

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

**FADIGA DE AÇOS TWIP DE BAIXA DENSIDADE PRODUZIDOS POR  
CONFORMAÇÃO POR SPRAY E FORJAMENTO ROTATIVO**

André Luiz Vidilli

São Carlos-SP  
2020



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

**FADIGA DE AÇOS TWIP DE BAIXA DENSIDADE PRODUZIDOS POR  
CONFORMAÇÃO POR SPRAY E FORJAMENTO ROTATIVO**

André Luiz Vidilli

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

Orientador: Dr. Claudemiro Bolfarini

Coorientador: Dr. Francisco Gil Coury

Agências Financiadoras: CNPq (Processo nº 130825/2018-2)

FAPESP (Processo nº 2018/04142-8)

São Carlos-SP

2020



## DEDICATÓRIA

Aos meus pais, Cezira e Júnior, e minha namorada, Mayara, com todo o carinho

## VITAE DO CANDIDATO

Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos  
(2017).





**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**

---

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato André Luiz Vidilli, realizada em 19/02/2020:

---

Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini  
UFSCar

---

Prof. Dr. Walter José Botta Filho  
UFSCar

---

Prof. Dr. Juliano Soyama  
UNICAMP



## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini e ao coorientador Prof. Dr. Francisco G. Coury pelos conselhos e ensinamentos que foram essenciais para o desenvolvimento da pesquisa.

Aos amigos Diego, Léo, Tales, Fernando, e todos parceiros de laboratório pela convivência e pelos momentos de descontração. Em especial, agradeço ao amigo Otani que muito contribuiu neste período.

Aos técnicos do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) pelo suporte, em especial ao Beto.

Agradeço ao Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM).

Aos técnicos, Vítor, Eduardo, Michele, Diego, Ana, Vinício e Otávio, do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) que se tornaram grandes amigos.

Agradeço ao Prof. Dr. Paulo Sérgio e Prof. Dr. Botta pelos conselhos e sugestões.

Ao PPGCEM e ao DEMa (estendido a todos os funcionários) pela excelente infraestrutura proporcionada.

Agradeço a FAPESP - Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Processo nº 2018/04142-8) pelo apoio financeiro essencial para a realização dessa pesquisa. O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Agradeço também ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico).

Por fim, mas não menos importante, agradeço à toda minha família, em especial aos meus pais, Cezira e Júnior, por todo apoio e paciência, e a minha namorada, Mayara, pela paciência e companheirismo ao longo dos últimos anos.



## RESUMO

O presente estudo avaliou as propriedades mecânicas em tensões monotônicas e cíclicas de dois aços de baixa densidade selecionados a partir de cálculos termodinâmicos visando valores de energia de falha de empilhamento que possibilitassem a atuação de mecanismos de indução de plasticidade. O material foi processado por *spray forming*, utilizando matérias-primas recicladas, como aço estrutural e bloco de motor de alumínio. Os depósitos foram conformados mecanicamente por forjamento rotativo e, posteriormente, tratados termicamente. Essa rota de processamento resultou em microestruturas austeníticas, monofásicas e com textura mínima. Uma elevada densidade de maclas (efeito TWIP) foi observada no aço com menor teor de alumínio após o ensaio monotônico, sendo que o alongamento final alcançou o nível de 73%. O efeito TWIP também foi observado no aço com maior teor de alumínio, o qual fraturou com um alongamento de 56%. Os limites de fadiga foram determinados pelo método *staircase* e, através da caracterização microestrutural dos corpos de prova fadigados, concluiu-se que as maclas de deformação são geradas até mesmo em solicitações cíclicas e que exercem influência nos estágios de nucleação e propagação da trinca de fadiga.

**Palavras-chave:** Aço de Baixa Densidade; Aço TWIP; Propriedades Mecânicas; Fadiga



**ABSTRACT**  
**FATIGUE OF LOW-DENSITY TWIP STEELS PRODUCED BY SPRAY**  
**FORMING AND SWAGING**

The present study evaluated the mechanical properties in monotonic and cyclic stress of two low-density steel designed by thermodynamic calculations aiming stacking fault energy values that would allow different plasticity induced mechanisms to operate. The material was processed by spray forming, using recycled feedstock from mild steel and aluminum engine block. The deposit was mechanically formed by rotary swaging and subsequent annealing. This processing route resulted in single-phase austenitic materials with minimal texture. A high density of deformation twins (TWIP effect) was observed in the steel with lower aluminum content after the monotonic test, achieving a final elongation of 73%. The TWIP effect was also present in the alloy with a higher aluminum content, which deformed 56% before fracture. The fatigue limits were determined by the staircase method, and through microstructural characterization of the fatigued specimens it was concluded that the mechanical twins are generated even in cyclic loading, influencing the fatigue crack nucleation and propagation stages.

**Keywords:** Low-density Steel; TWIP steel; Mechanical Properties; Fatigue



## PUBLICAÇÕES

- VIDILLI, A. L.; BOLFARINI, C. Fadiga de aços de baixa densidade. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA E ENGENHARIA DOS MATERIAIS. **Anais**.....Foz do Iguaçu - PR. Novembro, 2018.

### **Trabalhos apresentados em Congressos Nacionais**

- VIDILLI, A. L.; BOLFARINI, C. Fadiga de aços de baixa densidade conformados por spray forming obtidos por reciclagem de ligas de alumínio de fundição. Trabalho apresentado na forma de pôster no 23º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2018.

- VIDILLI, A. L.; BOLFARINI, C. Fatigue behavior of low-density Fe-Mn-Al-C austenitic steel. Trabalho apresentado na forma de pôster 18º Brazil MRS Meeting (SBPMat), 2019.

### **Trabalho submetido para publicação**

- VIDILLI, A. L. OTANI, L. B.; WOLF, W.; KIMINAMI, C. S.; BOTTA, W. J.; COURRY, F. G.; BOLFARINI, C. Design of a FeMnAlC TWIP steel and evaluation of its tensile and fatigue properties in presence of nanotwins. Submetido na revista *Journal of Alloys and Compounds* em 29/01/2020.



## ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS .....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT .....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS .....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xv
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xix
1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA.....	1
2 OBJETIVOS.....	3
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
3.1 Aços de baixa densidade .....	5
3.2 Mecanismos de indução de plasticidade.....	7
3.3 Falha por fadiga .....	17
3.3.1 Visão geral .....	17
3.3.2 Fadiga de aço TWIP .....	20
3.4 Conformação por spray.....	27
4 MATERIAIS E MÉTODOS .....	31
4.1 Seleção dos aços de baixa densidade.....	31
4.2 Conformação por spray.....	32
4.3 Conformação mecânica e tratamento térmico .....	33
4.4 Ensaio mecânicos .....	35
4.5 Caracterização Microestrutural .....	37
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	39
5.1 Seleção das composições .....	39
5.2 Avaliação microestrutural.....	43
5.2.1 Fe-25Mn-3Al-0,4C.....	43
5.2.2 Fe-25Mn-6Al-0,4C.....	47
5.3 Avaliação do comportamento em tração.....	49

5.3.1 Fe-25Mn-3Al-0,4C.....	49
5.3.2 Fe-25Mn-5Al-0,5C.....	56
5.4 Avaliação do comportamento em fadiga .....	58
5.4.1 Fe-25Mn-3Al-0,4C.....	58
5.4.2 Fe-25Mn-5Al-0,5C.....	66
6 CONCLUSÕES .....	69
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	71
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	73

## ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 3.1 - Microestrutura típica após a laminação a quente de aços de baixa densidade incluindo as faixas de composição e propriedades mecânicas. Adaptado de [12]. .....	7
Tabela 3.2 - Valores de energia de falha de empilhamento relacionados aos mecanismos de indução de plasticidade em aços de baixa densidade com microestrutura austenítica. Adaptado de [12,27]. .....	8
Tabela 3.3 - Equações para determinação da tensão de cisalhamento resolvida crítica teórica. ....	14
Tabela 4.1 - Funções e parâmetros termodinâmicos utilizados para estimar a energia de falha de empilhamento de acordo com três modelos. ....	32
Tabela 4.2 - Parâmetros utilizados na conformação por spray do aço Fe-25Mn-3Al-0,6C. ....	33
Tabela 5.1 - Composições selecionadas com suas respectivas densidades. ..	41
Tabela 5.2 - Composição química, EFE e densidade do aço de baixa densidade Fe-25Mn-3Al-0,4C. ....	43
Tabela 5.3 - Composição química, EFE e densidade teórica do aço Fe-25Mn-5Al-0.5C. ....	48
Tabela 5.4 - Propriedades mecânicas do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C estudado e de aços reportados na literatura[14,25]. ....	50
Tabela 5.5 - Tensão de cisalhamento resolvida crítica e tensão para nucleação de maclas determinadas por diferentes modelos para o aço Fe-25Mn-3Al-0,4C .....	53
Tabela 5.6 - Tensão de cisalhamento resolvida crítica [20] e tensão para nucleação de maclas. ....	58
Tabela 5.7 – Propriedades de fadiga do presente aço TWIP de baixa densidade e de aços relatados na literatura [25,74,75]. ....	59
Tabela 5.8 - Propriedades de fadiga do aço Fe-25Mn-5Al-0,4C .....	66



## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 3.1 – Diagrama ductilidade versus tensão de ruptura dos aços convencionais e dos de aços avançados. Adaptado de [28].....	5
Figura 3.2 - (a) Densidade do ferro em função do teor de elementos de liga e (b) densidade do ferro em função do teor de alumínio. Adaptado de [12,30–32]. ...	6
Figura 3.3 - Representação esquemática dos mecanismos de deformação nos aços austeníticos do sistema Fe-Mn-Al-C. GB: contorno de grão, AT: macla de recozimento, MN: agulhas de martensita, MT: maclas de deformação, DS: linhas de discordâncias. Adaptado de [36]. .....	9
Figura 3.4 - Representação do efeito TRIP pela sobreposição de falhas de empilhamento gerando a estrutura HCP. ....	10
Figura 3.5 - Mapeamento da difração de raios X usando radiação sincrotron durante ensaio de tração uniaxial no aço inoxidável AISI 201, onde as intensidades estão representadas pela mudança de coloração entre vermelho (alta intensidade) e verde (baixa intensidade). Adaptado de [39].....	11
Figura 3.6 - Representação da formação de uma macla de deformação pela sobreposição de falhas de empilhamento em uma estrutura CFC.....	12
Figura 3.7 - Curva de encruamento do aço TWIP de composição Fe-17Mn-0,4C-1,3Al. Adaptado de [3].....	13
Figura 3.8 - Imagem de TEM da microestrutura do aço Fe-28Mn-9Al-0,8C em diferentes níveis de deformação de engenharia: (a) 5%, (b) 10%, (c) 40% e (d) após a fratura em 100% [50]. .....	16
Figura 3.9 - Visão esquemática dos Estágios I, II e III de propagação em fadiga. Adaptado de [55]. .....	19
Figura 3.10 - Bandas de deslizamento intensas adjacentes a trinca de fadiga no Fe-16Mn-1,5Al-0,3C. (a) Imagem de microscópio ótico da superfície fadigada, (b) microscópio de força atômica na região das bandas de deslizamento destacada pelo quadrado branco em (a), (c) perfil das extrusões e intrusões ao longo da seta sinalizada em (b), (d) imagem de microscopia eletrônica de uma larga banda de deslizamento [58]. .....	21

Figura 3.11 - (a) Efeito do tamanho grão na vida em fadiga e (b) na dureza no aço Fe-22Mn-0,6C em uma amplitude de tensão de 500 MPa. Adaptado de [58]. .....	22
Figura 3.12 - Estrutura de discordâncias no aço com granulometria grosseira após 2000 ciclos a 580 MPa. (a) Estrutura em labirinto de discordâncias com estreitas falhas de empilhamento (SF) e maclas. (b) maclas paralelas, (c) imagem de campo claro de maclas e correspondente (d) campo escuro [57].	24
Figura 3.13 - Imagens de MEV em sinal BSE das maclas de deformação após 50 ciclos e deformação de (a) $\pm 0,5\%$ , (b) $\pm 0,8\%$ e (c) $\pm 1,3\%$ do aço Fe-22Mn-0,6C e, (d) $\pm 0,5\%$ , (e) $\pm 0,8\%$ e (f) $\pm 1,3\%$ do aço Fe-22Mn-3Al-0,6C [59].	25
Figura 3.14 - Microestrutura da seção longitudinal da liga Ti-15Mo após ensaio de fadiga revelando a formação de maclas durante o ensaio cíclico. A seta indica a região de início da fratura [62].	26
Figura 3.15 - Representação esquemática de um sistema de conformação por spray. Adaptado de [64].	28
Figura 3.16 - Esquema representativo da variação da fração sólida na superfície do tarugo durante o processo de conformação por spray e das alterações microestruturais antes e depois da deposição da gota. Adaptado de [63].	29
Figura 4.1 - Matérias primas recicladas utilizadas na fabricação do aço de baixa densidade estudado. Aço estrutural 1020 à esquerda e bloco de motor constituído pela liga de alumínio A380 à direita.	33
Figura 4.2 - a) Forja rotativa FENN modelo 5F; b) tiras provenientes dos depósitos; c) barras de seção circular forjadas.	34
Figura 4.3 - Ilustração do corpo de prova de fadiga.	34
Figura 4.4 - Máquina servo-hidráulica utilizada nos ensaios de fadiga.	35
Figura 5.1 - Diagrama de equilíbrio do sistema Fe-25Mn-xAl-0,6C gerado pelo software Thermo-Calc.	40
Figura 5.2 - Variação da EFE prevista por três modelos e da densidade em função da concentração de alumínio no aço Fe-25Mn-(x)Al-0,6C.	41
Figura 5.3 – Cálculo termodinâmico das fases em equilíbrio dos aços (a) Fe-25Mn-3Al-0,4C e (b) Fe-25Mn-6Al-0,4C.	43

Figura 5.4 - Microestrutura por MEV do pó <i>overspray</i> do aço de baixa densidade Fe-25Mn-3Al-0,4C.....	44
Figura 5.5 - (a) Imagem de micrografia ótica, (b) figura de polo inversa (EBSD) e (c) figura de polo da seção transversal do depósito Fe-25Mn-3Al-0,4C.....	45
Figura 5.6 - Difração de raios-X do depósito (Fe-25Mn-3Al-0,4C) e após o forjamento seguido de tratamento térmico. ....	46
Figura 5.7 - (a) Micrografia ótica do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C após o forjamento e recozimento; (b) Figura de polo inversa (EBSD); (c) Figura de polo correspondente a seção transversal da barra. ....	47
Figura 5.8 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura do (a) depósito, após o (b) forjamento e recozimento do aço Fe-25Mn-5Al-0,5C e suas respectivas (c) difrações de raios-X .....	49
Figura 5.9 - Curva tensão deformação de engenharia do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C ensaiado a uma taxa de $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . ....	50
Figura 5.10 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura em sinal (a) SE (elétrons secundários), (b) BSE (elétrons retroespalhados) e (c) imagem de campo claro (STEM) do corpo de prova de tração deformado até a ruptura juntamente com o padrão de difração de área selecionada do eixo de zona [100] mostrando a matriz e as reflexões das maclas. ....	52
Figura 5.11 - Curva tensão deformação verdadeira sobreposta à curva de taxa de encruamento. As marcações em verde indicam os níveis de tensão e deformação dos ensaios interrompidos.....	54
Figura 5.12 - Imagens de campo claro das estruturas de discordâncias das amostras do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C deforma (a) 3%, (b) 10% e campo escuro da amostra em 37%. ....	56
Figura 5.13 - Curva tensão deformação de engenharia do aço Fe-25Mn-6Al-0,4C .....	57
Figura 5.14 - (a) Imagem de campo escuro usando reflexão 200 da macla tirada do corpo de prova de tração deformado até a ruptura e o (b) padrão de difração de área selecionada do eixo de zona [110] mostrando a matriz e as reflexões das maclas. ....	57
Figura 5.15 - Diagrama de fadiga pelo método staircase.....	59

Figura 5.16 - Imagens de MEV da (a) região próxima à nucleação da trinca de fadiga no corpo de prova ensaiado com tensão máxima de 450 MPa e falhado após $7 \cdot 10^5$ ciclos; (b) região de propagação estável da trinca de fadiga do corpo de prova ensaiado com tensão máxima de 425 MPa e falhado após $9 \cdot 10^5$ ciclos. (c) Imagem de microscopia ótica da superfície de um corpo de prova de fadiga não fratura ensaiado a $5 \cdot 10^6$ ciclos com tensão máxima de 375 MPa e (d) MEV da região central.....	60
Figura 5.17 - (a) Imagem de campo claro da amostra de FIB e padrão de difração de área selecionada. (b) Imagem de campo claro (STEM) das estruturas de discordâncias. ....	62
Figura 5.18 - Visão geral da superfície de fratura dos corpos de prova ensaiados a (a) 450 MPa, (c) 400 MPa, (e) 375 MPa e suas respectivas imagens com maiores magnificações, (b), (d) e (f).....	63
Figura 5.19 - Imagens de MEV do (a) corpo de prova de fadiga ensaiado com tensão máxima de 425 MPa após $3 \cdot 10^5$ ; as regiões 1, 2 e 3 estão apresentadas em (b), (c) e (d). ....	65
Figura 5.20 - Diagrama de fadiga empregado para determinação do limite de fadiga do aço de baixa densidade Fe-25Mn-5Al-0,5C. ....	66
Figura 5.21 - Imagem de MEV da (a) superfície e (b) bulk de um corpo de prova de fadiga não fraturado, ensaiado com tensão máxima de 425 MPa durante $5 \cdot 10^6$ ciclos; (c) região da fratura do corpo de prova de fadiga ensaiado com tensão máxima de 475 MPa. ....	67

**SÍMBOLOS E ABREVIATURAS**

EFE	energia de falha de empilhamento
$f_{eq}$	fração de equilíbrio
LF	limite de fadiga
MBIP	plasticidade induzida pela formação de microbandas
MEV	microscopia eletrônica de varredura
$M_s$	início da transformação martensítica
$T_{eq}$	temperatura de equilíbrio
TRIP	plasticidade induzida pela transformação de fase
TWIP	plasticidade induzida pela formação de maclas
$\Delta G$	energia livre de Gibbs
$\sigma_{esc}$	tensão de escoamento
$\sigma_{macla}$	tensão crítica para nucleação de maclas
$\sigma_{UTS}$	limite de resistência à tração
$\tau_{macla}$	tensão de cisalhamento resolvida crítica para a formação de maclas



## 1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

Os aços TWIP Fe-Mn-Al-C têm sido considerados candidatos promissores para aplicação automotiva, pois apresentam elevada resistência específica, podendo ser empregados como reforço estrutural [1,2]. Esta classe de aço é facilmente conformada e apresenta alta capacidade de absorção de energia, o que é fundamental para a segurança dos passageiros [3]. Possuem densidade inferior aos aços convencionais devido à presença de elementos leves, Al e C, que, além das massas atômicas mais baixas, são responsáveis pelo aumento do parâmetro da rede. Essa característica os torna ainda mais interessantes para a indústria automotiva, considerando o aumento da eficiência energética por meio da redução de peso dos veículos.

A elevada combinação de propriedades mecânicas dos aços TWIP [4–6] está diretamente relacionado com o fato das maclas de deformação atuarem como obstáculos, reduzindo o caminho livre para a movimentação das discordâncias, culminando em uma elevada taxa de encruamento e, conseqüentemente, retardo do início do processo de instabilidade plástica [7,8]. Além disso, esse material é caracterizado pela elevada capacidade de estocar discordâncias em sua estrutura. A ativação dos mecanismos de incremento de plasticidade em metais cúbicos de face centrada (CFC), como os aços TWIP, está associada com o valor de Energia de Falha de Empilhamento (EFE). De uma forma geral, o efeito TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) ocorre quando o valor da EFE é menor que 20 mJ/m<sup>2</sup>, o efeito TWIP quando está entre 20 - 40 mJ/m<sup>2</sup>, e acima de 40 mJ/m<sup>2</sup> o deslizamento planar e o efeito MBIP (*Microband Induced Plasticity*) podem se tornar atuantes [3,9–11]. Nos aços de baixa densidade, além de reduzir a densidade do material, o alumínio também é responsável pelo aumento da EFE, o que pode levar ao impedimento do efeito TRIP, assim como supressão ou retardamento do efeito TWIP [12,13] e domínio do modo planar de deformação, como observado por Park et al. [14] em aços Fe-22Mn-0,6C com diferentes teores de Al.

Embora diversos modelos teóricos tenham sido propostos [15–17], o mecanismo de nucleação das maclas de deformação ainda não está claro. Os modelos convergem no sentido de que a formação de maclas requer uma

densidade de discordância suficientemente alta e que a tensão de cisalhamento resolvida crítica seja atingida. Algumas equações em função da EFE foram propostas para determinação dessa tensão crítica [18–20].

Diferentes modos de deformação foram observados por Niendorf et al. [21] durante testes monotônicos e cíclicos de um aço TWIP. No primeiro houve formação massiva de maclas de deformação em contraste com o último, no qual não houve nucleação. Em outro estudo, Karjalainen et al. [22] avaliaram o comportamento a fadiga de três aços austeníticos com EFEs contidas no intervalo do efeito TWIP, e maclas mecânicas não foram observadas. Os sítios de nucleação da trinca correspondiam a interseções de bandas de escorregamento e contorno de grão, levando a conclusão de que o efeito TWIP não exerce influência nas propriedades de fadiga, haja vista que a deformação cíclica acumulada não foi suficiente para induzi-las. A ausência de maclas de deformação durante carregamento cíclico também foi reportado por [4,22–24], embora outros autores [9,25,26] as tenham identificadas, revelando que o comportamento em fadiga dos aços TWIP ainda não é bem compreendido.

Desta forma, o presente trabalho tem a finalidade de estudar o comportamento em fadiga de aços austeníticos de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al-C, avaliando a atuação e influência do efeito TWIP durante o carregamento cíclico. Os aços foram produzidos por conformação por *spray* a partir de matérias-primas recicladas: aço AISI 1020 e liga de alumínio de fundição A380 empregada na produção de bloco de motores automotivos.

## **2 OBJETIVOS**

O objetivo inicial é projetar aços de baixa densidade com microestrutura austenítica, possuindo energias de falha de empilhamento suficientemente baixas para atuação dos mecanismos de incremento de plasticidade. O objetivo principal é a avaliação do comportamento em fadiga desses materiais, verificando a atuação dos mecanismos e sua possível influência na vida em fadiga.



### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Aços de baixa densidade

Esta classe de aços consiste em ligas metálicas do sistema Fe-Mn-Al-C que possuem menor densidade em relação aos aços convencionais (podendo chegar a  $6,7 \text{ g/cm}^3$ ), com a possibilidade de apresentar efeitos de incremento de plasticidade devido a diferentes mecanismos: transformação de fase induzida por deformação (efeito TRIP), formação de maclas de deformação (efeito TWIP) ou por meio da formação de microbandas (efeito MBIP) [27]. A Figura 3.1 corresponde a um diagrama de Ashby de alongamento versus tensão de ruptura dos principais tipos de aços empregados na indústria automobilística. A classe de aços com efeito TWIP se destaca devido a possibilidade de apresentar valores de alongamento superior a 60% e tensão de ruptura superiores a 1000 MPa, estando contidos também, na classe dos aços avançados de elevada resistência – AHSS (*Advanced High-Strength Steels*).

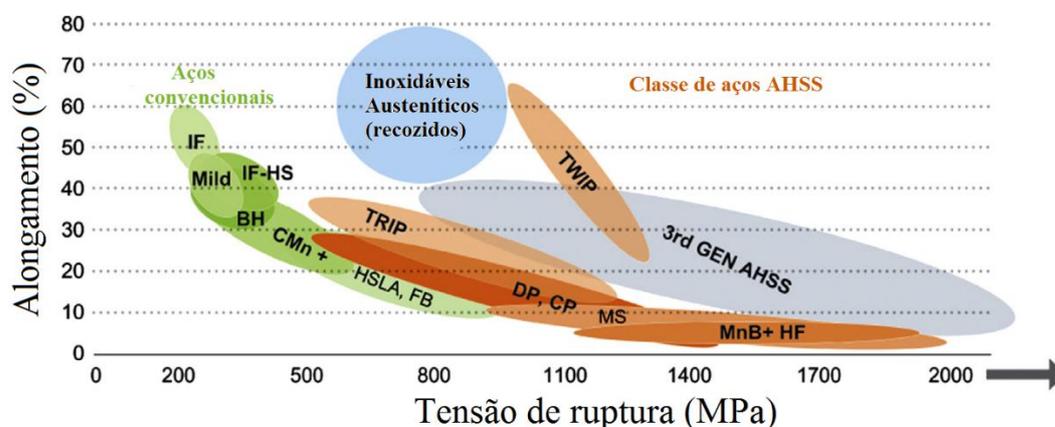


Figura 3.1 – Diagrama ductilidade versus tensão de ruptura dos aços convencionais e dos de aços avançados. Adaptado de [28]

As principais razões pelas quais estes aços possuem um elevado potencial para aplicações na indústria automobilística são a melhor dissipação de energia durante o impacto e a maior resistência mecânica do material, de forma a permitir a redução da espessura e conseqüente redução de peso. Além disso, tendem a apresentar boa conformabilidade, elevada tenacidade em baixas temperaturas e, em alguns casos, boa resistência a oxidação em elevadas

temperaturas [12]. Estes aços podem possuir diversos elementos de liga que levam a redução da densidade, como é o caso do alumínio, carbono e manganês. A Figura 3.2 apresenta o efeito dos elementos de liga em solução sólida no ferro sobre a densidade final. Observa-se que a densidade é reduzida consideravelmente com a pequena adição de carbono devido à distorção na célula unitária provocada pela introdução deste elemento nos interstícios.

