

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

TESE DE DOUTORADO

**Análise da influência do processamento termomecânico na microestrutura,
propriedades mecânicas e textura cristalográfica de um aço 0,08C-8Mn**

AUTOR: ALINE SILVA MAGALHÃES

ORIENTADOR: PROF. DAGOBERTO BRANDÃO SANTOS

Novembro de 2018

ALINE SILVA MAGALHÃES

**Análise da influência do processamento termomecânico na microestrutura,
propriedades mecânicas e textura cristalográfica de um aço 0,08C-8Mn**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Doutora em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de concentração: Metalurgia Física

Orientador: Dagoberto Brandão Santos

Belo Horizonte
Universidade Federal de Minas Gerais
Escola de Engenharia
Novembro de 2018

M188a	<p>Magalhães, Aline Silva. Análise da influência do processamento termomecânico na microestrutura, propriedades mecânicas e textura cristalográfica de um aço 0,08C-8Mn [manuscrito] / Aline Silva Magalhães. - 2018. 156 f., enc.: il.</p> <p>Orientador: Dagoberto Brandão Santos.</p> <p>Tese (doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.</p> <p>Bibliografia: f.136-156.</p> <p>1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Metalurgia física - Teses. 3. Austenita - Teses. 4. Aço - Propriedades mecânicas - Teses. I. Santos, Dagoberto Brandão. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDU: 669(043)</p>
-------	--

AGRADECIMENTOS

Ao professor Dagoberto Brandão Santos, pela orientação em cada etapa desde trabalho, por sua paciência, disponibilidade e dedicação.

Aos alunos de graduação do Laboratório de Metalografia que trabalharam diretamente neste projeto: Aline Vasconcelos Ferreira, David Silva Alves, Iane Moutinho e Indiana Rosa Oliveira. Teria sido imensamente mais difícil sem o auxílio e a dedicação de vocês.

À minha companheira nessa jornada, Grazielle, pelos anos de convivência, e por toda a ajuda durante este tempo e à doutora Daniella Gomes Rodrigues, por todas as dicas e ensinamentos durante a etapa final desde trabalho.

À aluna de doutorado Suzanny Cristina Soares Martins, pela execução dos ensaios de tração e pela amizade, auxílio e companheirismo.

À funcionária Patrícia Mara Trigueiro de Azevedo, pelas análises de MEV e EBSD, e pelos conselhos, paciência e carinho em cada contato que tivemos.

Ao funcionário Estevson Miqueletti pela ajuda na etapa de laminação deste trabalho.

Ao SENAI Itaúna, na pessoa do aluno de mestrado Reyler Bueno Faria, pelo fornecimento do material para a realização desse trabalho.

À amiga e professora do CEFETMG Elaine Carballo Siqueira Correa, que me incentivou e colaborou com seu conhecimento em diversas etapas desse trabalho.

Aos professores do CEFET-MG Carlos Eduardo dos Santos, pela confecção dos corpos de prova de tração e João Bosco dos Santos, pela análise de composição química; e ao funcionário Geraldo Mercis de Oliveira, pela presteza e boa vontade sempre que solicitado. Aos colegas do DEMAT, que sempre tiveram palavras de incentivo durante esse processo.

À minha família, meus pais, Deilson e Maria Helena, minha irmã Natália e meu sobrinho João, pelos momentos de amor e incentivo na realização do trabalho e na minha escolha profissional. Ao Geovane, pelo carinho, compreensão, incentivo e auxílio em diversas etapas de elaboração do trabalho.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	18
2 OBJETIVOS.....	20
2.1 Objetivo Geral.....	20
2.2 Objetivos Específicos	20
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
3.1 Aços Avançados de Alta Resistência	21
3.2 Aços Médio Manganês.....	24
3.2.1 Efeito dos parâmetros do recozimento intercrítico	27
3.2.2 Efeito do processamento termomecânico	37
3.2.3 Efeito dos elementos de liga	44
3.3 Textura Cristalográfica em Ligas Metálicas	48
3.3.1 Textura de deformação	49
3.3.2 Textura de recristalização.....	54
3.4 Distribuição Característica dos Contornos de Grão	57
4 MATERIAIS E MÉTODOS	59
4.1 Características Gerais do Trabalho	59
4.2 Material.....	61
4.3 Temperaturas do Campo Intercrítico e Fração das Fases em Equilíbrio – estimativa por Thermo-Calc™.....	61
4.4 Processamento Termomecânico	63
4.4.1 Tratamento térmico de homogeneização.....	63
4.4.2 Rota 1 - laminação quente, laminação a frio e recozimento intercrítico	64
4.4.3 Rota 2 - laminação a morno	67
4.5 Difração de Raios X	68
4.6 Estimativa da Energia de Falha de Empilhamento	69
4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura	72
4.8 Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	73
4.9 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD).....	73
4.9.1 Distribuição característica dos contornos de grão.....	74
4.10 Ensaio de Dureza	74

4.11 Ensaio de Tração.....	74
5 RESULTADOS	77
5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura	77
5.1.1 Estado inicial (como fundido) e homogeneizado	77
5.1.2 Laminado a quente, a frio e recozido	78
5.1.3 Laminado a morno.....	82
5.2 Difração de Raios X	83
5.2.1 Análise quantitativa das fases	86
5.3 Textura Cristalográfica.....	88
5.3.1 Recozimento intercrítico	88
5.3.2 Laminado a morno.....	94
5.4 Distribuição Característica dos Contornos de Grão	95
5.4.1 Recozimento intercrítico	95
5.4.2 Laminado a morno.....	98
5.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	99
5.6 Microdureza Vickers	100
5.7 Ensaios de Tração	102
6 DISCUSSÃO.....	105
6.1 Microestrutura	105
6.1.1 Análise comparativa das microestruturas do material recozido a 600°C por 30 min e do laminado a morno	108
6.2 Fração e Estabilidade da Austenita Retida	110
6.2.1 Estimativa dos teores de Mn e C na austenita e da temperatura M_i	112
6.2.2 Morfologia e tamanho da austenita retida	115
6.3 Propriedades Mecânicas.....	116
6.3.1 Microdureza vickers	116
6.3.2 Ensaio de tração e encruamento.....	117
6.4 Estabilidade e Fração de Austenita Retida <i>versus</i> Propriedades Mecânicas ..	121
6.5 Textura Cristalográfica.....	124
6.5.1 Evolução da textura no recozimento intercrítico.....	125
6.5.2 Comparação da textura do material recozido a 600°C por 30 min e do laminado a morno	128

6.6 Distribuição Característica dos Contornos de Grão	129
7 CONCLUSÕES.....	134
REFERÊNCIAS.....	136

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Relação entre resistência à tração e alongamento total para os aços avançados de alta resistência [10].	21
Figura 3.2 - Diagramas de fases Fe-Mn em (a) condições de equilíbrio e (b) fora do equilíbrio [10].	25
Figura 3.3 - Curvas tensão <i>versus</i> deformação verdadeiras de um aço médio manganês e de um aço TWIP 0,6C-18Mn-1,5Al [6].	26
Figura 3.4 - Representação esquemática do tratamento termomecânico do aço médio manganês a evolução da estabilidade das fases [6].	28
Figura 3.5 - Representação esquemática das transformações de fase que ocorrem no processamento térmico de recozimento intercrítico [70].	29
Figura 3.6 - Representação esquemática da evolução microestrutural em função da temperatura de recozimento intercrítico (a) durante o tratamento e (b) após o resfriamento [10].	30
Figura 3.7 - Efeitos da temperatura de recozimento nas propriedades mecânicas de um aço médio manganês [72].	31
Figura 3.8 - Curvas tensão <i>versus</i> deformação verdadeiras para amostras do aço 0,3C-6Mn recozidos por 1 hora a (a) 620°C, (b) 640°C, (c) 660°C e 680°C [48].	32
Figura 3.9 - Variação do volume de austenita retida com a temperatura de recozimento para um aço 0,1C-7Mn laminado a frio [5].	33
Figura 3.10 - Propriedades mecânicas (a-c), fração volumétrica de austenita retida (d) com o tempo de recozimento e mudanças na fração de martensita induzida pela deformação (e) após o ensaio de tração em um aço médio-Mn recozido [73].	34
Figura 3.11 - Mapas de EBSD das microestruturas recristalizada, subestruturada e deformada em (a) 3 min e (b) 12 h [74].	35
Figura 3.12 - Análises de MEV/EDS mostrando a evidência do enriquecimento de Mn na austenita em amostras recozidas a 750°C por (a) 3 min e (b) 10 min [42].	36
Figura 3.13 - Microscopia eletrônica de transmissão do aço 0,05C-9Mn recozido a 620°C por 600 s após (a) laminação a quente e (b) laminação a frio. α_G - ferrita globular; α_L - ferrita em ripa; γ_G - austenita globular e γ_L - austenita em ripas [39].	39
Figura 3.14 - Evolução da recristalização e fração de austenita com (a) temperatura e (b) tempo de recozimento [38].	40
Figura 3.15 - Microestrutura de um aço 6,7Mn (a) laminado a quente e (b) após recozimento intercrítico a 550°C [78].	41
Figura 3.16 - Microscopia eletrônica de varredura e mapas de fase obtidos por EBSD da microestrutura de um aço 0,3C-10Mn-3Al-2Si. (a e b) laminado a quente, (c e d) laminado a frio [79].	41

Figura 3.17 - Microscopia eletrônica de varredura e mapas de fase obtidos por EBSD da microestrutura de um aço 0,3C-10Mn-3Al-2Si após recozimento intercrítico a (a e d)700°C, (b e e) 750°C e (c e f) 800°C por 10 min [79].....	42
Figura 3.18 - Curva de dilatométrica do aço 0,3C-10Mn-3Al-2Si laminado a frio [79]..	42
Figura 3.19 - Mudanças (a) na fração volumétrica de austenita retida e (b) nas propriedades mecânicas com a concentração de carbono em um aço 5Mn laminado a quente e recozido por 3 h em diferentes temperaturas entre 625°C e 675°C, resfriado no forno e na água [76].	45
Figura 3.20 - Efeito do teor de manganês no percentual de austenita retida e nas propriedades mecânicas de aços médio manganês [83].....	46
Figura 3.21 - Seção $\varphi_2=45^\circ$ com (a) fibras e (b) nomes de orientações clássicas do sistema cúbico [87,90].	49
Figura 3.22 - Representação das principais fibras presentes em metais cfc [89].	51
Figura 3.23 - Funções de distribuição de orientação nas seções $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$ e 65° (a) representação esquemática das orientações mais importantes para materiais cfc e (b) funções de distribuição de orientação para um aço 17Mn laminado a frio e recozido [99].	52
Figura 3.24 - (a) seção $\varphi_2 = 45^\circ$ da função de distribuição de orientação para um aço IF laminado a frio e (b) representação esquemática das orientações em materiais ccc na seção $\varphi_2 = 45^\circ$ [89].	53
Figura 3.25 - Seção $\varphi_2 = 45^\circ$ da função de distribuição de orientação para o aço IF recristalizado [89].	55
Figura 3.26 - Formação de um contorno de sítios coincidentes (CSL) : (a) interpenetração de duas redes vizinhas e (b) representação no plano de uma interpenetração de redes mostrando como a desorientação de $36,9^\circ/[100]$ leva à criação de contornos CSL Σ_5 , um a cada cinco sítios da rede de cada cristal coincide [88].	57
Figura 4.1 - Fluxograma dos experimentos propostos para os processamentos mecânico e térmico do aço médio manganês.....	60
Figura 4.2 - Diagrama de fases no equilíbrio do aço 8Mn previsto por Thermo-Calc TM	62
Figura 4.3 - Fração das fases no equilíbrio do aço 8Mn em função da temperatura prevista por Thermo-Calc TM	62
Figura 4.4 - Material seccionado submetido a tratamento térmico de homogeneização.63	
Figura 4.5 - Representação esquemática das rotas de processamento aplicadas ao aço 8Mn após a homogeneização (T_{amb} – temperatura ambiente).	64
Figura 4.6 - Exemplo de placa do aço 8Mn laminada a quente.....	65
Figura 4.7 - Exemplo de chapa do aço 8Mn laminada a frio.....	65
Figura 4.8 - Perfil térmico das amostras do aço 8Mn para as temperaturas de 600°C, 650°C e 680°C.	67
Figura 4.9 - Exemplo de placa do aço 0,08C-8Mn laminado a morno.....	68

Figura 4.10 - Perfil térmico das amostras do aço 8Mn para a temperatura de 630°C e resfriamento ao ar com uma taxa de 0,3 °C/s.	68
Figura 4.11 - Corpos de provas de tração de dimensões <i>subzise</i> (a) cilíndrico para as amostras laminadas a morno e (b) retangular para as amostras laminadas a frio e recozidas.	75
Figura 4.12 - Representação gráfica da determinação do expoente de encruamento pelo critério de <i>Considère</i> [125].	75
Figura 5.1 - Micrografias eletrônicas de varredura do material como fundido (estado inicial) com aumentos distintos.	77
Figura 5.2 - Micrografias eletrônicas de varredura do material homogeneizado a 1100°C por 2 h com aumentos distintos.	78
Figura 5.3 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a quente com aumentos distintos.....	78
Figura 5.4 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a frio com aumentos distintos.....	79
Figura 5.5 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a frio e submetido a recozimento intercrítico a 600°C nos tempos de (a e b) 30 min, (c e d) 2 h e (e e f) 24 h com resfriamento em água.	80
Figura 5.6 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a frio e submetido a recozimento intercrítico a 650°C nos tempos de (a e b) 30 min, (c e d) 2 h e (e e f) 24 h com resfriamento em água.	81
Figura 5.7 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a frio e submetido a recozimento intercrítico a 680°C nos tempos (a e b) 30 min, (c e d) 2 h e (e e f) 24 h com resfriamento em água.	82
Figura 5.8 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a morno com aumentos distintos.....	83
Figura 5.9 - Difratoogramas do aço 8Mn (a) fundido (estado inicial) e (b) homogeneizado.	83
Figura 5.10 - Difratoogramas do aço 8Mn (a) laminado a quente e (b) laminado a frio...	84
Figura 5.11 - Difratoogramas do aço 8Mn laminado a frio e recozido a 600°C.	84
Figura 5.12 - Difratoogramas do aço 8Mn laminado a frio e recozido a 650°C.	85
Figura 5.13 - Difratoogramas do aço 0,08C-8Mn laminado a frio e recozido a 680°C. ..	86
Figura 5.14 - Difratoograma do aço Mn laminado a morno.	86
Figura 5.15 - Fração de austenita retida nas amostras laminadas a frio e recozidas.....	88
Figura 5.16 - Mapas de figura de polo inversa das amostras recozidas intercriticamente.	90
Figura 5.17 - Funções de distribuição de orientação das seções $\varphi_2 = 45^\circ$ da martensita para o material recozido intercriticamente.....	91

Figura 5.18 - Funções de distribuição da orientação para $\varphi_2 = 0^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ e $\varphi_2 = 65^\circ$ da austenita para o material recozido intercriticamente a 600°C por 30 min, 2 h e 24 h. ...	92
Figura 5.19 - Funções de distribuição da orientação para $\varphi_2 = 0^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ e $\varphi_2 = 65^\circ$ da austenita para o material recozido intercriticamente a 650°C por 30 min e 2 h.	93
Figura 5.20 - Mapa de figura de polo inversa da amostra laminada a morno.	94
Figura 5.21 - (a) Função de distribuição de orientação da seção $\varphi_2 = 45^\circ$ da martensita do material laminado a morno e (b) representação das componentes de textura identificadas na seção.	94
Figura 5.22 - (a) Funções de distribuição de orientação das seções $\varphi_2 = 0^\circ$, 45° e 65° da austenita para o material laminado a morno e (b) representação das componentes de textura identificadas em cada uma das seções.	95
Figura 5.23 - (a) Distribuição característica dos contornos de grão das amostras recozidas a (a) 600°C , (b) 650°C e (c) 680°C	96
Figura 5.24 - (a) Frequência de distribuição dos contornos CSL das amostras recozidas a 600°C	97
Figura 5.25 - Frequência de distribuição dos contornos CSL das amostras recozidas a 650°C	97
Figura 5.26 - Frequência de distribuição dos contornos CSL das amostras recozidas a 680°C	98
Figura 5.27 - (a) Distribuição característica dos contornos de grão e (b) frequência de distribuição dos contornos CSL da condição laminada a morno.	99
Figura 5.28 - Micrografias eletrônicas de transmissão da amostra recozida a 600°C por 30 min, em aumentos distintos, e padrões de difração das regiões indicadas.	99
Figura 5.29 - Micrografias eletrônicas de transmissão do material laminado a morno em aumentos distintos (a) mostrando regiões com morfologias distintas, (b) morfologia globular com os padrões de difração das regiões indicadas e (c) morfologia lamelar com os padrões de difração das regiões indicadas.	100
Figura 5.30 - Representação gráfica das durezas amostras nas condições homogeneizada, laminada a quente, a morno e a frio.	101
Figura 5.31 - Dureza das amostras laminadas a frio e recozidas em função da temperatura de recozimento.	102
Figura 5.32 - Curvas tensão <i>versus</i> deformação convencionais (a) e (b) e taxa de encruamento (c) e (d) para as condições recozida e laminada a morno, respectivamente	104
Figura 6.1 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn (a) recozido a 600°C por 30 min e (b) laminado a morno.	109
Figura 6.2 - Teor de manganês (a) e carbono (b) na austenita para o aço 8Mn em função da temperatura previstos por Thermocalc®.	112
Figura 6.3 - Difratoogramas das amostras antes e após o ensaio de tração para (a) recozido a 600° por 30 min e (b) laminado a morno.	122

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Principais componentes de textura presentes nos metais cfc [88].	51
Tabela 3.2 - Principais componentes de textura presentes nos metais ccc [88].	52
Tabela 4.1 - Composição química (% em peso) do aço médio manganês em estudo. ...	61
Tabela 4.2 - Detalhamento dos passes de laminação a quente do aço 8Mn.	64
Tabela 4.3 - Detalhamento dos passes de laminação a frio do aço 8Mn.	65
Tabela 4.4 - Parâmetros de recozimento intercrítico aplicados ao aço 8Mn.	66
Tabela 4.5 - Detalhamento dos passes de laminação a morno do aço 8Mn	67
Tabela 4.6 - Parâmetros termodinâmicos e equações para a estimativa da EFE [57]. ...	72
Tabela 5.1 - Análise quantitativa das fases por difração de raios X nas amostras no estado inicial, homogeneizada, laminada a quente e laminada a frio.	87
Tabela 5.2 - Análise quantitativa das fases a partir da difração de raios X nas amostras recozidas após laminação a frio e na laminada a morno.	87
Tabela 5.3 - Dureza das amostras nas condições estado inicial, homogeneizada, laminada a quente, laminada a frio e laminada a morno.	101
Tabela 5.4 - Dureza das amostras laminadas a frio com subsequente recozimento no campo intercrítico.	102
Tabela 5.5 - Propriedades mecânicas obtidas a partir do ensaio de tração.	103
Tabela 6.1 - Teores de manganês na austenita das amostras recozida 600°C/30 min e laminada a morno estimados por EDS.	113
Tabela 6.2 - Parâmetros de rede e teores de carbono estimados.	114
Tabela 6.3 - Temperatura M_i estimada a partir da composição global da liga e a partir da concentração de carbono e manganês na austenita.	114
Tabela 6.4 - Dureza Vickers e fração volumétrica de austenita retida nas amostras laminada a morno e recozida 600°C/30 min.	117

LISTA DE SIGLAS E NOTAÇÕES

- AHSS - *advanced high strenght steel* (aços avançados de alta resistência)
- TRIP - *transformation induced plasticity* (plasticidade induzida pela transformação)
- EDS - espectrômetro de raios X por energia dispersiva
- TWIP - *twinning-induced plasticity* (plasticidade induzida por maclação)
- Mn - manganês
- DP - *dual phase steel* (aço bifásico)
- CP - *complex phase steel* (aço de fase complexa)
- HSLA - *high strenght low alloy* (alta resistência e baixa liga)
- BH - *bake hardening* (endurecíveis pela cura da pintura)
- C-Mn - aço carbono-manganês
- IF - *interstitial free* (livre de intersticiais)
- MPa - Mega Pascal
- LIP - *light induced plasticity* (aços leves com plasticidade induzida)
- Q&P - *quenching and partioning* (têmpera e particionamento)
- QPT- *quenching-partioning-tempering* (têmpera-particionamento-revenimento)
- ART - *austenite reverted transformation* (transformação reversa da austenita)
- α - ferrita
- γ - austenita
- C - carbono
- °C - temperatura em Celsius
- h - hora
- μm - micrômetro
- α' - martensita
- ε - martensita épsilon
- L - líquido
- δ - ferrita delta
- GPa% - produto da resistência à tração em Giga Pascal e do alongamento percentual
- Si - silício
- Al - alumínio
- A₁ - temperatura de início do campo intercrítico $\alpha+\gamma$

A_3 - temperatura final do campo intercrítico $\alpha+\gamma$
EFE - energia de falha de empilhamento
 M_i - temperatura de início da formação da martensita
 γ_R - austenita retida
 T_i - temperatura de início do campo intercrítico $\alpha+\gamma$
 T_f - temperatura final do campo intercrítico $\alpha+\gamma$
TG - tamanho de grão
LE - limite de escoamento
RT - limite de resistência à tração
 $A_t\%$ - alongamento total
 $A_u\%$ - alongamento uniforme
nm - nanômetro
min - minutos
DL - direção de laminação
FDOC - função de distribuição de orientação cristalográfica
DN - direção normal de laminação
cfc - cúbico de faces centradas
mJ - milijoule
Fibra α - fibra alfa
Fibra γ - fibra gama
fibra τ - fibra tau
fibra β - fibra beta
DT - direção transversal de laminação
ccc - cúbico de corpo centrado
CSL - *coincidence site lattice* (sítios de coincidência de rede)
MEV - microscopia eletrônica de varredura
DRX - difração de raios X
EBSD - *electron backscatter diffraction* (difração de elétrons retroespalhados)
MET - microscopia eletrônica de transmissão
 T_{amb} - temperatura ambiente
 ε - deformação convencional
 ε_v - deformação verdadeira

ρ - densidade superficial molar dos átomos no plano (111)

$\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ - energia livre da transformação da austenita para a martensita ε

$\sigma_{\varepsilon}^{\gamma}$ - energia superficial associada à interface entre as fases γ e martensita ε

X - porcentagem atômica

R - constante universal dos gases

T - temperatura absoluta

T_N^{ϕ} - temperatura de Néel

β^{ϕ} - momento magnético

μ_B - magneton de Bohr

N - constante de Avogadro

a_{γ} - parâmetro de rede da austenita

χ - fração molar

GBCD - *grain boundary character distribution* (distribuição característica de tamanho de grão)

HAGB - *high angle grain boundary* (contorno de grão de alto ângulo)

LAGB - *low angle grain boundary* (contorno de grão de baixo ângulo)

N - Newton

M_f - temperatura de fim da formação da martensita

mm - milímetro

n - expoente de encruamento

A_1 - alongamento do corpo de prova laminado a morno

A_2 - alongamento do corpo de prova recozido

K_1 - taxa de proporcionalidade do corpo de prova laminado a morno

K_2 - taxa de proporcionalidade do corpo de prova recozido

L_1 - comprimento útil do corpo de prova laminado a morno

L_2 - comprimento útil do corpo de prova recozido

S_1 - área da seção transversal do corpo de prova laminado a morno

S_2 - área da seção transversal do corpo de prova recozido

HV - dureza Vickers

σ_{γ}/σ_T - relação entre o limite de escoamento e o limite de resistência à tração

RESUMO

Os aços médio manganês são uma classe da terceira geração de aços avançados de alta resistência (AHSS) que combinam propriedades mecânicas como ductilidade, resistência mecânica e capacidade de absorção de impacto, características determinantes para aplicação na indústria automobilística. A rota de processamento convencional de fabricação envolve laminação a quente seguida de laminação a frio e recozimento intercrítico, resultando em uma microestrutura ultrafina com elevada fração de austenita retida com estabilidade adequada para que, durante a deformação, se transforme em martensita devido ao efeito TRIP. A laminação a morno surge como uma rota alternativa para a produção dessas ligas, sendo capaz de reduzir custos e tempo de operação ao aplicar apenas uma etapa de processamento. Dentro desse contexto, neste trabalho investigou-se a influência dos parâmetros de processamento termomecânico na microestrutura e nas propriedades mecânicas em um aço 0.08C-8Mn por essas duas rotas. Dentro da rota de processamento convencional, tempos e temperaturas de recozimento intercrítico distintos foram estudados, de forma a destacar a condição que exibisse o maior percentual de austenita retida dentre as estudadas. Em ambas as rotas foram realizadas análises de microscopia eletrônica de varredura, difração de elétrons retroespalhados, difração de raios X e ensaios de dureza para todas as condições estudadas. Para uma análise comparativa entre a condição de maior percentual de austenita retida após recozimento e a laminada a morno, foram realizadas análises por EDS, microscopia eletrônica de transmissão e ensaios de tração. Comparativamente, as duas condições apresentaram uma microestrutura ultrafina, com percentuais consideráveis de austenita retida. No entanto, uma fração ligeiramente maior, bem como uma morfologia mais heterogênea da austenita resultou do processo de laminação a morno, o que pode ser associado a uma maior taxa de encruamento. A análise da textura, em geral, indica a predominância de componentes característicos do material deformado, bem como contornos grão de alto ângulo, associados ao acúmulo de deslocamentos.

Palavras-chave: Aço médio manganês; Efeito TRIP; Austenita retida; Textura; Propriedades mecânicas.

ABSTRACT

Medium manganese steels are a third generation class of advanced high strength steels (AHSS) that combine mechanical properties such as ductility, mechanical strength and fracture toughness, determining characteristics for application in the automotive industry. The conventional processing route involves hot rolling followed by cold rolling and intercritical annealing, resulting in an ultrafine microstructure with a high-volume fraction of retained austenite with adequate stability so that during the deformation it becomes martensite due to the TRIP effect. Warm rolling appears as an alternative route to produce these alloys being able to reduce costs and operational time by applying only one processing step. In this context, the aim of this work is to investigate the influence of thermomechanical processing parameters on microstructure and mechanical properties in a 0.08C-8Mn steel by two distinct routes. In the conventional processing route different intercritical annealing times and temperatures were studied, to isolate the condition that exhibited the highest volume fraction of retained austenite among those studied. Scanning electron microscopy, backscattered electron diffraction, X-ray diffraction and hardness tests were carried out on both routes. For a comparative analysis between the condition of greater retained austenite volume fraction after annealing and warm rolling, analyzes were performed by EDS, transmission electron microscopy and tensile tests. Comparatively, the two conditions resulted in an ultrafine microstructure, with considerable volume fractions of retained austenite. However, a slightly larger fraction as well as a more heterogeneous austenite morphology, resulted from the warm rolling process, which may be associated with a higher hardening rate. The texture analysis, in general, indicates the predominance of the characteristic components of the deformed material, as well as the predominance of high angle grain boundaries, associated with the high dislocation density.

Keywords: Medium manganese steel; TRIP effect; Retained austenite; Texture; Mechanical properties.

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento contínuo dos aços avançados de alta resistência (*AHSS – advanced high strength steels*), que exibem uma combinação de propriedades interessantes para projetos de corpos automotivos, é impulsionado pela crescente demanda por reduzir o peso dos veículos, promover a economia de combustível e, conseqüentemente, diminuir a emissão de gases nocivos, bem como conferir uma maior segurança para os passageiros [1,2,3,4].

A primeira geração dos AHSS possui microestruturas nas quais a ferrita é geralmente acompanhada por outros constituintes como martensita, austenita e bainita. Tal categoria, representada pelos aços bifásicos, aços TRIP (*transformation induced plasticity - plasticidade induzida pela transformação*) e aços de fases complexas (*complex phase steels*), dentre outros, apresenta um aumento significativo da resistência mecânica quando comparada aos aços de alta resistência convencionais [5].

No entanto, a necessidade pelo desenvolvimento de aços que proporcionassem uma conformabilidade mais significativa, aliada a uma elevada resistência mecânica, ocasionou o surgimento da segunda geração dos AHSS, como exemplo os aços TWIP (*twinning-induced plasticity - plasticidade induzida pela maclação*) [5]. Apesar disso, segundo Gibbs [5], a estabilização da estrutura austenítica nessa classe de aços, exigindo teores elevados de elementos liga, restringe sua viabilidade industrial, limitando sua utilização na indústria de automóveis comerciais.

Nesse contexto, a terceira geração dos AHSS tem atraído atenção considerável devido à expectativa de apresentar uma combinação de ductilidade e resistência mecânica mais interessante que a primeira geração, ao passo que a um custo inferior quando comparados aos aços da segunda geração, aos quais ainda estão associadas algumas dificuldades relacionadas ao processamento. [2,3,6].

Um projeto de liga que tem recebido atenção são os aços médio manganês, cuja viabilidade, em termos de custo benefício, os torna alvo de estudos no intuito de atender

a demanda da indústria automobilística por aços avançados de alta resistência [7,8]. De maneira geral, exibem excelente ductilidade e elevada resistência mecânica, obtidas pelo aumento da plasticidade causada pela transformação da austenita retida metaestável em martensita durante a deformação plástica [4,5]. Tal fenômeno, denominado efeito TRIP, resulta em uma elevação significativa da conformabilidade e da capacidade de absorção de impacto do material [2,9].

Aços médio manganês assistidos pelo efeito TRIP, usualmente, são obtidos a partir do tratamento térmico de recozimento intercrítico realizado na faixa de temperatura da transformação reversa da ferrita ou da martensita para austenita, após a laminação a quente e/ou a frio [10]. Durante o processamento térmico no campo intercrítico ($\alpha+\gamma$), o enriquecimento de manganês e carbono na austenita, que é controlado pelos parâmetros de recozimento, aumenta sua estabilidade no resfriamento subsequente e durante a deformação [1,4,5,11].

Recentemente, a laminação a morno emergiu como uma rota de processamento alternativa para obter as propriedades almejadas dos aços médio Mn, oferecendo a vantagem de eliminar etapas do processo, atraindo um interesse crescente devido ao seu potencial para reduzir custos e tempos de produção [12]. Algumas pesquisas concluíram que a laminação intercrítica influencia no refinamento da microestrutura [13], além de favorecer a formação de uma elevada fração volumétrica de austenita no produto [14].

As pesquisas inerentes a esses materiais envolvem, dentre outros, análises da influência da composição química e condições de recozimento na microestrutura, particularmente no tamanho do grão e na fração de austenita retida, e nas propriedades mecânicas [10]. Neste trabalho, pretendeu-se investigar a influência na microestrutura, na textura cristalográfica e nas propriedades mecânicas de um aço médio manganês, dos parâmetros de duas rotas de processamento distintas: i) laminação a quente seguida de laminação a frio e recozimento intercrítico e ii) laminação a morno.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

- Investigar a influência dos parâmetros de processamento na microestrutura, na textura cristalográfica e nas propriedades mecânicas de um aço médio Mn (0,08%C-8%Mn) submetido a duas rotas de processamento: i) laminação a quente seguida de laminação a frio e recozimento intercrítico, e ii) laminação a morno.

2.2 Objetivos Específicos

- Investigar a microestrutura desenvolvida em todas as condições estudadas, por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura;
- Estimar a fração volumétrica de austenita retida e investigar sua estabilidade nas duas rotas de processamento aplicadas;
- Investigar a morfologia da microestrutura exibida pela condição recozida com o maior percentual de austenita retida e pelo laminado a morno por meio de microscopia eletrônica de transmissão;
- Analisar as propriedades mecânicas obtidas a partir do ensaio de tração, assim como estudar o comportamento no encruamento do material recozido que exibe o maior percentual de austenita retida e do laminado a morno;
- Correlacionar a morfologia da microestrutura desenvolvida, assim como a fração e estabilidade da austenita retida, com as propriedades mecânicas obtidas a partir do ensaio de tração;
- Analisar a evolução da textura do material recozido variando os parâmetros de tempo e temperatura de recozimento, e compará-la com a desenvolvida no material laminado a morno.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços Avançados de Alta Resistência

Os aços avançados de alta resistência (AHSS) são uma classe de ligas desenvolvidas visando atender a uma demanda da indústria automobilística por materiais com características específicas no que se refere à conformabilidade, resistência mecânica e energia de absorção de impacto [10]. De maneira geral, podem ser classificados em três categorias: primeira, segunda e terceira geração, cujas propriedades em termos de resistência à tração e alongamento total são exibidas na figura 3.1.

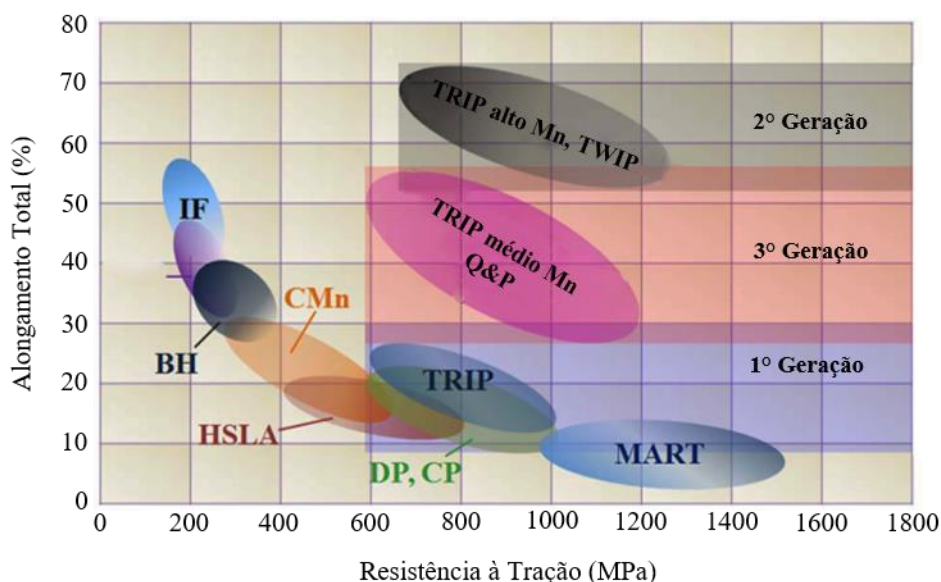


Figura 3.1 - Relação entre resistência à tração e alongamento total para os aços avançados de alta resistência [10].

A primeira geração de aços avançados de alta resistência inclui os aços bifásicos (*dual phase* - DP) e os de fases complexas (*complex phase* - CP) que exibem elevada resistência mecânica; as ligas que apresentam o efeito TRIP, proporcionando maior absorção de energia em eventuais colisões; e os aços martensíticos, no intuito de atender à necessidade de elevada resistência à tração para componentes críticos de segurança [8]. No gráfico são destacados ainda os aços de alta resistência e baixa liga (*high strength low alloy* - HSLA), aços endurecíveis pela cura da pintura (BH), aços carbono manganês (C-Mn) e aços livres de intersticiais (*interstitial free* - IF).

Em termos de propriedades mecânicas, a primeira geração de AHSS exibe valores de resistência à tração, em média, acima de 600 MPa e uma ductilidade abaixo de 20%, características que restringem a aplicação dessas ligas para componentes automobilísticos com complexidade de forma [10]. Cao et al. [15] ressaltam que uma vantagem dos AHSS da primeira geração reside no seu custo inferior quando comparados aos aços da segunda geração, no entanto, sua baixa relação entre resistência à tração e alongamento total não atende de maneira satisfatória aos requisitos das montadoras.

Para atender às exigências constantes de redução de peso dos veículos, do aumento da complexidade de partes estampadas e da diminuição da quantidade de componentes soldados, foi desenvolvida a segunda geração dos aços avançados de alta resistência [8]. Aços assistidos pelos efeitos TRIP e TWIP foram projetados, com elevados teores de manganês, exibindo valores acima de 700 MPa de resistência à tração, percentuais de alongamento total superiores a 50% e elevadas taxas de encruamento [16], além de aços leves com plasticidade induzida (*light induced plasticity* - LIP) e aços inoxidáveis austeníticos [8].

Os aços com efeito TWIP têm sido amplamente estudados devido à sua combinação superior de resistência e ductilidade, oriunda do efeito de Hall-Petch dinâmico, no qual a maclação diminui a mobilidade de deslocamentos dentro do grão, resultando em um efeito mecânico similar à diminuição de tamanho grão, causado pela maclação mecânica [17]. Contudo, essa classe de aços demonstrou efetiva dificuldade de processamento, elevado custo e significativa susceptibilidade à fragilização por hidrogênio, relacionados ao elevado teor de elementos de liga em sua composição, da ordem de 17% em peso [10,18,19,20,21,22], impondo restrições à sua aplicação comercial [16].

Alguns autores destacam que o alto teor de manganês pode provocar a redução da produtividade devido à diminuição da temperatura do aço durante o processo de fabricação, o que pode vir a causar o bloqueio do canal durante o lingotamento contínuo, trincas durante a laminação a quente e oxidação da superfície de chapas laminadas [16,17,22,23,24].

Finalmente, a terceira geração de aços avançados de alta resistência emerge com novas abordagens na produção de ligas, no intuito de obter aços de elevada resistência à tração aliada a uma excelente conformabilidade, com menores teores de elementos de liga e custos inferiores de fabricação [16,25]. Fostein [16] salienta que as combinações de propriedades esperadas para os AHSS da terceira geração envolvem, além da resistência à tração, um elevado limite de escoamento, por meio de uma adaptação das microestruturas das demais classes, com um percentual significativo de austenita metaestável [18]. Dentre os potenciais candidatos estão os aços produzidos por têmpera e particionamento (Q&P), os aços com bainita livre de carbonetos e os aços médio manganês [16].

Os AHSS da terceira geração ainda não são totalmente compreendidos em termos de seus mecanismos de aumento da plasticidade. Sabe-se que uma fração volumétrica considerável de austenita estável, bem como uma microestrutura ultrafina multifásica, levam a maiores taxas de encruamento, o que aumenta a resistência e a conformabilidade desses materiais [23,25,26,27,28].

Estudos de Matlock [29] descrevem que os aços de elevada resistência da terceira geração devem possuir uma microestrutura composta de martensita e austenita [16] para exibir as altas combinações das propriedades requeridas. A considerável conformabilidade exibida pelos aços médio manganês está relacionada com o fato desses serem assistidos pelo efeito TRIP. Portanto, diversas rotas de processamento têm sido desenvolvidas no intuito de elevar a estabilidade da austenita para obtenção de condições ótimas para a ocorrência do fenômeno nessas ligas [30].

Dentre as formas de introduzir austenita metaestável nos aços, estão os processos de recozimento intercrítico seguido de manutenção da temperatura na região de formação da bainita, aplicado aos aços TRIP, têmpera e particionamento (Q&P), têmpera-particionamento-revenimento (QPT) e a transformação reversa da austenita (ART - *austenite reverted transformation*) [31], com recozimento intercrítico na região $\alpha+\gamma$, uma das rotas de processamento abordadas neste estudo.

3.2 Aços Médio Manganês

Em 1972, Miller [32], com o objetivo de alcançar grãos ultrafinos, investigou um aço 0,1C-5Mn formado por uma microestrutura de 60 a 70% de ferrita poligonal e de 30 a 40% de austenita retida. O processamento envolveu laminação a frio, com percentuais de redução entre 60% e 85%, e recozimento intercrítico, com tempos de encharque mais longos (de 1h a 400h) e temperaturas entre 450°C e 650°C, obtendo-se tamanhos de grão da ordem de 0,3 a 1,1 μm , resistência à tração de 878 MPa e alongamento total de 34%.

Mervin [33,34,35], buscando demonstrar o potencial de aços manganês para obtenção de propriedades intermediárias entre os tradicionais aços TRIP e TWIP, alcançou valores de limite de resistência à tração de até 1100 MPa e alongamento total de 30%, em aços com teores de 0,1%C e 5 a 7% de manganês. Os resultados também mostraram percentuais de austenita retida entre 20 e 30%, que foram relacionados, assim como a estabilidade dessa fase, com os parâmetros de temperatura e de tempo do recozimento intercrítico, suficientes para assegurar um enriquecimento de manganês e carbono na austenita [36].

A obtenção de tais conjunções de propriedades evocou um grande interesse científico e industrial pela classe dos aços médio manganês, cujas pesquisas têm sido desenvolvidas no intuito de facilitar o processamento, compreender os métodos de controle de encruamento e explicar a natureza e a estabilidade do percentual significativo de austenita retida exibido por esses materiais [16,37].

Os aços médio manganês são ligas com teores de 5 a 12% de manganês que exibem microestruturas martensíticas após laminação a quente seguida de laminação a frio, mesmo em velocidades baixas de resfriamento [38] e, ferrita, martensita e austenita retida ultrafinas, obtidas por meio de recozimento intercrítico [16,39] na região bifásica $\alpha+\gamma$ [23,25,27,28], processo denominado transformação reversa da austenita (*ART annealing process*) [22]. Durante esse processamento, uma parte dos grãos inicialmente martensíticos ou ferríticos se transformam em austenita, e permanecem retidos na microestrutura à temperatura ambiente, posteriormente ao resfriamento [26,40].

A microestrutura exibida por esses aços oferece uma combinação desejável de propriedades que proporcionam excelente ductilidade e resistência devido ao efeito TRIP, ocasionado pela presença da austenita com estabilidade adequada na estrutura [25,26,27,28,40]. Na figura 3.2 são exibidos diagramas nos quais nota-se a possibilidade dos aços médio manganês exibirem, à temperatura ambiente, uma microestrutura totalmente ferrítica em condições de equilíbrio, e totalmente martensítica fora do equilíbrio.

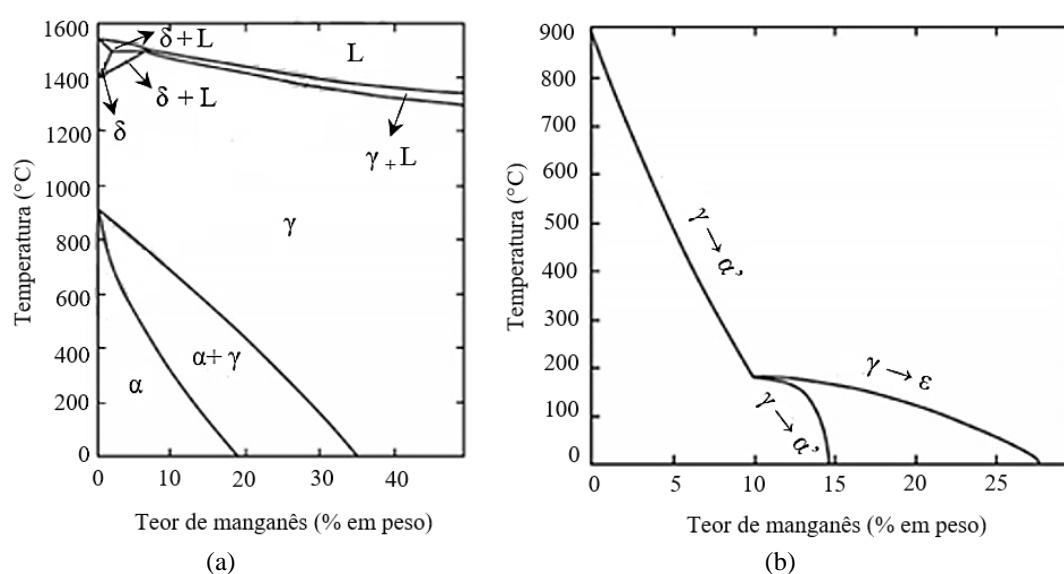


Figura 3.2 - Diagramas de fases Fe-Mn em (a) condições de equilíbrio e (b) fora do equilíbrio [10].

Dong et al. [41] desenvolveram um aço bifásico 5Mn no qual obtiveram um produto da resistência à tração pelo alongamento maior que 30 GPa% após um recozimento intercrítico de 4 a 6 h. Gibbs et al. [5] estudaram um aço 0.1C-7Mn com um limite de resistência de 1376 MPa e um alongamento total de 9%. Eles sugeriram que a austenita retida não era estável o suficiente para adiar a estrição com o aumento da deformação, devido à temperatura de recozimento intercrítico ter sido muito alta.

Aydin et al. [18] desenvolveram um aço 0,2C-10Mn-3Si-3Al, que também possuía uma microestrutura de duas fases (ferrita e austenita) e exibia o valor de limite de resistência acima de 900 MPa e alongamento total de 23%. Além disso, eles descobriram que a ductilidade e a resistência aumentaram quando uma fração maior de austenita retida se transformou em martensita durante a deformação em tração.

As propriedades mecânicas dos aços carbono médio manganês são aprimoradas por meio da formação de partículas de martensita duras e de deslocamentos ao redor das regiões recém-formadas de martensita, como consequência da expansão volumétrica durante a transformação de fases, dependendo da quantidade e do grau de estabilidade da austenita retida [42].

A transformação da austenita em martensita durante a deformação leva a uma taxa de encruamento elevada e um atraso no início da instabilidade, causando elevações simultâneas de resistência e ductilidade, melhorando a conformabilidade dessas ligas [43,37,44,45]. Na figura 3.3 são apresentados exemplos de curvas tensão *versus* deformação verdadeiras de um aço médio manganês comparado ao de um aço TWIP, destacando a diferença no teor de elementos de liga.

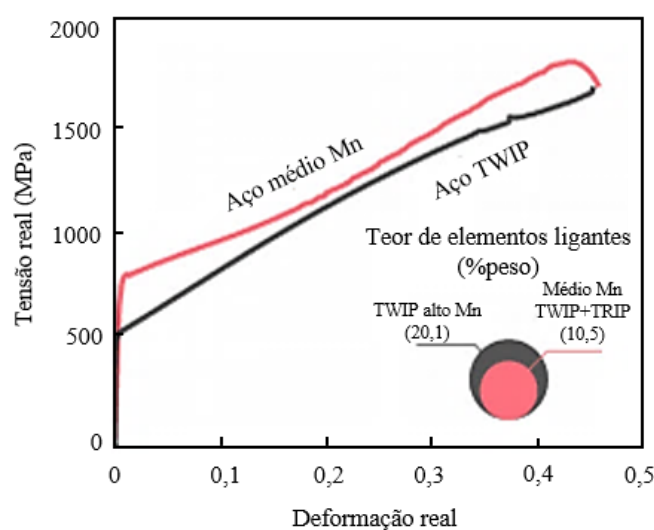


Figura 3.3 - Curvas tensão *versus* deformação verdadeiras de um aço médio manganês e de um aço TWIP 0,6C-18Mn-1,5Al [6].

Arlazarov et al. [38] reiteram que diferentes microestruturas podem ser geradas de acordo com o teor de elementos de liga, tais como Si e Al, e por meio da aplicação de tratamentos térmicos distintos, resultando em uma diversidade nos níveis de resistência à tração e ductilidade obtidos nesses materiais, definindo assim o seu comportamento mecânico. Desse modo, o projeto dos aços médio manganês baseia-se em controlar o comportamento da austenita retida no processo de deformação, determinando os parâmetros de tratamento térmico para a obtenção de quantidades e morfologias

adequadas dessa fase [18].

Nos tópicos a seguir serão discutidos os efeitos do processamento termomecânico, dos parâmetros de recozimento intercrítico (temperatura, tempo, taxa de aquecimento e taxa de resfriamento) e dos elementos de liga na microestrutura e nas propriedades mecânicas de aços médio manganês, além da influência na fração volumétrica e estabilidade da austenita retida.

3.2.1 Efeito dos parâmetros do recozimento intercrítico

O tratamento térmico de recozimento intercrítico, que compõe a maioria das rotas de processamento, cujo objetivo é a obtenção de estruturas multifásicas, envolve o aquecimento do material até uma temperatura no campo bifásico ($\alpha+\gamma$), entre A_1 e A_3 , e manutenção dessa temperatura no intuito de atingir a austenitização parcial [7]. Esse tratamento térmico, subsequente ao processo de laminação a frio de uma microestrutura martensítica, é considerado como um dos mais efetivos meios de formar uma estrutura com elevada fração de austenita retida e grãos ultrafinos [46,47].

