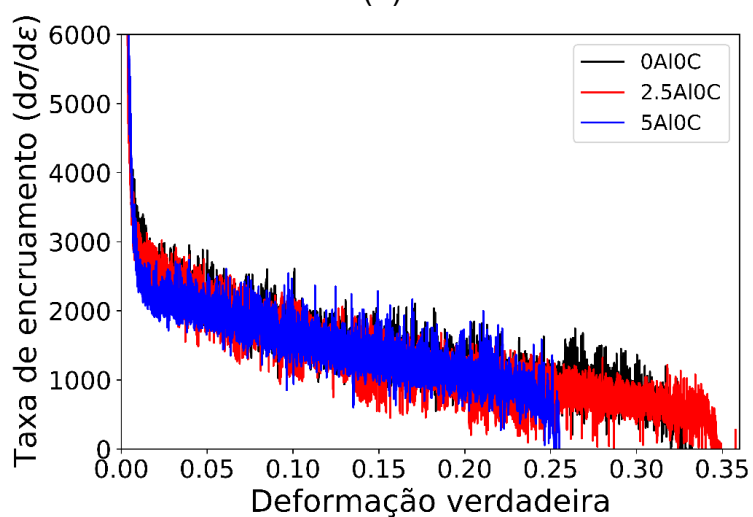
#### 4.6 Ensaios de tração

A Figura 4.17a ilustra o comportamento mecânico dos aços em função do teor de alumínio para as ligas 0Al0C, 2.5Al0C e 5Al0C. Pode-se observar que devido à presença intrínseca de porosidade nas amostras conformadas por spray, os valores de deformação foram inferiores aos descritos na literatura para sistemas com tamanho de grão e composição equivalentes [10]. Apesar disso, este resultado não foi crucial para a avaliação do comportamento mecânico dos aços em questão pois, caso presentes, os efeitos de incremento de plasticidade surgem em regiões de menores níveis de deformação em comparação com os valores obtidos neste trabalho. Um ligeiro aumento na tensão de escoamento foi obtido a partir da adição de alumínio conforme previsto pelos modelos teóricos.

A Figura 4.17b ilustra as curvas de taxa de encruamento em função da deformação verdadeira. Percebe-se um comportamento semelhante para todas as ligas, independentemente do teor de alumínio. Ou seja, a adição deste elemento, a qual está associada a um aumento considerável no valor de EFE, não afetou o comportamento mecânico das ligas com elevado teor de manganês. Vale ressaltar que não há na literatura um estudo observando somente o efeito do alumínio sem que haja a presença de outros elementos como o carbono ou o silício. A não observação de uma diferença nas taxas de encruamento leva a uma interpretação de que não houve uma variação nos mecanismos de plasticidade e de evolução microestrutural ao longo do ensaio de tração. Em nenhum dos sistemas foi observado o fenômeno de DSA (*dynamic strain aging*) também descrito como efeito PLC (*Portevin-Le Chatelier*), corroborando com a teoria de que este mecanismo está diretamente relacionado à movimentação de átomos de carbono para regiões dentro dos campos de tensões associados às discordâncias móveis no material.



(a)



(b)

Figura 4.17 – Influência do Al no comportamento em tração. a) Curvas de tensão e deformação verdadeiras e b) curva de taxa de encruamento em função da deformação.

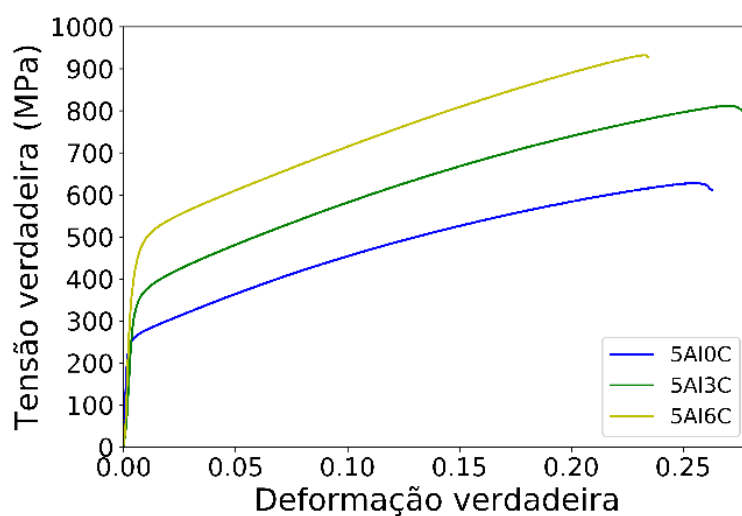
A Tabela 4.6 indica os principais valores obtidos a partir do ensaio de tração para os diferentes sistemas variando o teor de alumínio. Há também um comparativo com relação ao valor previsto pelo modelo de previsão da tensão de escoamento do material. Pode-se verificar que o modelo utilizado foi relativamente bem-sucedido na previsão da tensão de escoamento final do material em função do teor de alumínio.

Tabela 4.6 – Propriedades mecânicas dos sistemas em função do teor de Al.

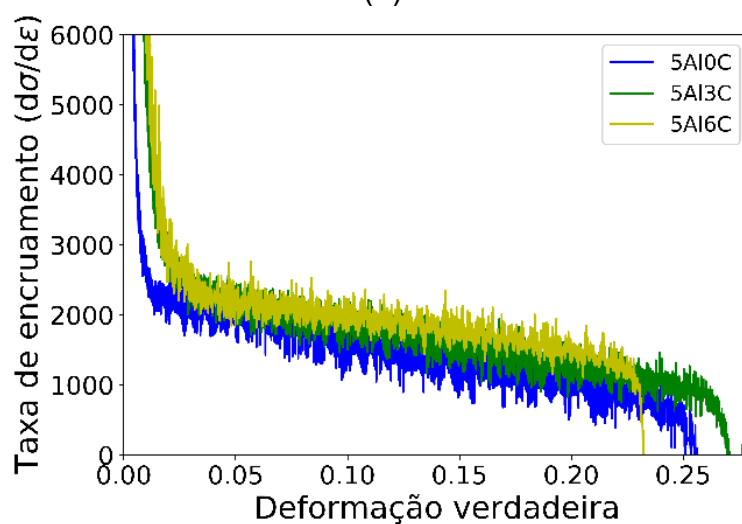
	$\sigma_{0.02}$ previsto	$\sigma_{0.02}$	LRT	Alongamento final
0Al0C	209 MPa	207 MPa	484 MPa	42.5%
2.5Al0C	228 MPa	236 MPa	497 MPa	37.5%
5Al0C	242 MPa	253 MPa	488 MPa	30.9%

A Figura 4.18a ilustra o efeito do carbono no comportamento mecânico das ligas com 5% m. de Al. Primeiramente, é possível observar a maior influência na tensão de escoamento e maiores níveis de tensão puderam ser observados. A presença do carbono como elemento intersticial leva a uma deformação na rede que atua como um obstáculo mais eficiente à movimentação das discordâncias com relação a presença do alumínio. Vale lembrar que para estes aços, buscou-se manter a energia de falha de empilhamento teórica nos mesmos níveis.

As curvas de taxa de encruamento (Figura 4.18b) não demonstraram uma variação significativa entre si com relação ao formato da curva, porém, é possível observar que as ligas com maior teor de carbono apresentaram maiores valores de taxas de encruamento para todos os níveis de tensão. Este resultado era esperado, conforme foi apresentado anteriormente. A partir do estudo de aços com EFE equivalentes, avaliou-se o efeito do carbono e a presença deste elemento intersticial aumentou a capacidade do material de encruar (ou seja, elevou a taxa de encruamento para todos os níveis de deformação), fazendo assim com que o material apresentasse uma maior densidade de discordâncias na estrutura final. A principal explicação para este fenômeno consiste na interação dos átomos de carbono com as discordâncias, dificultando assim a ocorrência do fenômeno de escorregamento transversal e, portanto, levando a um acúmulo de discordâncias em planos específicos [22].



(a)



(b)

Figura 4.18 – Influência do C no comportamento em tração. a) Curvas de tensão e deformação verdadeiras e b) curva de taxa de encruamento em função da deformação.

A Tabela 4.7 indica os valores obtidos com relação às propriedades mecânicas em função do teor de carbono. É possível verificar que o modelo para previsão da tensão de escoamento foi relativamente bem-sucedido para os menores teores de carbono, porém, ficou aquém com relação ao maior teor (0,6%*m.*).

Tabela 4.7 – Propriedades mecânicas dos sistemas em função do teor de C.

	$\sigma_{0.02}$ previsto	$\sigma_{0.02}$	LRT	Alongamento final
5Al0C	242 MPa	253 MPa	488 MPa	30.9%
5Al3C	350 MPa	343 MPa	622 MPa	33.5%
5Al6C	387 MPa	439 MPa	739 MPa	26.4%

#### 4.7 Superfície de fratura e microestrutura após ensaio de tração

As superfícies de fratura de todos os sistemas estão representadas pela Figura 4.19. É possível observar que independentemente dos níveis de porosidade obtidos, a fratura de todos os sistemas se deu de forma dúctil com a presença de *dimples* bem definidos em todas as amostras.



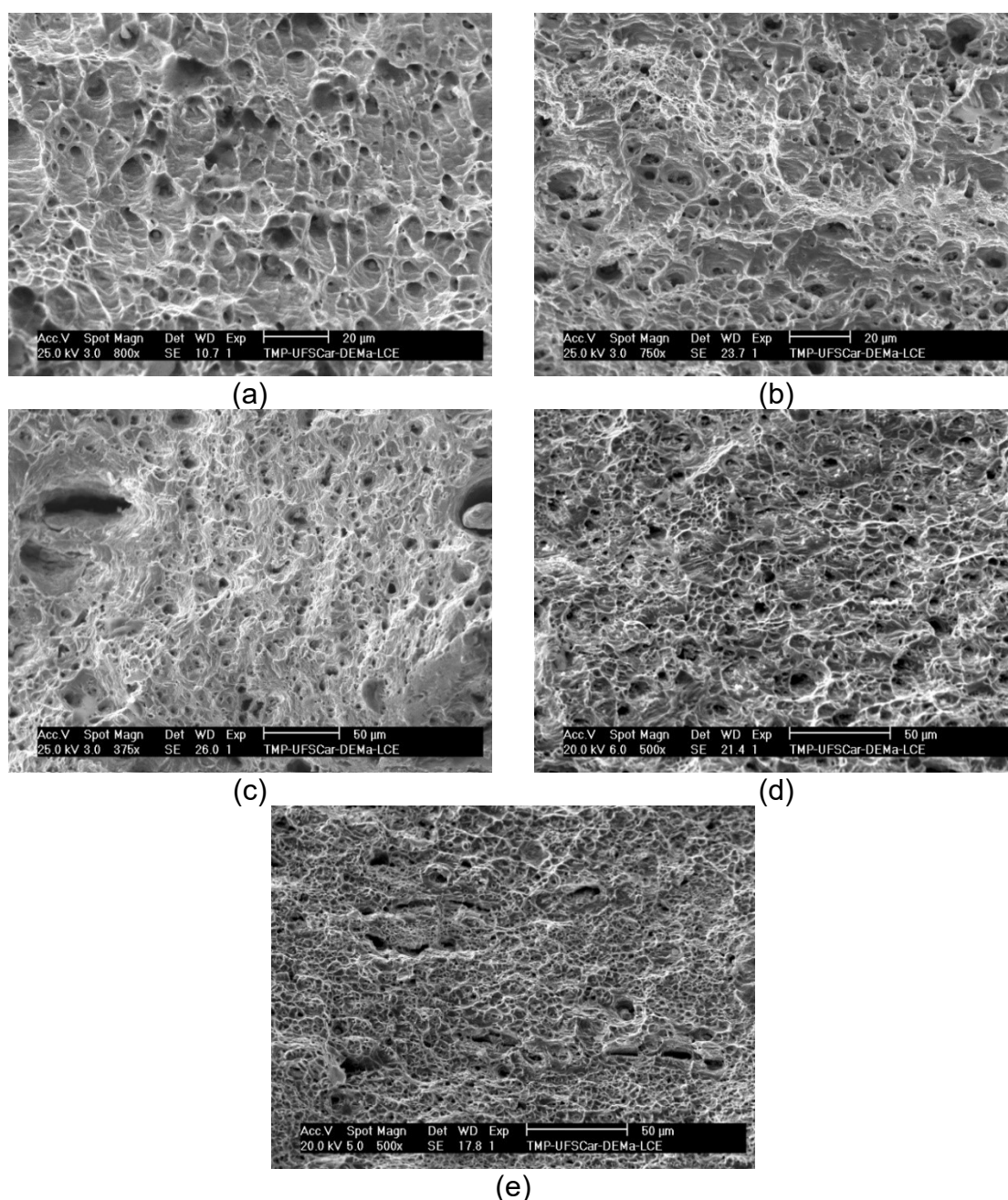


Figura 4.19 – Superfície de fratura das amostras a) 0AlO<sub>3</sub>C; b) 2.5AlO<sub>3</sub>C; c) 5AlO<sub>3</sub>C; d) 5Al<sub>3</sub>C e e) 5Al<sub>6</sub>C.

A Figura 4.20 ilustra a microestrutura da liga 0AlO<sub>3</sub>C na direção de solicitação de tração (secção longitudinal). Já a Figura 4.21 ilustra a estrutura de discordâncias observadas no material após a fratura. Após uma análise criteriosa por diversos grãos, não foi possível detectar a presença de maclas de deformação no material. Portanto, caso haja o surgimento destas estruturas, elas não estão presentes em larga escala e sua contribuição deve ser

relativamente pequena para o comportamento mecânico geral desta liga. O padrão de difração de elétrons na Figura 4.21a indica o eixo de zona [100], sendo um dos eixos indicados para a observação da estrutura de discordâncias no material. Já o padrão de difração presente na Figura 4.21b (eixo de zona [110]) indica que a estrutura observada não possui maclas visto que não existem as reflexões características para este tipo de estrutura. Estes resultados indicam então que o material fraturado apresentou um arranjo de discordâncias no formato de células, sem a presença de maclas de deformação. Assim sendo, mesmo tendo o menor valor de EFE dentre os materiais estudados, a presença de maclas não foi observada nestes materiais, tampouco a presença de martensita- $\epsilon$ .

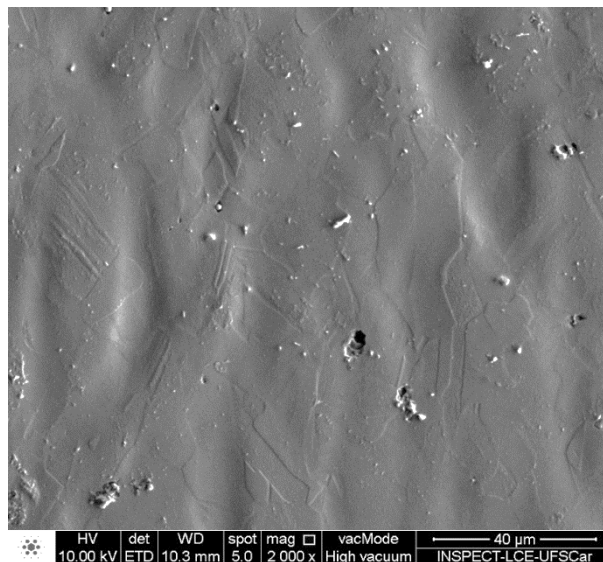


Figura 4.20 – Microestrutura da amostra da liga 0Al0C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de solicação em tração.

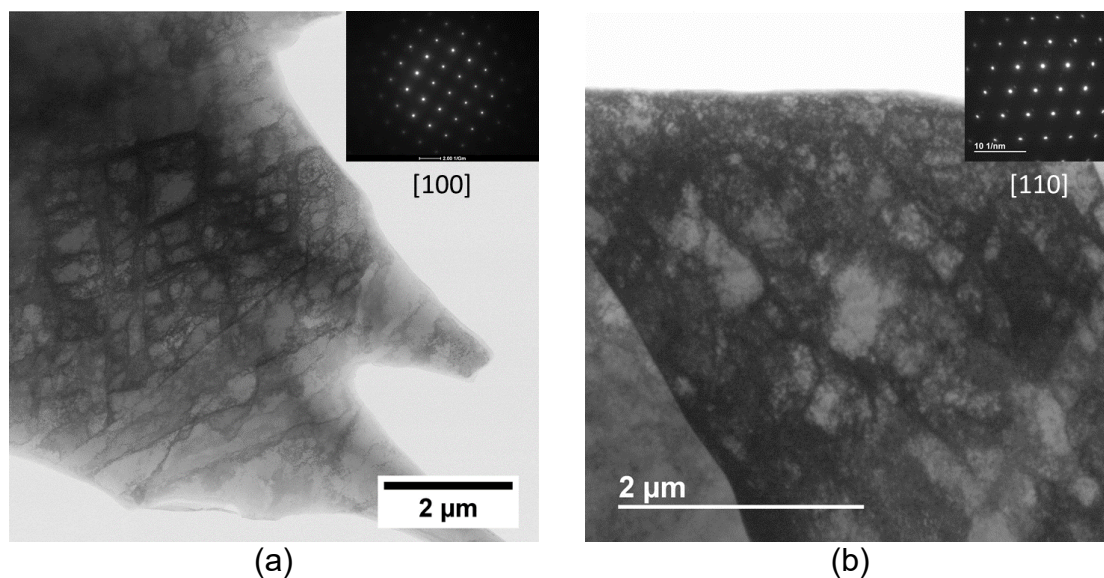


Figura 4.21 – Imagens de campo claro - MET da amostra 0Al0C fraturada. Imagens obtidas nos eixos de zona a) [100] e b) [110].