A baixa densidade dos aços do sistema Fe-Mn-Al-C é explicada, principalmente, pelo aumento no parâmetro de rede da célula unitária e pela adição de elementos mais leves quando comparados ao ferro [29]. A variação da densidade da austenita ( $\text{g/cm}^3$ ) com o teor dos elementos de liga é determinada por Hansoo [27] por meio da Equação 3.1.

$$\rho_{\gamma} = 8.10 - 0.101(\%Al) - 0.41(\%C) - 0.0085(\%Mn) \quad (3.1)$$

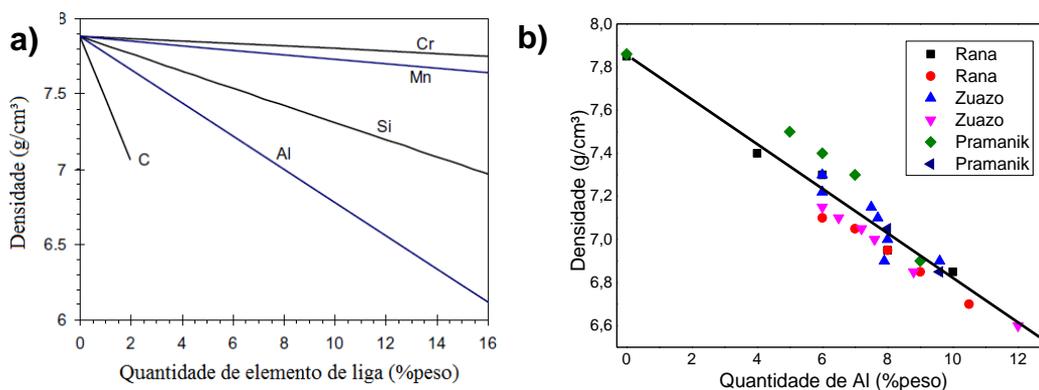
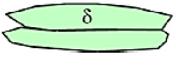
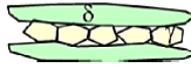
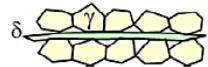


Figura 3.2 - (a) Densidade do ferro em função do teor de elementos de liga e (b) densidade do ferro em função do teor de alumínio. Adaptado de [12,30–32].

A microestrutura é definida pelo teor de elementos de liga e pelo histórico de processamento utilizado em sua fabricação, podendo ser ferrítica, duplex ou austenítica. O carbono e o manganês são elementos responsáveis pela estabilização da austenita, enquanto o alumínio é ferritizante e também, se adicionado em excesso, responsável pela formação indesejada de fases ordenadas que possuem natureza frágil, podendo reduzir as propriedades mecânicas do material.

Os aços de baixa densidade do sistema Fe-Mn-Al-C podem ser classificados de acordo com a constituição das fases presentes na matriz, conforme apresentado na Tabela 3.1. Pode-se verificar que os aços austeníticos apresentam as melhores combinações de resistência mecânica e alongamento, mostrando-se os mais vantajosos para aplicações automobilísticas. Isso se deve ao endurecimento da austenita por solução sólida (Mn, Al e C), além dos mecanismos de plasticidade induzida [12]. Por esse motivo, as composições químicas a serem estudadas neste trabalho correspondem a uma microestrutura majoritariamente austenítica.

Tabela 3.1 - Microestrutura típica após a laminação a quente de aços de baixa densidade incluindo as faixas de composição e propriedades mecânicas. Adaptado de [12].

Características	Tipo			
	Ferrítico	Duplex com matriz ferrítica	Duplex com matriz austenítica	Austenítico
Microestrutura laminada a quente				
Composição química típica	Al ~ 5-9% Mn < 5% C < 0.05%	Al ~ 3-7% Mn ~ 2-12% C ~ 0.05-0.5%	Al ~ 5-10% Mn ~ 5-30% C ~ 0.4-0.7%	Al ~ 5-12% Mn ~ 12-30% C ~ 0.6-2.0%
Propriedades mecânicas	LRT ~ 200-600 MPa AT ~ 10-40%	LRT ~ 400-900 MPa AT ~ 10-40%	LRT ~ 800-1300 MPa AT ~ 10-40%	LRT ~ 800-1500 MPa AT ~ 30-80%

LRT: Limite de Resistência Total | AT: Alongamento Total

O processamento usual destes aços se dá por meio do lingotamento convencional, seguido por tratamentos termomecânicos com intuito de homogeneizar a microestrutura, haja vista que podem apresentar problemas de segregação. Posteriormente, o aço é laminado a frio para obtenção da espessura final, recozido a fim de que ocorra a recristalização e, por último, pode passar por processos de solubilização e de envelhecimento caso seja possível [33].

## 3.2 Mecanismos de indução de plasticidade

### 3.2.1 Visão Geral

A atuação dos mecanismos de indução de plasticidade é influenciada diretamente pela Energia de Falha de Empilhamento (EFE), embora não seja o único fator determinante. A Tabela 3.2 apresenta de forma genérica os valores

de EFE com relação aos diferentes mecanismos envolvidos [12,27], e a Figura 3.3 ilustra-os esquematicamente. A EFE corresponde à energia associada à criação de uma falha de empilhamento no cristal. Diversas informações sobre como se dá o processo de deformação plástica e mecanismos de recuperação e recristalização de metais CFC podem ser obtidos por meio da EFE [34]. Assim sendo, trata-se de um parâmetro essencial para a previsão do comportamento plástico do metal.

Tabela 3.2 - Valores de energia de falha de empilhamento relacionados aos mecanismos de indução de plasticidade em aços de baixa densidade com microestrutura austenítica. Adaptado de [12,27].

<b>Energia de Falha de Empilhamento (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 bandas de cisalhamento homogêneas devido à distribuição de carbonetos κ
EFE ≈ 120	Formação da rede de Taylor (estrutura de discordâncias em um plano de deslizamento)

Adicionalmente à energia de falha de empilhamento, os fenômenos de incremento de plasticidade estão diretamente relacionados com a estabilidade da austenita, tamanho dos grãos austeníticos e à temperatura do ensaio [14]. A estabilidade da fase austenita é geralmente medida através da temperatura de início de transformação martensítica ( $M_s$ ) podendo ser prevista a partir da Equação 3.2, em que %p C, %p Mn, %p Al correspondem às porcentagens em peso dos respectivos elementos na austenita, B corresponde ao coeficiente geométrico relacionado ao tamanho de grão austenítico e  $V_V$ , o volume médio dos grãos austeníticos [35].

$$M_s = 539 - 423. (\%p C) - 30,4. (\%p Mn) + 30. (\%p Al) - B. (V_V^{-1/3}) \quad (3.2)$$

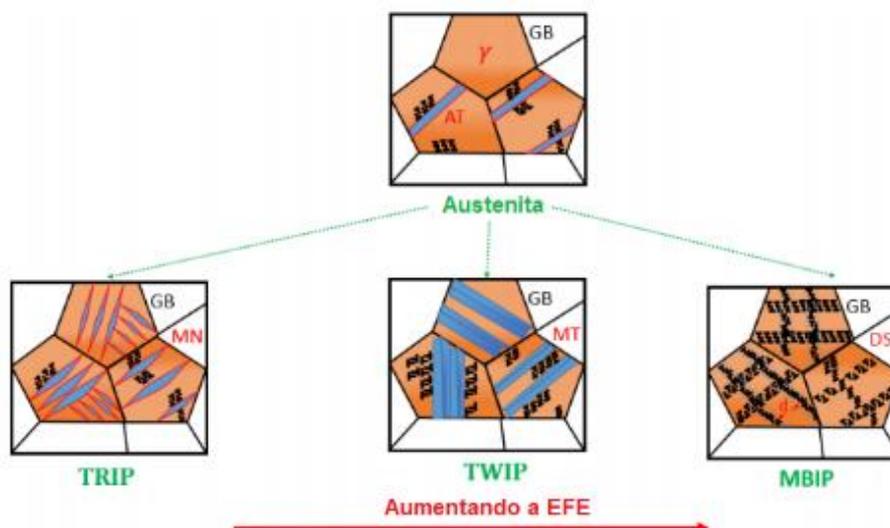


Figura 3.3 - Representação esquemática dos mecanismos de deformação nos aços austeníticos do sistema Fe-Mn-Al-C. GB: contorno de grão, AT: macla de recozimento, MN: agulhas de martensita, MT: maclas de deformação, DS: linhas de discordâncias. Adaptado de [36].

Abaixo estão apresentados os principais mecanismos de incremento de plasticidade presentes na literatura para os aços austeníticos.

### 3.2.2 Plasticidade Induzida por Transformação de Fase (TRIP)

Como já mencionado anteriormente, o efeito TRIP ocorre em materiais com baixa EFE e geralmente consiste na formação da martensita- $\epsilon$  (HCP) em aços austeníticos. Durante a deformação plástica, o empilhamento pode ser alterado através da sobreposição de falhas de empilhamento, como esquematizado na Figura 3.4, levando à formação da estrutura HCP dentro da estrutura da fase CFC.

Ao longo da deformação, a austenita se transforma em martensita- $\epsilon$  provocando um endurecimento da região, conseqüentemente, a deformação localizada é retardada. Essa transformação ocorre também nas regiões

subsequentes, conduzindo a uma alta taxa de encruamento e deformação uniforme ao longo do material [37].

Cabe salientar que, de acordo com Olson *et al.* [38], o efeito TRIP ocorre quando uma tensão de cisalhamento resolvida crítica é atingida, sendo ela influenciada pela estabilidade da austenita.

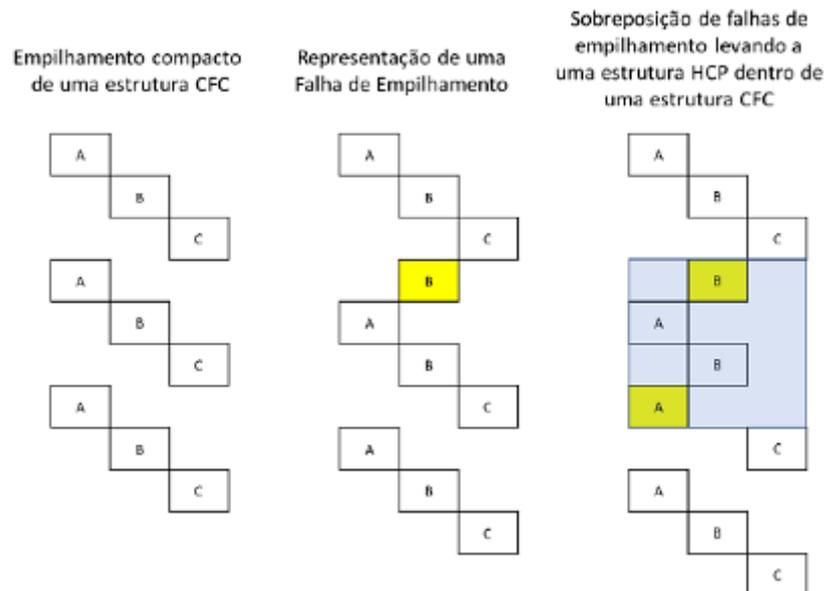


Figura 3.4 - Representação do efeito TRIP pela sobreposição de falhas de empilhamento gerando a estrutura HCP.

Embora o efeito TRIP não seja comum nos aços de baixa densidade devido a presença de elementos que elevam a EFE, como o alumínio e o carbono, este fenômeno deve ser levado em consideração em temperaturas criogênicas, pois com a redução da temperatura, há também uma redução da EFE, permitindo, assim, sua atuação em aços de baixa densidade [33].

A Figura 3.5 ilustra o efeito TRIP no aço inoxidável austenítico AISI 201 através de difratograma de raios-X coletados *in situ* durante o ensaio de tração. Observa-se que nos momentos iniciais, apenas os picos da austenita são identificados e, à medida que o ensaio de tração evolui, o pico da martensita- $\epsilon$  surge, sendo seguido pela formação da martensita- $\alpha'$ . De acordo com alguns autores,  $\alpha'$  é formada na interseção das placas de  $\epsilon$ , e, com o aumento da deformação, sua fração é aumentada enquanto a de  $\epsilon$  é reduzida. Embora na

literatura ainda não haja um consenso na formação dessas duas martensitas, é sugerido que a martensita- $\epsilon$  seja a estrutura intermediária para a formação de  $\alpha'$  [39].

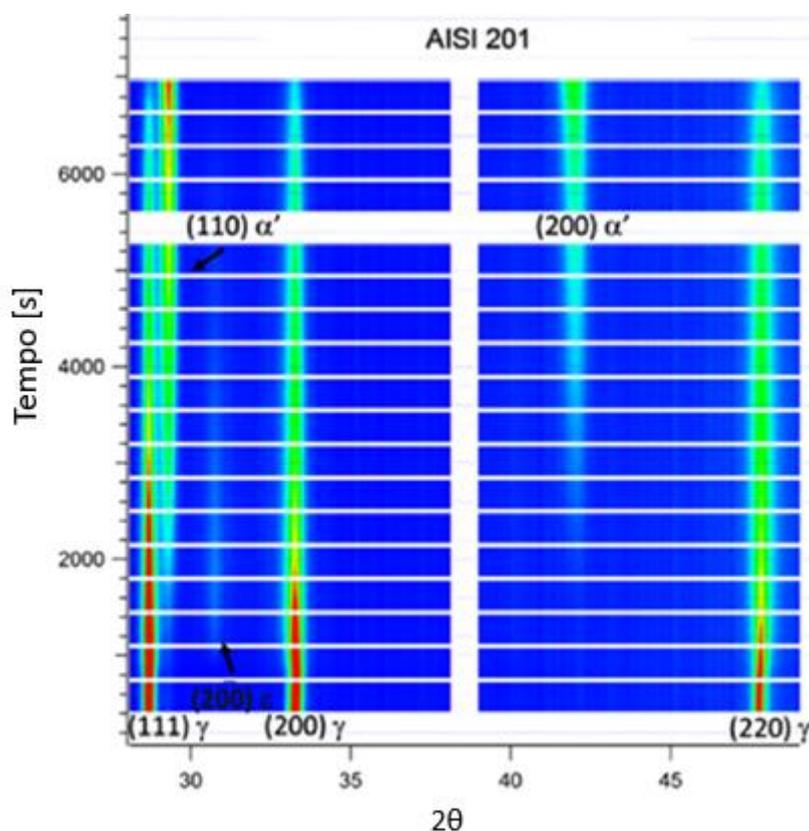


Figura 3.5 - Mapeamento da difração de raios X usando radiação sincrotron durante ensaio de tração uniaxial no aço inoxidável AISI 201, onde as intensidades estão representadas pela mudança de coloração entre vermelho (alta intensidade) e verde (baixa intensidade). Adaptado de [39].

### 3.2.3 Plasticidade induzida pela formação de maclas (TWIP)

As maclas são comumente encontradas em metais cúbicos de corpo centrado e hexagonais compactos devido a existência de poucos sistemas preferenciais compactos ativos para deslizamento das discordâncias durante a deformação [40]. Todavia, maclas de deformação também são observadas em metais cúbicos de face centrada que possuem baixa EFE, onde a movimentação das linhas de discordâncias se dá pelo modo planar. Isso se deve ao fato de que

a distância entre as parciais de Shockley é grande e, por consequência, existe uma menor probabilidade de ocorrência de *cross slip*. A macla, semelhante a efeito TRIP, também é, supostamente, formada pela sobreposição de falhas de empilhamento que levam a formação de uma estrutura espelhada, como ilustrado na Figura 3.6.

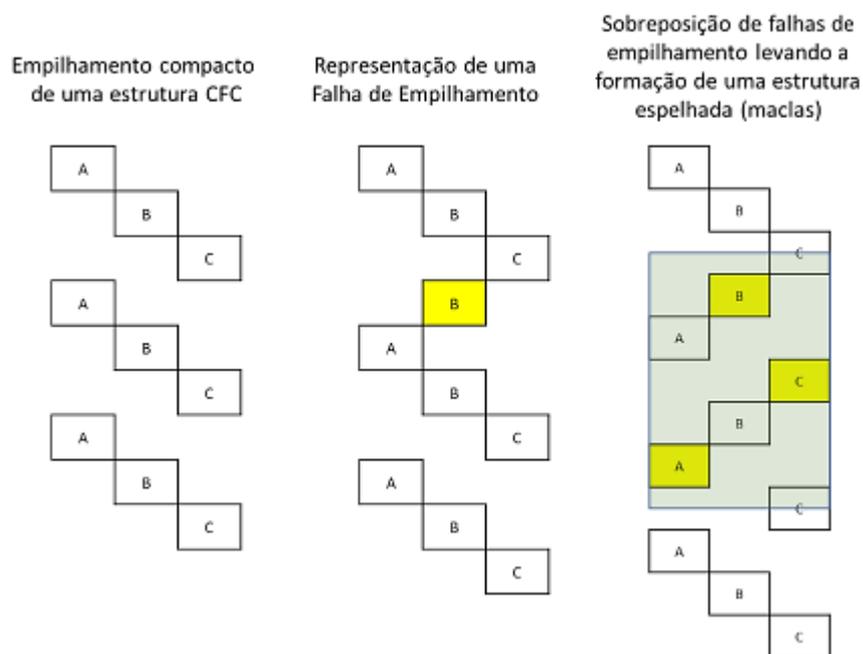


Figura 3.6 - Representação da formação de uma macla de deformação pela sobreposição de falhas de empilhamento em uma estrutura CFC.

A elevada capacidade de encruamento observado nos aços TWIP se deve ao fato de os contornos de macla atuarem como sítios de ancoramento de discordâncias, também chamado de efeito de Hall-Petch dinâmico [41,42]. Como consequência, a instabilidade plástica é postergada e isso explica a elevada capacidade de sofrer deformação plástica destes aços.

A contribuição das maclas de deformação para a deformação plástica nos aços TWIP não é superior a 3%, visto que sua fração volumétrica corresponde, tipicamente, a apenas 0,1 – 0,2. Desta forma, elas possuem efeito secundário, embora muito importante, nas propriedades mecânicas, sendo que a deformação plástica nesses aços é dominada pelo escorregamento de discordâncias [3].

De acordo com Kalidindi et al. [41,43], o encruamento das ligas CFC de baixa EFE em que a deformação plástica envolve escorregamento de discordâncias e maclas de deformação é composto por quatro estágios distintos, como mostrado na Figura 3.7. O estágio inicial é marcado pela ausência de maclas mecânicas e pelo decréscimo constante da taxa de encruamento, pois a taxa de geração de discordâncias permanece constante enquanto que a taxa de aniquilação é acrescida. Embora não seja um consenso na literatura, alguns autores [44] acreditam que o estágio B seja caracterizado pelo início da nucleação de maclas em grãos orientados favoravelmente e, por esse motivo, existe o aumento da taxa de encruamento. De acordo com Cooman et al. [3], este estágio comumente inicia-se em uma faixa entre 0,03 – 0,05 de deformação verdadeira, como observado no aço Fe-27Mn-2,5Si-3,5Al [44], indicando que o escorregamento de discordâncias e suas interações ocorrem primeiro e são responsáveis pela criação dos sítios para nucleação das maclas. Além disso, o ponto de inflexão estaria associado a tensão crítica para formação de maclas.

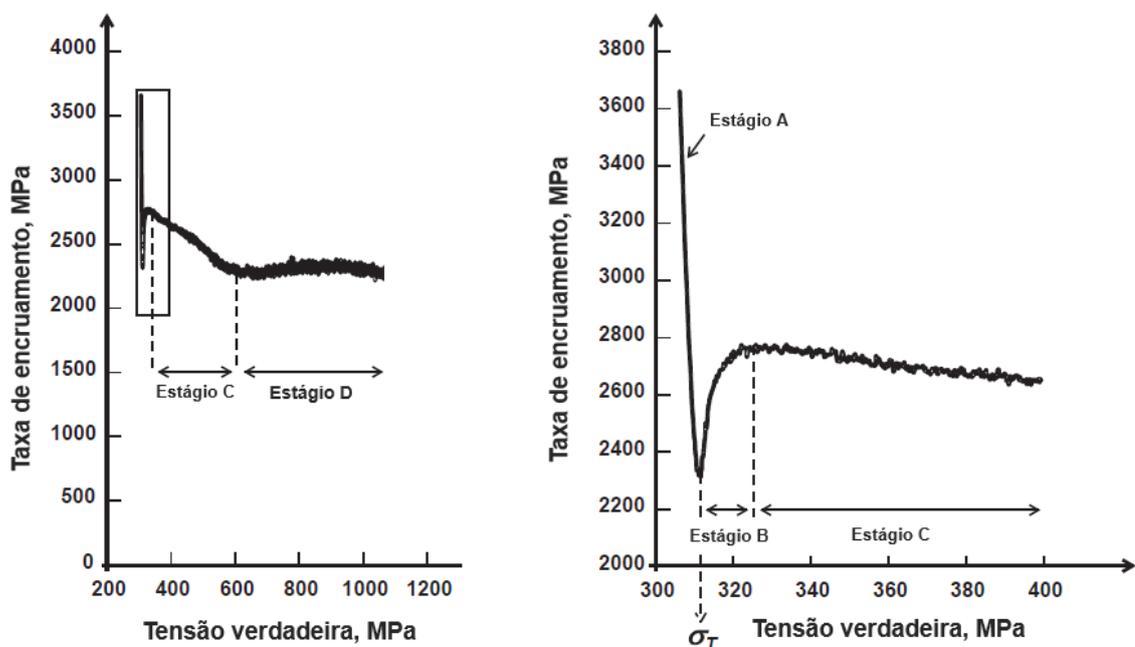


Figura 3.7 - Curva de encruamento do aço TWIP de composição Fe-17Mn-0,4C-1,3Al. Adaptado de [3]

O estágio C é identificado pela redução gradual da taxa de encruamento devido à diminuição da taxa de nucleação de maclas. Isso ocorre pois, como o tamanho de grão inicial é reduzido pela formação de maclas de deformação, um nível maior de tensão é necessário para geração de novas. O último estágio é caracterizado pela geração de maclas em sistemas secundários, levando a uma taxa de encruamento aproximadamente constante. Em alguns aços TWIP o último estágio não é observado devido, provavelmente, a não atuação de sistemas secundários [44]

Embora diversos estudos possuam foco no processo de formação de maclas em metais CFC, sua nucleação ainda não é bem compreendida. Alguns modelos foram relatados [15,16,45,46] e com base neles, equações foram estabelecidas, Tabela 3.3, visando a determinação da tensão de cisalhamento resolvida crítica teórica,  $\tau_{macla}$ , para início da nucleação de maclas de deformação em aços TWIP.

Tabela 3.3 - Equações para determinação da tensão de cisalhamento resolvida crítica teórica.

$\tau_{macla} = \frac{EFE}{2b_p}$	Narita et al. [47]
$\tau_{macla} = 2 \frac{EFE}{b_p}$	Byun [48]
$\tau_{macla} = \frac{EFE}{2b_p} + \frac{G \cdot b_p}{L_0}$	Suzuki et al. [49]
$\tau_{macla} = \frac{EFE}{b_p} + \frac{G \cdot b_p}{D}$	Gutierrez-Urrutia et al. [20]
$\tau_{macla} = \frac{EFE}{3b_p} + 3 \frac{G \cdot b_p}{L_0}$	Steinmetz et al. [19]

Onde  $b_p$  é o vetor de Burgers da discordância parcial, G corresponde ao módulo de cisalhamento do cristal, D é o tamanho de grão e  $L_0$  equivale ao comprimento da discordância imóvel que participa da nucleação da macla.

Em suma, os aços TWIP apresentam três características, sendo elas:

- baixa ou média energia de falha de empilhamento
- acompanhados de deslizamento planar
- presença de maclas de deformação

Sendo que a baixa EFE reflete nas demais características, pois inibe o deslizamento cruzado levando ao deslizamento planar, que, por consequência, eleva os níveis de tensão na microestrutura, facilitando a nucleação de maclas [23].