A cinética de transformação de fases durante o recozimento intercrítico determina as frações das mesmas e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas do aço [7]. Sabe-se que as características microestruturais finais de aços médio Mn são fortemente afetadas pela temperatura e pelo tempo de tratamento de reversão da austenita e, portanto, grandes esforços tem sido feitos para otimizar os parâmetros desse processamento [10,28,48,49].

Os aços médio manganês são, em geral, submetidos a tratamentos de recozimento intercrítico no intuito de redistribuir o manganês e ajustar a quantidade, morfologia, e estabilidade da austenita retida após o resfriamento [7,24,45,50,51]. Um aspecto crítico do projeto da liga é o controle da estabilidade da austenita, de modo que sua transformação em martensita seja ajustada em função da temperatura, deformação e taxa de deformação para maximizar a combinação de propriedades de interesse.

A estabilidade da austenita depende do tamanho de grão [52,53,54,55,56,57] e morfologia

[53,58], orientação cristalográfica [52,57,58] bem como das restrições mecânicas impostas pelas fases vizinhas [59,60,61], mas o fator dominante é sua composição química, particularmente os teores de C e Mn [62,63,64,65].

Na figura 3.4 é exibida uma representação esquemática do processamento termomecânico de aços médio manganês acompanhado da evolução da estabilidade das fases em cada etapa, assim como a energia de falha de empilhamento (EFE) e a temperatura de início da transformação martensítica (M_i). A energia de falha de empilhamento da austenita à temperatura ambiente é controlada pela redistribuição do carbono e do manganês durante o tratamento intercrítico.

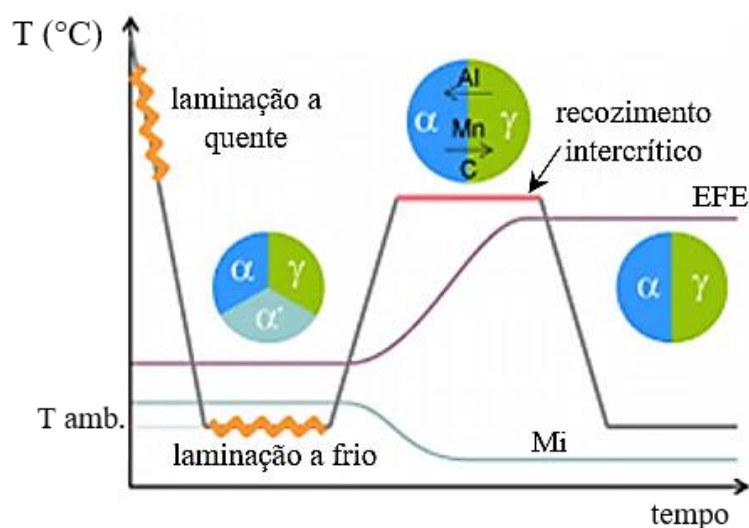


Figura 3.4 - Representação esquemática do tratamento termomecânico do aço médio manganês a evolução da estabilidade das fases [6].

Na figura 3.5 é mostrado um esquema das microestruturas desenvolvidas após o tratamento intercrítico, com a nucleação da austenita nos contornos das ripas de martensita e o enriquecimento de carbono e manganês na austenita, aumentando a estabilidade dessa fase e formando austenita retida no resfriamento [66]. Em referência ao tamanho de grão austenítico, grãos maiores, associados à elevação da temperatura, também estão relacionados com a diminuição da estabilidade dessa fase, visto que grãos mais finos melhoram a estabilidade mecânica da austenita e diminuem a temperatura de início da transformação martensítica durante o resfriamento [67,68].

No que se refere à morfologia, de acordo com Nakada et al. [69] e Lee e De Cooman [48] a austenita que se transforma reversamente da martensita possui uma microestrutura equiaxial quando a nucleação ocorre nos contornos de grão austeníticos anteriores e uma estrutura acicular quando a nucleação acontece nos contornos das ripas de martensita.

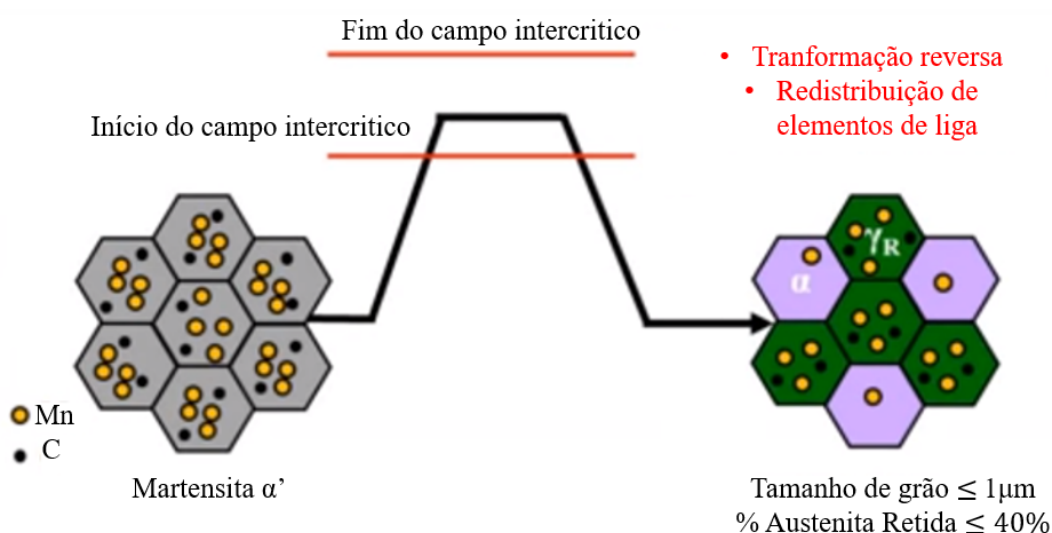


Figura 3.5 - Representação esquemática das transformações de fase que ocorrem no processamento térmico de recozimento intercrítico [70].

3.2.1.1 Temperatura de recozimento

Embora a elevação da temperatura resulte em um aumento da fração volumétrica da austenita, uma quantidade considerável de austenita se transforma em martensita no resfriamento, devido à baixa estabilidade oriunda da baixa concentração de elementos estabilizadores, como manganês e carbono, ocasionando o surgimento de uma fração relativamente baixa de austenita retida na estrutura à temperatura ambiente [10,71]. Em contrapartida, em temperaturas de recozimento intercrítico menores, a estabilidade da austenita é relativamente alta, mas sua fração volumétrica é pequena, reduzindo o percentual dessa fase após o resfriamento.

Dessa forma, para obter um balanço satisfatório entre a fração volumétrica e a estabilidade da austenita retida aplica-se uma temperatura intermediária, conforme representado esquematicamente na figura 3.6, na qual T_i e T_f são as temperaturas de início e fim do campo intercrítico, $T_{G\gamma}$ é o tamanho de grão austenítico, γ_R é a austenita retida,

α a ferrita e α' a martensita.

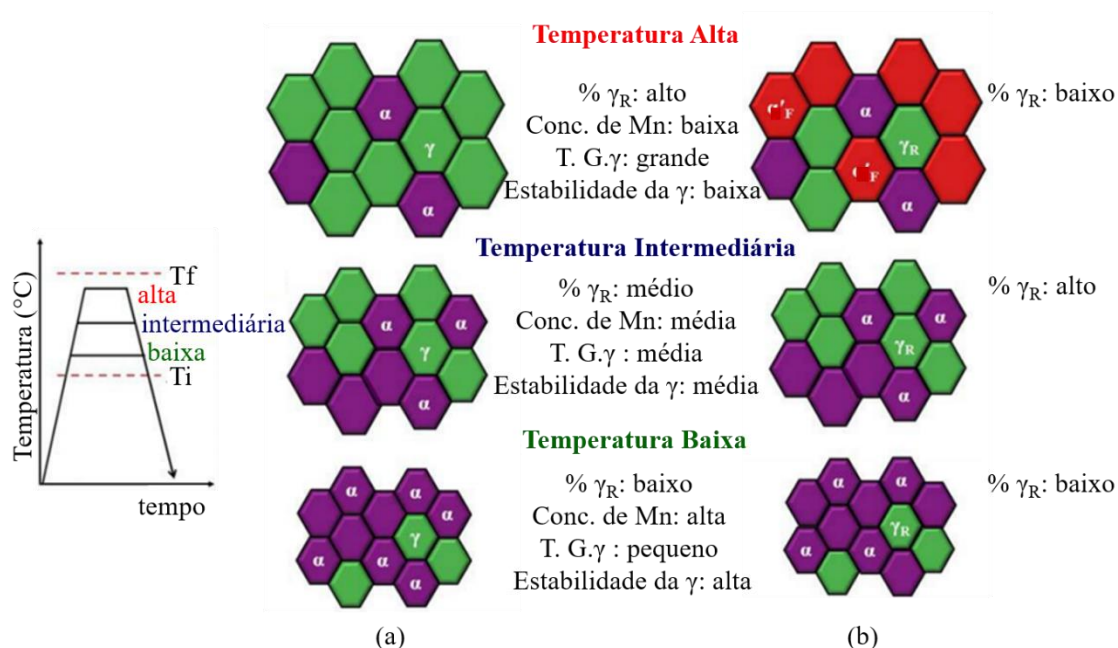


Figura 3.6 - Representação esquemática da evolução microestrutural em função da temperatura de recozimento intercrítico (a) durante o tratamento e (b) após o resfriamento [10].

Observa-se que em temperaturas próximas à de início do campo intercrítico, a fração volumétrica da austenita é pequena, ao passo que sua estabilidade é elevada. No entanto, uma elevada estabilidade não permite a transformação da austenita em martensita durante a deformação, ocasionando em um desempenho insuficiente de propriedades [63]. Em altas temperaturas nota-se que a maior parte da austenita formada durante o tratamento isotérmico é transformada imediatamente em martensita durante o resfriamento, evidenciando sua baixa estabilidade. Isso culmina em uma taxa de encruamento limitada durante a deformação [57]. Finalmente, em temperaturas intermediárias ocorre a formação de uma fração volumétrica considerável de austenita retida com boa estabilidade, adequada para o projeto de ligas médio Mn com efeito TRIP.

Na figura 3.7 são exibidos gráficos que relacionam a resistência à tração (RT), o limite de escoamento (LE) e o alongamento percentual ($A_t\%$ e $A_u\%$) de acordo com a temperatura de recozimento, por um tempo de 180 s e taxa de resfriamento de 10 °C/s, de um aço 0,16C-3,95Mn laminado a frio, estudado por Jun et al. [72]. O gráfico exhibe, ainda, o percentual de austenita retida ($\% \gamma_R$) obtido em cada temperatura quantificado por

difração de raios X. Observa-se que tanto o limite de resistência à tração e o limite de escoamento quanto os alongamentos percentual e uniforme apresentam considerável sensibilidade à temperatura de recozimento.

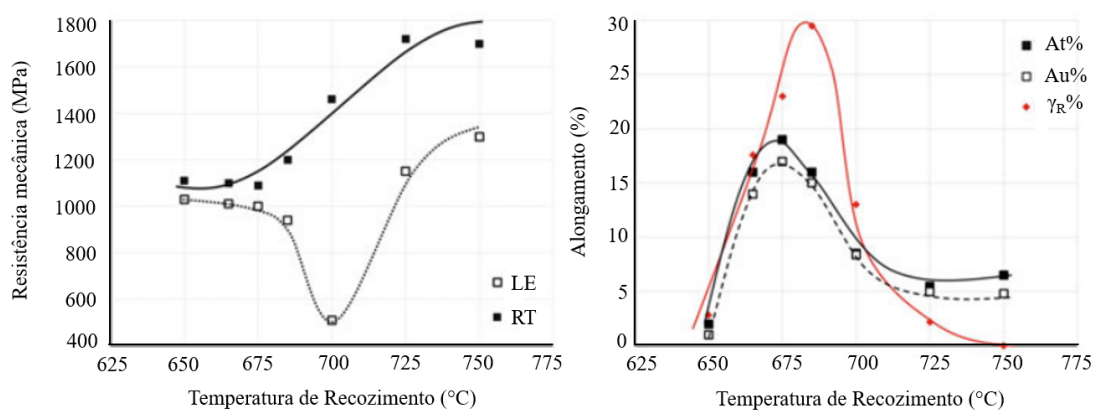


Figura 3.7 - Efeitos da temperatura de recozimento nas propriedades mecânicas de um aço médio manganês [72].

Os pontos de maior alongamento ocorrem a 675°C, enquanto que o pico de austenita retida acontece em uma temperatura mais elevada, próxima a 685°C. Acima de 675°C o alongamento total diminui, mesmo com o aumento do teor de austenita retida, o que permitiu aos autores supor que a ductilidade não depende unicamente do percentual de austenita retida, mas também, da sua estabilidade. Isso ocorre porque, sendo a austenita retida mais instável, ela se transforma em martensita nos estágios iniciais de deformação, ao passo que uma austenita retida muito estável não contribui para o efeito TRIP. Jun et al. [72] ainda observaram que o percentual de austenita retida diminuiu após a deformação plástica em corpos de prova submetidos à tração, evidenciando a ocorrência do efeito TRIP.

Lee e De Cooman [48] estimaram a temperatura ótima de tratamento intercrítico para a produção de um aço 0,3C-6Mn, a partir de previsões da quantidade de austenita retida após o resfriamento até a temperatura ambiente. Os autores basearam-se na composição química da austenita em cada temperatura de recozimento e seu tamanho de grão, assumindo a transformação parcial da martensita em austenita durante o aquecimento por nucleação e crescimento parcial controlado por difusão, enquanto a martensita restante forma ferrita recristalizada.

A existência de uma temperatura adequada para um valor máximo da quantidade de austenita retida foi evidenciada, e observaram-se comportamentos distintos em tração dependendo da estabilidade da austenita e das frações das fases presentes (Fig. 3.8). Em uma temperatura de 620°C (abaixo da ideal), a microestrutura é composta de ferrita de grão ultrafino e austenita altamente estável sem a ocorrência da transformação martensítica durante a deformação, ocasionando um encruamento limitado, menor resistência e ductilidade, devido a não ocorrência do efeito TRIP.

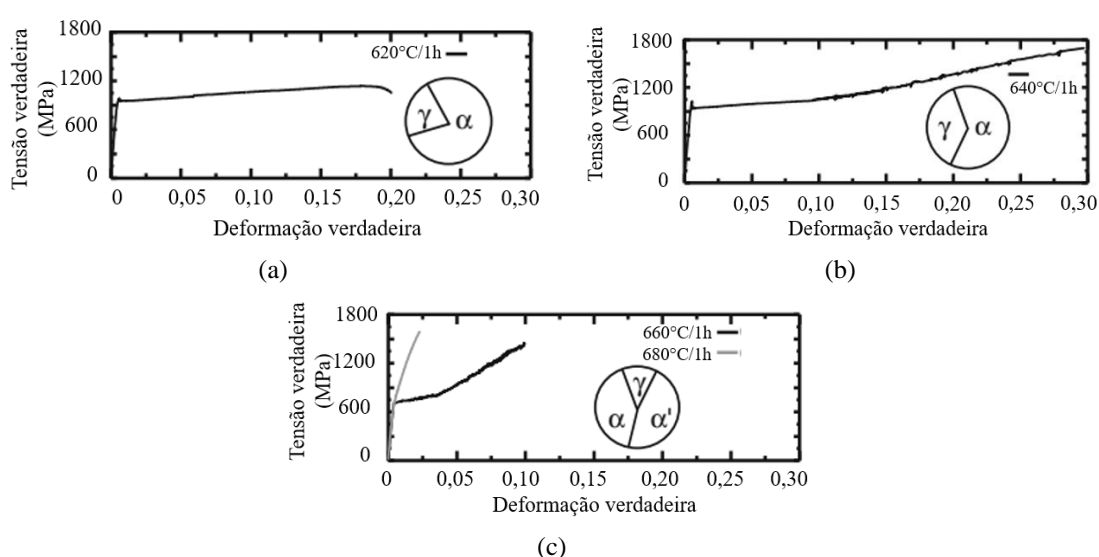


Figura 3.8 - Curvas tensão *versus* deformação verdadeiras para amostras do aço 0,3C-6Mn recozidos por 1 hora a (a) 620°C, (b) 640°C, (c) 660°C e 680°C [48].

Conforme a temperatura de recozimento se aproxima da temperatura adequada (640°C), na qual o teor de austenita retida é máximo, pequenas quantidades de martensita e maiores de austenita retida de estabilidade adequada são formadas, atingindo uma alta resistência e elevado alongamento devido ao efeito TRIP e taxas de encruamento elevadas. Os autores apontam que a estabilidade da austenita é o fator chave, sendo importante prevenir sua transformação em martensita em estágios iniciais de deformação.

Submetendo o material ao recozimento intercrítico em temperaturas acima de um valor ótimo (660°C e 680°C), a resistência à tração é elevada e a ductilidade limitada, o que se deve à significativa fração de martensita formada durante o resfriamento, como resultado da transformação da austenita com a temperatura de início da transformação acima da ambiente. Em 660°C, a taxa de encruamento é significativamente maior no início da

deformação quando comparada com a temperatura de 640°C, no entanto, exibe menor ductilidade pela maior parte da martensita ser formada nos estágios iniciais de deformação.

De forma similar, Gibbs et al. [5] estudaram o efeito da temperatura de recozimento em um aço 0,1C-7Mn laminado a frio e concluíram que a fração de austenita retida aumenta com a elevação da temperatura até um valor crítico e, posteriormente, o efeito se inverte, o que ocorre devido à transformação reversa da martensita (α') em austenita, ao particionamento dos elementos de liga e o crescimento de grão que ocorre durante o recozimento intercrítico. Na figura 3.9 é exibida a variação do volume de austenita retida na estrutura de acordo com a temperatura.

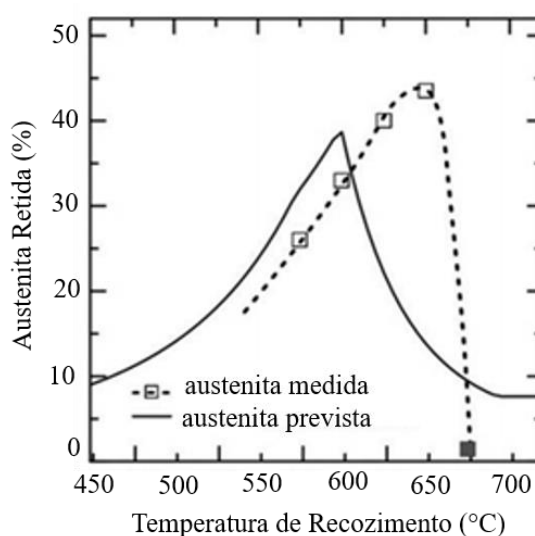


Figura 3.9 - Variação do volume de austenita retida com a temperatura de recozimento para um aço 0,1C-7Mn laminado a frio [5].

Lee et al. [47], estudando um aço 6,5Mn-0,05C-1,5Si submetido a recozimento intercrítico nas temperaturas de 640°C, 660°C e 680°C, observaram que a elevação da temperatura no tratamento intercrítico resultou em uma menor concentração de manganês na austenita retida, o que reflete a diminuição da estabilidade química da austenita com o aumento da temperaturas de recozimento.

3.2.1.2 Tempo de Recozimento

Os efeitos do tempo de recozimento na microestrutura e nas propriedades dos aços carbono manganês são semelhantes aos da temperatura [10]. A fração de austenita retida, por sua vez, tem um pico com a elevação do tempo de recozimento e, posteriormente, sofre uma diminuição conforme o tempo é decorrido. Na figura 3.10 são mostrados gráficos da mudança da fração de austenita retida e das variações das propriedades mecânicas e do percentual de martensita obtida por tração, em função do tempo de recozimento para um aço 0,12C-6Mn-5Si-3,1Al laminado a frio e recozido em temperaturas distintas por Jang et al. [73].

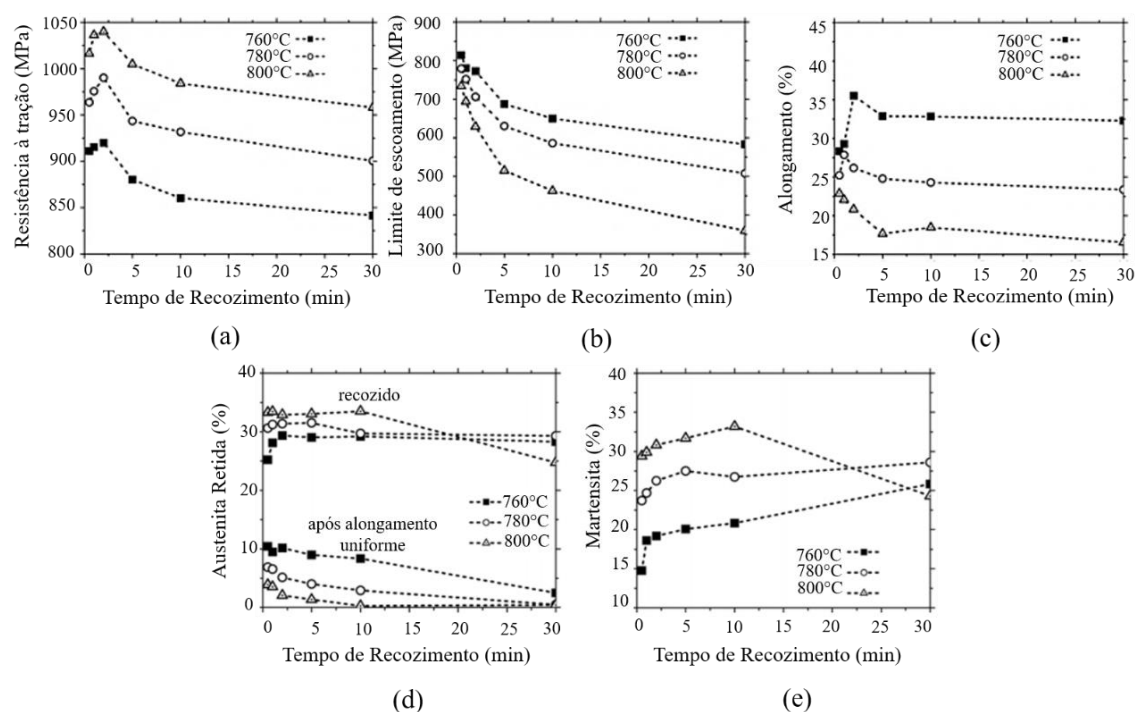


Figura 3.10 - Propriedades mecânicas (a-c), fração volumétrica de austenita retida (d) com o tempo de recozimento e mudanças na fração de martensita induzida pela deformação (e) após o ensaio de tração em um aço médio-Mn recozido [73].

A variação do percentual de austenita retida está relacionada com o equilíbrio entre a fração volumétrica e a estabilidade da austenita formada durante o recozimento intercrítico. Ao aumentar o tempo de tratamento, a fração volumétrica de austenita se eleva, tornando-se saturada em uma fração de equilíbrio a uma dada temperatura [10]. As concentrações de manganês e de carbono na austenita também aumentam e, posteriormente, saturam, indicando o aumento da estabilidade da austenita seguido de sua manutenção. No entanto, o constante aumento do tempo de recozimento diminui a

estabilidade da austenita, que se transforma em martensita no resfriamento subsequente. Além disso, o aumento do tamanho de grão com o tempo de recozimento acarreta, também, a redução da estabilidade mecânica da austenita.

Nota-se que ocorre um aumento da resistência à tração e do alongamento nos tempos de tratamento menores, atingindo um valor máximo e, posteriormente, diminuindo. Os autores ressaltam que isso ocorre devido ao balanço entre a redução no limite de escoamento e do aumento da fração de martensita transformada (Fig. 3.10b e e). Portanto, mesmo que o limite de escoamento apresente uma redução, o limite de resistência se eleva devido ao grande aumento da fração de martensita transformada, entre 0,5 e 2 min, que é um indicativo de um efeito TRIP mais efetivo durante o ensaio de tração.

Han et al. [74] analisaram o efeito do tempo de recozimento na microestrutura e na deformação de um aço 10Mn-5Al com efeito TRIP e observaram, conforme exibido na figura 3.11, um aumento significativo do tamanho de grão e da fração recristalizada variando o tempo de recozimento de 3 min para 12 h.

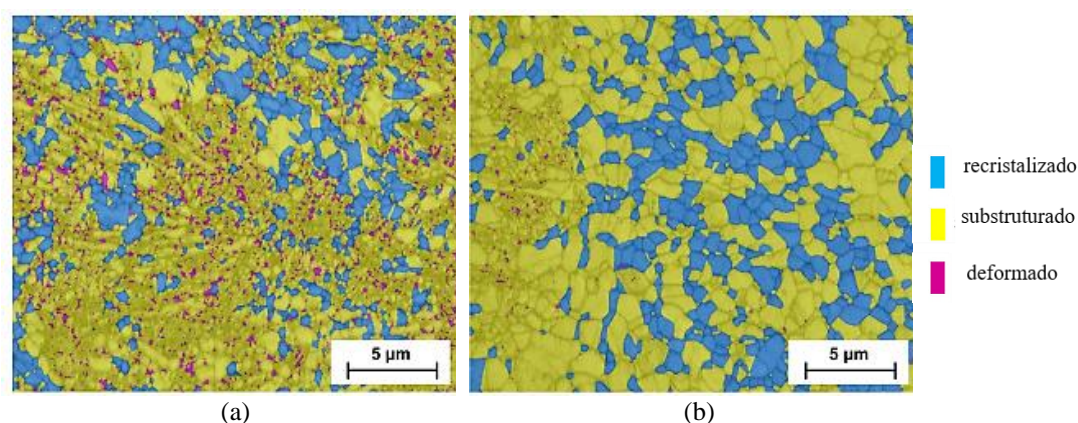


Figura 3.11 - Mapas de EBSD das microestruturas recristalizada, substruturada e deformada em (a) 3 min e (b) 12 h [74].

A microestrutura deformada praticamente não está presente após o tempo de 12 h. No entanto há uma fração remanescente considerável da microestrutura substruturada devido à austenita reversa formada no aquecimento intercrítico herdar uma elevada densidade de deslocações da martensita encruada e a uma taxa de difusão lenta do manganês.

Cai et al. [42] estudaram a influência do tamanho de grão e da concentração de manganês na estabilidade da austenita de um aço 0,18C-11Mn-3,8Al laminado a frio e observaram que o aumento do tamanho de grão com o tempo de recozimento diminui a estabilidade da austenita ao passo que ocorre uma redistribuição do manganês para esta fase (Fig. 3.12).

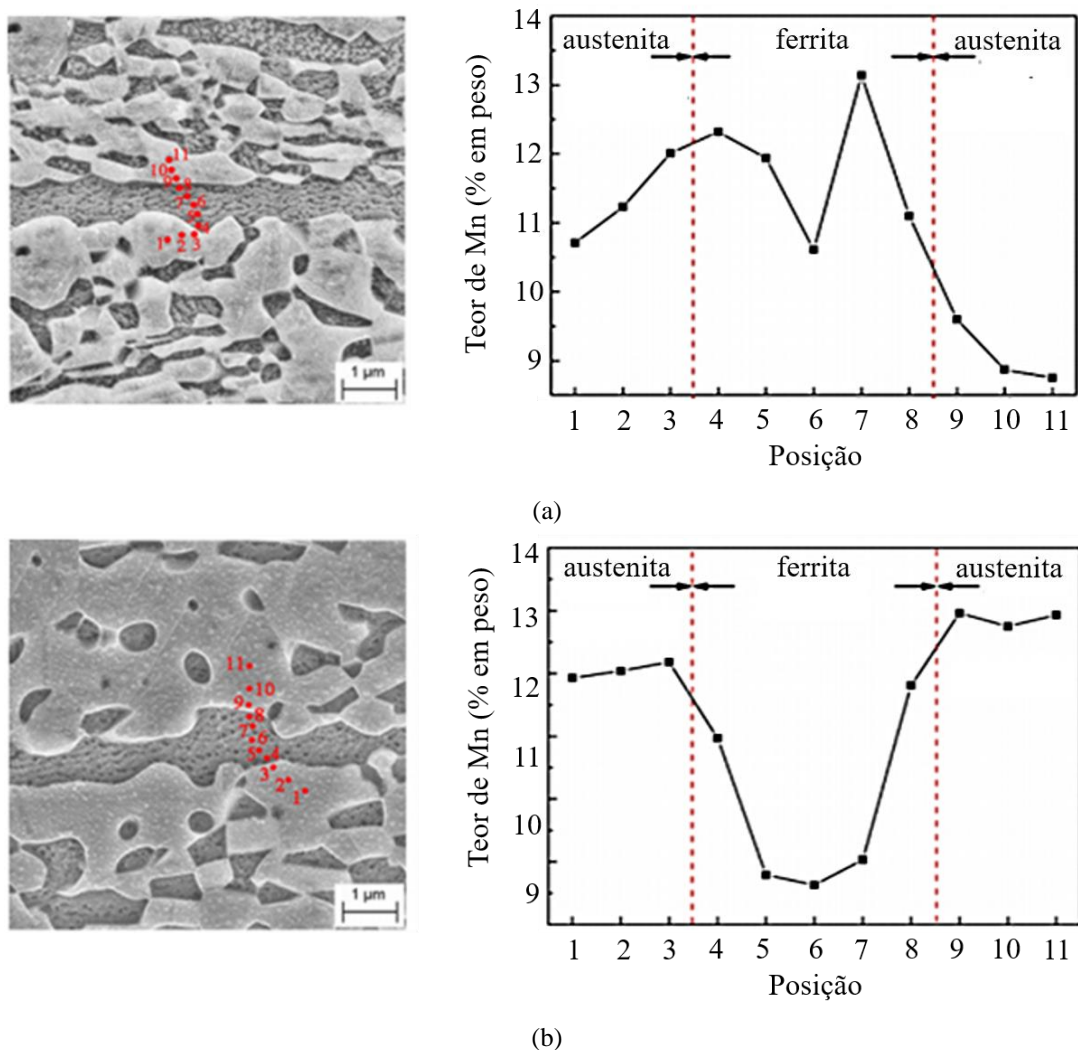


Figura 3.12 - Análises de MEV/EDS mostrando a evidência do enriquecimento de Mn na austenita em amostras recozidas a 750°C por (a) 3 min e (b) 10 min [42].

3.2.1.3 Taxas de aquecimento e de resfriamento

Han e Lee [75] ao estudarem aços médio manganês, com teores de 5 a 9%, com taxas de aquecimento distintas, observaram que em uma taxa menor que 15 °Cs⁻¹ a cementita

precipita ao longo dos contornos de grão, onde a austenita começa a se formar, ocorrendo uma transformação reversa difusional de martensita (α') para austenita (γ), que possui uma elevada estabilidade devido ao seu enriquecimento de solutos. Esta austenita apresenta grãos finos globulares, de diâmetro médio entre 200 e 250 nm com uma baixa densidade de deslocamentos.

Por outro lado, quando o aquecimento se dá em uma taxa maior que $15\text{ }^{\circ}\text{Cs}^{-1}$, acontece uma transformação reversa adifusional, sem a precipitação de cementita, seguida de uma menor estabilidade da austenita. Os grãos de austenita apresenta formato de ripas, medindo de 200 a 300 nm de largura e 400 a 700 nm de comprimento, com uma elevada densidade de deslocamentos. A concentração de solutos na austenita, por sua vez, é próxima à da matriz (α'), evidenciando que a austenita de formato globular, ao menos na fase inicial de transformação, exibe uma maior estabilidade que aquela na forma de ripas, o que se deve tanto à concentração de manganês quanto à sua estrutura mais refinada [75].

Furukawa et al. [76] constataram que no resfriamento rápido de um aço 5Mn-0,3C, após o recozimento intercrítico, a fração volumétrica da austenita retida aumenta devido à supressão da precipitação da cementita, aumentando o alongamento total e a resistência à tração.

Aydin et al. [18] estudaram o efeito da velocidade de resfriamento em um aço 10Mn-0,2C-3,17Si-3,19Al e demonstraram que o aumento da taxa de resfriamento resultou em maiores valores para o limite de resistência à tração (868 MPa) e alongamento total (31%), além de uma maior fração volumétrica de austenita retida (53%), o que evidencia, diferentemente do observado por Han e Lee [75], uma maior estabilidade da austenita retida em uma velocidade de resfriamento maior. Para os aços médio manganês, a microestrutura totalmente martensítica é comumente obtida, mesmo com uma taxa de resfriamento muito baixa [38].

3.2.2 Efeito do processamento termomecânico

Uma ampla gama de propriedades mecânicas pode ser obtida em aços médio Mn ajustando seu tratamento termomecânico. A fim de alcançar propriedades específicas, é imperativo entender os mecanismos de deformação que determinam os parâmetros ótimos de processamento termomecânico [77] que, juntamente com a microestrutura resultante, podem afetar a formação de austenita, sua morfologia, a estabilidade da austenita retida, e as propriedades mecânicas finais do aço [16,25].

De maneira geral, os aços médio manganês, em sua microestrutura, exibem somente martensita após processamento por laminação a quente e a frio e, ao serem submetidos a recozimento no campo intercrítico, exibem austenita retida em sua estrutura [39]. Em uma abordagem distinta, a microestrutura do aço médio manganês pode ser refinada de maneira significativa por meio do trabalho a morno, na região intercrítica, assim como parte da austenita pode ser retida após a laminação, tornando-se uma rota alternativa de processamento termomecânico a essa classe de aços [40].

3.2.2.1 Laminação a quente e a frio

Han et al. [39] compararam as microestruturas desenvolvidas em um aço 0,05C-9Mn, recozido a 620°C por 10 min, previamente submetido a laminação a quente e a frio. A amostra laminada a quente (Fig.3.13a), inicialmente martensítica, exibiu após o recozimento uma microestrutura bifásica de austenita retida e ferrita na forma de ripas alongadas. Os autores destacaram a ferrita possuía uma elevada densidade de deslocações e baixa concentração de manganês, ao passo que a austenita apresentava baixa densidade de deslocações e elevada concentração de manganês.

O mesmo aço, com microestrutura inicialmente martensítica após ser laminado a frio (Fig.3.13b), revelou-se com uma microestrutura composta por ferrita e austenita de formato globular após o tratamento intercrítico. Por sua vez, os grãos de ferrita exibiam baixa densidade de deslocações, mantendo pequenas concentrações de manganês enquanto que, na austenita, obtiveram-se elevadas concentrações de manganês e carbono, conservando a baixa densidade de deslocações.

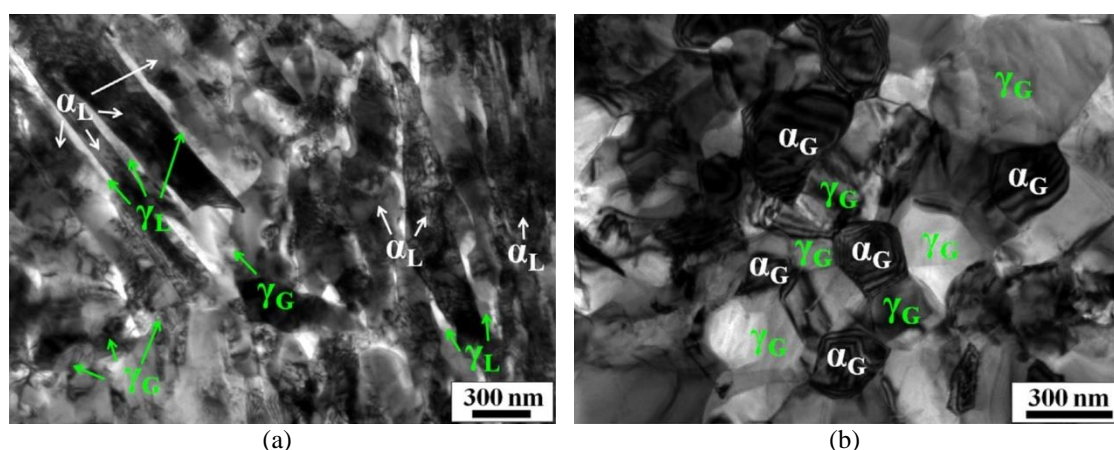


Figura 3.13 - Microscopia eletrônica de transmissão do aço 0,05C-9Mn recozido a 620°C por 600 s após (a) laminação a quente e (b) laminação a frio. α_G - ferrita globular; α_L - ferrita em ripa; γ_G - austenita globular e γ_L - austenita em ripas [39].

Os autores concluíram que uma morfologia globular provavelmente apresenta maior estabilidade do que o formato de ripas e que material laminado a quente exibiu menores limites de escoamento e de resistência à tração e, por outro lado, maior alongamento total em comparação com o laminado a frio [39]. Lee e De Cooman [48] observaram uma morfologia final após recozimento intercrítico similar ao trabalho de Han et al. [39], com um arranjo da morfologia lamelar a partir do laminado a quente, ou equiaxial, a partir do laminado a frio.

Ao analisar o percentual de austenita retida para as duas condições, verificou-se uma fração volumétrica de 37% para a amostra laminada a frio e 30% para a amostra laminada a quente, ambas após recozimento intercrítico. Em relação à concentração de manganês, foi observado que o particionamento desse ligante ocorreu mais ativamente na condição laminada a frio, devido à difusão acelerada de átomos de manganês assistidos por deslocamentos, contornos de grão alongados e lacunas [10].

Arlazarov et al. [38] avaliaram as propriedades mecânicas após o recozimento de um aço 0,1C-4,6Mn com duas microestruturas iniciais diferentes: bainita e martensita, obtida após a laminação a quente seguida de laminação a frio, e martensita após tempera. Os autores obtiveram diferentes frações de austenita e quantidades de recristalização da ferrita de acordo com a temperatura e o tempo de recozimento, conforme exibido na figura 3.14.

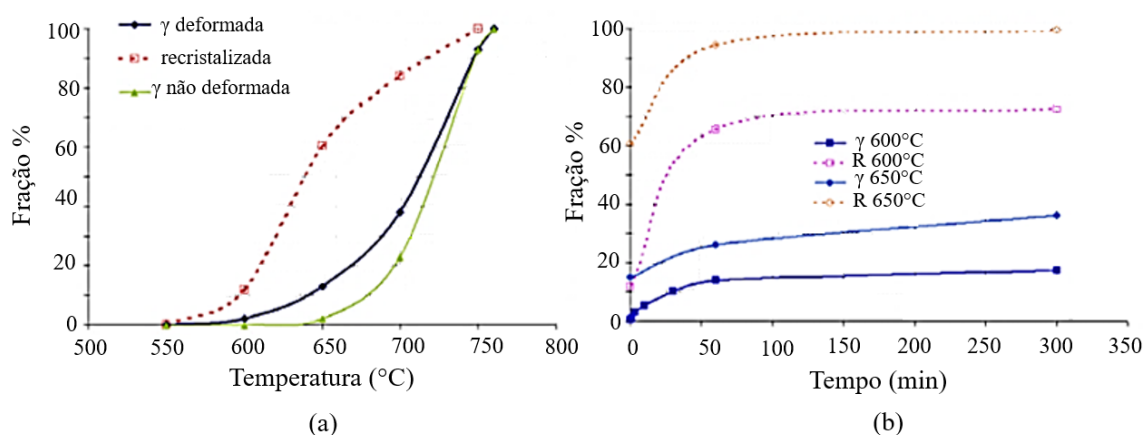


Figura 3.14 - Evolução da recrystalização e fração de austenita com (a) temperatura e (b) tempo de recozimento [38].

Observou-se que, entre 650°C e 750°C, a recrystalização é prejudicada pela transformação de fase, o que evidencia uma correlação entre os dois fenômenos durante o tratamento intercrítico. Dessa forma, é necessário aplicar uma temperatura que balanceie uma maior fração recrystalizada com um maior volume de austenita retida.

A deformação a frio preliminar acelerou a formação da austenita durante o aquecimento e influenciou fortemente a sua morfologia, de modo que a microestrutura resultante se tornou plenamente poligonal. Já a martensita não deformada se transformou em austenita no recozimento, cuja morfologia é tanto do tipo ripa quanto poligonal, dependendo do mecanismo de transformação dominante: nucleação da austenita tipo ripa ao longo das martensita inicial, ou nucleação da austenita poligonal nos contornos de alto ângulo da austenita formada anteriormente durante a primeira austenitização completa [16].

A figura 3.15 ilustra as microestruturas desenvolvidas em um aço 0,16C-6,7Mn-1Si-1,48Al, laminado a quente e submetido a tratamento intercrítico a 550°C, estudado por Jun et al. [78]. A microestrutura da liga laminada a quente consiste em martensita na forma de ripas e bainita. Após o recozimento intercrítico a 550°C, a estrutura exibida é de martensita revenida, no entanto, a morfologia de ripas é mantida e a cementita é precipitada na martensita, no interior e interfaces das ripas.

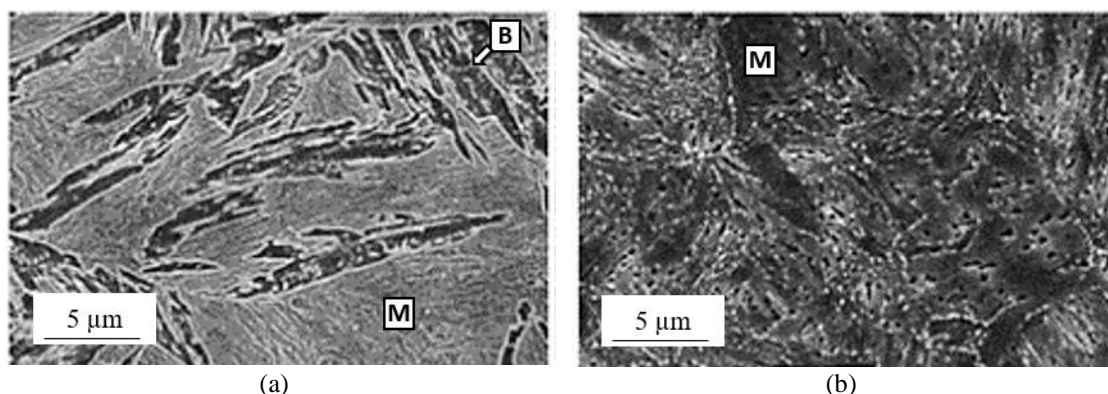


Figura 3.15 - Microestrutura de um aço 6,7Mn (a) laminado a quente e (b) após recozimento intercrítico a 550°C [78].

Lee e De Cooman [79] estudaram um aço 0,3C-10Mn-3Al-2Si e observaram o efeito do processamento termomecânico na microestrutura do material conforme mostrado na figura 3.16. Os autores observaram que a microestrutura do aço submetido a laminação a quente consistiu em martensita (76%) e austenita retida (24%) (Fig. 3.16a) e apontaram que o baixo teor de carbono e manganês na austenita laminada a quente resultou na formação de martensita atérmica com uma temperatura de início da transformação em torno de 84°C. Durante a laminação a frio, a austenita retida se transforma em martensita devido ao efeito TRIP, obtendo-se uma microestrutura praticamente totalmente martensítica (95%) (Fig. 3.16d) [79].

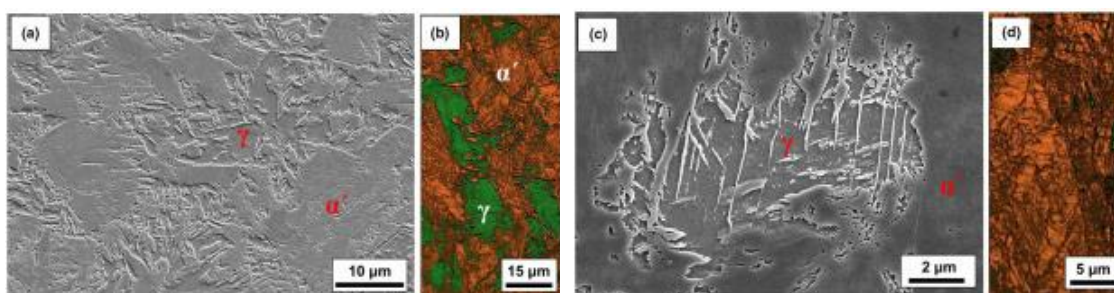


Figura 3.16 - Microscopia eletrônica de varredura e mapas de fase obtidos por EBSD da microestrutura de um aço 0,3C-10Mn-3Al-2Si. (a e b) laminado a quente, (c e d) laminado a frio [79].

O material após a laminação a frio, foi submetido a tratamentos térmicos intercríticos a 700°C, 750°C e 800°C durante 10 min. A 700°C a microestrutura possui grãos de austenita nucleados na martensita recristalizada enquanto que a 750°C ocorre a dissolução da cementita e o aumento da fração volumétrica da austenita. A 800°C, o material exibiu uma microestrutura de grão ultrafino, livre de carbonetos com frações de volume de 58% de austenita retida e 42% de ferrita (Fig. 3.17) [79].

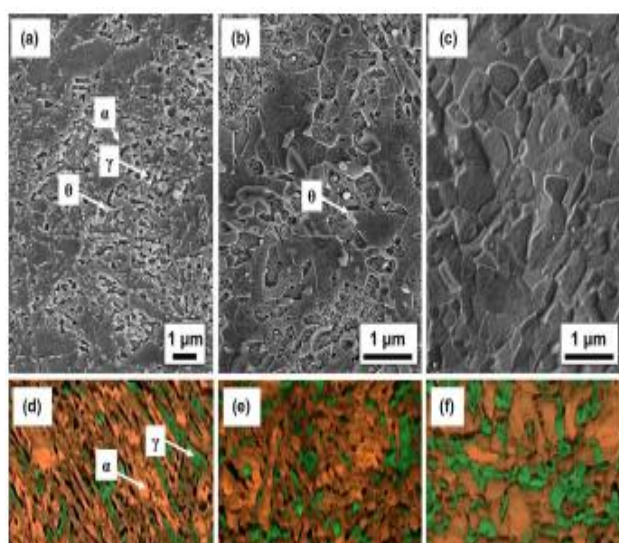


Figura 3.17 - Microscopia eletrônica de varredura e mapas de fase obtidos por EBSD da microestrutura de um aço 0,3C-10Mn-3Al-2Si após recozimento intercrítico a (a e d) 700°C, (b e e) 750°C e (c e f) 800°C por 10 min [79].

Os autores investigaram ainda a formação da microestrutura do material laminado a frio por dilatometria (Fig. 3.18) e observaram que a dilatação aumenta proporcionalmente com a temperatura até aproximadamente 420°C, exibindo um primeiro valor mínimo no intervalo de 420°C a 550°C e um pico a 638°C, voltando a aumentar com a temperatura a partir de 695°C.

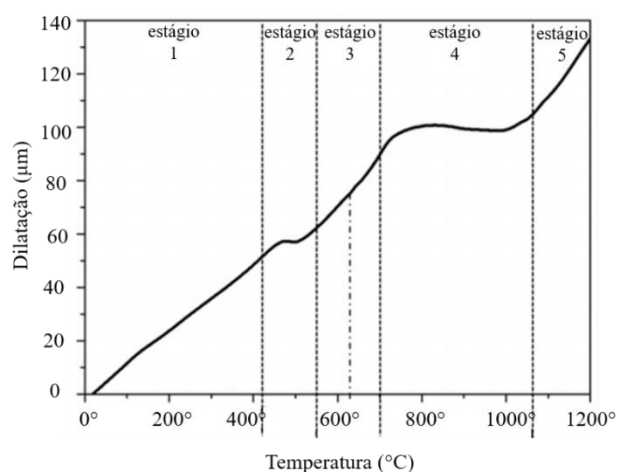


Figura 3.18 - Curva de dilatometria do aço 0,3C-10Mn-3Al-2Si laminado a frio [79].

Na faixa entre 695°C e 1063°C ocorre um segundo mínimo da curva de dilatação e acima de 1063°C a dilatação aumenta linearmente em relação à temperatura, exibindo neste estágio microestrutura totalmente austenítica. A dilatação é influenciada pela expansão

térmica, pela transição ferromagnética-paramagnética, pelas reações de precipitação-dissolução e transformações de fase [79].

3.2.2.2 Laminação a morno

Em comparação com as técnicas de laminação a quente convencionais, a laminação a morno, geralmente entre 500°C e 800°C, faixa que varia de acordo com a composição química do material, oferece economias consideráveis, em termos tempo de operação e de custo, devido à menor temperatura de aquecimento e diminuição do desgaste dos cilindros de laminação, devido a uma menor carga aplicada, além de menores perdas por oxidação quando comparada à laminação a quente [12].