Conforme observado para a liga 0Al0C, a microestrutura da liga 2.5Al0C após ensaio de tração também não apresentou maclas de deformação, vide a Figura 4.22. O surgimento de uma estrutura celular de discordâncias também foi observado por MET, sem que houvesse a observação de maclas de deformação em regiões próximas à fratura do corpo de prova. A Figura 4.23 ilustra a estrutura de discordâncias observada. Novamente, diversos grãos foram analisados, porém, nenhum apresentou estruturas de maclas.

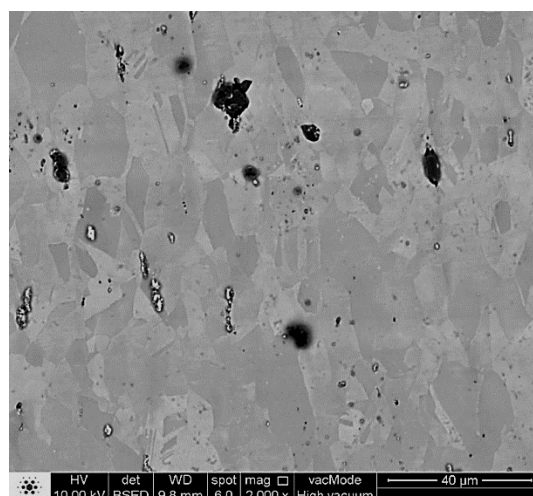


Figura 4.22 – Microestrutura da amostra da liga 2.5Al0C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de sollicitação em tração.

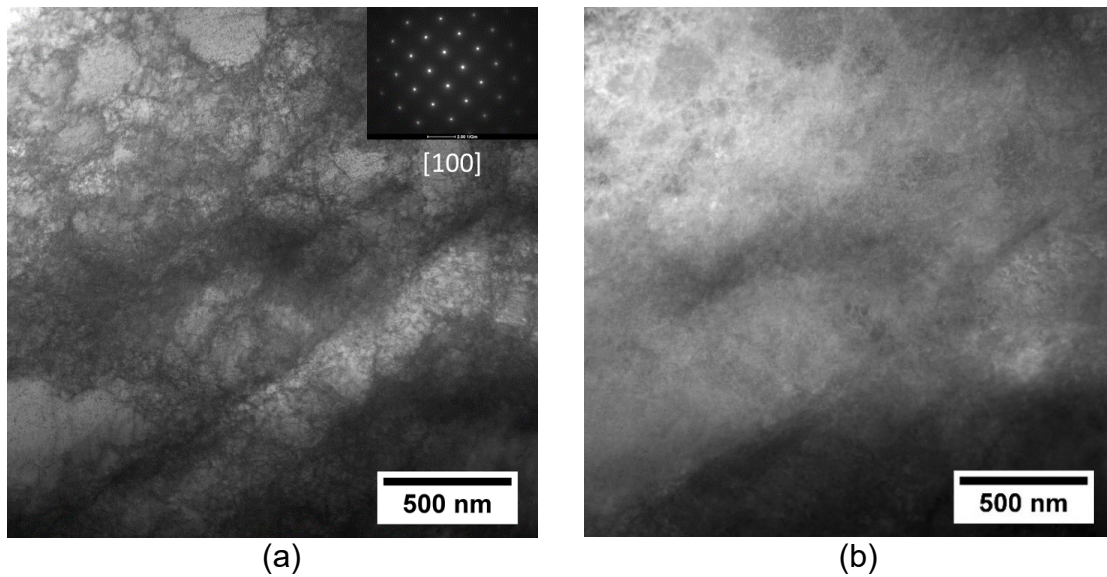


Figura 4.23 – Imagens obtidas via METV da liga 2.5Al0C após tração. Imagem em a) campo claro e em b) campo escuro.

Com o aumento da EFE, espera-se que o fenômeno de escorregamento transversal seja mais pronunciado e haja uma maior facilidade na formação de células ao longo da deformação. Adicionalmente, maiores valores de EFE levam a uma menor probabilidade na formação de maclas de deformação. As Figuras 4.24 e 4.25 ilustram o comportamento da liga 5Al0C, um dos sistemas que possuem o maior valor de EFE estimada ( $57 \text{ mJ/m}^2$ ). Novamente, é possível observar que não houve a formação de maclas ou martensita, sendo predominante um arranjo de discordâncias na forma de células bem definidas.

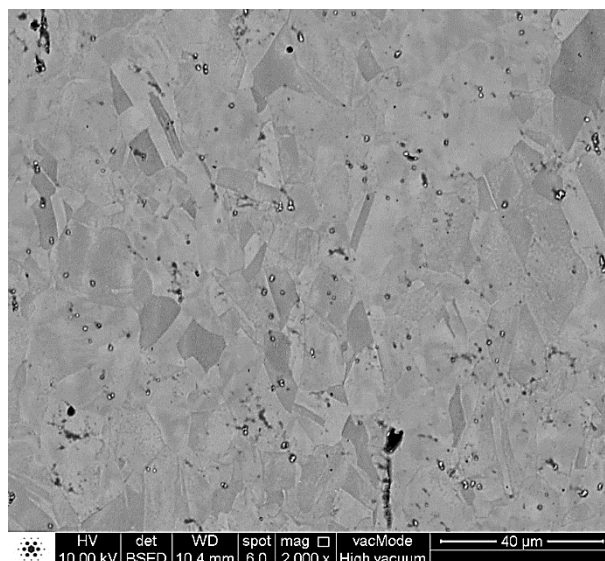


Figura 4.24 – Microestrutura da amostra da liga 5Al0C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de solicação em tração.

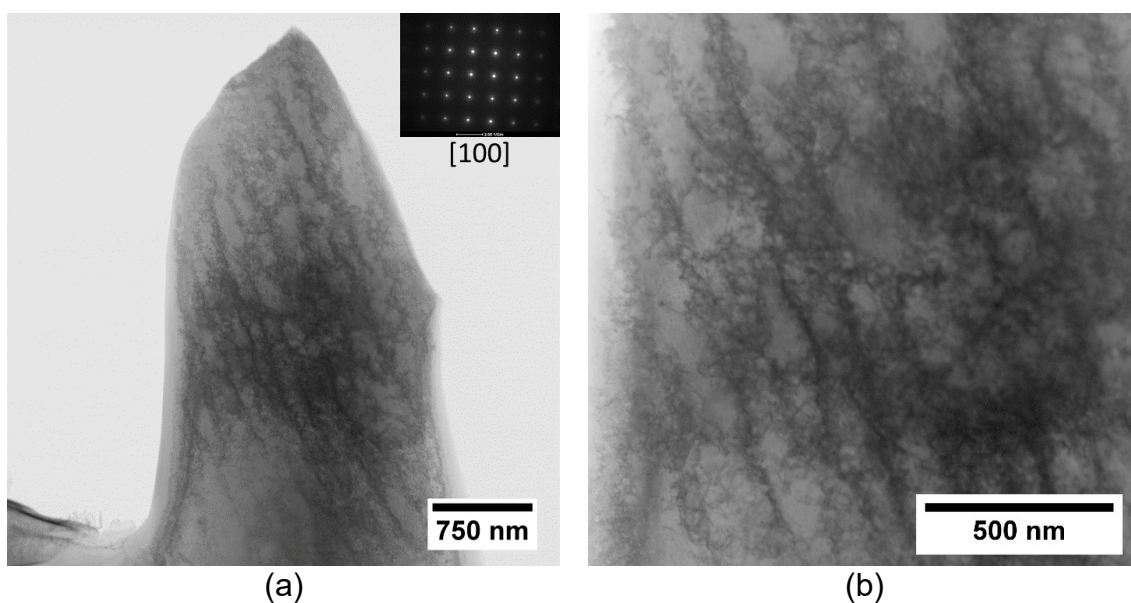


Figura 4.25 – Imagens em campo claro da estrutura de discordâncias após fratura da amostra 5Al0C. a) visão geral e b) detalhes da estrutura de células.

Neste momento, vale destacar que após a laminação, todas as ligas apresentaram maclas de deformação em sua estrutura (Figura 4.8). A principal hipótese que explica este comportamento é o fato de que os grãos eram relativamente maiores, assim como a compressão associada ao cisalhamento

causadas pelo processo de laminação pode ter gerado um estado de tensão com uma tensão de cisalhamento máxima que pode ter superado os valores obtidos pelos ensaios de tração aqui representados. Desta forma, a tensão de cisalhamento resolvida crítica para a ocorrência do fenômeno TWIP foi atingida para esta condição de processamento.

A adição de carbono foi realizada com o principal intuito de observar o seu efeito nos mecanismos de deformação, sem que fosse alterada de forma significativa a EFE. A liga 5Al3C apresentou um valor de  $64 \text{ mJ/m}^2$ , bem acima do limite previsto para o surgimento de maclas de deformação. Porém, como é possível observar pelas Figuras 4.26 e 4.27, maclas de deformação foram observadas em diversas regiões do material. O surgimento das maclas neste material leva a um resultado até então ainda não reportado na literatura, visto que nenhum trabalho investigou o efeito do carbono de forma sistemática como foi realizado neste trabalho. Lee et al. [10] observaram que é possível uma alteração do mecanismo de deformação com relação ao teor de carbono, porém, neste caso não havia a presença de alumínio na liga e a EFE estimada foi inferior à reportada no presente trabalho. Segundo estes autores, um incremento no teor de carbono levou a uma alteração da ocorrência do fenômeno TRIP para o fenômeno TWIP. A principal teoria envolvida foi a de que, mesmo mantendo o nível de EFE, o carbono elevou a estabilidade da austenita, reduzindo assim a força motriz para a formação de martensita por deformação.

Apesar de todo o exposto, os principais modelos utilizados para a previsão da forma de nucleação das maclas se dá a partir do ancoramento de uma das discordâncias parciais de Shockley. Em [45], observa-se que para a ocorrência da sobreposição de falhas de empilhamento, é necessário que uma das discordâncias parciais esteja ancorada, portanto, imóvel, com relação à matriz. Neste ínterim, pode-se levantar a teoria de que o carbono possui efeito fundamental no ancoramento destas discordâncias. Apesar disso, existem sistemas descritos na literatura em que há a presença de efeito TWIP, porém, sem a presença de carbono [79]. Porém nestes aços, há a adição de silício,

sendo que este elemento é comumente descrito na literatura como elemento eficaz na redução da EFE das ligas Fe-Mn.

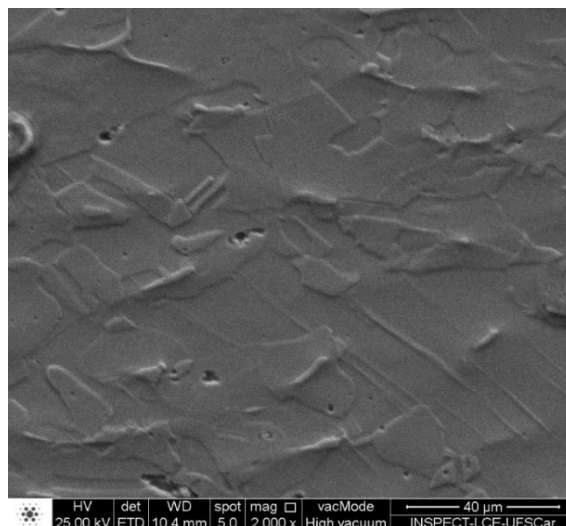


Figura 4.26 – Microestrutura da amostra da liga 5Al3C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de solicação em tração.

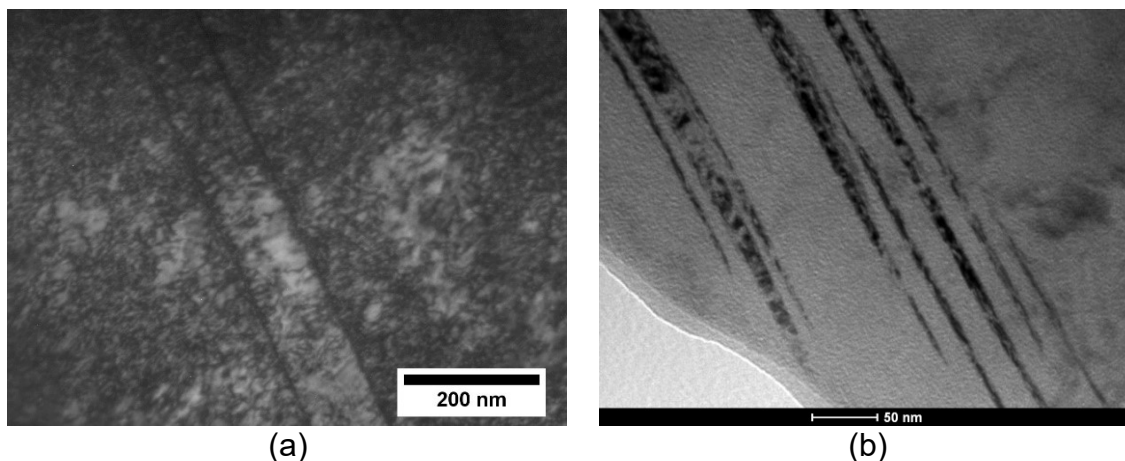


Figura 4.27 – Imagens em campo claro com a presença de maclas de deformação na liga 5Al3C após a fratura em diferentes regiões da amostra (a e b).

As maclas de deformação também foram observadas na liga com maior teor de carbono. As Figuras 4.28 e 4.29 ilustram a presença de maclas de deformação na liga 5Al6C, observadas em diversos grãos através de MET, indicando assim que este mecanismo não deve ser desconsiderado. A Figura

4.30 foi obtida via microscopia eletrônica de transmissão e varredura no eixo de zona [100], realizada em um grão que não apresentou maclas de deformação. É possível verificar a mesma estrutura celular obtida e verificada nos outros sistemas que não apresentaram maclas de deformação em sua estrutura. O surgimento destas células, semelhantes às observadas para os outros sistemas, pode indicar a hipótese de que não foi possível observar maclas nos sistemas anteriores devido à estatística relacionada à técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET). Porém, pode-se verificar nas imagens obtidas via MEV que as maclas foram facilmente observadas em grãos para as ligas com adição de C. Este fato leva a uma nova hipótese, a de que para os sistemas sem a presença de carbono não foi possível, no ensaio de tração, atingir a tensão de cisalhamento resolvida crítica para o surgimento destas estruturas. Este fato está diretamente relacionado à redução na mobilidade das discordâncias quando se tem o carbono como elemento de liga. Mesmo sendo mantida a EFE dos aços com diferentes teores de carbono, este elemento produz um efeito na microestrutura que garante uma maior capacidade do material em apresentar a formação de maclas de deformação.

Luo e Huang demonstraram que o carbono possui papel fundamental no acúmulo de discordâncias e, portanto, na taxa de encruamento dos aços TWIP [22]. Neste trabalho, dois aços com EFE semelhantes foram estudados e a relação carbono-discordâncias se mostrou importante para a observação de um aumento na capacidade do material encruar, porém, a comparação foi feita com dois aços que apresentaram efeito TWIP. No presente trabalho foi demonstrado que não só a taxa de encruamento se altera, mas sim o surgimento de maclas de deformação pode ou não ocorrer a depender da presença do carbono.



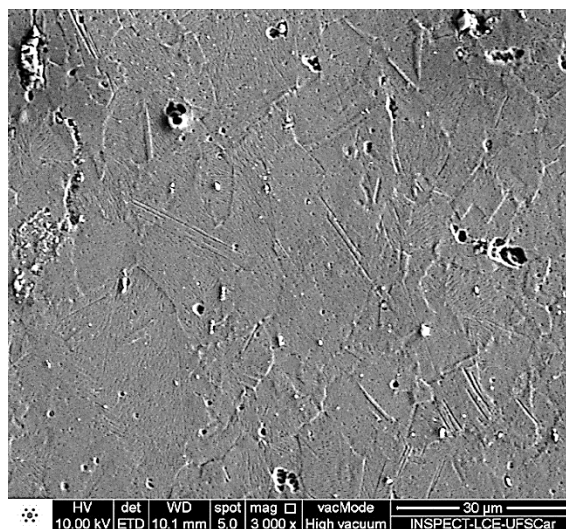


Figura 4.28 – Microestrutura da amostra da liga 5Al6C após fratura. Direção vertical correspondente à direção de solicitação em tração.