### **3.2.4 Plasticidade induzida pela formação de microbandas (MBIP)**

Nos aços de baixa densidade, à medida que se adiciona mais alumínio e carbono na composição, o valor da energia de falha de empilhamento é acrescido e os fenômenos descritos anteriormente, tendem a não mais ocorrer. Com o aumento da EFE espera-se que o fenômeno de deslizamento cruzado (*cross slip*) ocorra cada vez em estágios mais cedo de deformação plástica. Isto ocorre pois a distância entre as discordâncias parciais é pequena, permitindo-as que se recombinem e mudem de sistema de escorregamento para evitar obstáculos, o que diminui a taxa de encruamento e consequentemente a deformação uniforme [34]. Todavia, um novo fenômeno foi observado em um aço de baixa densidade (Fe-28Mn-9Al-0,8C) com EFE de aproximadamente 85 mJ/m<sup>2</sup>, o efeito MBIP [50].

Em seu estudo, Yoo et al. [50] não observou a formação de células na microestrutura do aço tracionado, como seria esperado em metais de alta EFE, mas notou que a deformação plástica se deu pela movimentação das discordâncias em planos discretos, sendo que o alongamento alcançou o valor de 100%. A Figura 3.8 corresponde às microestruturas em diferentes níveis de deformação. Na Figura 3.8a ocorre sobreposição de discordâncias em um único plano de deslizamento, sendo uma característica típica de metais de baixa energia de falha de empilhamento. Na Figura 3.8b observa-se uma estrutura semelhante à rede de Taylor, enquanto que na Figura 3.8c há formação das microbandas de deformação (região A), além de regiões com elevada densidade

de discordâncias (região B). Em níveis de deformação maiores, há intersecção das microbandas, como observado na Figura 3.8d.

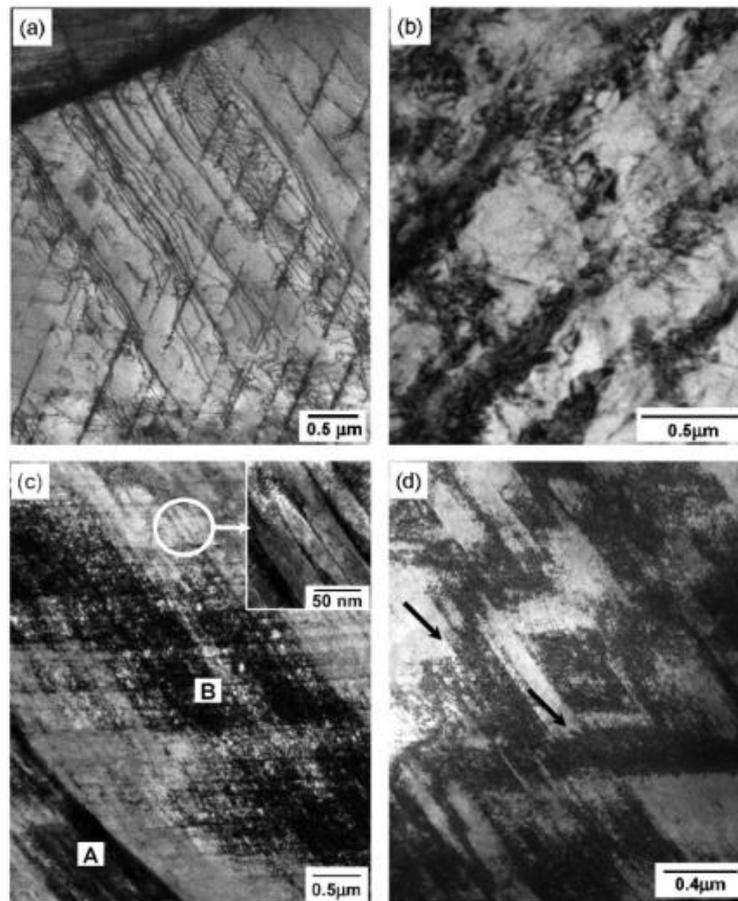


Figura 3.8 - Imagem de TEM da microestrutura do aço Fe-28Mn-9Al-0,8C em diferentes níveis de deformação de engenharia: (a) 5%, (b) 10%, (c) 40% e (d) após a fratura em 100% [50].

Uma das teorias que explicam o efeito MBIP é pautada no amaciamento planar. No início da deformação existe uma ordem de curto alcance que age como uma barreira para as discordâncias, acumulando-as. Com a progressão da deformação, as discordâncias empilhadas ultrapassam a barreira, eliminando a região de ordem de curto alcance, promovendo o amaciamento do plano, assim, as discordâncias passam a se mover com maior facilidade nesse plano [31].

### **3.3 Falha por fadiga**

#### **3.3.1 Visão geral**

O entendimento do fenômeno de fadiga é fundamental para materiais estruturais, visto que a maioria das falhas em metais se deve a carregamentos cíclicos. Esse tipo de falha ocorre, normalmente, em níveis de tensão significativamente inferiores aos valores de resistência ao escoamento, de forma que somente a utilização das teorias de falha estática não é suficiente para garantir a segurança do projeto. A nucleação da trinca normalmente ocorre em irregularidades ou descontinuidades na região superficial do material devido ao efeito concentrador de tensão, ou em defeitos microestruturais, como inclusões ou contornos de grãos [51]. Se nucleada no interior do material, deve existir necessariamente uma interface envolvida. A falha geralmente se conclui de forma repentina e catastrófica, após a trinca nucleada crescer até atingir um valor crítico.

Durante carregamentos cíclicos, o metal pode passar por contínuas mudanças microestruturais, podendo alcançar a estabilidade cíclica ou não. Isso significa que o material pode se tornar mais ou menos resistente com a deformação aplicada, isto é, pode sofrer endurecimento cíclico e/ou amolecimento. O motivo desses fenômenos está associado ao arranjo e a densidade de discordâncias, além das subestruturas presentes. Em um metal com baixa densidade de discordâncias, a deformação gerada pela tensão cíclica é responsável por elevar esta densidade, levando ao decréscimo da mobilidade das discordâncias. Assim sendo, a dificuldade de movimentação das discordâncias resulta no endurecimento cíclico e o limite de escoamento cíclico torna-se superior ao limite de escoamento monotônico. Já para os materiais que estão inicialmente “endurecidos”, a deformação inelástica cíclica faz com que as estruturas de discordâncias existentes se reorganizem de forma a diminuir a resistência a deformação. A reconfiguração das estruturas de discordância tende a promover maior mobilidade das discordâncias e assim se dá o amaciamento cíclico. Neste caso, o limite de escoamento cíclico é inferior ao limite de escoamento monotônico [52].

O início de uma trinca de fadiga em metais dúcteis é resultado da deformação plástica localizada na superfície durante a solitação cíclica [53]. Em algumas regiões, a deformação plástica pode estar altamente localizada, sendo que a área subsequente se mantém no campo elástico. As regiões de deformação plástica localizada são denominadas bandas de deslizamento persistentes (BDP) [54]. A BDP é caracterizada por um grande número de planos de escorregamento, e a ela está associada estruturas de extrusões e intrusões que atuam como ponto preferencial para a nucleação da trinca de fadiga. A nucleação de uma trinca pelo mecanismo de extrusão-intrusão a partir de uma BDP corresponde a etapa inicial da falha, e precede a propagação.

No primeiro estágio de propagação, tanto a trinca quanto a zona de deformação plástica ao redor da sua ponta são da ordem de alguns tamanhos de grão, assim, o crescimento é lento e difícil de ser observado [55]. Neste estágio, as microtrincas se propagam em planos cristalográficos da BDP ao longo das direções nas quais a tensão cisalhante crítica é atingida, e sua propagação é do tipo *zigzag*, conforme esquematizado na Figura 3.9. Cabe salientar que o crescimento das microtrincas é influenciado por fatores metalúrgicos, tais como inclusões, segundas fases, interfaces, entre outras, as quais podem bloquear ou retardar o crescimento da microtrinca.

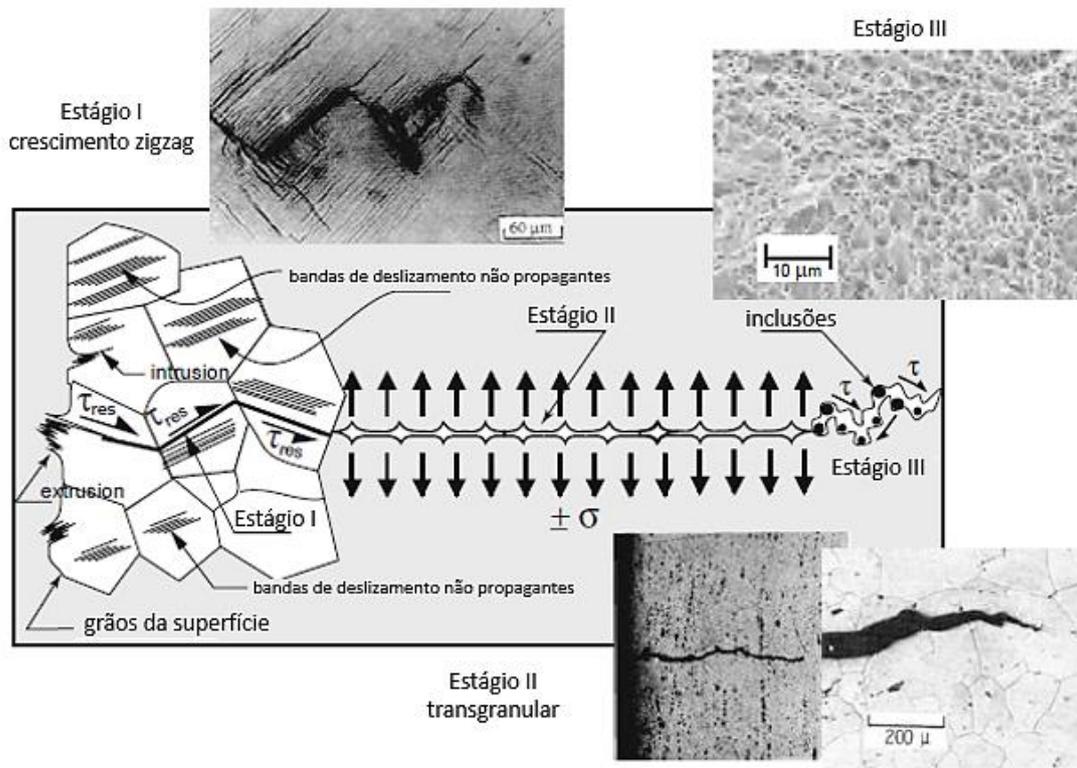


Figura 3.9 - Visão esquemática dos Estágios I, II e III de propagação em fadiga. Adaptado de [55].

Nos materiais policristalinos, durante a deformação, os contornos de grão atuam como obstáculos para as bandas de deslizamento. Como consequência, há elevação da concentração de tensão devido ao empilhamento das discordâncias, sendo que o alívio dessa tensão se deve à formação de uma extrusão estática nos contornos. Posteriormente, com o aumento da ciclagem, existe o aumento da concentração de tensão e do comprimento da extrusão, levando a abertura de uma trinca na interface entre a extrusão e o contorno de grão.

A medida em que a tensão aumenta, a zona plástica ao redor da ponta da trinca também aumenta, passando a englobar uma maior quantidade de grãos, caracterizando o estágio II. Neste estágio, a trinca se propaga de forma estável na direção normal à máxima tensão de tração, levando à formação de estrias na superfície de fratura devido aos avanços sucessivos da ponta da trinca [56].

No terceiro estágio há ruptura repentina do metal devida a propagação instável da trinca. A falha final ocorre quando o tamanho da trinca atinge um valor crítico, assim, a mesma passa se propagar de forma catastrófica [40].

Do ponto de vista do material, o fato da falha por fadiga ocorrer em níveis de tensão inferiores a tensão de escoamento está diretamente relacionado com o material não ser um sólido idealmente homogêneo. Em suma, o colapso do metal por fadiga ocorre em razão de, ao invés de se ter um comportamento elástico ideal e reversível do material, se tem deformação plástica não-uniforme.

### 3.3.2 Fadiga de aço TWIP

Segundo Wang *et al.* [25] e Niendorf *et al.* [21], embora os aços TWIP estejam sendo pesquisados intensivamente no presente, existe uma falta de conhecimento sobre o seu comportamento quando expostos a solicitações cíclicas, sendo o estudo deste tipo de carregamento essencial para as principais aplicações que estão sendo propostas a estes materiais. Chen *et al.* [12] ainda afirmam que o comportamento em fadiga dos aços Fe-Mn-Al-C não pode ser devidamente entendido, pois existe um número limitado e conflitante de resultados até o momento.

Foi reportado que aços com efeito TWIP apresentam, geralmente, limite de fadiga próximo ao limite de escoamento [21,23], não sendo superior às propriedades de fadiga de outros aços austeníticos [57]. Uma possível explicação para este fenômeno é a ausência de maclas de deformação durante o carregamento cíclico [3,25], que, no entanto, não é bem compreendido devido a evidências experimentais contrárias na literatura.

Embora com limite de fadiga 84 MPa superior a tensão de escoamento, Hamada *et al.* [58] não observaram maclas de deformação e tampouco martensita- $\epsilon$  em aços TWIP (Fe-22Mn-0,6C) com tamanho de grão de 35  $\mu\text{m}$  durante ensaios de fadiga de alto ciclo por flexão rotativa e razão de tensão igual a -1 ( $R = -1$ ). Logo, os autores concluíram que tanto o efeito TWIP como o TRIP não influíram nas propriedades de fadiga. Através do microscópio de força atômica, demonstraram que as características da superfície da fratura não estão associadas com a deformação por maclas, mas aos perfis de extrusão-

intrusão devido a bandas de deslizamento persistentes, como apresentado na Figura 3.10.

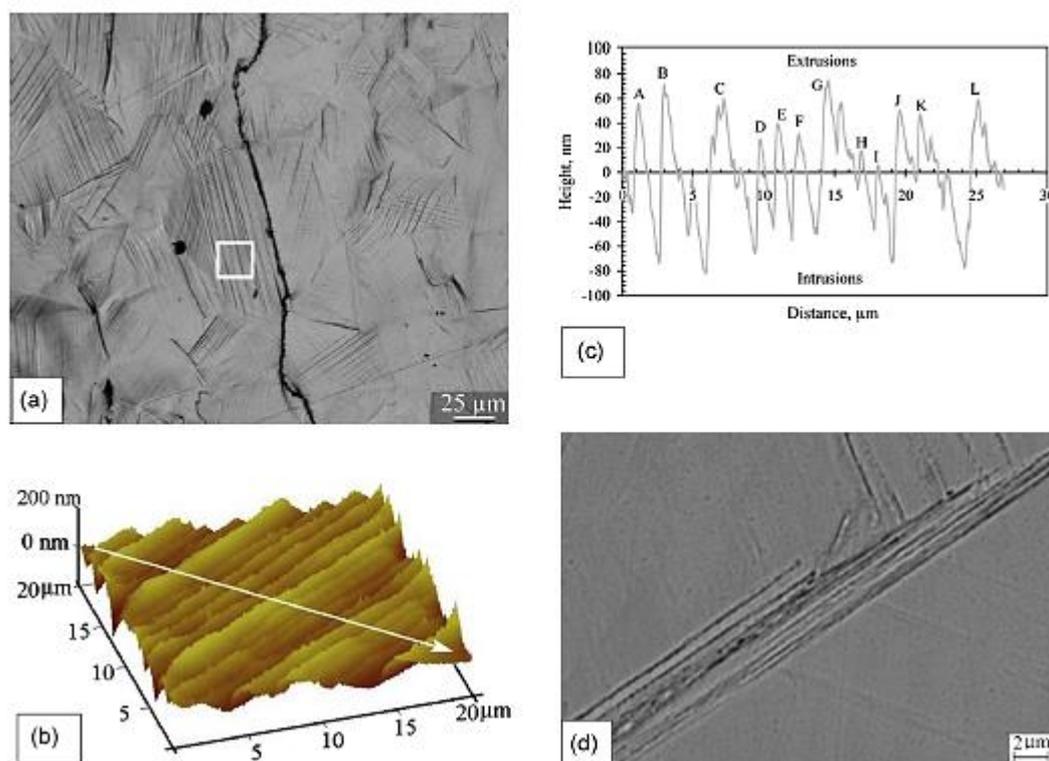


Figura 3.10 - Bandas de deslizamento intensas adjacentes a trinca de fadiga no Fe-16Mn-1,5Al-0,3C. (a) Imagem de microscópio ótico da superfície fadigada, (b) microscópio de força atômica na região das bandas de deslizamento destacada pelo quadrado branco em (a), (c) perfil das extrusões e intrusões ao longo da seta sinalizada em (b), (d) imagem de microscopia eletrônica de uma larga banda de deslizamento [58].

É bem sabido que a resistência a fadiga de metais é fortemente influenciada pelo limite de resistência à tração do material. O tamanho de grão austenítico é dependente da rota de processamento e também de tratamentos térmicos de recozimento; assim, a variação do tamanho de grão também deverá afetar a resistência a fadiga dos aços TWIP. A Figura 3.11 apresenta o efeito do tamanho de grão na dureza e no número de ciclos até a fratura do aço Fe-22Mn-0,6C, revelando a importância do refino de grão. Em relação a dureza inicial,

observa-se a forte dependência ao tamanho de grão. Em contrapartida, a dureza final, isto é, após o ensaio de fadiga, é constante e, conseqüentemente, independe do tamanho de grão. Isso significa que as mudanças microestruturais nos grãos refinados devem ser muito pequenas em comparação com grãos grosseiros. Assim, o surgimento de maclas é mais dificultado em aços TWIP com grãos refinados do que com grãos grosseiros [4,57,58].

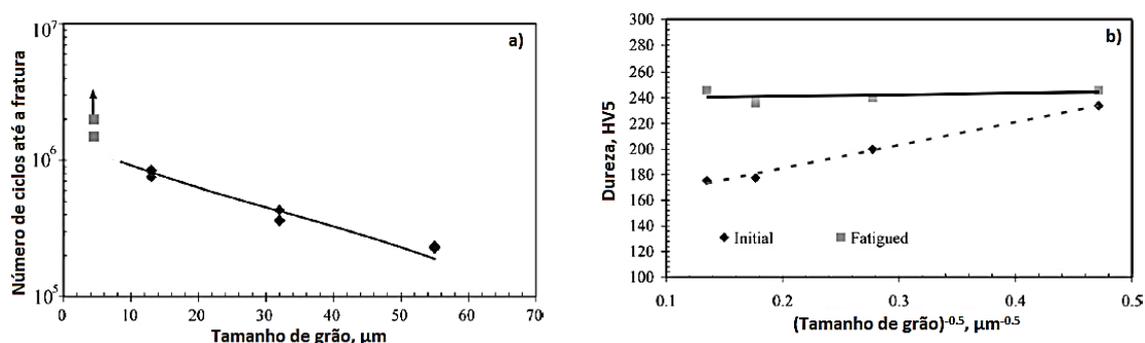


Figura 3.11 - (a) Efeito do tamanho grão na vida em fadiga e (b) na dureza no aço Fe-22Mn-0,6C em uma amplitude de tensão de 500 MPa. Adaptado de [58].

Em seu estudo, Niendorf [21] avaliou o comportamento em fadiga de amostras sem deformação e pré-deformadas (10% e 20% de deformação) de um aço TWIP, Fe-22Mn-0,5C, com tamanho de grão de 5  $\mu\text{m}$ . Diferentes modos de deformação são observados nos ensaios monotônicos e cíclicos. No primeiro, a fração volumétrica de maclas aumenta com a deformação, uma vez que a tensão crítica de nucleação é localmente atingida devido aos maiores níveis de tensão e maior densidade de discordâncias. Já no carregamento cíclico, não foi detectado o efeito TWIP. O aumento da densidade de maclas nas amostras pré-deformadas é responsável pela redução da mobilidade de discordâncias durante o ensaio de fadiga, pois atuam como barreiras para o deslizamento, influenciando a resposta da deformação cíclica da mesma forma que o refino de grão [21]. Durante o ensaio de fadiga das amostras deformadas, verificou-se que a densidade de discordâncias permanece constante e que o endurecimento resultante da pré-deformação reduz a deformação plástica, isto é, dificulta a principal causa do dano por fadiga, levando a um impacto positivo

na vida em fadiga. Em contraste, na amostra não deformada previamente, novas maclas induzidas por deformação não foram observadas, houve redução da densidade de discordância, permitindo apenas o espessamento das maclas pré-existentes, e ainda se observou o fenômeno de amolecimento cíclico.

Embora tenha sido repetidamente relatado a ausência de deformação por maclas em carregamentos cíclicos [4,21,23,58] exceções foram encontradas. Nestes casos, o limite de fadiga foi, aproximadamente, 100 MPa superior ao limite de escoamento, apresentando maclas de deformação e falhas de empilhamento [9,25,59].

Maclas de deformação foram observadas por Karjalainen et al. [57] após ensaios de fadiga por flexão rotativa de amostras de aço TWIP, Fe-16Mn-1,5Al-0,3C, com tamanhos de grão de 25 e 2,5  $\mu\text{m}$ . Na granulometria grosseira, maclas com 150-200 nm de largura foram obtidas até mesmo para baixas amplitudes de tensão, embora em pequena quantidade, como apresentado na Figura 3.12. Já para o aço de grão refinado, a densidade de discordância foi inferior em relação ao grão grosseiro, e a formação de maclas só ocorreu em carregamentos cíclicos com elevadas amplitudes de tensão. Além disso, os autores verificaram que a nucleação da trinca ocorre em um estágio relativamente precoce (20% da vida em fadiga), possivelmente devido ao fato de que os contornos de maclas atuam como sítios de nucleação de trincas. Todavia, a taxa de crescimento da trinca é lenta e, conseqüentemente, eleva a vida em fadiga.

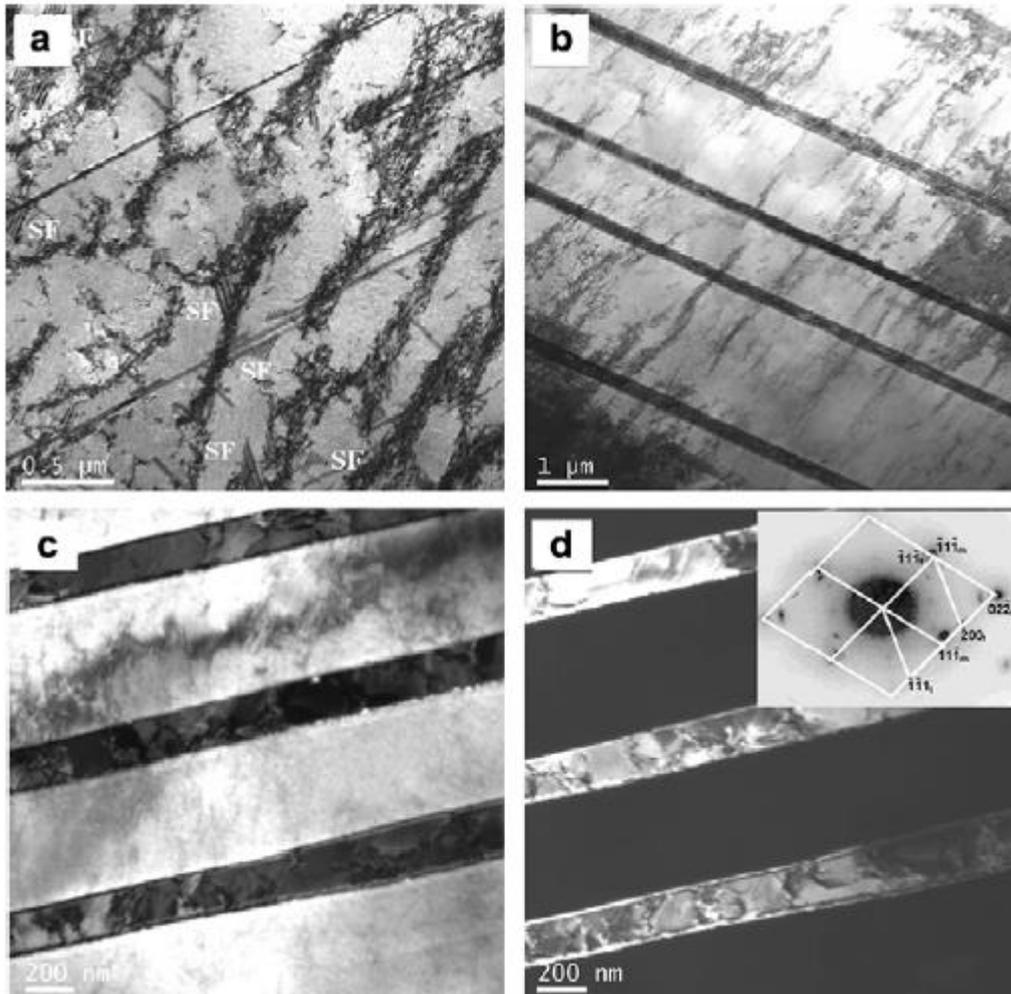


Figura 3.12 - Estrutura de discordâncias no aço com granulometria grosseira após 2000 ciclos a 580 MPa. (a) Estrutura em labirinto de discordâncias com estreitas falhas de empilhamento (SF) e maclas. (b) maclas paralelas, (c) imagem de campo claro de maclas e correspondente (d) campo escuro [57].