Acrescenta-se que a laminação intercrítica pode vir a conferir uma resistência mecânica mais elevada em relação à laminação a quente em aços baixo carbono e apresentar uma microestrutura uniforme e de grãos finos sob condições de laminação adequadas [80]. Quando comparada com uma estrutura de granulação grosseira, a estrutura ultrafina formada por laminação a morno em aços baixo carbono ocasiona tensões de escoamento elevadas e menor temperatura de transição dúctil frágil [80].

Brzuszek et al. [13] estudaram a laminação a morno em um aço baixo carbono e manganês e obtiveram tamanhos de grão menores que 1,2 μm . Santos et al. [14] reportaram que a laminação intercrítica de um aço 0,16C-1,39Mn resultou em uma combinação de propriedades mecânicas (limite de escoamento e de resistência à tração) interessantes para essa classe de ligas, exibindo uma melhoria de 20% em comparação com o aço laminado a quente. Além disso, observou-se a retenção de austenita na estrutura após o resfriamento.

Zhan et al. [40] estudaram a laminação intercrítica de um aço 0,1C-5Mn a 650°C, com 80% de redução, e observaram uma microestrutura ultrafina arranjada na forma de ripas devido à baixa temperatura. Os autores atribuem a elevada resistência à tração obtida (1250 MPa) ao grão ultrafino e à alta densidade de deslocações, e o aumento da ductilidade, ao efeito TRIP decorrente de uma fração volumétrica de austenita retida de

24%. Portanto, a laminação intercrítica pode vir a ser considerada uma rota alternativa viável de processamento de aços médio manganês, produzindo estruturas com grãos ultrafinos e com teores significativos de austenita retida.

De maneira geral, as pesquisas concluíram que a laminação intercrítica causa um refinamento da microestrutura [13], bem como uma grande fração de austenita no produto [14]. Outros trabalhos investigaram o processo de laminação a morno seguido de recozimento intercrítico para aços de médio Mn [40,81], no entanto, as propriedades desses aços fabricados a partir de laminação a morno sem nenhum pós-tratamento ainda não foram totalmente investigadas. Uma revisão de Ma [22], que relacionou o alongamento total e a resistência à tração dos aços médio Mn resultantes de diferentes rotas de processamento, mostrou que a maioria dos processos utilizava longos tempos de recozimento.

Diferente do processo de fabricação convencional a partir de laminação a quente ou a frio, a laminação a morno tem sido empregada recentemente na fabricação de aços médio Mn, demonstrando seu grande potencial para atingir uma excelente combinação de resistência e ductilidade [13,14,82].

3.2.3 Efeito dos elementos de liga

Furukawa et al. [76] estudaram a influência do teor de carbono nas propriedades mecânicas de um aço com 5% de Mn com efeito TRIP, recozido intercriticamente e resfriado em água e notaram que o aumento da concentração de carbono resultou em uma elevação da fração de austenita retida, por este ser um elemento estabilizador dessa fase.

Em amostras submetidas a resfriamento no forno, observou-se que para até 0,3% de carbono, há uma elevação no teor de austenita retida, no entanto, a partir desse valor ocorre uma redução da fração volumétrica dessa fase devido à precipitação de cementita, conforme exibido na figura 3.19a. Nota-se que, de maneira geral, o aumento do teor de carbono resultou em uma elevação dos limites de resistência à tração (LR) e de

escoamento (LE) e uma redução no alongamento percentual a partir de 0,1% (Fig. 3.19 b e c).

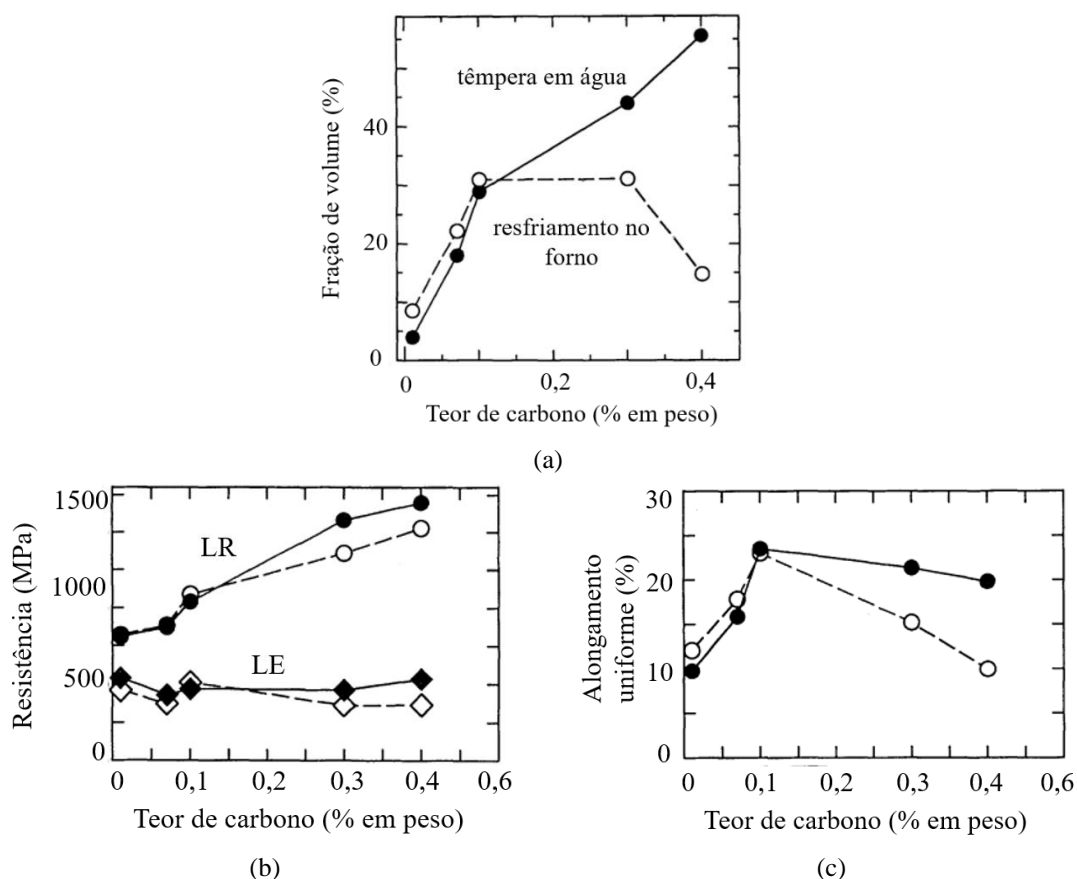


Figura 3.19 - Mudanças (a) na fração volumétrica de austenita retida e (b) nas propriedades mecânicas com a concentração de carbono em um aço 5Mn laminado a quente e recozido por 3 h em diferentes temperaturas entre 625°C e 675°C, resfriado no forno e na água [76].

Na figura 3.20 são exibidos gráficos que relacionam o percentual de austenita retida com a temperatura, como também curvas tensão *versus* deformação convencionais para aços com diferentes teores de manganês estudados por Hong et al. [83]. Observa-se que há uma elevação do limite de escoamento com o aumento do teor de manganês, em função de uma temperatura inicial do campo intercrítico menor, originando grãos mais refinados. O limite de resistência à tração e o alongamento também aumentaram devido à maior fração volumétrica de austenita retida presente nas ligas com maior teor de manganês.

Por outro lado, o aumento do percentual de manganês diminui a temperatura A_{c3} , caracterizando temperaturas de recozimento mais baixas no campo intercrítico, quando a competição entre a formação da austenita e a recristalização da ferrita se torna mais

pronunciada, ocasionando em uma janela de processamento muito estreita [16]. Tal característica é ressaltada por Fostein [16] relacionando-a como um dos maiores problemas de fabricação de aços médio manganês.

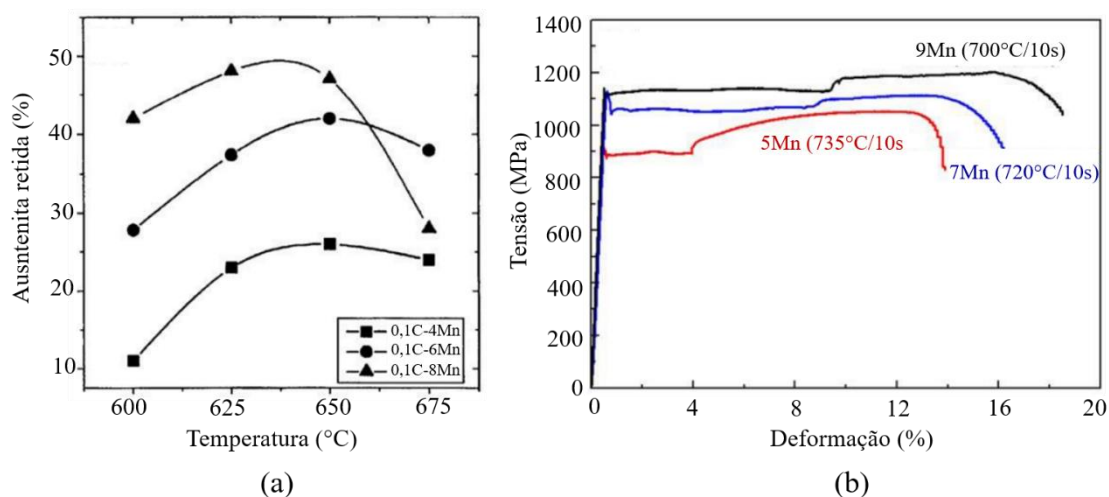


Figura 3.20 - Efeito do teor de manganês no percentual de austenita retida e nas propriedades mecânicas de aços médio manganês [83].

Nas ligas em que o teor de Mn supera 4%, as temperaturas do campo intercrítico são reduzidas, entre 670°C e 700°C, diferente daquelas aplicadas no processamento de aços comerciais em linhas de recozimento contínuo ou de galvanização a quente, o que pode vir a causar problemas adicionais de transição. Dessa forma, a adição de elementos de liga pode refletir em uma alteração da faixa de temperatura de recozimento e possibilitar alcançar uma determinada combinação de propriedades por meio da alteração das proporções das fases na microestrutura [16].

A adição de alumínio e silício aos aços médio manganês possibilitam a expansão da janela de processamento, atuando no alargamento da faixa de temperatura da região intercrítica, por outro, lado aumentam a complexidade no tratamento termomecânico. Além disso, tais elementos de liga suprimem a precipitação de cementita e ajustam a energia de falha de empilhamento da austenita retida [2]. Song et al. [24] destacam que a adição de 4 a 6% de alumínio reduz a densidade de aços médio manganês de 6 a 9%, quando comparado com aços automotivos convencionais, exibindo ainda propriedades mecânicas interessantes, com limites de resistência da ordem de 830 MPa e alongamento acima de 40%.

Suh et al. [84] estudaram o efeito da adição de alumínio em teores de 1,1% e 3,1% em aços médio manganês laminados a frio, submetidos a recozimento intercrítico por 2 min. Verifica-se que o aumento do teor de Al eleva a temperatura de início do campo intercrítico de aproximadamente 620°C (0% Al) para 680°C (3,1% Al). No que concerne à temperatura final da região intercrítica, observa-se um aumento de 720°C (0% Al) para 840°C (1,1% Al), e para o teor mais elevado de alumínio (3,1% Al), a temperatura foi aumentada para mais de 1400°C.

Dado que a região intercrítica do aço com 1,1% Al é inferior à encontrada para o aço com 3,1%, foram observadas diferenças significativas na microestrutura resultante das ligas estudadas. Após a laminação ao frio, o aço com menor teor de alumínio apresentou o fenômeno da recuperação em todas as temperaturas de recozimento aplicadas, enquanto que no aço com maior teor de alumínio foram observados grãos recristalizados, também em todas as condições de recozimento. Tais características microestruturais ocasionaram uma maior resistência à tração do aço com 1,1% Al, devido à presença de ferrita não recristalizada, em todas as temperaturas de recozimento intercrítico.

A adição de 3% de alumínio se mostrou eficaz na promoção da recristalização da ferrita e no alargamento da janela de processamento. No que se refere à influência do alumínio na fração volumétrica de austenita retida, os autores observaram um maior percentual de austenita retida nas temperaturas de 720°C (28%) e 780°C (31%) para os aços com 1,1% e 3,1%, respectivamente.

Furukawa [50] estudou a inserção de até 2% de Si em um aço 0,1C-5Mn laminado a quente e recozido durante 1 h entre 600°C e 800°C. Foi observado que tanto a resistência à tração quanto a ductilidade aumentaram com a elevação do teor de silício, o que se deve ao endurecimento por solução sólida induzido por esse elemento e a alta taxa de encruamento. O efeito do silício sobre a taxa de encruamento é relativo ao endurecimento e à estabilidade térmica da austenita, o que promove uma alta fração volumétrica de austenita retida e conseqüentemente um efeito TRIP mais efetivo. Além disso, o silício atua no aumento da taxa de encruamento da ferrita pela supressão do deslizamento cruzado.

Oh et al. [85] estudaram o efeito de microligantes nas propriedades de aços médio manganês 0,15%C-6%Mn-2,5%Al e concluíram que a adição de 0,06% de nióbio resultou em um aumento da resistência à tração da ordem de 200 MPa sem perdas no alongamento total.

3.3 Textura Cristalográfica em Ligas Metálicas

A textura ou orientação preferencial dos grãos em ligas metálicas pode se desenvolver durante as operações de processamento, tais como: fundição, apresentando uma solidificação direcional; conformação mecânica, devido à deformação plástica e recozimento, de acordo com a fração recristalizada [86,87]. De acordo com Engler e Randle [88] muitas propriedades dos materiais estão relacionadas a uma determinada orientação preferencial, podendo assim, o estudo da textura ser direcionado para a produção de materiais com características e comportamentos mecânicos específicos para determinadas aplicações.

Na deformação plástica, as mudanças na orientação dos grãos ocorrem de acordo com os sistemas de deslizamento preferenciais de cada material, exibindo uma textura preferencial, denominada textura de deformação. Se o material é subsequentemente recristalizado, a nucleação dos grãos ocorre em associação com as características específicas da microestrutura, com orientações determinadas, e seu crescimento pode ser influenciado pelas orientações das regiões adjacentes. Desse modo, a nucleação e o crescimento dos grãos causam o surgimento de uma orientação preferencial no material recristalizado, ou seja, uma textura de recristalização [89].

De maneira geral, a textura é descrita por componentes que são representadas por uma orientação cristalina específica, em torno da qual um volume significativo do material se agrupa. Essas componentes são representadas de acordo com o plano cristalino (hkl) paralelo ao plano da chapa e da direção [uvw] paralela à direção de laminação (DL) [87,90].

Informações sobre essa distribuição podem ser obtidas com o auxílio das funções de distribuição de orientações cristalinas (FDOCs), que especificam a frequência de ocorrência ou a probabilidade de encontrar determinadas orientações $(hkl)[uvw]$ em uma amostra do material [87], normalmente representadas sobre seções de $\varphi_2 = \text{constante}$, com curvas de nível de isovalor, para ser interpretada pelos ábacos das seções retas do espaço de Euler.

No sistema cúbico, as principais orientações surgem com frequência no intervalo de 0° a 90° , especialmente na seção $\varphi_2 = 45^\circ$, na qual as orientações principais se concentram. As fibras, representadas na figura 3.21a, são a fibra DL, formada pelas orientações do tipo $(hkl)[110]$ e a fibra DN com as orientações $(111)[uvw]$ [87]. A figura 3.21b traz ainda, os nomes dados a algumas das principais orientações.

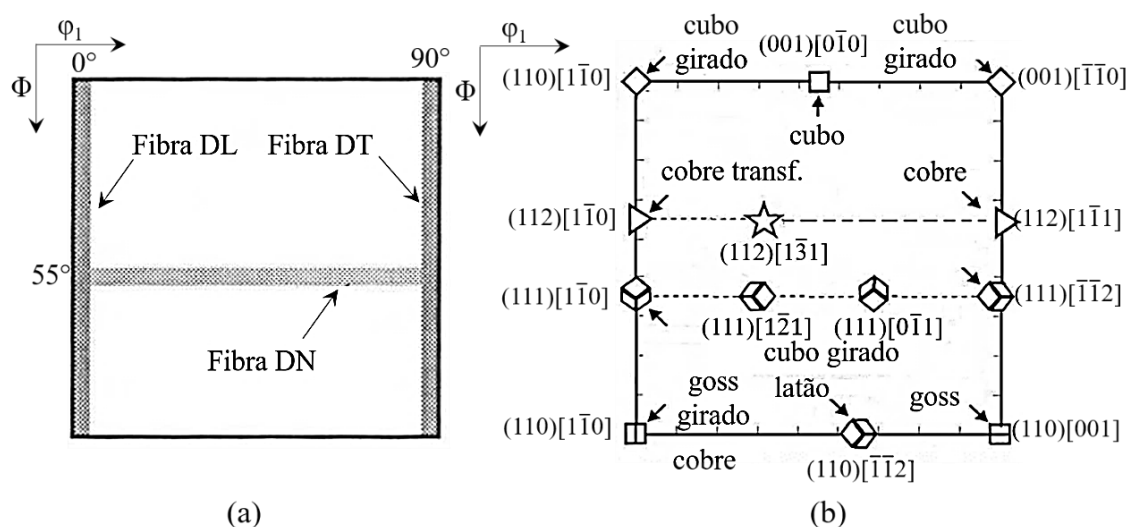


Figura 3.21 - Seção $\varphi_2 = 45^\circ$ com (a) fibras e (b) nomes de orientações clássicas do sistema cúbico [87,90].

3.3.1 Textura de deformação

As texturas de deformação dos metais cfc são determinadas principalmente pela energia de falha de empilhamento (EFE) devido ao seu impacto nos mecanismos de deformação, mais notadamente, na deformação por maclação [88,89,91]. Em metais com alta EFE a deformação ocorre por meio de deslizamento, já aqueles que apresentam EFEs menores

permitem a deformação por maclação e, posteriormente, massiva formação de bandas de cisalhamento, alterando a evolução da textura de deformação [88].

Dois tipos de texturas geralmente são formadas em materiais cfc: (i) textura tipo Cobre, formada em materiais com EFE média (entre 18-35 mJ/m²), como ligas de alumínio, cobre e níquel, compreendendo as componentes Cu (112)[111], S (123)[634] e latão (110)[112] [91,92]; (ii) textura tipo latão, formada em materiais com EFE baixa, tais como ligas de latão α , prata e aços austeníticos, compreendendo predominantemente as componentes latão (110)[112] e Goss (110)[001], com uma fibra α mais proeminente em texturas de ligas [93,94,95].

A textura tipo cobre é produzida quando a deformação ocorre principalmente por deslizamento e em materiais onde o deslizamento cruzado é mais fácil [96]. Em materiais com EFE baixa, a textura do tipo latão é geralmente formada e a deformação é dominada pela maclação e o deslizamento cruzado é dificultado [91]. Em complemento, Kalsar et al. [91] relatam que a maclação pode não ser suficiente como modo de deformação para a formação da textura tipo latão, e que as bandas de cisalhamento macroscópicas e o encruamento também poderiam ser responsáveis pelo desenvolvimento desse tipo de textura [97,98].

Outras duas fibras estão presentes na textura de ligas: fibra γ e fibra τ , estas características de materiais com valores intermediários de EFE [89]. Na figura 3.22 são mostradas todas as fibras associadas com a textura de metais cfc laminados. A fibra γ corresponde a elementos de volume com planos (111) paralelos ao plano de laminação, ou seja, para as maclas de deformação alinhadas na microestrutura, e se estende de (111)[112] a $\Phi=55^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$, $\varphi_1=30^\circ/90^\circ$ para (111)[110] a $\Phi=55^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$, $\varphi_1=0^\circ/60^\circ$. A fibra τ possui orientações na direção [110] paralela à DT e estende-se ao longo da linha $\varphi_1=90^\circ$, na seção $\varphi_2=45^\circ$ de (112)[111], C, orientação para o (110)[001], G, orientação a $\Phi=35^\circ$ e 90° , respectivamente [89]. Na tabela 3.1 são exibidas as fibras características de metais e ligas cfc.

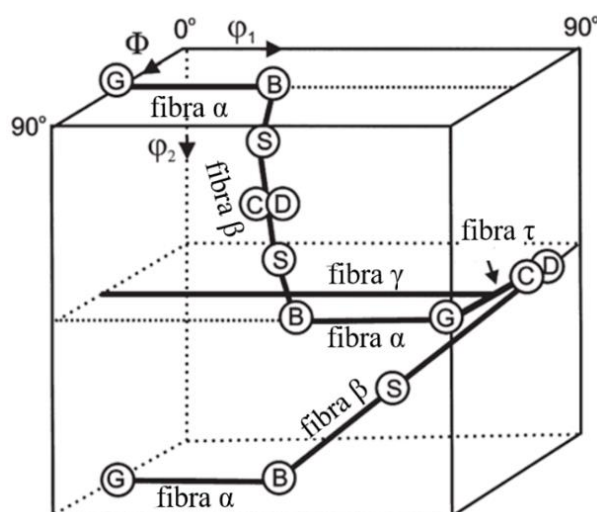


Figura 3.22 - Representação das principais fibras presentes em metais cfc [89].

Tabela 3.1 - Principais componentes de textura presentes nos metais cfc [88].

Componente	Eixo da Fibra	Ângulo de Euler ^a
Fibra α	$\langle 011 \rangle // DN$	$0^\circ, 45^\circ, 0^\circ - 90^\circ, 45^\circ, 0^\circ$
Fibra γ	$\langle 111 \rangle // DN$	$60^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ$
τ	$\langle 001 \rangle // DT$	$90^\circ, 45^\circ, 0^\circ - 90^\circ, 90^\circ, 45^\circ$
β	^b	$90^\circ, 35^\circ, 45^\circ - 35^\circ, 45^\circ, 90^\circ$

^a valores típicos sem considerar a simetria

^b definido pela intensidade máxima e não pela posição cristalográfica exata

Uma ilustração esquemática dos principais componentes da textura em aços austeníticos e as correspondentes definições desses componentes são dadas na figura 3.23. As texturas de laminação do ferro e de aços baixo carbono geralmente independem das variáveis de processamento, mesmo na ocorrência de heterogeneidades microestruturais significativas, como bandas de cisalhamento [89].

Em geral, os metais e ligas ccc tendem a formar texturas de fibras e a maioria das orientações são montadas ao longo de duas fibras características através do espaço orientação. Segundo Viana [87] e Engler e Randle [88], tais fibras, melhor observadas na seção de $\varphi_2 = 45^\circ$, são a fibra α , denominadas DL, e a fibra γ , DN. As fibras características de materiais ccc são mostradas na tabela 3.2.

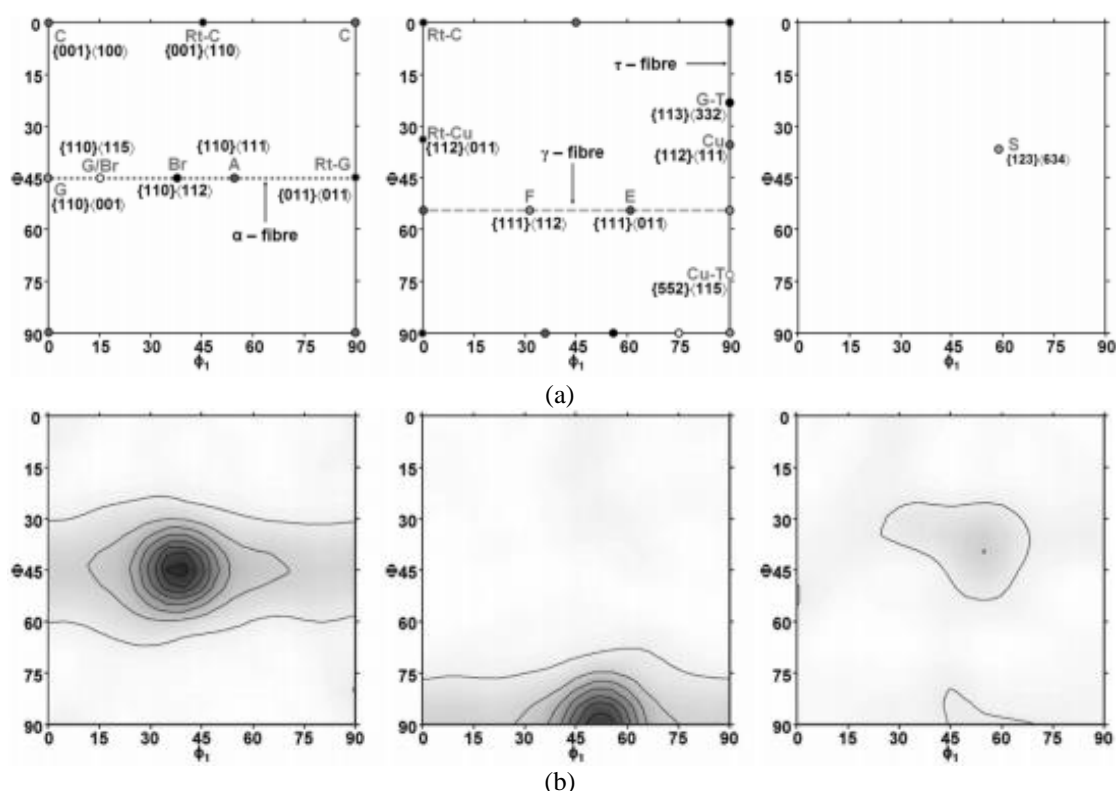


Figura 3.23 - Funções de distribuição de orientação nas seções $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$ e 65° (a) representação esquemática das orientações mais importantes para materiais cfc e (b) funções de distribuição de orientação para um aço 17Mn laminado a frio e recozido [99].

As mudanças características na textura durante a laminação podem ser facilmente visualizadas por meio da representação gráfica da densidade de orientação ao longo das fibras de textura mais importantes. A figura 3.24 mostra uma textura de laminação a frio típica de um aço IF microligado, plotado na sessão φ_2 , cujas mais importantes características de textura, incluindo a fibra α $[011]//DL$ e a fibra γ $(111)//DN$, podem ser encontradas.

Tabela 3.2 - Principais componentes de textura presentes nos metais ccc [88].

Componente	Eixo da Fibra	Ângulo de Euler ^a
Fibra α	$\langle 011 \rangle // DL$	$0^\circ, 0^\circ, 45^\circ - 0^\circ, 90^\circ, 45^\circ$
Fibra γ	$\langle 111 \rangle // DN$	$60^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ$
η	$\langle 001 \rangle // DL$	$0^\circ, 0^\circ, 0^\circ - 0^\circ, 45^\circ, 0^\circ$
ζ	$\langle 011 \rangle // DN$	$0^\circ, 45^\circ, 0^\circ - 90^\circ, 45^\circ, 0^\circ$
ε	$\langle 110 \rangle // DT$	$90^\circ, 0^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 90^\circ, 45^\circ$
β	^b	$0^\circ, 35^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ$

^a valores típicos sem considerar a simetria

^b definido pela intensidade máxima e não pela posição cristalográfica exata

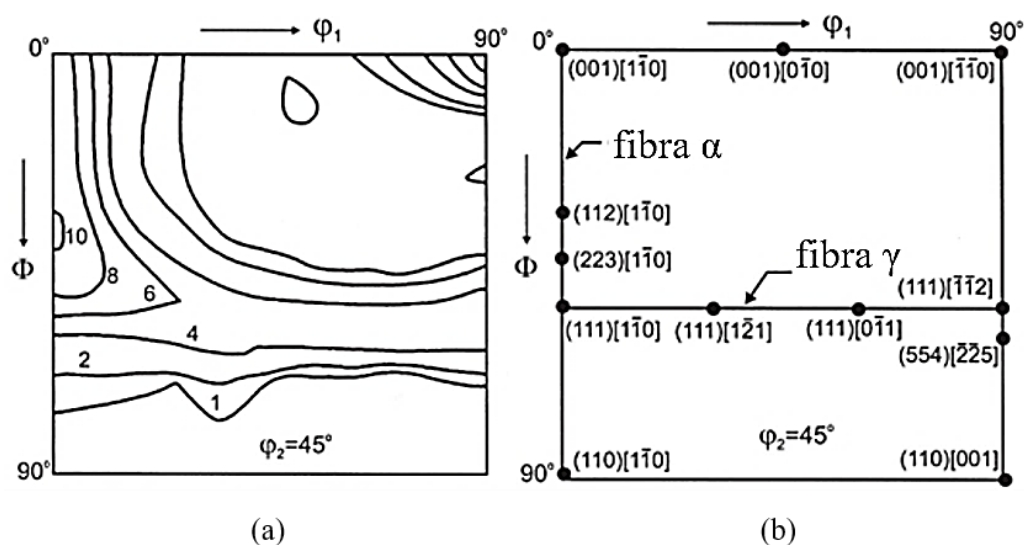


Figura 3.24 - (a) seção $\varphi_2 = 45^\circ$ da função de distribuição de orientação para um aço IF laminado a frio e (b) representação esquemática das orientações em materiais ccc na sessão $\varphi_2 = 45^\circ$ [89].

A fibra α compreende parcialmente as orientações com um eixo comum $[110]$ paralelo à direção de laminação (DL), que é a orientação $(hkl)[110]$, que inclui as orientações $(110)[110]$, $(112)[110]$, $(111)[110]$. No espaço de Euler a fibra α pode ser encontrada entre $(\varphi_1, \Phi, \text{ e } \varphi_2) = (0^\circ, 0^\circ, 45^\circ)$, $(0^\circ, 35^\circ, 45^\circ)$ e $(0^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ)$ e, devido a simetria do cristal cúbico, essas orientações também aparecem em outros locais, simetricamente equivalentes no espaço de Euler [88].

A fibra γ compreende as orientações com (111) paralelo à direção normal (DN), que é a orientação $(111)[uvw]$, incluindo $(111)[110]$ e $(111)[112]$. Esta fibra estende-se de $(0^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ)$ a $(90^\circ, 54,7^\circ, 45^\circ)$ no espaço de Euler, mas, devido a simetria do cristal cúbico, a faixa entre $60^\circ \leq \varphi_1 \leq 90^\circ$ é suficiente para a representação total da fibra γ [88]. Engler e Randle [88] ressaltam que, aumentando a deformação de laminação, a textura máxima de $(001)[110]$ tende a deslocar ao longo da fibra α sobre $(112)[110]$ em direção a $(111)[112]$ na fibra γ .

Durante a laminação a quente e subsequente bobinamento, a recristalização e a transformação de fases do ferro cfc para ferro ccc leva ao refinamento do grão e dispersão da textura [90]. Como consequência, tiras a quente de aço de baixo carbono compreendem, em quantidade significativa, pequenos grãos com uma textura aleatória, o

que constitui condições de partida constantes para a subsequente laminação a frio e recristalização.

3.3.2 Textura de recristalização

As texturas de recristalização que se desenvolvem em metais deformados submetidos a recozimentos são, em grande parte, responsáveis pelo direcionamento das propriedades observadas em produtos acabados [89] e são caracterizadas pela nucleação de novos grãos não deformados e seu subsequente crescimento na matriz deformada, caracterizados pela formação e movimentação de contornos de grão de alto ângulo [88]. Portanto, a recristalização dá origem a uma alteração na distribuição da orientação cristalográfica e conseqüentemente, na textura cristalográfica de um material metálico [88].

Engler e Randle [88] discutem que a textura de recristalização em metais previamente deformados ocorre devido aos dois mecanismos distintos: a nucleação orientada, na qual a textura depende da orientação dos novos núcleos, e o crescimento seletivo, onde, a partir de uma ampla gama de orientações de núcleos, aqueles com as melhores condições de crescimento em relação à matriz deformada crescem mais rapidamente, dominando a textura de recristalização [100]. Na maioria dos casos, uma combinação de ambas as teorias no sentido de crescimento seletivo de 40° [111] ocorre preferencialmente, fora de um espectro limitado de orientações de núcleos formados, o que explica a textura de recristalização de muitos metais e ligas cfc [88].

Em materiais com alta energia de falha de empilhamento (cfc), a componente típica de recristalização é a textura cubo (001)[100], encontrando-se em geral, em todas as texturas de recristalização variando sua intensidade [87]. Engler e Randle [88] explicam que os núcleos orientados na componente cubo surgem de estruturas na forma de bandas, que são parte da microestrutura deformada. Tais bandas são bandas de transição ou grãos deformados que retêm a componente cubo que, no crescimento subsequente, prevalecem devido às condições ótimas de crescimento na textura de laminação.

A análise da textura de recristalização em aços ccc é de grande importância industrial devido à correlação da textura com a conformabilidade, especialmente, a estampagem profunda e, comparado com os metais cfc, metais ccc usualmente exibem uma faixa mais estreita de texturas de recristalização [88]. Uma textura típica de recristalização na sessão $\varphi_2 = 45^\circ$ de um aço IF otimizado para aplicações de estampagem profunda é exibida na figura 3.25.

As orientações dos grãos montadas ao longo das fibras características α e γ se assemelham às texturas de deformação correspondentes às de aços ferríticos [89]. Dessa forma, o principal efeito da recristalização é deixar mais nítida a fibra γ em detrimento da fibra α . Para outros materiais ccc, geralmente, texturas de recristalização similares, consistindo em fibras α e γ com razões variáveis, têm sido reportadas [88].

A textura de recristalização fibra γ típica de materiais ccc é atribuída à formação preferencial de núcleos recristalizados nos contornos de grão de alto ângulo preexistentes entre os grãos deformados, onde existem condições ótimas para nucleação. Devido à nucleação na microestrutura deformada, os novos grãos irão reter orientações da textura da laminação anterior. Entretanto, os diferentes componentes de texturas de laminação diferem em densidade e arranjo local de deslocamentos e, conseqüentemente, na força motriz para a recristalização [88].

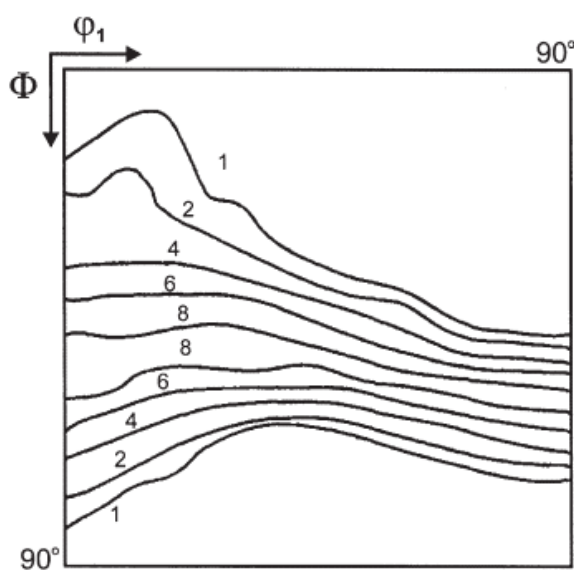


Figura 3.25 - Seção $\varphi_2 = 45^\circ$ da função de distribuição de orientação para o aço IF recristalizado [89].

As orientações da fibra γ entre (111)[110] e (111)[112] comumente possuem uma energia armazenada maior que as orientações de textura de deformação concorrentes. Dessa forma, núcleos formam preferencialmente em grãos com orientações fibra γ , cujo crescimento ocorre em detrimento das outras orientações, incluindo a fibra α . Devido à falta de homogeneidade de deformação e gradientes de deformação localizados que persistem nas imediações dos contornos de grão, os núcleos formados nessas regiões podem ser submetidos a rotações substanciais sobre a direção normal em relação à matriz a uma distância do contorno de grão.

Isso significa que as regiões perto dos contornos de grão entre duas componentes simetricamente equivalentes de (111)[110] podem compreender a componente (111)[112] e vice-versa. Desse modo, na presença de uma textura de laminação dominante (111)[110], a componente (111)[112] irá nuclear preferencialmente e conseqüentemente, eventualmente prevalecer na textura de recristalização [88].

Engler e Randle [88] reiteram que propriedades interessantes de estampagem profunda demandam tanto alta intensidade de orientações fibra γ quanto uma distribuição de intensidade uniforme ao longo da fibra α . Por consequência, a otimização da estampabilidade implica no controle da textura e microestrutura durante a laminação e subsequente recristalização de modo a alcançar uma distribuição de intensidade uniforme ao longo da fibra γ .

Viana [87] acentua que em aços para estampagem, pretende-se desenvolver a fibra (111)[uvw], que apresenta elevados valores de anisotropia normal média e baixa anisotropia planar para todas as [uvw] da fibra [111], importante para minimizar a redução da espessura e melhorar a estampabilidade dos aços, ao passo que as componentes da fibra (001)[110] devem ser evitadas.

Os estudos atuais sobre o desenvolvimento da textura em aços médio manganês não são suficientes para elucidar o comportamento da orientação cristalográfica dessa classe de materiais mediante os processamentos termomecânicos e sua influência na microestrutura e nas propriedades mecânicas desses aços, sendo alvo relevante de estudo neste trabalho.

3.4 Distribuição Característica dos Contornos de Grão

Os contornos de grão na microestrutura geralmente podem ser categorizados como contornos de grão de baixo ângulo, com ângulos de desorientação até 15° e contornos de grão de alto ângulo, acima de 15° . A categorização de desorientações de contornos de grão como pares de ângulos/eixos é frequentemente complementada por classificações adicionais de acordo com o modelo CSL, especialmente para materiais cúbicos [88].

Os contornos CSL (*concordance site lattice*) são uma classe especial de contornos de alto ângulo, com eixos e ângulos de orientação especiais, que são representados por meio de um sistema de notação Σ [101], definida como a relação entre o número de pontos da rede na célula unitária de um CSL e o número de pontos da rede na célula unitária da rede geradora, ou seja, a densidade volumétrica recíproca de sítios coincidentes. A razão $1/\Sigma$ representa a proporção de sítios comuns em ambas as redes, de maneira que um contorno $\Sigma 5$ possui um a cada cinco átomos localizados em sítios coincidentes. Para certas desorientações discretas entre redes interpenetrantes, uma proporção de sítios de rede coincidirá, formando uma super rede periódica em três dimensões. A figura 3.26 exibe a representação de duas redes que se interpenetram e os sítios coincidentes de uma contorno CSL, a título de exemplificação.

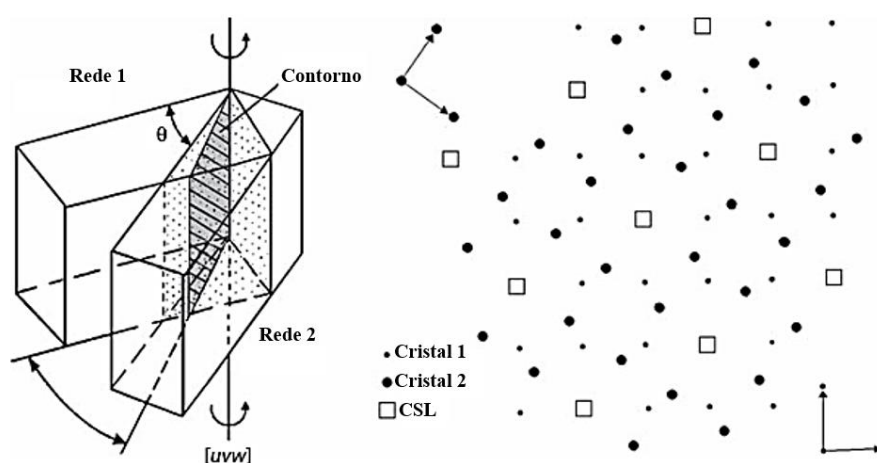


Figura 3.26 - Formação de um contorno de sítios coincidentes (CSL) : (a) interpenetração de duas redes vizinhas e (b) representação no plano de uma interpenetração de redes mostrando como a desorientação de $36,9^\circ/[100]$ leva à criação de contornos CSL $\Sigma 5$, um a cada cinco sítios da rede de cada cristal coincide [88].

Rout et. al [101] destacam que todos os contornos de grão, seja de alto ângulo, CSL ou baixo ângulo, influenciam a microestrutura do material submetido a deformação combinada com distintos tratamentos térmicos. A literatura fornece poucas informações sobre a influência de parâmetros de laminação na natureza dos contornos de grão em aços médio Mn, características que foram inicialmente estudadas em aços IF e BH [102].

A recristalização de materiais metálicos deformados é alcançada pela nucleação de novos grãos não deformados na matriz deformada e seu crescimento subsequente [89]. Tais fenômenos são caracterizados pela formação e movimentação de contornos de grão de alto ângulo, dando origem a uma alteração na distribuição das orientações cristalográficas e, conseqüentemente, na textura cristalográfica do material [88].

Um aumento significativo da ductilidade e tenacidade em vários metais puros e ligas pode ser alcançado aumentando a frequência de contornos de grãos especiais CSL de baixo Σ ($3 \leq 29$) [103]. Esses contornos especiais são sítios de coincidência de rede baseados em desorientação, e é possível relacioná-los com a textura do material devido a seus valores de Σ [104]. Essa característica, inicialmente descrita por Watanabe [105], é importante porque relaciona a presença de contornos de grão com desorientações (evidenciadas por baixos valores de CSL) com maior resistência ao deslizamento, à corrosão e a fissuras [106].

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Características Gerais do Trabalho

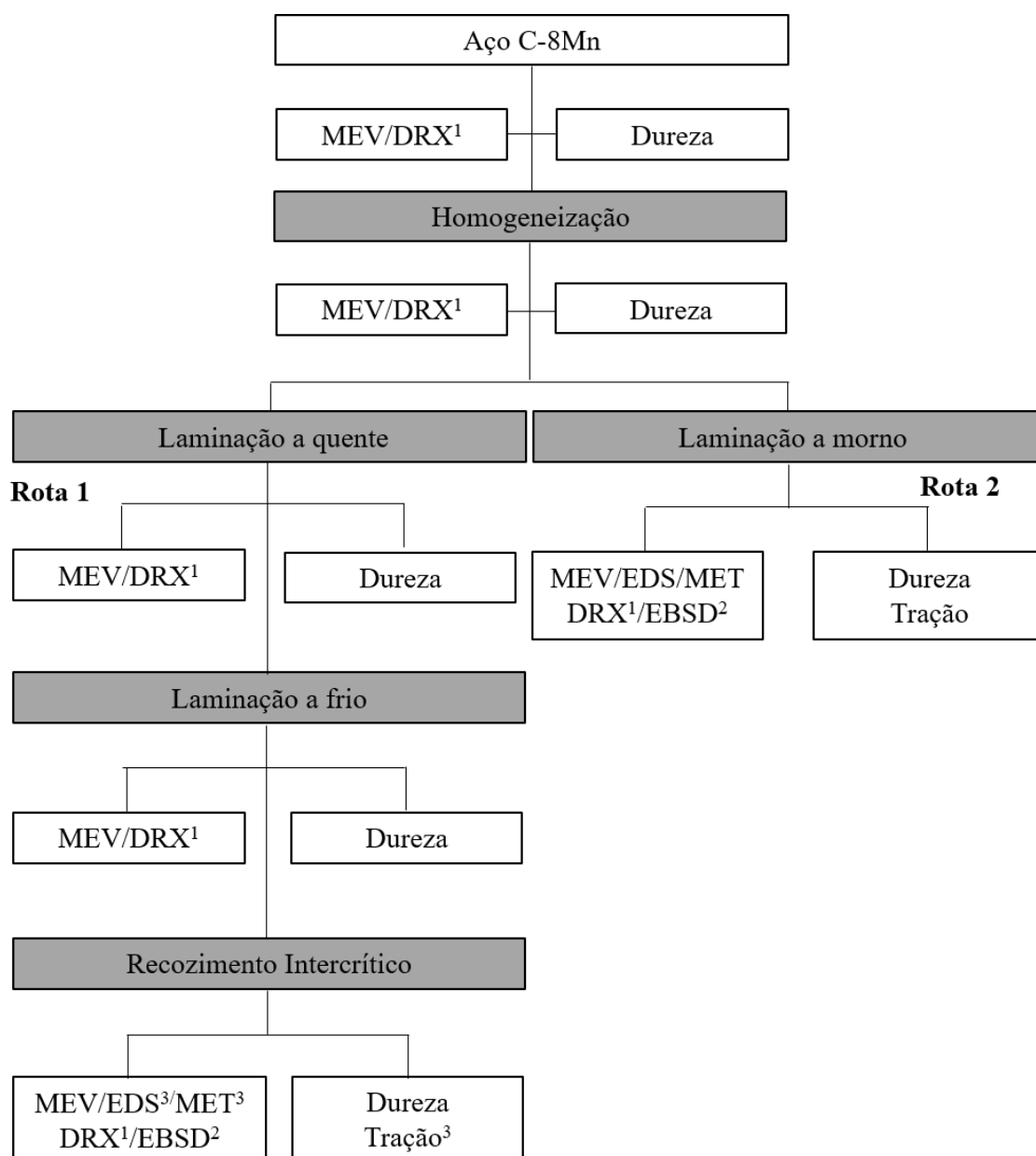
O trabalho de pesquisa envolveu a análise comparativa do efeito do processamento na faixa de temperatura intercrítica na microestrutura, na textura cristalográfica e nas propriedades mecânicas de um aço médio manganês submetido a duas rotas distintas. A rota convencional, geralmente aplicada em aços médio manganês, envolvendo as etapas subsequentes de laminação a quente, laminação a frio e recozimento intercrítico com parâmetros distintos foi avaliada. A partir da variação da temperatura e do tempo no recozimento intercrítico, totalizando nove condições de estudo, originou-se uma condição que exibiu a maior fração de austenita retida à temperatura ambiente.

Ao mesmo tempo, os efeitos da laminação a morno, a partir do material homogeneizado, foram investigados, no intuito de estudar a possibilidade de substituição da rota de processamento termomecânico convencional para a produção de aços médio manganês com propriedades mecânicas satisfatórias, visto que, com uma etapa única de processamento, os custos e o tempo de produção poderiam ser minimizados.

O fluxograma exibido na figura 4.1 mostra uma síntese das etapas do procedimento experimental elaborado. Os experimentos propostos envolveram inicialmente tratamento térmico de homogeneização a partir do estado bruto de fusão, com caracterização microestrutural por meio de microscopia eletrônica de varredura – MEV - e difração de raios X – DRX, e caracterização mecânica a partir do ensaio de dureza, para ambas as condições.

Em cada etapa da primeira rota de processamento: laminação a quente, laminação a frio após laminação a quente e recozimento intercrítico em temperaturas distintas, as amostras foram analisadas também por MEV, DRX e dureza. Além disso, foi conduzida a análise por difração de elétrons retroespalhados – EBSD nas amostras após recozimento intercrítico. O mesmo procedimento foi aplicado à rota de processamento alternativa, por meio da laminação a morno (MEV, DRX, EBSD e dureza).

Os ensaios de tração, assim como a análise por microscopia eletrônica de transmissão (MET) e espectrometria por dispersão em energia (EDS) foram realizados na condição de tratamento que exibia a maior fração de austenita retida dentre as estudadas a partir do recozimento intercrítico da rota convencional (após a quantificação das fases por meio da caracterização por DRX) e no material laminado a morno.



¹ a partir da análise de DRX foram conduzidas análises quantitativas das fases

² a partir da análise por EBSD foram conduzidas análises de distribuição característica de contornos de grão

³ dentre as amostras recozidas, EDS, MET e tração foram realizados apenas na condição 600°C/30 min

Figura 4.1 - Fluxograma dos experimentos propostos para os processamentos mecânico e térmico do aço médio manganês.

Com o objetivo de facilitar o entendimento, no decorrer do trabalho, o material submetido a laminação a quente seguida de laminação a frio e recozimento intercrítico (rota 1) será denominado apenas como “recozido intercriticamente”. Da mesma forma, o material laminado a morno (rota 2) após homogeneização, será tratado como “laminado a morno”.

4.2 Material

Como material de estudo foi produzido um aço médio manganês, em um forno indução elétrico Inductotherm, em blocos fundidos tipo Keel, conforme norma ASTM A781 [107]. A composição química, analisada por espectrometria de emissão óptica, realizada em um equipamento Shimadzu Modelo Foundry Master Xpert, é exibida na tabela 4.1. A título de simplificação, o material será denominado no decorrer do trabalho como “aço 8Mn”.