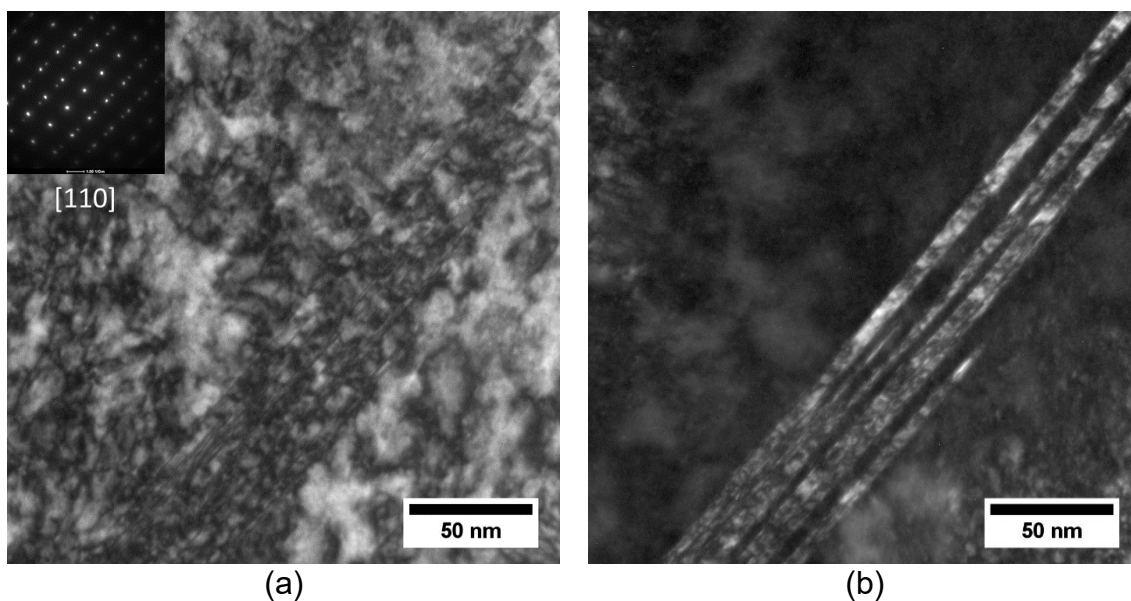


Figura 4.29 – Imagens após a fratura da liga 5Al6C obtidas via MET. a) Imagem em campo claro da região que possui maclas; b) imagem em campo escuro no eixo de zona das maclas.

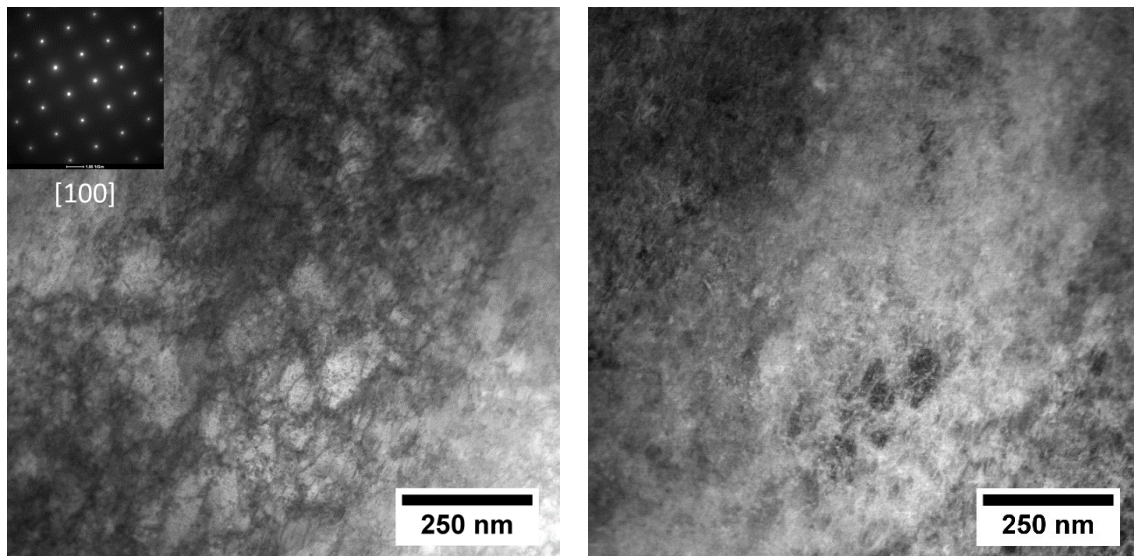


Figura 4.30 – Imagem obtida via METV de a) campo claro e b) campo escuro, evidenciando a estrutura celular de discordâncias para a liga 5Al6C em um grão sem a presença do efeito TWIP.

Após a observação de todos os resultados mecânicos e, principalmente a presença ou não de maclas de deformação, é possível fazer uma análise crítica quanto aos modelos para o cálculo da tensão de cisalhamento resolvida crítica para o surgimento do fenômeno TWIP. A Figura 4.31 ilustra um comparativo entre estas tensões para os diferentes modelos (2 a 4 apenas, visto que o modelo 1 demonstrou valores que destoaram dos demais) com relação a tensão de escoamento e limite de resistência à tração verdadeiro (LRT) para as diferentes ligas.

Primeiramente, pode-se verificar que em nenhum dos casos foi observado o fato de que a formação de maclas se dá próxima à tensão de escoamento do material. No geral, para todos os modelos de previsão da tensão de cisalhamento resolvida crítica, o valor estimado está bem acima ao limite de escoamento dos materiais estudados. Conforme pode ser observado pelo gráfico, apenas o sistema 5Al0C possui tanto a tensão de escoamento quanto o limite de resistência à tração verdadeiro abaixo dos valores previstos pelos modelos. Esse resultado indicaria a presença de maclas de deformação em todos os sistemas, exceto para esta liga. Porém, o que foi observado é que a adição de C (ligas 5Al3C e 5Al6C) foi determinante para o aumento da taxa

de encruamento, possibilitando assim que valores mais altos de LRT pudessem ser atingidos. Nestes casos, mesmo as ligas com maior valor de EFE apresentaram o efeito TWIP.

As previsões realizadas, porém, devem ser criticamente verificadas, principalmente com relação à utilização do fator de Taylor para a previsão da tensão em um ensaio uniaxial. Apesar de prever o comportamento de um material policristalino, é possível que alguns grãos orientados preferencialmente atinjam a tensão de cisalhamento resolvida crítica a um nível de tensão abaixo do previsto. Portanto, apesar de não ser generalizado, o efeito TWIP pode ocorrer em poucos grãos preferencialmente orientados com relação ao eixo de sollicitação. Adicionalmente, concentradores de tensão podem atuar no material, elevando a tensão local de sollicitação, fazendo assim com que a tensão crítica seja atingida e, portanto, surja o aparecimento de maclas de deformação. A presença de porosidade em todos os sistemas aqui estudados favorece a formação de maclas de deformação visto o seu efeito concentrador de tensão, porém caso fosse predominante, as maclas deveriam ser observadas em regiões adjacentes a estes defeitos, o que não foi possível observar pelas microestruturas finais dos materiais fraturados.

A não observação de maclas de deformação no sistema 0Al0C foi surpreendente, pois seu valor de EFE (inclusive medido experimentalmente) foi relativamente baixo comparado aos demais. Adicionalmente, os modelos para a previsão da tensão de cisalhamento resolvida crítica foram atingidos para este material mesmo considerando o erro relacionado ao fator de Taylor. A principal teoria que pode ser levantada é a de que sem a presença do carbono, a formação de maclas é mais difícil de ser observada, mesmo o sistema apresentando baixa EFE e mesmo sendo atingida a tensão de cisalhamento resolvida crítica necessária para o surgimento deste efeito.

Por todo o exposto, é possível verificar então que de acordo com os resultados aqui apresentados, a observação única e exclusivamente da EFE, tamanho de grão e textura não são suficientes para a determinação da ocorrência ou não de mecanismos de indução de plasticidade. Adicionalmente, os modelos de previsão da tensão de cisalhamento resolvida crítica para a

ocorrência deste fenômeno também deveriam levar em consideração a composição química do material, mais especificamente o teor de elementos intersticiais adicionados à liga.

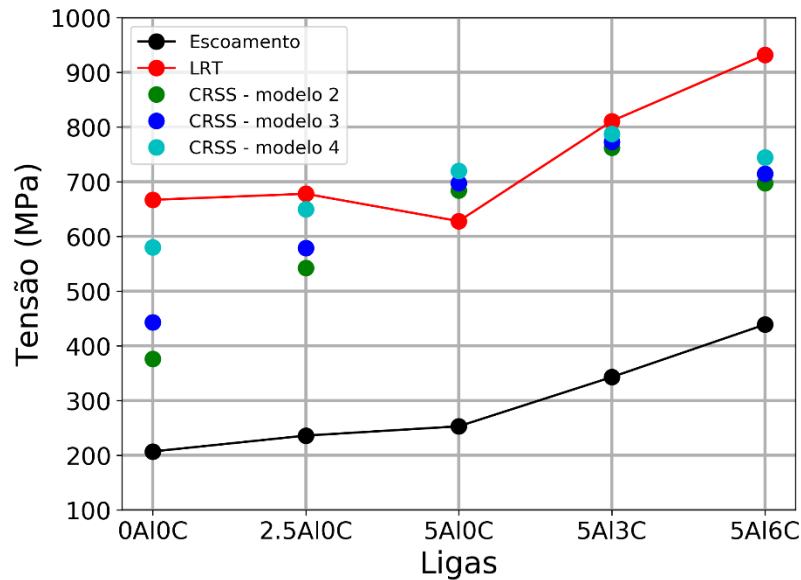


Figura 4.31 – Comparativo entre a tensão de escoamento, limite de resistência à tração e modelos de previsão da tensão de cisalhamento resolvida crítica para o surgimento do efeito TWIP.

#### 4.8 Ensaios de tração interrompidos nas amostras com diferentes teores de C

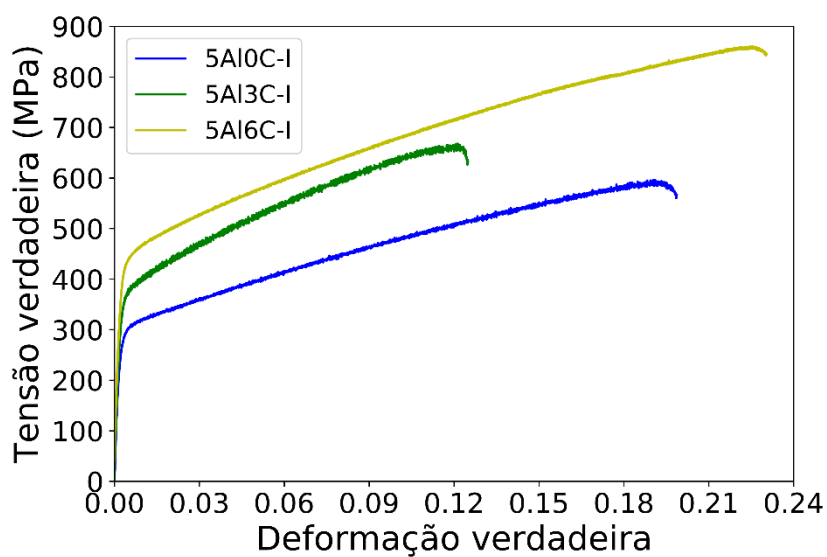
Conforme foi evidenciado na seção anterior, o teor de C foi um fator determinante para a ocorrência ou não do surgimento de maclas de deformação nas ligas 5Al0C, 5Al3C e 5Al6C. Porém, devido ao fato das estruturas de discordâncias terem sido caracterizadas nos materiais deformados até a fratura, uma elevada densidade destes defeitos impossibilitou uma análise mais criteriosa do arranjo destas estruturas ao longo da deformação. Desta forma, ensaios interrompidos foram realizados a fim de se verificar a estrutura dos materiais em níveis distintos de deformação para os diferentes teores de carbono. A fim de se diferenciar os materiais produzidos anteriormente com relação às ligas desta seção, será adicionado a letra “I” na nomenclatura de cada um dos sistemas, visto que as ligas aqui apresentadas

foram processadas em um equipamento distinto das etapas anteriores. A Tabela 4.8 apresenta a composição química das ligas, bem como o tamanho de grão final após tratamento térmico de recristalização. Pode-se verificar que houve uma pequena variação nos valores obtidos, porém que não deve alterar significativamente o comportamento do material final.

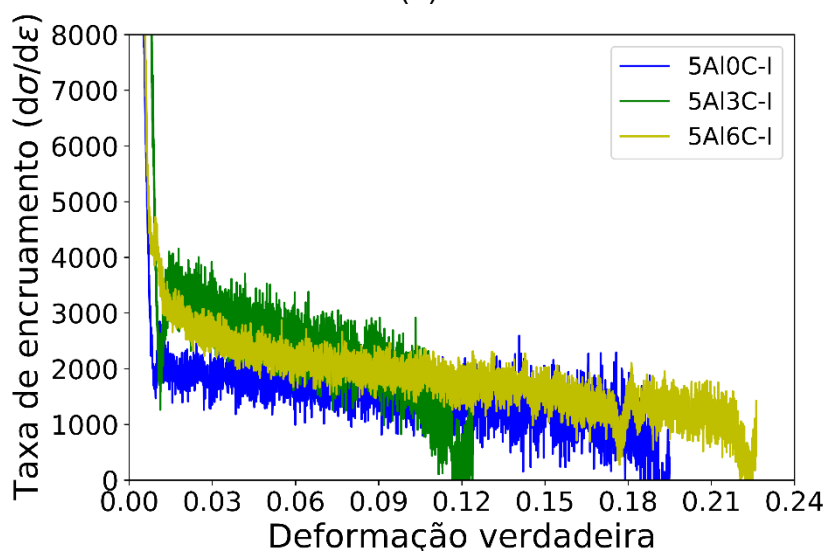
Tabela 4.8 – Composição química (%m.) e tamanho de grão das ligas produzidas em maior escala para os ensaios de tração interrompidos.

	Fe	Mn	Al	C	Tam. Grão ( $\mu\text{m}$ )
5Al0C – I	Bal.	34,5	4,9	0,05	$7,6 \pm 0,6$
5Al3C – I	Bal.	31,5	5,0	0,33	$8,2 \pm 0,3$
5Al6C – I	Bal.	28,0	5,0	0,63	$7,0 \pm 0,8$

A Figura 4.32 ilustra os ensaios de tração realizados até a fratura para as três ligas processadas. Esse ensaio foi realizado para se determinar os níveis de deformação a serem aplicados nos ensaios interrompidos, bem como comparativo com os ensaios realizados previamente. Pode-se verificar que a liga 5Al3C – I apresentou uma menor ductilidade quando comparado com as outras ligas “I”, assim como com relação aos ensaios de tração até a fratura realizados na seção anterior. Isso se deu principalmente pela presença de porosidade no corpo de prova, que foi avaliada em torno de 1% vol. Apesar disso, pode-se verificar um comportamento semelhante ao apresentado pela Figura 4.18, principalmente no que tange a tensão de escoamento do material. Adicionalmente, é possível verificar que assim como foi observado na seção anterior, a liga sem adição de carbono demonstrou uma taxa de encruamento menor com relação aos outros sistemas.



(a)



(b)

Figura 4.32 – Influência do C no comportamento em tração dos materiais fabricados em maior escala (“I”). a) Curvas de tensão e deformação verdadeiras e b) curva de taxa de encruamento em função da deformação.

As microestruturas das ligas após os ensaios de tração até a fratura estão representadas na Figura 4.33. Verifica-se que houve uma mesma tendência na formação de maclas de deformação nos materiais que continham carbono em sua composição conforme foi evidenciado pela seção anterior, bem como a liga sem a presença deste elemento não evidenciou o surgimento do fenômeno TWIP.