O crescimento da trinca *in-situ* dos aços Fe-30Mn-4Si-2Al e Fe-30Mn-6Si durante a fadiga foi avaliado por Ju *et al.* [60]. Devido à baixa EFE o efeito TRIP foi o mecanismo atuante e verificou-se que a formação da martensita- $\epsilon$  reduziu a deformação localizada e promoveu a propagação do tipo *zig-zag* na interface  $\gamma/\epsilon$ , sendo que esse tipo de propagação desacelera o crescimento da trinca de fadiga. Semelhantemente, Yang *et al.* [59] estudaram o crescimento da trinca de fadiga de dois aços TWIP com diferentes EFE. Tanto no aço Fe-22Mn-0,6C (21,5

mJ/m<sup>2</sup>) quanto no Fe-22Mn-3Al-0,6C (37 mJ/m<sup>2</sup>), maclas de deformação foram nucleadas durante o carregamento cíclico, como apresentado na Figura 3.13, sendo que no primeiro, a densidade foi superior. Diferentemente do que foi observado por Ma *et al.* [61], a resistência a propagação da trinca foi superior no aço com menor densidade de discordância. Segundo o autor, o aço com menor EFE, o qual o modo planar de deformação é predominante, deveria apresentar a maior resistência à propagação da trinca, entretanto, as maclas de deformação dificultam a reversibilidade das discordâncias e, portanto, levam ao aumento da taxa de propagação da trinca.

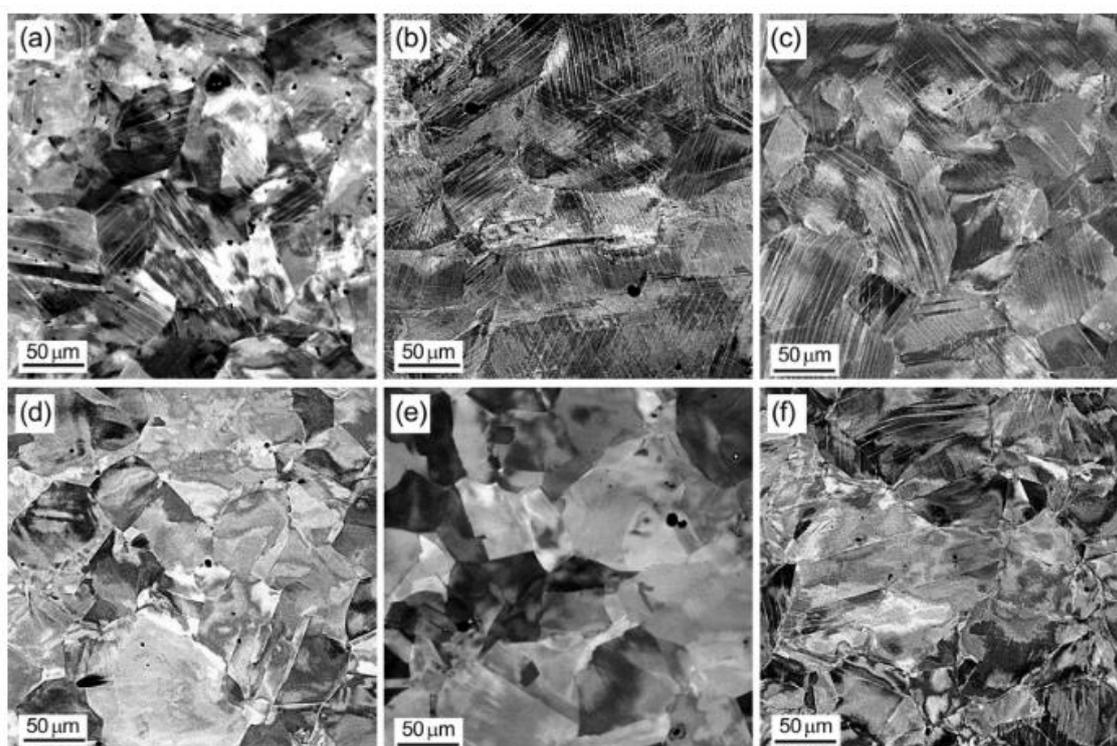


Figura 3.13 - Imagens de MEV em sinal BSE das maclas de deformação após 50 ciclos e deformação de (a)  $\pm 0,5\%$ , (b)  $\pm 0,8\%$  e (c)  $\pm 1,3\%$  do aço Fe-22Mn-0,6C e, (d)  $\pm 0,5\%$ , (e)  $\pm 0,8\%$  e (f)  $\pm 1,3\%$  do aço Fe-22Mn-3Al-0,6C [59].

O efeito TWIP também foi observado em ligas Ti-15Mo (fase  $\beta$ ) após ensaios de fadiga [62]. A Figura 3.14 corresponde à análise metalográfica da seção longitudinal da liga após ensaio de fadiga e mostra, claramente, a

presença de maclas ao longo do material. Observa-se que, embora a densidade de maclas seja elevada na região da fratura, essas estruturas estão presentes ao longo do material de forma que há um gradiente na direção de maior tensão, que é a seção mais reduzida no ensaio de fadiga.

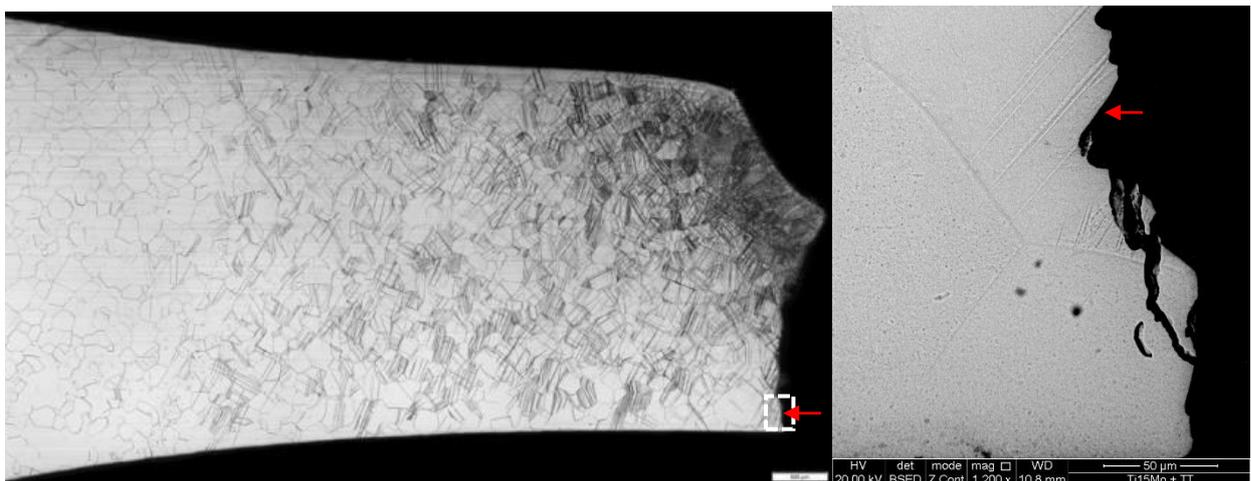


Figura 3.14 - Microestrutura da seção longitudinal da liga Ti-15Mo após ensaio de fadiga revelando a formação de maclas durante o ensaio cíclico. A seta indica a região de início da fratura [62].

Em relação a região de fratura, observou-se que a nucleação da trinca de fadiga não ocorreu na superfície. Através da imagem ampliada da Figura 3.14 é possível observar que a nucleação da trinca ocorre no plano da macla de um grão que está favoravelmente orientado a  $45^\circ$  em relação a tensão principal aplicada. A nucleação decorre após certa deformação plástica e subsequente empilhamento de discordâncias ao longo do contorno da macla, criando um efeito concentrador de tensão. Após a nucleação do defeito no interior do material, a trinca de fadiga se propagou em todas as direções com um plano de fratura macroscópico aproximadamente perpendicular ao sentido de carregamento, gerando uma zona de propagação estável de 65% da área superficial da fratura.

De acordo com [4], para a ocorrência de deformação por maclas nos metais de baixa energia de falha de empilhamento é necessário a combinação de uma elevada densidade de discordâncias e deformação homogênea a longa escala

para que uma tensão crítica seja atingida. Entretanto, em carregamentos cíclicos, as deformações são muito localizadas devido à formação intensa de bandas de deslizamento preferencialmente na superfície ou em grão orientados mais favoravelmente, assim explica-se a ausência do efeito TWIP durante deformações cíclicas. Porém, essa afirmação não se aplica a todos os materiais, visto que, como apresentadas nesta seção, maclas de deformação foram reportadas em ensaios de fadiga.

Portanto, este trabalho visa contribuir com o conhecimento até então adquirido pela comunidade científica de forma a buscar uma correlação entre os fenômenos de incremento de plasticidade com as propriedades de fadiga para os aços de baixa densidade.

### **3.4 Conformação por spray**

A conformação por spray é uma técnica avançada de processamento de materiais metálicos, a qual pode ser dividida em duas etapas. A primeira etapa é caracterizada pela passagem do metal líquido pelo bocal de atomização, onde um fluxo de gás pressurizado irá atomizar o material gerando gotas de diferentes tamanhos [63]. A etapa posterior consiste na deposição do metal, isto é, abaixo do bocal de atomização existe um substrato que irá interromper a trajetória das gotas geradas anteriormente, levando a formação do depósito. A geometria do depósito é determinada pela movimentação relativa do substrato em relação ao bocal atomizador, sendo possível obtenção de produtos contínuos como tarugos, chapas e, até mesmo, tubos. A Figura 3.15 apresenta um esquema ilustrativo das duas etapas envolvidas no processamento via spray, gerando um depósito na forma de tarugo.

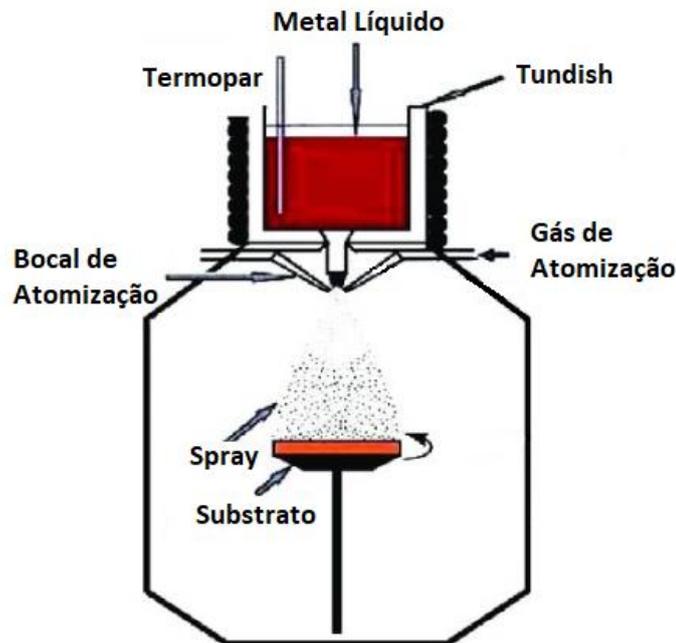


Figura 3.15 - Representação esquemática de um sistema de conformação por spray. Adaptado de [64].

Como dito anteriormente, durante a primeira etapa o metal líquido é atomizado pelo fluxo de gás gerando partículas na forma de gotas. O fluxo de gás em alta pressão propicia uma alta taxa de resfriamento -  $10^2$  a  $10^6$  K/s, dependendo do tamanho da partícula - de forma que as gotas atingirão o substrato nos estados sólido, líquido e semissólido, sendo que elas podem ser aderidas ao substrato ou perdidas na forma de *overspray*. Desta forma, gotas com diversas condições térmicas contribuirão para a formação do depósito, que possuirá temperatura ( $T_{eq}$ ) e fração sólida ( $f_{eq}$ ) de equilíbrio. Partículas com temperaturas superiores a  $T_{eq}$  (gotas grandes) irão sofrer resfriamento, enquanto que gotas com temperatura inferior (gotas pequenas) serão reaquecidas e possivelmente refundidas parcialmente [63], como ilustrado na Figura 3.16. Cabe salientar que a gota que se solidifica antes de alcançar o depósito terá a interface de solidificação instável, concebendo uma microestrutura dendrítica. Todavia, se aderida ao depósito, a gota será refundida parcialmente e resfriada a uma taxa entre 0,1 – 10 K/s, gerando grãos equiaxiais no depósito.

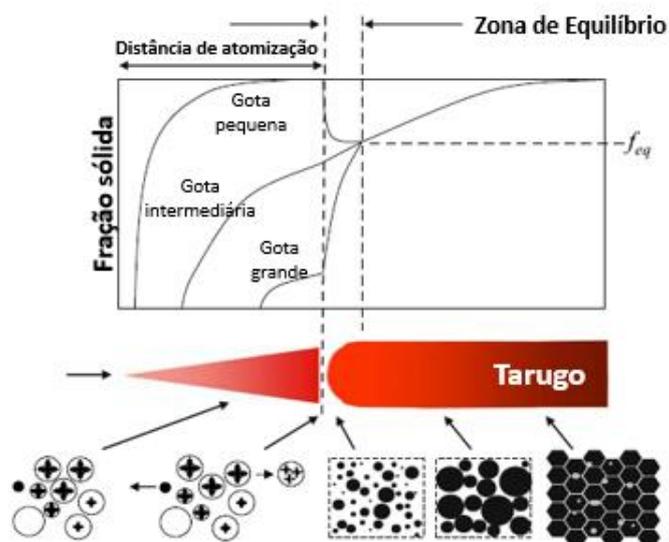


Figura 3.16 - Esquema representativo da variação da fração sólida na superfície do tarugo durante o processo de conformação por spray e das alterações microestruturais antes e depois da deposição da gota. Adaptado de [63].

Os depósitos são caracterizados por um baixo nível de segregação, grãos equiaxiais tipicamente na faixa de 10 a 100  $\mu\text{m}$  e presença de segundas fases refinadas nos contornos. Uma das desvantagens desta técnica de conformação é a presença de porosidade no material, sendo que o nível irá depender das características da liga e dos parâmetros de processo. Nesse projeto o processo de conformação por spray está sendo utilizado para garantir composição química homogênea mesmo em pequenos lingotes e após poucos passes de deformação, o que garante maior reprodutibilidade e confiabilidade nos resultados dos ensaios de fadiga.



## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Seleção dos aços de baixa densidade

Tendo em vista a obtenção de aços com microestrutura austenítica e EFE suficientemente baixa para atuação dos mecanismos de indução de plasticidade, as composições foram determinadas através de cálculos termodinâmicos. A microestrutura foi avaliada através de diagrama de fases e curvas de caminho de solidificação geradas pelo software Thermo-Calc™ utilizando a base de dados TCFE7.

Dentre as formas de determinação de EFE, os modelos termodinâmicos são os mais utilizados na literatura. Em síntese, o cálculo envolve determinar a variação da energia livre de Gibbs entre as fases CFC e HCP, e a energia interfacial associada. O modelo mais utilizado foi proposto por Olson e Cohen [65] e está descrito através da Equação 4.1:

$$EFE = 2\rho(\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon} + E_{def}) + 2\sigma^{\gamma/\epsilon} \quad (4.1)$$

onde  $\rho$  é a densidade planar molar do plano (111),  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  é a variação de energia livre de Gibbs proveniente da transformação de fase de CFC→HCP,  $E_{def}$  é a energia associada à deformação elástica devido a diferença de volume específico entre a estrutura CFC e HCP, e  $\sigma^{\gamma/\epsilon}$  é a energia interfacial entre as fases CFC e HCP. Cabe salientar que o termo  $E_{def}$  não foi considerado nos cálculos, pois, de acordo com [66], apenas influi de 1 a 3% no valor da EFE.

Como apresentado na Equação 4.2, o valor de  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  é determinada através da somatória das energias livres associadas (1) aos aspectos químicos de cada elemento, (2) a contribuição magnética de cada fase e, (3) energia livre de excesso [67].

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon} = \Delta G_{químico}^{\gamma \rightarrow \epsilon} + \Delta G_{mag}^{\gamma \rightarrow \epsilon} + \Delta G_{excesso} \quad (4.2)$$

Ainda não há um consenso na literatura a respeito do modelo ideal, sendo que a maior discrepância entre eles está no cálculo de  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$ , mais precisamente

na determinação da energia livre associada aos aspectos químicos de cada elemento, como apresentado na Tabela 4.1. No presente trabalho, as energias de falha de empilhamento foram calculadas com base nos modelos propostos por Saeed-Akbari et al. [67], Zambrano [68], e Yoo et al. [50].

Tabela 4.1 - Funções e parâmetros termodinâmicos utilizados para estimar a energia de falha de empilhamento de acordo com três modelos.

	Saeed-Akbari et al. [67]	Zambrano [68]	Yoo et al. [50]
$\Delta G_{Fe}^{Y \rightarrow \epsilon}$	$-1828.4 + 4.686T$	$-1828.4 + 4.686T$	$-2243.38 + 4.309T$
$\Delta G_{Mn}^{Y \rightarrow \epsilon}$	$3970 - 1.7T$	$3970 - 1.6667T$	$-1000 + 1.123T$
$\Delta G_{Al}^{Y \rightarrow \epsilon}$	$5481.04 - 1.799T$	$5481.04 - 1.799T$	$2800 + 5T$
$\Delta G_{Si}^{Y \rightarrow \epsilon}$	-	$-560 - 8T$	-
$\Delta G_C^{Y \rightarrow \epsilon}$	$-24595.12$	$-22166$	$-22166$
$\Delta G_{FeMn}^{Y \rightarrow \epsilon}$	$-9135.5 + 15282.1X_{Mn}$	$-9135.5 + 15282.1X_{Mn}$	$2180 + 532(X_{Fe} - X_{Mn})$
$\Delta G_{FeAl}^{Y \rightarrow \epsilon}$	$3323$	$3326.28$	$3339$
$\Delta G_{FeSi}^{Y \rightarrow \epsilon}$	-	$1780$	-
$\Delta G_{FeC}^{Y \rightarrow \epsilon}$	$42500$	$42500$	$42500$
$\Delta G_{MnC}^{Y \rightarrow \epsilon}$	$26910$	-	$26910$

## 4.2 Conformação por spray

Os depósitos foram produzidos no Laboratório de Fundição do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (DEMa – UFSCar) em um atomizador de escala laboratorial. Neste processo cargas de 5 kg foram atomizadas através de um bocal com 6 mm de diâmetro. Matérias primas recicladas, como aço estrutural AISI 1020 e a liga de alumínio de fundição A380 proveniente de um bloco de motor automotivo, conforme mostrado na Figura 4.1, bem como manganês puro e grafite. Os parâmetros utilizados no processo estão apresentados na Tabela 4.2.



Figura 4.1 - Matérias primas recicladas utilizadas na fabricação do aço de baixa densidade estudado. Aço estrutural 1020 à esquerda e bloco de motor constituído pela liga de alumínio A380 à direita.

Tabela 4.2 - Parâmetros utilizados na conformação por spray do aço Fe-25Mn-3Al-0,6C.

Distância de voo	340 mm
Frequência de rotação do substrato	20 rpm
Pressão de atomização (nitrogênio)	5 bar
Temperatura de vazamento	1550 °C

### 4.3 Conformação mecânica e tratamento térmico

Após a conformação por spray, os depósitos foram cortados em forma de tiras e essas foram submetidas ao processo de forjamento rotativo em matriz aberta, com repetidos aquecimentos em forno mufla até a temperatura de 750°C, gerando barras com diâmetro de 11,9 milímetros. Como as tiras não apresentavam altura constante, estima-se que houve uma redução de área de 70%. O intuito deste processamento foi reduzir porosidade inerente à conformação por spray, bem como conferir um perfil cilíndrico ao material. O forjamento foi realizado no Laboratório de Processamentos de Materiais (LPM-ITA) em um equipamento FENN modelo 5F de 4 martelos, mostrado na Figura 4.2. Em seguida, as barras foram recozidas a 850°C por 20 minutos e resfriadas em água.



#### 4.4 Ensaios mecânicos

A caracterização mecânica inicial dos aços de baixa densidade foi pautada na determinação do limite de escoamento, limite de resistência à tração e alongamento através de ensaios de tração segundo a norma ASTM E8/E8M-16a, conduzidos em condições atmosféricas em uma máquina Instron 5500R com célula de carga de 25 toneladas. Quatro corpos de prova de cada aço foram ensaiados com uma taxa de deformação de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  e a medida de deformação foi aferida por vídeo extensometria. Também foram realizados ensaios interrompidos em deformações de 3%, 10% e 45% em um dos aços estudados.

Os ensaios de fadiga por tração uniaxial foram realizados em uma máquina servo-hidráulica modelo MTS Bionix com capacidade de 15 kN, apresentada na Figura 4.4, empregando-se a razão de carga de  $R= 0,1$  e frequência de 20 Hz.



Figura 4.4 - Máquina servo-hidráulica utilizada nos ensaios de fadiga.

O limite de fadiga foi levantado pelo método “*staircase*” especificado pela norma ISO 12107 para um *run-out* de  $5 \times 10^6$  ciclos. Este método proporciona uma resposta confiável (nível de confiança de 50%) com um número limitado de amostras, empregando o modelo estatístico de Dixon-Mood [69]. O ensaio inicial foi estabelecido com uma tensão 100 MPa superior ao limite de escoamento, sendo que nos ensaios subsequentes, a tensão foi reduzida em 50 MPa até que

o material deixasse de falhar. A partir deste, os novos corpos de provas foram ensaiados sequencialmente de acordo com o seguinte critério: se no ensaio anterior o corpo de prova fraturasse, isto é, não resistisse a vida pré-estabelecida, no ensaio subsequente o novo corpo é ensaiado a um nível de tensão inferior a 25 MPa; entretanto, caso não fraturasse, o próximo é ensaiado em um nível superior em 25 MPa.

Os cálculos do limite de fadiga ( $\sigma_{f,50\%}$ ), em termos da tensão máxima, e do respectivo desvio padrão ( $s$ ) foram determinados pelas Equações 4.3 e 4.4, respectivamente:

$$\sigma_{f,50\%} = \sigma_{min} + d \left( \frac{A}{N} \pm 0.5 \right) \quad (4.3)$$

$$s = \begin{cases} 1.62d \left( \frac{N \cdot B - A^2}{N^2} + 0.029 \right) & \text{se } \frac{N \cdot B - A^2}{N^2} \geq 0.3 \\ 0.53d \text{ se } \frac{N \cdot B - A^2}{N^2} & < 0.3 \end{cases} \quad (4.4)$$

onde  $\sigma_{min}$  é o menor valor de tensão,  $d$  equivale ao intervalo de tensões empregado e deve ser mantido constante durante todo o teste. O sinal positivo é escolhido quando se leva em consideração as ocorrências de não falha dos corpos de prova, enquanto que o sinal negativo é utilizado para as ocorrências de falha. Além disso,  $N$ ,  $A$  e  $B$  são constantes calculadas através da Equações 4.4, 4.5, 4.6:

$$N = \sum_0^{i_{max}} n_i \quad (4.4)$$

$$A = \sum_0^{i_{max}} i \cdot n_i \quad (4.5)$$

$$B = \sum_0^{i_{max}} i^2 n_i \quad (4.6)$$

sendo  $i$  o nível de tensão ( $i = 0, 1, 2, \dots, i_{max}$ ) e  $n_i$  o número de ocorrências (falha ou não falha) no nível de tensão  $i$ .

#### 4.5 Caracterização Microestrutural

Para a caracterização microestrutural dos depósitos, das barras forjadas e dos corpos de prova após os ensaios mecânicos, as amostras foram embutidas a quente e submetidas ao lixamento em lixas d'água de granulometria na faixa entre 240 e 2000 e polimento com alumina de 1  $\mu\text{m}$ . A quantificação da porosidade foi realizada através da análise de imagens de microscopia ótica pelo software *ImageJ*. Para a revelação da microestrutura foi realizado a imersão da amostra em reagente do tipo Nital 5% (95% etanol e 5%  $\text{HNO}_3$ ).

As composições químicas dos depósitos foram determinadas pela técnica de espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS), sendo que a determinação de carbono foi realizada por combustão e quantificação por absorção de infravermelho por um equipamento da marca LECO e modelo CS844, instalado no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM – UFSCar/DEMa). Para identificação das fases empregou-se a técnica de difração de raios-X utilizando um difratômetro da marca Bruker e modelo *D8 Advance ECO* com radiação  $\text{Cu-K}\alpha$  pertencente ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE – UFSCar/DEMa).

A microscopia eletrônica de varredura foi empregada para avaliação microestrutural dos depósitos, barras forjadas, seções longitudinais dos corpos de prova de tração e fadiga, e superfície de fratura. Os microscópios utilizados foram os da Philips modelo XL-30 FEG, FEI modelo Inspect S50 e Magellan 400L. A microscopia eletrônica de transmissão também foi utilizada a fim de identificar maclas de deformação e estruturas de discordâncias nas amostras tracionadas e fadigadas. O equipamento utilizado foi da marca FEI Tecnai modelo G2F20, sendo que ambos os microscópios citados estão instalados no Laboratório de Caracterização Estrutural. Ademais, o microscópio Quanta FEG 3D FEI, situado na Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), foi empregado na preparação de uma lamela da amostrada fadiga através de técnica de feixe de íon focalizado.



## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Seleção das composições

Para a determinação das composições dos aços de baixa densidade, três aspectos que estão mutuamente associados devem ser levados em consideração. No presente estudo almeja-se avaliar aços que apresentem menor densidade em comparação a um convencional, exiba microestrutura completamente austenítica e possua EFE que possibilite a atuação dos mecanismos de incremento de plasticidade. Essas características são afetadas, principalmente, pela concentração de alumínio na liga. Ao mesmo tempo em que o aumento da concentração de alumínio reduz a densidade do aço, também reduz a probabilidade de obtenção de uma microestrutura completamente austenítica, devido ao seu efeito ferritizante, assim como promove a elevação da EFE, dificultando ou impedindo os mecanismos de incremento de plasticidade.

Com base na literatura e em estudos preliminares do grupo, os aços estudados no presente trabalho pertencem ao sistema Fe-25Mn-0,4C e os teores de alumínio foram determinados com base nas premissas descritas anteriormente. Através do diagrama de fases gerado pelo software ThermoCalc, apresentado na Figura 5.1, é possível observar que o campo austenítico se estende até, aproximadamente, 6.5% de alumínio a uma temperatura de 630°C, havendo, posteriormente, formação de ferrita e carbonetos,  $(\text{Fe,Mn})_5\text{C}_2$  e  $(\text{Fe,Mn})_{23}\text{C}_6$ .

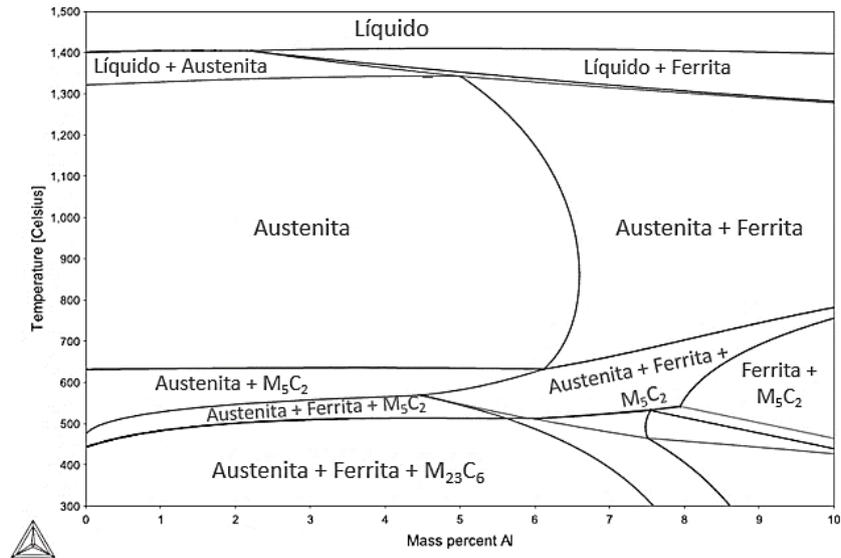


Figura 5.1 - Diagrama de equilíbrio do sistema Fe-25Mn-xAl-0,6C gerado pelo software Thermo-Calc.

Com base no sistema definido, a EFE foi determinada através de três modelos [50,67,68], sendo que ambos partem de Olson e Cohen (Equação 4.1) e apenas diferem no cálculo da energia livre associada aos aspectos químicos de cada elemento e do parâmetro de interação entre eles. A Figura 5.2 apresenta a variação da densidade teórica, determinada pela Equação 3.1, e EFE para diferentes teores de alumínio. Nos modelos de Saeed-Akbari et al. [67] e Zambrano [68] os valores de EFE apresentam tendência semelhante de crescimento à medida que o teor de alumínio é acrescido. Em contrapartida, no modelo estabelecido por Yoo et al. [50] a variação da EFE é menos sensível ao aumento do teor de alumínio.

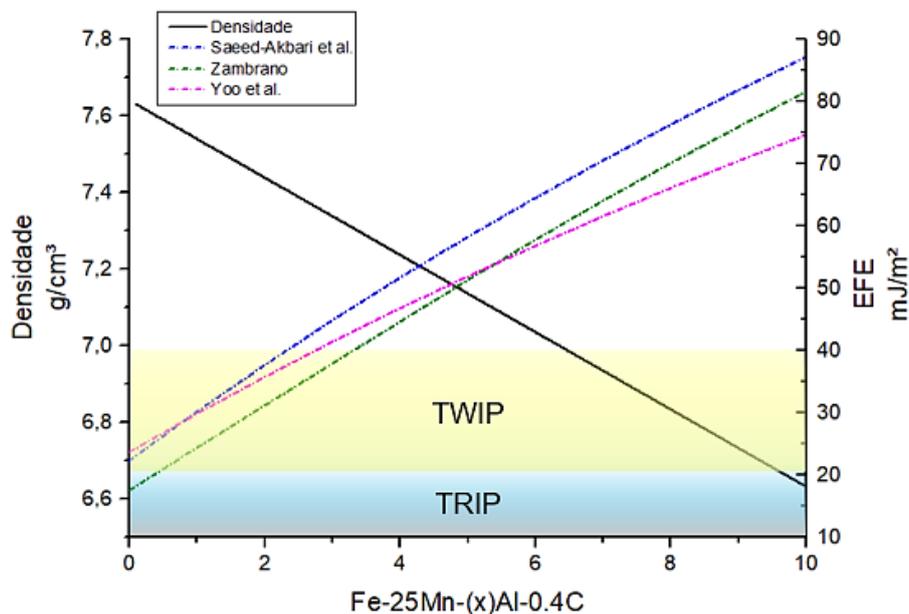


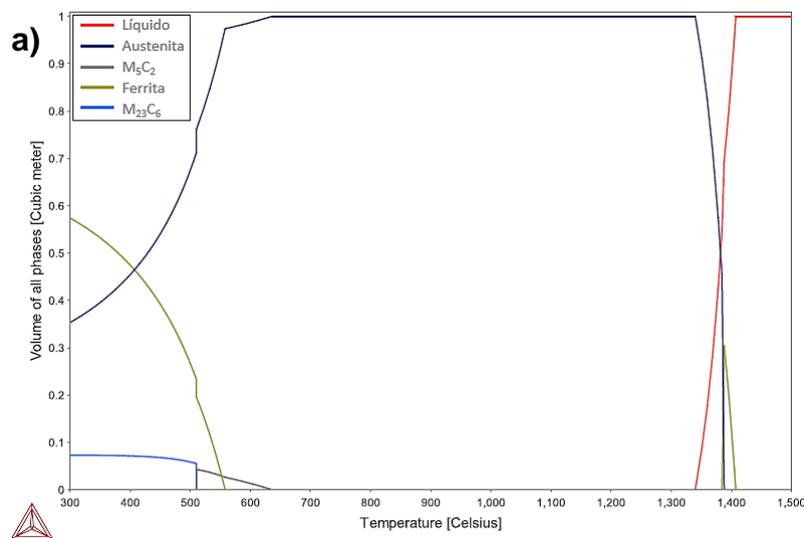
Figura 5.2 - Variação da EFE prevista por três modelos e da densidade em função da concentração de alumínio no aço Fe-25Mn-(x)Al-0,6C.

Para que o efeito TRIP seja atuante, a quantidade máxima de alumínio deve ser inferior a 0,5%, o que o torna inviável quando se busca uma redução significativa na densidade do aço. Diante disso, os aços selecionados para o presente estudo possuem 3% de alumínio, resultando em EFE na faixa de 38 – 45 mJ/m<sup>2</sup>, e outro com 6% de alumínio, com a EFE entre 58 – 67 mJ/m<sup>2</sup> (Tabela 5.1), sendo esperado a formação de maclas de deformação no primeiro e ausência no segundo [9,11,70]. Caracterizações e análises mais aprofundadas foram empregadas para o aço Fe-25Mn-3Al-0,4C, pois existe o interesse no entendimento do efeito TWIP durante as solicitações monotônica e cíclica.

Tabela 5.1 - Composições selecionadas com suas respectivas densidades.

	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	EFE [mJ/m <sup>2</sup> ]		
		Saeed-Akbari et al.	Zambrano	Yoo et al.
<b>Fe-25Mn-3Al-0.4C</b>	7,42	44,79	37,85	41,41
<b>Fe-25Mn-6Al-0.4C</b>	7,11	66,81	59,60	58,02

As fases de equilíbrio do aço de baixa densidade Fe-25Mn-3Al-0.4C apresentado na Figura 5.3a indica que este apresenta temperatura de fusão de 1410°C e, à medida que o metal líquido é resfriado há, inicialmente, nucleação da fase CCC. Por volta de 1400°C, a ferrita formada passa a ser consumida e inicia-se a formação da fase CFC. Em 1340°C todo o líquido é consumido e a microestrutura passa a ser completamente austenítica. Em torno de 630°C, inicia-se o consumo de austenita para a formação de carbonetos,  $Mn_{23}C_6$  e  $(Fe,Mn)_5C_2$ , e, novamente, ferrita. As fases de equilíbrio do aço Fe-25Mn-6Al-0,4C é mostrado em função da temperatura na Figura 5.3b, apresenta temperaturas de transformação semelhantes ao anterior, sendo que a única diferença significativa é a maior quantidade da fase CCC formada no início da solidificação que posteriormente será consumida para nucleação da austenita. Cabe salientar que o caminho de solidificação foi gerado na condição de equilíbrio térmico, isto é, perante um resfriamento suficientemente lento que possibilita a cinética de transformação no estado sólido. Esta condição não é atingida durante o processo de conformação por spray, de modo que é esperado que a microestrutura dos aços seja totalmente austenítica.



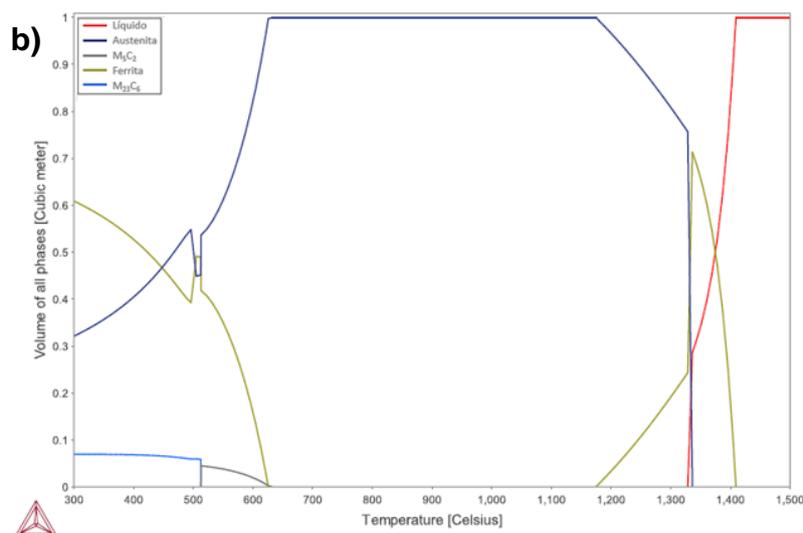


Figura 5.3 – Cálculo termodinâmico das fases em equilíbrio dos aços (a) Fe-25Mn-3Al-0,4C e (b) Fe-25Mn-6Al-0,4C.

## 5.2 Avaliação microestrutural

### 5.2.1 Fe-25Mn-3Al-0,4C

A Tabela 5.2 apresenta a composição química, EFE e densidade teórica do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C. O silício presente é resultado da utilização da liga A380 como matéria prima e sua presença influi no valor da EFE, sendo que, dentre os modelos abordados, apenas o de Zambrano [68] leva em consideração o seu efeito. De acordo com o autor, quando em um teor inferior a 3%, o silício é responsável pela redução da EFE, de modo que estima-se que o aço estudado apresenta EFE de 34 mJ/m<sup>2</sup>, estando, portanto, no intervalo de atuação do efeito TWIP.

Tabela 5.2 - Composição química, EFE e densidade do aço de baixa densidade Fe-25Mn-3Al-0,4C.

Composição (p%)					EFE [68]	Densidade
Mn	Al	Si	C	Fe	(mJ/m <sup>2</sup> )	(g/cm <sup>3</sup> )
25,13	2,71	0,68	0,4	Bal.	34	7,44

A microestrutura do depósito é constituída por grãos equiaxiais com tamanho médio de  $44,2 \pm 2,1 \mu\text{m}$  e um nível de porosidade de 2,4%, Figura 5.5a,

enquanto que a gota apresenta microestrutura dendrítica, como apresentado na Figura 5.4. No processo de conformação por spray, o metal líquido é atomizado por um fluxo de gás, gerando um spray cônico composto por gotas de diferentes diâmetros e perfis térmicos. Quando o metal líquido é atomizado, as gotas formadas são resfriadas em altas taxas, tipicamente entre  $10^2$  e  $10^4$  K s<sup>-1</sup> [63], fato este que explica a microestrutura dendrítica observada na Fig. 5.4, pois a elevada taxa de resfriamento culmina na instabilidade da frente de solidificação. Gotas totalmente líquidas, parcialmente e completamente solidificadas são depositadas sobre um substrato [71]. Uma temperatura de equilíbrio térmico é atingida na zona de deposição devido a troca de calor entre as partículas de diferentes condições térmicas, de forma que as gotas maiores completamente líquidas fornecem energia térmica às gotas completamente sólidas. Um depósito com menor grau de porosidade é formado quando essa temperatura permanece igual ou superior à temperatura *solidus* da liga. Após o processo de deposição, a taxa de resfriamento do depósito é relativamente baixa, girando em torno de 0.1 a 10 K s<sup>-1</sup>.

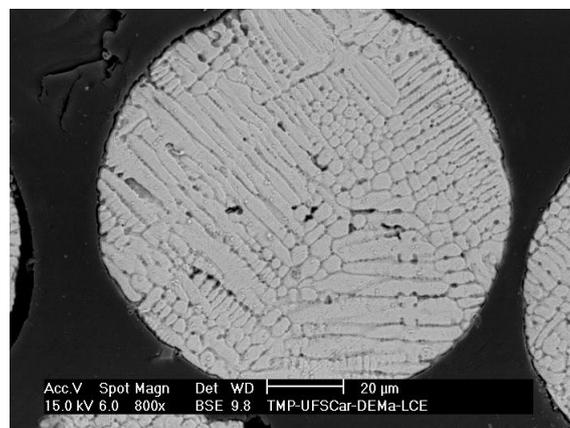


Figura 5.4 - Microestrutura por MEV do pó *overspray* do aço de baixa densidade Fe-25Mn-3Al-0,4C.

O equilíbrio térmico juntamente com a baixa taxa de resfriamento garante que haja tempo suficiente para um processo de refusão das fases de menor ponto de fusão formadas no final da solidificação das gotas parcialmente sólidas e completamente sólidas. A presença de núcleos da fase de maior ponto de

fusão, aliado ao fato de não existir um caminho preferencial de solidificação nesta etapa de deposição devido à turbulência, geram como produto uma microestrutura formada por grãos equiaxiais com elevada homogeneidade e baixíssimos níveis de segregação. Inclusive, este foi o motivo pelo qual este processamento foi escolhido neste trabalho, visto que um alto nível de homogeneidade é necessário para estudar o efeito da composição química nos mecanismos de indução de plasticidade, sendo que os aços de baixa densidade são suscetíveis a macrossegregação quando fundidos convencionalmente [72]. A Figura 5.5b corresponde a figura de polo inversa do depósito, não sendo constatada a presença de segundas fases e, através da figura de polo, Figura 5.5c, uma baixa textura foi gerada pelo processo de conformação por spray.

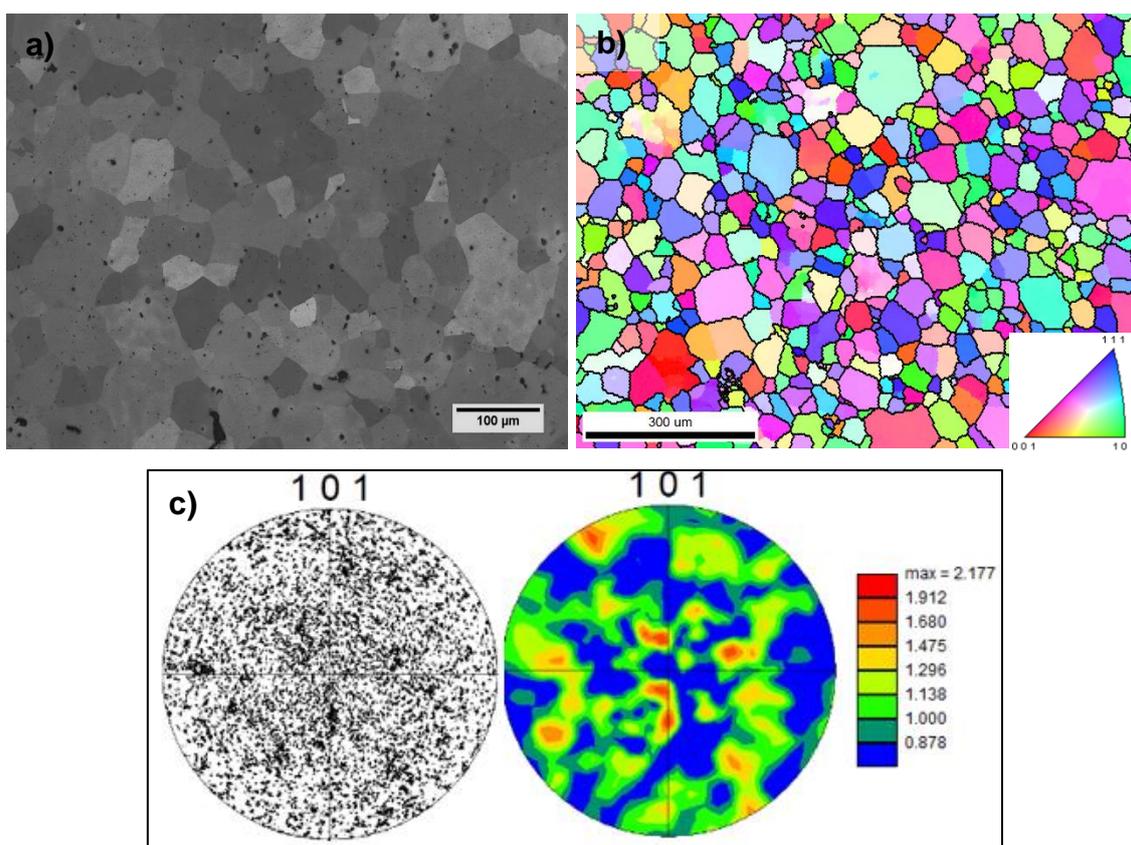


Figura 5.5 - (a) Imagem de micrografia ótica, (b) figura de polo inversa (EBSD) e (c) figura de polo da seção transversal do depósito Fe-25Mn-3Al-0,4C.

A fase constituinte é determinada pela concentração dos elementos de liga, podendo ser: ferrítica, austenítica ou duplex, podendo ainda haver precipitação de carbonetos. A difração de raios-X, apresentado na Fig. 5.6, revela que o aço Fe-25Mn-3Al-0,4C é totalmente austenítico, evidenciando que durante a conformação por spray não houve formação de ferrita e carbonetos pela decomposição da austenita abaixo de 630°C, como previsto pelo método CALPHAD. Isso era desejado e provavelmente ocorreu devido a um tempo de resfriamento insuficiente de 630°C até a temperatura ambiente, não permitindo a nucleação das fases de menor temperatura.

Após o processo de forjamento a quente e recozimento, o aço manteve-se austenítico (Figura 5.6) e o tamanho médio de grão passou a ser de  $15,11 \pm 1,13 \mu\text{m}$ , Figura 5.7a e Figura 5.7b, maclas de recozimento foram observadas e o nível de porosidade foi reduzido a 1,5%.

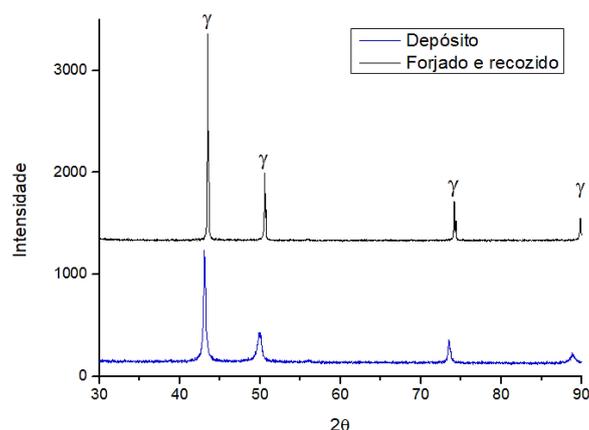


Figura 5.6 - Difração de raios-X do depósito (Fe-25Mn-3Al-0,4C) e após o forjamento seguido de tratamento térmico.

A Figura 5.5c, correspondente à figura do polo do depósito, revela que o spray formado gerou uma textura predominantemente aleatória. Após o forjamento e recozimento, Fig. 5.7c, o nível de textura permaneceu aleatório. Sabe-se que durante a laminação de metais CFC, a evolução da textura é governada pelo valor do EFE: metais com média e alta EFE desenvolvem a textura “*copper-type*” e a textura “*brass-type*” é gerada em metais com baixa EFE [19]. Donadille et al. [34] avaliaram a evolução da textura durante a laminação a

frio em aço inoxidável austenítico de 316 L e observaram que mesmo após o recozimento, a textura era mantida. Portanto, a conformação por spray associada ao forjamento e recozimento aparenta ser uma rota eficiente para minimizar a textura do aço.

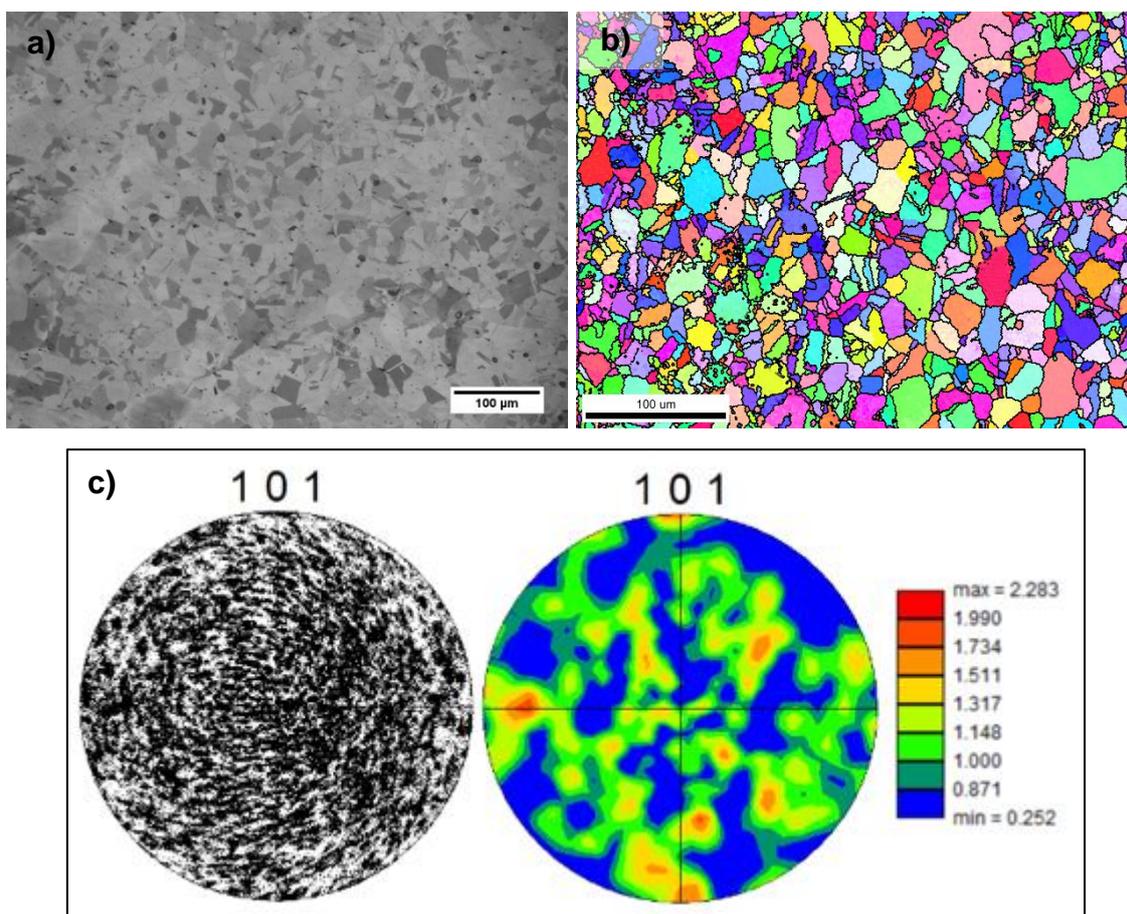


Figura 5.7 - (a) Micrografia ótica do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C após o forjamento e recozimento; (b) Figura de polo inversa (EBSD); (c) Figura de polo correspondente a seção transversal da barra.