Tabela 4.1 - Composição química (% em peso) do aço médio manganês em estudo.

Elemento	Teor (%)	Elemento	Teor (%)
Fe	91,5	V	0,04
C	0,086	Pb	0,0454
Mn	8,05	Cr	0,0075
Si	0,138	Ni	0,0073
Al	0,0215	P	0,0161

4.3 Temperaturas do Campo Intercrítico e Fração das Fases em Equilíbrio – estimativa por Thermo-Calc™

A faixa de temperatura do campo intercrítico em condições de equilíbrio, importante para a determinação dos parâmetros de processamento termomecânico, foi estimada a partir de cálculos termodinâmicos no software Thermo-Calc™.

Baseando-se em dados da composição química do material (Tab. 4.1) em relação aos elementos ferro, carbono, manganês e silício, o gráfico da figura 4.2, que mostra o diagrama obtido para a liga estudada (0,08C-8Mn), foi gerado. Destaca-se a região do campo intercrítico ($\alpha+\gamma$), exibindo uma faixa de temperatura de aproximadamente 550°C a 690°C.

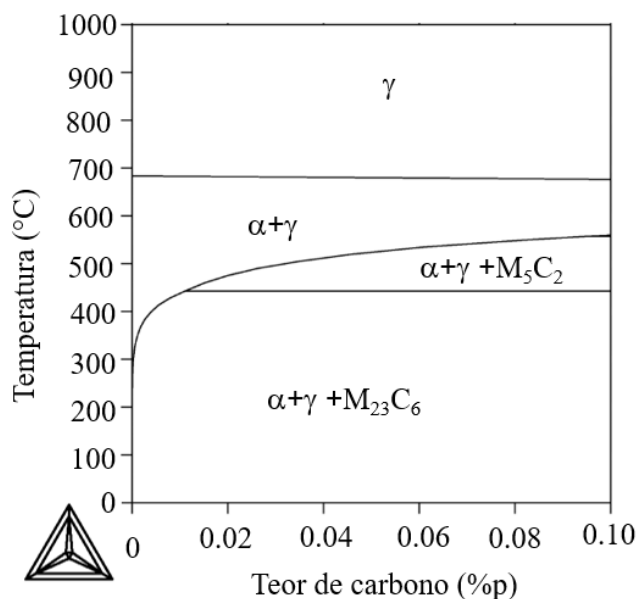


Figura 4.2 - Diagrama de fases no equilíbrio do aço 8Mn previsto por Thermo-Calc™.

Para entender o comportamento de reversão da austenita no aquecimento, as frações volumétricas de equilíbrio das fases em função da temperatura foram estimadas por Thermo-Calc™ (fig. 4.3). O resultado indica que a temperatura de dissolução dos carbonetos é inferior a 550°C. Observa-se que, no equilíbrio, espera-se um teor de austenita retida de cerca de 35% próxima a temperatura de 550°C. Aproximadamente a 600°C, esse percentual chega a alcançar 50%.

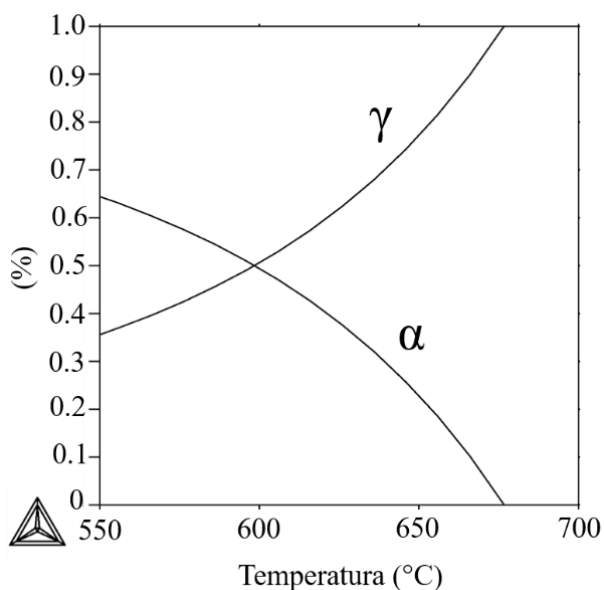


Figura 4.3 - Fração das fases no equilíbrio do aço 8Mn em função da temperatura prevista por Thermo-Calc™.

4.4 Processamento Termomecânico

4.4.1 Tratamento térmico de homogeneização

Os blocos originais foram seccionados para tratamento térmico de homogeneização e posterior processamento termomecânico em dimensões de 125mmx26mmx32mm, conforme exibido na figura 4.4. A partir do estado fundido, o material foi aquecido a 1100°C por 2 h com resfriamento no forno em um equipamento Elektro Modelo Linn ElektroTherm, no intuito de promover uma homogeneização da estrutura desenvolvida, com o objetivo de minimizar microsegregações eventualmente formadas durante a solidificação da liga.



Figura 4.4 - Material seccionado submetido a tratamento térmico de homogeneização.

Após a homogeneização, o material foi submetido a desbaste para a retirada da camada oxidada e dividido em duas séries de processamento termomecânico: (1) laminação a quente seguida de laminação a frio e recozimento intercrítico e (2) laminação a morno.

Na figura 4.5 é mostrada uma representação esquemática das rotas de processamento utilizadas, com a rota convencional representada em vermelho e a rota alternativa (laminação a morno) em azul. Os processos de laminação, detalhados nos itens 4.4.2 e 4.4.3, foram realizados em um laminador de laboratório Fröhling.

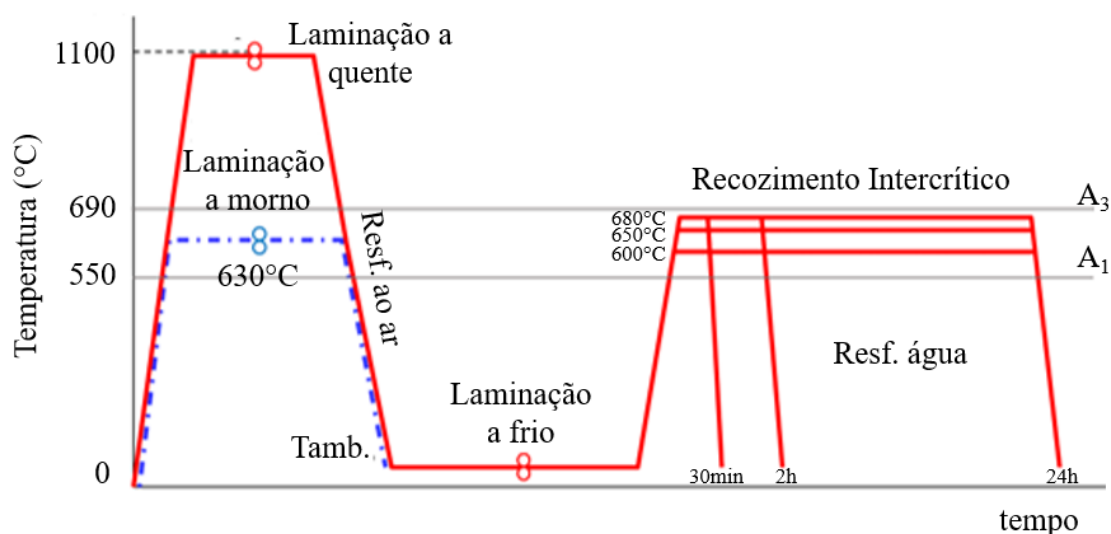


Figura 4.5 - Representação esquemática das rotas de processamento aplicadas ao aço 8Mn após a homogeneização (T_{amb} – temperatura ambiente).

4.4.2 Rota 1 - laminação quente, laminação a frio e recozimento intercrítico

4.4.2.1 Laminação a quente

A laminação a quente foi conduzida a 1100°C em quatro passes, com tempo de encharque inicial de 30 min e aquecimento na mesma temperatura por 10 min entre passes. Em seguida, as amostras foram resfriadas ao ar, com uma espessura de 7,99mm, com deformação (ϵ) de 0,62. Na tabela 4.2 são exibidos, de maneira detalhada, os passes realizados, a deformação verdadeira (ϵ_v) e a espessura final. Na figura 4.6 é mostrada, como exemplo, uma das placas laminadas a quente com dimensões finais de 276mmx33mmx7,99mm.

Tabela 4.2 - Detalhamento dos passes de laminação a quente do aço 8Mn.

Passe	Espessura Inicial (mm)	ϵ_v	Espessura Final (mm)
1	21,00	0,164	17,55
2	17,55	0,198	14,08
3	14,08	0,255	10,49
4	10,49	0,238	7,99



Figura 4.6 - Exemplo de placa do aço 8Mn laminada a quente.

4.4.2.2 Laminação a frio

Após laminação a quente, as amostras foram submetidas a corte e desbaste para retirada da camada oxidada, obtendo-se uma espessura de 6,71mm. O material foi então submetido a laminação a frio em quatorze passes, com $\epsilon = 0,72$ e espessura final de 2,0mm. Na tabela 4.3 são exibidos os valores de deformação verdadeira e a espessura final em cada passe de laminação aplicado e na figura 4.7 é mostrado um exemplo das chapas laminadas a frio com dimensões finais de 250mmx35mmx2,0mm.



Figura 4.7 - Exemplo de chapa do aço 8Mn laminada a frio.

Tabela 4.3 - Detalhamento dos passes de laminação a frio do aço 8Mn.

Passe	Espessura Inicial (mm)	ϵ_v	Espessura Final (mm)
1	6,71	0,016	6,60
2	6,60	0,045	6,30
3	6,30	0,071	5,85
4	5,85	0,085	5,35
5	5,35	0,095	4,84
6	4,84	0,089	4,41
7	4,41	0,079	4,06

(Continuação)

8	4,06	0,099	3,66
9	3,66	0,104	3,28
10	3,28	0,095	2,97
11	2,97	0,104	2,66
12	2,66	0,113	2,36
13	2,36	0,102	2,12
14	2,12	0,104	2,00

4.4.2.3 Recozimento Intercrítico

Os tratamentos térmicos de recozimento intercrítico foram conduzidos após a etapa de laminação frio com o objetivo de examinar a evolução da microestrutura e das propriedades mecânicas, utilizando tempos e temperaturas distintos. As temperaturas foram determinadas combinando as informações apresentadas nas figuras 4.2 e 4.3, além de testes preliminares por difração de raios X que estimaram o percentual de austenita retida em diversas temperaturas.

Com o intuito de obter o maior percentual de austenita possível após o resfriamento e sabendo que em temperaturas mais baixas dentro do campo intercrítico esse teor é reduzido, optou-se por utilizar as temperaturas de 600°C, 650°C e 680°C, com tempos de encharque de 30 min, 2 h e 24 h, produzindo nove condições, conforme exibido na tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Parâmetros de recozimento intercrítico aplicados ao aço 8Mn.

Temperatura	Tempos de encharque	Meio de Resfriamento
600°C	30 min, 2 h, 24 h	água
650°C		
680°C		

O perfil térmico das amostras de aço 8Mn obtido por meio do aquecimento até as temperaturas de recozimento intercrítico e resfriamento em água em uma taxa de cerca de 10 °C/s, determinadas com o uso de um termopar tipo K (Cromel-Alumel) e coleta de dados pelo software ThermoMeter®, é exibido na figura 4.8. As taxas de aquecimento,

que variam entre 1,5 °C/s e 2 °C/s nas temperaturas estudadas permitem a estimativa do tempo necessário para a homogeneização da temperatura nas amostras no tratamento térmico. Nota-se que o tempo mínimo requerido para que a homogeneização da temperatura nas amostras é de cerca de 250s.

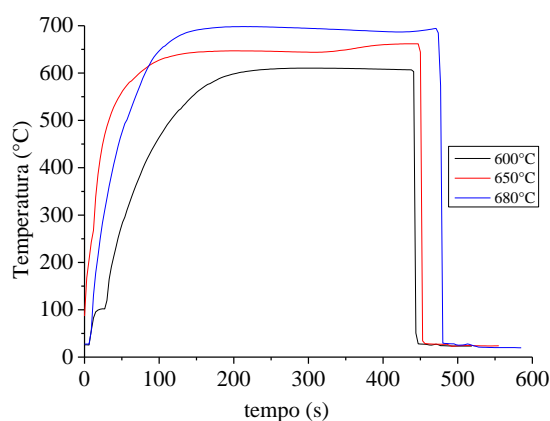


Figura 4.8 - Perfil térmico das amostras do aço 8Mn para as temperaturas de 600°C, 650°C e 680°C.

4.4.3 Rota 2 - laminação a morno

Alguns autores como Zhao et al. [4] e Hu et al. [81] utilizaram a laminação a morno com recozimento intercrítico subsequente. Neste trabalho, foi realizada uma única etapa, apenas laminação a morno, sem tratamento térmico posterior. A tabela 4.5 detalha a etapa de laminação a morno aplicada ao aço 8Mn e, a figura 4.9, mostra a placa após a etapa de laminação.

Tabela 4.5 - Detalhamento dos passes de laminação a morno do aço 8Mn

Passo	Espessura Inicial (mm)	ϵ_v	Espessura Final (mm)
1	30,00	0,100	27,00
2	27,00	0,112	23,98
3	23,98	0,105	21,47
4	21,50	0,114	19,04
5	19,00	0,104	17,03
6	17,00	0,123	14,91
7	15,00	0,103	13,46
8	13,50	0,112	11,99
9	12,00	0,123	10,52
10	10,50	0,093	9,52
11	9,50	0,103	8,52

O processo foi realizado a partir de um bloco homogeneizado, a 630°C durante 30 min inicialmente e 15 min de aquecimento a 630°C entre cada um dos onze passes, obtendo-se a espessura final de 8,5 mm com $\epsilon = 0,72$, seguido de resfriamento ao ar. A temperatura utilizada foi a mais próxima possível da qual estimava-se obter um percentual considerável de austenita retida com estabilidade adequada (600°C), diante das limitações do material em temperaturas mais baixas em relação à operação de laminação.



Figura 4.9 - Exemplo de placa do aço 0,08C-8Mn laminado a morno.

O perfil térmico da amostra de aço 0,08C-8Mn obtido por meio do aquecimento até a temperatura de 630°C, na qual foi realizada a laminação a morno, determinada com o uso de um termopar tipo K (Cromel-Alumel) e coleta de dados pelo software ThermoMeter®, é exibido na figura 4.10. Com uma taxa de aquecimento de cerca de 0,6 °C/s, o tempo necessário para a homogeneização da temperatura de aproximadamente 1000s.

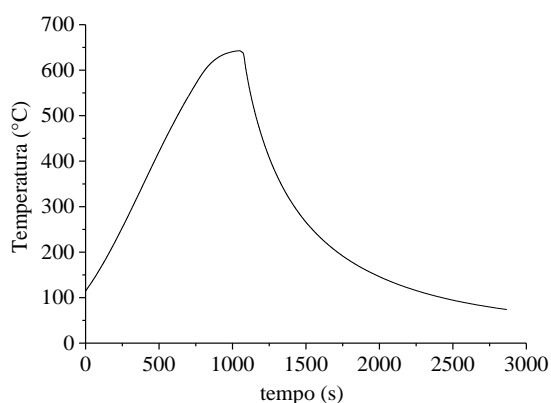


Figura 4.10 - Perfil térmico das amostras do aço 8Mn para a temperatura de 630°C e resfriamento ao ar com uma taxa de 0,3 °C/s.

4.5 Difração de Raios X

A análise por difração de raios X para identificação e quantificação das fases utilizou um difratômetro Shimadzu Modelo XRD-7000 com alvo metálico de cobre em condições operacionais de ângulo de 30° a 120° , passo de $0,02s^{-1}$, com um tempo de 5s por passo. As fases presentes foram identificadas (com mais de 3% em volume da amostra) e suas quantidades relativas determinadas pelo método da comparação direta [108], com o auxílio do software Origin™ por meio da integração das áreas dos picos de difração.

A preparação das amostras para esta análise consistiu em seccionamento, lixamento em lixas com granulometrias #100, #240, #320, #400, #600 e #1000, polimento com pasta de diamante de $9\mu m$, $3\mu m$, $1\mu m$ e decapagem em ácido clorídrico, com o objetivo de remover os eventuais efeitos de transformação de fases da austenita retida para martensita α' e ϵ durante a etapa de preparação.

4.6 Estimativa da Energia de Falha de Empilhamento

A energia de falha de empilhamento (EFE) desempenha um papel importante nos mecanismos de deformação nos materiais de estrutura cfc, além de influenciar no desenvolvimento da microestrutura e da textura, assim como na evolução das propriedades mecânicas [109]. Sabe-se que a composição química e a temperatura são os principais fatores que afetam a EFE [18,110] que, por sua vez, é um dos principais parâmetros que determinam o mecanismo de deformação que governa a transformação da austenita [18,111,112], atuando diretamente no escorregamento, na maclação e na transformação martensítica e, portanto, influenciando propriedades como resistência mecânica e à fratura e tenacidade. Uma EFE relativamente baixa permite mecanismos secundários de deformação como os efeitos TRIP/TWIP [18].

Sabe-se que em materiais com EFE entre 18 e 35 mJ/m^2 a deformação ocorre por maclação, enquanto que para valores de EFE inferiores, a deformação se dá tanto pela maclação quanto por transformação martensítica induzida pela deformação, sendo este último predominante [109,113]. Remy e Pineau [114] reportaram que a EFE mínima requerida para a maclação mecânica é de 9 mJ/m^2 , enquanto a martensita ϵ pode se formar em EFEs menores que 12 mJ/m^2 [115]. Ma et al. [112] por sua vez, afirma que EFEs de

cerca de 20 mJ/m² são consideradas valores limites entre a ocorrência predominante dos mecanismos de deformação por efeitos TRIP e TWIP, assim como Saeed-Akbaki et al. e McGrath et al. [116,117].

Em aços com teores de manganês superiores a 25% observa-se a ocorrência do efeito TWIP, enquanto que para teores de manganês de até 15%, o efeito TRIP predomina e entre percentuais de 15 e 25%, os dois fenômenos coexistem [118]. Assim, a energia de falha de empilhamento, impactada pela temperatura de recozimento intercrítico, pode, de outras formas, influenciar a estabilidade da austenita.

Modelos para a determinação da energia de falha de empilhamento em sistemas Fe-Mn foram desenvolvidos por diversos autores [57,119,120,115]. O modelo termodinâmico usado neste estudo foi originalmente proposto por Olson e Cohen [121] em ligas alto Mn em uma ampla faixa de temperaturas.

Na literatura disponível ainda não foram desenvolvidos modelos para a determinação de falha de empilhamento para ligas com médio teor de manganês e que não apresentem microestrutura totalmente austenítica. No entanto, espera-se que os cálculos, embora não produzam valores absolutos precisos, sejam apropriados para estimar a tendência de energia de falha de empilhamento e relacioná-la com o mecanismo de deformação exibido pelo material [18,57].

Neste trabalho, para estimar o valor de energia de falha de empilhamento do aço e relacioná-lo com a ocorrência do efeito TRIP, foi utilizado o modelo proposto por Dumay et al. [115], a partir da equação 4.1.

$$EFE = 2\rho\Delta G^{\gamma\rightarrow\varepsilon} + 2\sigma\frac{\gamma}{\varepsilon} \quad (4.1)$$

Onde:

EFE é a energia de falha de empilhamento;

ρ é a densidade superficial molar dos átomos no plano (111);

$\Delta G^{\gamma\rightarrow\varepsilon}$ a energia livre da transformação da austenita para a martensita ε ;

$\sigma_{\gamma/\varepsilon}^{\gamma}$ é a energia superficial associada à interface entre as fases γ e ε - 8 mJ.m⁻² [115].

A densidade superficial molar dos átomos no plano (111) - ρ - é calculada pela equação (4.2), com o valor obtido de 3,01x10⁻⁵ mol/m².

$$\rho = \frac{4}{\sqrt{3}} \frac{1}{a_{\gamma}^2 N} \quad (4.2)$$

Onde:

N: constante de Avogadro - 6,023x10²³ mol⁻¹

a_{γ} : parâmetro de rede da austenita obtido baseado dos dados de DRX do presente trabalho - 3,57 Å.

O cálculo de $\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ é realizado em função da composição química, e em sistemas Fe-Mn-C-Si obedece a equação (4.3): Na tabela 4.6 são exibidos os parâmetros e equações utilizadas para a determinação de $\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$ e $\Delta \Omega^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$.

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon} = \chi_{Fe} \Delta G_{Fe}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \chi_{Mn} \Delta G_{Mn}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \chi_{Si} \Delta G_{Si}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \chi_C \Delta G_C^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \chi_{Fe} \chi_{Mn} \Delta \Omega_{FeMn}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \chi_{Fe} \chi_C \Delta \Omega_{FeC}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \chi_{Fe} \chi_{Si} \Delta \Omega_{FeSi}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \chi_{Mn} \chi_{Si} \Delta \Omega_{MnSi}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \chi_{Mn} \chi_C \Delta \Omega_{MnC}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} + \Delta G_{mg}^{\gamma \rightarrow \varepsilon} \quad (4.3)$$

Onde:

χ : fração molar;

$\Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$: energia de Gibbs molar dos elementos;

$\Delta \Omega^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$: coeficiente de energia livre em excesso;

$\Delta G_{mg}^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$: energia de Gibbs molar devido ao estado magnético da fase.

Uma segunda abordagem foi utilizada, a título de comparação, baseada em um trabalho de Nakano et al. [119], que, em um estudo sobre a determinação da EFE em sistemas Fe-Mn, calcularam a energia de falha de empilhamento na temperatura ambiente (25°C) por aproximação, expressada em função do teor de manganês (Mn) na equação (4.4). Os autores destacam que a expressão simplificada é válida para teores de Mn de 0 a 29%.

Tabela 4.6 - Parâmetros termodinâmicos e equações para a estimativa da EFE [57].

Parâmetro	Função
$\Delta G_{Fe}^{Y \rightarrow \varepsilon}$	$-2243,88 + 4,309T$ (J/mol)
$\Delta G_{Mn}^{Y \rightarrow \varepsilon}$	$-1000 + 1,123T$ (J/mol)
$\Delta G_{Si}^{Y \rightarrow \varepsilon}$	$-150 - 8T$ (J/mol)
$\Delta G_C^{Y \rightarrow \varepsilon}$	-22166 (J/mol)
$\Delta \Omega_{FeMn}^{Y \rightarrow \varepsilon}$	$2873 - 717(\chi_{Fe} - \chi_{Mn})$ (J/mol)
$\Delta \Omega_{FeC}^{Y \rightarrow \varepsilon}$	42500 (J/mol)
$\Delta \Omega_{FeSi}^{Y \rightarrow \varepsilon}$	$2850 + 3520(\chi_{Fe} - \chi_{Si})$ (J/mol)
$\Delta \Omega_{MnSi}^{Y \rightarrow \varepsilon}$	1780 (J/mol)
$\Delta \Omega_{MnC}^{Y \rightarrow \varepsilon}$	26910 (J/mol)
$\Delta G_{mg}^{Y \rightarrow \varepsilon}$	$\Delta G_{mg}^{\varepsilon} - \Delta G_{mg}^Y$
ΔG_{mg}^{φ}	$f(T/T_N^{\varphi})RT \ln(1 + \beta^{\varphi}/\mu_B)$ $\varphi = \gamma, \varepsilon$
$f(T/T_N^{\varphi})$	$1 - \frac{79\tau^{-1} + \frac{474}{497}[\frac{1}{P} - 1] \left[\frac{\tau^2}{6} + \frac{\tau^9}{135} + \frac{\tau^{15}}{600} \right]}{D}$ (J/mol) para $\tau \leq 1$ ($\tau = T/T_N^{\varphi}$); $- \frac{[\frac{\tau^{-5}}{10} + \frac{\tau^{-15}}{315} + \frac{\tau^{-25}}{1500}]}{D}$ (J/mol) para $\tau > 1$ Para qualquer φ , $P = 0,28$, $D = 2,34$
β^Y/μ_B	$0,7\chi_{Fe} + 0,62\chi_{Mn} - 0,64\chi_{Fe}\chi_{Mn} - 4\chi_C$ (J/mol)
$\beta^{\varepsilon}/\mu_B$	$0,62\chi_{Mn} - 4\chi_C$ (J/mol)
T_N^Y	$251,71 + 681\chi_{Fe} - 1575\chi_{Fe} - 1740\chi_{Fe}$ (K)
T_N^{ε}	$580\chi_{Mn}$ (K)

$$EFE (Fe - Mn) = -0,0008(\%Mn)^3 + 0,0751(\%Mn)^2 - 0,7346(\%Mn) + 14,13 \quad (4.4)$$

4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura

A microestrutura das condições estudadas foi caracterizada por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um equipamento FEI Modelo Inspect S50, com analisador EDS (espectrômetro de raios X por energia dispersiva) EDAX acoplado para a identificação e semiquantificação dos elementos químicos presentes. As amostras foram preparadas de acordo com procedimento metalográfico convencional, envolvendo seccionamento, embutimento a quente, lixamento em lixas de #100, #240, #320, #400, #600 e #1000, e polimento com pasta de diamante de 9 μ m, 3 μ m, 1 μ m e solução OPS durante 3 min. Posteriormente, as amostras foram submetidas a ataque químico com o reativo nital 2%, para análise dos constituintes desenvolvidos.

Com o analisador EDS acoplado ao microscópio eletrônico de varredura, foi possível avaliar de maneira qualitativa o comportamento do particionamento de manganês na austenita retida (γ_R) a partir da determinação dos elementos químicos presentes na microestrutura e relacioná-lo com a estabilidade alcançada por essa fase.

4.8 Microscopia Eletrônica de Transmissão

A microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi realizada em um microscópio FEI Modelo Tecnai G2-20 - SuperTwin FEI com filamento LaB₆ e aceleração de 200 kV. As amostras foram submetidas às etapas de corte, lixamento e polimento até a espessura de aproximadamente 100 μm . Posteriormente, foram cortadas no formato de discos de 3 mm de diâmetro e polidos mecanicamente até a espessura final de aproximadamente 50 μm . As amostras foram então polidas eletroliticamente em um equipamento TENUPOL® (25V a -20°C) com uma solução de ácido perclórico em etanol (95% vv).

4.9 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)

Para a observação da microtextura foi realizada análise por EBSD (difração por elétrons retroespalhados), acoplado ao microscópio eletrônico de varredura FEI Modelo Inspect S50, após procedimento metalográfico convencional finalizado com polimento na politriz automática MiniMet® em sílica coloidal 0,04 μm por 90 min seguido de OPS por 10 min. As análises de orientação cristalográfica do material foram realizadas no intuito de possibilitar a determinação da orientação cristalográfica e a microestrutura dos grãos individuais em um agregado policristalino na sessão longitudinal ao longo da espessura.

Os cálculos de microtextura, realizados no software OIM AnalysisTM (*Orientation Image Microscopy*) TSL EDAX, foram utilizados para avaliar a microtextura/textura da martensita (α') e da austenita. As ferramentas utilizadas incluem os mapas de figuras de polo inversas e das funções da distribuição de orientação cristalina (FDOCs) nas seções constantes em $\varphi_2 = 45^\circ$ e $\varphi_2 = 65^\circ$ do espaço de Euler. As FDOCs foram calculadas usando o método de Bunge, assumindo uma amostra de simetria ortotrópica.

4.9.1 Distribuição característica dos contornos de grão

A distribuição característica dos contornos de grão foi estudada a partir da ferramenta analítica de distribuição característica do contorno de grão (*grain boundary character distribution* - GBCD), estimando as frações numéricas dos contornos de grão de alto ângulo (*high angle grain boundary* - HAGB), aqueles com desorientação $>15^\circ$, e de baixo ângulo (*low angle grain boundary* - LAGB), com desorientação entre 2° e 15° [101]. Também foram estimados a relação de coincidência de sítios de rede (*coincidence site lattice* - CSL), uma classe especial de contornos de alto ângulo com eixos especiais e ângulo de desorientação [101], aplicando o sistema de notação sigma usando os contornos até $\Sigma 29$, relevantes no estudo de materiais policristalinos [104].

4.10 Ensaio de Dureza

A dureza das condições estudadas foi medida por meio do método Vickers em um microdurômetro Futuretec Modelo FM700. Os testes foram realizados em 20 pontos distintos de cada amostra, ao longo da espessura na seção longitudinal, com carga de 2,94 N por 10 s, de acordo com a norma ASTM E92-16 [122].

4.11 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração foram realizados de acordo com a norma NBR 6152- 1:2002 [123], em uma máquina universal de ensaios Instron Modelo 5582, com sistema de controle e aquisição de dados BlueHill 2, empregando um extensômetro Instron Modelo 2630-102, com base de medida de 10mm e uma taxa de deformação inicial de $0,001s^{-1}$. Três corpos de prova para cada condição, retirados paralelamente à direção de laminação, foram confeccionados em dois formatos: cilíndricos para as condições laminado a morno e em chapa para o material laminado a frio seguido de recozimento intercrítico a $600^\circ C$ por 30 min (condição que apresentou maior percentual de austenita retida dentre as recozidas) conforme norma ASTM A370-15 [124], cujas dimensões são exibidas na figura 4.11. Foram elaboradas curvas tensão *versus* deformação para determinação das propriedades

relacionadas à resistência mecânica e ductilidade do material e avaliar a ocorrência do efeito TRIP devido à deformação.

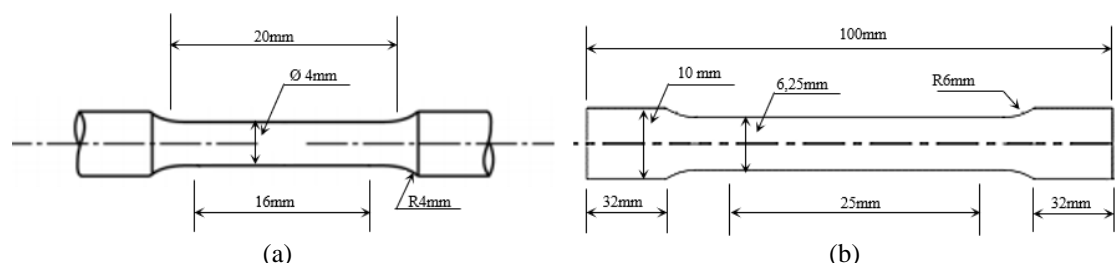


Figura 4.11 - Corpos de provas de tração de dimensões *subsize* (a) cilíndrico para as amostras laminadas a morno e (b) retangular para as amostras laminadas a frio e recozidas.

Para a determinação dos expoentes de encruamento (n) foi utilizada a abordagem do critério de *Considère* (critério da formação da estrição), descrito por Dieter [125], a partir das curvas tensão *versus* deformação verdadeiras, no qual o valor de n é dado a partir da deformação uniforme verdadeira, determinada pelo ponto no qual a taxa de encruamento se iguala à tensão, conforme representado na figura 4.12. Uma suavização logarítmica de 300 pontos foi aplicada.

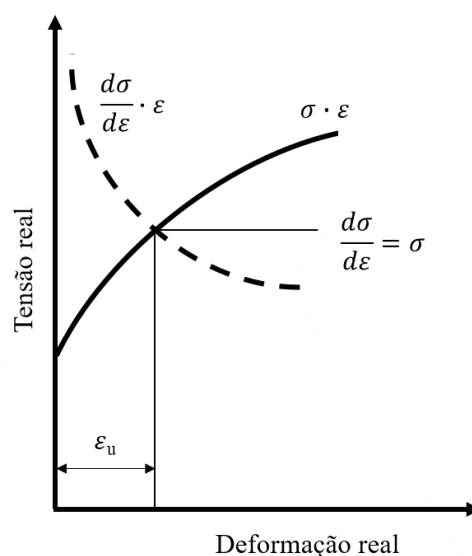


Figura 4.12 - Representação gráfica da determinação do expoente de encruamento pelo critério de *Considère* [125].

Para realizar uma comparação entre as propriedades mecânicas exibidas pelo material pelas duas rotas de processamento, obtidas por meio do ensaio de tração, os valores de

alongamento total foram normalizados de acordo com a equação de Oliver (equação 4.2) [126], devido às diferentes medidas no comprimento útil dos corpos de prova.

$$A_2 = A_1 \left(\frac{K_1}{K_2} \right)^{0,4} \quad (4.2)$$

A_1 e A_2 correspondem ao alongamento dos corpos de prova laminado a morno e recozido respectivamente, assim como K_1 e K_2 designam as razões de proporcionalidades das diferentes dimensões dos corpos de prova e podem ser calculados a partir da equação 4.3. L_1 e L_2 referem-se aos valores do comprimento útil das amostras laminadas a morno e recozidas, assim como S_1 e S_2 às áreas das seções transversais das mesmas, respectivamente.

$$K_1 = \left(\frac{L_1}{\sqrt{S_1}} \right) \text{ e } K_2 = \left(\frac{L_2}{\sqrt{S_2}} \right) \quad (4.3)$$

5 RESULTADOS

Neste capítulo são exibidos os resultados dos ensaios e técnicas realizados no aço 8Mn submetido à rota de processamento convencional, em todas as condições, e à laminação a morno. Especificamente, os dados referentes à técnica de microscopia eletrônica de transmissão e ensaio de tração (5.5 e 5.7) são referentes à condição que exibiu uma maior fração de austenita retida à temperatura ambiente na rota convencional (recozido intercriticamente a 600°C por 30 min) e ao laminado a morno, a título de comparação.

5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

5.1.1 Estado inicial (como fundido) e homogeneizado

As micrografias do aço 0,08C-8Mn obtidas por meio de microscopia ótica e eletrônica de varredura nas condições como fundido (estado inicial) e homogeneizado são exibidas nas figuras 5.1 e 5.2. Observa-se, em ambas as condições, uma estrutura ultrafina, composta predominantemente por martensita e alguns carbonetos dispersos. Nota-se, no material homogeneizado, uma estrutura mais refinada quando comparada ao material no estado inicial.

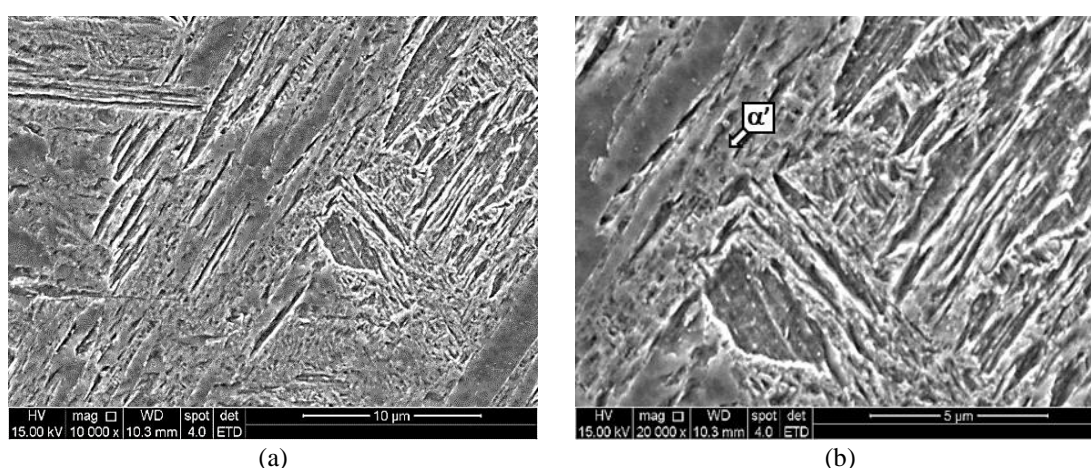


Figura 5.1 - Micrografias eletrônicas de varredura do material como fundido (estado inicial) com aumentos distintos.

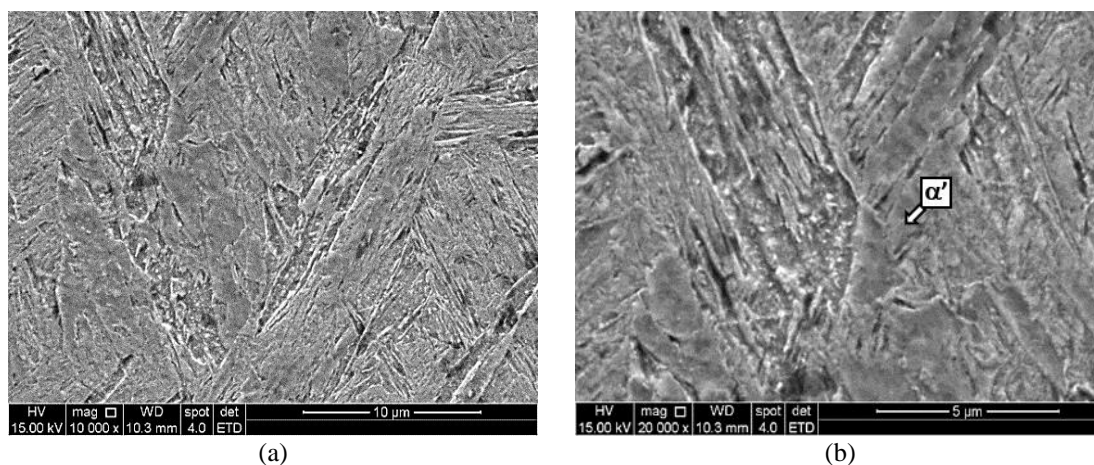


Figura 5.2 - Micrografias eletrônicas de varredura do material homogeneizado a 1100°C por 2 h com aumentos distintos.

5.1.2 Laminado a quente, a frio e recozido

No material submetido à laminação a quente, conforme indicado na figura 5.3, observa-se uma estrutura predominantemente martensítica, caracterizada por sua morfologia acentuadamente acicular.

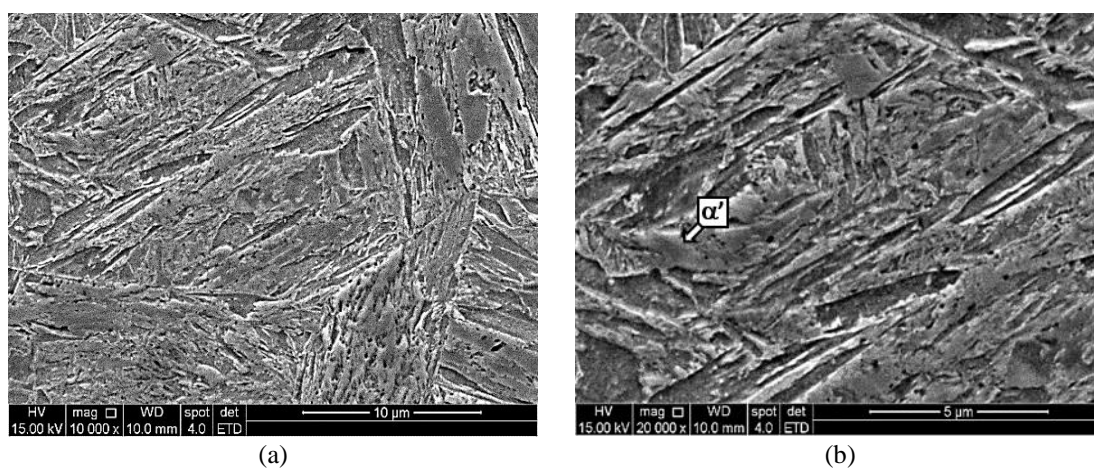


Figura 5.3 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a quente com aumentos distintos.

Por sua vez, após a laminação a frio, a microestrutura do material (Fig. 5.4) exibe uma martensita de morfologia significativamente deformada, alinhada de acordo com a direção de laminação.

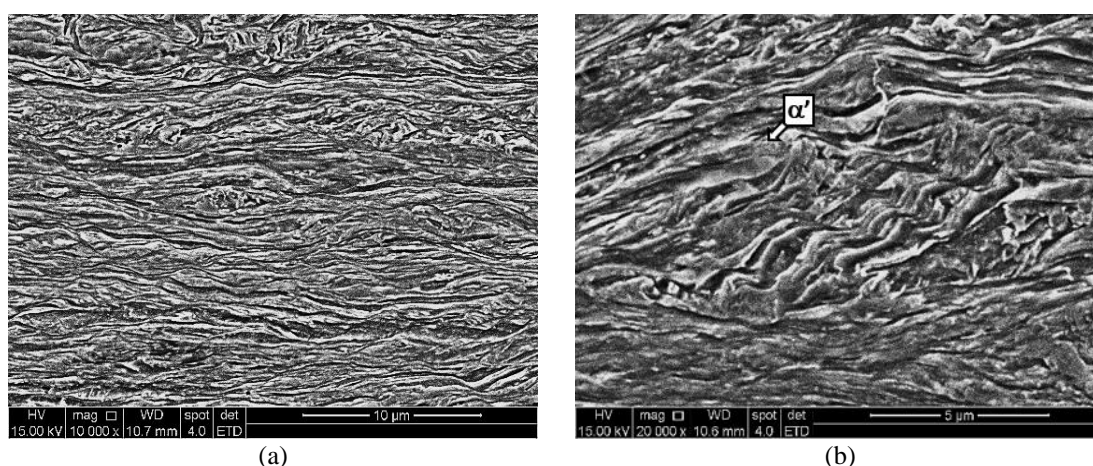


Figura 5.4 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a frio com aumentos distintos.

Nas figuras 5.5 a 5.7 são mostradas as microscopias eletrônicas de varredura das amostras submetidas a tratamento intercrítico após laminação a frio, nas temperaturas de 600°C, 650°C e 680°C por 30 min, 2 h e 24 h, respectivamente. Na temperatura de recozimento intercrítico de 600°C, observa-se uma microestrutura que preserva um certo alinhamento oriundo da laminação, composta por martensita, ferrita e austenita retida, conforme indicado na figura 5.5.

Alguns autores demonstraram anteriormente que a austenita apresenta uma maior propensão de ser atacada quimicamente do que a ferrita/martensita em aços médio Mn recozido intercriticamente [9,15,40,127]. Com o aumento do tempo de recozimento percebe-se, de forma qualitativa, a diminuição da austenita retida, assim como uma mudança da morfologia, tornando-se progressivamente mais grosseira.

Com o aumento da temperatura para 650°C (fig. 5.6), no tempo de 30 min, a microestrutura exibe martensita, ferrita e austenita retida, com uma morfologia ligeiramente heterogênea. Ao elevar o tempo de tratamento para 2 h, verifica-se, de forma qualitativa, uma diminuição expressiva de austenita retida e aumento do tamanho de grão. Finalmente, em 24 h, a microestrutura apresenta-se predominantemente composta por martensita e ferrita. A microestrutura da condição de recozimento a 680°C em todos os tempos de tratamento (fig. 5.7), por sua vez, é formada por poucas porções de ferrita, no entanto predominantemente de martensita que, com a elevação do tempo, torna-se mais grosseira com considerável aumento do tamanho de grão.

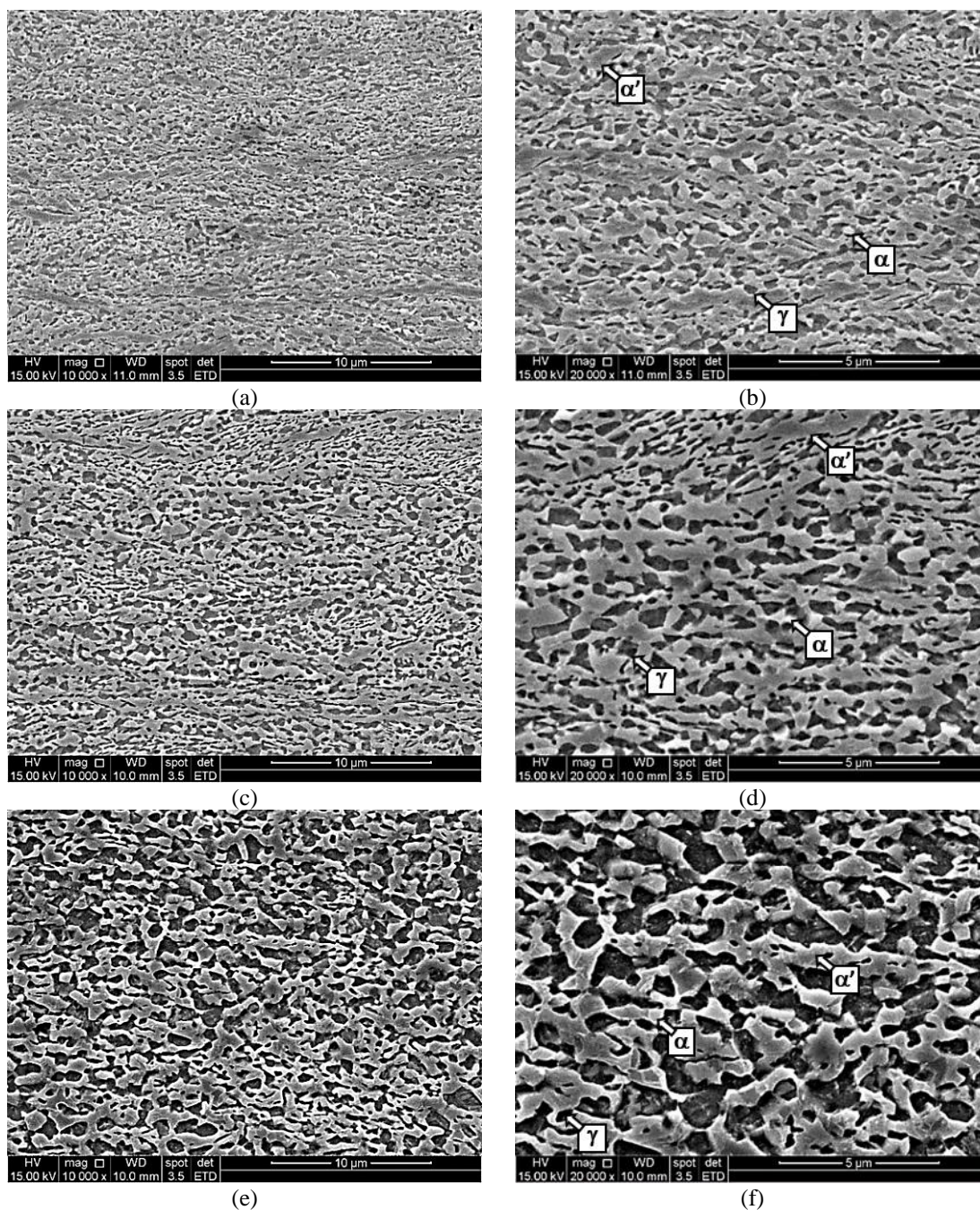


Figura 5.5 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a frio e submetido a recozimento intercrítico a 600°C nos tempos de (a e b) 30 min, (c e d) 2 h e (e e f) 24 h com resfriamento em água.

De maneira geral, dentre as condições recozidas, percebe-se uma evolução da microestrutura com o aumento da temperatura e do tempo, evidenciada pela alteração na morfologia dos grãos para uma estrutura não-deformada, ou seja, mais equiaxial, oriunda de uma maior recristalização durante o aquecimento, assim como uma redução na presença de austenita retida e aumento do tamanho de grão da estrutura ultrafina [112].