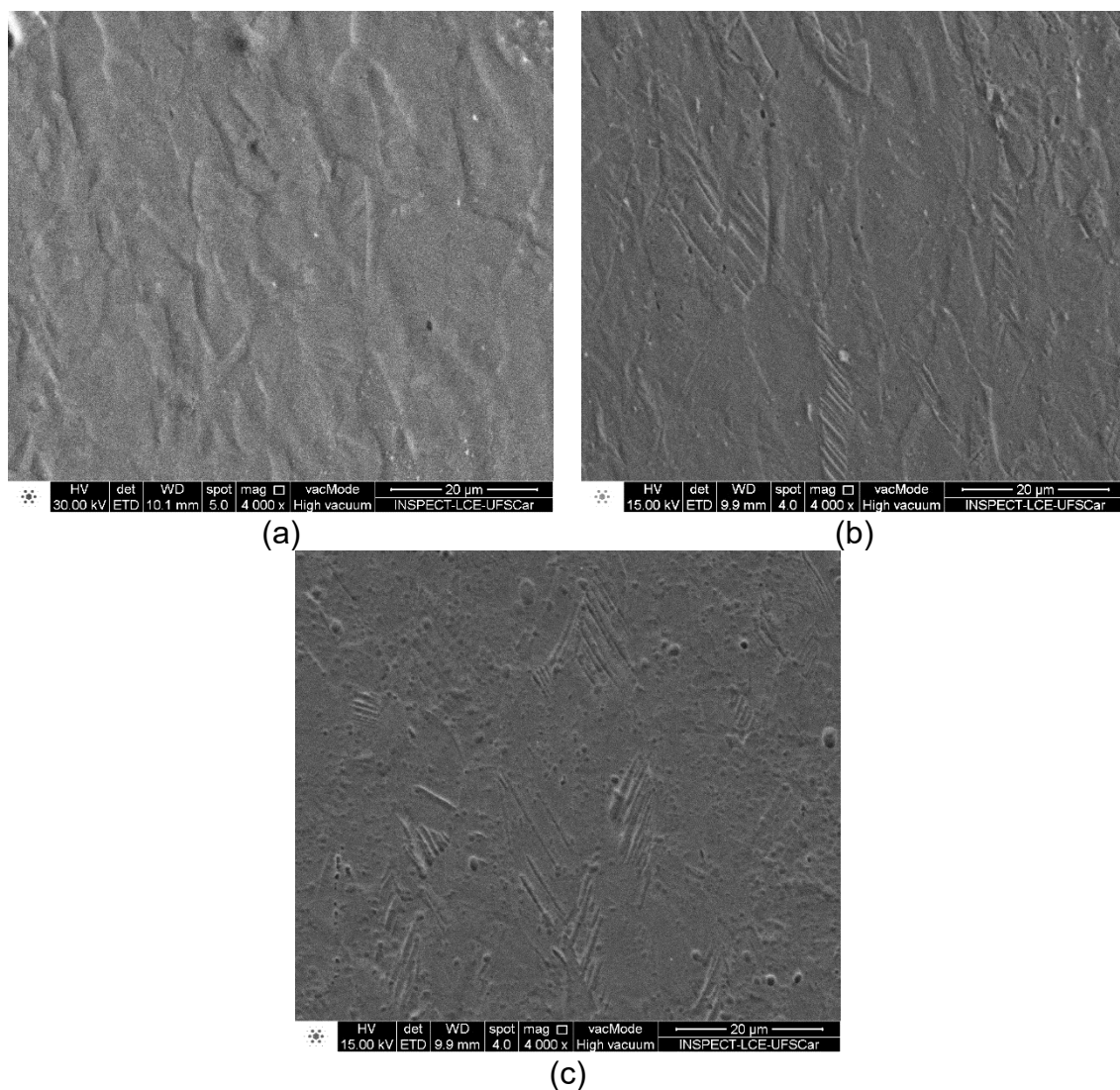


Figura 4.33 – Microestrutura das amostras ensaiadas até a fratura das ligas a) 5Al0C – I, b) 5Al3C- I e c) 5Al6C - I. Direção vertical correspondente à direção de solicitação em tração.

Os níveis de deformação escolhidos para a realização dos ensaios interrompidos foram baseados nas curvas de taxa de encruamento e estão representados na Tabela 4.9. O Nível I corresponde à uma deformação após o escoamento do material na região logo após o início da estabilização das curvas. O Nível II foi escolhido de forma a garantir um maior nível de deformação plástica, porém ainda no início da estabilização das curvas de taxa de encruamento. Por fim, o Nível III corresponde a uma deformação próxima à 50% da deformação total que o material apresentou em um ensaio até à

fratura, com exceção da liga 5Al3C – I que foi deformada a maiores níveis de forma a garantir uma boa possibilidade de observação da evolução das discordâncias.

Tabela 4.9 – Níveis de deformação para os ensaios interrompidos.

	Nível I	Nível II	Nível III
5Al0C – I	1,5%	4,0%	8,4%
5Al3C – I	1,1%	3,1%	9,3%
5Al6C – I	1,6%	4,0%	12,0%

Análises de EBSD foram usadas a fim de se verificar a presença das maclas de deformação. Utilizou-se essa técnica a fim de se abranger uma maior região do material em comparação com a técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET). As Figuras 4.34 a 4.36 ilustram os resultados obtidos para todos os níveis de deformação. Percebe-se que para nenhum nível de deformação foi possível observar maclas de deformação, assim como foi observado na Figura 4.33 através do MEV-SE das amostras após a fratura.

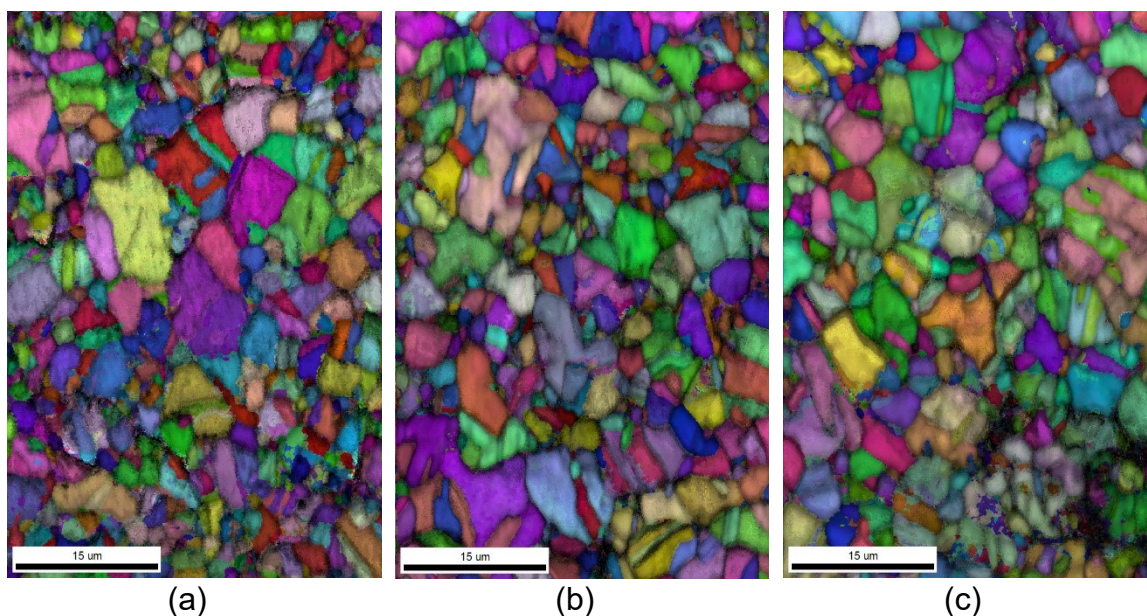
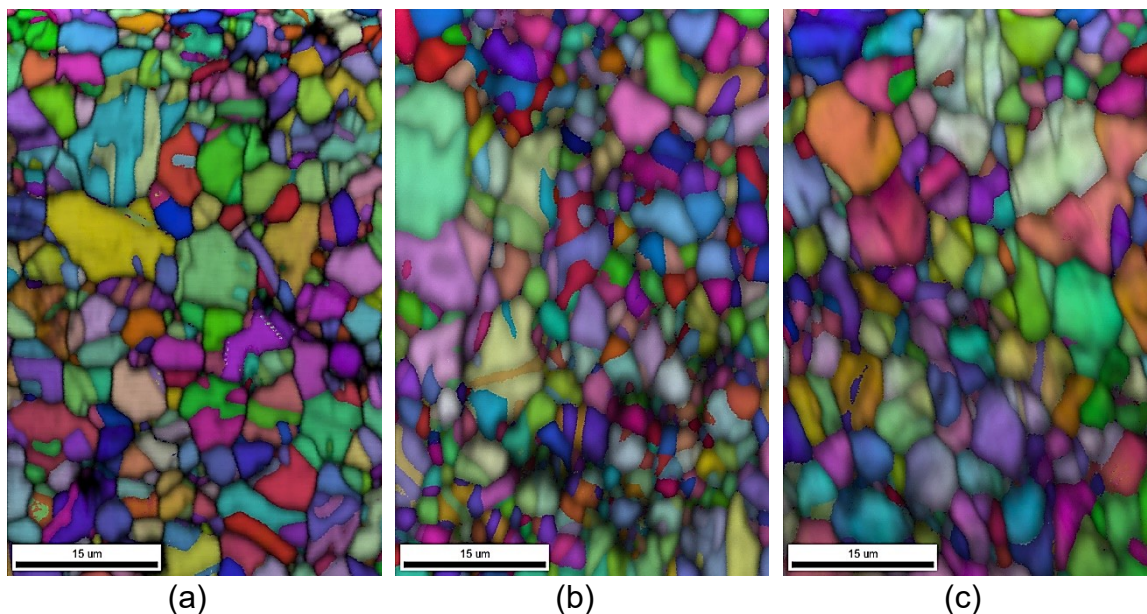
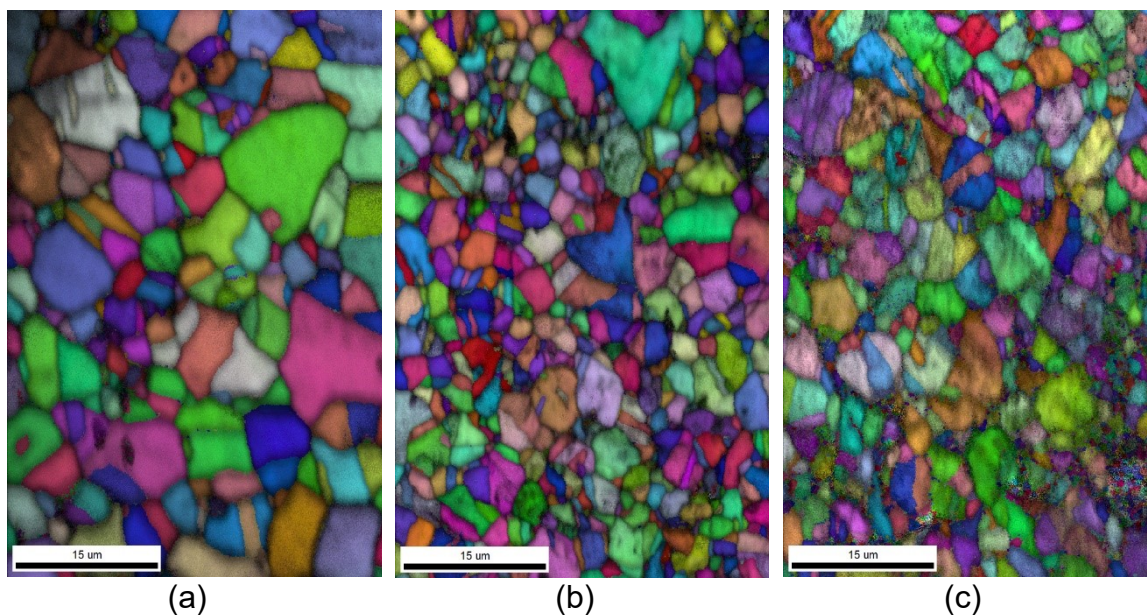


Figura 4.34 – Figuras obtidas por EBSD com contraste da qualidade do sinal (*image quality*, IQ) e figura de polo inversa (*inverse pole figure*, IPF) para os a) Nível I, b) Nível II e c) Nível III da liga 5Al0C - I.





(a) (b) (c)  
Figura 4.35 – Figuras obtidas por EBSD com contraste da qualidade do sinal (*image quality*, IQ) e figura de polo inversa (*inverse pole figure*, IPF) para os a) Nível I, b) Nível II e c) Nível III da liga 5Al3C - I.



(a) (b) (c)  
Figura 4.36 – Figuras obtidas por EBSD com contraste da qualidade do sinal (*image quality*, IQ) e figura de polo inversa (*inverse pole figure*, IPF) para os a) Nível I, b) Nível II e c) Nível III da liga 5Al6C - I.

De forma complementar, as amostras ensaiadas no Nível III foram analisadas via MET a fim de se verificar a estrutura de discordâncias e presença ou não das maclas de deformação. A Figura 4.37 ilustra apenas a estrutura de discordâncias para a liga 5Al0C – I pois não foram observadas maclas de deformação em nenhuma região da amostra analisada. Esse resultado já era esperado visto que mesmo as amostras ensaiadas até a fratura não apresentaram maclas de deformação para esse sistema. A Figura 4.37a mostra a formação de arranjos celulares de discordâncias, assim como foi evidenciado pela Figura 4.25 da amostra ensaiada até a fratura. Vale ressaltar que essa estrutura é mais comum em materiais com elevada EFE, visto que há uma maior probabilidade de mudança de plano de escorregamento pelas discordâncias e, conseqüentemente, maior mobilidade entre os sistemas de escorregamento. Essa maior mobilidade leva a uma tendência na formação de estruturas de discordâncias de menor energia, como a formação de células. Apesar disso, também é possível observar a formação de estruturas planares de discordâncias evidenciada pela Figura 4.37b. A presença de ambas as estruturas de discordâncias em diferentes grãos para esta liga pode ser explicada pelos valores intermediários de EFE, as quais estão próximas a  $60 \text{ mJ/m}^2$  (ver seção 4.1.1).

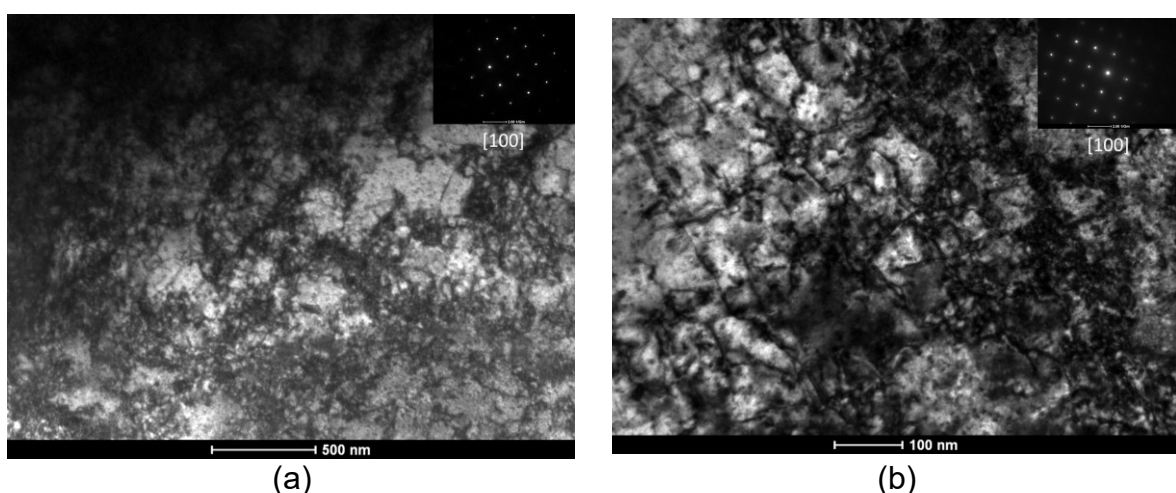


Figura 4.37 – Imagens de MET – Campo Claro da estrutura de discordâncias das amostras deformadas até o Nível III da liga 5Al0C - I.

As Figuras 4.38a e 4.39a demonstram a estrutura de discordâncias das amostras 5Al3C e 5Al6C, respectivamente. É possível observar que em ambos os casos também há uma tendência no surgimento de estruturas planares de discordâncias. Essas estruturas não puderam ser vistas com maior clareza nos ensaios até a fratura devido à elevadíssima densidade de discordâncias, mas que ficam mais evidentes nas amostras ensaiadas até o Nível III. Esse arranjo de discordâncias é mais comum em materiais com baixos níveis de EFE, visto que a ocorrência do fenômeno de escorregamento transversal é mais dificultada. Adicionalmente à observação de estruturas planares de discordâncias, é possível verificar pelas Figuras 4.38b e 4.39b que estes materiais também apresentaram maclas de deformação para o Nível III (deformações próximas à metade do alongamento total suportado pelas ligas representadas). Este fato indica que o surgimento das maclas de deformação (fenômeno TWIP) ocorre a níveis inferiores à metade do alongamento total do material.

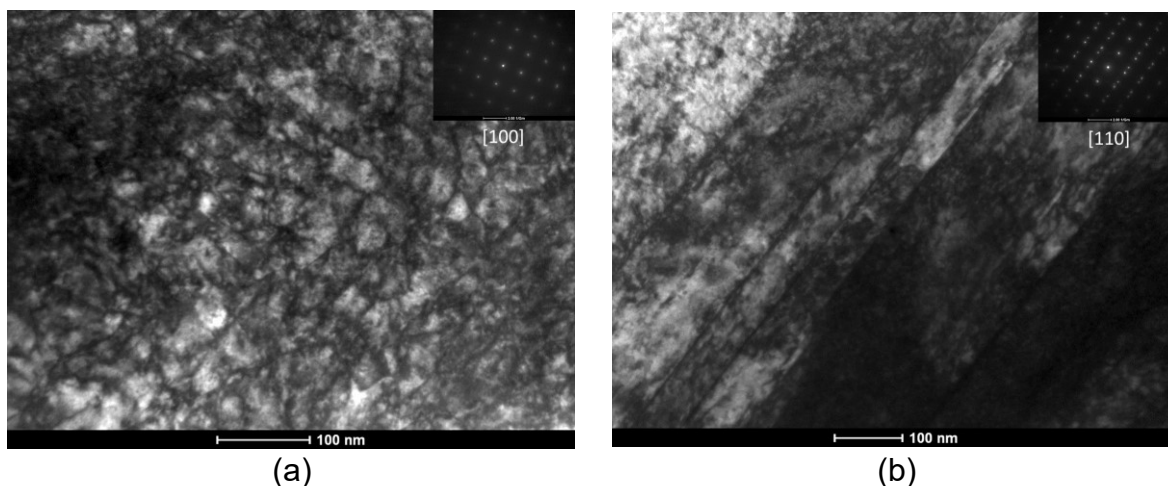


Figura 4.38 – Imagens de MET – Campo Claro da a) estrutura de discordâncias e das b) maclas de deformação para as amostras deformadas até o Nível III da liga 5Al3C - I.