### 5.2.2 Fe-25Mn-6Al-0,4C

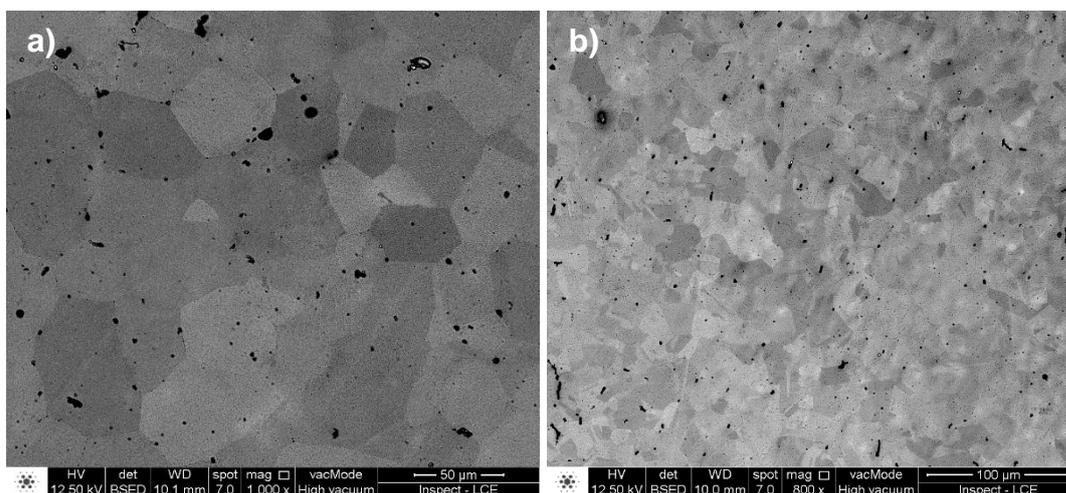
A Tabela 5.3 exibe a composição química, EFE e densidade teórica do aço de composição nominal Fe-25Mn-6Al-0,4C. Como indicado, o teor de alumínio ficou abaixo do valor nominal, enquanto que o teor de carbono foi superior. Sendo assim, a partir de agora, este aço será denominado como Fe-25Mn-5Al-0,5C. Com base nos modelos [50,67,68], a EFE encontra-se no

intervalo de 55 – 63 mJ/m<sup>2</sup>, estando, portanto, fora do intervalo de formação das maclas de deformação. Associado, principalmente, aos teores de alumínio de carbono, a densidade foi reduzida a 7,13 g/cm<sup>3</sup>.

Tabela 5.3 - Composição química, EFE e densidade teórica do aço Fe-25Mn-5Al-0.5C.

Composição (p%)					EFE [68]	Densidade
Mn	Al	Si	C	Fe	(mJ/m <sup>2</sup> )	(g/cm <sup>3</sup> )
24,83	5,41	1,26	0,5	Bal.	55,5	7,13

A microestrutura do depósito, apresentada na Figura 5.8, indica grãos equiaxiais com tamanho médio de  $65 \pm 8 \mu\text{m}$ . Após o forjamento e recozimento, os grãos passaram a ter tamanho médio de  $14,6 \pm 3,5 \mu\text{m}$  e houve formação de maclas de recozimento, Figura 5.8b. A difração de raios-X, Figura 5.8c, evidencia que não houve transformação de fases durante o processo de conformação e tratamento térmico de forma que a microestrutura permaneceu austenítica, semelhante ao aço Fe-25Mn-3Al-0,4C.



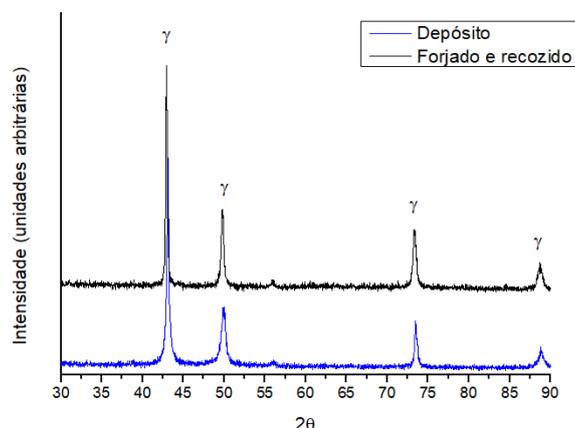


Figura 5.8 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura do (a) depósito, após o (b) forjamento e recozimento do aço Fe-25Mn-5Al-0,5C e suas respectivas (c) difrações de raios-X

### 5.3 Avaliação do comportamento em tração

#### 5.3.1 Fe-25Mn-3Al-0,4C

Como apresentado na curva tração deformação de engenharia na Figura 5.9, o aço 3Al apresenta escoamento contínuo e não há o serrilhado em altas deformações característico do efeito de envelhecimento dinâmico. Com limite de escoamento e limite de resistência à tração de 313 MPa e 680 MPa, respectivamente, o material apresentou excelente ductilidade, deformando-se 72% até a ruptura (Tabela 5.4). A elevada capacidade de deformar-se plasticamente apresentada por essa classe de aço pode ser explicada pela EFE suficientemente baixa a ponto de limitar a taxa de recuperação dinâmica, possibilitando assim a formação de falhas de empilhamento e maclas de deformação, as quais reduzem o caminho livre das discordâncias e, conseqüentemente, elevam a taxa de encruamento [3]. Por conseqüência, a instabilidade plástica é retardada, como observado na Figura 5.9, onde a estrição inicia-se em ~65% de deformação, permitindo que o aço suporte elevadas deformações antes da fratura.

Tabela 5.4 - Propriedades mecânicas do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C estudado e de aços reportados na literatura[14,25]

	$\sigma_{esc}$ (0,2%) MPa	$\sigma_{UTS}$ MPa	$\epsilon_{total}$ %	EFE mJ/m <sup>2</sup>
<b>Fe-25Mn-3Al-0.4C</b>	313 ± 15	680,5 ± 11,6	72,6 ± 5,2	34
<b>Fe-22Mn-0.6C* [14]</b>	290	875	65	21.5
<b>Fe-22Mn-3Al-0.6C* [14]</b>	277	672	80	36.5
<b>Fe-22Mn-6Al-0.6C**[14]</b>	317	692	54	50.7
<b>Fe-18Mn-0.3Si-0.9C** [25]</b>	381	1049	80	19.3

Tamanho de grão médio de \*44 $\mu$ m e \*\*34  $\mu$ m.

Na Tabela 5.4, além das propriedades do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C, também são apresentadas as de aços alto e médio manganês e de dois aços de baixa densidade. Com EFE inferior ao aço estudado, maclas de deformação foram identificadas no estágio inicial de deformação (5%) no aço Fe-22Mn-0,6C, resultando em um  $\sigma_{UTS}$  superior e  $\sigma_{esc}$  e  $\epsilon_{total}$ , inferiores. Para o aço de baixa densidade com 3% de alumínio (composição e EFE próximas ao estudado), maclas de deformação foram raramente identificadas a 20% de deformação, mas massivamente observadas a 40%, enquanto que para o com 6% de alumínio e, conseqüentemente, maior EFE, maclas mecânicas foram constatadas apenas ao nível de 40% de deformação. O aço médio manganês, Fe-18Mn-0,3Si-0,9C, com menor EFE, possui a melhor combinação de propriedades possivelmente graças a densidade de maclas formadas e ao efeito endurecedor por solução sólida associado ao elevado teor de carbono.

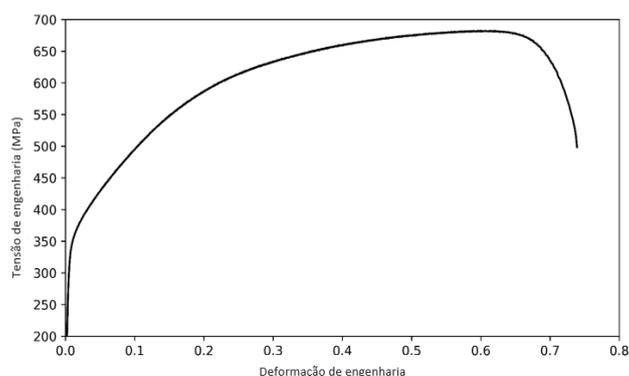
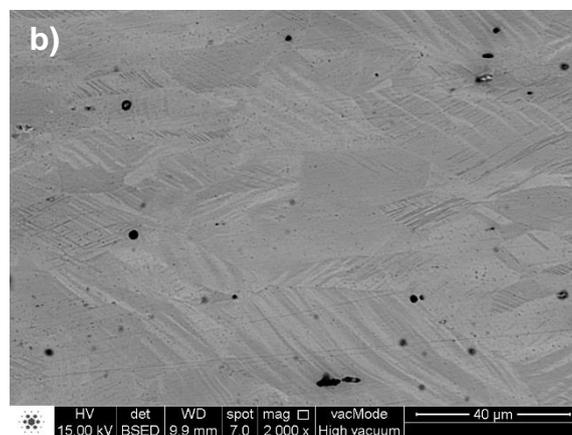
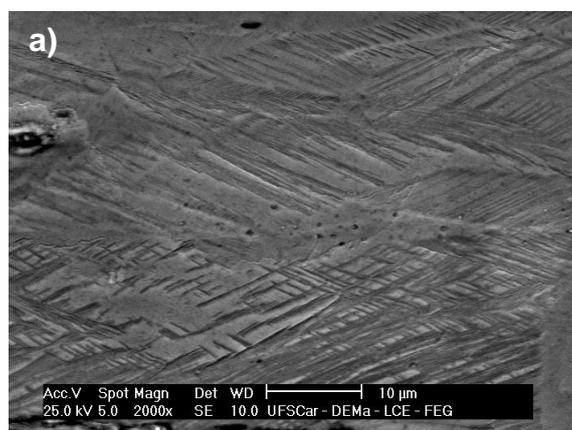


Figura 5.9 - Curva tensão deformação de engenharia do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C ensaiado a uma taxa de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

A Figura 5.10 corresponde a imagens de microscopia eletrônica do corte longitudinal da amostra tracionada até a ruptura. A imagem gerada pela emissão de elétrons secundários (Figura 5.10a) revela estruturas lamelares no interior dos grãos que aparentam ser maclas de deformação. Além disso, em alguns grãos, a nucleação ocorreu em um único sistema, enquanto que em grãos mais deformados, um sistema secundário foi ativado. Através da técnica de contraste de imagem por canalização de elétrons (ECCI) uma elevada densidade de maclas de deformação foi identificada, Figura 5.10b. O padrão de difração de elétrons apresentado na Figura 5.10c confirma a formação de maclas, e a imagem de campo claro indica que as mesmas apresentam espessuras nanométricas. Desta forma, como esperado, o aço de composição Fe-25Mn-3Al-0,4C, obtido a partir de matérias primas recicladas, pode ser denominado aço TWIP, pois nanomaclas foram nucleadas durante a deformação.



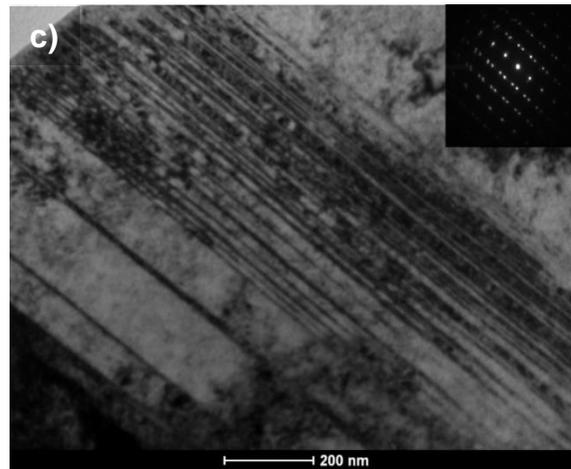


Figura 5.10 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura em sinal (a) SE (elétrons secundários), (b) BSE (elétrons retroespalhados) e (c) imagem de campo claro (STEM) do corpo de prova de tração deformado até a ruptura juntamente com o padrão de difração de área selecionada do eixo de zona [100] mostrando a matriz e as reflexões das maclas.

Embora não haja um consenso na literatura a respeito do mecanismo de nucleação das maclas, o modelo mais aceito foi proposto por Venables [17], no qual embriões das maclas são formados pela sobreposição de falhas de empilhamento nos planos  $\{111\}$ , sendo que as falhas são geradas pela dissociação das discordâncias parciais  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle \{111\}$  gerando parciais de Shockley  $\frac{1}{6} \langle 112 \rangle \{111\}$  [73]. Dentre os diversos modelos propostos, é unanimidade que para a nucleação de maclas de deformação é preciso uma elevada densidade de discordâncias e que uma tensão de cisalhamento resolvida crítica seja atingida. Na Tabela 5.5 estão apresentados os valores teóricos de tensão de cisalhamento resolvida crítica ( $\tau_{macla}$ ) e tensão crítica para nucleação de maclas ( $\sigma_{macla}$ ), sendo que a última foi determinada utilizando o fator de Taylor para materiais policristalinos com pouca textura (3.06).

Tabela 5.5 - Tensão de cisalhamento resolvida crítica e tensão para nucleação de maclas determinadas por diferentes modelos para o aço Fe-25Mn-3Al-0,4C

	$\tau_{\text{macla}}$ [MPa]	$\sigma_{\text{macla}}$ [MPa]
Narita et al. [47]	115,6	353,9
Steinmetz et al. [19]	190,5	582,8
Gutierrez-Urrita et al. [20]	232,0	710,9
Byun [48]	462,7	1415,7

A divergência nos valores é notória, assim, a nucleação iniciaria em diferentes níveis de deformação, de acordo com os diferentes modelos. A fim de estimar a que nível de tensão as maclas de deformação são observadas, ensaios de tração interrompidos foram realizados, sendo que o nível de deformação foi determinado através da análise da curva de taxa de encruamento do material, Figura 5.11. Como é característico dos aços TWIP, a curva é dividida em quatro estágios, estando eles identificados por A, B, C e D. Inicialmente, a taxa de encruamento decresce até 3% de deformação e, em seguida, passa a ser crescente no estágio B. De acordo com Mahato et al. [44], o início da nucleação das maclas ocorre justamente na região de inflexão da curva, correspondente a um valor de tensão de 310 MPa, ou seja, próxima a tensão crítica teórica determinada pelo modelo de Narita et al [47]. O estágio C é marcado pela queda gradual da taxa que passa a ser aproximadamente constante durante o estágio D.

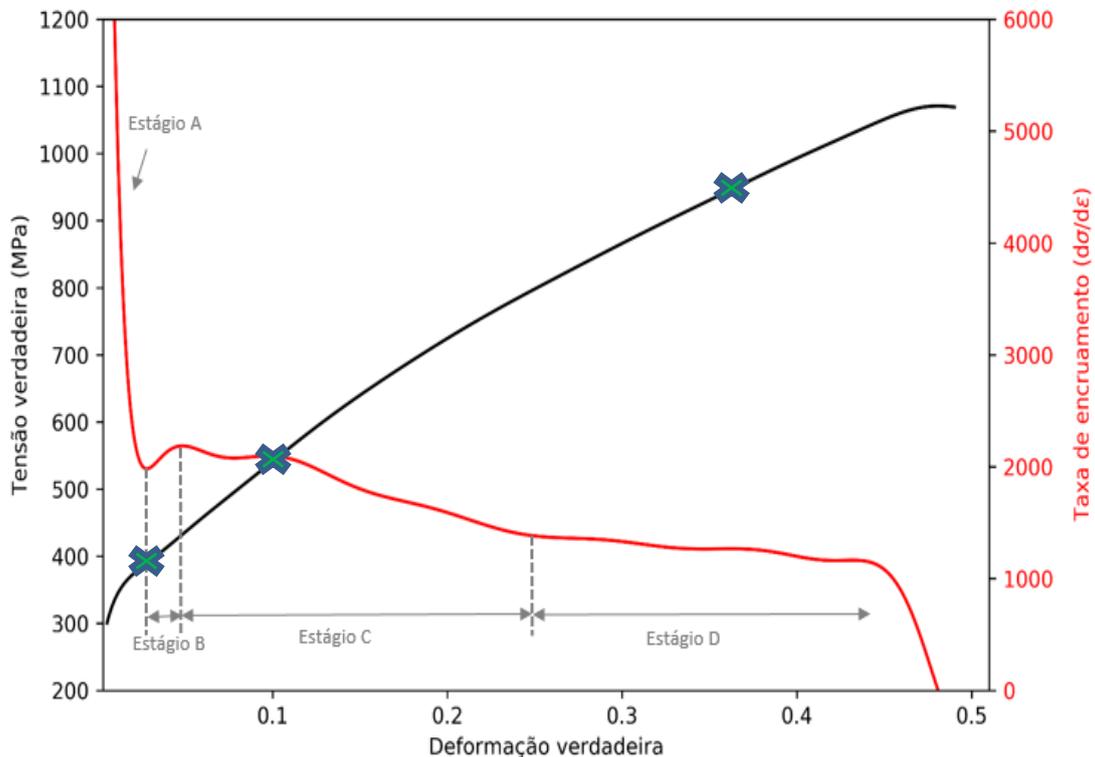
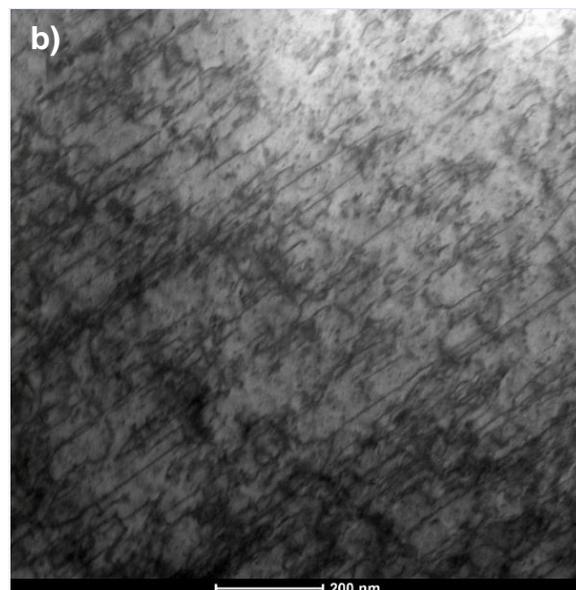
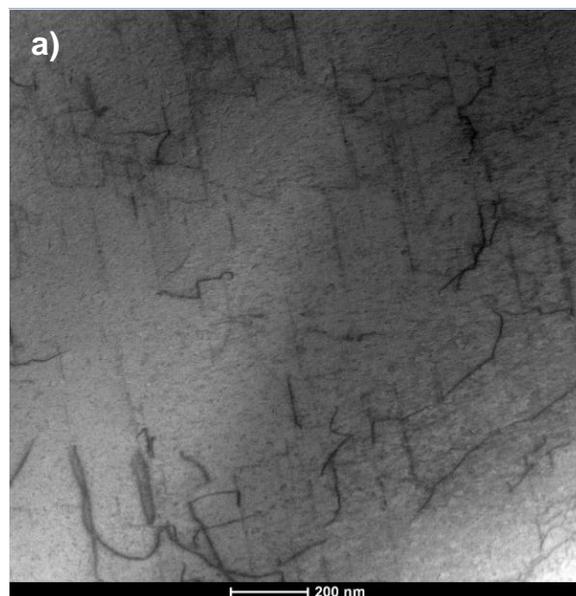


Figura 5.11 - Curva tensão deformação verdadeira sobreposta à curva de taxa de encruamento. As marcações em verde indicam os níveis de tensão e deformação dos ensaios interrompidos.

A Figura 5.12a, correspondente a amostra deformada 3% plasticamente, indica que o modo de escorregamento é planar e que, devido a pequena deformação, a densidade de discordância é baixa, fato este que explica a não observação de maclas mecânicas. Cabe salientar que apesar de diversos grãos terem sido analisados, as análises em microscopia eletrônica de transmissão são restritas a uma pequena região da amostra, de forma que existe a possibilidade de estarem presentes em grãos favoravelmente orientados em relação ao eixo de tração.

Ao nível de 10% de deformação, mostrado na Figura 5.12b, onde a tensão de 580 MPa foi atingida, estando, portanto, na região de nucleação das maclas de acordo com Steinmetz et al. [19], observa-se predomínio do modo de deformação planar, a ausência de maclas de deformação e, uma elevada densidade de discordâncias. Já para a deformação de 37%, Figura 5.12c, na qual a tensão atingiu o valor máximo próximo de 1000 MPa, nanomaclas foram

identificadas e a densidade de discordância é extremamente elevada de modo que não foi possível a identificação da estrutura de discordâncias. Diante dos resultados, é possível inferir que a nucleação massiva das maclas inicia-se acima de 580 MPa e abaixo de 1000 MPa. Assim, o valor de tensão crítica teórica que mais se aproxima com as constatações experimentais é equivalente a 710 MPa, conforme o modelo de Gutierrez-Urrita et al. [20]. Pode-se notar que este valor corresponde aproximadamente à tensão de transição entre os regimes “C” e “D” mostrados na figura 5.11. Esta transição, portanto pode estar relacionada à nucleação de maclas de deformação na amostra.



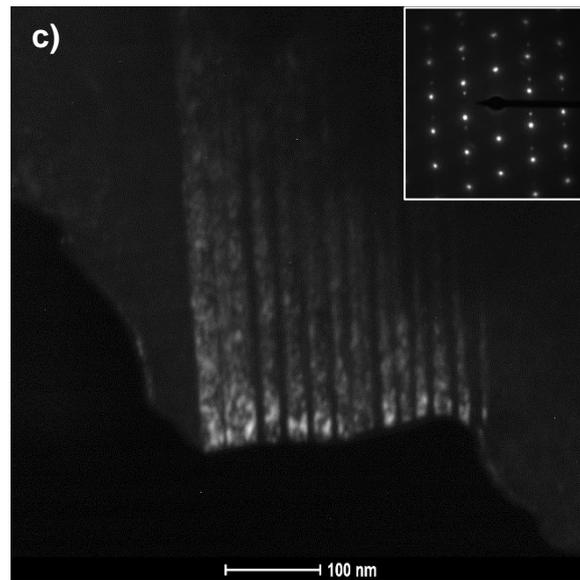


Figura 5.12 - Imagens de campo claro das estruturas de discordâncias das amostras do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C deformadas (a) 3%, (b) 10% e campo escuro da amostra em 37%.

### 5.3.2 Fe-25Mn-5Al-0,5C

A curva tensão deformação de engenharia, exibida na Figura 5.13, revela a elevada ductilidade do aço Fe-25Mn-5Al-0.5C, o qual obteve uma deformação final de 64%. Ademais, apresenta  $\sigma_{esc}$  de  $411 \pm 3$  MPa e  $\sigma_{UTS}$  de  $774 \pm 7$  MPa, se destacando em relação ao aço Fe-25Mn-3Al-0,4C. Pelo fato de ambos apresentarem microestrutura totalmente austenítica, isto é, ausência de segunda fase, o efeito endurecedor por solução sólida é maior no aço com 5% de alumínio e isso reflete nas propriedades mecânicas. Além disso, apresenta propriedades superiores quando comparadas aos do aço de composição próxima estudado por Park et al. [14] (Fe-22Mn-6Al-0,6C) e apresentadas na Tabela 5.4.

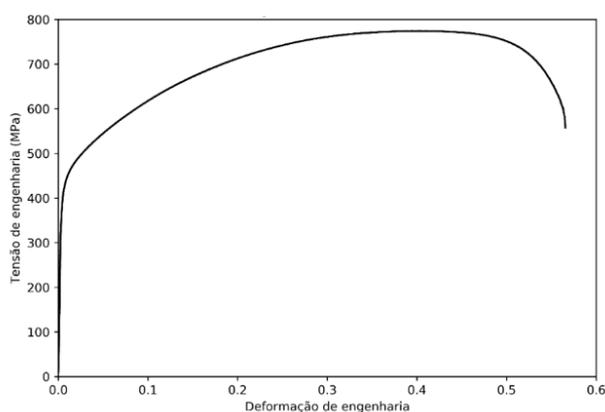


Figura 5.13 - Curva tensão deformação de engenharia do aço Fe-25Mn-6Al-0,4C

A fim de identificar o mecanismo atuante durante a deformação, a amostra tracionada até a ruptura foi analisada por microscopia eletrônica de transmissão. A imagem de campo escuro (Figura 5.14a) revela estruturas extremamente refinadas (semelhantes às observadas no Fe-25Mn-3Al-0,4C) e os *spots* duplicados na difração de elétrons (Figura 5.14b) comprovam a existência de maclas. A atuação do efeito TWIP não era esperada em um aço com EFE de 55,5 mJ/m<sup>2</sup>, todavia, também foi reportada por Park et al. [14] no aço Fe-22Mn-6Al-0,4C.