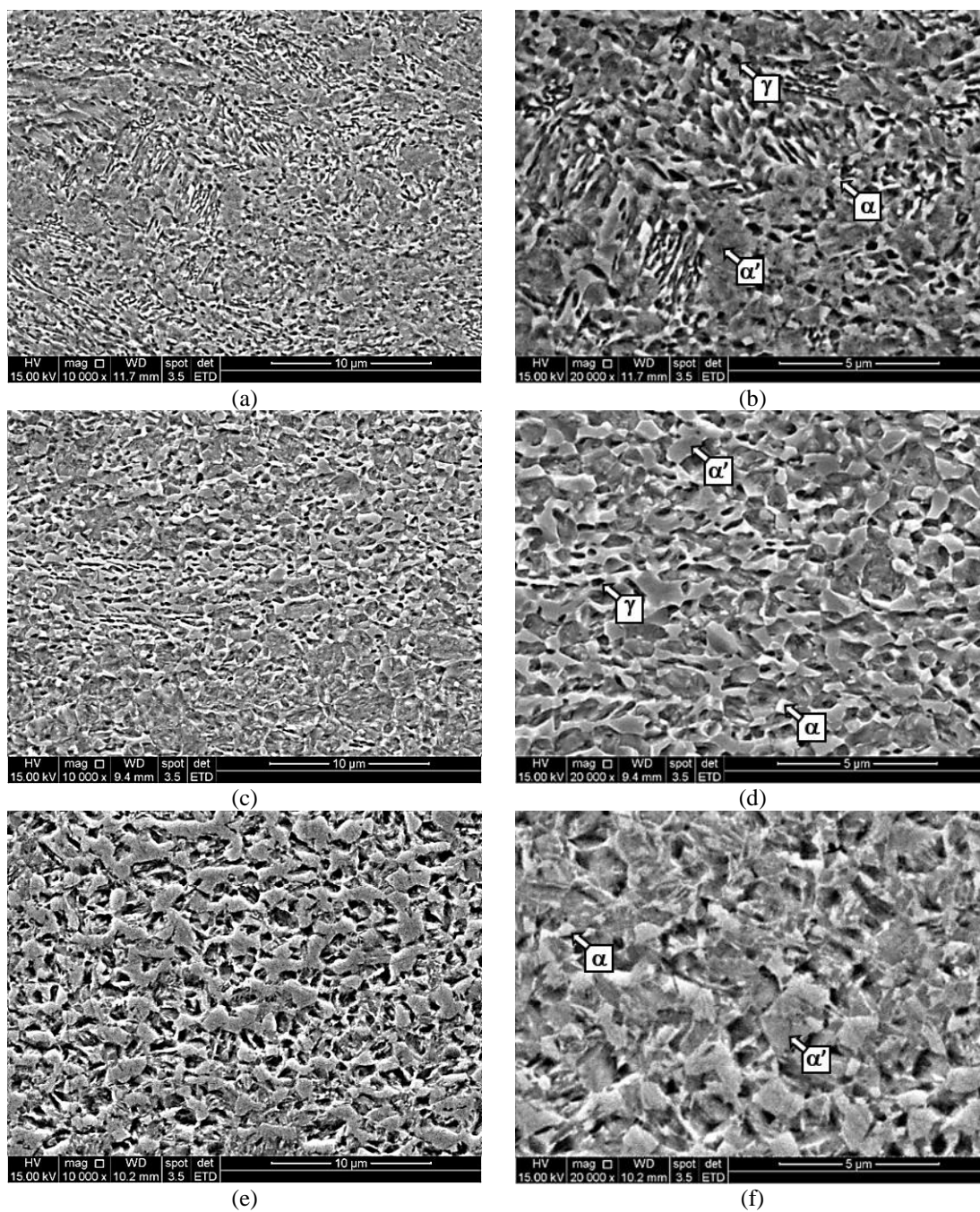


Figura 5.6 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a frio e submetido a recozimento intercrítico a 650°C nos tempos de (a e b) 30 min, (c e d) 2 h e (e e f) 24 h com resfriamento em água.

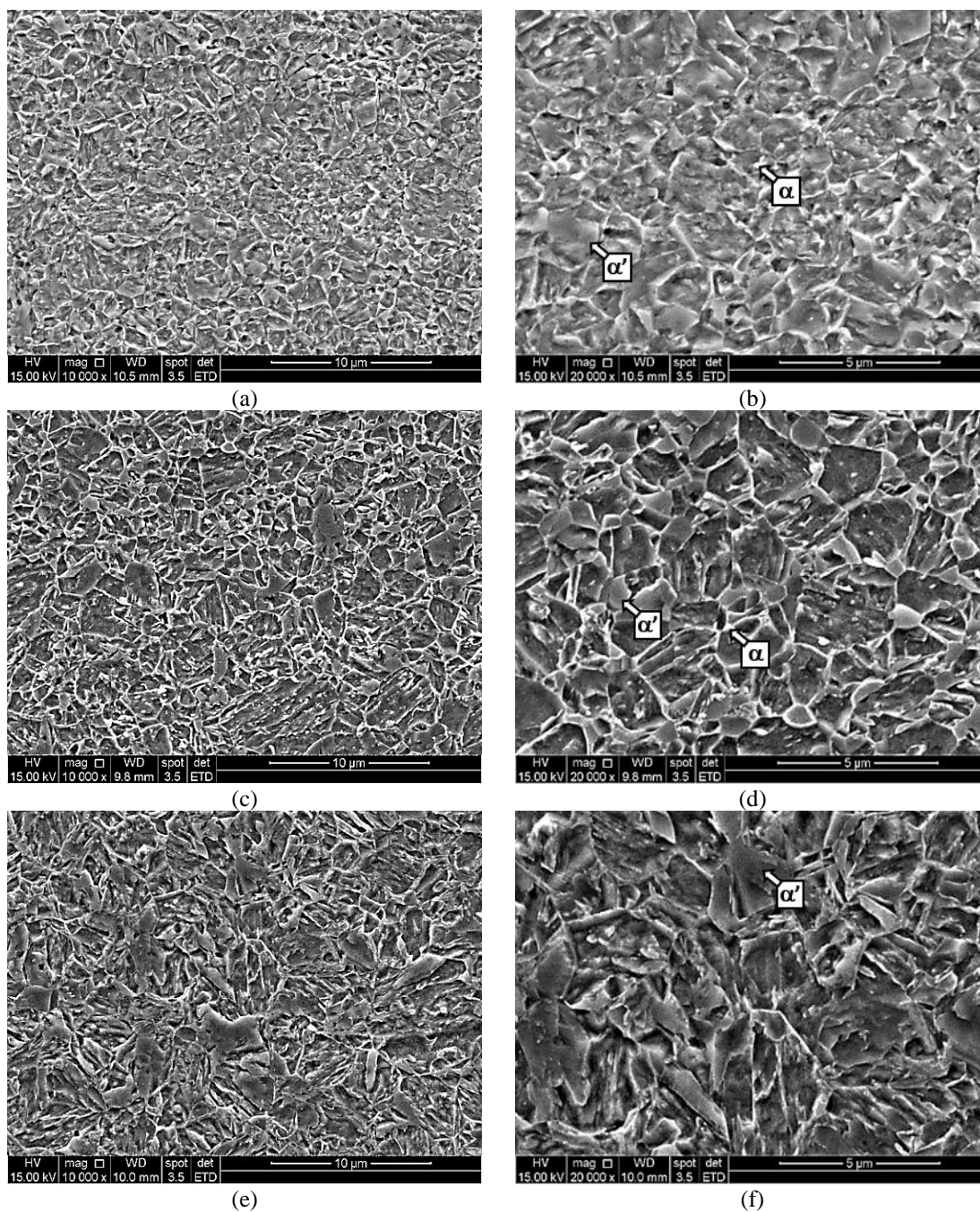


Figura 5.7 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a frio e submetido a recozimento intercrítico a 680°C nos tempos (a e b) 30 min, (c e d) 2 h e (e e f) 24 h com resfriamento em água.

5.1.3 Laminado a morno

A partir da laminação a morno (Fig. 5.8) obteve-se uma microestrutura refinada e distorcida, consistindo em martensita, ferrita e austenita retida. A morfologia da estrutura apresenta-se heterogênea, com algumas lamelas alinhadas com a direção de laminação, enquanto que outras regiões possuem formato ondulado.

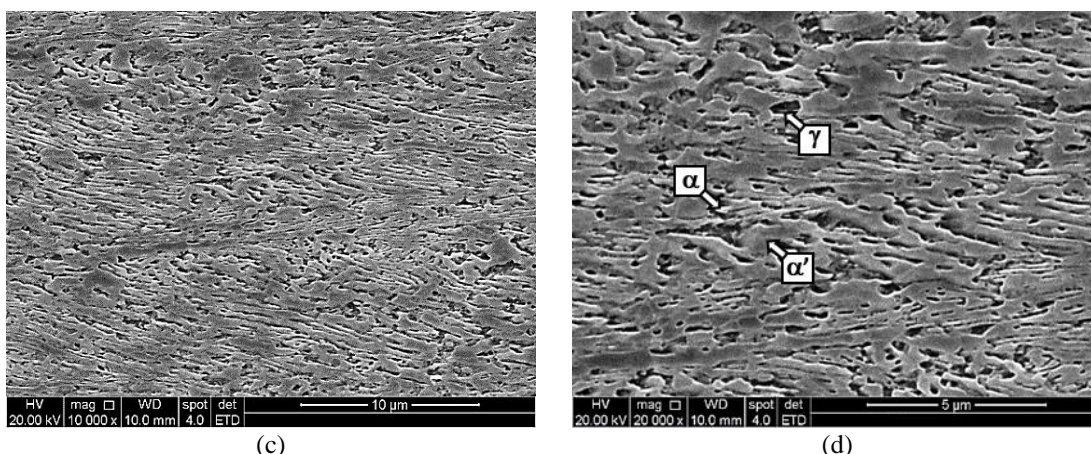


Figura 5.8 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn laminado a morno com aumentos distintos.

5.2 Difração de Raios X

Os resultados das análises por difração de raios X nas amostras no estado inicial (fundido) e submetida a tratamento térmico de homogeneização são exibidos nos difratogramas da figura 5.9. Observa-se que, de forma qualitativa, no estado inicial a estrutura é predominantemente composta por ferrita/martensita (α/α') e no material homogeneizado (Fig. 5.9b) estão presentes majoritariamente picos correspondentes às fases ferrita/martensita (α/α') e um pico de austenita (γ).

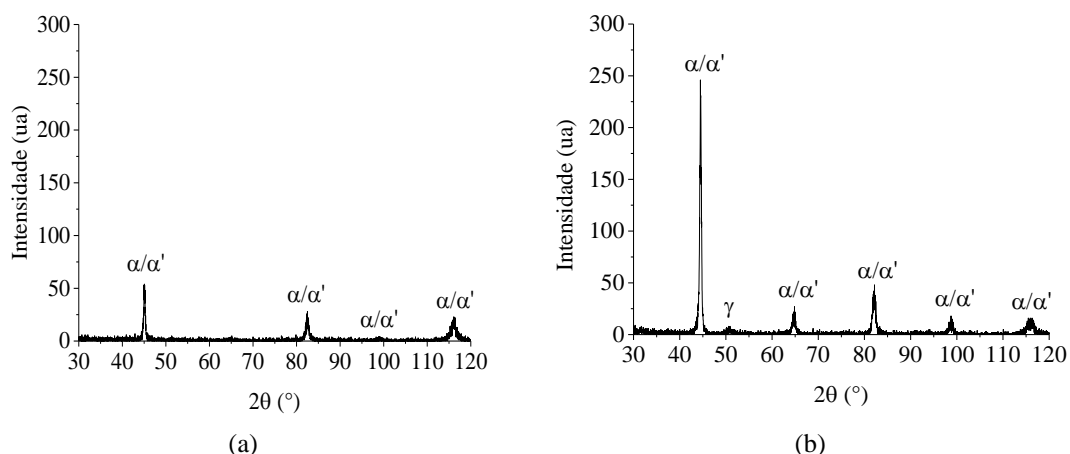


Figura 5.9 - Difratogramas do aço 8Mn (a) fundido (estado inicial) e (b) homogeneizado.

Na figura 5.10 são mostrados os difratogramas do material após laminação a quente e laminação a frio. De forma semelhante ao material homogeneizado, as mesmas fases foram identificadas no material laminado a quente (Fig. 5.10a). No material submetido à

laminação a frio (Fig. 5.10b), o difratograma exibe a maioria dos picos condizentes com as fases ferrita/martensita (α/α'), e apenas um pico correspondente à austenita (γ).

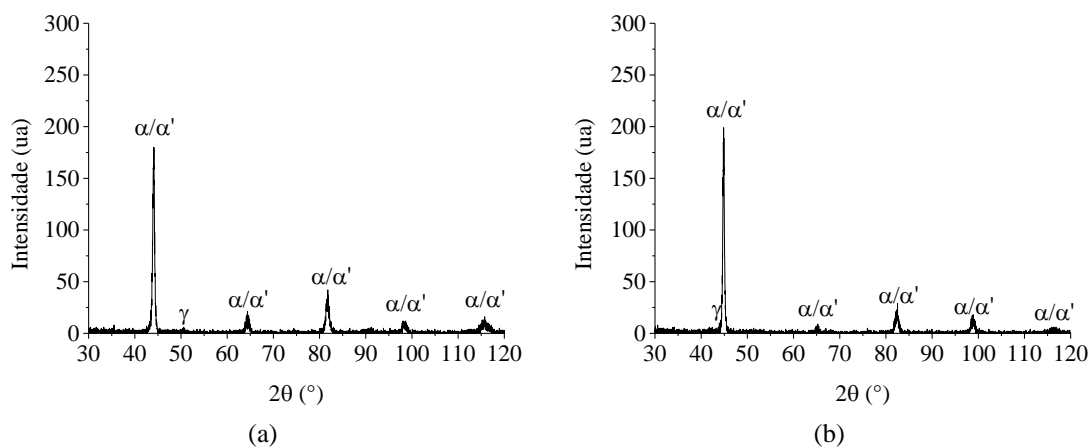


Figura 5.10 - Difratogramas do aço 8Mn (a) laminado a quente e (b) laminado a frio.

Nas figuras 5.11 a 5.13 são exibidos os gráficos da análise por difração de raios X das amostras laminadas a frio com recozimentos intercríticos subsequentes.

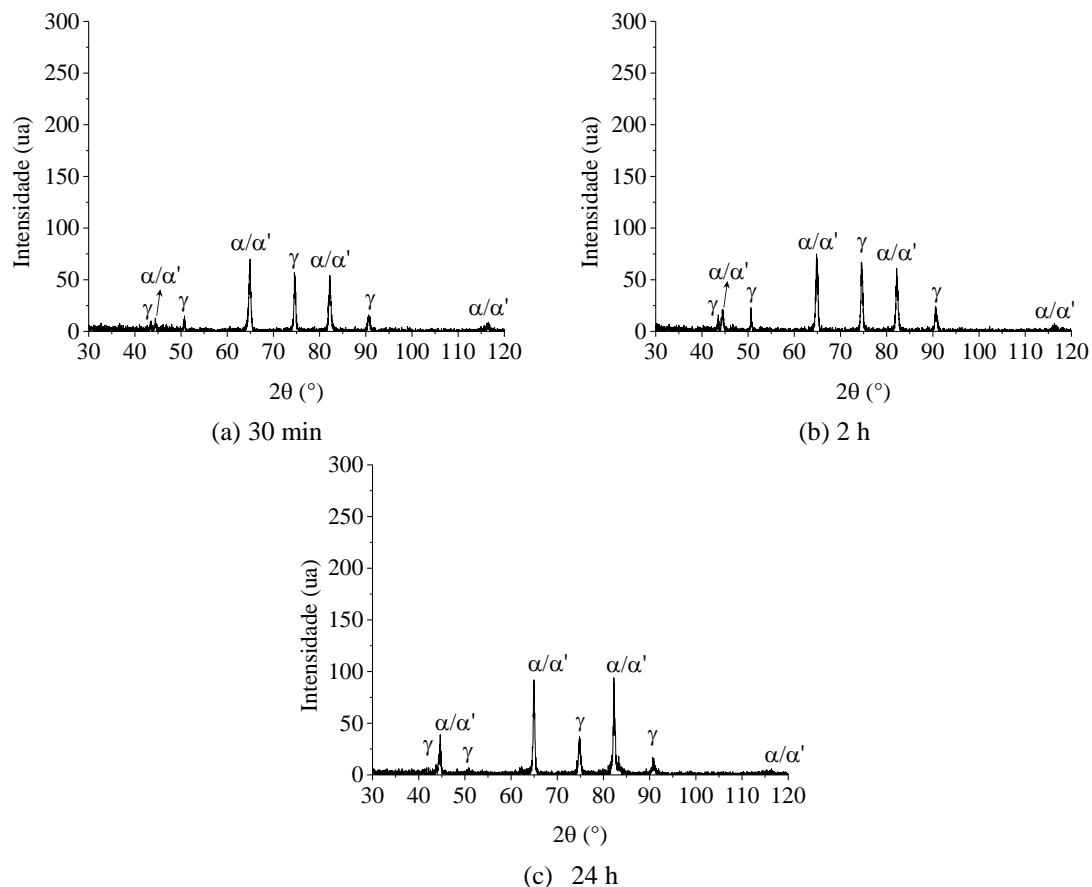


Figura 5.11 - Difratogramas do aço 8Mn laminado a frio e recozido a 600°C.

Da mesma forma que nas demais condições, estão presentes as fases ferrita/martensita (α/α') e austenita (γ) e verifica-se que, o aumento da temperatura e do tempo de recozimento intercrítico resultou, de maneira geral, em uma diminuição significativa da quantidade de picos de austenita. Tal comportamento pode estar associado à obtenção de uma maior estabilidade da austenita formada durante o tratamento térmico nas menores temperaturas utilizadas, devido principalmente ao particionamento de manganês para essa fase, a qual, no resfriamento subsequente, se mantém retida na estrutura do aço.

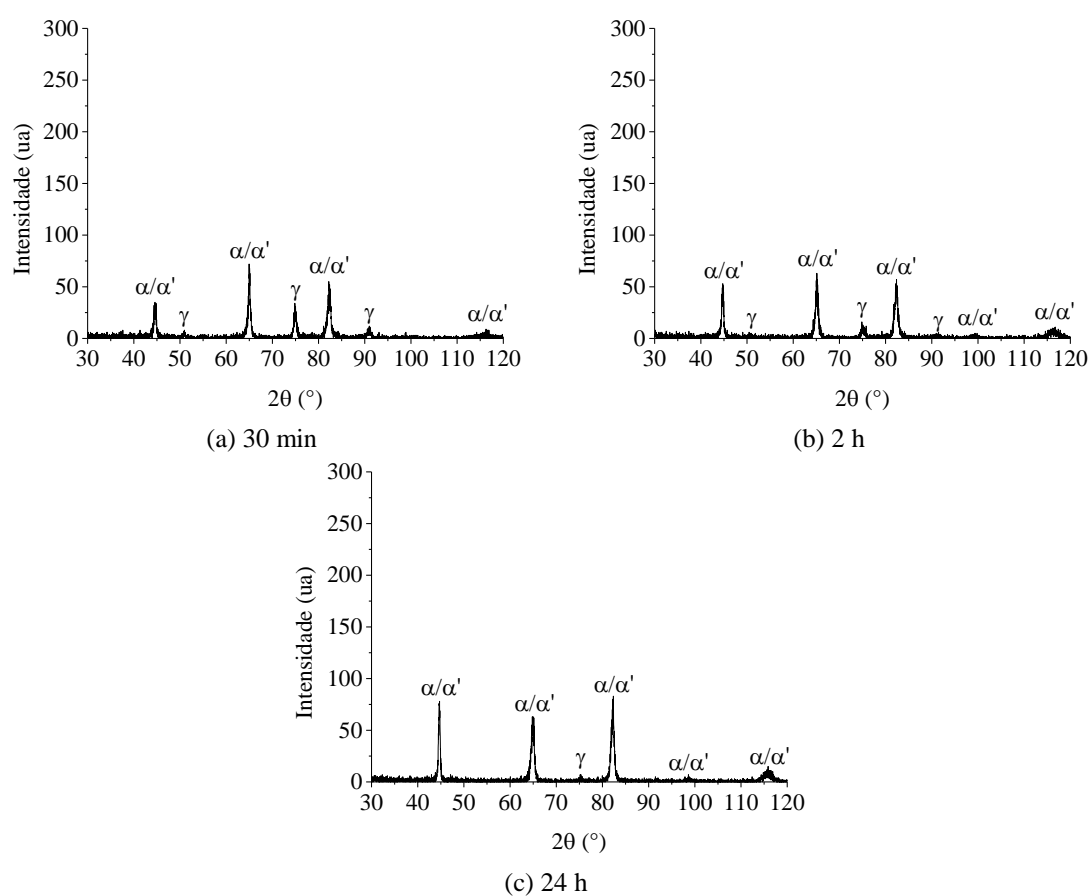


Figura 5.12 - Difratomogramas do aço 8Mn laminado a frio e recozido a 650°C .

Na figura 5.14 é mostrado o difratograma do material após laminação a morno, no qual nota-se, além dos picos correspondentes às fases ferrita/martensita (α/α'), um aumento na quantidade dos picos de austenita (γ) quando comparado com o material homogeneizado.

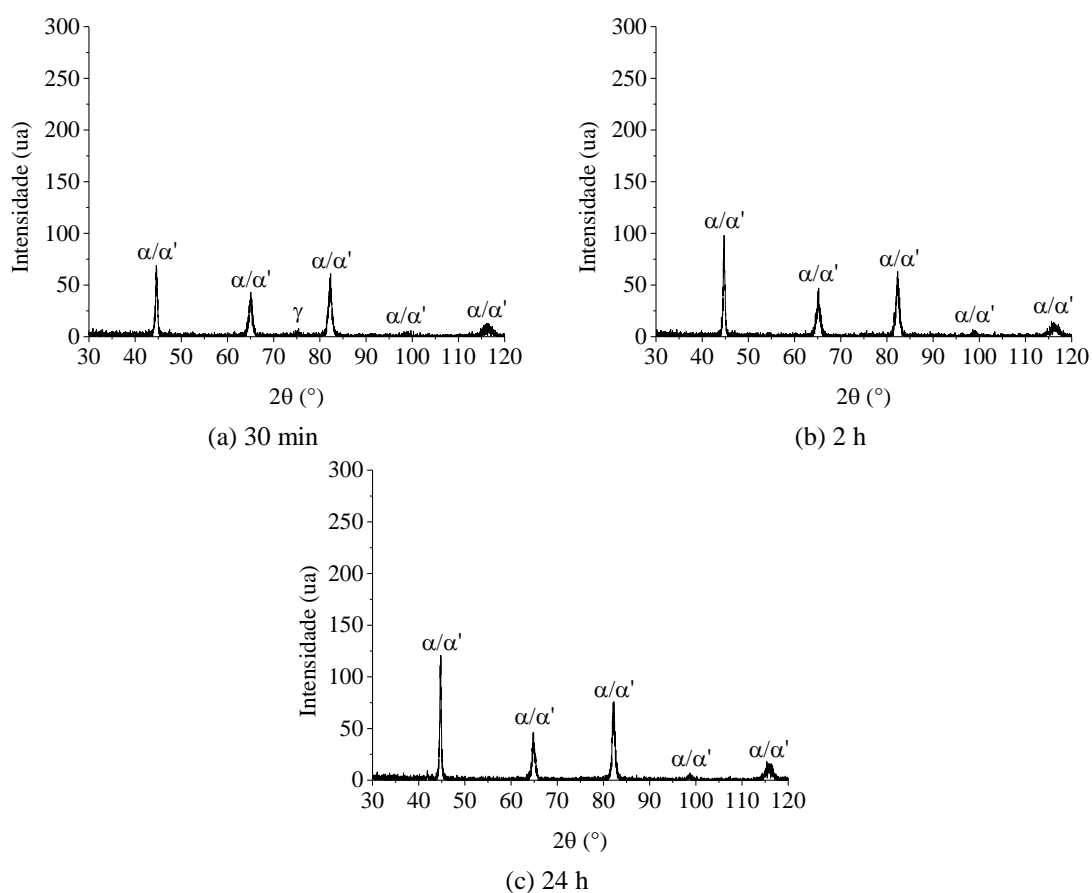


Figura 5.13 - Difratomogramas do aço 0,08C-8Mn laminado a frio e recozido a 680°C.

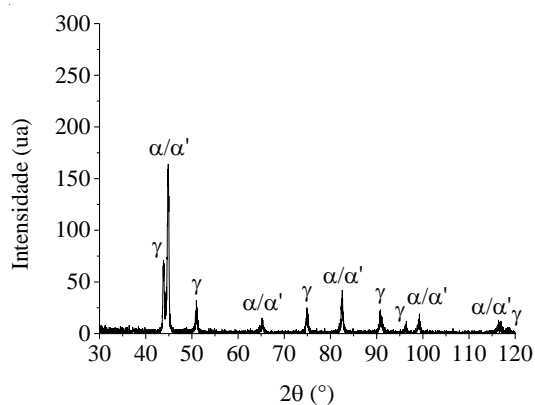


Figura 5.14 - Difrátograma do aço Mn laminado a morno.

5.2.1 Análise quantitativa das fases

Na tabela 5.1 estão relacionadas as quantidades relativas das fases presentes nas amostras no estado inicial, homogeneizada, laminada a quente e laminada a frio. De maneira geral, nessas condições não foram observadas quantidades significativas de austenita retida

suficientes para serem indicadas pela técnica.

Tabela 5.1 - Análise quantitativa das fases por difração de raios X nas amostras no estado inicial, homogeneizada, laminada a quente e laminada a frio.

Condição	% α/α'	% γ
Estado Inicial	100,0	-
Homogeneizado	100,0	-
Laminado a quente	98,0	2,0*
Laminado a frio	100	-

*Valor inferior ao mínimo necessário para a quantificação pelo método de integração da área dos picos.

A análise quantitativa para o material laminado a frio e recozido em temperaturas e tempos distintos e para o material laminado a morno é mostrada na tabela 5.2. A figura 5.15 representa graficamente o percentual de austenita retida nas condições recozidas.

Tabela 5.2 - Análise quantitativa das fases a partir da difração de raios X nas amostras recozidas após laminação a frio e na laminada a morno.

Processamento	Temperatura	Tempo	% α/α'	% γ
Recozimento intercrítico após laminação a frio	600°C	30 min	69	29
		2 h	74	26
		24 h	78	22
	650°C	30 min	81	19
		2 h	91	9
		24 h	99	1*
	680°C	30 min	99	1*
		2 h	100	-
		24 h	100	-
Laminado a morno	630°C	-	66	34

*Valor inferior ao mínimo necessário para a quantificação pelo método de integração da área dos picos.

Verifica-se, na temperatura de 600°C, percentuais significativos de austenita retida em todos os tempos de recozimento. Um aumento na temperatura de recozimento intercrítico para 650°C levou a uma diminuição na quantidade de austenita retida e, em 680°C não foram exibidos percentuais consideráveis. De maneira geral, observa-se uma tendência à diminuição do percentual de austenita retida com o aumento do tempo e da temperatura de recozimento. Comparando as condições recozidas com o material laminado a morno,

nota-se que este último apresentou uma maior fração de austenita retida (34%), o que pode significar uma estabilidade superior da austenita, dentre as condições estudadas.

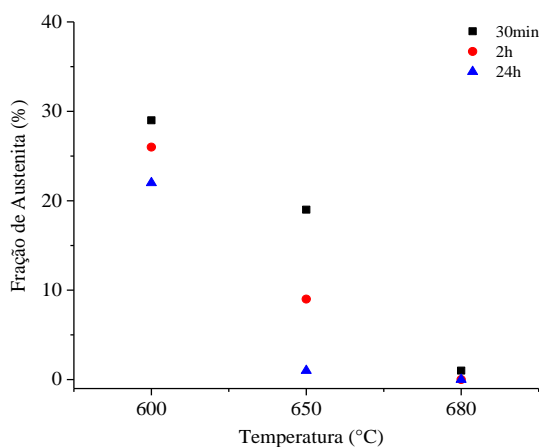


Figura 5.15 - Fração de austenita retida nas amostras laminadas a frio e recozidas.

De acordo com os resultados de análise quantitativa das fases, a condição da rota de processamento convencional, recozida a 600°C durante 30 min, apresentou a maior fração de austenita retida. Sendo assim, essa condição foi utilizada para comparações ao longo do trabalho com a condição laminada a morno.

Comparando a quantidade de cada fase estimada por Thermocalc (fig.4.3) e a fração volumétrica das fases determinada por difração de raios X, percebe-se que o equilíbrio previsto pelos cálculos termodinâmicos não foi alcançado nas condições experimentais. Uma razão para esse comportamento pode estar relacionada com o tempo insuficiente, tanto durante a laminação a morno a 630°C, quanto no recozimento intercrítico a 600°C por 30 min, para a formação de toda a austenita estimada. Outra razão possível é que parte da austenita existente na temperatura intercrítica, em ambas as rotas de processamento, pode ter sido transformada em martensita durante o resfriamento até a temperatura ambiente.

5.3 Textura Cristalográfica

5.3.1 Recozimento intercrítico

A figura 5.16 apresenta as microestruturas observadas por EBSD pela ferramenta figura de pólo inversa das amostras submetidas à rota de processamento envolvendo laminação a quente, a frio e recozimento intercrítico nas temperaturas de 600°C, 650°C e 680°C por 30 min, 2 h e 24 h.

As amostras, principalmente aquelas submetidas aos menores tempos e temperaturas de recozimento, apresentaram um baixo índice de indexação devido à presença considerável de defeitos na estrutura ultrafina deformada, como lacunas e deslocamentos, tornando-se difícil a obtenção de um alto índice de indexação no equipamento utilizado.

Observa-se, assim como nos resultados de microscopia eletrônica de varredura, um aumento do tamanho de grão com o aumento do tempo e da temperatura de recozimento. A textura apresenta-se com um certo grau de heterogeneidade com ligeira predominância de grãos com orientação (111). Nota-se que a heterogeneidade na orientação dos grãos aumenta com a temperatura e com o tempo de recozimento.

Na figura 5.17 são exibidas as microtexturas descritas pelas funções de distribuição de orientação para a sessão $\varphi_2 = 45^\circ$ da martensita nas amostras recozidas nas condições estudadas. Uma morfologia semelhante é exibida na textura de todas as amostras, característica de aços baixo carbono laminados a frio [90]. De maneira geral, as seções indicam uma textura composta pela componente cubo girado, (001)[-1-10] e (001)[1-10], de intensidades baixa a moderada e a predominância da fibra α (hkl)[110] com máximas intensidades em torno das componentes (223) [1-10] e (112) [1-10].

Com o aumento do tempo e da temperatura de recozimento, a fibra α desenvolve-se favoravelmente para fibra γ (111)[uvw], indicando uma maior fração recristalizada durante o aquecimento. A maior intensidade da fibra γ ocorre na componente (111) [-1-12], no material recozido a 650°C por 24 h (fig. 5.17f) e a 680°C por 2 h e 24 h. (fig. 5.17 g e i).

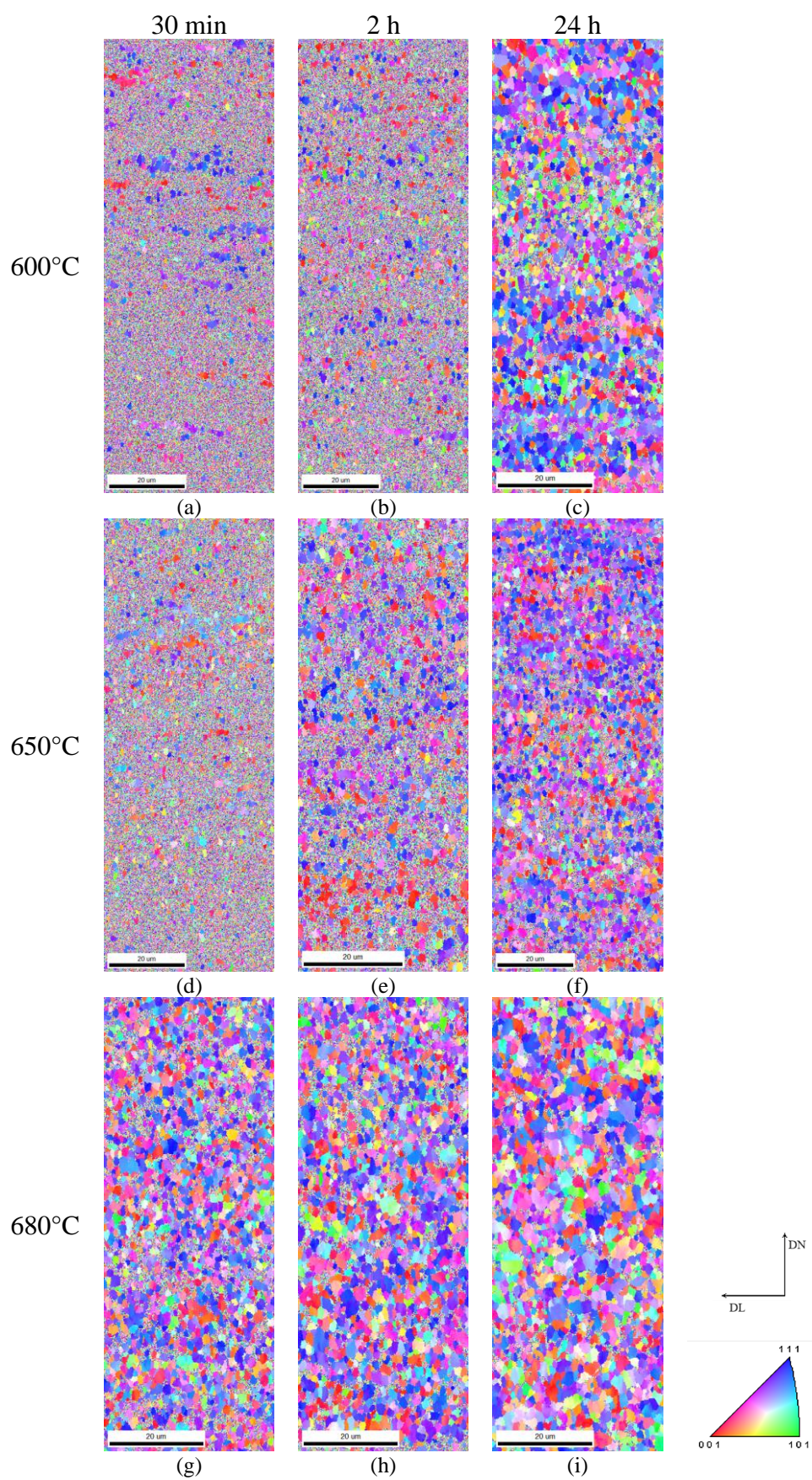


Figura 5.16 - Mapas de figura de polo inversa das amostras recozidas intercriticamente.

Por sua vez, as microtexturas para as seções $\varphi_2 = 0^\circ$, 45° e 65° da austenita, nas condições de 600°C por 30 min, 2 h e 24 h e de 650°C por 30 min e 2 h, são mostradas na figura 5.18 e 5.19, respectivamente. Essas condições são aquelas nas quais, a partir da quantificação por difração de raios X, foram identificados percentuais significativos de austenita.

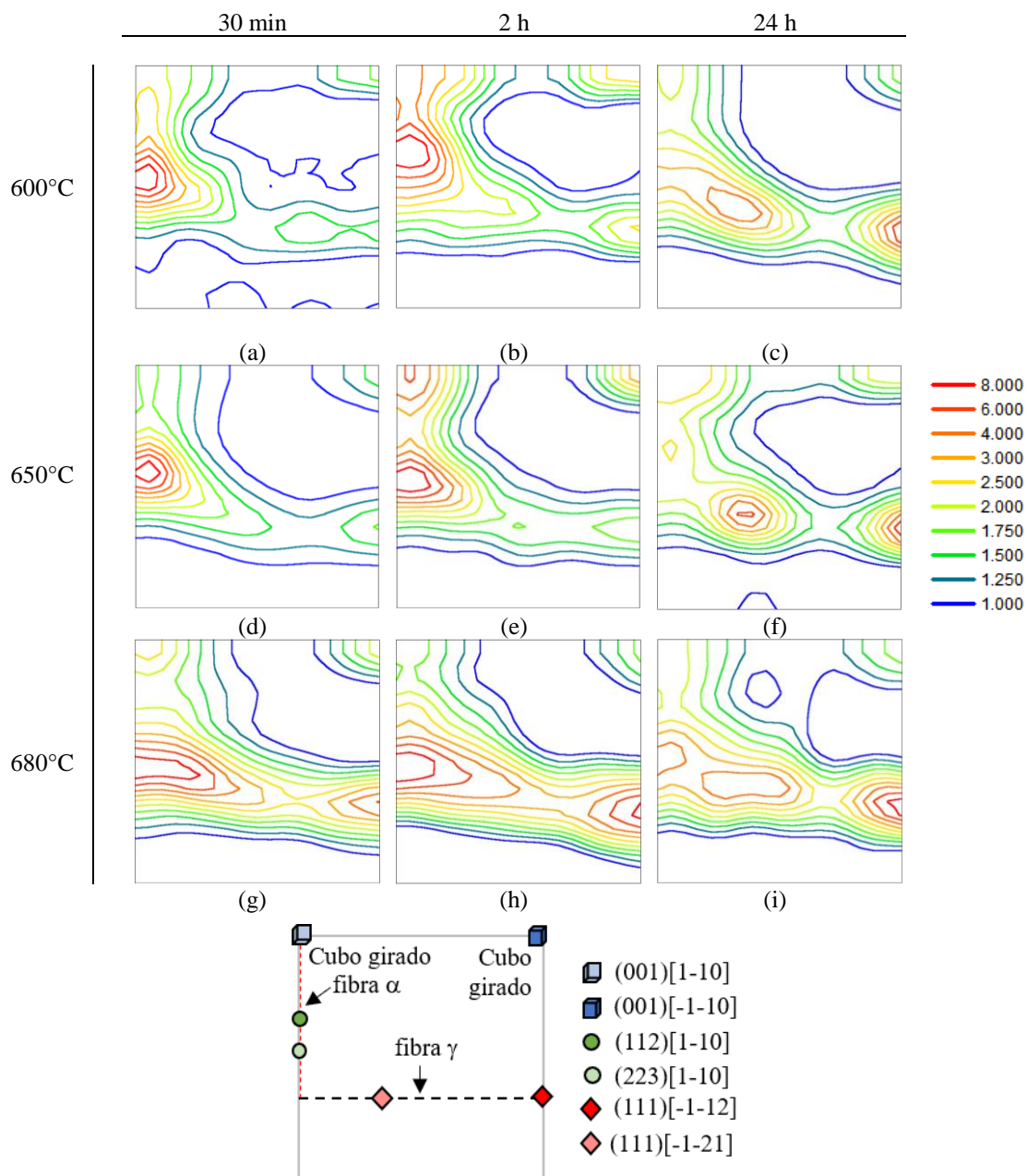


Figura 5.17 - Funções de distribuição de orientação das seções $\varphi_2 = 45^\circ$ da martensita para o material recozido intercriticamente.

Segundo Bhattacharya [8] as componentes mais importantes da textura de deformação da estrutura cfc são representados pelas sessões $\varphi_2=45^\circ$, enquanto que a fibra α e a componente S (123)[634] são melhor representadas por $\varphi_2=0^\circ$ e $\varphi_2=65^\circ$, respectivamente.

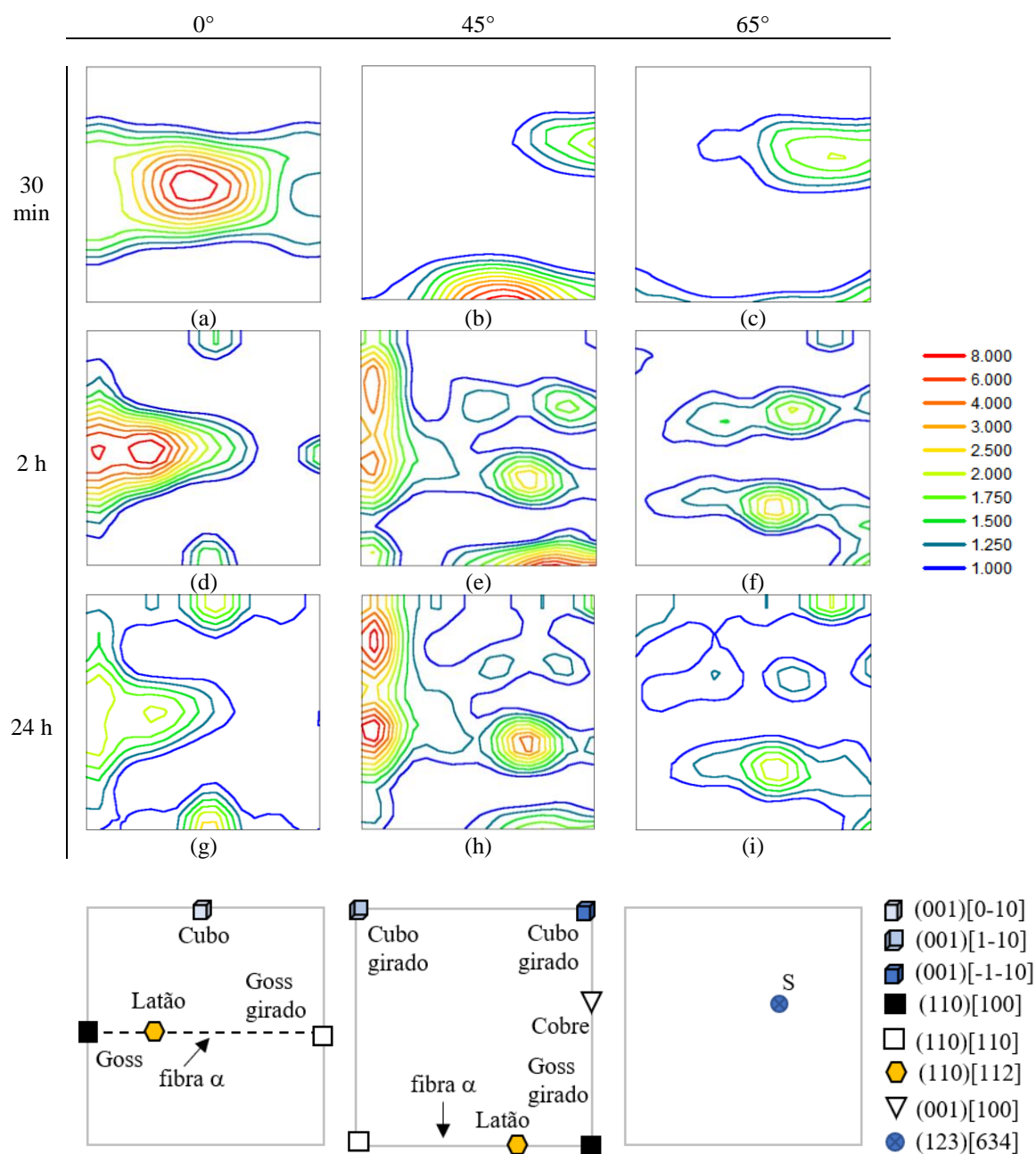


Figura 5.18 - Funções de distribuição da orientação para $\varphi_2 = 0^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ e $\varphi_2 = 65^\circ$ da austenita para o material recozido intercriticamente a 600°C por 30 min, 2 h e 24 h.

Nas seções $\varphi_2 = 0^\circ$ e 45° da fase austenita, observa-se uma componente latão (110) [-1-12] mais intensa na amostra recozida a 600°C por 30 min (fig. 5.18b). Com o aumento

do tempo para 2 h (fig. 5.18e), a componente latão se desenvolve para Goss (110) [001]. Ao elevar o tempo para 24 h (fig 5.18h), observa-se apenas a componente Goss com baixa intensidade, com forte supressão da componente latão. Comportamento similar foi observado nas amostras recozidas a 650°C (fig. 5.19 b e e).

Ao mesmo tempo, a componente cobre (112) [11-1] apresenta-se, de maneira geral, com uma baixa intensidade, e, na temperatura de 600°C, com o aumento do tempo, mostra-se discretamente menos desenvolvida. Uma fraca componente cubo (100)[-1-10] é apresentada nas amostras recozidas a 600°C por 2 h e 24 h, que não é identificada no tempo de 30 min e na temperatura de 650°C. Em $\varphi_2 = 65^\circ$, a componente S (123)[634] é observada com intensidade baixa a moderada em todas as condições estudadas.

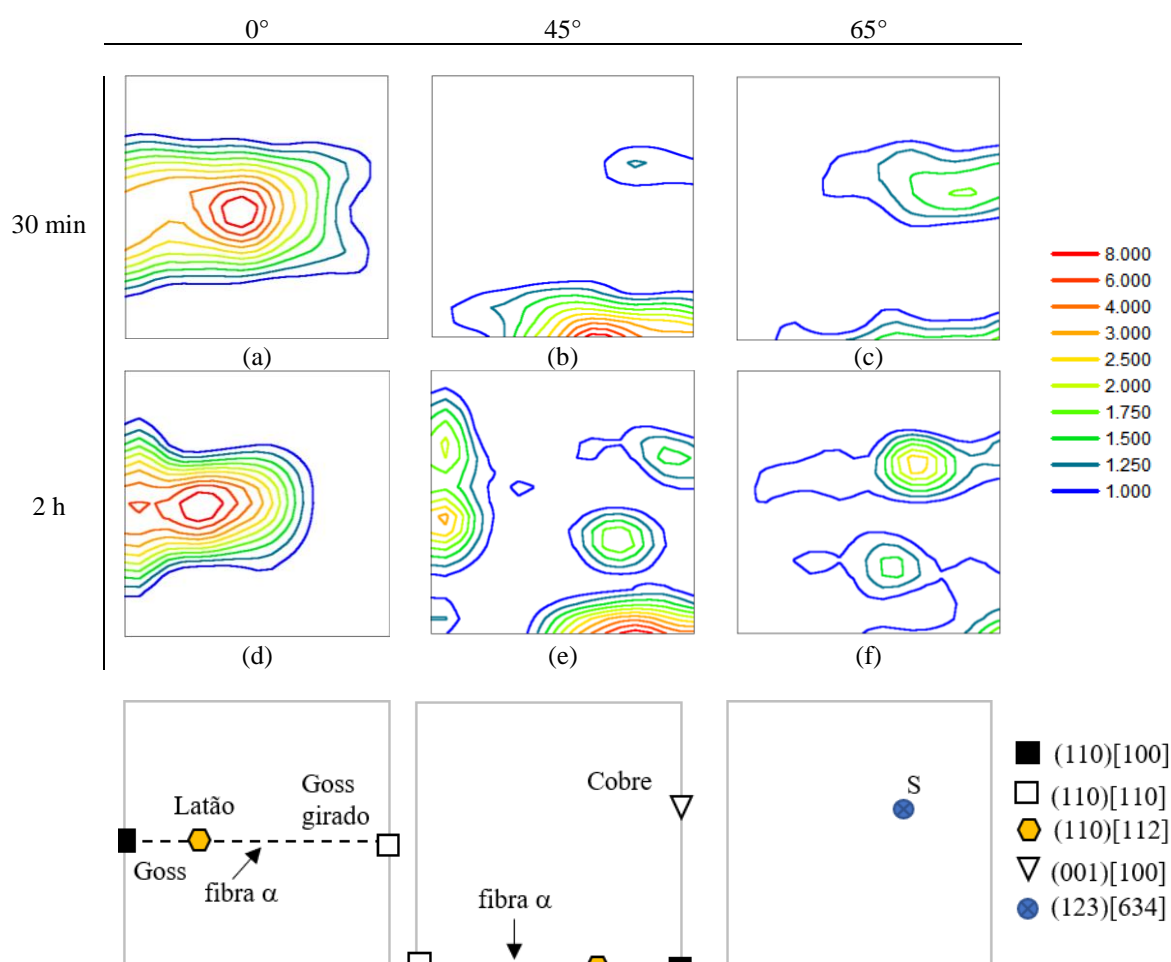


Figura 5.19 - Funções de distribuição da orientação para $\varphi_2 = 0^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ e $\varphi_2 = 65^\circ$ da austenita para o material recozido intercriticamente a 650°C por 30 min e 2 h.

5.3.2 Laminado a morno

As figuras 5.20 a 5.22 mostram a figura de polo inversa e a microtextura descrita pelas funções de distribuição de orientação para a seção $\varphi_2 = 45^\circ$ para a martensita, e seções $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$ e 65° para a austenita, do material laminado a morno. Nota-se, tal qual nas condições recozidas, um baixo índice de indexação na microestrutura analisada.

Assim como nas amostras recozidas após laminação a frio, a textura apresenta-se com um certo grau de heterogeneidade, com predominância de grãos com orientação (111) e (001). Observa-se também uma heterogeneidade na morfologia dos grãos, com regiões com grãos mais arredondados, enquanto que outras áreas apresentam-se mais deformadas.

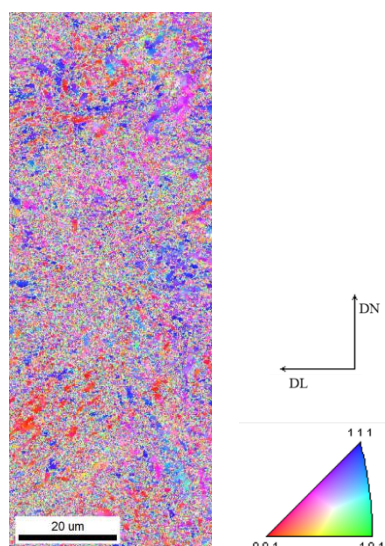


Figura 5.20 - Mapa de figura de polo inversa da amostra laminada a morno.