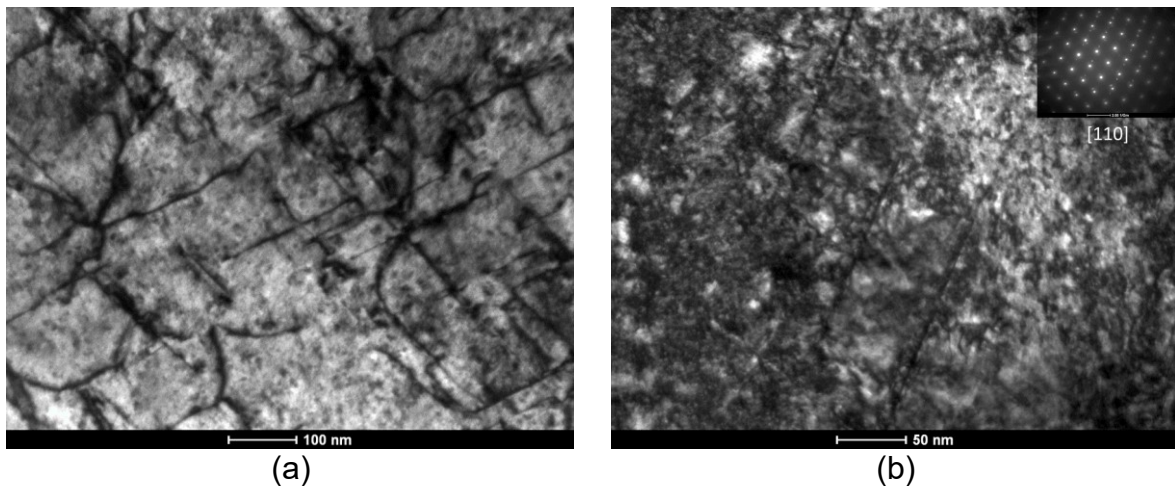


Figura 4.39 – Imagens de MET – Campo Claro da a) estrutura de discordâncias e das b) maclas de deformação para as amostras deformadas até o Nível III da liga 5Al6C - I.

A partir dos resultados aqui apresentados, é possível verificar que as curvas de tensão verdadeira versus deformação verdadeira (Figura 4.32a), apresentaram comportamento semelhante aos apresentados na seção anterior, demonstrando a influência do carbono no incremento da tensão de escoamento. A liga com maior teor de carbono apresentou maior taxa de encruamento, coerente com os resultados obtidos anteriormente, assim como a presença do fenômeno TWIP foi observada apenas nas ligas com presença de carbono. Destaca-se aqui novamente o fato de que mesmo o sistema sem carbono e sem surgimento do fenômeno TWIP apresentou excelentes propriedades mecânicas devido à capacidade destas ligas em armazenar discordâncias em suas estruturas [12]. A observação de estruturas planares de discordâncias em níveis inferiores de deformação podem ser um indício de que devido ao fato destes materiais apresentarem valores intermediários de EFE, tanto a formação de células quanto a formação de estruturas planares são possíveis. Por fim, também foi possível observar que o fenômeno TWIP deve ocorrer na primeira metade da curva referente ao ensaio de tração para os sistemas estudados, diferentemente das previsões feitas para os modelos teóricos desenvolvidos para a determinação da tensão de cisalhamento resolvida crítica para o surgimento de maclas de deformação (Figura 4.31).

#### 4.9 Ensaios de tração *in situ* utilizando radiação síncrotron

O efeito TWIP não foi observado para as ligas sem a presença de carbono, independentemente dos valores de EFE. De fato, as ligas que apresentaram maclas de deformação foram os sistemas que possuíam os maiores valores de EFE, porém, todos com a presença de carbono. Com o objetivo de se checar a possibilidade do surgimento de maclas de deformação nos sistemas sem carbono, bem como obter resultados mais completos com relação ao comportamento mecânico dos sistemas em questão, ensaios utilizando radiação síncrotron foram realizados em três temperaturas,  $-100^{\circ}\text{C}$ ,  $25^{\circ}\text{C}$  e  $300^{\circ}\text{C}$ . Conforme foi apresentado anteriormente, com o aumento da temperatura, aumenta-se a EFE do material. Portanto, espera-se que os materiais que não sofreram efeito TWIP à temperatura ambiente possam sofrer este efeito em temperatura criogênica ( $-100^{\circ}\text{C}$ ), assim como os materiais que sofreram efeito TWIP deixem de apresentar este efeito a  $300^{\circ}\text{C}$ .

Antes de se realizar os ensaios, verificou-se o efeito da temperatura na EFE das ligas estudadas. Conforme definido anteriormente, o modelo termodinâmico utilizado neste trabalho foi verificado experimentalmente para a liga 0Al0C à temperatura ambiente e, por essa razão, somente este modelo foi utilizado para a verificação do efeito da temperatura com relação à EFE. A Tabela 4.10 ilustra a variação da EFE em função da temperatura para as ligas ensaiadas nesta seção (vale lembrar que a liga 5Al0C não foi incluída neste estudo).

Tabela 4.10 – EFE estimada em função da temperatura (valores em  $\text{mJ}/\text{m}^2$ ).

	0Al0C	2.5Al0C	5Al3C	5Al6C
$-100^{\circ}\text{C}$	28	43	60	52
$25^{\circ}\text{C}$	31	45	64	58
$300^{\circ}\text{C}$	60	74	99	99

Como pode ser observado, para temperaturas criogênicas há apenas uma pequena redução no valor da EFE dos aços estudados. Apesar de calculado, deve-se destacar a principal limitação do modelo termodinâmico

aqui apresentado. Os valores destacados pelo SGTE e as equações desenvolvidas para estes materiais possuem a temperatura ambiente como o limite inferior para o cálculo da energia livre de Gibbs. Portanto, para temperaturas abaixo da ambiente, os valores obtidos são apenas extrapolações feitas considerando que não haja nenhuma variação abrupta no comportamento do material em função da temperatura. Por outro lado, é possível observar que aumentando a temperatura do material para 300°C, há um aumento significativo da EFE, de modo que valores próximos de 100 mJ/m<sup>2</sup> foram previstos para as ligas com a presença de carbono em solução.

As Figuras 4.40, 4.43, 4.46 e 4.49 (a a c) ilustram primeiramente as curvas de raios-X na forma de mapa de cor, cujos maiores valores de intensidade estão representados em vermelho, assim como menores valores de intensidade estão representados em azul. As curvas ao lado dos mapas de intensidade representam a tensão aplicada no material ao longo do tempo. Portanto, é possível correlacionar o comportamento dos picos de difração e a tensão aplicada nos diferentes materiais.

As curvas representadas pelas Figuras 4.41, 4.44, 4.47 e 4.50 indicam o FWHM (largura do pico à meia altura) em função da tensão aplicada no material. Este parâmetro está diretamente relacionado a diversas variáveis tanto do material quanto do equipamento utilizado. A presença de discordâncias, falhas de empilhamento, maclas, microtensões, contornos de grão, contornos de subgrão, heterogeneidades químicas (segregação, por exemplo) e tamanho de cristalito são as principais variáveis que afetam a largura de um pico de difração. Somado a isso, existe a contribuição do equipamento [48]. Como o equipamento utilizado foi o mesmo para todos os ensaios, assim como o alinhamento do feixe com relação à amostra seguiu um procedimento padrão para todas as condições, independentemente da temperatura ou composição, credita-se todas as variações de FWHM às variações ou contribuições de parâmetros relacionado ao comportamento do material em si. A fim de se obter um resultado que possa possibilitar uma comparação entre os ensaios nas diferentes temperaturas, para cada ensaio o

valor deste parâmetro foi normalizado com relação ao valor obtido pela varredura inicial realizada em cada uma das amostras.

Primeiramente, independente do material e da temperatura observada, é possível verificar que nenhum sistema apresentou efeito TRIP, ou seja, plasticidade induzida por formação de martensita- $\epsilon$ . A ocorrência deste fenômeno era apenas esperada para a liga 0Al0C em condição criogênica, visto que esta é a condição que mais se aproxima do limite de ocorrência do fenômeno TRIP com relação ao valor de EFE, apesar de ainda superior com relação aos limites observados na literatura de  $15 \text{ mJ/m}^2$  [25]. Conforme descrito em [52], o pico mais intenso relacionado à presença de martensita- $\epsilon$  está descrito como sendo em aproximadamente  $31^\circ$ . Vale destacar também que para todas as ligas, os níveis de tensão que foram atingidos à temperatura ambiente estão condizentes com os valores obtidos nos ensaios convencionais de tração.

Conforme pode ser observado nas Figuras 4.41a e 4.41b, pode-se verificar o comportamento da liga 0Al0C com relação às larguras dos picos de difração (111) e (200) em função da temperatura e nível de tensão aplicado. É possível verificar que o valor de FWHM foi superior em todos os níveis de tensão para menores temperaturas. A presença de uma maior densidade de discordâncias, bem como falhas de empilhamento e possivelmente maclas, levam a um maior valor de FWHM. Portanto, pode-se verificar que a evolução da densidade de discordâncias foi superior para temperaturas mais baixas. Este resultado seguiu conforme esperado, já que temperaturas mais baixas levam a uma redução na mobilidade das discordâncias e à redução da EFE (consequentemente há um aumento na largura das falhas de empilhamento). Adicionalmente a estes efeitos, esta liga não apresentou efeito TWIP à temperatura ambiente apesar de seu valor favorável de EFE (inclusive, determinado experimentalmente).

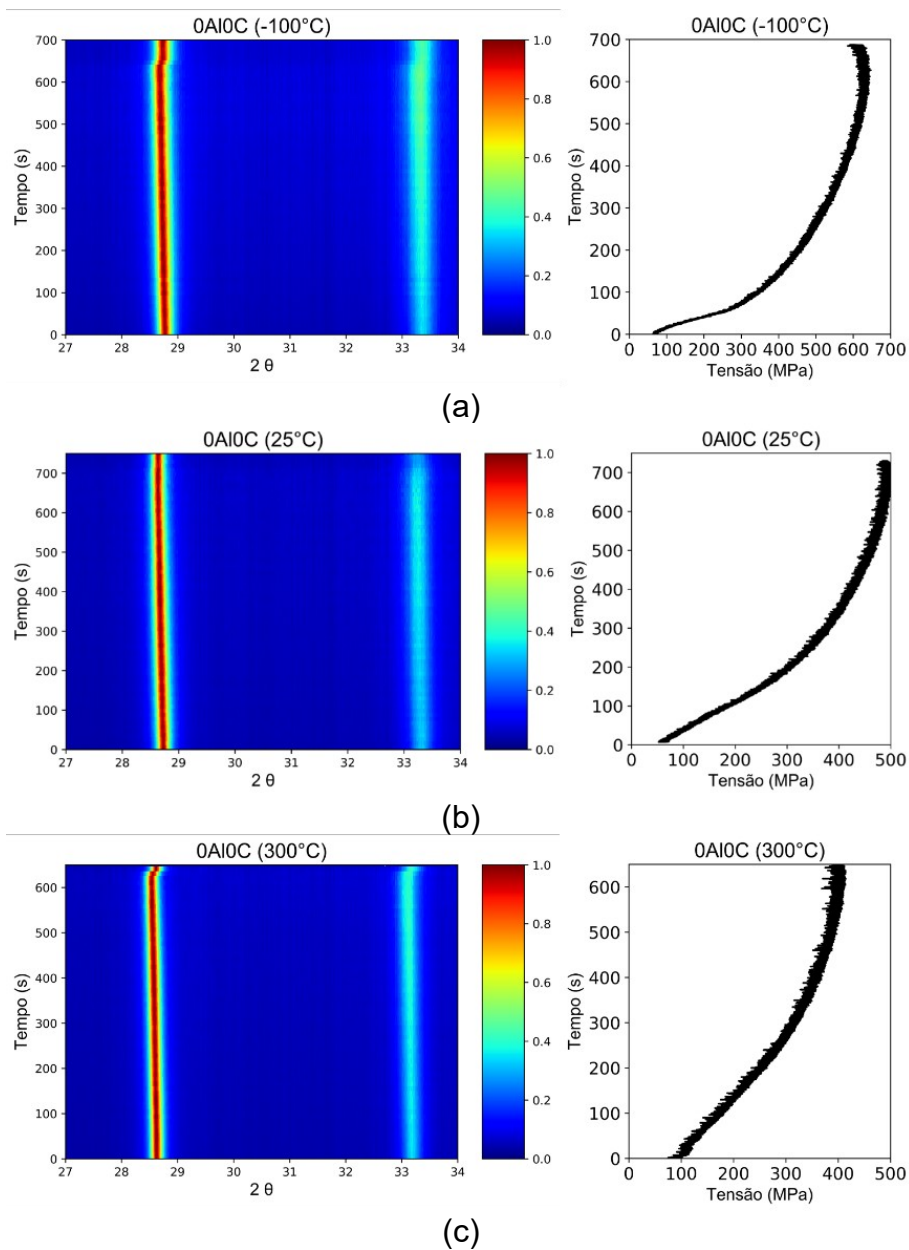


Figura 4.40 – Curvas de difração de raios-X em função da tensão aplicada ao longo do ensaio de tração para a liga 0Al0C a a) -100°C; b) 25°C e c) 300°C.



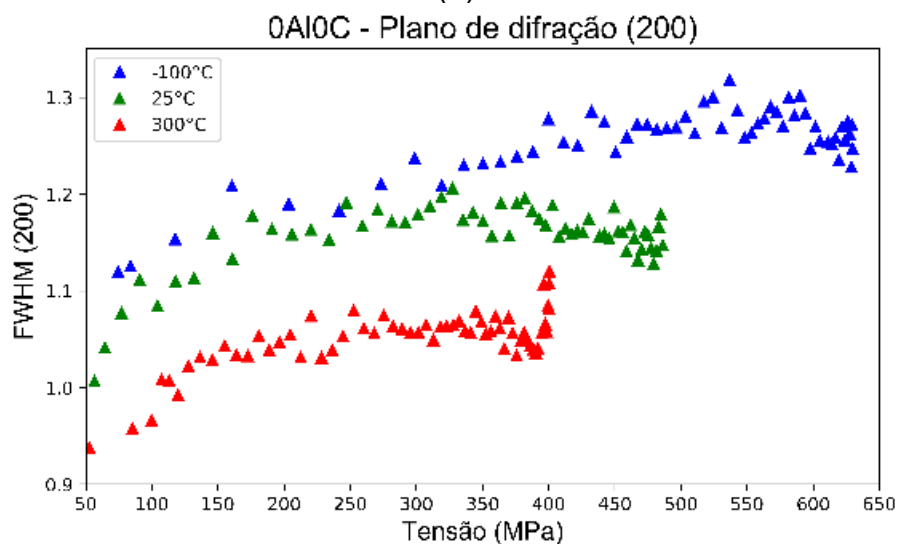
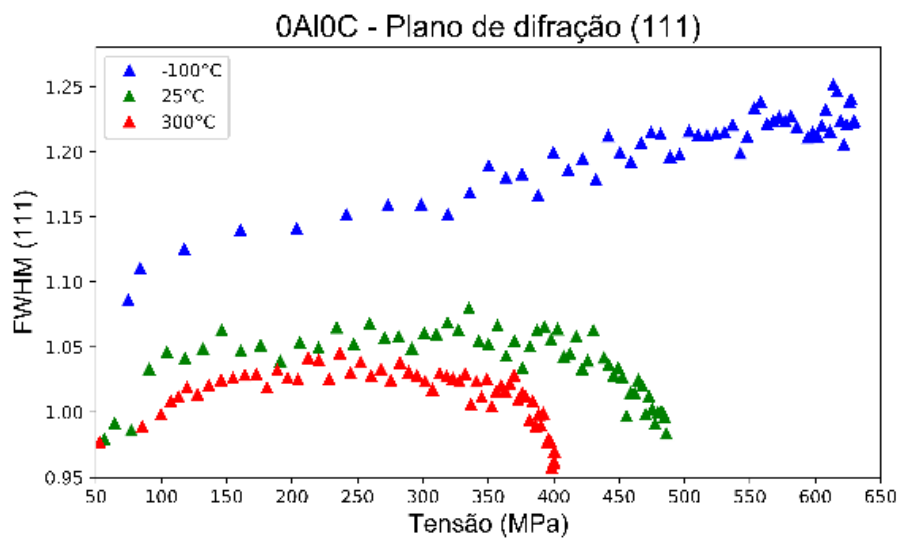


Figura 4.41 – Largura dos picos a meia altura (FWHM) para as diferentes temperaturas com relação aos planos a) (111) e b) (200) para a liga 0Al0C.

Conforme é possível verificar na Figura 4.42, o ensaio em temperatura criogênica levou a uma possível formação de maclas de deformação, explicando assim os valores superiores de FWHM (setas vermelhas). Percebe-se então que, mesmo sem a presença de carbono, através do abaixamento da temperatura de ensaio, é possível verificar uma estrutura de maclas. Isso se dá principalmente devido à redução na mobilidade das discordâncias. Conforme visto anteriormente no ensaio de tração convencional, não foi possível observar

maclas de deformação em um ensaio realizado à temperatura ambiente, assim como não houve indícios na liga ensaiada em temperaturas elevadas, conforme previsto devido à maior mobilidade das discordâncias durante o ensaio.