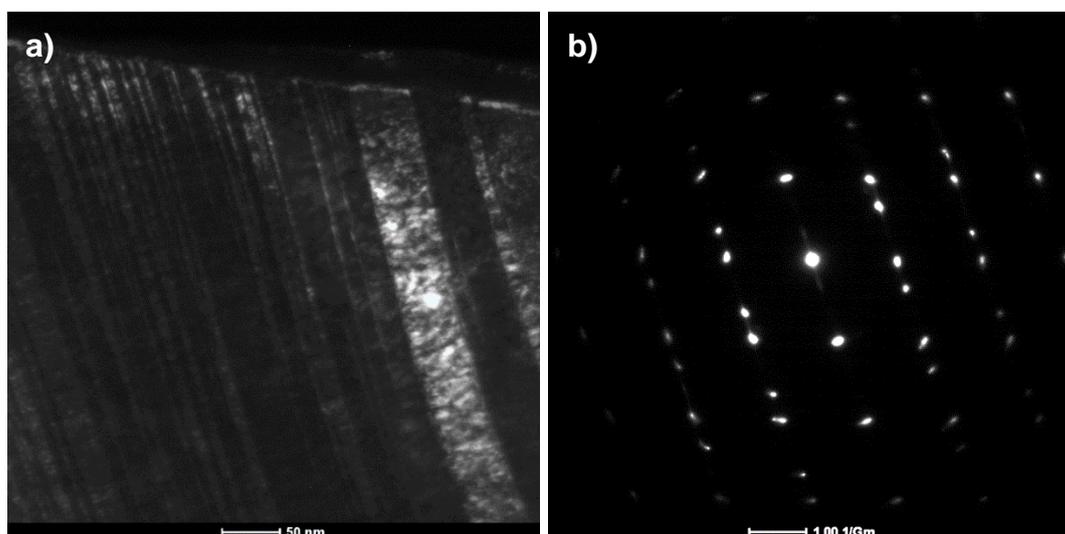


Figura 5.14 - (a) Imagem de campo escuro usando reflexão 200 da macla tirada do corpo de prova de tração deformado até a ruptura e o (b) padrão de difração de área selecionada do eixo de zona [110] mostrando a matriz e as reflexões das maclas.

Diante dos resultados, a  $\tau_{macla}$  e  $\sigma_{macla}$  foram calculadas (Tabela 5.6) com base no modelo proposto por Gutierrez-Urrutia et al. [20], pois foi o que mais se aproximou aos resultados experimentais levantados para o aço de baixa densidade com 3% de alumínio discutido anteriormente. Portanto, com tensão crítica de 1157,5 MPa, estima-se que seja necessário uma deformação verdadeira de 35% para formação de maclas no aço Fe-25Mn-5Al-0,5C, sendo próximo a deformação em que Park et al. [14] identificou maclas no aço de composição próxima.

Tabela 5.6 - Tensão de cisalhamento resolvida crítica [20] e tensão para nucleação de maclas.

$\tau_{macla}$ [MPa] [20]	$\sigma_{macla}$ [MPa]
378,3	1157,5

## 5.4 Avaliação do comportamento em fadiga

### 5.4.1 Fe-25Mn-3Al-0,4C

O limite de fadiga do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C foi determinado experimentalmente através do método *staircase*, apresentado na Figura 5.15. De acordo com este método, o aço apresenta limite de fadiga (LF) de  $387,5 \pm 31,5$  MPa em termos de tensão máxima. O fato do limite em fadiga ser superior ao limite de escoamento é explicado pelo endurecimento do material durante os primeiros ciclos [22,57]. Através da relação de Goodman, o LF foi convertido em termos de amplitude de tensão na condição de tensão média zero, sendo equivalente a  $257,2 \pm 31,5$  MPa. Esse valor corresponde a 82,1% do  $\sigma_e$  e 37,8% do  $\sigma_{LRT}$ , como apresentado na Tabela 5.7. Além disso, estão listadas as propriedades de fadiga de um aço TWIP e dois aços inoxidáveis austeníticos. O aço TWIP, Fe-18Mn-0,3Si-0,9C [25], no qual uma pequena quantidade de maclas mecânicas foram nucleadas durante o carregamento cíclico, apresentou LF superior ao aço estudado; entretanto, razões  $LF/\sigma_e$  e  $LF/\sigma_{LRT}$  inferiores. Além disso, o aço de baixa densidade obteve performance intermediária em comparação com o 304 L [74] e 316 [75], embora com LF superior.

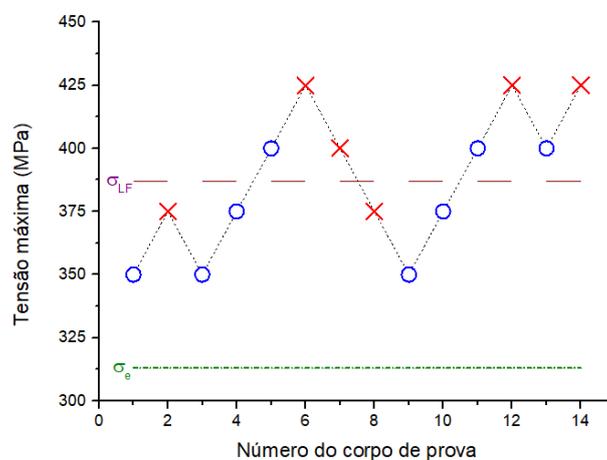


Figura 5.15 - Diagrama de fadiga pelo método staircase.

Tabela 5.7 – Propriedades de fadiga do presente aço TWIP de baixa densidade e de aços relatados na literatura [25,74,75].

	LF (MPa)	LF/ $\sigma_e$ (%)	LF/ $\sigma_{LRT}$ (%)
Fe-25Mn-3Al-0,4C	257	82,1	37,8
Fe-18Mn-0,3Si-0,9C [25]	300	78,7	28,6
304 L [74]	186	97,9	32,2
316 [75]	239	79,9	39,1

Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de cortes na seção longitudinal da região de propagação estável da trinca de fadiga estão apresentadas nas Figuras 5.16a e 5.16b. Finas lamelas são observadas em grãos da superfície de fratura na região próxima a nucleação da trinca do corpo de prova ensaiado com tensão de 450 MPa, Figura 5.16a. Estruturas semelhantes estão presentes na região de propagação estável da trinca no corpo de prova ensaiado com tensão de 425 MPa (Figura 5.16b), e também na superfície de um corpo de prova, o qual não falhou em  $5 \cdot 10^6$  ciclos com tensão máxima de 375 MPa, Figura 5.16c. Diferentemente da superfície, apenas maclas de recozimento são observadas no interior deste corpo de prova, como mostrado na Figura 5.16d. Lamelas semelhantes foram reportadas na literatura e descritas como maclas de deformação ou bandas de escorregamento. Diante da

incerteza, uma amostra de FIB foi preparada da região destacada pelo retângulo laranja, Figura 5.16b.

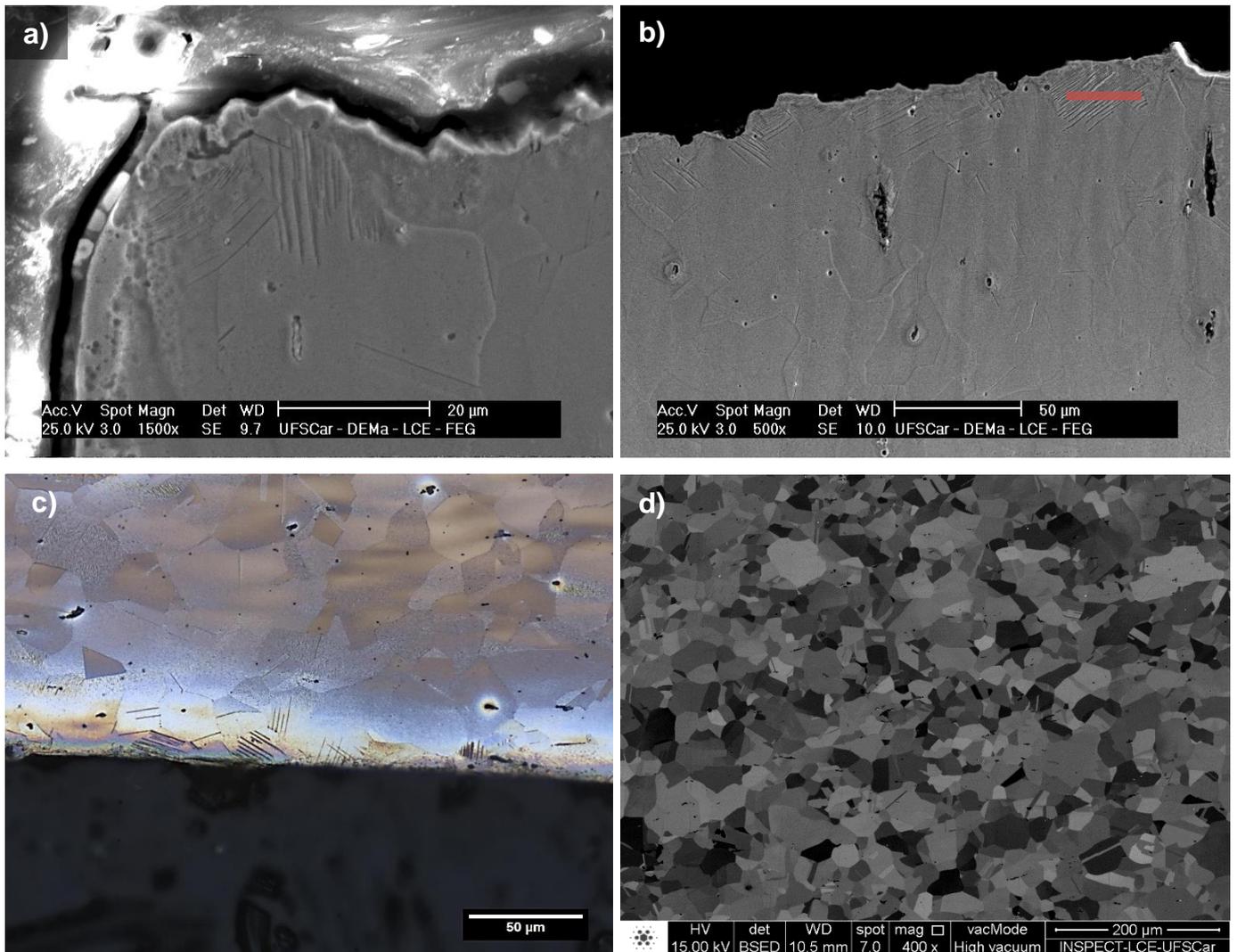


Figura 5.16 - Imagens de MEV da (a) região próxima à nucleação da trinca de fadiga no corpo de prova ensaiado com tensão máxima de 450 MPa e falhado após  $7 \cdot 10^5$  ciclos; (b) região de propagação estável da trinca de fadiga do corpo de prova ensaiado com tensão máxima de 425 MPa e falhado após  $9 \cdot 10^5$  ciclos. (c) Imagem de microscopia ótica da superfície de um corpo de prova de fadiga não fratura ensaiado a  $5 \cdot 10^6$  ciclos com tensão máxima de 375 MPa e (d) MEV da região central.

O padrão de difração de área selecionado no eixo de zona [110], apresentado no canto superior da Figura 5.17a, permite concluir que as estruturas observadas em MEV são maclas de deformação, uma vez que as reflexões da matriz e da macla foram identificadas. Embora a tensão máxima no teste de fadiga tenha sido inferior a  $\sigma_{macla}$ , o campo de tensão associado à zona plástica à frente da trinca foi suficiente para atingir o nível crítico de tensão. Por esse motivo, durante a propagação estável da trinca, maclas são observadas apenas em grãos próximos ao caminho da trinca e não no *bulk* do material, como no ensaio monotônico. A nucleação das maclas mecânicas próximo ao caminho de fratura envolve consumo de energia, portanto, devem atuar como um mecanismo de tenacificação do material, aumentando a resistência à propagação da trinca, como observado nas ligas Ni-Co [76] e Mg-Al-Zn [77].

O valor da EFE determina o modo de deformação atuante. Metais CFC com baixa EFE tendem a apresentar deslizamento planar, enquanto que metais com EFE elevada apresentam o modo ondulado de deformação [14]. Ainda na lamela preparada por FIB, a estrutura de discordâncias de célula foi identificada, Figura 5.17b. Como mostrado na seção anterior, ao nível de 10% de deformação, o metal ainda apresentava o modo planar como dominante. Diante disso, acredita-se que o campo de tensão na ponta da trinca foi suficientemente elevado ao ponto de gerar uma deformação a qual possibilitou a ocorrência do *cross slip* de discordância e, conseqüentemente, formação da estrutura de células.

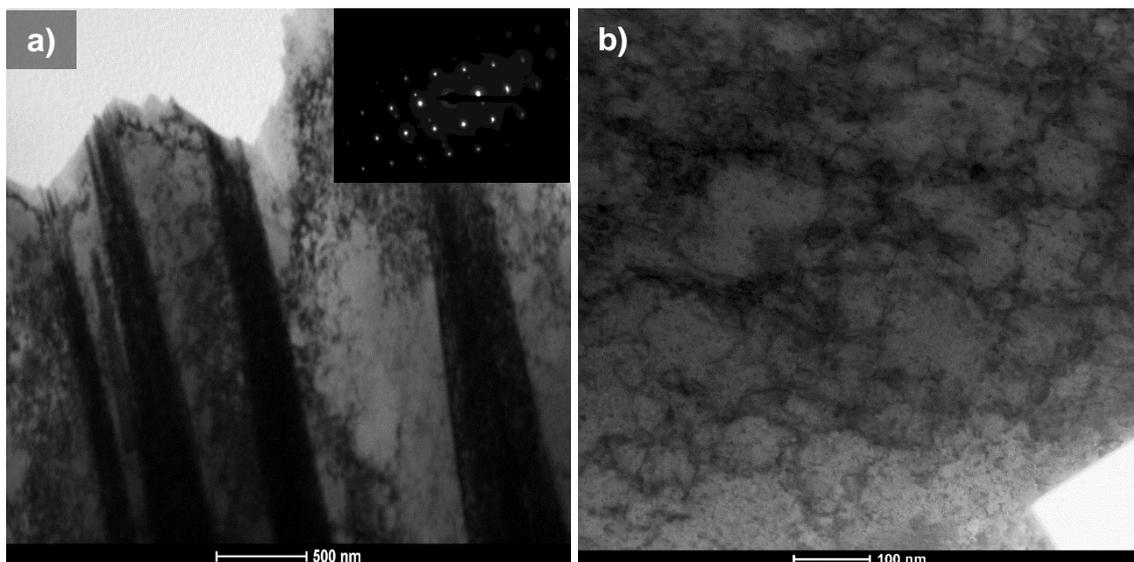


Figura 5.17 - (a) Imagem de campo claro da amostra de FIB e padrão de difração de área selecionada. (b) Imagem de campo claro (STEM) das estruturas de discordâncias.

As superfícies de fratura das amostras ensaiadas com tensões máximas de 450 MPa, 400 MPa e 375 MPa são mostradas na Figura 5.18. Nas imagens de visão geral (Figuras 5.18a, Figura 5.18c, Figura 5.18e), a região de nucleação da trinca é indicada pela seta vermelha e, na zona de ruptura final, *dimples* são observados, o que revela a elevada ductilidade do aço. Durante o carregamento cíclico, as discordâncias se multiplicam e acumulam-se no material. Em metais dúcteis, o início da trinca de fadiga é resultado da deformação plástica localizada, geralmente na superfície da amostra [54]. As regiões de deformação plástica localizada correspondem a bandas de deslizamento persistentes e, a elas associadas, existem estruturas de extrusão e intrusão que atuam como sítios preferenciais para a nucleação de trincas devido ao efeito de concentração de tensão. As imagens da superfície de fratura revelam estruturas de protrusão (indicadas pelas setas azuis) que, de acordo com [22], podem ser traços de bandas de deslizamento que cruzam a superfície de fratura e, segundo [78], são geradas pela formação de maclas de deformação próximas ao caminho de propagação da trinca. A segunda possibilidade tem maior coerência com base nos resultados obtidos. No presente aço de baixa densidade, a nucleação da trinca ocorreu na superfície em todas as amostras ensaiadas, o que poderia ser

um indicativo de que a nucleação se sucedeu devido ao efeito de concentração de tensão nas estruturas de intrusão e extrusão associadas às bandas de escorregamento.

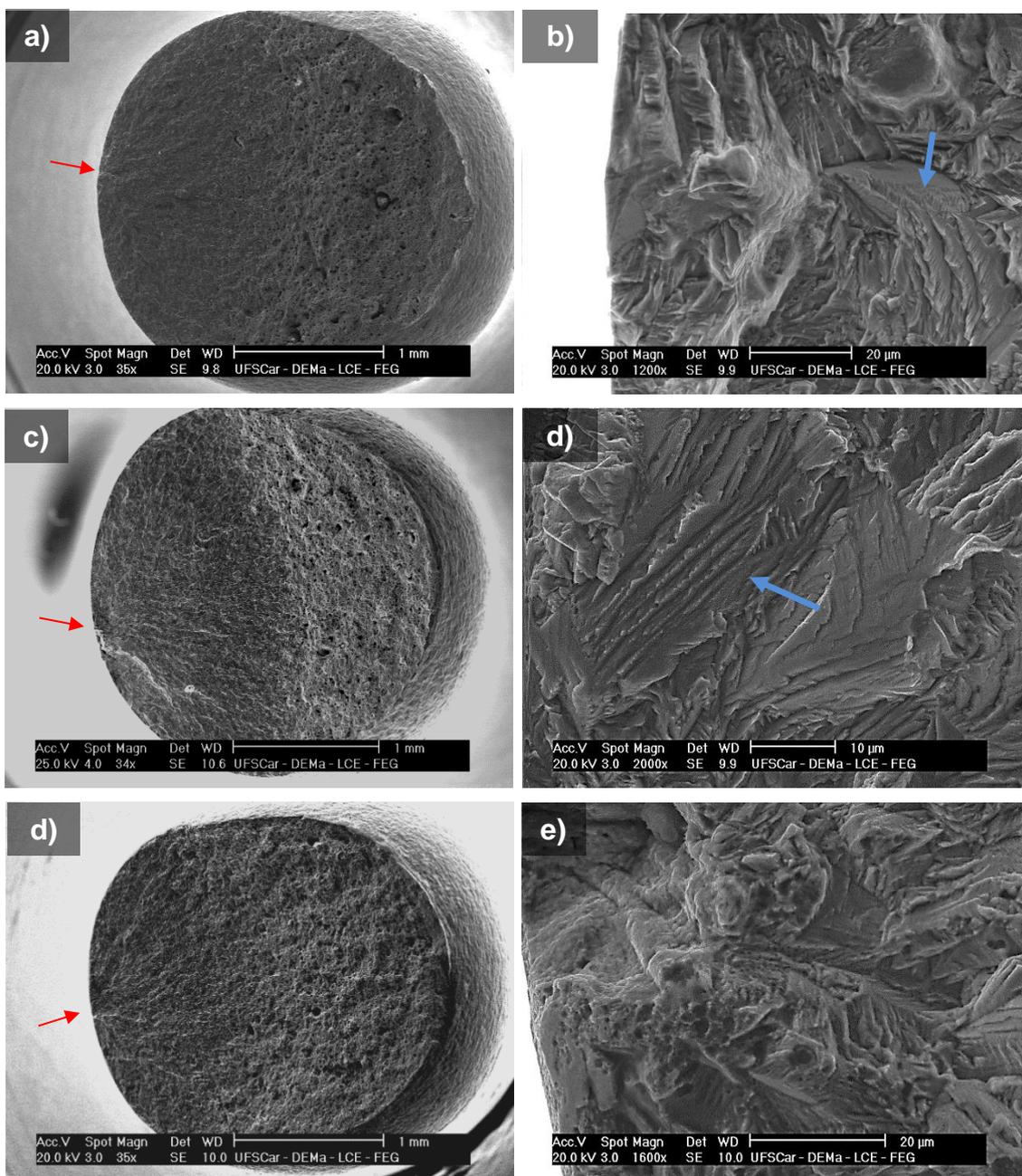


Figura 5.18 - Visão geral da superfície de fratura dos corpos de prova ensaiados a (a) 450 MPa, (c) 400 MPa, (e) 375 MPa e suas respectivas imagens com maiores magnificações, (b), (d) e (f).

No entanto, ao avaliar a seção longitudinal de uma amostra a partir de um teste interrompido em  $3 \cdot 10^5$  ciclos, uma nova hipótese pode ser levantada. Este teste foi interrompido durante o estágio de propagação da trinca, como mostrado na Figura 5.19a, onde as regiões 1 e 2 correspondem aos locais próximos ao sítio de nucleação e 3, à região de propagação estável da fissura. Na região 3, representada na Figura 5.19d, uma quantidade massiva de maclas de deformação é observada mesmo em grãos mais distantes da superfície da fratura, já que nesse local a zona plástica associada a ponta da trinca de fadiga deve ser grande devido a ductilidade do material. Como a orientação cristalográfica da macla é distinta do grão que a contém, ela pode ser identificada por MEV usando a técnica de imagem de contraste de canalização de elétrons (ECCI). A Figura 5.19b obtida através dessa técnica, correspondente a região 1, revela a presença de maclas na superfície da amostra, como também observado e indicado pelas setas vermelhas na Figura 5.19c. Provavelmente devido ao acúmulo de deformação na superfície da amostra, maclas foram geradas em grãos de superfície orientados favoravelmente, mesmo antes da nucleação da trinca. Devido ao seu efeito concentrador de tensão gerado pelo acúmulo de discordâncias ao redor do contorno de macla, agiu como um local de nucleação para a trinca por fadiga, conforme relatado recentemente por Campanelli et al. [62] em uma liga de titânio metaestável com efeito TWIP. Portanto, para o presente aço, não está claro se a formação de maclas é benéfica para a resistência à fadiga do material ou não, embora provavelmente diminua a taxa de propagação da trinca, por outro lado também pode ajudar na nucleação da mesma, conforme discutido.

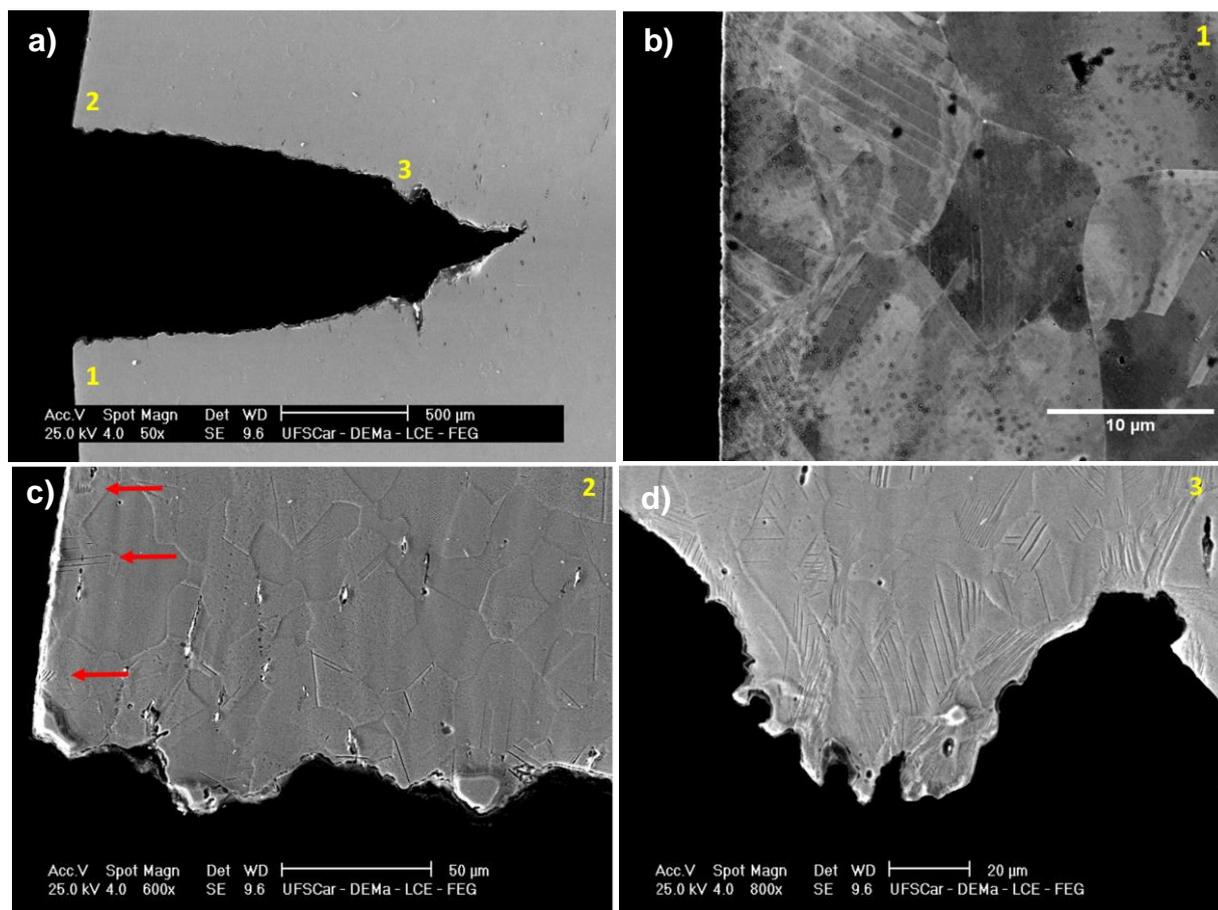


Figura 5.19 - Imagens de MEV do (a) corpo de prova de fadiga ensaiado com tensão máxima de 425 MPa após  $3 \cdot 10^5$ ; as regiões 1, 2 e 3 estão apresentadas em (b), (c) e (d).