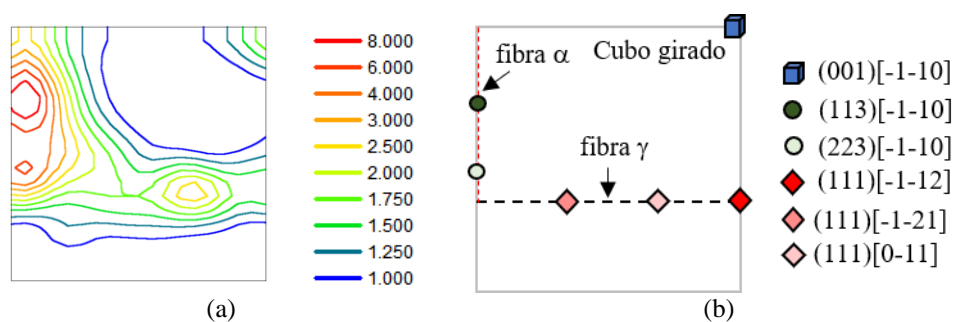


Figura 5.21 - (a) Função de distribuição de orientação da seção $\varphi_2 = 45^\circ$ da martensita do material laminado a morno e (b) representação das componentes de textura identificadas na seção.

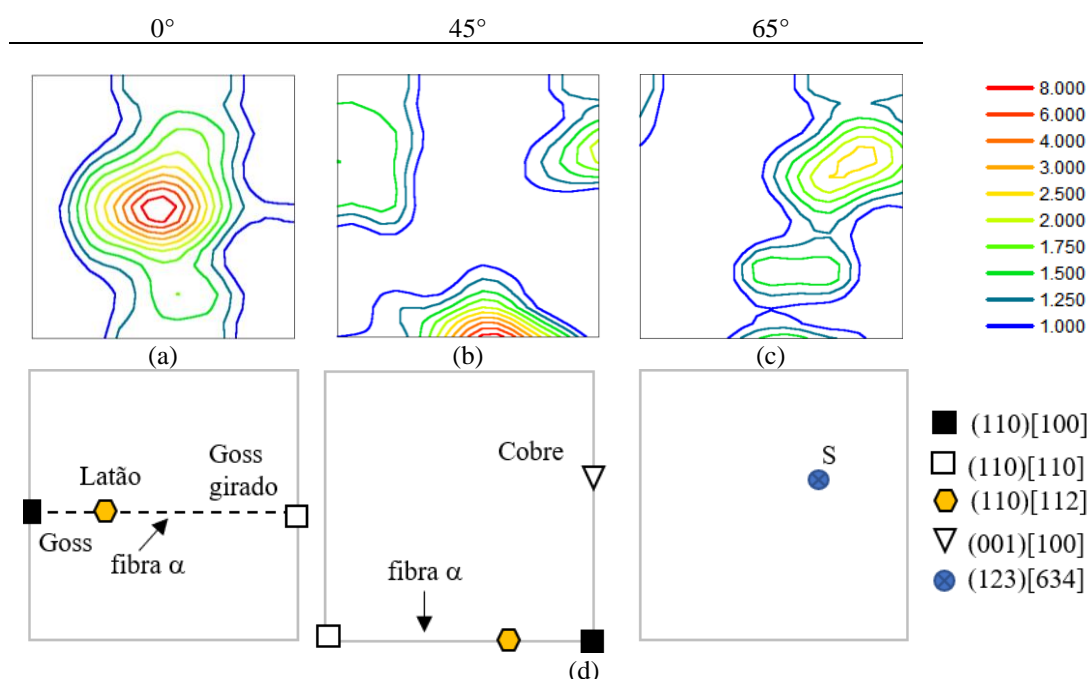


Figura 5.22 - (a) Funções de distribuição de orientação das seções $\varphi_2 = 0^\circ$, 45° e 65° da austenita para o material laminado a morno e (b) representação das componentes de textura identificadas em cada uma das seções.

Na sessão $\varphi_2 = 45^\circ$, a textura para a martensita no material laminado a morno (fig. 5.21) é composta por uma fraca componente cubo girado $(001)[-110]$. As componentes de alta intensidade $(113)[-1-10]$ e $(223)[-1-10]$ pertencentes à fibra α , características do material deformado [128], também são observadas. A fibra γ apresenta intensidade moderada caracterizada pela componente $(111)[0-11]$.

Nas sessões $\varphi_2 = 0^\circ$ e 45° da fase austenita (fig. 5.22a e b), observa-se a componente latão $(110)[1-12]$ mais acentuada, e com menor intensidade, a componente cobre $(112)[11-1]$ (Fig. 5.22b). Em $\varphi_2 = 65^\circ$ (fig. 5.22c) é ilustrada uma moderada componente S $(123)[634]$.

5.4 Distribuição Característica dos Contornos de Grão

5.4.1 Recozimento intercristico

A distribuição característica de contornos de grão e a fração numérica detalhada de contornos de grão CSL entre $\Sigma 3$ e $\Sigma 29$, correspondentes às figuras de polo inversas das

amostras recozidas, são exibidas nas figuras 5.23 e 5.24 a 5.26, respectivamente. Observa-se que as distribuições características dos contornos de grão exibem um comportamento similar, com uma maior fração dos contornos de alto ângulo ($> 15^\circ$) em percentuais, em sua maioria, acima de 60%, em detrimento dos contornos de baixo ângulo ($2^\circ < 15^\circ$), em praticamente todas as condições de recozimento estudadas.

Na figura 5.23, observa-se que, de maneira geral, o aumento da temperatura e do tempo de recozimento resultou em uma elevação da fração dos contornos de alto ângulo. De forma complementar, os contornos de grão de baixo ângulo apresentaram uma sutil redução de acordo com os mesmos parâmetros. Em relação aos contornos CSL, não se observou uma tendência nítida de comportamento em relação à variação da temperatura e/ou do tempo de recozimento, mantendo valores abaixo de 20% em todas as condições.

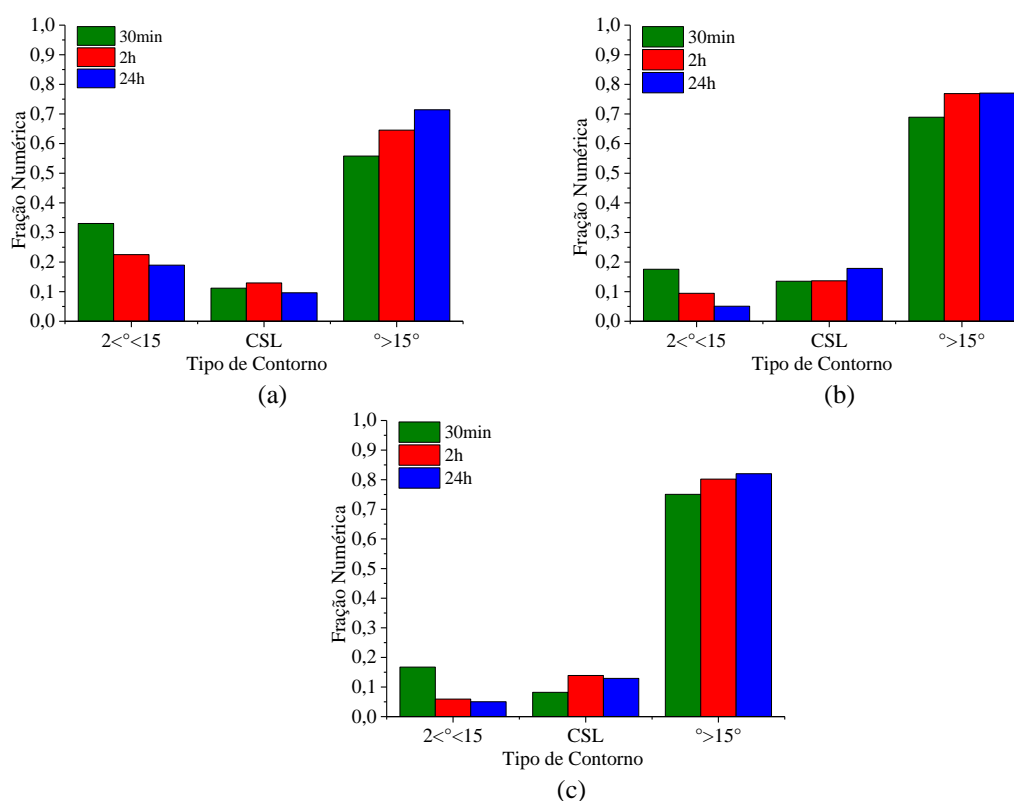


Figura 5.23 - (a) Distribuição característica dos contornos de grão das amostras recozidas a (a) 600°C, (b) 650°C e (c) 680°C.

Na distribuição detalhada dos contornos especiais CSL, exibida nas figuras 5.24 a 5.26, o contorno dominante é o $\Sigma 3$, seguido da contribuição mais discreta dos contornos $\Sigma 9$,

$\Sigma 11$ e $\Sigma 5$. Apesar da contribuição dos outros tipos de contornos CSL não ser significativa, uma visão geral da distribuição destes grãos é exibida nos gráficos.

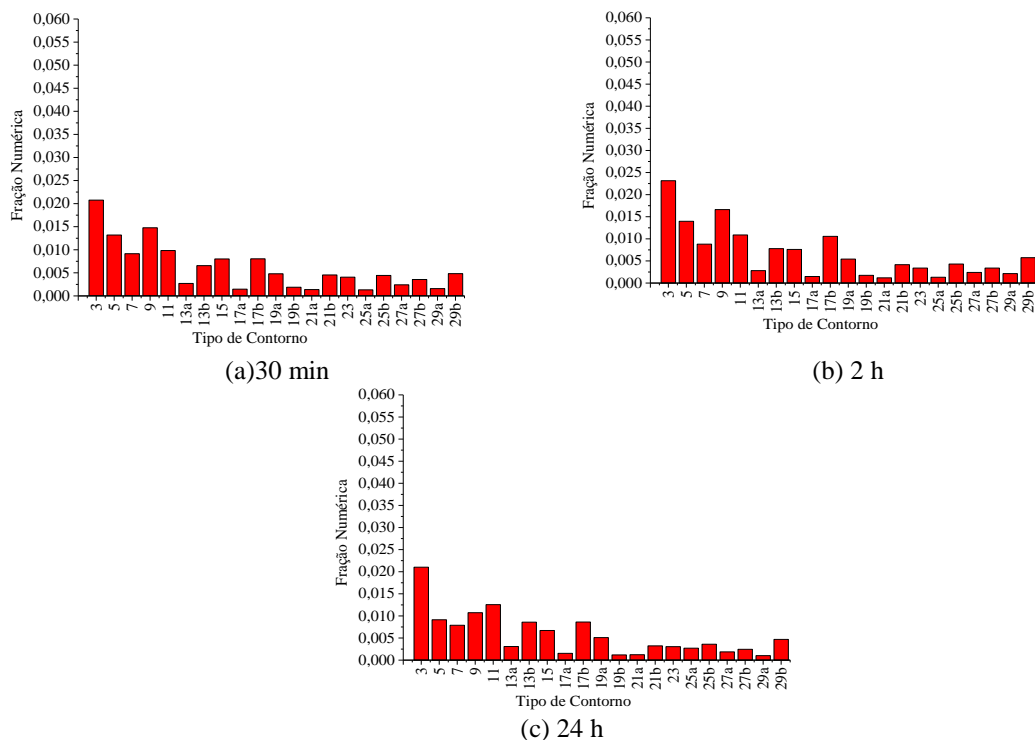


Figura 5.24 - (a) Frequência de distribuição dos contornos CSL das amostras recozidas a 600°C.

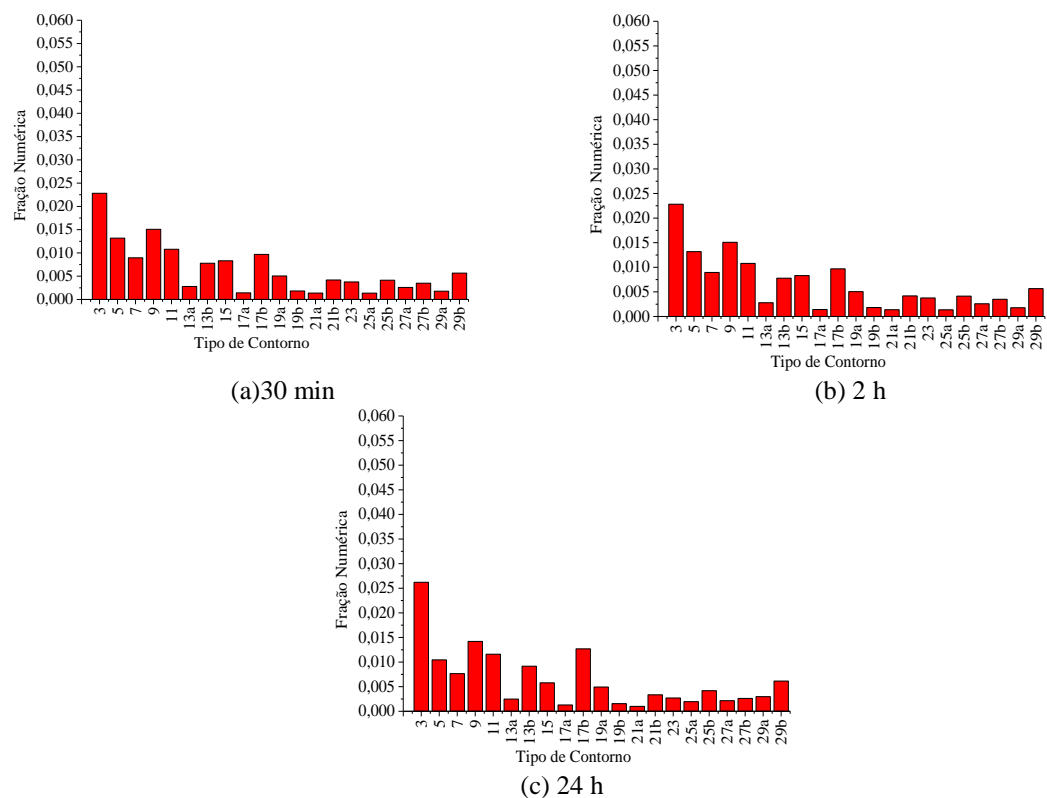


Figura 5.25 - Frequência de distribuição dos contornos CSL das amostras recozidas a 650°C.

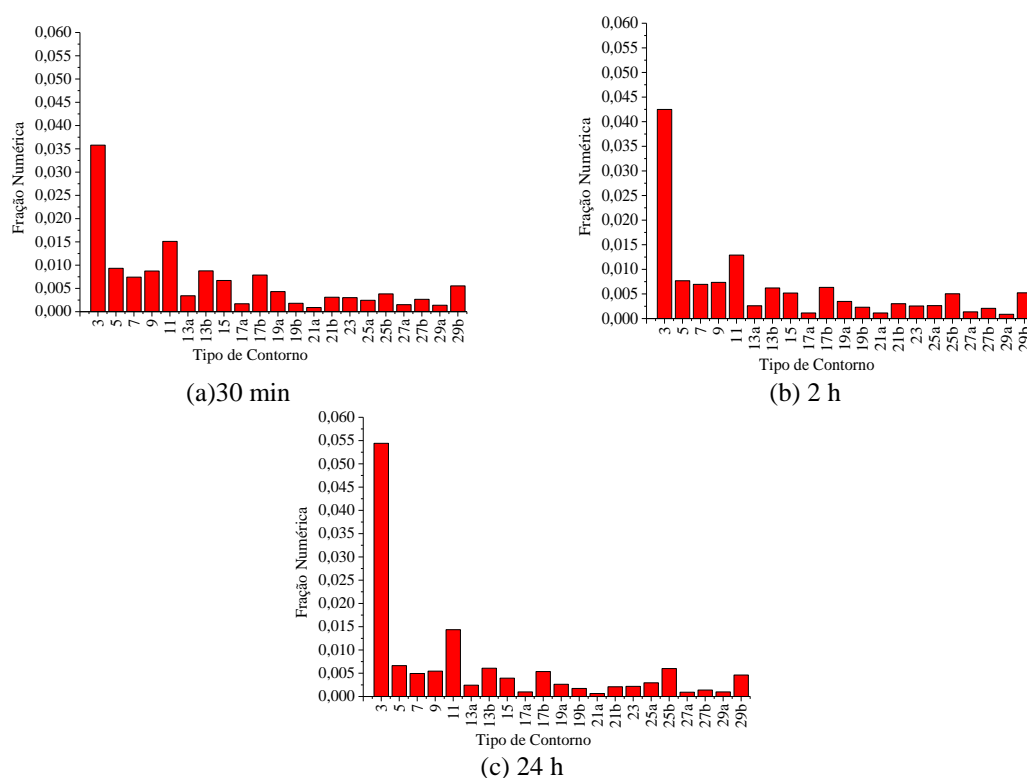


Figura 5.26 - Frequência de distribuição dos contornos CSL das amostras recozidas a 680°C.

Nota-se que, especificamente os contornos CSL especiais $\Sigma 3$, não apresentaram variação significativa nas temperaturas de 600°C e 650°C em todos os tempos estudados, permanecendo praticamente constantes, ligeiramente acima de 0,020. Os mesmos contornos exibem, de forma comparativa, um aumento da sua fração numérica ao elevar a temperatura para 680°C. Nessa temperatura observa-se, além disso, que o aumento do tempo de recozimento influencia de forma semelhante, variando a fração de cerca 0,035, no tempo de 30 min, para 0,043, em 2 h, e chegando a atingir aproximadamente 0,055 em 24 h.

5.4.2 Laminado a morno

A distribuição característica de contornos de grão e a fração de contornos de grão CSL ($\Sigma 3$ - $\Sigma 29$) no material laminado a morno são mostradas na figura 5.27. De maneira geral, a distribuição para esta condição é similar à do material recozido. De forma semelhante, percebe-se maior quantidade de contornos de grão de alto ângulo ($>15^\circ$), em detrimento dos contornos de baixo ângulo ($2^\circ < 15^\circ$), relacionado ao fenômeno de recuperação, que atua devido ao processamento intercrítico [89].

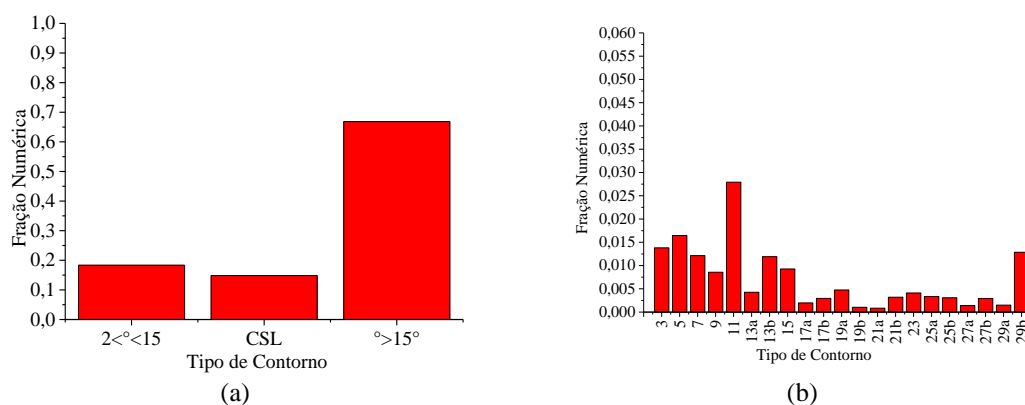


Figura 5.27 - (a) Distribuição característica dos contornos de grão e (b) frequência de distribuição dos contornos CSL da condição laminada a morno.

Os contornos especiais CSL, por sua vez, também exibem um desempenho equivalente, com contribuição mais pronunciada dos contornos $\Sigma 11$, $\Sigma 5$, $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$, respectivamente. De forma mais específica, a notação $\Sigma 3$ apresentou uma redução na sua fração numérica em comparação com os valores obtidos no material recozido em todas as condições, enquanto que a notação $\Sigma 11$ apresentou uma elevação.

5.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão

A partir das condições nas quais o percentual de austenita retida apresentou-se maior - laminado a morno e recozido a 600°C por 30 min - foram conduzidas análises por microscopia eletrônica de transmissão, a fim de comparar a morfologia da microestrutura desenvolvida durante as diferentes rotas de processamento (Fig. 5.28 e 5.29).

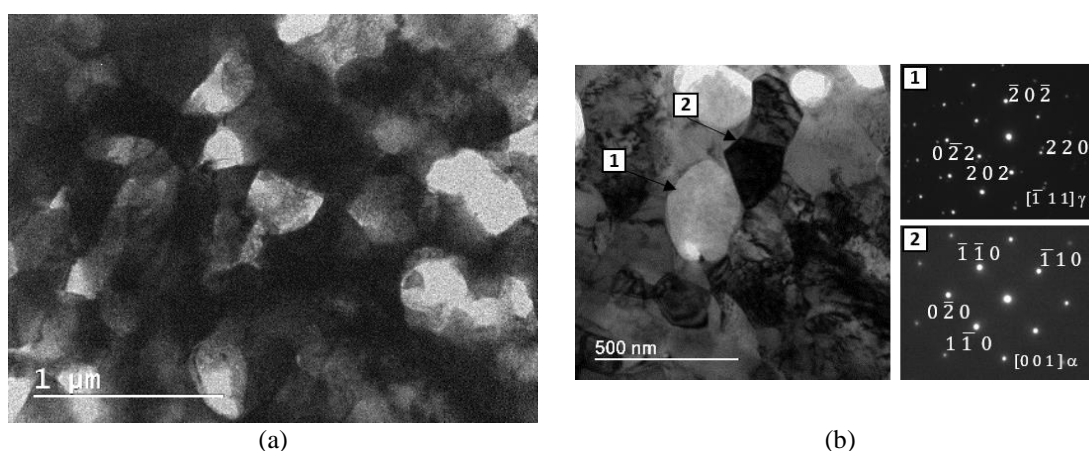


Figura 5.28 - Micrografias eletrônicas de transmissão da amostra recozida a 600°C por 30 min, em aumentos distintos, e padrões de difração das regiões indicadas.

Uma estrutura ultrafina com regiões claras e escuras, identificadas por austenita e martensita respectivamente, foi observada em ambas as condições, de acordo com os padrões de difração das áreas selecionadas [5,129,130]. Em ambas condições, a nanoestrutura revela grãos de tamanho médio inferior a 500 nm. Na amostra recozida, uma morfologia mais globular é observada, oriunda da recristalização parcial da microestrutura durante o processo de recozimento intercrítico (Fig. 5.28a).

Na amostra laminada a morno, nota-se uma microestrutura heterogênea, com regiões mais globulares (equiaxiais) (fig. 5.279b) e outras com uma morfologia mais lamelar (fig. 5.297c). Na austenita, há uma maior densidade de deslocações oriunda da laminação a morno devido à menor temperatura, quando comparada com a laminação quente, promovendo no aumento da estabilidade da austenita após o trabalho a morno [130].

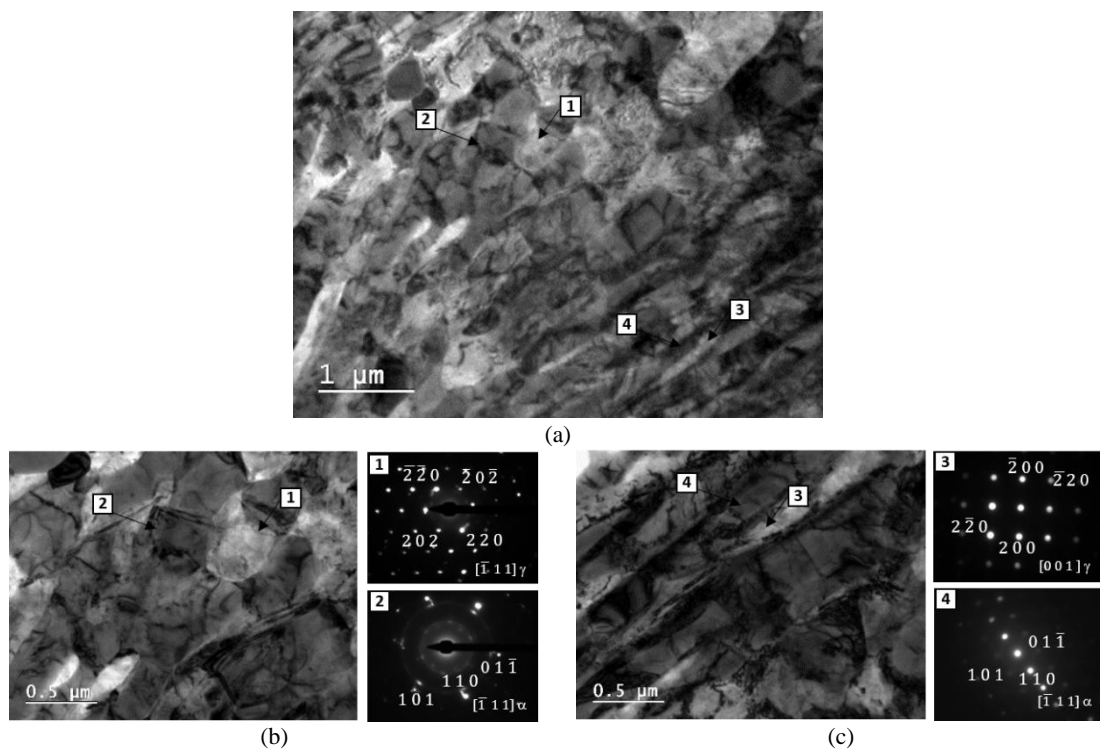


Figura 5.29 - Micrografias eletrônicas de transmissão do material laminado a morno em aumentos distintos (a) mostrando regiões com morfologias distintas, (b) morfologia globular com os padrões de difração das regiões indicadas e (c) morfologia lamelar com os padrões de difração das regiões indicadas.

5.6 Microdureza Vickers

Os valores de microdureza Vickers para o material nas condições homogeneizado, laminado a quente, laminado a frio e laminado a morno são mostrados na tabela 5.3 e representados graficamente na figura 5.30, juntamente com os desvios-padrão das medidas. Considerando os estados inicial e homogeneizado, a partir dos desvios padrões exibidos em cada conjunto de medidas, observa-se que não houve diferença significativa entre as durezas medidas para essas condições. A amostra laminada a frio, por sua vez, exibe o maior valor de dureza dentre os analisados, resultante do encruamento durante o processamento mecânico.

Tabela 5.3 - Dureza das amostras nas condições estado inicial, homogeneizada, laminada a quente, laminada a frio e laminada a morno.

Condição	Dureza Vickers (HV)
Estado Inicial (EI)	401 ± 19
Homogeneizada (Homog.)	406 ± 16
Laminado a quente (LQ)	413 ± 11
Laminado a frio (LF)	516 ± 16
Laminado a morno (LM)	314 ± 10

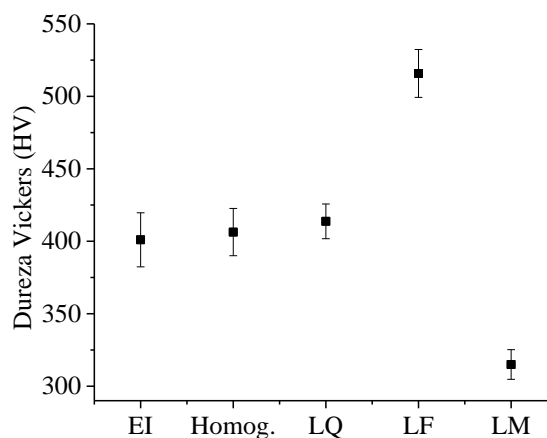


Figura 5.30 - Representação gráfica das durezas amostras nas condições homogeneizada, laminada a quente, a morno e a frio.

Observa-se uma dureza superior das demais condições estudadas em comparação com a laminada a morno, o que está relacionado com uma maior quantidade de austenita retida na estrutura desta última, em detrimento da fração volumétrica de martensita. corroborada pelos resultados quantitativos de difração de raios X.

Para o material laminado a frio e recozido intercriticamente, os valores de dureza, exibidos na tabela 5.4 e representados graficamente na figura 5.31, revelam um aumento na dureza de acordo com o aumento da temperatura. Em relação ao tempo de recozimento, observa-se na temperatura de 600°C uma tendência da redução da dureza, enquanto que, nas temperaturas de 650°C e 680°C o valor da dureza cresce com o aumento do tempo de recozimento.

Tabela 5.4 - Dureza das amostras laminadas a frio com subsequente recozimento no campo intercrítico.

Temperatura	Tempo	Dureza Vickers (HV)
600°C	30 min	373 ± 14
	2 h	345 ± 9
	24 h	311 ± 10
650°C	30 min	368 ± 11
	2 h	397 ± 6
	24 h	423 ± 9
680°C	30 min	412 ± 11
	2 h	425 ± 12
	24 h	457 ± 9

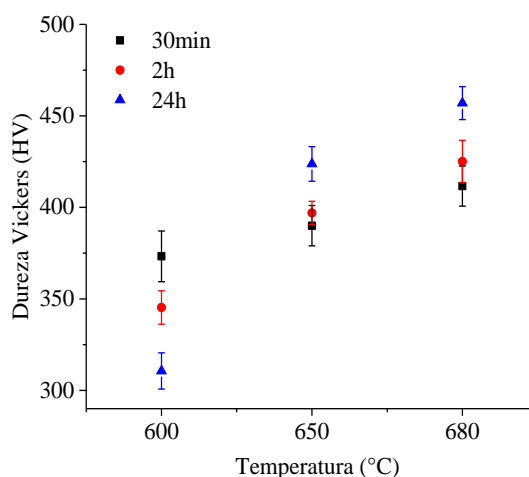


Figura 5.31 - Dureza das amostras laminadas a frio e recozidas em função da temperatura de recozimento.

5.7 Ensaio de Tração

As curvas tensão *versus* deformação convencionais das condições finais obtidas em ambas as rotas de processamento - recozida a 600°C por 30 min e laminada a morno – são exibidas nas figuras 5.32a e b, respectivamente. O comportamento no encruamento por meio das curvas do alongamento uniforme verdadeiro e sua derivada são mostrados

nas figuras 5.32 c e d. As principais propriedades mecânicas: limite de resistência à tração (LRT), limite de escoamento (LE), alongamento total (A_t %) e expoente de encruamento (n) são mostradas na tabela 5.5.

Tabela 5.5 - Propriedades mecânicas obtidas a partir do ensaio de tração.

Condição	LRT (MPa)	LE (MPa)	A_t (%)	n
Recozido 600°C/30 min (REC)	1235	1122	24,8*	0,18
Laminado a morno (LM)	1307	825	30	0,26

*Normalizada pela equação de Oliver [126].

Observa-se que a condição laminada a morno exibe um maior limite de resistência à tração e um maior alongamento percentual em relação à condição recozida a 600°C por 30 min. Reitera-se que, experimentalmente, o percentual de alongamento obtido na amostra recozida foi de 23%, no entanto, devido às diferenças entre as geometrias das amostras, o valor foi normalizado para 24,8%, conforme descrito no item 4.12.

Quanto ao limite de escoamento, a condição laminada a morno exibiu um valor menor que o recozido a 600°C por 30 min. As curvas tensão *versus* deformação para ambas as condições, exibem um comportamento descontínuo no escoamento, com deformação localizada após o escoamento, conforme descrito por Ma et. al [112]. A deformação no escoamento do material recozido a 600°C por 30 min e laminado a morno foi cerca de 0,08 e 0,03, respectivamente.

No comportamento do encruamento no material laminado a morno (Fig. 5.32d), a taxa de encruamento aumenta em um primeiro estágio, com a deformação verdadeira (ϵ_v) até 0,13 e, diminui de aproximadamente 4500 MPa para 1250 MPa no segundo estágio ($\epsilon_v > 0,13$). Na amostra recozida a 600°C por 30 min (Fig. 5.32c), a curva apresentou um comportamento em três estágios: inicialmente, uma diminuição significativa ($0,08 < \epsilon_v < 0,11$), uma oscilação da taxa de encruamento no segundo estágio ($0,11 < \epsilon_v < 0,18$), e finalmente uma diminuição quase linear no terceiro estágio ($\epsilon > 0,18$).

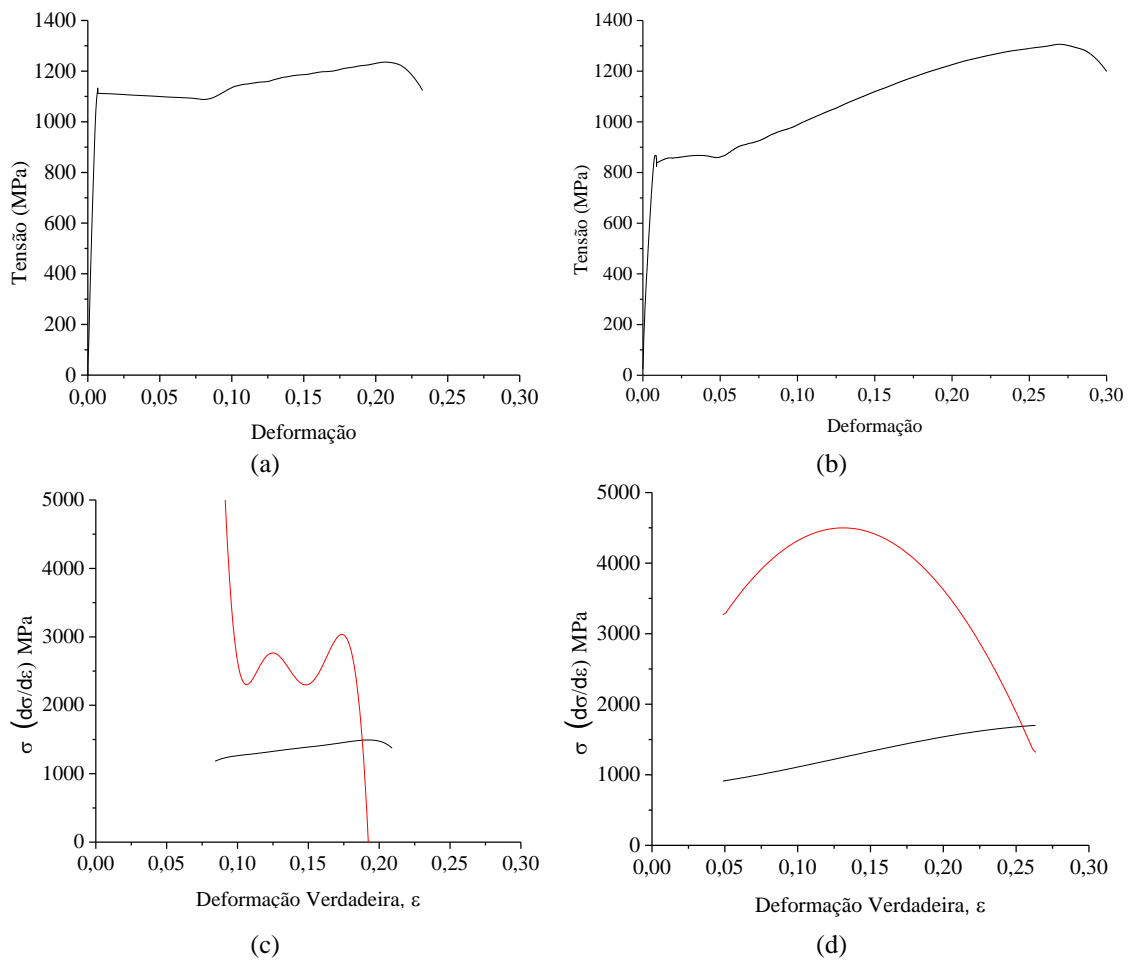


Figura 5.32 - Curvas tensão *versus* deformação convencionais (a) e (b) e taxa de encruamento (c) e (d) para as condições recozida e laminada a morno, respectivamente

6 DISCUSSÃO

Neste capítulo, a discussão dos resultados, previamente exibidos no capítulo 5, envolve considerações sobre a influência dos parâmetros de tratamento intercrítico (tempo e temperatura) na microestrutura e na dureza do aço 8Mn previamente laminado a frio. Além desse aspecto, de maneira mais específica, enfatizou-se a análise comparativa do material recozido na condição onde espera-se o melhor desempenho mecânico em termos de efeito TRIP (600°C por 30 min) com o material laminado a morno.

6.1 Microestrutura

Nas condições como fundido, homogeneizada e laminada a quente a microestrutura é composta por martensita, devido ao teor de manganês na liga, que retarda o início e fim das transformações difusionais, favorecendo a formação da martensita mesmo no resfriamento ao ar. Especificamente, a microestrutura exibida pelo material laminado a quente (fig. 5.3) é característica de aços médio Mn de composição química similar ao estudado, basicamente composta por martensita, conforme observado também por Chen et al. [45] e Jun et al. [78] ao analisarem os aços 0,035C-5,1Mn e 0,16C-6,7Mn, respectivamente, laminados a quente.

No material laminado a frio (Fig. 5.4), devido à deformação plástica severa, a partir de uma estrutura predominantemente martensítica da condição anterior, ou seja, laminada a quente, a microestrutura mostra-se consideravelmente deformada, assim como a exibida nos trabalhos de Han et al. [75] ao estudarem um aço 0,05C-8,51Mn com percentual de redução de 60% e Yan et al. [131] na análise do efeito da microestrutura inicial, antes do recozimento, em um aço 0,12C-6,1Mn.

Dentre as condições recozidas intercriticamente a partir do material laminado a frio, na temperatura de 600°C (Fig. 5.5), a microestrutura de maneira geral é caracterizada por austenita entre as lamelas de martensita, devido à transformação reversa da martensita em austenita no aquecimento intercrítico. Na condição tratada por 30 min e 2 h (fig. 5.5 a-d), o aço revela uma microestrutura de morfologia levemente heterogênea, majoritariamente

com porções alongadas e, em menor incidência, porções menos alongadas, indicando uma recristalização parcial. Tais características também são notadas no material recozido a 650°C por 30 min (Fig.5.6 a e b).

Quando a temperatura é aumentada para 650°C com tempos de 2 h e 24 h (fig. 5.6 c-f) e para 680°C (fig. 5.7) em todos os tempos de tratamento aplicados, a microestrutura alongada é extinta, caracterizando uma recristalização mais efetiva, produzindo grãos mais equiaxiais [112]. Na temperatura de 650°C tratada por 24h (Fig. 5.6e e f) e 680°C (Fig. 5.7) em todos os tempos de recozimento, a predominância da estrutura martensítica relaciona-se com o fato de, apesar de o aumento da temperatura dentro do campo intercrítico resultar em uma maior fração de austenita durante o aquecimento, sua estabilidade é reduzida, transformando-se em martensita no resfriamento brusco subsequente, diminuindo assim, a fração de austenita retida à temperatura ambiente.

Microestruturas semelhantes foram descritas por Steineder et al. [36] ao estudarem o efeito da temperatura de tratamento intercrítico em aços médio manganês (0,1C-3,5Mn e 0,1C-5Mn). Além disso, outros trabalhos que pesquisaram o recozimento intercrítico, a partir de um aço médio Mn laminado a frio, obtiveram microestruturas mais equiaxiais com a elevação da temperatura [30,32,82,132,133,134].

Sabe-se que, em aços médio manganês, a transformação reversa da austenita e a recuperação/recristalização da martensita deformada ocorrem simultaneamente durante o processo de recozimento intercrítico. A formação de uma microestrutura ultrafina recristalizada é associada principalmente à aniquilação de deslocamentos, juntamente com a difusão de carbono e manganês. Basicamente, o grau de recristalização é dominado pela deformação efetiva acumulada devido ao trabalho a frio, como comumente relatado em aços com baixo teor de carbono e aços alto Mn [135].

A partir da segunda rota de processamento, o material laminado a morno após homogeneização apresenta uma microestrutura com uma heterogeneidade mais efetiva em sua morfologia (fig. 5.8), contendo alguns grãos de austenita na forma lamelar e outros na forma globular [25]. Hu et al [25] destacam que a morfologia final da microestrutura

depende da temperatura de recozimento, da temperatura na laminação e da redução em cada passe no processo de laminação a morno.

A morfologia apresentada pelo material laminado a morno exhibe características intermediárias entre um material recozido diretamente após laminação a quente e outro recozido após laminação a frio. Do processo de laminação a quente, na microestrutura de um aço médio Mn seria esperada uma estrutura martensítica de elevada dureza - que contém manganês - o que originaria uma microestrutura lamelar na etapa de recozimento subsequente [31], causada pela nucleação da austenita nos contornos das lamelas de martensita [10]. No material laminado a frio seguido de recozimento intercrítico, é esperado que a microestrutura apresente uma morfologia mais globular, devido à recristalização que ocorre durante o recozimento.

Tratando-se de um material laminado a morno, uma recristalização parcial ocorre devido a força motriz acumulada ser menor que na laminação a frio. Assim, as duas morfologias revelam regiões com austenita retida na forma de lamelas e outras na forma globular, derivadas da lamela de martensita não recristalizada e da ferrita recristalizada, respectivamente [25].

Alguns autores debatem que a morfologia da austenita na forma de blocos (ou globular), característica do recozimento após laminação a frio, provém dos grãos finos de ferrita que a circundam, enquanto que a austenita lamelar localiza-se disposta entre as ripas de martensita [136]. A ativação térmica, devido ao recozimento, diminui a densidade de deslocamentos tanto na matriz quanto na austenita, sendo nesta última, devido ao aumento da concentração de carbono e manganês [133].

Zhan et al. [40] ao investigarem a laminação na faixa intercrítica de um aço 0,1C-5Mn com 80% de redução, observaram que uma estrutura lamelar bem desenvolvida foi formada, e as ripas anteriormente orientadas aleatoriamente em uma condição não laminada passaram a apresentar uma morfologia seguindo a direção de laminação, como observado na figura 5.8.

Santos et al. [14] e Zhan et al. [40] observaram que o aumento da quantidade de deformação final do material submetido à laminação a morno resultou, de maneira geral, em um refinamento da microestrutura. Durante o processamento, alguns grãos são mais deformados e, conseqüentemente, mais suscetíveis aos processos de recuperação e recristalização, o que tende a resultar em uma estrutura ultrafina equiaxial. Outros grãos moderadamente deformados sofrem menos processos de restauração, mantendo sua estrutura ligeiramente mais grosseira [25]. Quando a austenita nucleia nos contornos da ferrita/martensita equiaxiais, durante o processo de recozimento intercrítico, ela se desenvolve em um tamanho mais fino, enquanto os grãos de austenita relativamente mais grosseiros são formados a partir dos grãos de ferrita/martensita apenas recuperados [25]. Li et al. [137] concluem que a estrutura lamelar está relacionada com a transformação reversa e com a distribuição de solutos, enquanto que a microestrutura mais equiaxial fina deve-se à recristalização.

Detaca-se que há menos deslocamentos na ferrita de morfologia equiaxial que na lamelar, o que pode estar relacionado com os grãos equiaxiais finos derivarem do processo de recristalização, enquanto os grãos grosseiros se originam da recuperação. No crescimento da austenita lamelar em torno da lamela de ferrita, uma grande quantidade de deformação localizada pode ser criada na ferrita adjacente, diferentemente da equiaxial [82].

Na laminação a morno há uma competição entre o encruamento e os processos de recuperação e recristalização parcial. Há também um aumento na densidade de deslocamentos da martensita devido ao encruamento. Devido a isso, há uma tendência ao aumento da mobilidade desses defeitos, possibilitando o rearranjo. Além disso, também é possível reduzir a densidade de deslocamentos da austenita nessa condição, devido à alta concentração dos solutos carbono e manganês [133].

6.1.1 Análise comparativa das microestruturas do material recozido a 600°C por 30 min e do laminado a morno

Nas condições que exibem um maior percentual de austenita retida, laminada a morno e recozida a 600°C por 30 min, mostradas na figura 6.1, observa-se uma microestrutura

ultrafina composta de martensita e austenita retida.

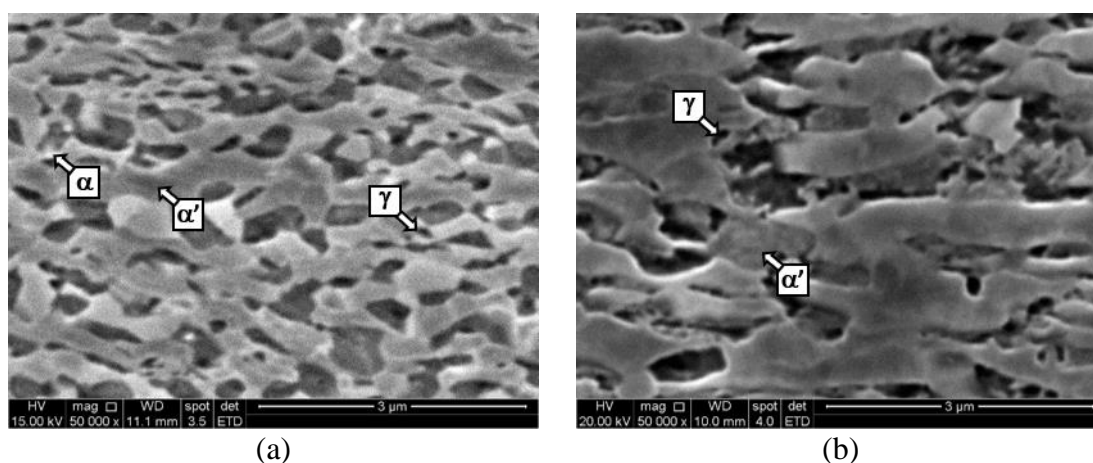


Figura 6.1 - Micrografias eletrônicas de varredura do aço 8Mn (a) recozido a 600°C por 30 min e (b) laminado a morno.

Comparativamente, as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das condições laminada a morno e recozida 600°C por 30 min revelam que a laminação a morno resultou em uma microestrutura mais heterogênea, com porções mais globulares e outras lamelares, arranjada alternadamente de austenita e martensita. A amostra recozida a 600°C por 30 min exibe uma microestrutura predominantemente de formato mais globular, devido a uma recristalização mais eficaz oriunda de uma maior deformação como força motriz [81]. De maneira geral, há um refinamento da estrutura devido ao recozimento, comparado ao estado homogeneizado. Essa característica confirma a eficiência do processamento na faixa de temperatura intercrítica na formação de uma estrutura ultrafina.

De acordo com He et al. [138], uma austenita de grão fino é motivada pela transformação martensítica intensiva no grão austenítico anterior. Como consequência, os grãos finos de austenita possuem a mesma orientação do contorno de grão prévio. Em geral, o material laminado a morno possui uma microestrutura mais deformada em relação ao material recozido intercriticamente. Adicionalmente, a recristalização em baixas temperaturas produz grãos finos equiaxiais de austenita [89]. Nesse caso, comparando-se 600°C para a amostra recozida e 630°C para a amostra laminada a morno.

Além disso, a análise por microscopia eletrônica de transmissão (Fig. 5.29) revela que porções da estrutura de morfologia em formato lamelar apresentada pela amostra laminada a morno, em contraste com a estrutura predominantemente na forma de blocos da recozida 600°C por 30 min (fig. 5.28), provém dos diferentes processamentos termomecânicos. Em um aço laminado a frio, a energia armazenada na deformação fornece a força motriz para os fenômenos de recuperação e recristalização que ocorrem durante o recozimento intercrítico. Nesse caso, a recristalização da ferrita ocorre antes da transformação reversa, resultando em uma morfologia equiaxial [139].

6.2 Fração e Estabilidade da Austenita Retida

O percentual de austenita retida presente na estrutura do material recozido após o resfriamento está diretamente relacionado com sua estabilidade. De maneira geral, três fatores influenciam a estabilidade da austenita retida à temperatura ambiente: (i) composição química: tanto o carbono quanto o manganês são elementos estabilizadores [9,140]; (ii) tamanho de grão: o refinamento dos grãos afeta a estabilidade de austenita pela diminuição da temperatura M_i [140] e (iii) estabilização mecânica: uma quantidade adequada de deslocamentos na austenita suprime a transformação da martensita [75,138]. A estabilização mecânica pode estar associada à ocorrência do efeito TRIP evidenciado na taxa de encruamento por uma deformação crítica durante o processo de deformação [42]. Além disso, a estabilidade pode estar associada a uma diminuição no número de sítios de nucleação da martensita [141].