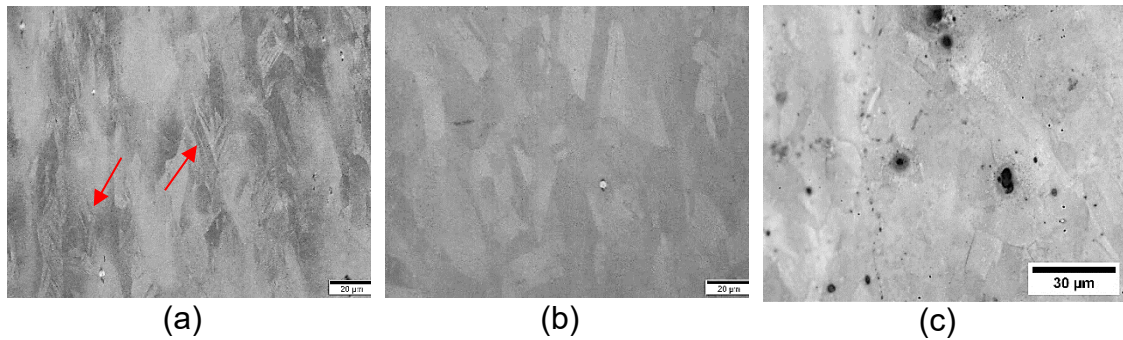


Figura 4.42 – Microestrutura pós fratura dos corpos de prova da liga 0Al0C ensaiados a a)  $-100^{\circ}\text{C}$ , b)  $25^{\circ}\text{C}$  e c)  $300^{\circ}\text{C}$ .

O comportamento observado anteriormente para a liga 0Al0C também foi observado para a liga 2.5Al0C com relação ao valor de FWHM em função da temperatura, resultado representado pela Figura 4.44. Porém, a diferença dos valores obtidos com relação aos ensaios criogênicos e em temperatura ambiente foram menores em comparação com o sistema anterior.

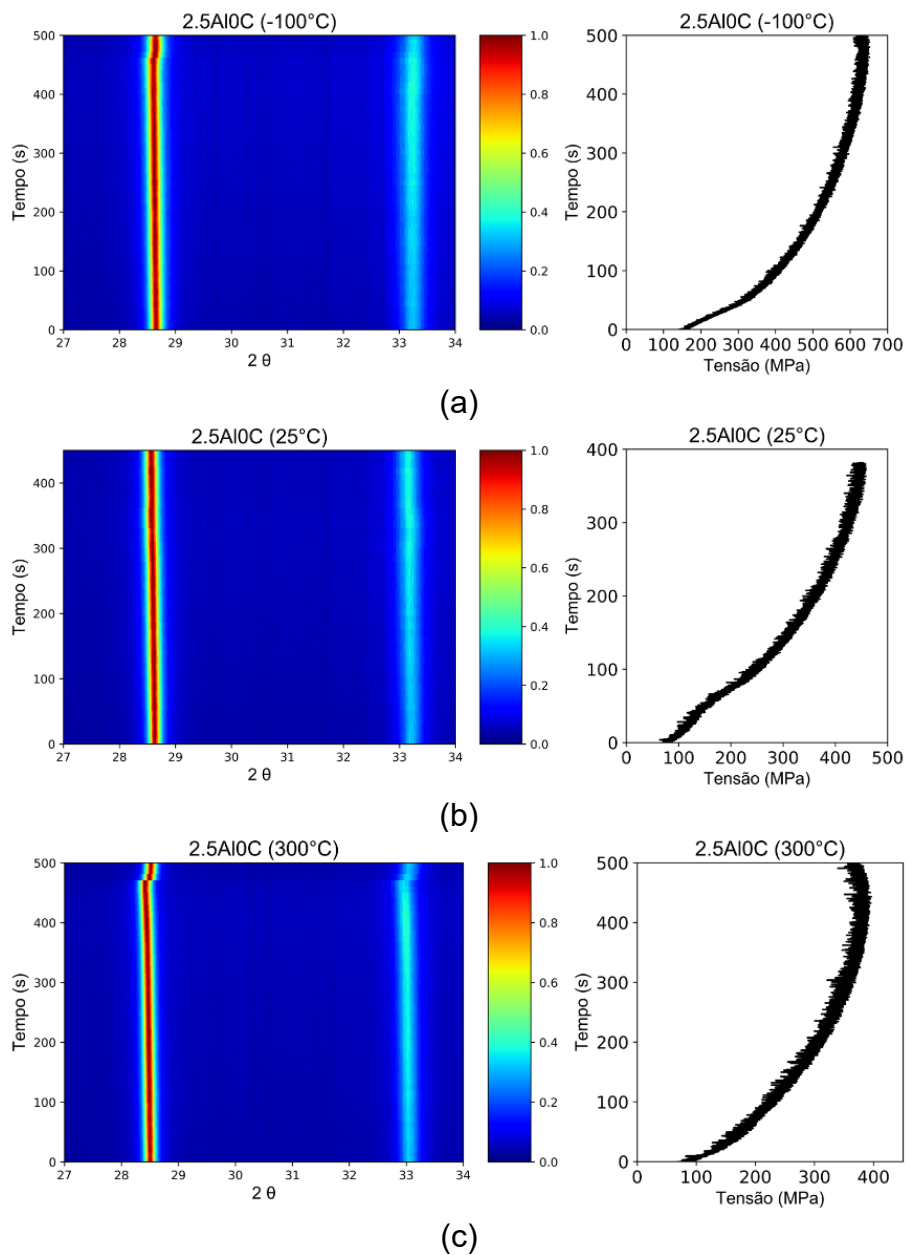


Figura 4.43 – Curvas de difração de raios-X em função da tensão aplicada ao longo do ensaio de tração para a liga 2.5Al10C a a)  $-100^\circ\text{C}$ ; b)  $25^\circ\text{C}$  e c)  $300^\circ\text{C}$ .

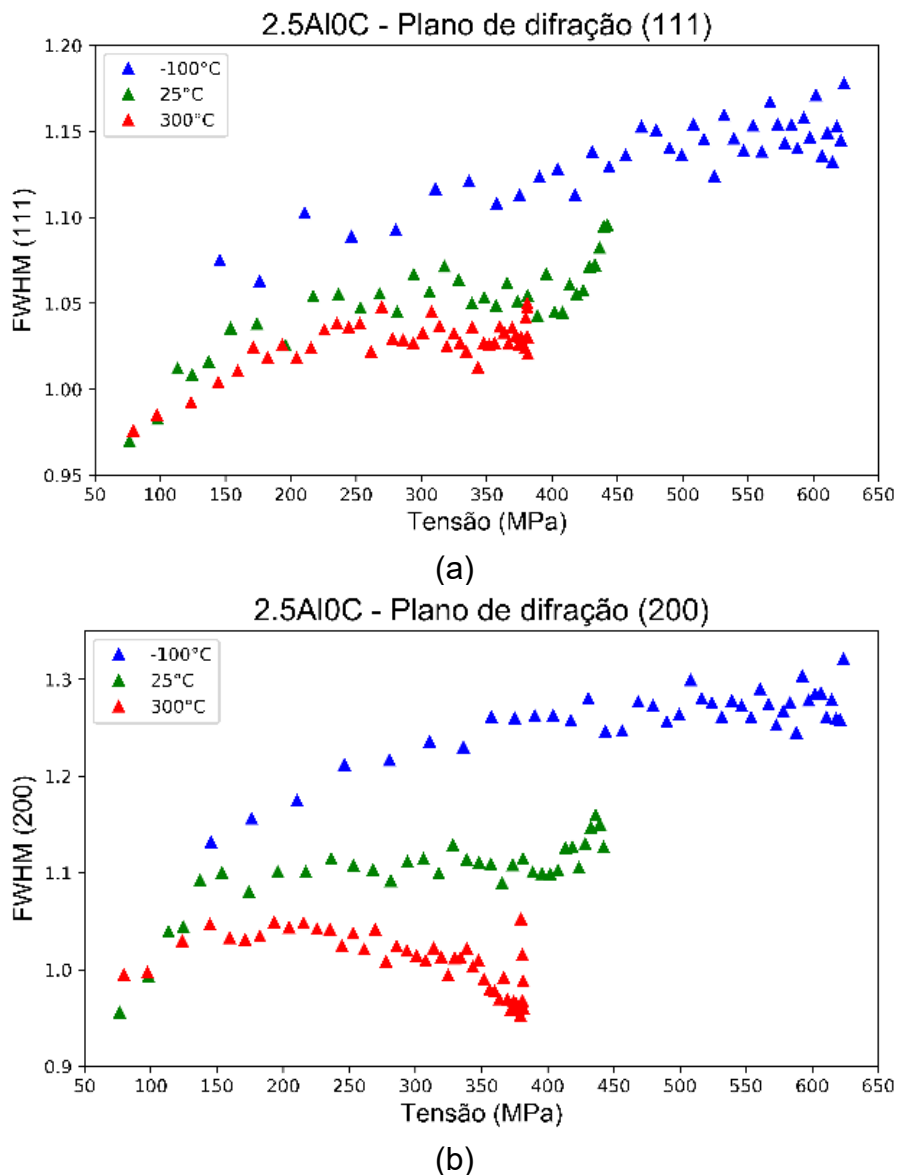


Figura 4.44 –Largura dos picos a meia altura (FWHM) para as diferentes temperaturas com relação aos planos a) (111) e b) (200) para a liga 2.5Al0C.

Devido à sua maior EFE com relação ao sistema anteriormente apresentado, mesmo em ensaios criogênicos, não houve a formação de maclas de deformação, conforme pode ser visualizado pela Figura 4.45. Este fato explica a menor diferença observada entre os comportamentos da FWHM para os ensaios criogênicos e em temperatura ambiente. Devido a maior EFE deste aço, em nenhum momento houve a formação de maclas de deformação, independentemente da temperatura.

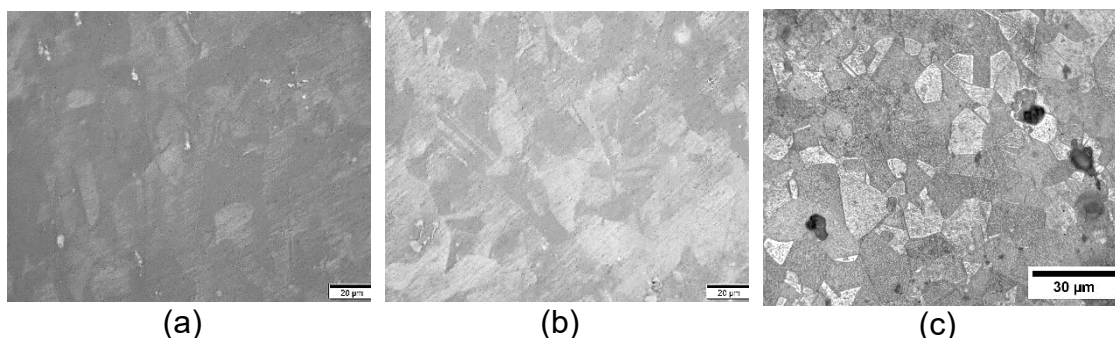


Figura 4.45 – Microestrutura pós fratura dos corpos de prova da liga 2.5Al0C ensaiados a a)  $-100^{\circ}\text{C}$ , b)  $25^{\circ}\text{C}$  e c)  $300^{\circ}\text{C}$ .

Conforme observado nos ensaios realizados à temperatura ambiente, a presença de carbono levou a formação de maclas de deformação, mesmo possuindo uma energia de falha de empilhamento superior aos aços com menor teor de alumínio. Isso se dá devido ao efeito bloqueador ao movimento das discordâncias que o átomo de carbono possui. Ao se reduzir a temperatura de ensaio, o bloqueio na movimentação das discordâncias é potencializado com relação ao efeito do carbono e, como pode ser observado pela Figura 4.47, em temperaturas criogênicas há um aumento no valor de FWHM com relação aos ensaios em temperatura ambiente e altas temperaturas, sugerindo a presença de uma maior quantidade de defeitos na microestrutura.

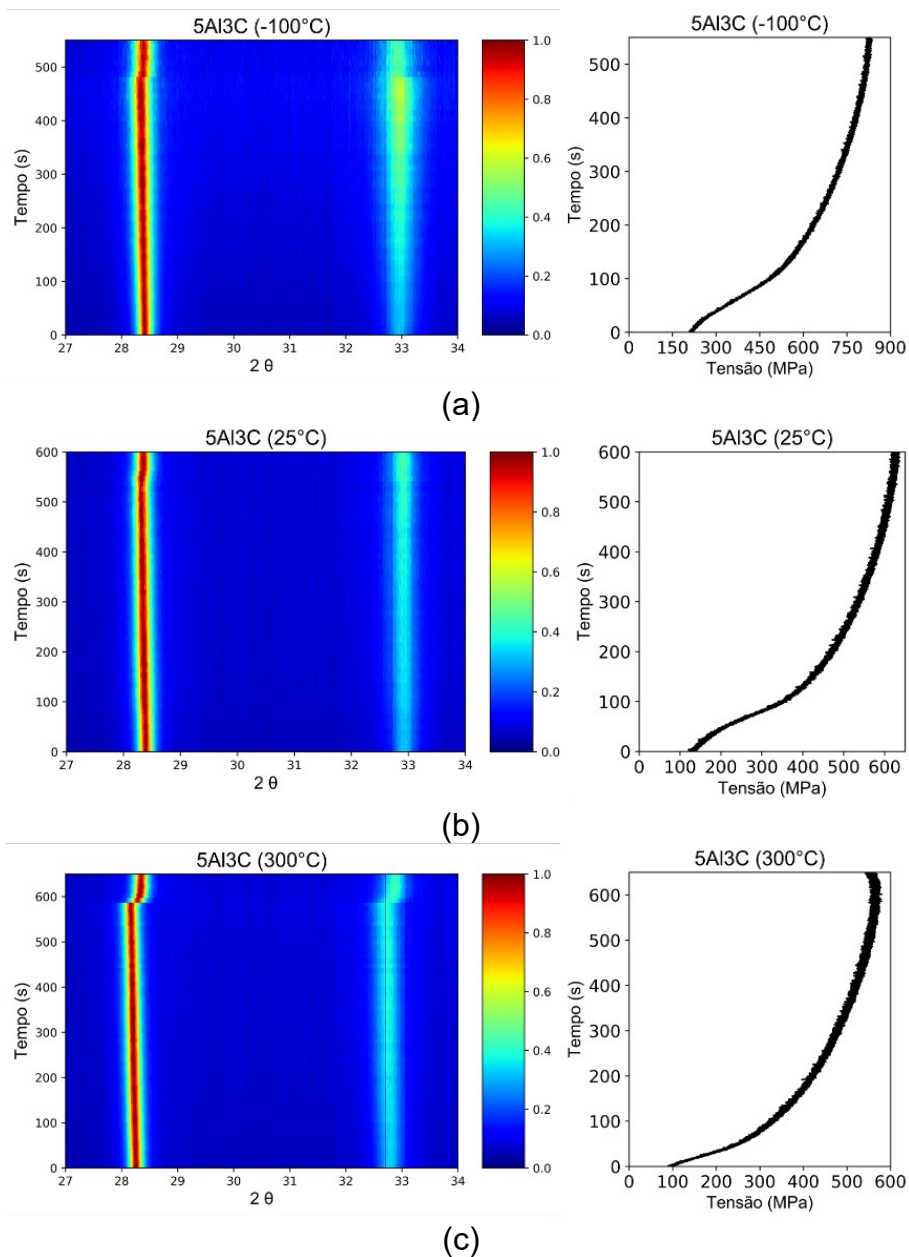
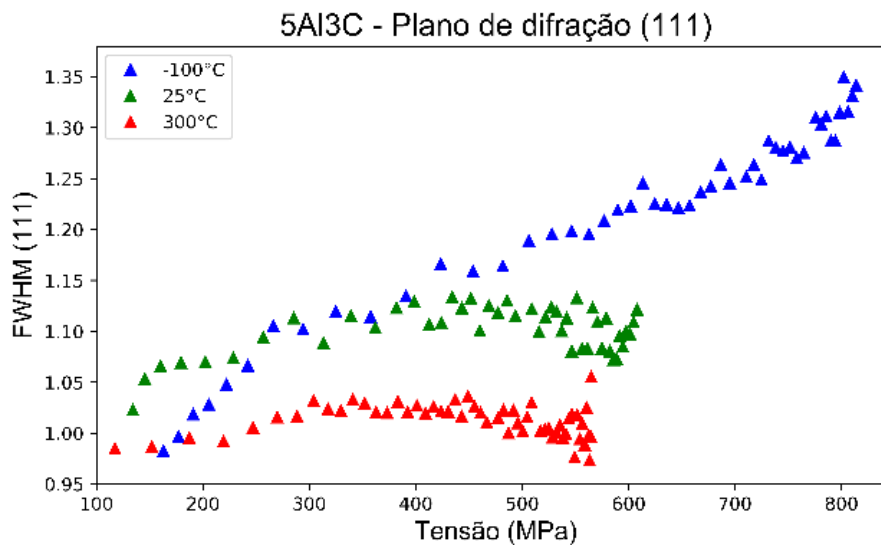
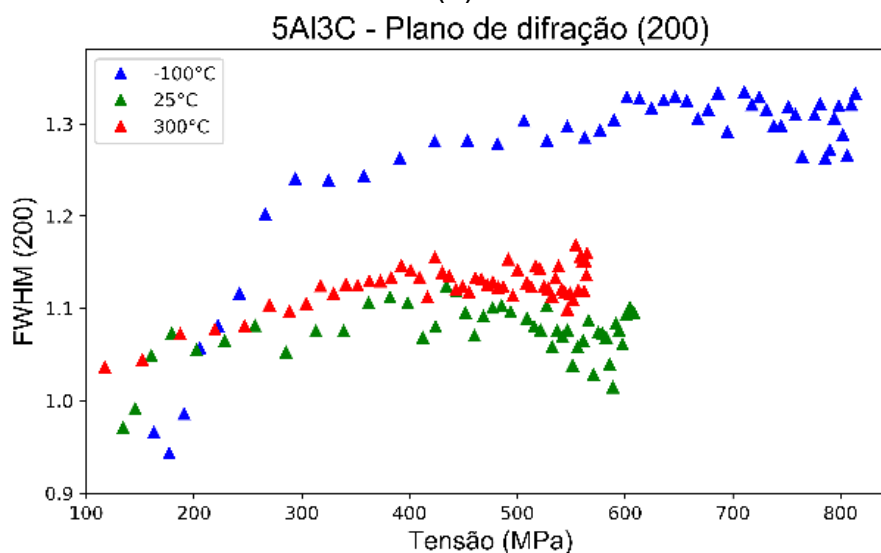


Figura 4.46 – Curvas de difração de raios-X em função da tensão aplicada ao longo do ensaio de tração para a liga 5Al3C a a) -100°C; b) 25°C e c) 300°C.