Embora alguns autores [4,22–24] tenham concluído que durante o carregamento cíclico, a deformação associada não seria suficiente para a nucleação de maclas de deformação, os resultados mostrados aqui evidenciam que não só é possível, mas também que as maclas podem se formar antes da nucleação da trinca de fadiga. Karjalainen et al. [57] foram os primeiros a contestá-los, pois observaram nanomaclas no aço Fe-16Mn-1,5Al-0,3C. Embora o aço atual tenha um maior teor de alumínio em sua composição, maior EFE, a imagem de MET, Figura 5.17, indica que as maclas de deformação nuclearam durante o carregamento cíclico, influenciando a vida à fadiga do aço de baixa densidade, Fe-25Mn-3Al-0,4C, nos estágios de nucleação e propagação.

### 5.4.2 Fe-25Mn-5Al-0,5C

Como indicado na Figura 5.20, o aço com 5% de alumínio apresentou LF de  $483 \pm 47$  MPa em termos de tensão máxima. Diferentemente do aço Fe-25Mn-3Al-0,4C, a variação dos resultados durante os ensaios foi relativamente alta, possivelmente graças a defeitos provindos da etapa de forjamento da barra. Através da relação de Goodman, o LF foi convertido em termos de amplitude de tensão na condição de tensão média zero, correspondendo a  $332,3 \pm 47,3$  MPa, Tabela 5.8. As razões  $LF/\sigma_e$  e  $LF/\sigma_{LRT}$  são iguais a 80,8% e 42,9% e estão muito próximas as do aço com menor teor de alumínio.

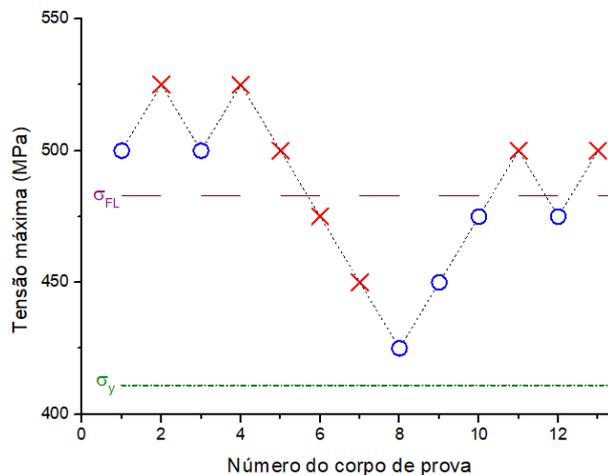


Figura 5.20 - Diagrama de fadiga empregado para determinação do limite de fadiga do aço de baixa densidade Fe-25Mn-5Al-0,5C.

Tabela 5.8 - Propriedades de fadiga do aço Fe-25Mn-5Al-0,4C

LF (MPa)	LF/ $\sigma_e$ (%)	LF/ $\sigma_{LRT}$ (%)
332,3	80,8%	42,9%

A Figura 5.21a e a Figura 5.21b apresentam a microestrutura de um corpo de prova não fraturado ensaiado com tensão máxima de 425 MPa. Na superfície são observadas estruturas refinadas que aparentam ser maclas de deformação (indicadas pela seta vermelha na Figura 5.21a). No interior do material, semelhante ao observado na Figura 5.16c, apenas maclas de recozimento estão presentes. No corpo de prova fraturado, Figura 5.21c, identicamente ao

observado no aço Fe-25Mn-3Al-0,4C, maclas são formadas nos grãos próximos ao caminho de propagação da trinca, ou seja, a tensão crítica novamente é atingida pelo efeito do campo de tensão associado a ponta da trinca, indicando novamente que o efeito TWIP exerce efeito sob a vida em fadiga do material.

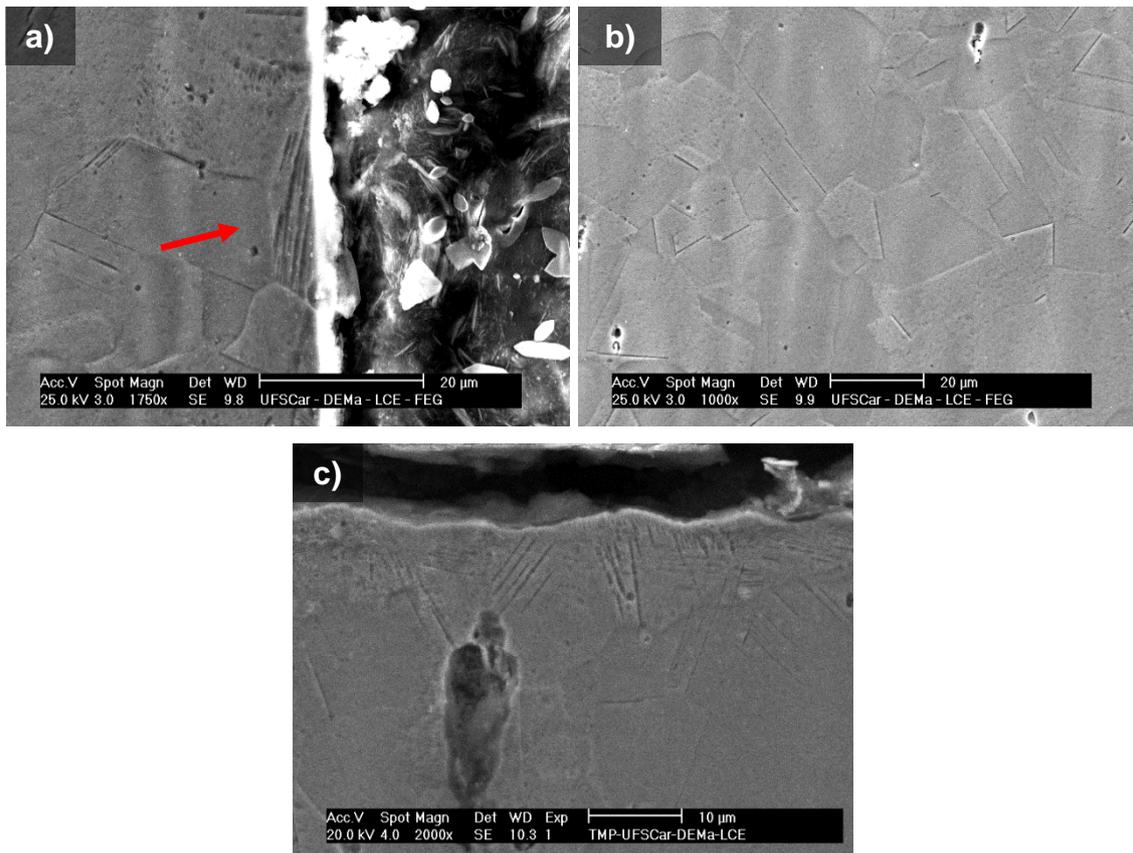


Figura 5.21 - Imagem de MEV da (a) superfície e (b) bulk de um corpo de prova de fadiga não fraturado, ensaiado com tensão máxima de 425 MPa durante  $5 \cdot 10^6$  ciclos; (c) região da fratura do corpo de prova de fadiga ensaiado com tensão máxima de 475 MPa.



## 6 CONCLUSÕES

Através de cálculos termodinâmicos, o presente trabalho envolveu o desenvolvimento de aços de baixa densidade austeníticos com energias de falha de empilhamento suficientemente baixas para atuação de mecanismos de incremento de plasticidade. A conformação por spray garantiu microestrutura totalmente austenítica, composta por grãos equiaxiais e livres de macrossegregação, validando assim as previsões iniciais em relação a escolha dessa rota de processamento. Além disso, a associação dos processos de conformação por spray, forjamento e recozimento se mostrou eficiente no intuito de se produzir um material com nível de textura mínima.

O aço projetado com energia de falha de empilhamento contida no intervalo de atuação do efeito TWIP apresentou maclas de deformação após solicitação monotônica. A estimativa do valor de tensão crítica para nucleação foi realizada com base em três modelos distintos, sendo que a validação desse valor se deu pela realização de ensaios de tração interrompidos em diferentes níveis de deformação. Diferentemente do que alguns autores reportaram, maclas de deformação não foram observadas em um nível de deformação correspondente ao ponto de inflexão da curva de taxa de encruamento. Acredita-se que o início da nucleação se dá no estágio D, sendo que o modelo utilizado para determinação da tensão crítica que mais se aproxima dos resultados experimentais observados foi proposto por Gutierrez-Urrita et al. [20].

Com energia de falha de empilhamento não contida no intervalo de atuação do efeito TWIP, maclas de deformação também foram formadas no aço com 6% de alumínio em peso, de maior EFE.

Embora com uma ductilidade inferior, o aço com maior teor de alumínio apresentou tensão de escoamento, limite de resistência à tração e limite de fadiga superiores. Além disso, ainda dispõe de densidade inferior. Todos esses fatos fazem com que o aço Fe-25Mn-5Al-0,5C se sobressaia em relação ao Fe-25Mn-3Al-0,4C.

A principal contribuição deste trabalho foi no sentido de comprovar que maclas de deformação podem ser formadas nos aços de baixa densidade durante carregamentos cíclicos. Elas foram identificadas na superfície do corpo

de prova e também nos grãos próximos ao caminho de propagação da trinca. Por consequência, o efeito TWIP exerce influência no estágio de propagação e, possivelmente, no estágio de nucleação da trinca de fadiga.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Determinar a tensão crítica para nucleação de maclas de deformação no aço Fe-25Mn-5Al-0,5C através de ensaios monotônicos interrompidos em diferentes níveis de tensão.
- Determinar a quantidade de ciclos necessários para o surgimento das maclas na superfície do corpo de prova através de ensaios de fadiga interrompidos.
- Determinar a taxa de propagação da trinca de fadiga de amostras sem deformação e amostras pré-deformadas com o objetivo de compreender o efeito quando a macla é nucleada durante sua propagação e quando a macla já está presente no metal.
- Determinar separadamente o efeito do TWIP na nucleação e na propagação das trincas de fadiga nestes aços.
- Determinar as propriedades de fadiga de um aço Fe-25Mn-(x)Al-0,4C com teor de alumínio suficientemente elevado de modo a suprimir o efeito TWIP.
- Determinar o valor máximo de EFE no qual o mecanismo de plasticidade induzida pela formação de maclas é atuante



## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Shao, C.W., Zhang, P., Wang, X.G., Wang, Q., Zhang, Z.F. High-cycle fatigue behavior of TWIP steel with graded grains: breaking the rule of mixture. *Materials Research Letters*, v. 7, n. 1, p. 26–32, 2019.
- [2] Jeong, J., Lee, C.-Y., Park, I.-J., Lee, Y.-K. Isothermal precipitation behavior of  $\kappa$ -carbide in the Fe–9Mn–6Al–0.15C lightweight steel with a multiphase microstructure. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 574, p. 299–304, 2013.
- [3] Cooman, B.C. De, Estrin, Y., Kim, S.K. Twinning-induced plasticity (TWIP) steels. *Acta Materialia*, v. 142, p. 283–362, 2018.
- [4] Hamada, A.S., Karjalainen, L.P. High-cycle fatigue behavior of ultrafine-grained austenitic stainless and TWIP steels. *Materials Science & Engineering A*, v. 527, n. 21–22, p. 5715–5722, 2010.
- [5] 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.
- [6] Cai, Z.H., Li, H.Y., Jing, S.Y., Li, Z.C., Ding, H., Tang, Z.Y., Misra, R.D.K. Influence of annealing temperature on microstructure and tensile property of cold-rolled Fe-0.2C-11Mn-6Al steel. *Materials Characterization*, v. 137, p. 256–262, 2018.
- [7] Kalsar, R. & Suwas, S. (2018). A novel way to enhance the strength of twinning induced plasticity (TWIP) steels. *Scripta Materialia*, 154, 207–211.
- [8] Astafurova, E.G., Tukeeva, M.S., Zakharova, G.G., Melnikov, E. V., Maier, H.J. The role of twinning on microstructure and mechanical response of severely deformed single crystals of high-manganese austenitic steel. *Materials Characterization*, v. 62, n. 6, p. 588–592, 2011.
- [9] Roa, J.J., Fargas, G., Calvo, J., Jimenez-Pique, E., Mateo, A. Plastic deformation and damage induced by fatigue in TWIP steels. *Materials science and engineering A. Structural materials properties microstructure and processing*, v. 628, p. 410–418, 2015.
- [10] 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.

[11] Vercammen, S., Blanpain, B., Cooman, B.C. De, Wollants, P. Cold rolling behaviour of an austenitic Fe–30Mn–3Al–3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning. *Acta Materialia*, v. 52, n. 7, p. 2005–2012, 2004.

[12] Chen, S., Rana, R., Haldar, A., & Ray, R.K. (2017). Current state of Fe-Mn-Al-C low density steels. *Progress in Materials Science*, 89, 345–391.

[13] Jung, I.C., Cho, L., Cooman, B.C. De In situ observation of the influence of Al on deformation-induced twinning in TWIP steel. *ISIJ International*, v. 55, n. 4, p. 870–876, 2015.

[14] 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.

[15] Cohen, J.B., Weertman, J. A dislocation model for twinning in f.c.c. metals. *Acta Metallurgica*, v. 11, n. 8, p. 996–998, 1963.

[16] Fujita, H., Mori, T. A formation mechanism of mechanical twins in F.C.C. Metals. *Scripta Metallurgica*, v. 9, n. 6, p. 631–636, 1975.

[17] Venables, J.A. On dislocation pole models for twinning. *Philosophical Magazine*, v. 30, n. 5, p. 1165–1169, 1974.

[18] Naeita, N., Takamura, J. Deformation twinning in silver-and copper-alloy crystals. *Philosophical Magazine*, v. 29, n. 5, p. 1001–1028, 1974.

[19] 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.

[20] 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.

[21] Niendorf, T., Lotze, C., Canadinc, D., Frehn, A., Maier, H.J. The role of monotonic pre-deformation on the fatigue performance of a high-manganese austenitic TWIP steel. *Materials Science & Engineering A*, v. 499, p. 518–524,

2009.

[22] Hamada, A.S., Karjalainen, L.P., Puustinen, J. Fatigue behavior of high-Mn TWIP steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 517, n. 1–2, p. 68–77, 2009.

[23] Hamada, A.S., Karjalainen, L.P., Ferraiuolo, A., Gil Sevillano, J., Las Cuevas, F. De, Pralongo, G., Reis, M. Fatigue behavior of four high-Mn twinning induced plasticity effect steels. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 41, n. 5, p. 1102–1108, 2010.

[24] Seo, W., Jeong, D., Sung, H., Kim, S. Tensile and high cycle fatigue behaviors of high-Mn steels at 298 and 110 K. *Materials Characterization*, v. 124, p. 65–72, 2017.

[25] Wang, X., Liang, Z.Y., Liu, R.D., Huang, M.X. Evolution of dislocations and twins in high cycle fatigue of a twinning-induced plasticity steel. *Materials Science and Engineering: A*, v. 647, p. 249–255, 2015.

[26] Ma, P., Qian, L., Meng, J., Liu, S., Zhang, F. Fatigue crack growth behavior of a coarse- and a fine-grained high manganese austenitic twin-induced plasticity steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 605, p. 160–166, 2014.

[27] Kim, H., Suh, D.W., 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, 2013.

[28] Hall, J.N., Fekete, J.R. Steels for auto bodies. In: *Automotive Steels*. Elsevier, 2017, p. 19–45.

[29] Frommeyer, G., Brück, U. Microstructures and Mechanical Properties of High-Strength Fe-Mn-Al-C Light-Weight TRIPLEX Steels. *steel research international*, v. 77, n. 9–10, p. 627–633, 2006.

[30] Rana, R., Lahaye, C., Ray, R.K. Overview of Lightweight Ferrous Materials: Strategies and Promises. *Jom*, v. 66, n. 9, p. 1734–1746, 2014.

[31] Pramanik, S., Suwas, S. Low-Density Steels: The Effect of Al Addition on Microstructure and Properties. *Jom*, v. 66, n. 9, p. 1868–1876, 2014.

[32] Zuazo, I., Hallstedt, B., Lindahl, B., Selleby, M., Soler, M., Etienne, A., Perlade, A., Hasenpouth, D., Massardier-Jourdan, V., Cazottes, S., Kleber, X. Low-Density Steels: Complex Metallurgy for Automotive Applications. *Jom*, v. 66,

n. 9, p. 1747–1758, 2014.

[33] Bausch, M.; Frommeyer, G.; Hofmann, H.; Balichev, E.; Soler, M.; Didier, M.; Samek, L. *Ultra high-strength and ductile FeMnAlC light-weight steels*. 2013. 157p.

[34] Hull, D.; Bacon, D.J. *Introduction to Dislocations*. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2001. 242p

[35] Sohn, S.S., Song, H., Kwak, J.-H., Lee, S. Dramatic improvement of strain hardening and ductility to 95% in highly-deformable high-strength duplex lightweight steels. *Scientific Reports*, v. 7, n. 1, p. 1927, 2017.

[36] Zambrano, O.A. A general perspective of Fe–Mn–Al–C steels. *Journal of Materials Science*, v. 53, n. 20, p. 14003–14062, 2018.

[37] Fonstein, N. *Advanced High Strength Sheet Steels*, 2015.

[38] 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.

[39] 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.

[40] Dieter, G.E. "Metalurgia Mecânica". 2a. Edição. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981, 653p.

[41] Kalidindi, S.R. Modeling the strain hardening response of low stacking fault energy fcc alloys. *Int. J. Plast.*, v. 14, n. 12, p. 1265–1277, 1998.

[42] Idrissi, H., Renard, K., Schryvers, D., Jacques, P.J. On the relationship between the twin internal structure and the work-hardening rate of TWIP steels. *Scripta Materialia*, v. 63, n. 10, p. 961–964, 2010.

[43] S. Asgari, E.E.D., S. R. Kalidindi, R.D.D. "Strain Hardening Regimes and Microstructural Evolution during Large Strain Compression of Low Stacking Fault Energy Fcc Alloys That Form Deformation Twins." *Metallurgical and Materials Transactions A (Physical Metallurgy and Materials Science)* Sept. 1997. *Metallurgical and Materials Transactions a*, v. 28, n. September, p. 1781–1782, 1997.

- [44] Mahato, B., Shee, S.K., Sahu, T., Ghosh Chowdhury, S., Sahu, P., Porter, D.A., Karjalainen, L.P. An effective stacking fault energy viewpoint on the formation of extended defects and their contribution to strain hardening in a Fe–Mn–Si–Al twinning-induced plasticity steel. *Acta Materialia*, v. 86, p. 69–79, 2015.
- [45] Mahajan, S., Chin, G.Y. Comments on deformation twinning in silver- and copper-alloy crystals. *Scripta Metallurgica*, v. 9, n. 8, p. 815–817, 1975.
- [46] Copley, S.M., Kear, B.H. The dependence of the width of a dissociated dislocation on dislocation velocity. *Acta Metallurgica*, v. 16, n. 2, p. 227–231, 1968.
- [47] Idrissi, H., Renard, K., Ryelandt, L., Schryvers, D., Jacques, P.J. On the mechanism of twin formation in Fe-Mn-C TWIP steels. *Acta Materialia*, v. 58, n. 7, p. 2464–2476, 2010.
- [48] 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.
- [49] Suzuki, H., Barrett, C.. Deformation twinning in silver-gold alloys. *Acta Metallurgica*, v. 6, n. 3, p. 156–165, 1958.
- [50] 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.
- [51] Guilhem, Y., Basseville, S., Curtit, F., Stéphan, J.-M., Cailletaud, G. Investigation of the effect of grain clusters on fatigue crack initiation in polycrystals. *International Journal of Fatigue*, v. 32, n. 11, p. 1748–1763, 2010.
- [52] Stephens, R.; Stephens, R.R.; Fuchs, H. *Metal Fatigue Second Edition*.
- [53] Fan, H., Keer, L.M. The early stage of fatigue crack propagation. *Engineering Fracture Mechanics*, v. 42, n. 5, p. 789–796, 1992.
- [54] Sangid, M.D. The physics of fatigue crack initiation. *International Journal of Fatigue*, v. 57, p. 58–72, 2013.
- [55] Milella, P.P., *Fatigue and Corrosion in Metals*, 1 ed., Springer Verlag Italia, Milan, 2013.
- [56] Suresh, S. *Fatigue of Materials*. 2. ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1998..
- [57] Karjalainen, L.P., Hamada, A., Misra, R.D.K., Porter, D.A. Some aspects of

the cyclic behavior of twinning-induced plasticity steels. *Scripta Materialia*, v. 66, n. 12, p. 1034–1039, 2012.

[58] Hamada, A.S., Karjalainen, L.P., Puustinen, J. Fatigue behavior of high-Mn TWIP steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 517, n. 1–2, p. 68–77, 2009.

[59] Yang, H.K., Doquet, V., Zhang, Z.F. Fatigue crack growth in two TWIP steels with different stacking fault energies. *International Journal of Fatigue*, v. 98, p. 247–258, 2017.

[60] Ju, Y.-B., Koyama, M., Sawaguchi, T., Tsuzaki, K., Noguchi, H. In situ microscopic observations of low-cycle fatigue-crack propagation in high-Mn austenitic alloys with deformation-induced  $\epsilon$ -martensitic transformation. *Acta Materialia*, v. 112, p. 326–336, 2016.

[61] Ma, P., Qian, L., Meng, J., Liu, S., Zhang, F. Influence of Al on the fatigue crack growth behavior of Fe-22Mn-(3Al)-0.6C TWIP steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 645, p. 136–141, 2015.

[62] Campanelli, L.C., Coury, F.G., Guo, Y., Pereira da Silva, P.S.C., Kaufman, M.J., Bolfarini, C. The role of twinning and nano-crystalline  $\omega$  phase on the fatigue behavior of the metastable  $\beta$  Ti-15Mo alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 729, n. January, p. 323–330, 2018.

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

[64] Cava, R.D., Bolfarini, C., Kiminami, C.S., Mazzer, E.M., Botta Filho, W.J., Gargarella, P., Eckert, J. Spray forming of Cu–11.85Al–3.2Ni–3Mn (wt%) shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 615, p. S602–S606, 2014.

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

[66] 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.

[67] Saeed-Akbari, A., Imlau, J., Prahl, 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: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 40, n. 13, p. 3076–3090, 2009.
- [68] 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, Transactions of the ASME*, v. 138, n. 4, 2016.
- [69] Dixon, W.J., Mood, A.M. A Method for Obtaining and Analyzing Sensitivity Data. *Journal of the American Statistical Association*, v. 43, n. 241, p. 109, 1948.
- [70] 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.
- [71] Pariona, M.M., Bolfarini, C., Santos, R.J. Dos, Kiminami, C.S. Application of mathematical simulation and the factorial design method to the optimization of the atomization stage in the spray forming of a Cu-6% Zn alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 102, n. 1, p. 221–229, 2000.
- [72] Liu, M., Li, Y., Cui, Z., Yang, Q. High ductility of spray formed low density TRIP steel with the improvement of  $\delta$ -ferrite matrix. *Materials Characterization*, v. 156, n. May, p. 109828, 2019.
- [73] Galindo-Nava, E.I. & Rivera-Díaz-del-Castillo, P.E.J. (2017). Understanding martensite and twin formation in austenitic steels: A model describing TRIP and TWIP effects. *Acta Materialia*, 128, 120–134.
- [74] Vincent, L., Roux, J. Le, Taheri, S. On the high cycle fatigue behavior of a type 304L stainless steel at room temperature. *International Journal of Fatigue*, v. 38, p. 84–91, 2012.
- [75] Kamaya, M., Kawakubo, M. Mean stress effect on fatigue strength of stainless steel. *International Journal of Fatigue*, v. 74, n. December, p. 20–29, 2015.
- [76] Sangid, M.D., Pataky, G.J., Sehitoglu, H., Rateick, R.G., Niendorf, T., Maier, H.J. Superior fatigue crack growth resistance , irreversibility , and fatigue crack growth – microstructure relationship of nanocrystalline alloys. *Acta Materialia*, v. 59, n. 19, p. 7340–7355, 2011.
- [77] Wu, Y.J., Zhu, R., Tao, J., Qing, W. Role of twinning and slip in cyclic

deformation of extruded Mg – 3 % Al – 1 % Zn alloys. *Scripta Materialia*, v. 63, n. 11, p. 1077–1080, 2010.

[78] Yin, S.M., Yang, F., Yang, X.M., Wu, S.D., Li, S.X., Li, G.Y. The role of twinning-detwinning on fatigue fracture morphology of Mg-3%Al-1%Zn alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 494, n. 1–2, p. 397–400, 2008.