Dentre as amostras submetidas a recozimento intercrítico da rota de processamento 1, observa-se uma diminuição do percentual de austenita retida de acordo com o aumento da temperatura e do tempo de recozimento. Esse comportamento é explicado pela influência da temperatura de recozimento na estabilidade da austenita à temperatura ambiente. Zhao et al. [4] e Le e De Cooman [48] notaram uma diminuição no percentual de austenita retida em aços médio manganês (7,9Mn e 6Mn) com o aumento da temperatura de recozimento, o que pode estar associado com as variações de concentração de carbono e manganês na austenita, afetando sua estabilidade térmica [48]. Em relação ao tempo de recozimento, nas amostras recozidas após laminação a frio, a diminuição da

fração da austenita retida com o aumento do tempo está relacionada com o balanço entre a fração volumétrica e a estabilidade da austenita formada durante o recozimento.

De forma comparativa, observa-se que há uma maior fração de austenita no material laminado a morno a 630°C (34%), o que se deve a uma baixa temperatura de trabalho nessa condição, que pode refletir em uma maior estabilidade térmica da austenita, devido a variações menos significativas nas concentrações de carbono e manganês nessa fase [4], quando comparada com o material processado em uma temperatura superior, ou seja, laminado a quente.

Em temperaturas menores dentro da faixa intercrítica, a austenita exibe uma maior estabilidade após o resfriamento, entretanto, sua fração será pequena, obtendo-se uma fração reduzida. Em altas temperaturas na faixa intercrítica, uma concentração menor de carbono e manganês na austenita, causa um aumento da temperatura M_i , o que leva a uma diminuição na estabilidade química e térmica da austenita [4], uma vez que o particionamento desses solutos é diretamente influenciado pela temperatura intercrítica [37].

No resfriamento subsequente, a austenita prontamente se transforma em ferrita ou martensita atérmica, dependendo da taxa de resfriamento aplicada, dificultando sua retenção na microestrutura e proporcionando uma fração de austenita retida relativamente baixa à temperatura ambiente. Assim, a formação de uma fração considerável de austenita retida com boa estabilidade vai ocorrer em uma temperatura intermediária no campo intercrítico, devido à diminuição da temperatura M_i resultante do enriquecimento de carbono e manganês [4].

A partir de uma análise comparativa das condições com maiores percentuais de austenita retida: recozida a 600°C por 30 min - 29% γ_R - e laminada a morno- 34% γ_R - nota-se que em ambos os casos, o percentual considerável apresentado é associado ao aumento da estabilidade da austenita, alcançada devido ao processamento na faixa de temperatura intercrítica adequada e à estrutura de grãos ultrafinos [142].

6.2.1 Estimativa dos teores de Mn e C na austenita e da temperatura M_i

Para elucidar o comportamento de reversão da austenita durante a laminação a morno e no recozimento intercrítico, os teores de manganês e carbono na austenita reversa em função da temperatura no equilíbrio foram estimados por Thermo-CalcTM (fig. 6.2). Na figura 6.2a, o teor de manganês diminui continuamente devido à dissolução associada com a formação da austenita. O teor de carbono, por sua vez (fig.6.2b) exibe um valor mais baixo em temperaturas menores, por este estar concentrado nos carbonetos. Com a elevação da temperatura, tais carbonetos são dissolvidos, aumentando o teor de carbono na austenita [143]. Nas temperaturas de 600°C e 630°C, aplicadas nas condições de comparação deste trabalho, os valores estimados, no equilíbrio, para o teor de manganês são aproximadamente 13% e 11% respectivamente. Por sua vez, os teores de carbono são 0,15% e 0,125%.

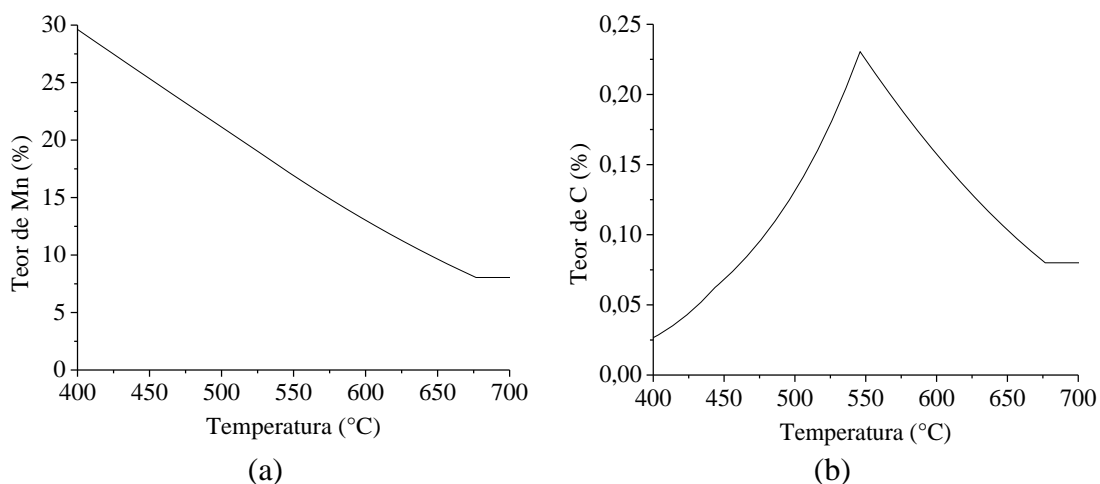


Figura 6.2 - Teor de manganês (a) e carbono (b) na austenita para o aço 8Mn em função da temperatura previstos por Thermocalc®.

A estabilidade química da austenita retida à temperatura ambiente é associada com o enriquecimento de carbono e manganês, devido à solubilidade desses solutos naquela fase [27,133,144]. O carbono e o manganês são elementos importantes que podem estabilizar a austenita retida e melhoram a temperabilidade do aço, e sua segregação aumenta a coerência e a força de ligação nas interfaces, levando a uma redução da energia livre e aumentando sua estabilidade [142].

Nas amostras recozida a 600°C por 30 min e laminada a morno, o teor de manganês na

austenita foi estimado por espectrometria de energia dispersiva (EDS) [42,145], conforme exibido na tabela 6.1. Um dos principais efeitos do manganês é diminuir a temperatura do domínio intercrítico, permitindo o particionamento durante o tratamento térmico sem um aumento significativo do tamanho de grão [133]. De acordo com Gibbs et al. [5], as taxas de difusão de Mn no aço são geralmente baixas e a cinética do enriquecimento de Mn na austenita é lenta. No entanto, a partir de uma microestrutura martensítica, após o recozimento, a estrutura exibe uma morfologia lamelar com espessuras médias inferiores a 500nm (fig. 5.28 e 5.29). Como consequência disso, as distâncias de difusão de Mn, esperadas para o processamento de laminação a morno e de recozimento intercrítico na condição de 600°C por 30 min aplicado aqui, provavelmente foram suficientes para enriquecer significativamente o Mn na austenita, conclusão consistente com o trabalho de Lee et al. [47]

Tabela 6.1 - Teores de manganês na austenita das amostras recozida 600°C/30 min e laminada a morno estimados por EDS.

Condição		%Mn
Recozido 600°C/30 min (REC)	Austenita	8,75
	Ferrita/martensita	7,93
Laminado a morno (LM)	Austenita	8,00
	Ferrita/martensita	6,53

O carbono, soluto intersticial, pode se difundir rapidamente na austenita durante o tratamento intercrítico, e o equilíbrio dinâmico da concentração de carbono entre as fases pode ser obtido em um tempo relativamente curto [144]. O enriquecimento de carbono na austenita para o material recozido 600°C por 30 min e laminado a morno pode ser estimado a partir da equação (6.2), baseada no parâmetro de rede da austenita ($a_{0(\gamma)}$) [146] e no teor de Mn na fase.

$$a_{0(\gamma)} = 3.556 + 0.0453\%C + 0.00095\%Mn \quad (6.2)$$

O parâmetro de rede $a_{0(\gamma)}$ pode ser determinado pelo método da integração da intensidade dos picos de austenita (γ), pela extrapolação da relação entre o parâmetro de rede calculado usando a lei de Bragg com cada ângulo de difração, θ , e a função Nelson-Riley $(\cos^2 \theta / \sin \theta) / (\cos^2 \theta / \theta)$ [147].

Na tabela 6.2, são exibidos os valores do parâmetro de rede e dos teores de carbono na austenita nas duas rotas de processamento estudadas. O teor de carbono superior na austenita presente no material laminado a morno pode estar associado à maior densidade de deslocamentos na austenita, que retém o carbono nessa fase, dado que esse elemento segrega nessas imperfeições [4].

Tabela 6.2 - Parâmetros de rede e teores de carbono estimados.

Condição	$a_{0(\gamma)}$ Å	%C
Laminado a morno	3,5752	0,26
Recozido 600°C/30 min	3,5744	0,22

A estimativa da temperatura de início da transformação martensítica (M_i) pode ser um indicativo da estabilidade da austenita retida na estrutura de um aço médio Mn [148]. Ao mesmo tempo em que uma temperatura M_i baixa viabilizaria uma austenita mais estável, o intervalo de temperatura aplicável dessas ligas também seria suprimido, o que limitaria os parâmetros do processamento desses materiais [148]. A estimativa de M_i , baseando-se nos percentuais em massa dos elementos que compõem o aço 8Mn (Tab. 4.1), foi realizada por meio da equação 6.1. [149].

$$M_i = 541 - 401\%C - 36\%Mn - 10.5\%Si - 18\%Ni - 14\%Cr - 17\%Mo \quad (6.1)$$

Os valores referentes à temperatura M_i , a partir da composição química global da liga e a partir da concentração de carbono e manganês na austenita, são exibidos na tabela 6.3. A partir das temperaturas obtidas, observa-se uma redução na M_i em ambas as condições, comparativamente à composição global. Tais dados convergem para o enriquecimento da austenita e, conseqüentemente, a elevação de sua estabilidade [150].

Tabela 6.3 - Temperatura M_i estimada a partir da composição global da liga e a partir da concentração de carbono e manganês na austenita.

Condição	M_i (°C)
A partir da composição	215,3
Laminado a morno	148,9
Recozido 600°C/30 min	134,3

Em ambos os casos, a temperatura M_i diminuiu, suprimindo a transformação martensítica, que se correlaciona com o aumento da estabilidade da austenita. A ligeira diferença entre os dois processos pode ser atribuída às temperaturas utilizadas para cada rota, 600°C para o recozido e 630°C para o laminado a morno. Geralmente, em temperaturas mais altas dentro do campo intercrítico, a austenita exibe uma menor estabilidade no resfriamento subsequente, como descrito por Rana et al. [37].

Assim como nos valores referentes à estimativa da fração das fases por Thermo-Calc™ (fig.4.3) e experimentais encontrados por difração de raios X (sessão 5.2.1), há uma diferença significativa nos teores de carbono e manganês previstos por Thermo-Calc™ e os estimados pelas equações. Além dos fatores já levantados relacionados ao tempo da laminação a morno e do recozimento intercrítico serem insuficientes para a formação da austenita estimada e sua estabilidade, outros pontos podem ser destacados para a diferença encontrada nesses valores, dentre eles as limitações que envolvem a utilização da análise por EDS.

6.2.2 Morfologia e tamanho da austenita retida

Em adição à estabilidade química e térmica, a estabilidade mecânica do material é afetada pelo tamanho e pela morfologia dos grãos de austenita [151]. Hu et al. [81] analisaram a concentração de manganês nas diferentes morfologias da austenita em um aço médio Mn laminado a morno e posteriormente recozido e observaram um teor maior de Mn na austenita lamelar, em contraste com uma estrutura mais equiaxial, devido ao fato de que, como os grãos com morfologia lamelar possuem uma largura menor, há uma distância menor para a distribuição do soluto no processo difusional.

A morfologia da austenita formada durante o processamento termomecânico, seja ela lamelar ou em bloco, tem uma importante influência em sua estabilidade. No presente trabalho, foi utilizada a rota de laminação a morno substituindo o habitual processo de laminação a quente, laminação a frio e recozimento intercrítico, por possuir o potencial para produzir uma mistura de diferentes grãos de austenita com morfologia e tamanho variáveis por meio do processo de recristalização parcial. Observou-se que os grãos de

austenita têm uma faixa de estabilidade mecânica mais ampla, de modo que podem se transformar em martensita gradualmente durante a deformação. Isso levaria a um efeito TRIP melhorado e uma combinação de propriedades mecânicas mais interessantes [25].

6.3 Propriedades Mecânicas

6.3.1 Microdureza vickers

Os valores médios de dureza para as condições inicial e homogeneizada, assim como para o laminado a quente, sugerem uma dureza característica de uma martensita de baixo teor de carbono. A dureza superior apresentada pelo material laminado a frio é resultante do encruamento ao qual o material foi submetido durante esse processamento.

Dentre as amostras recozidas, o comportamento do material em termos de dureza pode ser relacionado diretamente com os resultados obtidos do percentual de austenita retida em cada condição estudada. Observa-se, de maneira geral, que as maiores frações de austenita retida foram obtidas nas amostras que apresentaram menores valores de dureza. De forma mais específica, a temperatura de 600°C apresentou valores de dureza mais baixos dentre as temperaturas estudadas, por apresentarem os percentuais mais elevados de austenita retida, dentre as condições observadas.

Diferente da temperatura de 600°C, nas temperaturas de 650°C e 680°C, nota-se uma elevação do valor de dureza com o tempo de recozimento. Chang et al. [152] obtiveram um comportamento semelhante em relação à dureza de um aço médio manganês, evidenciado por um aumento de acordo com a elevação do tempo de recozimento, o que foi atribuído à formação de uma microestrutura martensítica uniformemente distribuída.

Dentre as condições recozidas na temperatura de 600°C, a amostra submetida a recozimento por apenas 30 min apresentou o maior valor de dureza, provavelmente devido a esse tempo não ter sido suficiente para aliviar as tensões provenientes do encruamento sofrido no material durante a laminação a frio, que parecem exercer maior

influência na dureza do que uma maior fração de martensita observada nos tempos de encharque mais longos (2 h e 24 h) na temperatura de 600°C.

Comparando-se a condição recozida 600°C por 30 min (de maior percentual de austenita retida) com a laminada a morno, observa-se que a dureza da amostra recozida se apresentou maior, conforme exibido na tabela 6.4. Tal comportamento está associado ao menor teor de austenita retida e ao tempo de aquecimento utilizado, que pode não ter sido suficiente para promover uma recuperação/recristalização mais efetiva da microestrutura do aço durante o aquecimento. Os parâmetros da temperatura e tempo de recozimento após a laminação a frio não foram capazes de causar a aniquilação de deslocamentos de forma eficaz, mesmo com a força motriz do encruamento prévio. Adicionalmente, uma maior taxa de resfriamento (resfriamento em água) aplicado à amostra recozida pode permitir a formação uma microestrutura com um valor de dureza maior, devido ao favorecimento da formação de uma martensita mais acicular.

Tabela 6.4 - Dureza Vickers e fração volumétrica de austenita retida nas amostras laminada a morno e recozida 600°C/30 min.

Condição	% γ_R	Dureza Vickers (HV)
Laminada a morno	34	314 ± 10
Recozida 600°C/30 min	29	373 ± 14

6.3.2 Ensaio de tração e encruamento

Na amostra laminada a morno, cuja temperatura de processamento é maior que na recozida por 30 min (630°C e 600°C, respectivamente), um limite de escoamento menor foi identificado. Esse comportamento foi observado previamente [5] e pode estar relacionado com uma menor tensão na matriz na microestrutura inicial [84], composta por ferrita e martensita resultante da homogeneização na laminação a morno, em contraste com a recozida, com uma microestrutural inicial encruada oriunda da laminação a frio [153]. Outro fator que pode influenciar nesse comportamento é a menor fração de ferrita equiaxial no laminado a morno, exibindo também uma morfologia lamelar, em contraste com a condição recozida [82].

A dependência do limite de escoamento da morfologia da austenita pode ser explicada pelo efeito Hall Petch [9], no qual o limite de escoamento relaciona-se com o inverso da raiz quadrada do diâmetro do grão. Assim, espera-se que uma austenita na forma de blocos apresente uma menor tensão de escoamento do que uma austenita mais fina.

Bandas de Luders são frequentemente observadas durante a deformação em tração de aços de baixo carbono e outras ligas. Solutos intersticiais, como átomos de carbono e nitrogênio, são responsáveis pela formação dessas bandas, formando a atmosfera de Cottrell e bloqueio das deslocações [82,154,155]. As bandas de Luders se propagam no comprimento útil durante a deformação no escoamento, causando uma deformação heterogênea [39]. Geralmente, culmina na redução da qualidade superficial do material, o que inviabiliza a utilização do mesmo na estampagem de peças automotivas [131].

O aparecimento de bandas de Luders na evolução da deformação foi observado no primeiro estágio de encruamento para ambas as condições, embora principalmente na amostra recozida, com uma deformação no patamar de escoamento de aproximadamente 9%, associado à formação dessas bandas. A partir de uma microestrutura inicialmente martensítica, como mostrada na condição laminada a morno, uma diminuição na deformação associada com as bandas de Luders foi notada quando comparada com o material recozido [84]. Isso ocorre devido a um particionamento da deformação entre os constituintes da microestrutura [39], ou seja, entre a martensita/ferrita e a austenita ou se a ferrita contiver mais átomos de carbono em solução.

Esse fenômeno foi observado previamente no comportamento mecânico de aços médio Mn com efeito TRIP e está relacionado com a microestrutura inicial e a temperatura de recozimento [9,156]. O efeito TRIP nos aços médio Mn é influenciado por uma deformação plástica local que é iniciada pelo movimento das bandas de Luders [157], que também pode gerar um encruamento heterogêneo [158].

O efeito TRIP melhora as propriedades mecânicas por dois mecanismos [148]: (i) aumento da resistência através da formação de partículas duras de martensita e (ii) formação de deslocações em torno da martensita recém-formada devido à expansão de

volume durante a transformação da fase. Portanto, a estabilidade da austenita é crítica para controlar o processo de transformação martensítica, resultando nas propriedades mecânicas esperadas para o aço com efeito TRIP. Sugimoto et al. [159] acrescentam que além dos dois mecanismos citados, o encruamento devido a tensões internas deve ser considerado, provenientes da diferença de deformação entre a matriz e a segunda fase, como austenita retida e martensita α' transformada.

Em aços médio manganês, o comportamento no escoamento é caracterizado por fatores particulares, como a formação de martensita dentro das bandas de Luders, o que normalmente origina um platô. Outro fator é o aumento abrupto na curva tensão deformação imediatamente após a deformação no escoamento (deformação de Luders), o que pode dever-se à mudança na microestrutura (de $\alpha' + \gamma$ para α') durante o escoamento [160].

O cálculo da energia de falha de empilhamento (EFE) desenvolvido na seção 4.7 resultou nos valores de 16 mJ/m^2 pela abordagem de Dumay et al [115] e 14 mJ/m^2 , a partir da abordagem de Nakada et al [69]. Esses resultados evidenciam o efeito TRIP como o principal mecanismo de deformação nesse material [18]. Esse efeito ocorre em aços com uma alta fração de austenita, que se transforma em martensita em um ponto crítico durante a deformação, exibindo uma alta taxa de encruamento [27]. O expoente de encruamento sugere uma influência direta da temperatura intercrítica, mesmo sob fenômenos de recuperação e recristalização, de natureza distinta sob as condições experimentais [153].

A deformação da matriz suprime o início da transformação da austenita em martensita, retardando assim o início do efeito TRIP [27]. Esse comportamento é importante, pois o encruamento induzido pela martensita ocorre em um valor crítico de deformação. Isso faz com que a deformação localizada seja inibida, ocasionando uma ductilidade elevada. Alternativamente, se a transformação da martensita ocorre nos estágios iniciais de deformação, espera-se que resulte em uma baixa ductilidade [27].

O aço laminado a morno mostra uma menor relação entre o limite de escoamento e o limite de resistência à tração (σ_y/σ_r) - 0,63, indicando uma capacidade de encruamento

mais elevada, em contraste com o aço recozido a 600°C/30 min, que exibe uma capacidade de encruamento ligeiramente menor (σ_y/σ_r) - 0,88).

Em geral, o comportamento no encruamento observado em aços TRIP austeníticos-ferríticos de granulação ultrafina apresenta-se em três estágios [142]. No primeiro estágio, o encruamento é governado principalmente pela deformação da ferrita/martensita e pelo aumento da densidade de deslocamentos tanto na ferrita/martensita quanto na austenita, caracterizado por uma inclinação negativa [27,112].

No segundo estágio, o encruamento aumenta devido à transformação de fase, uma vez que a austenita retida se transforma em martensita à medida que a deformação aumenta (efeito TRIP). Finalmente, no estágio 3, o encruamento diminui, caracterizado pelo fim da transformação de fases [142], consequência da influência tanto da ferrita quanto da austenita e da martensita recém-formada [161].

Na curva de taxa de encruamento da amostra recozida a 600°C/30 min, observa-se um primeiro estágio ($\epsilon < 0,11$ na Fig. 5.32c), no qual a taxa de encruamento diminuiu rapidamente. Esse comportamento foi seguido por um segundo estágio ($0,11 < \epsilon < 0,175$) no qual um aumento acentuado na tensão verdadeira e a taxa de encruamento correspondente são atribuídos principalmente ao rápido efeito TRIP. Isso é evidência de uma transformação de uma grande fração volumétrica de austenita em martensita em cada etapa. Em uma parte subsequente do segundo estágio, a tensão verdadeira aumenta gradualmente e a taxa de encruamento permanece quase constante. Isso é devido a uma diminuição da fração de austenita que se transformou em martensita. Depois disso, a tensão verdadeira atinge outro ponto crítico e há uma nova ocorrência do efeito TRIP. Isso promove a formação de um novo pico na curva de taxa de encruamento [162]. Finalmente, no terceiro estágio ($\epsilon > 0,175$), ocorre uma diminuição acentuada na taxa de encruamento, no qual a transformação martensítica é inativa e somente a matriz se deforma [161].

Sequencialmente, na amostra laminada a morno, o comportamento da taxa de encruamento é caracterizado por dois estágios. No primeiro estágio, observa-se uma taxa

de encruamento significativa devido ao efeito TRIP ($\epsilon < 0,13$), seguido por uma redução linear (estágio 2). A ausência de uma inclinação negativa nos estágios iniciais da deformação plástica pode indicar o início da transformação da fração de austenita menos estável que foi induzida pela deformação. Essa transformação ocorre devido a sua morfologia, que foi desencadeada no início da deformação plástica pelo efeito TRIP. O maior expoente de encruamento na amostra laminada a morno está relacionado tanto à maior fração volumétrica da austenita quanto à sua morfologia, conforme discutido posteriormente no item 6.4.

6.4 Estabilidade e Fração de Austenita Retida *versus* Propriedades Mecânicas

Na figura 6.3 são exibidos os difratogramas das amostras antes e depois dos ensaios de tração. A análise quantitativa das fases revelou, antes da tração, uma fração volumétrica de 29% de austenita retida ($\% \gamma_R$) na amostra recozida a 600°C por 30 min e 34% na amostra laminada a morno, conforme seção 5.2.1. Após o ensaio de tração, a ausência de picos consistentes com a fase de austenita para ambas as condições é observada, o que evidencia a transformação em martensita induzida pela deformação plástica - efeito TRIP.

A associação entre a evolução microestrutural e as propriedades mecânicas pode ser reforçada por meio da análise do comportamento no encruamento [27]. A partir deste trabalho, torna-se clara a relação entre a morfologia e a estabilidade da austenita com as propriedades mecânicas do aço produzido nos processos de recozimento intercrítico e laminação a morno.

A estabilidade adequada da austenita deve ser alcançada para que o aço exiba o efeito TRIP e uma alta ductilidade. Uma austenita altamente estável compromete a ductilidade do aço, não contribuindo assim para o encruamento [162], enquanto que a baixa estabilidade da austenita possibilita a transformação em martensita nos estágios iniciais de deformação, comprometendo a resistência e o encruamento. Dentro de uma faixa de estabilidade adequada, a heterogeneidade morfológica da austenita, como no laminado a morno, possibilita frações de austenita com estabilidades distintas [82,142].

Conseqüentemente, isso origina diferentes comportamentos no encruamento devido à transformação martensítica gradual induzida por deformação.

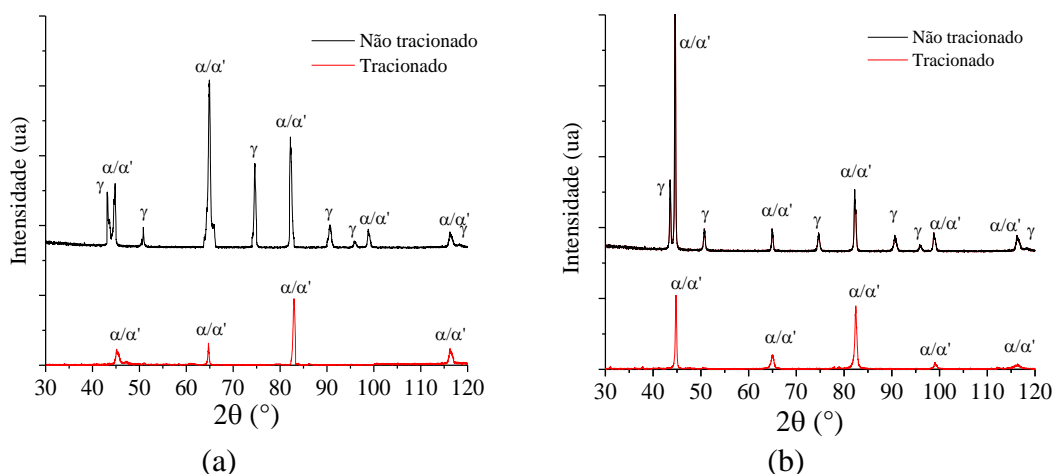


Figura 6.3 - Difrátogramas das amostras antes e após o ensaio de tração para (a) recozido a 600° por 30 min e (b) laminado a morno.

Os diferentes comportamentos no encruamento das amostras recozida a 600°C por 30 min e laminada a morno podem ser entendidos em termos da estabilidade da austenita retida, que aumenta devido ao enriquecimento de carbono e também ao refinamento da estrutura. Zhao et al. [142] ressaltam que a estabilidade mecânica da austenita retida em filmes entre a martensita é maior do que em ilhas cercadas de ferrita que contêm um conteúdo de carbono maior.

A austenita na forma de blocos é mais facilmente submetida à transformação em martensita induzida pela deformação, devido à sua menor estabilidade. No entanto, a taxa de transformação da austenita retida mais alta não é a única razão para o aumento da resistência, o refinamento da matriz de martensita também é um fator crucial. A combinação desses fatores pode diminuir a concentração de tensões, e conseqüentemente, retardar o início da estrição [163].

Hu et al. [82] estudaram a evolução da microestrutura de um aço 7Mn laminado a quente e recozido que apresentou uma mistura de grãos de ferrita (α_1) e austenita (γ_1) lamelares. Essa morfologia lamelar exige deslocamentos geometricamente necessárias bem

desenvolvidas ao longo da interface da fase de maior fração, levando à deformação de duas fases sem a formação de um patamar de escoamento.

Por outro lado, a microestrutura do aço 7Mn, estudado por Hu et al. [82], laminado a frio e recozido, é composta por grãos de ferrita (α_c) e austenita (γ_c) equiaxiais. A formação dessa morfologia se dá devido à recristalização dos grãos de martensita e ferrita severamente deformados antes da transformação reversa durante o recozimento intercrítico, resultando em ferrita (α_c) e austenita (γ_c) com baixa densidade de deslocações devido aos fenômenos de recuperação e recristalização. Os grãos de ferrita (α_c), fase relativamente macia, são facilmente deformados nos estágios iniciais do escoamento, ocasionando a formação das bandas de Luders e sua propagação pela interação entre as deslocações móveis e os átomos de carbono na ferrita globular (α_g), resultando em um grande alongamento no escoamento.

Shao et al. [23] mostraram que as microestruturas lamelares mostram um comportamento no encruamento superior em altas deformações, enquanto as microestruturas equiaxiais têm uma taxa de transformação relativamente rápida. Eles também mostraram que a taxa de transformação de austenita em um aço com 5% de Mn teve uma forte relação com a distribuição não uniforme do tamanho de grão. Embora a estrutura com grãos mais grosseiros e morfologia equiaxial sofra transformação nos estágios iniciais da deformação plástica, uma estrutura mais refinada e lamelar foi transformada em martensita somente quando uma tensão crítica foi atingida.

Uma revisão de Suh e Kim [28] reuniu os resultados de uma série de estudos sobre a composição química e o processamento de vários aços, destacando austenita de diferentes estabilidades. Os autores observaram que o aumento do produto da resistência à tração e do alongamento (MPa%) deve-se principalmente à influência da porcentagem de austenita no alongamento e não na resistência à tração, que parece não ser afetada. A partir daí, concluíram que a correlação entre o alongamento uniforme e a fração de austenita sugere que a ductilidade é determinada pela fração volumétrica da austenita e é menos dependente da estabilidade mecânica dessa fase.

He et al. [138] compararam a morfologia e o tamanho de grão da austenita em um aço 10Mn e mostraram que um grão de austenita maior é mais facilmente transformado devido a sua menor estabilidade. Isso permite um maior encruamento nos estágios iniciais de deformação. Por sua vez, os grãos mais finos de austenita têm maior concentração de solutos e são mais estáveis o que contribui efetivamente para o encruamento através do efeito TRIP.

Neste trabalho, tanto o aço laminado a morno quanto o recozido a 600°C por 30 min apresentaram o efeito TRIP, caracterizado por uma elevada resistência à tração combinada com um alongamento significativo, o que está relacionado à estrutura refinada de ambas as condições. No entanto, o aço laminado a morno apresentou um maior encruamento, pois, além da maior estabilidade da austenita, sua morfologia não uniforme resultou em diferentes graus de estabilidade.

6.5 Textura Cristalográfica

A textura dos aços laminados e submetidos a tratamento térmico em uma temperatura dentro do campo intercrítico é normalmente caracterizada tanto pela textura da austenita como pelo desenvolvimento de uma textura de deformação, que pode ser modificada pelos seguintes fenômenos: (i) deformação e rotação dos grãos na fase austenita; (ii) transformação de austenita em ferrita e (iii) deformação, rotação e possível recristalização da fase α [92].

A combinação desses fatores resulta em uma textura final complexa, influenciada pela composição química, temperatura, percentual de redução em cada passe, tamanho inicial do grão e taxa de resfriamento durante a transformação [92]. Dentre esses parâmetros, a composição química desempenha um papel vital. Jonas [92] indica que maiores quantidades de elementos de liga reduzem a energia de falha de empilhamento da austenita e influenciam o desenvolvimento de sua textura de deformação, causando uma mudança da componente cobre para a componente do tipo latão.

Outro fator importante em relação à fração de elementos de liga é a supressão da recristalização da austenita, incluindo as bandas de deformação como possíveis sítios de nucleação, além dos contornos de grãos, que podem resultar no acúmulo de deformações e uma textura mais pronunciada da austenita e do produto da transformação [92]. A adição de Mn, especificamente, que aumenta a estabilidade da austenita, culmina na redução significativa da temperatura de transformação, causando mudanças microestruturais no produto [92].

6.5.1 Evolução da textura no recozimento intercrítico

A evolução da textura tanto da martensita quanto da austenita, no material recozido em tempos e temperaturas distintos a partir do material laminado a frio, é caracterizada pela retenção da deformação e pela transformação de fases em graus distintos, de acordo com os parâmetros de cada condição. A elevação da temperatura de recozimento promove frequentemente uma maior fração de recristalização da microestrutura, que pode levar tanto à ausência de textura, ao desenvolvimento de componentes de textura intensos ou mesmo a manutenção da textura de deformação [164].

A recristalização de metais deformados dá origem a mudanças na distribuição das orientações cristalográficas pela nucleação de novos grãos não deformados e seu crescimento subsequente na matriz deformada [88]. Kurc-Lisiecka et al. [165] ressaltam que a textura da martensita é mais complexa, pois compreende os componentes da textura da martensita provenientes da austenita recém-desenvolvida em um dado estágio de deformação, bem como texturas previamente formadas e já deformadas.

Kestens e Jonas [166] relatam que quanto menor a temperatura final da laminação, ou seja, quanto maior a deformação no campo ferrítico, mais fortalecida será a fibra α , especialmente a componente cubo girado (100)[011], e menos intensa a fibra γ . Nas funções de distribuição de orientação cristalina (FDOCs) da martensita na seção $\varphi_2 = 45^\circ$ (Fig. 5.17), nota-se a presença da fibra α e um avanço progressivo da fibra γ com o aumento do tempo e da temperatura de recozimento. Esse comportamento evidencia a ocorrência conjunta de fenômenos de recuperação, pela retenção da fibra α e de

recristalização, pelo desenvolvimento da fibra γ . Especificamente, o desenvolvimento da fibra γ ocorre em detrimento da fibra α , caracterizado pelo enfraquecimento progressivo desta última em contraste com o favorecimento da nucleação da primeira, uma vez que os grãos deformados (112)[110] são preferencialmente consumidos por grãos recristalizados (111)[112] [167,168].

Humphreys e Hatherly [89] descrevem que grãos com orientação (111) nas estruturas ccc geralmente apresentam maior capacidade de armazenamento de energia na deformação plástica do que aqueles com orientação [110]. Como a energia armazenada na deformação atua como força motriz para a recristalização, os núcleos (111) exibirão um crescimento mais acelerado, justificando o desenvolvimento da fibra γ .

Segundo Engler e Randle [88], uma típica textura de recristalização da fibra γ em estruturas ccc é atribuída à formação preferencial de núcleos recristalizados nos contornos de grão de alto ângulo preexistentes entre os grãos deformados, onde prevalecem condições ótimas de nucleação. A nucleação a partir da microestrutura deformada resultaria em novos grãos com textura proveniente da laminação, retendo parte das orientações. No entanto, as distintas componentes de texturas de laminação seriam diferenciadas em densidade e localização dos arranjos das deslocções que vão diferir na intensidade e na localização e, portanto, na força motriz para a recristalização.

As orientações da fibra γ entre (111)[110] e (111)[112] geralmente apresentam maior energia armazenada do que as orientações de textura de laminação concorrentes. Assim, os núcleos se formam preferencialmente em grãos com orientações pertencentes à fibra γ , que evoluem em detrimento de outras orientações, incluindo as da fibra α [88].

Além disso, devido à deformação não homogênea e gradientes de deformação local que persistem na vizinhança dos contornos de grão, os núcleos que se formam nessas regiões podem estar sujeitos a rotações substanciais em relação à direção normal (ND) à matriz a uma distância do contorno de grão. Isso significa que, em regiões próximas aos contornos de grão entre duas componentes simetricamente equivalentes de (111)[110], podem compreender (111)[112]. Assim, na presença de uma textura de laminação dominante

(111)[110], a componente (111)[112] irá nuclear preferencialmente e, conseqüentemente, prevalecer na textura de recristalização [88].

Engler e Randle [88] destacam que boas propriedades de estampagem profunda exigem altas densidades de orientações da fibra γ além de uma distribuição uniforme ao longo dessa fibra. Assim, a otimização das propriedades nesse contexto implica no controle da textura e microestrutura durante a laminação e subsequente recozimento, de modo a obter uma distribuição intensa e uniforme ao longo da fibra γ .

Em metais cfc, as orientações mais importantes são a fibra α e β . Em baixos graus de deformação a fibra α com (111)//DL é observada, que vai da orientação Goss (011)[100] à latão (011)[211]. Em graus de deformação maiores, a fibra β prevalece, partindo de Cu (112)[111] através da componente S (123)[634] até a componente latão (011)[211] onde encontra a fibra α [88].

Em $\varphi_2 = 45^\circ$, de maneira geral, a componente Goss mais intensa é característica de uma austenita mais deformada [92], assim como a componente latão, ao passo que a predominância da componente cobre (112) [11-1] é, por vezes, associada a uma estrutura mais recristalizada. O surgimento e intensificação da componente S (123)[634], em $\varphi_2 = 65^\circ$, também é coerente com uma diminuição da energia de deformação da estrutura.

Apesar das mudanças na fração de austenita nas condições de recozimento intercrítico estudadas, as texturas apresentadas para esta fase (fig. 5.18) mantiveram um padrão semelhante em sua morfologia. Mesmo após o recozimento, as imagens indicam que a textura de deformação foi mantida, composta por, na seção $\varphi_2 = 45^\circ$, uma fibra alfa bem desenvolvida, centrada na orientação latão (110)[-1-12], que se estende sobre a componente Goss (110)[001] com o aumento do tempo de recozimento. Lee e Han [169] destacam que os grãos com orientação Goss (011)[100] que persistem, após a laminação de ligas de cfc, parecem atuar como núcleos durante a recristalização e se desenvolvem à custa dos grãos com orientação latão (011)[211] circundantes.

Geralmente, após o recozimento, a textura de recristalização é formada principalmente pela componente cubo (001) [100], o que ocorre numa extensão variável, uma vez que depende do grau de deformação prévia, bem como da temperatura de recozimento utilizada. Existem também outros componentes relacionados à textura de deformação, remanescentes no material [170].

Nas amostras recozidas a 600°C, o aumento do tempo e da temperatura de recozimento é caracterizado pelo fortalecimento da componente cubo (100)[-1-10] (Fig. 5.18). No entanto, ainda assim, tal componente apresenta baixa intensidade, sendo sequer esta componente identificada na temperatura de 600°C para o tempo de 30 min e na temperatura de 650°C, o que configura outro indicativo da manutenção da textura de deformação.

Resultados semelhantes foram encontrados por Kalsar et al. [91], ao estudarem um aço 12Mn austenítico laminado a frio em diferentes percentuais de redução. Os autores observaram uma textura caracterizada pelo enfraquecimento da fibra cubo e uma fibra alfa bem desenvolvida, com a evolução da componente latão (001)[112] para Goss (110)[001].

Em um aço médio manganês 0.25C-1.5Si-3Mn, produzido por meio de Q&P, Knif et al. [62] avaliaram a evolução da textura comparando os tempos de tratamento de 250 s e 500 s para a austenita retida e para a martensita. Os autores observaram uma textura da austenita semelhante nas duas condições, com baixas intensidades para componente latão (001)[112], a ocorrência das componentes Goss (110)[001], Goss girado (110)[110], S (123)[634] e cobre (211)[111], enquanto uma fraca componente cubo girado (001)[110] é observada apenas na amostra submetida a 250 s. Os autores destacam que a textura da martensita observada é frequentemente vista após dupla transformação α - γ - α da fase ccc deformada a frio em aços de elevada resistência.

6.5.2 Comparação da textura do material recozido a 600°C por 30 min e do laminado a morno

Comparativamente, ao analisar as texturas das amostras laminada a morno e recozida a 600°C por 30 min observa-se que, na amostra laminada a morno, em $\varphi_2 = 45^\circ$ (Fig. 5.21), as componentes (113) [-1-10] e (223) [-1-10] pertencentes à fibra α são mais intensas. Na amostra recozida a 600°C por 30 min (Fig. 5.17a), a fibra α , também com alta intensidade, é observada pela componente (223) [-1-10]. Em ambas as condições a componente cubo girado (001) [-1-10] apresenta-se fracamente desenvolvida.

A presença da fibra α em ambas as amostras é característica do material deformado [136] obtido pela temperatura intercrítica na laminação a morno, bem como pela deformação oriunda da laminação a frio, que permaneceu na estrutura da amostra recozida intercriticamente. A principal componente (111) [0-11] da fibra γ ocorre fracamente em ambas as condições com intensidade levemente superior no material laminado a morno, o que pode indicar uma maior fração recristalizada.

Para a fase austenita em $\varphi_2 = 45^\circ$, a textura no laminado a morno (fig. 5.22b) é representada pelas componentes latão (110) [11-2] e uma leve retenção da componente cobre (112) [11-1]. Ao passo que, na amostra recozida a 600°C por 30 min (fig. 5.18b), observa-se uma componente latão (110) [11-2] mais intensa e fracas componentes Goss (110)[100] e cobre (112)[11-1]. Em $\varphi_2 = 65^\circ$, em ambas as condições, verifica-se uma componente S (123)[634] de intensidade baixa a moderada.

Em ambas as amostras, uma leve evidência da componente de cubo girado (001)[-1-10] é observada, o que confirma que as temperaturas intercríticas aplicadas nas duas rotas de processamento não foram suficientemente altas para resultarem em uma recristalização efetiva da austenita a partir da microestrutura inicial de martensita.

6.6 Distribuição Característica dos Contornos de Grão

Nos perfis de distribuição característica de contornos de grão das condições estudadas para o aço 8Mn, submetido tanto a rota de processamento envolvendo recozimento intercrítico após laminação a frio quanto a laminação a morno, observa-se uma predominância dos contornos de grão de alto ângulo, que pode estar associada a

fenômenos de recristalização [89], oriundos do processamento intercrítico. Além disso, segundo Ryde [171], a maioria dos contornos que são criados durante a transformação martensítica são contornos de baixo ângulo ($<15^\circ$) ou contornos de alto ângulo no intervalo entre 50° a 63° .

Song et. al (2016) explicam que, no recozimento após deformação, os contornos de grão de baixa energia, principalmente os de baixo ângulo, aumentam sua energia devido ao aquecimento e, em seguida, as redes de deslocações vizinhas migram para outros contornos por meio de dissociação e migração. Assim, muitos contornos de subgrãos com baixa energia desaparecem ou se fundem, formando novos contornos de grão com alta energia, principalmente os contornos de alto ângulo. Ao mesmo tempo, os contornos de grão de alto ângulo possuem alta mobilidade e são capazes de incorporar os contornos próximos diretamente, por possuírem maior energia devido ao acúmulo de deslocações [172]. Consequentemente, a fração numérica dos contornos de alto ângulo aumentam com a elevação do tempo de recozimento, enquanto os contornos de baixo ângulo diminuem.

Yu et al. [163] complementam que as bandas de deformação ou subestrutura permanecem parcialmente inalteradas em temperaturas relativamente mais baixas, e tendem a diminuir com a recristalização durante o recozimento, resultando no aumento de contornos de grãos de alto ângulo. Lambert et al. [173], Lan et al. [174] e Gourgues [175] descrevem que os contornos de grão de alto ângulo são barreiras eficazes que impedem a propagação de microfissuras de clivagem, enquanto que os de baixo ângulo apresentam menor capacidade de amenizar a fratura por clivagem.

No aço laminado a morno, os contornos de alto ângulo estão provavelmente relacionados com o surgimento e o acúmulo de deslocações induzidos por deformação [176]. Uma maior quantidade desse tipo de contorno, associada com uma maior quantidade de deformação e densidade de deslocações, foi identificada por alguns autores no estudo do efeito do aumento da deformação na laminação a frio na distribuição característica dos contornos de grãos [176]. No presente trabalho, sugere-se que a rotação de grãos e os contornos de deslocações induzidos pela deformação são possíveis motivos para esse comportamento.

Huges e Hansen [177] sugeriram que os contornos gerados durante a deformação se originam de dois mecanismos: 1) microestrutural, em que o grão se subdivide por acúmulo de deslocações e 2) textural, relacionado à rotação de grãos. Assim, a distribuição dos ângulos de desorientação mostrou que os contornos de alto ângulo foram formados principalmente pelo mecanismo textural enquanto os de baixo ângulo foram formados principalmente pelo mecanismo microestrutural. Dessa forma, espera-se que, quando a textura é instável, a chance de rotação de grãos (alinhada ao longo da direção de laminação) aumente, levando à criação de muitos contornos de alto ângulo [178]. Devido a isso, esperava-se formar uma maior densidade desses contornos de grão na amostra laminada a morno.

Os contornos de grão especiais CSL, em todas as condições estudadas, não apresentaram frações consideravelmente altas. Os contornos especiais $\Sigma 3$, os que mais contribuem no perfil de grãos CSL, em vários trabalhos são destacados como sendo os mais importantes referente ao aumento da tenacidade em aços [179,180,181]. Zhao et al. [182] destacam que os limites CSL de baixo índice, como os $\Sigma 3$, apresentam um arranjo atômico mais ordenado, resultando em menores energias de contorno e maior resistência à segregação de átomos de impurezas, e concluem que esses contornos especiais desempenham um papel relevante na promoção da coesão dos contornos de grão e na mitigação da segregação.

Dentre as condições recozidas após laminação a frio, observou-se que a fração de contornos especiais $\Sigma 3$ apresentou uma tendência crescente de aumento com o prologamento do tempo de recozimento. Feng et al. [183], que observaram a mesma tendência ao estudarem um aço inoxidável austenítico, justificam que esta é uma tendência esperada, dado que algumas desorientações específicas se formam por meio da migração de contornos de grãos durante o recozimento, numa tentativa de minimizar a energia de contornos total do sistema.

Yan et al [184], ao estudarem a textura cristalográfica em aços inoxidáveis ferríticos, propuseram que os contornos $\Sigma 3$ têm baixas energia e mobilidade mesmo em altas temperaturas. Durante a laminação a frio, há a introdução de energia no sistema,

resultando em um aumento na energia total armazenada. Dessa forma, no recozimento subsequente, espera-se que as áreas de contornos de baixo ângulo cresçam, em detrimento dos contornos de alto ângulo [185]. A rotação de grãos poderia fornecer a força motriz para a formação de contornos especiais $\Sigma 3$, resultando no aumento da sua fração com o aumento do tempo da temperatura e do tempo de recozimento.

A distribuição característica de contorno de grão pode estar intimamente relacionada às variações de textura observadas. De maneira geral, uma fibra α intensa, característica de um material deformado, está relacionada com uma fração elevada de contornos de baixo ângulo, enquanto que uma fibra γ mais intensa, predominante no estudo de texturas de materiais recozidos, vai apresentar contornos de grão de alto ângulo com maior frequência, incluindo contornos CSL especiais, como $\Sigma 3$ [184]. A retenção da fibra α percebida nas condições estudadas pode estar relacionada com o fato de, apesar de os contornos especiais $\Sigma 3$ contribuírem de forma mais significativa na frequência CSL, ainda assim, suas frações serem pequenas, atingindo no máximo 0,055.

Confrontando o comportamento das condições recozidas com a laminada a morno, verifica-se que não houve diferença notável entre as distribuições dessas condições. Na amostra recozida a 600°C por 30 min (Fig. 5.24) a notação $\Sigma 3$ foi o contorno CSL mais proeminente (0,020), enquanto na amostra laminada a morno (Fig. 5.27b) esse valor foi menor (0,013). Em relação à notação $\Sigma 11$, a amostra laminada a morno exibiu uma fração de 0,028, por outro lado na amostra recozida essa fração foi bem inferior (0,011). A mesma tendência foi observada para a notação $\Sigma 5$, com frações de 0,016 e 0,008 para as amostras laminada a morno e recozida, respectivamente. A distribuição característica dos contornos de grão sugere que o aparecimento de contornos $\Sigma 3$ se correlaciona com o fenômeno de recuperação e foi mais intensa na amostra recozida [186].

Uma desorientação de 60° em relação ao eixo (111) pode estar associada com os contornos $\Sigma 3$, enquanto a fibra γ frequentemente se correlaciona bem com os planos (111), como relatado por Yan et al. [184]. Além disso, um aumento na temperatura de laminação foi relacionado a uma fibra α fraca e uma fibra γ forte; os dois componentes

de textura mais importantes foram (111) [112] e (111) [110] e podem ser relacionados com uma rotação de 30° (111).

Park et al. [187] estudaram a recristalização e o desenvolvimento da textura de laminação a frio em um aço IF e observaram que houve o desenvolvimento na componente de textura (001) [110] por uma rotação de $50,5^\circ$ em torno de um eixo comum (110) para (111) [112]. No entanto, esta rotação pode estar associada aos contornos $\Sigma 11$, uma vez que ocorreu uma variação significativa entre as condições recozida a 600° por 30 min (0,012) e laminada a morno (0,028).