(a)



(b)

Figura 4.47 – Largura dos picos a meia altura (FWHM) para as diferentes temperaturas com relação aos planos a) (111) e b) (200) para a liga 5Al3C.

Conforme pode ser visualizado na Figura 4.48, todas as amostras da liga 5Al3C, independentemente da temperatura de ensaio, apresentaram a presença de estruturas muito semelhantes às maclas. Porém, qualitativamente, é possível verificar que aumentando-se a temperatura elas se tornam menos frequentes na microestrutura final. Isso indica que, com o aumento da temperatura, há um aumento na mobilidade das discordâncias, levando assim a uma menor presença de maclas de deformação.

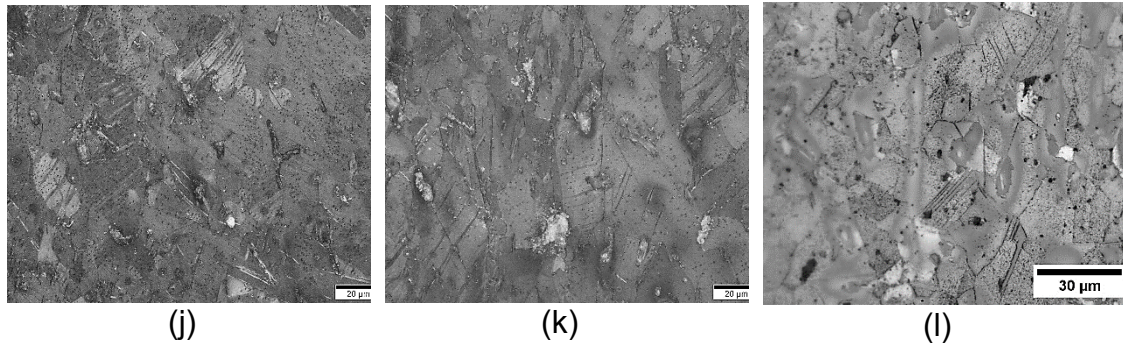


Figura 4.48 – Microestrutura pós fratura dos corpos de prova da liga 5Al3C ensaiados a a) -100°C, b) 25°C e c) 300°C.

O mesmo efeito observado para o aço 5Al3C descrito anteriormente também foi visualizado para a liga 5Al6C, conforme pode ser visualizado pela Figura 4.50. Vale ressaltar que para todas as ligas deste trabalho a redução na temperatura elevou o valor de FWHM, sugerindo uma maior presença e densidade de defeitos na microestrutura.



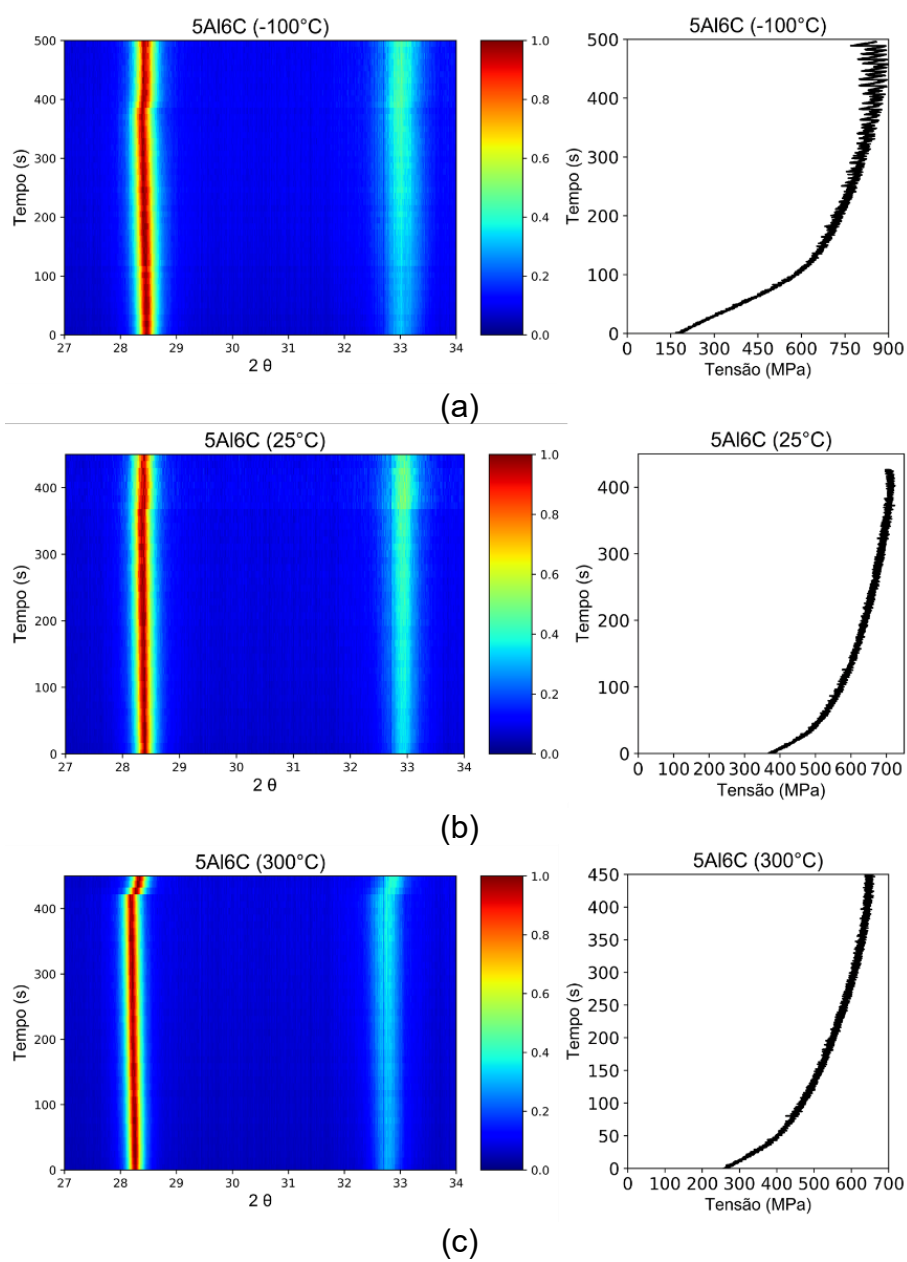


Figura 4.49 – Curvas de difração de raios-X em função da tensão aplicada ao longo do ensaio de tração para a liga 5Al6C a a) -100°C; b) 25°C e c) 300°C.

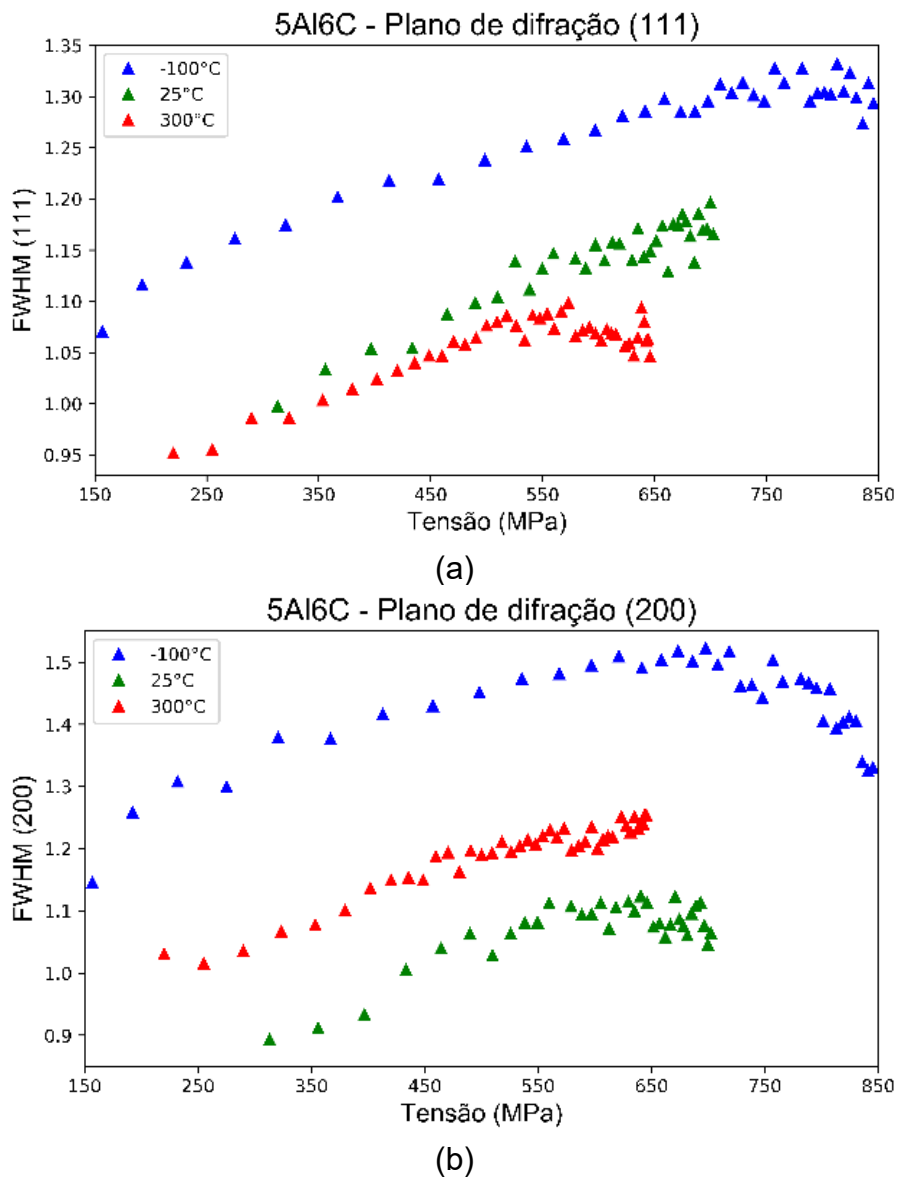


Figura 4.50 – Largura dos picos a meia altura (FWHM) para as diferentes temperaturas com relação aos planos d) (111) e e) (200) para a liga 5Al6C.

Assim como observado para a liga 5Al3C, o sistema 5Al6C também apresentou maclas de deformação na microestrutura para todas as temperaturas de ensaio, conforme pode-se verificar na Figura 4.51. A presença de maclas foi mais frequente para temperaturas criogênicas, assim como para altas temperaturas as maclas foram pouco observadas.

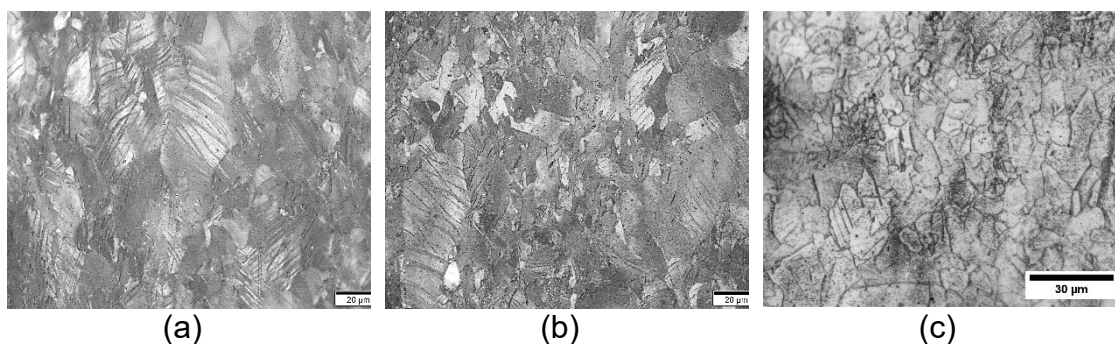


Figura 4.51 – Microestrutura pós fratura dos corpos de prova da liga 5Al6C ensaiados a a)  $-100^{\circ}\text{C}$ , b)  $25^{\circ}\text{C}$  e c)  $300^{\circ}\text{C}$ .

Apesar de qualitativa, a avaliação do FWHM em função da tensão aplicada e temperatura de ensaio forneceu resultados que comprovam e fornecem ainda mais suporte para a teoria de que a redução na mobilidade das discordâncias é essencial para a ocorrência do fenômeno TWIP. A separação dos efeitos da densidade de discordâncias, falhas de empilhamento e início da formação de maclas nos valores de FWHM não são possíveis de serem feitos visto que seria necessário a avaliação de cada um destes fenômenos individualmente e observação do seu efeito neste parâmetro.

Pode-se visualizar então que, quanto maior a restrição imposta ao movimento das discordâncias, tanto pela presença do carbono quanto pela redução da temperatura, a presença de maclas de deformação podem se formar. Portanto, a fim de se prever a ocorrência do efeito TWIP, faz-se necessário uma análise complementar com relação à temperatura de ensaio e a presença ou não de elementos que podem vir a gerar um bloqueio efetivo na movimentação das discordâncias, como o carbono, por exemplo.

Por fim, vale destacar que independentemente do surgimento de maclas de deformação à  $-100^{\circ}\text{C}$ , todos os materiais aqui testados demonstraram valores superiores de tensão e deformação para esta temperatura. Isso leva a crer que diferentes mecanismos podem estar atuando com relação aos mecanismos à temperatura elevada ( $300^{\circ}\text{C}$ ), fenômeno observado pelo comportamento do FWHM em função da temperatura.



## 5 CONCLUSÕES

A partir deste trabalho foi possível verificar a influência tanto do Al quanto do C no comportamento mecânico de aços de baixa densidade com microestrutura austenítica. As ligas com diferentes teores de alumínio não demonstraram diferença significativa nas propriedades mecânicas, tendo em vista a obtenção de semelhantes estruturas de discordâncias, assim como taxa de encruamento iguais em função da deformação. A diferença de EFE estimada dentre as ligas com diferentes teores de alumínio foi de 31 mJ/m<sup>2</sup> a 57 mJ/m<sup>2</sup> (0Al0C e 5Al0C, respectivamente), não tendo sido suficiente para provocar uma diferença considerável no comportamento mecânico geral das ligas.

Por outro lado, o efeito endurecedor do carbono foi essencial para obtenção de maiores taxas de encruamento e, conseqüentemente, maiores resistências mecânicas. A presença do carbono levou à formação de maclas de deformação no material, mesmo possuindo valores intermediários de energia de falha de empilhamento, sugerindo assim que a presença de maclas não só depende da EFE, mas necessita de um agente que leve a uma menor mobilidade local das discordâncias no material. Neste caso, a presença do carbono como elemento intersticial na liga gera potenciais pontos de ancoramento nas linhas de discordâncias, facilitando assim a nucleação de maclas de deformação no material.

Este resultado foi reforçado pelos ensaios realizados utilizando radiação síncrotron em diferentes temperaturas. A redução da temperatura, assim como o aumento no teor de carbono levaram à formação de maclas de deformação nos materiais com energia de falha de empilhamento favoráveis. A principal conclusão aqui é a de que mesmo com valores de EFE favoráveis, a liga sem carbono e sem alumínio (EFE = 28 mJ/m<sup>2</sup>, determinada experimentalmente) dificilmente sofrerá o fenômeno TWIP à temperatura ambiente. Já com a redução da temperatura (-100°C), esta liga demonstrou a presença de maclas de deformação, sendo mais um indício de que há a necessidade de se reduzir a mobilidade das discordâncias para a ocorrência do fenômeno TWIP.