7 CONCLUSÕES

- As amostras submetidas a recozimento intercrítico, de maneira geral, exibem uma microestrutura com morfologia ultrafina, composta por martensita e austenita retida, mantendo um certo alongamento oriundo da deformação plástica a frio. Com o aumento do tempo e da temperatura de recozimento, a microestrutura apresenta-se mais equiaxial, com predominância de martensita;
- O material laminado a morno, por sua vez, exibiu uma microestrutura ultrafina similar em termos de constituintes, com martensita e austenita retida. Em relação à sua morfologia, esta é caracterizada por uma heterogeneidade acentuada, composta por regiões mais lamelares e outras mais globulares;
- A partir da rota de processamento que envolve laminação a frio e posterior recozimento intercrítico, observou-se que o aumento da temperatura e do tempo resultou em uma diminuição da fração de austenita retida. Tal fato está diretamente relacionado à temperatura de recozimento aplicada, que, ao ser elevada dentro do campo intercrítico, formou uma austenita termicamente instável, que, no resfriamento subsequente se transformou em martensita, culminando em uma fração mais baixa ou até mesmo inexistente na microestrutura;
- A laminação a morno demonstrou ser uma alternativa interessante à rota de processamento convencional, ao apresentar uma fração volumétrica de austenita retida até mesmo superior à amostra recozida a 600°C por 30 min;
- Os percentuais de austenita retida antes e após o ensaio de tração confirmam a viabilidade de ambos os processos, tanto o de recozimento a 600° por 30 min quanto a laminação a morno, em termos da ocorrência do efeito TRIP;
- A heterogeneidade da morfologia dos grãos no material laminado a morno resultou em estabilidades diferentes da austenita, ocasionando um maior encruamento e, conseqüentemente a ocorrência de um efeito TRIP mais efetivo quando comparado ao material recozido a 600°C por 30 min;

- O comportamento mecânico resultou em combinações interessantes de resistência à tração, alongamento percentual e expoente de encruamento em ambas as condições (recozida a 600° por 30 min e laminada a morno);
- Em todas as condições, a textura na martensita mostrou a retenção de componentes da fibra α , em função da elevada deformação imposta no processamento termomecânico. O aumento da temperatura e do tempo de recozimento resultou no desenvolvimento discreto da fibra γ ;
- A textura da austenita exhibe as componentes latão (110)[1-12] se desenvolvendo para Goss (110)[100] com o aumento da temperatura e do tempo de recozimento e a existência de uma componente S discreta em todas as condições;
- Acredita-se que o acúmulo de deslocamentos oriundos da deformação seja responsável pela predominância dos contornos de grão de alto ângulo, e o perfil de distribuição de contornos especiais CSL sugere que o aparecimento dos contornos $\Sigma 3$ está relacionado com o fenômeno de recuperação.

REFERÊNCIAS

1. DE COOMAN, B. C.; GIBBS, P.; LEE, S.; MATLOCK, D. Transmission electron microscopy analysis of yielding in ultrafine-grained medium mn transformation-induced plasticity steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44, 2013. p. 2563–2572.
2. SUN, B.; AYDIN, H.; FAZELI, F.; YUE, S. Microstructure evolution of a medium manganese steel during thermomechanical processing. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47, 2016. p. 1782–1791.
3. AYDIN, H.; JUNG, I.; ESSADIQI, E.; YUE, S. Twinning and tripping in 10% Mn steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 591, 2014. p. 90–96.
4. ZHAO, C.; ZHANG, C.; CAO, W.; YANG, Z.; DONG, H.; WENG, Y. Austenite thermal stabilization through the concentration of manganese and carbon in the 0.2C–5Mn steel. **ISIJ International**, v. 54, 2014. p. 2875–2880.
5. GIBBS, P. J.; DE MOOR, E.; MERVIN, M. J.; CLAUSEN, B.; SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K. Austenite stability effects on tensile behavior of manganese-enriched-austenite transformation-induced plasticity steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 42 (A), 2011. p. 3691-3702.
6. LATPOV, M. I.; SUNMI, S.; DE COOMAN, B. C.; KIM, H. S. Micromechanical finite element analysis of strain partitioning in multiphase medium manganese TWIP/TRIP steel. **Acta Materialia**, v.108 , 2016. p. 219-228.
7. FARAHANI, H.; XU, W.; ZWAAG, S.. Prediction and validation of the austenite phase fraction upon intercritical annealing of medium Mn steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46 (A), 2015. p. 4978-4985.
8. BHATTACHARYA, D. Microalloyed steels for the automotive industry. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v.11, 2014. p. 371-383.
9. XU, H.F.; ZHAO, J.; CAO, W.Q.; SHI, J.; WANG, C.Y.; WANG, C.; LI, J.; DONG, H. Heat treatment effects on the microstructure and mechanical properties of a medium manganese steel (0.2C–5Mn). **Materials Science and Engineering A**, v. 532, 2012. p. 435–442.

10. LEE, Y-K.; HAN, J. Current opinion in medium manganese steel. **Materials Science and Technology**, v. 31, 2014. p. 843-856.
11. GIBBS, P.J.; DE COOMAN, B.C.; BROWN, D.W.; CLAUSEN, B.; SCHROTH, J.G.; MERVIN, M.J.; D.K., MATLOCK. Strain partitioning in ultra-fine grained medium-manganese transformation induced plasticity steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 609, 2014. p. 323–333.
12. HAWKINS, DN; SHUTTLEWORTH, AA. The effect of warm-rolling on the structure and properties of a low-carbon steel. **Journal of Mechanical Working Technology**, 1979. p. 333-345.
13. BRUZSEK, R.K.; RODRIGUES, P.C.M.; MOTTA, L.S.; SANTOS, D.B. Microstructural evolution of ultrafine grained C-Mn steel warm rolling and intercritical annealed. **Materials Research**, v.5, 2002. p. 343-348.
14. SANTOS, D.B.;BRUZSZEK, R.K.; RODRIGUES, P.C.M.; PERELOMA, E.V. Formation of ultra-fine ferrite microstructure in warm rolled and annealed C-Mn steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 346, 2003. p. 189-195.
15. CAO, W.Q.; WANG, C.; SHI, J.; WANG, M.Q.; HUI, W.J.; DONG, H. Microstructure and mechanical properties of Fe–0.2C–5Mn steel processed by ART-annealing. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, 2011. p. 6661–6666.
16. FOSTEIN, N. **Advanced High Strength Sheet Steels: physical metallurgy, design, processing and properties**. London: Springer, 2015.
17. LEE, S.; DE COOMAN, B. C. Influence of intra-granular ferrite on the tensile behavior of intercritically annealed 12 pct Mn TWIP+TRIP steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.46A, 2015. p.1012-1018.
18. AYDIN, H.; ESSADIQI, E.; JUNG, I.H.; YUE, S. Development of 3rd generation AHSS with medium Mn contente alloying compositions. **Materials Science and Engineering A**, v. 564, 2013. p. 501–508.
19. TSUKAHARA, H.; MASUMURA, T.; TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S.; NAKASHIMA, K.; HASE, K.; ENDO, S.. Design of alloy composition in 5%Mn-Cr-C austenitic steels. **ISIJ International**, v. 55, 2015. p. 312–318.

20. DE COOMAN, B.C.; KWON, O.; CHIN, K.G. State-of-the-knowledge on TWIP steel. **Materials Science and Technology**, v.28, 2012. p. 513-527.
21. LAN, P.; ZHANG, J. Thermophysical properties and solidification defects of Fe–22Mn–0.7C TWIP steel. **Steel Research International**, v.87, 2016. p. 250–261.
22. MA, Y. Medium-manganese steels processed by austenite-reverted-transformation annealing for automotive applications. **Materials Science and Technology**, 2017. p. 1-15.
23. SHAO, C.; HUI, W.; ZHANG, Y.; ZHAO, X.; WENG, Y. Microstructure and mechanical properties of hot-rolled medium-Mn steel containing 3% aluminium. **Materials Science and Engineering A**, v. 682, 2017. p. 45–53.
24. SONG, H.; SOHN, S. S.; KWAK, J.H.; LEE, B.J.; LEE, S. Effect of austenite stability on microstructural evolution and tensile properties in intercritically annealed medium-Mn lightweight steels. **Metallurgical And Materials Transactions A**, v. 47, 2016. p. 2674–2685.
25. HU, B.; LUO, H.; YANG, F.; DONG, H. Recent progress in medium-Mn steels made with new designing strategies, a review. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 33, 2017. p. 1457-1464.
26. DE COOMAN, B. C. High Mn TWIP steel and medium Mn steel. In: _____ **Automotive steels - design, metallurgy, processing and applications**. New York (EUA): Elsevier, 2016. Cap. 11, p. 317-385.
27. CAI, Z.H.; DING, H.; XUE, X.; JIANG, J.; XIN, Q.B.; MISRA, R.D.K. Significance of control of austenite stability and three-stage work-hardening behaviour of an ultrahigh strength–high ductility combination transformation-induced plasticity steel. **Scripta Materialia**, v. 68, 2013. p. 865-868.
28. SUH, D.W.; KIM, S.J. Medium Mn transformation-induced plasticity steels: recent progress and challenges. **Scripta Materialia**, v. 126, 2017. p. 63–67.
29. MATLOCK, D.K.; SPEER, J.G. **Design consideration for the next generation of advanced high strength sheet steels**. The 3rd International Conference on Advanced Structural Steels. Gyeongju: [s.n.]. 2006. p. 774–781.

30. SUN, R.; XU, W.; WANG, C.; SHI, J.; DONG, H.; CAO, W. Work hardening behavior of ultrafine grained duplex medium-Mn steels processed by ART-annealing. **Steel Research International**, v. 83, 2012. p. 316–321.
31. WANG, C.; SHI, J.; WANG, C.Y.; HUI, W. J.; WANG, M. Q.; DONG, H.; CAO, W. Q. Development of ultrafine lamellar ferrite and austenite duplex structure in 0.2C5Mn steel during ART-annealing. **ISIJ International**, v. 51, 2011. p. 651–656.
32. MILLER, R. L. Ultrafine-grained microstructures and mechanical properties of alloy steels. **Metallurgical Transactions**, v. 3, 1972. p. 905–912.
33. MERVIN, M. J. Method for producing high strength, high ductility manganese steel strip, 2006.
34. MERVIN, M. J. Low-carbon manganese TRIP steels. **Materials Science Forum**, v. 539-543, 2007. p. 4327–4232.
35. MERVIN, M. J. Microstructure and properties of cold-rolled and annealed low carbon manganese TRIP steels. **Iron and Steel Technology**, 2008. p. 66–86.
36. STEINER, K.; SCHNEIDER, R.; KRIZAN, D.; BEAL, C.; SOMMITSCH, C. Comparative investigation of phase transformation behavior as a function of annealing temperature and cooling rate of two medium-Mn steels. **Steel Research International**, v. 86, 2015. p.1179-1186.
37. RANA, R.; GIBBS, P. J.; DE MOOR, E.; SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K. A composite modeling analysis of the deformation behavior of medium manganese steels. **Steel Research International**, v. 86, 2015. p. 1139–1150.
38. ARLAZAROV, A.; GOUNÉ, M.; BOUAZIZ, O.; HAZOTTE, A.; PETITGAND, G.; BARGES, P. Evolution of microstructure and mechanical properties of medium Mn steels during double annealing. **Materials Science and Engineering A**, v. 542, 2012. p. 31–39.
39. HAN, J.; LEE, S-J.; JUNG, J-G.; LEE, Y-K. The effects of the initial martensite microstructure on the microstructure and tensile properties of intercritically annealed Fe–9Mn–0.05C steel. **Acta Materialia**, v.78, 2014. p. 369–377.

40. ZHAN, W.; CAO, L.Q.; HU, J.; CAO, W.Q.; LI, J.; DONG, H. Intercritical rolling induced ultrafine lamellar structure and enhanced mechanical properties of medium-Mn steel. **Journal Of Iron And Steel Research International**, v.21, 2014. p. 551–558.
41. DONG, H.; CAO, W.; SHI, J. Formation of an ultrafine-grained austenite-containing microstructure from a cold-rolled medium-manganese steel processed using intercritical annealing. **Materials Science Forum**, v. 762, 2013. p. 31-37.
42. CAI, Z.H.; DING, H.; MISRA, R.D.K.; YING, Z.Y. Austenite stability and deformation behavior in a cold-rolled transformation-induced plasticity steel with medium manganese content. **Acta Materialia**, v. 84, 2015. p. 229–236.
43. KAMOUTSI, H.; GIOTI, E.; HAIDEMENOPOULOS, G. N.; CAI, Z.; DING, H. Kinetics of solute partitioning during intercritical annealing of a medium-Mn steel. **Metallurgical And Materials Transactions A**, v. 46, 2015. p. 4841–4846.
44. DE COOMAN, B. C. Structure–properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 8, 2004. p. 285–303.
45. CHEN, J.; LV, M.Y.; LIU, Z.Y.; WANG, G.D. Influence of heat treatments on the microstructural evolution and resultant mechanical properties in a low carbon medium Mn heavy steel plate. **Metallurgical And Materials Transactions A**, v. 47, 2016. p. 2300–2312.
46. WANG, C.; CAO, W-Q.; HAN, Y.; WANG, C-Y.; HUANG, C-X.; DONG, H. Influences of austenization temperature and annealing time on duplex ultrafine microstructure and mechanical properties of medium Mn steel. **Journal of Iron and Steel Research**, v.22, 2015. p. 42-47.
47. LEE, S-J.; LEE, S.; DE COOMAN, B.C. Austenite stability in multi-phase ultrafinegrained 6pct Mn transformation induced plasticity steel. **Scripta Materialia**, v. 64, 2011. p. 225–28.
48. LEE, S.; DE COOMAN, B. C. On the selection of the optimal intercritical annealing temperature for medium Mn TRIP steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44A, 2013. p. 5018-5024.

49. SUN, B.; FAZELI, F.; SCOTT, C.; LIU, Z.; QIN, X.; YUE, S. Critical role of strain partitioning and deformation twinning on cracking phenomenon occurring during cold rolling of two duplex medium manganese steels. **Scripta Materialia**, v.130, 2017. p. 49-53.
50. FURUKAWA, T. Dependence of strength-ductility characteristics of thermal history in low carbon 5 wt.% Mn steels. **Material Science and Technology**, v. 6, 2013. p. 465–470.
51. HUANG, H.; MATSUMURA, O. ; FURUKAWA, T. Retained austenite in low carbon manganese steel after intercritical heat treatment. **Material Science and Engineering A**, v. 10, 1994. p. 621–626.
52. JIMENEZ-MELERO, E.; DIJK, N.H.; ZHAO, L.; SIETSMA, J.; OFFERMAN, S.E.; WRIGTH, J.P.; ZWAAG, S. Characterization of individual retained austenite grains and their stability in low-alloyed TRIP steels. **Acta Materialia**, v.55, 2007. p. 6713-6723.
53. KNIJF, D.; FOJER, C.;KESTENS, L.A.I.; PETROV, R. Factors influencing the austenite stability during tensile testing of quenching and partitioning steel determined via in-situ electron backscatter diffraction. **Materials Science and Engineering A**, v.638, 2015. p. 219-227.
54. WANG, M.M.; TASAN, C.C.; PONGE, D.; KOSTKA, A. ; RAABE, D. Smaller is less stable: size effects on twinning vs. transformation of reverted austenite in TRIP-maraging steels. **Acta Materialia**, v. 79, 2014. p. 268–281.
55. CHALLA, V.S.A.; MISRA, R.D.K.; SOMANI, M.C.; WANG, Z.D. Influence of grain structure on the deformation mechanism in martensitic shear reversion-induced Fe-16Cr- 10Ni model austenitic alloy with low interstitial content. **Materials Science and Engineering A**, v. 661, 2016. p.51-60.
56. MISRA, R.D.K.; CHALLA, V.S.A.; VENKATSURYA, P.K.C.; SHEN, Y.F.; SOMANI, M.C.; KARJALAINEN, L.P. Interplay between grain structure, deformation mechanisms and austenite stability in phase-reversion-induced nanograined/ultrafine-grained austenitic ferrous alloy. **Acta Materialia**, v. 84, 2015. p. 339-348.

57. YANG, Y.G.; MI, Z.L.; XU, M.; XIU, Q.; LI, J.; JIANG, H.T. Impact of intercritical annealing temperature and strain state on mechanical stability of retained austenite in medium Mn steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 725, 2018. p. 389–397.
58. MIN, J.; HECTOR, L.G.; ZHANG, L.; LIN, J.; CARSLEY, J.E.; SUN, L. Elevated-temperature mechanical stability and transformation behavior of retained austenite in a quenching and partitioning steel. **Materials Science Engineering A**, v. 673, 2016. p. 423–429.
59. TIMOKHINA, I.B.; HODGSON, P.D.; PERELOMA, E.V. Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 35, 2004. p. 2331–2341.
60. JACQUES, P.J.; DELANNAY, F.; LADRIERE, J. On the influence of interactions between phases on the mechanical stability of retained austenite in transformation-induced plasticity multiphase steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.32, 2011. p. 2759–2768.
61. KRUIJVER, S.O.; ZHAO, L.; SIETSMA, S.E.; OFFERMAN, E.; DIJK, N.H.; LAURIDSEN, E.M.; MARGUILES, L.; GRIGULL, S.; POULSEN, H.F.; ZWAAG, S. In situ observations on the mechanical stability of austenite in TRIP-steel. **Journal de Physique IV**, v. 104, 2003. p. 499-502.
62. KNIJF, D. D.; PETROV, R.; FÖJER, C.; KESTENS, L. A. I. Effect of fresh martensite on the stability of retained austenite in quenching and partitioning steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 615, 2014. p. 107–115.
63. LI, Z.C.; DING, H.; MISRA, R.D.K.; CAI, Z.H. Microstructure-mechanical property relationship and austenite stability in medium-Mn TRIP steels: the effect of austenite-reverted transformation and quenching-tempering treatments. **Materials Science and Engineering A**, v. 682, 2017. p. 211-219.
64. WU, R.M.; LI, W.; WANG, C.L.; XIAO, Y.; WANG, L.; JIN, X.J. Stability of retained austenite through a combined intercritical annealing and quenching and partitioning (IAQP) treatment. **Acta Metallurgica**, v. 28, 2015. p. 386–393.

65. SUN, W.W.; WU, Y.X.; YANG, S.C.; HUTCHINSON, C.R. Advanced high strength steel (AHSS) development through chemical patterning of austenite. **Scripta Materialia**, v. 146, 2018. p. 60-63.
66. TSUCHIYAMA, T.; INOUE, T.; TOBATA, J.; AKAMA, D.; TAKAKI, S. Microstructure and mechanical properties of a medium manganese steel treated with interrupted quenching and intercritical annealing. **Scripta Materialia**, v. 122, 2016. p. 36–39.
67. YANG, H. S.; BHADSHIA, H. K. D. H. Austenite grain size and the martensite-start temperature. **Scripta Materialia**, v. 60, 2009. p. 493–495.
68. LEE, S. J.; LEE, Y.K. Effect of austenite grain size on martensitic transformation of a low alloy steel. **Materials Science Forum**, v. 475, 2005. p. 3169–3172.
69. NAKADA, N.; TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S.; MIYANO, N. Temperature dependence of austenite nucleation behavior from lath martensite. **ISIJ International**, v. 51, 2011. p. 299–304.
70. LEE, Y.-K. Heat treatment of medium-manganese steels, 2013. Disponivel em: <https://www.youtube.com/watch?v=CUC3J9_BSuw>.
71. HAN, J.; KANG, S-H.; LEE, S-J.; LEE, Y-K. Fabrication of bimodal-grained Al-free medium Mn steel by double intercritical annealing and its tensile properties. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 681, 2016. p. 580-588.
72. JUN, H.J; YAKUBOVSKY, O.; FOSTEIN, N. **On stability of retained austenite in medium Mn TRIP steels**. The 1st International Conference on High Manganese Steels. Seoul: [s.n.]. 2011.
73. JANG, J.M.; KIM, S.J.; KANG, N.H.; CHO, K.M.; SUH, D.W. Effects of annealing conditions on microstructure and mechanical properties of low carbon, manganese transformation-induced plasticity steel. **Metals and Materials International**, v. 15, 2009. p. 909–916.
74. HAN, Q.; ZHANG, Y.; WANG, L. Effect of annealing time on microstructural evolution and deformation characteristics in 10Mn1.5Al TRIP steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46A, 2015. p. 1917-1926.

75. HAN, J.; LEE, Y.-K. The effects of the heating rate on the reverse transformation mechanism and the phase stability of reverted austenite in medium Mn steels. **Acta Materialia**, v. 67, 2014. p. 354-361.
76. FURUKAWA, T.; HUANG, H.; MATSUMURA, O. Effects of carbon content on mechanical properties of 5%Mn steels exhibiting transformation induced plasticity. **Materials Science and Technology**, v. 10, 1994. p. 964-969.
77. RAABE, D.; PONGE, D.; DMITRIEVA, O. Designing ultrahigh strength steels with good ductility by combining transformation induced plasticity and martensite aging. **Advanced Engineering Materials**, v. 11 (7), 2009. p. 547-555.
78. JUN, H. J.; YAKUBOVSKY, O.; FOSTEIN, N. **Effect of initial microstructure and parameters effect of initial microstructure and parameters properties.** Materials Science and Technology Conference and Exhibition. Columbus: [s.n.]. 2011.
79. LEE, S.; DE COOMAN, B.C. Influence of carbide precipitation and dissolution on the microstructure of ultra-fine-grained intercritically annealed medium manganese steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47, 2016. p. 3263–3270.
80. ZHANG, R.; CAO, W.Q.; PENG, Z.J.; SHI, J.; DONG, H.; HUANG, C.X. Intercritical rolling induced ultrafine microstructure and excellent mechanical properties of the medium-Mn steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 583, 2013. p. 84–88.
81. HU, B.; LUO, H. A strong and ductile 7Mn steel manufactured by warm-rolling and exhibiting both transformation and twinning induced plasticity. **Journal of Alloys Compounds**, v. 725, 2017. p. 684-693.
82. HU, B.; LUO, HAIWEN. Microstructures and mechanical properties of 7Mn steel manufactured by different rolling processes. **Metals**, v. 464, 2017. p. 1-11.
83. HONG, H.; LEE, O. Y.; SONG, G. H. Effect of Mn addition on the microstructural changes and mechanical properties of C–Mn TRIP steels. **Journal of the Korean Society for Heat Treatment**, v. 16, 2003. p. 205–210.
84. SUH, D.W.; PARK, S.J.; LEE, T.H.; OH, C.S.; KIM, S.J. Influence of Al on the microstructural evolution and mechanical behavior of low-carbon manganese

- transformation-induced-plasticity steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 41, 2010. p.397–408.
85. OH, C-S.; KANG, J.; PARK, S-J.; KIM, S-J. **Microstructure and tensile properties of Nb-added high manganese TRIP-aided steels sheets**. MS&T. Houston: [s.n.]. 2010.
86. PADILHA, A.F.; SICILIANO JUNIOR, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005. 232 p.
87. VIANA, C. S. C. **Textura Cristalográfica**. Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2002. 35 p.
88. ENGLER, O.; RANDLE, V. **Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture, and orientation mapping**. 2. ed. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2010. 456 p.
89. HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2. ed. Oxford: Elsevier, 2004. 630 p.
90. RAY, R.K.; JONAS, J.J.; BUTRON-GUILLEN, M.P.; SAVOIE, J. Transformation textures in steels. **ISIJ International**, v. 34, 1994. p. 927-942.
91. KALSAR, R.; RAY, R.K.; SATYAM, S. Effects of alloying addition on deformation mechanisms, microstructure, texture and mechanical properties in Fe-12Mn-0.5C austenitic steel. **Materials Science and Engineering A**, 729, 2018. p. 385–397.
92. JONAS, J. J. Transformation textures associated with steel processing. In: _____ **Microstructure and Texture in Steels**. [S.l.]: Springer, 2009. Cap. 1, p. 3-17.
93. RAY, R. K. Rolling textures of pure nickel, nickel-iron and nickel-cobalt alloys. **Acta Metallurgica Materialia**, v. 43, 1995. p. 3861–3872.
94. HEYE, W.; WASSERMAN, G. The formation of the rolling textures in fcc metals by slip and twinning. **Scripta Metallurgica**, v. 2, 1968. p. 205–207.
95. SALEH, A.A.; HAASE, C.; PERELOMA, E.V.; MOLODOV, D.A.; GAZDER, A.A. On the Evolution and modelling of brass-type texture in cold-rolled twinning-induced plasticity steel. **Acta Materialia**, v. 70, 2014. p. 259–271.

96. ENGLISH, A.; CHIN, G. On the variation of wire texture with stacking fault energy in fcc metals and alloys. **Acta Metallurgica**, v. 13, 1965. p. 1013–1016.
97. WEIDNER, A.; KLIMANEK, P. Shear banding and texture development in cold-rolled α - brass. **Scripta Materialia**, v. 38, 1998. p. 851–856.
98. LEFFERS, T.; RAY, R.K. The brass-type texture and its deviation from the copper-type texture. **Progress in Materials Science**, v. 54, 2009. p. 351–396.
99. GAZDER, A.A.; SALEH, A.A.; NANCARROW, M.J.B; MITCHELL, D.R.G.; PERELOMA, E.V. A transmission kikuchi diffraction study of a cold-rolled and annealed Fe–17Mn–2Si–3Al–1Ni–0.06C wt% steel. **Steel Research**, v. 86, 2015. p. 1204-1214.
100. BOUAZIZ, O.; ALLAIN,S.; SCOTT, C.P.; CUGY, P.; BARBIER, D. High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: areview of the microstructure properties relationships. **Current Opinion in Solid State Materials Science**, v. 15, 2011. p. 141–68.
101. ROUT, M.; RANJANB, R.; PAL, S.K.; SINGH, S.B. EBSD study of microstructure evolution during axisymmetric hot compression of 304LN stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 711, 2018. 378–388.
102. PARK, Y.B.; LEE, D.N.; GOTTSTEIN, G. Evolution of recrystallization textures from cold-rolling textures in interstitial free steel. **Materials Science and Technology A**, v. 13, 1997. p. 289-298.
103. KIM, T.; HONG, K.T.; LEE, K.S. The relationship between the fracture toughness and grain boundary character distribution in polycrystalline NiAl. **Intermetallics**, v. 11, 2003. p. 33-39.
104. RANDLE, V. The coincidence site lattice and the ‘sigma enigma’. **Materials Characterization**, v. 47, 2001. p. 411-416.
105. WATANABE, T. The potential for grain boundary design in materials development. **Materials Forum** , v. 11, 1988. p. 284-303.
106. CAO, S.Q.; ZHANG, J.X.; WU, J.S.; CHEN, J.G. Effects of GBCD on cold work embrittlement of high strength interstitial free steels. **Materials and Design** , v. 27, 2006. p. 53-57.

107. ASTM INTERNATIONAL. **A781-14**: Standard specification for castings, steel and alloy, common requirements, for general industrial use. West Conshohocken: ASTM, 2014.
108. SUGIMOTO, K.; USUI, N.; KOBAYASHI, M.; HASHIMOTO, S. Effects of volume fraction and stability of retained austenite on ductility of TRIP-aided dual phase steels. **ISIJ International**, v. 32, 1992. p. 1311-1318.
109. 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, 2004. p. 158–162.
110. DAS, A. Revisiting stacking fault energy of steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.47A , 2015. p.748-768.
111. MARTIN, S.; WOLF, S.; MARTIN, U.; KRUGER, L.; RAFAJA, D. Deformation mechanisms in austenitic TRIP/TWIP steel as a function of temperature. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47, 2016. p. 49–58.
112. MA, Y.; SONG, W.; ZHOU, S.; SCHWEDT, A.; BLECK, W. Influence of intercritical annealing temperature on microstructure and mechanical properties of a cold-rolled medium-Mn steel. **Metals**, v. 357, 2018. p. 1-16.
113. BRACKE, L.; PEMMING, J.; AKDUT, N. The influence of Cr and N additions on the mechanical properties of FeMnC steels. **Metallurgical Materials Transactions A**, v. 38, 2007. p. 520–528.
114. REMY, L. PINEAU, A. Twinning and strain-induced FCC→ HCP transformation in the Fe- Mn-Cr-C system. **Materials Science and Engineering A**, 1977, v. 28. p. 99-107.
115. DUMAY, A.; CHATEAU, J.P.; ALLAIN, S.; MIGOT, S.; BOUAZIZ, O.. Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe-Mn-C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 483-484, 2008. p. 184-187.
116. 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**, v. 40A, 2009. p. 3076-3090.
117. MCGRATH, M.C.; VAN AKEN, D.C.; MEDVEDEVA, N.I.; MEDVEDEVA, J.E. Work hardening behavior in steel with multiple TRIP mechanisms. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44A, 2013. p. 4634-4643.
118. DING, H.; DING, H.; SONG, D.; TANG, Z.; YANG, P. Strain hardening behavior of a TRIP/TWIP steel with 18.8%Mn. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, 2011. p. 868-873.
119. NAKANO, J.; JACQUES, P. Effects of the thermodynamic parameters of the hcp phase on the stacking fault energy calculations in the Fe–Mn and Fe–Mn–C systems. **CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry**, v. 34, 2010. p. 167–175.
120. JIN, J.E.; LEE, Y. K. Effects of Al on microstructure and tensile properties of C-bearing high Mn TWIP steel. **Acta Materialia**, v. 60, 2012. p. 1680–1688.
121. OLSON, G. B.; COHEN, M. A general mechanism of martensitic nucleation: part I. general concepts and the FCC-HCP transformation. **Metallurgical Transactions A**, v. 7A. p. 1976-1897.
122. ASTM INTERNATIONAL. **E92-16**: Standard test methods for vickers hardness and knoop hardness of metallic materials. West Conshohocken: ASTM, 2016.
123. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6152-02**: Materiais metálicos – ensaio de tração à temperatura ambiente. Rio de Janeiro: ABNT, 2002.
124. ASTM INTERNATIONAL. **A370-16**: Standard test methods and definitions for mechanical testing of steel products. West Conshohocken: ASTM, 2016.
125. DIETER, G. E. **Mechanical metallurgy**. 3. ed. Columbus: McGraw-Hill, 1988. 766 p.
126. ISO 2566-1: Steel – conversion of elongation values – Part 1: Carbon and low alloy steels. Geneva: ISO, 1984.

127. XU, H.F.; ZHAO, J.; CAO, W.Q.; SHI, J.; WANG, C.Y.; LI, J.; DONG, H. Tempering effects of the stability of retained austenite and mechanical properties in a medium manganese steel. **ISIJ International**, v. 52, 2012. p. 868-873.
128. SANCHEZ-ARAIZA, M. GODET, S.; JACQUES, P.J.; JONAS, J.J. Texture evolution during the recrystallization of a warm-rolled low-carbon steel. **Acta Materialia**, v. 54, 2006. p. 3085–3093.
129. ZHAO, C.; ZHANG, W. Q.; CAO, C. Y.; WANG, C. Y.; YANG, Z. G.; WENG, Y. Q. Variation of microstructure and mechanical properties of medium Mn steels with multiphase microstructure. **Materials Science and Technology**, v. 32, 2016. p. 63-70.
130. WANG, J.; VAN DER ZWAAG, S. Stabilization mechanisms of retained austenite in transformation induced plasticity steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32A, 2001. p. 1527-1539.
131. YAN, S.; LIU, X.; LIANG, T.; ZHAO, Y. The effects of the initial microstructure on microstructural evolution, mechanical properties and reversed austenite stability of intercritically annealed Fe-6.1Mn-1.5Si-0.12C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 712, 2018. p. 332–340.
132. LEE, S.; DE COOMAN, B.C. Annealing temperature dependence of the tensile behavior of 10 pct Mn multi-phase TWIP-TRIP steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 45, 2014. p. 6039–6052.
133. HAN, J.; SILVA, A.K.; PONGE, D.; RAABE, D.; LEE, S.M.; LEE, Y.K.; LEE, S.I.; HWANG, B. The effects of prior austenite grain boundaries and microstructural morphology on the impact toughness of intercritically annealed medium Mn steel. **Acta Materialia**, v. 122, 2017. p. 199-206.
134. EMO, J.; MAUGIS, P.; PERLADE, A. Austenite growth and stability in medium Mn, medium Al Fe-C-Mn-Al steels. **Computational Materials Science**, v. 125, 2016. p. 206–217.
135. CAI, M.; HUANG, H.; SU, J.; DING, H.; HODGSON, P. D. Enhanced tensile properties of a reversion annealed 6.5Mn-TRIP alloy via tailoring initial microstructure and cold rolling reduction. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 34, 2018. p. 1428–1435.

136. ZHAO, X.; SHEN, Y.; QIU, L.; LIU, Y.; SUN, X.; ZUO, L. Zhao X, Shen Y, Qiu L, et al. Effects of intercritical annealing temperature on mechanical properties of Fe-7.9Mn-0.14Si-0.05Al-0.07C Steel. **Materials**, v.7, 2014. p. 7891-7906.
137. LI, X.; SONG, R.; ZHOU, N.; LI, J. An ultrahigh strength and enhanced ductility cold-rolled medium-Mn steel treated by intercritical annealing. **Scripta Materialia**, v. 154, 2018. p. 30-33.
138. HE, B.B.; HUANG, M.X. On the mechanical stability of austenite matrix after martensite formation in a medium Mn steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47, 2016. p. 3346–3353.
139. LEE, S.; SHIN, S.; KWON, M. LEE, K. Tensile properties of medium Mn steel with a bimodal UFG and coarse δ -ferrite microstructure. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 48A, 2017. p. 1678-1700.
140. JIMENEZ-MELERO, E.; DJIK, N.H.; ZHAO, L.; SIETSMA, J.; OFFERMAN, S.E.; WRIGHT, J.P.; VAN DER ZWAAG, S. The effect of aluminium and phosphorus on the stability of individual austenite grains in TRIP steels. **Acta Materialia**, v. 57, 2009. p. 533-543.
141. ZHAO, X.; ZHANG, Y.; SHAO, C.; HUI, W.; DONG, H. Thermal stability of retained austenite and mechanical properties of medium-Mn steel during tempering treatment. *J Steel Res. Int.* 2017; 24. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 24, 2017. p. 830-837.
142. ZHAO, Z.Z.; LIANG, J.H.; ZHAO, A.M.; LIANG, J.T.; TANG, D.; GAO, Y.P. Effects of the austenitizing temperature on the mechanical properties of cold-rolled medium-Mn steel system. **Journal of Alloys Compounds**, v. 691, 2017. p. 51-59.
143. MOOR, E.; MATLOCK, D.K.; SPEER, J.G.; MERWIN, M.J. Austenite stabilization through manganese enrichment. **Scripta Materialia**, v. 64, 2011. p. 185-188.
144. HU, Z.P.; XU, Y.B.; ZOU, Y.; MISRA, R.D.K.; HAN, D.T.; CHEN, S.Q. HOU, D.Y. Effect of intercritical rolling temperature on microstructure-mechanical property relationship in a medium Mn-TRIP steel containing δ ferrite. **Materials Science and Engineering A**, v.720, 2018. p. 1-10.

145. LI, Y.; LI, W.; MIN, N.; LIU, W.; JIN, X. Effects of hot/cold deformation on the microstructures and mechanical properties of ultra-low carbon medium manganese quenching-partitioning-tempering steels. **Acta Materialia**, v. 139, 2017. p. 96-108.
146. DIJK, N.H.; BUTT, A.M.; ZHAO, L.; SIETSMA, J.; OFFERMAN, E.; WRIGTH, J.P.; ZWAAG, S. Thermal stability of retained austenite in TRIP steels studied by synchrotron X-ray diffraction during cooling. **Acta Materialia**, v.53, 2005. p. 5439-5447.
147. HAN, J.; LEE, S.J.; LEE, C.Y.; LEE, S.; JO, S.Y. The size effect of initial martensite constituents on the microstructure and tensile properties of intercritically annealed Fe–9Mn–0.05C steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 633, 2015. p. 9–16.
148. LUO, L.; LI, W.; WANG, L.; ZHOU, S.; JIN, X. Tensile behaviors and deformation mechanism of a medium Mn-TRIP steel at different temperatures. **Materials Science and Engineering A**, v. 682, 2017. p. 698-703.
149. TRZASKA, J. Calculation of critical temperatures by empirical formulae. **Archives of Metallurgy and Materials**, v. 61, 2016. p.981-986.
150. MAHIEU, J.; MAKI, J.; DE COOMAN, B.C.; CLAESSENS, S. Phase transformation and mechanical properties of Si-free CMnAl transformation induced plasticity–aided steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33A, 2002. p. 2573-2580.
151. ZHANG, Y.; WANG, LI.; FINDLEY, K.O.; SPEER, J.G. Influence of temperature and grain size on austenite stability in medium manganese steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 48A, 2017. p. 2140-2149.
152. CHANG, Y.; WANG, C.Y.; ZHAO, K.M.; DONG, H.; YAN, J.W. An introduction to medium-Mn steel: metallurgy, mechanical properties and warm stamping process. **Materials and Design**, v. 94, 2016. p. 424–432.
153. CHEN, J.; LV, M.; TANG, S.; LIU, Z.; WANG, G. Correlation between mechanical properties and retained austenite characteristics in a low-carbon medium manganese alloyed steel plate. **Materials Characterization**, v. 106, 2015. p. 108-111.

154. LUO, H.; DONG, H.; HUANG, M. Effect of intercritical annealing on the Lüders strains of medium Mn transformation-induced plasticity steels. **Materials and Design**, v. 83, 2015. p. 42–48.
155. EMADODDIN, E.; AKBARZADEH, A.; DANESHI, G.H. Correlation between Luder strain and retained austenite in TRIP-assisted cold rolled steel sheets. **Materials Science and Engineering A**, v. 447, 2007. p. 174-179.
156. WANG, X.G.; WANG, L.; HUANG, M.X. In-situ evaluation of Lüders band associated with martensitic transformation in a medium Mn transformation-induced plasticity steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 674, 2016. p. 59-63.
157. SUH, D.W.; RYU, H.; JOO, M.S.; YANG, H.S.; LEE, K.; BHADSHIA, H.K.D.H. Medium-alloy manganese-rich transformation-induced plasticity steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44A, 2013. p. 286-293.
158. RYU, J.H.; KIM, J.I.; KIM, H.S.; OH, C.S.; BHADSHIA, K.H.D.K.; SUH, D.W. Austenite stability and heterogeneous deformation in fine-grained transformation-induced plasticity-assisted steel.. **Scripta Materialia**, v. 68, 2013. p. 933-936.
159. SUGIMOTO, K.; TANINO, H.; KOBAYASHI, J. Warm ductility of 0.2% C–1.5% Si–5% Mn TRIP-aided steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 688, 2017. p. 237–243.
160. SUN, B.; FAZELI, F.; SCOTT, C.; GUO, B.; ARANAS JR, C.; CHU, X.; JAHAZI, M.; YUE, S. Microstructural characteristics and tensile behavior of medium manganese steels with different manganese additions. **Materials Science and Engineering A**, v. 729, 2018. p. 496-507.
161. LI, Z.C.; DING, H.; MISRA, R.D.K.; CAI, Z.H.; LI, H.X. Microstructural evolution and deformation behavior in the Fe-(6, 8.5)Mn-3Al-0.2C TRIP steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 672, 2016. p. 161-169.
162. CHEN, J.; LV, M.Y.; LIU, Z. Y.; WANG, G.D. Combination of ductility and toughness by the design of fine ferrite/tempered martensite–austenite microstructure in a low carbon medium manganese alloyed steel plate. **Materials Science and Engineering A**, v. 648, 2015. p. 51–56.

163. YU, S.; DU, L.X.; HU, J.; MISRA, R.D.K. Effect of hot rolling temperature on the microstructure and mechanical properties of ultra-low carbon medium manganese steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 731, 2018. p. 149–155.
164. DOHERTY, R. D. Recrystallization and texture. **Progress in Materials Science**, v. 42, 1997. p. 39–58.
165. KURC-LISIECKA, A.; OZGOWICZ, W.; RATUSZEK, W.; CHRUSCIEL, K. Texture and structure evolution during cold rolling of austenitic stainless steel. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, v. 52, 2012. p. 22-30.
166. KESTENS, L.; JONAS, J.J. Deep drawing textures in low carbon steels. **Metals and Materials**, v. 5, 1999. p. 419-427.
167. GAO, F.; YU, F.; MISRA, R.D.; ZHANG, X.; ZHANG, S.; LIU, Z. Microstructure, texture, and deep drawability under two different cold-rolling processes in ferritic stainless steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 24, 2015. p. 3862–3880.
168. HUH, M.Y.; ENGLER, O. Effect of intermediate annealing on texture, formability and ridging of 17%Cr ferritic stainless steel sheet. **Materials Science and Engineering A**, v. 308, 2001. p. 74–87.
169. LEE, D.N.; HAN, H.N. Recrystallization textures of metals and alloys. In: (ED) WILSON, P. **Recent Developments in the Study of Recrystallization**. [S.l.]: [s.n.], 2013. p. 3-59.
170. VERBEKEN, K.; KESTENS, L.; JONAS, J.J. Microtextural study of orientation change during nucleation and growth in a cold rolled ULC steel. **Scripta Materialia**, v. 48, 2003. p. 1457–1462.
171. RYDE, L. Application of EBSD to analysis of microstructures in commercial steels. **Materials Science and Technology**, v. 22, 2006. p. 1297-1306.
172. MASOUMI, M.; SANTOS, L.P.M; BASTOS, N.; TAVARES, S.S.M. Texture and grain boundary study in high strength Fe–18Ni–Co steel related to hydrogen embrittlement. **Materials and Design**, v. 91, 2016. p. 90–97.

173. LAMBERT, A.; GARAT, X.; STUREL, T. Application of acoustic emission to the study of cleavage fracture mechanism in a HSLA steel. **Scripta Materialia**, v. 43, 2000. p. 161–166.
174. LAN, L.Y.; QIU, C.L.; ZHAO, D.W. Microstructural characteristics and toughness of the simulated coarse grained heat affected zone of high strength low carbon bainitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 529, 2011. p. 192–200.
175. GOURGUES, A.F. Electron backscatter diffraction and cracking. **Materials Science and Technology**, v. 18, 2002. p. 119–133.
176. SAHA, R.; RAY, R. K.. Effects of severe cold-rolling on the texture and grain boundary character of a Ti–Nb IF steel. **Materials Letters**, v. 62, 2008. p. 222–225.
177. HUGES, D. A. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. **Acta Materialia**, v. 45, 1997. p. 3871–3886.
178. SAHA, R.; RAY, R.K. Microstructural and textural changes in a severely cold-rolled boron-added interstitial-free steel. **Scripta Materialia**, v. 57, 2007. p. 841–844.
179. SONG, S.H.; ZHAO, Y.; CUI, Y.; SUN, J.; SI, H.; LI, J.Q. Effect of grain boundary character distribution and grain boundary phosphorus segregation on the brittleness of an interstitial-free steel. **Materials Letters**, v. 182, 2016. p. 328–331.
180. CAO, Y.; DI, H.; MISRA, R.D.K.; YI, X.; ZHANG, J.; MA, T. On the hot deformation behavior of AISI 420 stainless steel based on constitutive analysis and CSL model. **Materials Science and Engineering A**, v. 593, 2014. p. 111–119.
181. LAN, L.; QIU, C.; ZHAO, D.; GAO, X.; DU, L. Microstructural characteristics and toughness of the simulated coarse grained heat affected zone of high strength low carbon bainitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 529, 2011. p. 192–200.
182. ZHAO, Y.; SONG, S.; SI, H.; WANG, K. Effect of grain size on grain boundary segregation thermodynamics of phosphorus in interstitial-free and 2.25Cr-1Mo Steels. **Metals**, v. 470, 2017. p. 1–16.

183. FENG, W.; YANG, S.; YAN, Y. Dependence of grain boundary character distribution on the initial grain size of 304 austenitic stainless steel. **Philosophical Magazine**, 2017. DOI: 10.1080/14786435.2017.1288943.
184. YAN, H.; BI, H.; LI, X. Microstructure and texture of Nb+Ti stabilized ferritic stainless steel. **Materials Characterization** , v. 59, 2008. p. 1741-1746.
185. SAHA, R.; RAY, P.K. Microstructural and textural changes in a severely cold rolled boron-added interstitial-free steel. **Scripta Materialia**, v. 57, 2007. p. 841–844.
186. GAZDER, A.A.; CAO, W.; DAVIES, C.H.J.; PERELOMA, E.V. An EBSD investigation of interstitial-free steel subjected to equal channel angular extrusion. **Materials Science and Engineering A**, v. 497, 2008. p. 341-352.
187. PARK, Y.B.; LEE, D.N; GOTTSTEIN, G. Evolution of recrystallization textures from cold-rolling textures in interstitial free steel. **Materials Science & Technology** , v. 13, 1997. p. 289-298.
188. LEE, S. W.; LEE, S-J.; DE COOMAN, B. C. Austenite stability of ultrafine-grained transformation-induced plasticity steel with Mn partitioning. **Scripta Materialia**, v. 65, 2011. p. 225–228.
189. MURANSKY, O.; SITTNER, P.; ZRNIK, J.; OLIVER, E.C. In situ neutron diffraction investigation of the collaborative deformation–transformation mechanism in TRIP-assisted steels at room and elevated temperatures. **Acta Materialia**, v. 56, 2008. p. 3367–3379.
190. FROMMEYER, G.; BRÜX, U.; NEUMANN, P.. Supra-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes. **ISIJ International**, v. 43, 2003. p. 438–446.
191. FERREIRA, P.J.; MÜLLNER, P. A thermodynamic model for stacking fault energy. **Acta Materialia**, v. 46, 1998. p. 4479-4484.
192. ASTM INTERNATIONAL. **E562-1**: Standard test method for determining volume fraction by systematic manual point count. West Conshohocken: ASTM, 2011.
193. ASTM INTERNATIONAL. **E112-13**: Standard test methods for determining average grain size. West Conshohocken: ASTM, 2013.

194. ASTM INTERNATIONAL. **E228-11**: Standard test method for linear thermal expansion of solid materials with a push-rod dilatometer. West Conshohocken: ASTM, 2011.
195. LEE, S.; DE COOMAN, B. C. Influence of intra-granular ferrite on the tensile behavior of intercritically annealed 12 pct Mn TWIP+TRIP steel. **Mettalurgical and Materials Transactions A**, v. 46A, 2015. p. 1012-1018.
196. LEE, S.; KIM, J.; LEE, S.J.; DE COOMAN, B.C. Effect of nitrogen on the critical strain for dynamic strain aging in high-manganese twinning-induced plasticity steel. **Scripta Materialia**, v. 65, 2011. p. 528–531.
197. YANG, F.; LUO, H.; HU, C.; PU, E.; DONG, H. Effects of intercritical annealing process on microstructures and tensile properties of cold-rolled 7Mn steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 685, 2017. p. 115–122.
198. DING, H.; DAI, Z.; HUANG, M.; YANG, Z; ZHANG, C.; CHEN, H. Effect of pre-existed austenite on austenite reversion and mechanical behavior of an Fe-0.2C-8Mn-2Al medium Mn steel. **Acta Materialia**, v.147, 2018. p. 59-69.
199. HILKHUIJSEN, P.; GEIJSELAERS, H.J.M.; BOR, T.C.; PERDAHICIOGLU, A.H.; BOOGAARD, V.D.; AKKERMAN, R. Strain direction dependency of martensitic transformation in austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 573, 2013. p. 100-105.
200. HALL, E. O. **The deformation and ageing of mild steel**: III discussion of results. Proceedings of the Physical Society. Section B. [S.l.]: [s.n.]. 1951. p. 742–747.
201. BONDLE, R.; JIMENEZ-MELERO, E.; ZHAO, L.; WRIGTH, J.P.; BRUCK, E.; ZWAAG, S.; DJIK, N.H. High-energy X-ray diffraction study on the temperature-dependent mechanical stability of retained austenite in low-alloyed TRIP steels. **Acta Materialia**, v. 60, 2012. p. 565-577.