## **6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Comparação da estrutura bruta de fusão com a microestrutura obtida via conformação por spray para diferentes ligas;
- Avaliação do efeito do tamanho de grão nas taxas de encruamento e mecanismos de indução de plasticidade;
- Realização de ensaios interrompidos em diferentes temperaturas de ensaio e avaliação da estrutura de discordâncias;
- Realização de forjamento rotativo a quente, a fim de se reduzir o efeito da porosidade no alongamento total;
- Estudo da adição de outros elementos intersticiais como o nitrogênio para checar sua eficiência com relação ao aumento na taxa de encruamento e presença de mecanismos de indução de plasticidade;
- Realização de uma análise quantitativa (não apenas qualitativa) com relação aos ensaios realizados utilizando radiação de luz síncrotron.





## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Kuziak, R., Kawalla, R., Waengler, S. Advanced high strength steels for automotive industry. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, v. 8, n. 2, p. 103–117, 2008.
- [2] Mayyas, A., Qattawi, A., Omar, M., Shan, D. Design for sustainability in automotive industry: A comprehensive review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 16, n. 4, p. 1845–1862, 2012.
- [3] Kim, H., Suh, D., Kim, N.J. Fe–Al–Mn–C lightweight structural alloys: a review on the microstructures and mechanical properties. *Science and Technology of Advanced Materials*, v. 14, n. 1, p. 014205, 2013.
- [4] Rana, R., Lahaye, C., Ray, R.K. Overview of Lightweight Ferrous Materials: Strategies and Promises. *JOM*, v. 66, n. 9, p. 1734–1746, 2014.
- [5] Seo, C.-H., Kwon, K.H., Choi, K., Kim, K.-H., Kwak, J.H., Lee, S., Kim, N.J. Deformation behavior of ferrite–austenite duplex lightweight Fe–Mn–Al–C steel. *Scripta Materialia*, v. 66, n. 8, p. 519–522, 2012.
- [6] Yoo, J.D., Park, K.-T. Microband-induced plasticity in a high Mn–Al–C light steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 496, n. 1–2, p. 417–424, 2008.
- [7] Bouaziz, O., Allain, S., Scott, C.P., Cugy, P., Barbier, D. High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, v. 15, n. 4, p. 141–168, 2011.
- [8] Chen, Y., Wang, L., Dong, L., Li, F., Zhang, Y. Effects of Aluminum on Microstructures and Mechanical Properties of Hot-Rolled TRIP Steels. *Journal of Iron and Steel Research, International*, v. 14, n. 5, p. 368–372, 2007.
- [9] Chen, S., Rana, R., Haldar, A., Ray, R.K. Current state of Fe–Mn–Al–C low density steels. *Progress in Materials Science*, v. 89, p. 345–391, 2017.
- [10] Lee, S.-J., Han, J., Lee, S., Kang, S.-H., Lee, S.-M., Lee, Y.-K. Design for Fe-high Mn alloy with an improved combination of strength and ductility. *Scientific Reports*, v. 7, n. 1, p. 3573, 2017.
- [11] Das, A. Revisiting Stacking Fault Energy of Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 47, n. 2, p. 748–768, 2016.
- [12] Luo, Z.C., Huang, M.X. Revisit the role of deformation twins on the work-

hardening behaviour of twinning-induced plasticity steels. *Scripta Materialia*, v. 142, p. 28–31, 2018.

[13] Krizan, D., Steineder, K., Kaar, S., Hebesberger, T. Development of Third Generation Advanced High Strength Steels for Automotive Applications. *19th International Scientific Conference*, n. November, 2018.

[14] Hall, J.N., Fekete, J.R. Steels for auto bodies. In: *Automotive Steels*. Elsevier, v.236.2017, p. 19–45.

[15] Zhao, J., Jiang, Z. Thermomechanical processing of advanced high strength steels. *Progress in Materials Science*, v. 94, p. 174–242, 2018.

[16] Silva, A.L. da C. e; Mei, P.R. *Aços e Ligas Especiais*. São Paulo, SP: Editora Edgar Blücher Ltda, 2010. 646p.

[17] Cooman, B.C. De, Kwon, O., Chin, K.-G. State-of-the-knowledge on TWIP steel. *Materials Science and Technology*, v. 28, n. 5, p. 513–527, 2012.

[18] Hull, D.; Bacon, D.J. *Introduction to Dislocations*. Oxford: Elsevier, 2001.

[19] Reed-Hill, R.E. *Physical Metallurgy Principles*. New York: D. Van Nostrand Company, 1973. 920p.

[20] Dieter, G.E. *Mechanical Metallurgy*. Nova Iorque: McGraw-Hill, 1988. 751p.

[21] Kalidindi, S.R. Modeling the strain hardening response of low SFE FCC alloys. *International Journal of Plasticity*, v. 14, n. 12, p. 1265–1277, 1998.

[22] Luo, Z.C., Huang, M.X. The role of interstitial carbon atoms on the strain-hardening rate of twinning-induced plasticity steels. *Scripta Materialia*, v. 178, p. 264–268, 2020.

[23] Behavior, S.H., Tests, I.T. Strain Hardening Behavior and Microstructure Evolution of High-Manganese Steel Subjected to Interrupted Tensile Tests. *Metals*, v. 8, n. 2, p. 122, 2018.

[24] Kim, J.-K., Cooman, B.C. De Stacking fault energy and deformation mechanisms in Fe-xMn-0.6C-yAl TWIP steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 676, p. 216–231, 2016.

[25] Cooman, B.C. De, Estrin, Y., Kim, S.K. Twinning-induced plasticity (TWIP) steels. *Acta Materialia*, v. 142, p. 283–362, 2018.

[26] Pierce, D.T., Jiménez, J.A., Bentley, J., Raabe, D., Oskay, C., Wittig, J.E. The influence of manganese content on the stacking fault and austenite/ $\epsilon$ -

martensite interfacial energies in Fe–Mn–(Al–Si) steels investigated by experiment and theory. *Acta Materialia*, v. 68, p. 238–253, 2014.

[27] Kim, J., Lee, S.-J., Cooman, B.C. De Effect of Al on the stacking fault energy of Fe–18Mn–0.6C twinning-induced plasticity. *Scripta Materialia*, v. 65, n. 4, p. 363–366, 2011.

[28] Olson, G.B., Cohen, M. A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations. *Journal of the Less Common Metals*, v. 28, n. 1, p. 107–118, 1972.

[29] Saeed-Akbari, A., Imlau, J., Prah, U., Bleck, W. Derivation and Variation in Composition-Dependent Stacking Fault Energy Maps Based on Subregular Solution Model in High-Manganese Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 40, n. 13, p. 3076–3090, 2009.

[30] Zambrano, O.A. Stacking Fault Energy Maps of Fe–Mn–Al–C–Si Steels: Effect of Temperature, Grain Size, and Variations in Compositions. *Journal of Engineering Materials and Technology*, v. 138, n. 4, p. 041010, 2016.

[31] Lee, S.-J., Han, J., Lee, C.-Y., Park, I.-J., Lee, Y.-K. Elastic strain energy induced by epsilon martensitic transformation and its contribution to the stacking-fault energy of austenite in Fe–15Mn– x C alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 617, p. 588–596, 2014.

[32] Schramm, R.E., Reed, R.P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 6, n. 7, p. 1345–1351, 1975.

[33] Galindo-Nava, E.I., Rivera-Díaz-del-Castillo, P.E.J. Understanding martensite and twin formation in austenitic steels: A model describing TRIP and TWIP effects. *Acta Materialia*, v. 128, p. 120–134, 2017.

[34] Yang, C.L., Zhang, Z.J., Zhang, P., Zhang, Z.F. The premature necking of twinning-induced plasticity steels. *Acta Materialia*, v. 136, p. 1–10, 2017.

[35] Venables, J.A. The martensite transformation in stainless steel. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, v. 7, n. 73, p. 35–44, 1962.

[36] Li, Z., Tasan, C.C., Pradeep, K.G., Raabe, D. A TRIP-assisted dual-phase high-entropy alloy: Grain size and phase fraction effects on deformation

behavior. *Acta Materialia*, v. 131, p. 323–335, 2017.

[37] Olson, G.B., Cohen, M. A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC → HCP transformation. *Metallurgical Transactions A*, v. 7, n. 12, p. 1897–1904, 1976.

[38] Bhadeshia, H.K.D.H. Possible Effects of Stress on Steel Weld Microstructures. *Mathematical Modelling of Weld Phenomena*, p. 71–118, 1995.

[39] Jin, J.-E., Lee, Y.-K. Effects of Al on microstructure and tensile properties of C-bearing high Mn TWIP steel. *Acta Materialia*, v. 60, n. 4, p. 1680–1688, 2012.

[40] Bausch, M.; Frommeyer, G.; Hofmann, H.; Balichev, E.; Soler, M.; Didier, M.; Samek, L. *Ultra high-strength and ductile FeMnAlC light-weight steels*. Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2013. 157p.

[41] Tian, Y.Z., Zhao, L.J., Chen, S., Shibata, A., Zhang, Z.F., Tsuji, N. Significant contribution of stacking faults to the strain hardening behavior of Cu-15%Al alloy with different grain sizes. *Scientific Reports*, v. 5, n. 1, p. 16707, 2015.

[42] Li, Y.Z., Luo, Z.C., Liang, Z.Y., Huang, M.X. Effect of carbon on strain-rate and temperature sensitivity of twinning-induced plasticity steels: Modeling and experiments. *Acta Materialia*, v. 165, p. 278–293, 2019.

[43] Byun, T.S. On the stress dependence of partial dislocation separation and deformation microstructure in austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, v. 51, n. 11, p. 3063–3071, 2003.

[44] Suzuki, H., Barrett, C.. Deformation twinning in silver-gold alloys. *Acta Metallurgica*, v. 6, n. 3, p. 156–165, 1958.

[45] Steinmetz, D.R., Jäpel, T., Wietbrock, B., Eisenlohr, P., Gutierrez-Urrutia, I., Saeed-Akbari, A., Hickel, T., Roters, F., Raabe, D. Revealing the strain-hardening behavior of twinning-induced plasticity steels: Theory, simulations, experiments. *Acta Materialia*, v. 61, n. 2, p. 494–510, 2013.

[46] Choi, K., Seo, C.-H., Lee, H., Kim, S.K., Kwak, J.H., Chin, K.G., Park, K.-T., Kim, N.J. Effect of aging on the microstructure and deformation behavior of austenite base lightweight Fe–28Mn–9Al–0.8C steel. *Scripta Materialia*, v. 63, n. 10, p. 1028–1031, 2010.

[47] Shintani, T., Murata, Y. Evaluation of the dislocation density and dislocation

character in cold rolled Type 304 steel determined by profile analysis of X-ray diffraction. *Acta Materialia*, v. 59, n. 11, p. 4314–4322, 2011.

[48] Ungár, T. Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening. *Scripta Materialia*, v. 51, n. 8, p. 777–781, 2004.

[49] Ungár, T., Gubicza, J., Hanák, P., Alexandrov, I. Densities and character of dislocations and size-distribution of subgrains in deformed metals by X-ray diffraction profile analysis. *Materials Science and Engineering: A*, v. 319–321, p. 274–278, 2001.

[50] Talonen, J., Hänninen, H. Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, v. 55, n. 18, p. 6108–6118, 2007.

[51] Rahman, K.M., Jones, N.G., Dye, D. Micromechanics of twinning in a TWIP steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 635, p. 133–142, 2015.

[52] Gauss, C., Souza Filho, I.R., Sandim, M.J.R., Suzuki, P.A., Ramirez, A.J., Sandim, H.R.Z. In situ synchrotron X-ray evaluation of strain-induced martensite in AISI 201 austenitic stainless steel during tensile testing. *Materials Science and Engineering: A*, v. 651, p. 507–516, 2016.

[53] Smith, R.T., Lolla, T., Gandy, D., Wu, L., Faria, G., Ramirez, A.J., Babu, S.S., Anderson, P.M. In situ X-ray diffraction analysis of strain-induced transformations in Fe- and Co-base hardfacing alloys. *Scripta Materialia*, v. 98, p. 60–63, 2015.

[54] Park, K.-T., Jin, K.G., Han, S.H., Hwang, S.W., Choi, K., Lee, C.S. Stacking fault energy and plastic deformation of fully austenitic high manganese steels: Effect of Al addition. *Materials Science and Engineering: A*, v. 527, n. 16–17, p. 3651–3661, 2010.

[55] Kalsar, R., Khandal, P., Suwas, S. Effects of Stacking Fault Energy on Deformation Mechanisms in Al-Added Medium Mn TWIP Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 50, n. 8, p. 3683–3696, 2019.

[56] Lebedkina, T.A., Lebyodkin, M.A., Chateau, J.-P., Jacques, A., Allain, S. On the mechanism of unstable plastic flow in an austenitic FeMnC TWIP steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 519, n. 1–2, p. 147–154, 2009.

[57] Gutierrez-Urrutia, I., Raabe, D. Influence of Al content and precipitation

state on the mechanical behavior of austenitic high-Mn low-density steels. *Scripta Materialia*, v. 68, n. 6, p. 343–347, 2013.

[58] Kusakin, P., Belyakov, A., Molodov, D.A., Kaibyshev, R. On the effect of chemical composition on yield strength of TWIP steels. *Materials Science and Engineering: A*, v. 687, n. November 2016, p. 82–84, 2017.

[59] Grant, P.S. Spray forming. *Progress in Materials Science*, v. 39, n. 4–5, p. 497–545, 1995.

[60] Liu, D., Zhao, J., Li, M. Modeling and experimental verification of tubular product formation during spray forming. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 19, n. 3, p. 661–667, 2009.

[61] Grant, P.S. Solidification in Spray Forming. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 38, n. 7, p. 1520–1529, 2007.

[62] Mathur, P., Apelian, D., Lawley, A. Analysis of the spray deposition process. *Acta Metallurgica*, v. 37, n. 2, p. 429–443, 1989.

[63] Lin, Y., Zhou, Y., Lavernia, E.J. Mechanisms of Grain Size Evolution during Aluminum Spray Forming. *Metallurgical and Materials Transactions B*, v. 39, n. 6, p. 862–869, 2008.

[64] Lavernia, E.J., Grant, N.J. Spray deposition of metals: A review. *Materials Science and Engineering*, v. 98, p. 381–394, 1988.

[65] Dinsdale, A.T. SGTE data for pure elements. *Calphad*, v. 15, n. 4, p. 317–425, 1991.

[66] Allain, S., Chateau, J.-P., Bouaziz, O., Migot, S., Guelton, N. Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys. *Materials Science and Engineering: A*, v. 387–389, n. 1- 2 SPEC. ISS., p. 158–162, 2004.

[67] Huang, W. An assessment of the Fe-Mn system. *Calphad*, v. 13, n. 3, p. 243–252, 1989.

[68] Yang, W.S., Wan, C.M. The influence of aluminium content to the stacking fault energy in Fe-Mn-Al-C alloy system. *Journal of Materials Science*, v. 25, n. 3, p. 1821–1823, 1990.

[69] Gutierrez-Urrutia, I., Zaefferer, S., Raabe, D. The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe–22wt.% Mn–0.6wt.% C TWIP

- steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 527, n. 15, p. 3552–3560, 2010.
- [70] Lu, J., Hultman, L., Holmström, E., Antonsson, K.H., Grehk, M., Li, W., Vitos, L., Golpayegani, A. Stacking fault energies in austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, v. 111, p. 39–46, 2016.
- [71] Dew-Hughes, D., Kaufman, L. Ternary phase diagrams of the manganese-titanium-iron and the aluminum-titanium-iron systems: A comparison of computer calculations with experiment. *Calphad*, v. 3, n. 3, p. 175–203, 1979.
- [72] Lee, J.-Y., Koo, Y.M., Lu, S., Vitos, L., Kwon, S.K. The behaviour of stacking fault energy upon interstitial alloying. *Scientific Reports*, v. 7, n. 1, p. 11074, 2017.
- [73] Saunders, N., Miodownik, A.P., Dinsdale, A.T. Metastable lattice stabilities for the elements. *Calphad*, v. 12, n. 4, p. 351–374, 1988.
- [74] Lee, Y.-K., Choi, C.-S. Driving force for  $\gamma \rightarrow \epsilon$  martensitic transformation and stacking fault energy of  $\gamma$  in Fe-Mn binary system. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 31, n. 2, p. 355–360, 2000.
- [75] Chowdhury, P., Sehitoglu, H. Atomistic Energetics and Critical Twinning Stress Prediction in Face and Body Centered Cubic Metals: Recent Progress. *Journal of Engineering Materials and Technology*, v. 140, n. 2, 2018.
- [76] Zepon, G., Ellendt, N., Uhlenwinkel, V., Bolfarini, C. Solidification Sequence of Spray-Formed Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 47, n. 2, p. 842–851, 2016.
- [77] Zepon, G., Fernandes, J.F.M., Otani, L.B., Bolfarini, C. Stable Eutectic Formation in Spray-Formed Cast Iron. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 51, n. 2, p. 798–808, 2020.
- [78] Uhlenwinkel, V., Ellendt, N. Porosity in Spray-Formed Materials. *Materials Science Forum*, v. 534–536, p. 429–432, 2007.
- [79] Pierce, D.T., Jiménez, J.A., Bentley, J., Raabe, D., Wittig, J.E. 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.